

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DU COMPORTEMENT EN FUSION DES POUDRES DE COULÉE
CONTINUE POUR BRAMES D'ACIER

FLORA SPADONE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES MATÉRIAUX ET GÉNIE
PHYSIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME DE
MAITRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES

(GÉNIE DE MATÉRIAUX)

JUIN 2000

© Flora Spadone, 2000



National Library
of Canada

Acquisitions and
Bibliographic Services

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Acquisitions et
services bibliographiques

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file *Votre référence*

Our file *Notre référence*

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-57428-8

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

ÉTUDE DU COMPORTEMENT EN FUSION DES POUDRES
DE COULÉE CONTINUE POUR BRAMES D'ACIER

Présenté par : SPADONE Flora

En vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

A été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. AJERSCH Frank, Ph.D, président

M. RIGAUD Michel, D.ScA, membre et directeur de recherche

M. BOUCHARD Dominique, Ph.D, membre

REMERCIEMENTS

L'auteur tient à remercier M. Michel Rigaud, son directeur de recherche, ainsi que les partenaires du CIREP, et les partenaires du CSIRA pour leur support financier, ainsi que tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail pour leur aide et leurs conseils.

Ces remerciements s'adressent particulièrement à :

M. Jean Limoges, et M. Étienne Schmidt de ISPAT-SIDBEC

M. Jean-Philippe Bouchard du CIREP

Stan Harris de C.V. Materials

Emmanuel Divry du CIREP

Eugène Paranski et Gérard Guérin du CIREP-École Polytechnique, Montréal

Dave Johnson de Stollberg

Le comité technique du CSIRA, M. Don Georges, M. Jean Limoges, M. Robin Thibau

Les équipes de la brame à ISPAT-SIDBEC

Les personnes ayant répondu au questionnaire pour l'étude sur les aciéries canadiennes

RÉSUMÉ

Une enquête stratégique sur l'utilisation des poudres de coulée dans les aciéries canadiennes a montré le manque d'information sur les propriétés des poudres. Une revue de la littérature a prouvé les lacunes dans la compréhension des phénomènes liés à la fusion des poudres. Des montages permettent de caractériser certains aspects des poudres, mais ils ne sont pas utilisés couramment. Les seules propriétés à être connues pour les poudres industrielles sont la viscosité et la température de fusion, mais ces valeurs dépendent du test utilisé. Dans ce contexte, le CIREP a été mandaté pour effectuer une étude sur le comportement à la fusion des poudres de coulée continue.

Le but de la présente étude est de caractériser en laboratoire la fusion des poudres, puis de corrélérer des tests en usine et en laboratoire afin de comprendre comment l'évaluation de la fusion des poudres en laboratoire peut être reliée aux observations faites en usine.

Il faut donc observer et comprendre le comportement en fusion des poudres dans la lingotière de coulée continue de brames, et mettre en place une méthode d'évaluation fiable. Il faut également étudier l'influence des paramètres opératoires sur la fusion de la poudre.

Un montage a été réalisé afin d'évaluer les caractéristiques de la fusion en laboratoire. Il devait permettre de différencier des poudres en maintenant des conditions de fonte de la poudre semblables à celles dans le moule.

Ces objectifs ont été atteints, et voici les principales réalisations.

Dans un premier temps, des tests en usine ont été effectués sur une machine de coulée continue de brames. Nous avons étudié la transformation de la poudre durant sa fusion dans le moule. Pour cela, l'épaisseur du film liquide dans le moule a été mesurée avec la méthode des trois fils, pour trois poudres. Nous avons aussi évalué les variations d'épaisseur en fonction de la position dans le moule, de la poudre, de la pratique.

L'épaisseur du film de flux liquide, et celle du film de poudre frittée varient selon l'endroit dans la lingotière. Plusieurs formes de profils sont mises en évidence. La quantité de flux liquide est plus importante dans la zone proche de la buse submergée, et diminue en se rapprochant des petites faces dans la moitié des cas. D'autres profils présentent un film liquide plus épais dans la zone médiane, entre la buse et la petite face de chaque bord.

Le film liquide est plus épais et varie plus que le film fritté, sauf dans la zone des petites faces. Il est alors moins épais que le film fritté, dans la moitié des cas. Il est donc nécessaire d'effectuer des tests avec trois fils, afin de déterminer l'épaisseur de chaque film séparément.

Les conséquences du flux d'acier et des remous dus à l'argon sont aussi envisagées. D'autre part, l'influence de la vitesse de coulée sur le profil a été mise en évidence. En régime stabilisé, une augmentation de la vitesse de coulée crée une augmentation de la quantité de flux liquide à la surface du moule.

Une étude du régime transitoire suivant un changement de vitesse a également été effectuée. Il apparaît que la quantité de flux liquide diminue dans un premier temps, pour ensuite augmenter et se stabiliser à un niveau supérieur. Par contre, le film fritté augmente très rapidement après l'augmentation de la vitesse de coulée, pour diminuer ensuite et se stabiliser à un niveau inférieur. Une succession d'augmentations de vitesse rapides peut donc être dangereuse, car l'approvisionnement en flux ne sera plus assuré.

Les taux de consommation et la consommation unitaire ont été évalués. Ils ne sont pas reliés à la viscosité de la poudre évaluée en laboratoire. Ils semblent reliés à la température de cristallisation.

L'évolution chimique de la poudre lors de sa fonte a également été mise en évidence. La quantité d'alcalins diminue, tandis que le pourcentage d'alumine augmente sensiblement. Le flux contient également une plus grande quantité d'oxyde de fer, de zircon, et d'oxyde de manganèse que la poudre.

L'indice de basicité augmente un peu. Ces modifications chimiques montrent que la nature du flux est très différente de celle de la poudre. L'évaluation des propriétés de la poudre en laboratoire n'est donc pas suffisante pour effectuer un choix.

Des échantillons de laitier ont été recueillis sur la paroi du moule, lors de la descente de la brame en fin de coulée. L'observation de ces échantillons a montré qu'une couche cristalline se situe contre la paroi du moule, alors qu'une couche de verre est en contact avec l'acier. Ceci modifie les hypothèses de calcul du transfert thermique.

Nous avons enfin mis en place une méthode pour évaluer le taux de fusion des poudres de coulée en laboratoire. Un creuset de graphite est préchauffé à 1300°C, et la poudre est ajoutée. Dès que le flux est fondu, il coule par un trou et tombe dans un creuset pesé en continu. Les conditions de fonte de la poudre sont très similaires à celles dans le moule, en température et en direction.

Les taux de fusion des trois poudres poudreuses ont été différenciés. La poudre 3 a une température de fusion plus faible que la poudre 1 et leurs viscosités sont comparables. La 3 produit plus de liquide dans le moule. Son taux de fusion mesuré en laboratoire est plus élevé. La poudre 2 a une viscosité beaucoup plus élevée que la poudre 1 et leurs températures de fusion sont comparables. Le taux de fusion mesuré est plus faible. Le comportement en fusion dans le moule de ces deux poudres est similaire, mais l'infiltration du flux dans l'interstice se fait différemment, et la poudre 2 forme une couche de laitier plus fine.

Le montage permet donc de tenir compte de la fusion des poudres, mais aussi des conditions d'infiltration. Pour confirmer cela, il est nécessaire d'étudier maintenant la sensibilité des résultats à la température, à la quantité et au type de carbone contenu dans la poudre. Il sera alors possible de vérifier les relations effectuées entre les caractéristiques de fusion de la poudre et la quantité de liquide dans le moule, et l'influence de la viscosité sur l'infiltration du flux dans l'interstice.

Ce montage permettrait donc de tenir compte de la viscosité du flux et d'évaluer sa capacité d'infiltration dans l'interstice sans mesurer séparément la viscosité.

ABSTRACT

A survey on mold powders used in the Canadian Steel Industry showed that the properties of the industrial powders were not well known. In the literature, the phenomena's during the melting of the powders are also not quite understood. Some tests exist but they are not usually used. Only the viscosity and the melting temperature are known for each industrial powder, and the values depend on the type of the test used.

So the CSIRA agreed to support CIREP to initiate a study on the melting properties of mold powders. The study is aiming at characterizing the melting of powders, then to correlate in-plant trials and laboratory tests, in order to understand how the evaluation of mold powders in laboratory could be linked with on-site observations.

Thereafter, an experimental method has been designed to evaluate the melting parameters on a laboratory scale, with melting conditions similar to the one in the mold.

Three powders were first tested in a slab caster mold to follow the evolution of the powders during melting. The liquid pool depth was evaluated with a "three wires method". Thickness profiles were obtained.

The thicknesses of the liquid pool and of the sintered layer depend on the position in the mold. Three different shapes of thickness profiles were found. There is more liquid in the S.E.N. area, and less near the narrow faces. In other cases, the liquid pool is thicker in the middle between the S.E.N. and the narrow faces, maybe because of the type of powders tested – synthetic powders.

The liquid pool variation is more important than the sintered layer variation, but near the narrow faces. Half the profiles show more sintered powder than liquid in this area. So it is useful to use three wires, to evaluate each layer and not only the "liquid and sintered layer".

The steel flow and argon flow rate influence the melting of the powder too. The casting speed changes the thickness either. If it increases, the liquid pool thickness increases too, but after a while. Just after the casting speed modification, the liquid pool decreases and after increases to become thicker than previously. but the sintered layer increases in a first step and then decreases and becomes less thick than before. So quick increases of casting speed can be dangerous. There could be a lack of liquid flux.

The consumption rates were also evaluated. They are not linked with viscosity measured in laboratory, but with the crystallization temperature. The chemical composition changes during melting were also studied. The flux contains less alkaline, and more alumina than the powder. Other variations are less visible, like an increase in iron oxide, zirconia, and magnesia oxide.

The basicity index increases just a bit. The chemical composition of the flux is different from the one of the powder. As a consequence, the powder evaluation in laboratory is not enough to choose a powder.

Some slag samples were taken on the mold face after cap-off. Observation showed a crystalline layer against the mold face, and a glassy layer against the steel shell. This is in contradiction with what is normally accepted, and modifies the heat transfer hypothesis.

In the laboratory test, which has been used, a graphite crucible is heated at 1300°C, prior to the addition of powder is added. As soon as the flux is melted, it goes through a hole in the bottom of the crucible, and drops into another crucible, continuously weighed. The melting conditions are quite similar to the one in the mold, for the temperature and heat transfer direction.

The melting rates of the same three powders used in a slab caster have been evaluated using such a test. The powder 3 has a lower melting point than the powder 1, and their viscosity are similar. The liquid pool of 3 is thicker than the one of 1, and the measured melting rate of 3 is higher than 1.

The viscosity of the powder 2 is much higher than the one of 1, and its melting rate is lower. In the mold, 1 and 2 have similar melting characteristics and liquid pool, but the slag film of 1 is thicker than 2 on the mold face.

With this test, it should be possible to evaluate both the melting characteristics and the infiltration of the flux. To go further, we should now study the dependence of the melting rate on temperature, type and quantity of carbon.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....	iv
RÉSUMÉ.....	v
ABSTRACT.....	ix
LISTE DES TABLEAUX.....	xv
LISTE DES FIGURES.....	xvi
LISTE DES ANNEXES.....	xx
INTRODUCTION.....	1
1. CHAPITRE I MISE EN SITUATION-ENQUÊTE ET REVUE DE LA LITTÉRATURE.....	3
1.1 MISE EN SITUATION.....	3
1.1.1. La machine de coulée continue	3
1.1.2. La poudre de coulée	6
1.1.3. Enquête dans les aciéries canadiennes	15
1.2 REVUE DE LA LITTÉRATURE.....	21
1.2.1. Caractérisation des poudres.....	22
1.2.2. Étude de la fusion des poudres.....	32
1.2.3. Composition chimique et minéralogique des poudres	38
1.2.4. Rôle du carbone.....	42
1.2.5. Transfert thermique dans le moule.....	46
1.2.6. Infiltration du flux et lubrification	53
1.2.7. Flux d'acier dans le moule	56
1.2.8. Conclusion	61

2. CHAPITRE II ÉVALUATION DES POUDRES DE COULÉE EN USINE .	62
2.1 DESCRIPTION DES TESTS EN USINE.....	63
2.1.1. Les poudres testées.....	63
2.1.2. Les mesures effectuées en usine.....	66
2.1.3. Instrumentation	69
2.1.4. Procédure expérimentale.....	71
2.1.5. Les paramètres.....	72
2.2 ANALYSE DES TESTS EN USINE.....	75
2.2.1. Profils d'épaisseur.....	75
2.2.2. Étude de l'influence de la vitesse de coulée.....	98
2.2.3. Évaluation des taux de consommation.....	104
2.2.4. Étude de l'évolution chimique de la poudre au cours de sa fusion.....	109
2.2.5. Étude microscopique des échantillons de laitier collectés sous le moule	
117	
2.2.6. Étude des échantillons de laitier collectés sur la paroi du moule.....	119
3. CHAPITRE III ÉVALUATION DU TAUX DE FUSION DES POUDRES EN	
LABORATOIRE.....	151
3.1 DESCRIPTION DU MONTAGE	152
3.1.1. Instrumentation	152
3.1.2. Procédure.....	155
3.2 ANALYSE DES RÉSULTATS.....	155
3.2.1. Les poudres testées.....	155
3.2.2. Les courbes brutes.....	156
3.2.3. Traitement des résultats.....	156
3.2.4. Signification des résultats	159
3.2.5. Conclusion	166
4. DISCUSSION	167
4.1 PRINCIPALES RÉALISATIONS	167

4.2	PROPOSITION D'UNE MÉTHODE DE CHOIX DES POUDRES.....	168
4.2.1.	Paramètres opératoires	169
4.2.2.	Paramètres de la poudre	169
4.2.3.	Critères de choix d'une poudre	172
4.2.4.	Évaluation d'une poudre	172
5.	RÉFÉRENCES.....	176

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1 : Intervalles de composition des poudres de coulée.....	18
Tableau 1-2 : Effet des éléments chimiques contenus dans les poudres sur les propriétés physiques.....	19
Tableau 2-1 : Principaux paramètres de comparaison des poudres testées.....	64
Tableau 2-2 : Intervalle de fusion des quatre poudres testées.....	64
Tableau 2-3 : Analyse chimique des quatre poudres testées.....	65
Tableau 2-4 : Viscosité et température d'apparition du premier solide des quatre poudres testées.....	65
Tableau 2-5 : Comparaison des épaisseurs de liquide pour les trois poudres testées.....	88
Tableau 2-6 : Taux de consommation des poudres.....	106
Tableau 2-7 : Incertitudes sur les mesures de taux de consommation.....	107
Tableau 2-8 : Comparaison des films de laitier pour les poudres 1 et 2.....	141
Tableau 3-1 : Composition et propriétés des trois poudres testées.....	155
Tableau 3-2 : Comparaison des propriétés des poudres poudreuses et granuleuses.....	165
Tableau 4-1 : Paramètres de la poudre à mettre en relation avec le comportement dans le moule.....	175

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1: Machine de coulée continue de brames d'acier	4
Figure 1-2 : Éléments permettant la coulée continue de brames d'acier	4
Figure 1-3 : Flux d'acier et de poudre de coulée dans le moule de coulée continue de brames	7
Figure 1-4 : Les différentes couches de poudre dans le moule	8
Figure 1-5 : Les fonctions des poudres de coulée	9
Figure 1-6 : Les paramètres des poudres de coulée.....	13
Figure 1-7 : Les principaux paramètres des poudres de coulée et leurs relations (20) ..	14
Figure 1-8 : Principe des tests du bouton et du cône pyrométrique permettant d'évaluer l'intervalle de température de fusion	23
Figure 1-9 : Schéma d'un viscosimètre de type Brookfield.....	24
Figure 1-10 : Évolution de la viscosité (échelle logarithmique) avec la température	25
Figure 1-11 : Intervalle de viscosité des poudres utilisées pour chaque vitesse de coulée(18).....	26
Figure 1-12 : Mesure du taux de fusion par mesure d'épaisseur	27
Figure 1-13 : Test permettant d'évaluer le taux de fusion des poudres	28
Figure 1-14 : Simulation expérimentale du comportement du laitier dans l'interstice..	29
Figure 1-15 : Schéma du test permettant de déterminer l'angle de repos.....	31
Figure 1-16: Les différents types de carbone	42
Figure 1-17 : Vue du laitier environ 50 mm sous le ménisque pour la poudre A ($T_c =$ 1030°C)(18)	50
Figure 1-18 : Vue du film de laitier approximativement 300 mm sous le ménisque pour la poudre b ($T_c = 1170^\circ\text{C}$) (18)	51
Figure 1-19 : Profils thermiques dans le moule (18).....	52
Figure 1-20 : Schéma d'écoulement de l'acier en double rouleau	57
Figure 1-21 : Schéma d'écoulement de l'acier en simple rouleau.....	57
Figure 1-22 : Schéma d'écoulement de l'acier en rouleau au ménisque	57

Figure 1-23 : Influence du schéma d'écoulement de l'acier sur la qualité de la brame ..	60
Figure 2-1: Description des tests effectués en usine	66
Figure 2-2 : Principe de la mesure d'épaisseur avec trois fils	67
Figure 2-3 : Principe de la mesure des épaisseurs avec trois fils	68
Figure 2-4 : Schéma du moule et emplacement des mesures.....	68
Figure 2-5: "Porte-Fils" utilisé pour les mesures d'épaisseur.....	70
Figure 2-6 : Les paramètres de la machine de coulée continue.....	73
Figure 2-7 : Profil d'épaisseur "en cloche"	77
Figure 2-8 : Épaisseurs relatives	77
Figure 2-9 : Profil d'épaisseur "en cloche", avec inversion proche de l'une des petites faces.....	79
Figure 2-10 : Épaisseurs relatives	79
Figure 2-11 : Profil d'épaisseur "en vague"	80
Figure 2-12 : Épaisseurs relatives	80
Figure 2-13 : Profil "en vague", avec inversion proche de l'une des petites faces	82
Figure 2-14 : Épaisseurs relatives	83
Figure 2-15 : Profil d'épaisseur "asymétrique".....	83
Figure 2-16 : Épaisseurs relatives	84
Figure 2-17 : Schéma d'écoulement lors de notre étude.....	91
Figure 2-18 : Configuration des différents films de poudre dans le moule.....	95
Figure 2-19 : Évolution du film de flux liquide avec la vitesse de coulée, en différents endroits dans le moule.....	98
Figure 2-20 : Évolution des films de poudre et de flux durant les minutes suivant un changement de vitesse, en épaisseurs absolues.....	100
Figure 2-21 : Évolution des films après un changement de vitesse de coulée, en épaisseurs relatives.....	100

Figure 2-22 : Image instantanée du régime transitoire. Épaisseurs de flux liquide et de poudre en trois endroits dans le moule avant et juste après un changement de vitesse de coulée.....	102
Figure 2-23 : Évolution de l'épaisseur du film "liquide + fritté", lors de changements de vitesses successifs effectués avec des intervalles de temps supérieurs puis inférieurs à 4 minutes.	103
Figure 2-24 : Échantillon de laitier collecté sous le moule.....	117
Figure 2-25 : Échantillon de laitier collecté sous le moule.....	117
Figure 2-26: Face vitreuse, laitier 1	120
Figure 2-27 : Échantillons de laitier 2, avec dépôts brillants et noirs	121
Figure 2-28 : Film de laitier 2 discontinu.....	121
Figure 2-29 : Échantillon de flux collecté dans une cuillère en acier *6	122
Figure 2-30 : Échantillon de flux, *10	123
Figure 2-31 : Échantillon de flux, 6,6*	123
Figure 2-32 : Échantillon de laitier 1 entièrement cristallin, face contre l'acier, *10..	124
Figure 2-33 : Échantillon de laitier 1 cristallin, face contre le moule,*10.....	125
Figure 2-34 : Vue en coupe d'un échantillon de laitier 1	126
Figure 2-35: Vue en coupe d'un échantillon de laitier 2	126
Figure 2-36 : Échantillon de laitier 1, face contre le moule.....	127
Figure 2-37 : Échantillon de laitier face contre le moule, vue détaillée d'une phase (*30)	128
Figure 2-38 : Face vitreuse, laitier 2, *10	129
Figure 2-39 : Échantillon de laitier 1 collecté dans le coin de moule	129
Figure 2-40 : Nodules sur la surface vitreuse d'un échantillon de laitier	130
Figure 2-41 :Échantillon de laitier 2, Nodules sur la phase vitreuse.....	131
Figure 2-42 : Coin de laitier 1	132
Figure 2-43 : Les différentes couches dans un échantillon de laitier	133
Figure 2-44 : Cristaux entourés de phase vitreuse	134

Figure 2-45 : Structure cristalline dendritique	135
Figure 2-46: Dendrites et phase vitreuse.....	135
Figure 2-47 : Structure dendritique	136
Figure 2-48 : Porosité concentrée dans une couche	136
Figure 2-49 : Film cristallin pris dans le film vitreux	137
Figure 2-50 : Échantillon de laitier 2 collecté dans la partie basse du moule. Les plaques vitreuses sont arrachées et des particules sont collées à la surface	138
Figure 2-51 : Nodules sur la structure cristalline	139
Figure 2-52 : Échantillon de laitier collecté dans la partie basse du moule, Structure cristalline.....	140
Figure 2-53 : Diagramme T.T.T. d'une poudre de coulée	142
Figure 2-54 : Diagramme T.T.T. des poudres avec domaines de germination et croissance limitées	144
Figure 2-55 : Mécanismes expliquant la formation des cristaux dans le film de laitier	145
Figure 3-1 : Schéma du montage utilisé pour évaluer le taux de fusion des poudres de coulée en laboratoire	152
Figure 3-2 : Plan du creuset de graphite.....	153
Figure 3-3 : Exemple de courbe brute.....	156
Figure 3-4 : Exemple de courbe donnant le poids de flux coulé au cours du temps....	157
Figure 3-5 : exemple de courbe obtenue par le calcul du taux de fusion toutes les 5 secondes	158
Figure 3-6 : Taux de fusion en fonction du temps pour différents essais de la poudre 1	159
Figure 3-7 : Influence de la température sur la fusion de la poudre.....	160
Figure 3-8 : Courbes types pour différents poids de poudre ajoutés.....	160
Figure 3-9 : Comparaison des taux de fusion des trois poudres testées	161
Figure 3-10 : Exemple de courbes semblables pour la poudre 1	163

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE : Questionnaire envoyé aux aciéries canadiennes.....179

INTRODUCTION

Une enquête stratégique sur l'utilisation des poudres de coulée dans les aciéries canadiennes a montré le manque d'information sur les propriétés des poudres. Une revue de la littérature a prouvé les lacunes dans la compréhension des phénomènes liés à la fusion des poudres. Des montages permettent de caractériser certains aspects des poudres, mais ils ne sont pas utilisés couramment. Les seules propriétés à être connues pour les poudres industrielles sont la viscosité et la température de fusion, mais leur valeur dépend du test utilisé.

Le CSIRA a donc décidé de mandater le CIREP pour effectuer une étude sur le comportement à la fusion des poudres de coulée continue de brames d'acier.

Le but de cette étude est de caractériser le comportement en fusion des poudres. Pour cela, nous souhaitons corréler des tests en usine et en laboratoire afin de comprendre comment l'évaluation de la fusion des poudres en laboratoire peut être reliée aux observations faites en usine.

Il faut observer et comprendre le comportement en fusion des poudres dans la lingotière de coulée continue de brames, et mettre en place une méthode d'évaluation fiable. Il faut également étudier l'influence des paramètres opératoires sur la fusion de la poudre.

Ensuite, un montage pourra être réalisé afin d'évaluer les caractéristiques de la fusion en laboratoire. Il devra permettre de différencier des poudres. Les conditions de fonte de la poudre devront être semblables à celles dans le moule.

Ces objectifs ont été atteints. Les tests en usine nous ont montré l'influence de la poudre, de la position dans le moule, de la vitesse de coulée sur l'épaisseur de film liquide. Des variations de composition chimique lors de la fusion de la poudre ont été mises en évidence. Des observations intéressantes ont été effectuées sur l'influence de l'argon et du flux d'acier dans le moule.

Des échantillons de laitier collectés sur la paroi du moule à la fin de la séquence nous ont permis de comprendre le comportement du laitier. La cristallisation a été observée même si cela dépasse les buts initiaux de notre étude.

D'autre part, le test en laboratoire a été mis en place. Il permet de fondre les poudres dans des conditions très similaires à celles dans le moule, et de mesurer en continu la quantité de flux fondu. Les taux de fusion des trois poudres poudreuses ont été différenciés et les résultats sont reproductibles.

La poudre 3 a une température de fusion plus faible que la poudre 1 et leurs viscosités sont comparables. La 3 produit plus de liquide dans le moule. Son taux de fusion mesuré en laboratoire est plus élevé. La poudre 2 a une viscosité beaucoup plus élevée que la poudre 1 et leurs température de fusion sont comparables. Le taux de fusion mesuré est plus faible. Le comportement en fusion dans le moule de ces deux poudres est similaire, mais l'infiltration du flux dans l'interstice se fait différemment, et la poudre 2 forme une couche de laitier plus fine.

Le montage permet donc de tenir compte de la fusion des poudres, mais aussi des conditions d'infiltration. Pour confirmer cela, il est nécessaire d'étudier maintenant la sensibilité des résultats à la température, à la quantité et au type de carbone contenu dans la poudre. Il sera alors possible de vérifier les relations effectuées entre les caractéristiques de fusion de la poudre et la quantité de liquide dans le moule, et l'influence de la viscosité sur l'infiltration du flux dans l'interstice.

1. CHAPITRE I MISE EN SITUATION-ENQUÊTE ET REVUE DE LA LITTÉRATURE

Une brève présentation de la coulée continue de brames d'acier permet de situer ce travail dans le cadre de l'aciérie. Une étude stratégique sur l'utilisation des poudres de coulée dans les aciéries canadiennes a montré le besoin d'améliorer la compréhension des poudres et de développer un test pour caractériser leur fusion.

Nous avons donc effectué une revue de la littérature concernant la caractérisation des poudres de coulée. Il existe des méthodes permettant de caractériser un aspect, un comportement d'une poudre. Mais aucune méthode ne permet d'évaluer la capacité d'une poudre à convenir à une machine de coulée, à l'aide de tests en laboratoire.

Après une présentation de la coulée continue de brames d'acier, l'étude stratégique sur l'utilisation des poudres de coulée dans les aciéries canadiennes sera présentée. La revue de la littérature permet ensuite de mieux connaître les caractéristiques des poudres et les moyens de les évaluer.

1.1 MISE EN SITUATION

1.1.1. La machine de coulée continue

La figure 1-1 présente les éléments de la machine de coulée continue de brames d'acier, et la figure 1-2 les éléments permettant de transférer l'acier de la poche au moule.

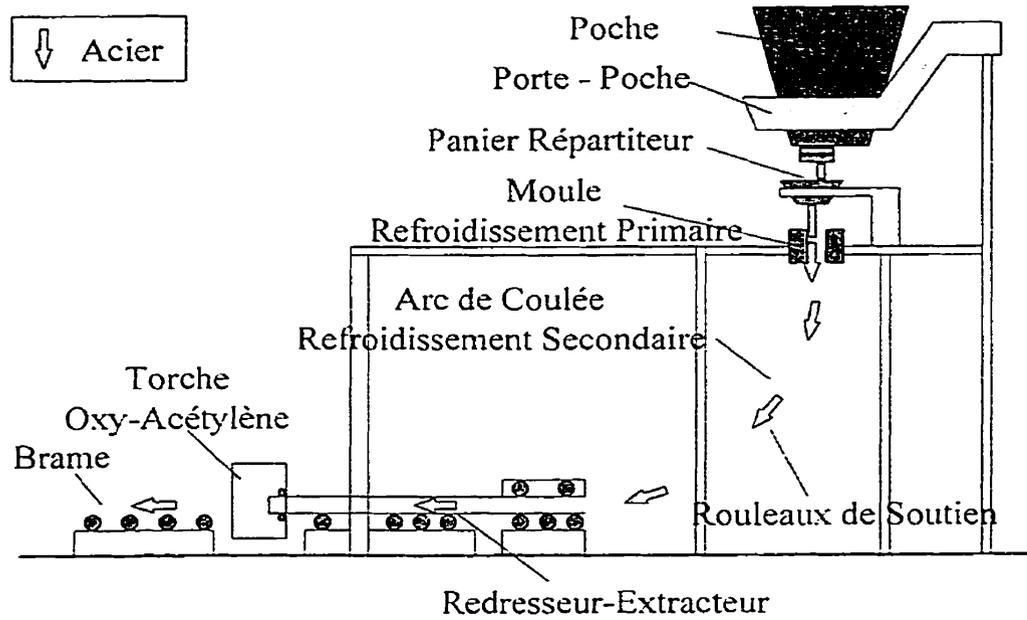


Figure 1-1: Machine de coulée continue de brames d'acier

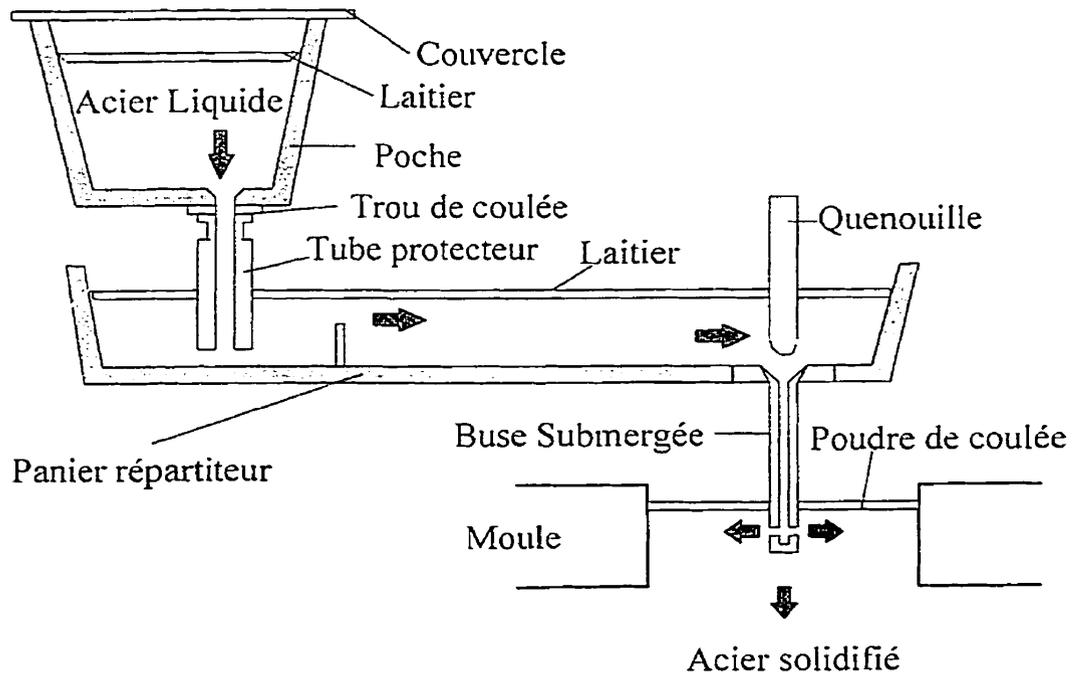


Figure 1-2 : Éléments permettant la coulée continue de brames d'acier

La **poche de coulée** permet de transporter l'acier du four à la coulée continue. On y procède également à un affinage métallurgique.

Sous la poche se situe le **panier répartiteur**. Il permet de stabiliser le flot d'acier avant son entrée dans le moule. Dans le cas des billettes, il permet aussi de répartir l'acier entre les six moules.

Le panier répartiteur est maintenant le lieu de métallurgie tertiaire dans certaines usines. On y effectue du barbotage, du bullage. On peut également le recouvrir d'un couvercle pour contrôler l'atmosphère. La surface de l'acier dans le panier est recouverte de **laitier**, ce qui permet d'éviter les pertes thermiques ainsi que le contact entre l'air et l'acier.

Entre la poche et le panier se trouve le **tube de protection du jet**. Il évite que l'acier entre en contact avec l'air lorsque l'on verse l'acier de la poche dans le panier. La réoxydation de l'acier est ainsi limitée.

Le **moule** est situé en-dessous du panier. On y verse l'acier liquide pour le faire refroidir et le mettre en forme. Les parois du moule sont faites en cuivre et sont refroidies par une circulation d'eau. Le moule oscille, afin d'améliorer la lubrification. La brame descend ensuite et passe dans le **redresseur**.

La **buse submergée** permet de transférer l'acier du panier dans le moule. Dans le cas de la coulée continue de brames, la buse est plongée dans le moule. La buse évite la réoxydation de l'acier au contact de l'air, et son design permet d'écouler l'acier dans la bonne direction, afin de ne pas mélanger de laitier, de ne pas surchauffer le moule, et de ne pas créer trop de remous à la surface. Nous pouvons donc déposer la poudre de coulée à la surface, et elle fondra sans être perturbée.

La **quenouille**, située dans le panier répartiteur au dessus du trou d'écoulement, permet de réguler le flux d'acier qui arrive dans le moule. Elle bouche plus ou moins le trou d'écoulement. On la relève pour augmenter le débit d'acier s'enfonçant dans la buse submergée. On essaie ainsi de conserver le même niveau d'acier dans le moule tout au long de la coulée.

Dans la plupart des cas, la régulation est opérée par un système électronique qui détermine le niveau d'acier dans le moule, en ajustant le débit d'acier. Ce système ajuste automatiquement la position de la quenouille. La régulation n'est pas parfaite, et les fluctuations de niveau sont de l'ordre de quelques centimètres au cours de la coulée.

Une **séquence** est constituée de plusieurs poches de coulée. Le changement de poche est rendu possible par les porte-poches qui peuvent tourner autour du tourillon.

Notre étude porte sur le laitier qui recouvre l'acier dans le moule = la **poudre de coulée**.

1.1.2. La poudre de coulée

Quelques mots de vocabulaire sont nécessaires pour comprendre ce qui suit.

- La **poudre** est la matière pulvérulente grise telle qu'elle est dans les sacs provenant du producteur.
- Le **flux** est la poudre fondue, donc surnage sur l'acier, au-dessus du moule, sous la poudre encore non fondue.
- Le **laitier** est le flux après les transformations chimiques dues au contact avec l'acier. Il se trouve donc sur la paroi du moule.

La composition chimique et les propriétés physiques de ces différents états de la poudre sont différentes. C'est pourquoi nous leur donnons des noms différents.

1.1.2.1. Flux d'acier et de poudre dans le moule

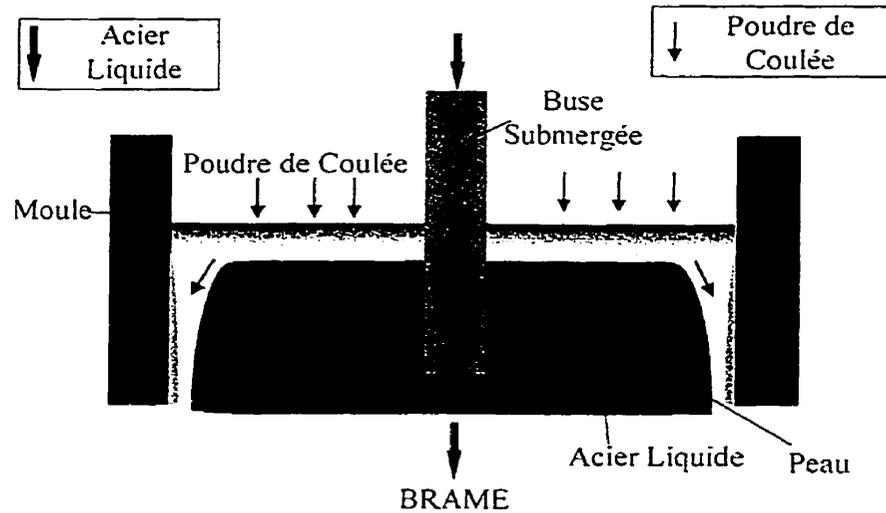


Figure 1-3 : Flux d'acier et de poudre de coulée dans le moule de coulée continue de brames

L'acier est coulé dans le moule par la buse submergée. Une peau d'acier solide se forme alors, tandis que le cœur de la brame est toujours liquide. À la sortie du moule, la peau doit être suffisamment épaisse pour maintenir l'acier liquide à l'intérieur, sans risque de percée (10 à 15 mm). Lorsque l'acier descend dans la machine, la peau devient de plus en plus épaisse et froide. La brame devient donc solide après avoir parcouru une certaine distance après la sortie du moule.

La poudre de coulée est mise sur la surface du moule. La chaleur provenant de l'acier liquide la fait fondre, et le flux fondu est entraîné au niveau du ménisque. Une couche de laitier se forme alors entre le moule et la peau d'acier. Elle est évacuée sous le moule au fur et à mesure.

1.1.2.2. Évolution des poudres de coulée dans le moule

La poudre est déposée sur la surface de l'acier liquide dans le moule. Sa température de fusion étant moins élevée que celle de l'acier, elle se liquéfie et se répand sur le moule.

La structure du flux fondu varie selon les poudres, mais la structure type est présentée ici. Ce flux provoque aussi la corrosion de la buse submergée.

La poudre à la surface du moule est composée de trois phases en couches horizontales, représentées sur la figure 1-4.

- Une zone pulvérulente, la poudre
- Une zone de poudre frittée
- Une zone de flux presque fondu
- Une zone de flux liquide

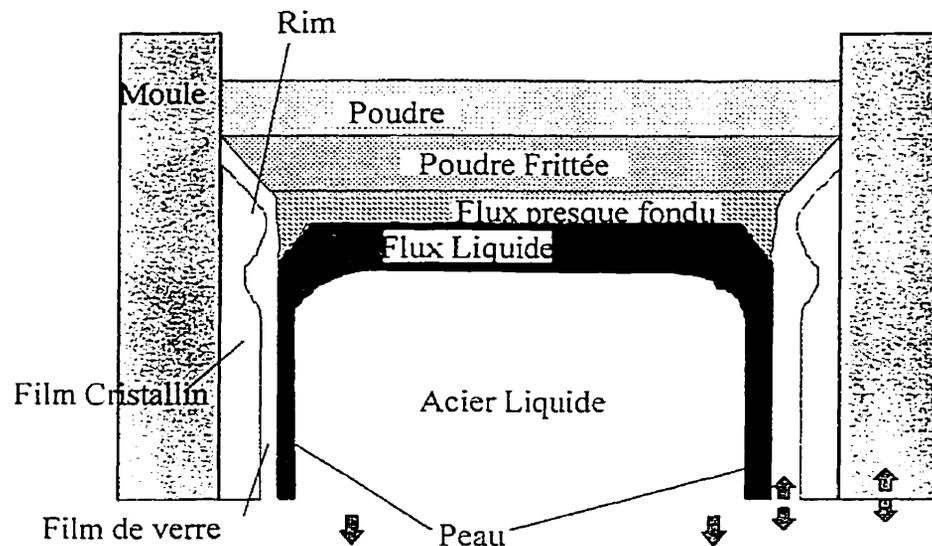


Figure 1-4 : Les différentes couches de poudre dans le moule

La séparation entre les couches est théorique car les remous à la surface et la vague due à l'apport d'acier mélangent le tout.

Le flux fondu est entraîné dans l'interstice au niveau du ménisque, et refroidi au contact du moule. Une couche de laitier solide, ou très visqueux, se forme le long de la paroi du moule, entre la paroi et la peau d'acier.

Une mince couche de laitier liquide permet d'assurer la lubrification entre la peau d'acier qui descend et le laitier solidifié qui oscille avec le moule. Plus bas dans le moule, cette couche disparaît, mais la peau d'acier se décolle du moule et la lubrification n'est plus nécessaire.

1.1.2.3. Fonctions des poudres de coulée

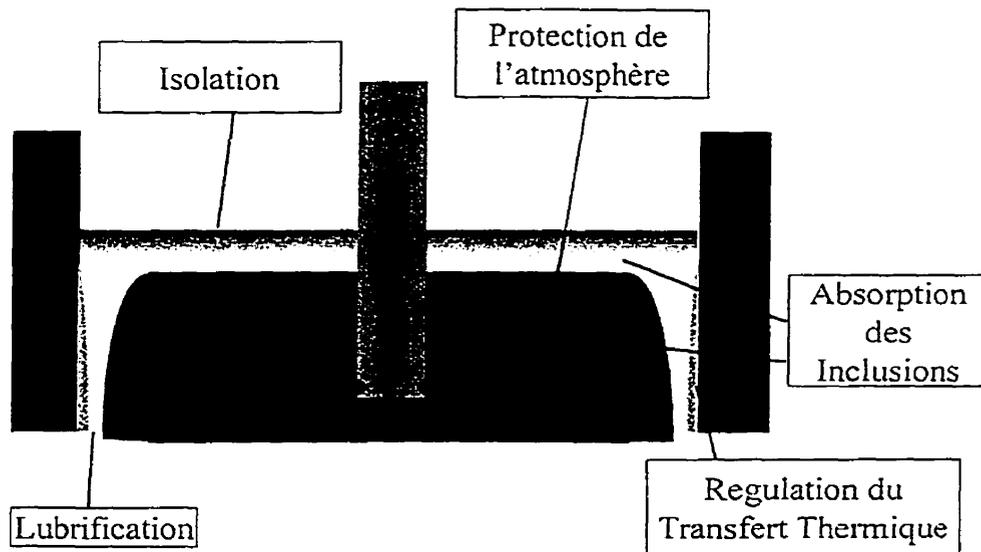


Figure 1-5 : Les fonctions des poudres de coulée

1.1.2.3.1. Protection de l'atmosphère

Les films de flux liquide et de poudre frittée empêchent le contact entre l'acier et l'air. Cela prévient la réoxydation de l'acier.

1.1.2.3.2. Isolation thermique

La poudre assure également une isolation thermique du dessus du moule. Elle constitue un écran opaque qui absorbe les radiations de l'acier et du flux liquide. C'est pourquoi il est préférable de toujours garder une couche de poudre non liquéfiée sur le dessus, afin de prévenir les pertes thermiques.

Les paramètres déterminant la capacité de la poudre à isoler sont la densité de la poudre, la nature de ses constituants, et le pourcentage de carbone. Pour assurer une meilleure isolation, il est préférable de diminuer la densité de la poudre, d'utiliser une poudre plus fine, et à haute teneur en carbone. (18) (8 à 10% de carbone par rapport à 4 à 5 %).

1.1.2.3.3. Absorption des inclusions non-métalliques

Le flux assimile certaines inclusions non-métalliques contenues dans l'acier. Ces inclusions peuvent avoir été arrachées des parois des différents contenants dans lesquels l'acier s'est trouvé. Elles peuvent aussi provenir du procédé métallurgique lui-même. Par exemple, les aciers calmés à l'aluminium contiennent de nombreuses particules d'alumine.

Les inclusions sont majoritairement des oxydes, et ont donc une densité plus faible que celle de l'acier. Elles ont donc tendance à flotter au dessus de la surface du moule, au contact de la poudre.

Ces inclusions conditionnent les propriétés mécaniques de l'acier. Si la poudre peut les absorber, les propriétés mécaniques de l'acier coulé seront améliorées. Mais le flux change alors de composition chimique et donc de propriétés physiques.

Lors de la coulée, l'absorption des inclusions, en particulier de l'alumine modifie la composition chimique du flux. Le principal paramètre de contrôle de cette absorption est l'indice de basicité.

L'approche classique pour les réfractaires consiste à définir l'indice de basicité comme le rapport $\text{CaO} / \text{SiO}_2$. Mais les poudres de coulée sont constituées de nombreux autres éléments qui modifient les propriétés physiques, et il serait préférable d'utiliser un indice de basicité modifié pour en tenir compte.

Voici un indice de basicité plus adapté aux poudres de coulée: (9)

$$B_i = \frac{\sum \text{ComposantsBasiques}}{\sum \text{ComposantsAcides}} = \frac{\sum_i \alpha_i [X_i]}{\sum_j \alpha_j [X_j]}$$

avec α_i et α_j des facteurs de correction tenant compte de l'influence de chaque composant sur les propriétés physiques de la poudre, et $[X_i]$ la concentration.

Les composants basiques sont CaO, MgO, Fe₂O₃, Li₂O, Na₂O, K₂O. NaF, LiF, CaF₂, et les composants acides sont SiO₂ et Al₂O₃. (9)

Cet indice de basicité est relié à la viscosité de la poudre. S'il augmente, la viscosité diminue.

Si l'indice de basicité augmente, le taux d'absorption de l'alumine augmente. Il faut donc ajuster la viscosité du flux, la consommation de poudre et l'épaisseur du film liquide pour éviter une trop forte concentration en alumine dans le film de laitier le long de la paroi du moule.

1.1.2.3.4. Lubrification

Afin d'améliorer la lubrification, le moule oscille. Cela crée des marques d'oscillation, qui sont la source de défauts de surface, en particulier de fissures transverses. Il faut veiller à limiter la largeur et la profondeur de ces marques, en choisissant un mode d'oscillation adapté, mais surtout en choisissant une poudre qui assure une bonne lubrification.

Le film de flux liquide qui pénètre par l'interstice le long de la paroi assure cette lubrification.

1.1.2.3.5. Régulation du transfert thermique

Le film de laitier qui se trouve entre la peau d'acier solidifié et la paroi du moule permet également de maintenir un transfert thermique uniforme sur toute la périphérie du moule.

Ce transfert de chaleur entre l'acier et le moule est fondamental, car il permet à l'acier de perdre juste assez de chaleur pour se solidifier partiellement avant de sortir du moule. Un taux de refroidissement trop faible peut entraîner une percée car la peau ne sera pas assez épaisse. Mais un taux trop élevé peut entraîner des contraintes lorsque la brame sera redressée, car elle ne sera plus à une température assez élevée.

Un taux de refroidissement non uniforme entraînera des contraintes thermiques qui peuvent initier la formation de fissures dans la brame.

Le film de flux est composé de deux couches, une phase vitreuse et une phase cristalline. Le pourcentage de cristallinité change le mode de transfert thermique, et donc son intensité.

1.1.2.4. Les paramètres des poudres de coulée

La figure 1-6 représente les principaux paramètres des poudres de coulée, selon l'endroit dans le moule où ils ont le plus d'importance.

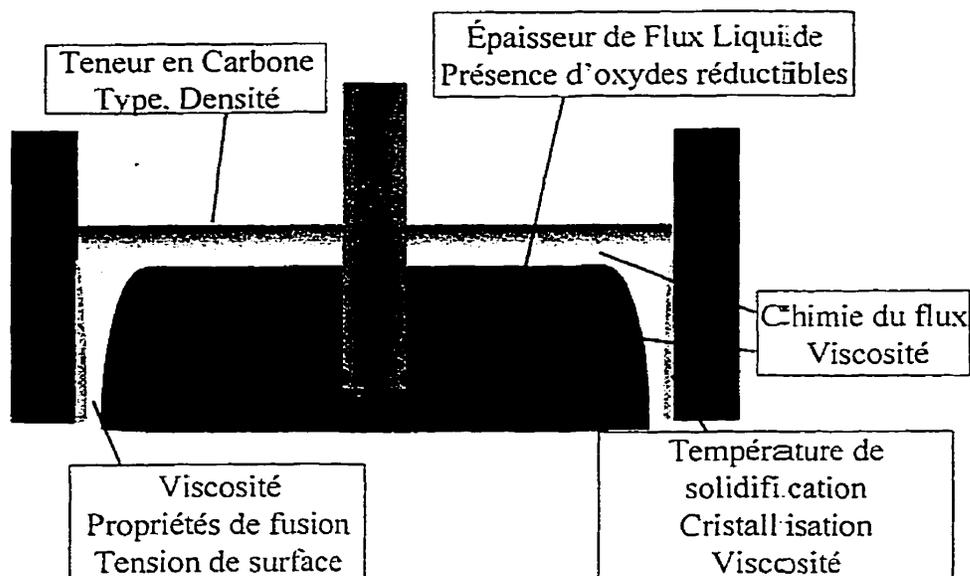


Figure 1-6 : Les paramètres des poudres de coulée

Voici une liste non exhaustive des paramètres pouvant modifier les propriétés des poudres de coulée.

1.1.2.4.1. Paramètres régissant le taux de fusion de la poudre

- Degré de surchauffe de l'acier.
- La poudre :
 - la nature de la poudre : poudreuse, granuleuse, préfrittée
 - Les minéraux utilisés
 - la teneur en carbone et le type de carbone utilisé
 - La compacité de la poudre dans le moule – La taille des grains
 - Les additifs chimiques
 - La densité
- La température de fusion

1.1.2.4.2. Paramètres régissant la viscosité du flux et du laitier

- La composition chimique
- L'absorption d'inclusions de l'acier
- Le gradient de température dans le film

- Les germes cristallins

1.1.2.4.3. Paramètres régissant le transfert de chaleur sur les parois du moule

- Le gradient de température dans le moule
- Cristallisation du laitier
- Degré de surchauffe de l'acier
- La porosité du laitier.

Il existe donc de très nombreux paramètres, de la poudre, de la machine, et de la pratique. Dans notre étude, il faudra donc déterminer les paramètres les plus importants.

1.1.2.4.4. Les paramètres du procédé de coulée continue

Ces paramètres peuvent être classés selon leur importance et leurs relations. La figure 1-7 présente un classement possible.

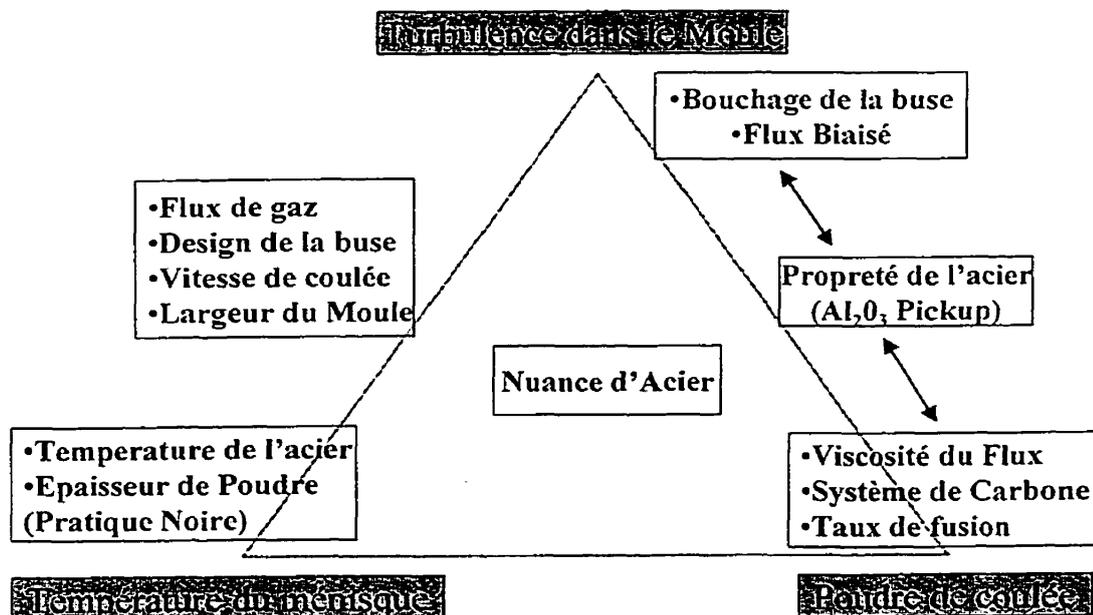


Figure 1-7 : Les principaux paramètres des poudres de coulée et leurs relations (20)

Il existe trois principaux paramètres qui déterminent le comportement de la poudre dans le moule : la température du ménisque, la poudre de coulée utilisée, et la turbulence dans le moule. Les autres paramètres sont reliés à l'un de ces trois facteurs.

La viscosité du flux, la teneur en carbone et la nature de celui-ci, et les propriétés de fusion de la poudre sont des paramètres reliés au facteur « poudre de coulée ». La température de l'acier et l'épaisseur de poudre sur le moule déterminent la température au ménisque.

Le flux d'argon, le design de la buse, la vitesse de coulée et la largeur du moule modifient la température du ménisque, mais aussi la turbulence dans le moule. Enfin, le bouchage de la buse, comme toutes les autres causes de flux biaisé changent la turbulence dans le moule.

La nuance d'acier modifie chacun de ces facteurs. La propreté de l'acier, sa teneur en inclusions et en particulier en alumine modifient la composition de la poudre de coulée, mais peuvent aussi être la cause du bouchage de la buse et donc augmenter la turbulence dans le moule.

1.1.3. Enquête dans les aciéries canadiennes

1.1.3.1. But du questionnaire

Un questionnaire a été envoyé aux aciéries canadiennes membres du CSIRA. Le but était de recueillir des informations sur la relation entre leur procédé de coulée continue et l'utilisation des poudres. Nous souhaitons comprendre les relations entre les paramètres de coulée et les poudres utilisées.

Parmi les 12 machines de coulée figurent 7 machines de coulée de brames d'acier, 1 de brames minces, deux de blooms, et deux de billettes. Nous avons donc 10 réponses concernant les produits plats, et deux concernant les produits longs.

1.1.3.2. Synthèse des informations obtenues

Les machines de coulée continue sont très diverses. De nombreux paramètres concernant le moule, la buse, l'argon, les méthodes de contrôle durant la coulée varient d'une machine à l'autre. Il est donc très difficile de relier un paramètre de la poudre à un paramètre de la machine. Trop de paramètres sont modifiés simultanément.

Pour évaluer des poudres, il faudra donc comparer deux poudres pour une même machine de coulée. Le mode d'application de la poudre varie lui-aussi.

Les poudres utilisées sont très diverses par leurs propriétés physiques indiquées sur leur feuille de contrôle, ainsi que par leur nature, poudreuse ou granuleuse.

L'enquête nous a permis de connaître les types de poudres de coulée utilisées dans l'industrie ainsi que leur composition chimique.

1.1.3.3. Les différents types de poudre de coulée

La nature des poudres de coulée est un paramètre fondamental pour comprendre leur comportement. Elle dépend de leur procédé d'élaboration.

1.1.3.3.1. Poudre poudreuse

Une poudre poudreuse est un mélange de particules de matières premières broyées. Elle ne subit aucun autre traitement avant d'être mise dans le moule. Elle apparaît donc comme une poudre très fine. Le carbone est ajouté après le mélange des matières premières.

1.1.3.3.2. Poudre granuleuse ou sphérique

Une poudre poudreuse peut être transformée en une poudre granuleuse par le traitement suivant : on mélange la poudre avec de l'eau, jusqu'à ce que le mélange soit homogène. Ensuite, un atomiseur pulvérise ce liquide visqueux dans une atmosphère contrôlée, et turbulente. Le liquide devient alors solide, sous forme de petites granules sphériques.

L'avantage de ces poudres est leur capacité à s'épandre sur la surface du moule, beaucoup plus facilement que les poudres poudreuses. Elles permettent aussi d'utiliser des distributeurs de poudre verticaux, ce qui est très utile, surtout pour la coulée continue de billettes.

Cependant, elles nécessitent une transformation qui est onéreuse, et sont donc plus chères. Il y a aussi des pertes de 20 % de la matière lors du procédé, ce qui hausse encore le prix.

1.1.3.3.3. Poudre préfrittée

Il existe des poudres préfrittées, mais elles ne sont pas utilisées dans les aciéries ayant participé à l'étude. Il s'agit de poudres poudreuses dont certains matériaux ont été préfrittés afin de mieux contrôler le taux de fusion.

1.1.3.4. Composition chimique des poudres de coulée

Les principaux matériaux de base sont la silice (SiO_2), le spath fluor ou fluorure de calcium (CaF_2), la chaux (CaO), l'oxyde de sodium (Na_2O). Ces deux derniers (CaO et Na_2O) sont le plus souvent sous forme de carbonates. L'indice de basicité des poudres est proche de 1. On y ajoute du carbone pour contrôler le taux de fusion.

Le tableau 1-1 présente les principaux éléments qu'elles contiennent, ainsi que les intervalles de composition, pour l'ensemble des poudres utilisées couramment.

Tableau 1-1 : Intervalles de composition des poudres de coulée (18)

SiO ₂	17 – 56 %	F ₂	2 - 15 %
CaO	22 – 45 %	B ₂ O ₃	0 - 19 %
Al ₂ O ₃	0 – 13 %	Li ₂ O	0 - 5 %
Na ₂ O	2 – 25 %	CaO/SiO ₂	0,65 - 1,67 %
K ₂ O	0 – 6 %	C	2 - 20 %

Elles contiennent plusieurs constituants minéralogiques, ce que ne révèle pas l'analyse chimique, qui agissent différemment sur les propriétés physiques des poudres. Il s'agit donc d'un assemblage empirique basé sur l'expérience et la pratique, qui permet d'obtenir les propriétés souhaitées.

Voici la liste des éléments chimiques utilisés pour modifier les propriétés des poudres de coulée, ainsi que leurs effets sur les propriétés physiques. Ils sont présentés comme des oxydes, mais ils ne sont pas présents sous cette forme dans les poudres. (21) T_p représente la température d'apparition du comportement solide lors du refroidissement du flux.

Tableau 1-2 : Effet des éléments chimiques contenus dans les poudres sur les propriétés physiques (21)

Oxyde	Classification	Effet de l'augmentation			Utilisation
		Viscosité	Tp	Taux de Fusion	
SiO ₂	Formateur de réseau	↑	↓	↓	Composant de base des poudres
F ₂	Fluidifiant	↓	↓	↓	Modificateurs de viscosité et de Tp
Na ₂ O	Fluidifiant	↓	↓	↓	Modificateurs de viscosité et de Tp
CaO	Formateur de cristal	↓	↑	↑	Composant de base des poudres
BaO	Formateur de cristal	↓	↑ faiblement	-	Modificateur de Tp
MgO	Formateur de cristal	↓	↓↑	↑	Modificateur de Tp
K ₂ O	Fluidifiant	↓	↓	↓	Modificateurs de viscosité et de Tp
Fe ₂ O ₃	Fluidifiant	↓	-	-	Modificateur de transfert de chaleur
Al ₂ O ₃	Formateur / Modificateur de réseau	↑	↓	↑	Modificateur de viscosité
MnO	Fluidifiant	↓	↓	↓	Modificateurs de viscosité et de Tp – Stabilise la reprise de MnO provenant de l'acier
Li ₂ O	Fluidifiant	↓	↓	↓	Modificateurs de viscosité et de Tp
SrO	Formateur de cristal	↓ faiblement	↑ faiblement	↑	Modificateur de Tp
B ₂ O ₃	Formateur de réseau	↓ faiblement	↓ faiblement	↓	Modificateur de Tp

Les fluidifiants n'agissent pas tous de la même manière. Voici leur force relative : $\text{Li}_2\text{O} > \text{F}_2 > \text{Na}_2\text{O} > \text{K}_2\text{O}$. Pour diminuer la température de cristallisation, en maintenant la viscosité, on ajoute un fluidifiant fort, et on enlève une quantité égale de fluidifiant faible, et vice-versa.

CaO et MgO peuvent être échangés, en quantité égale. Pour maintenir la viscosité, et diminuer la température d'apparition du premier solide, on ajoute du MgO et on enlève du CaO , et vice-versa.

Pour diminuer la température d'apparition du premier solide, en maintenant la viscosité, on ajoute un fluidifiant et on enlève de l'alumine, et vice-versa.

B_2O_3 est un bon moyen d'abaisser la température de cristallisation, mais certaines aciéries ne veulent pas l'utiliser car cela affecte la qualité de surface. (21)

MnO est ajouté dans les poudres qui pourraient sinon absorber du MnO de l'acier.

Le fluor est ajoutée pour augmenter le taux de fusion de la poudre. Il peut être apporté sous forme de fluorospar, CaF_2 , ou fluorure de sodium NaF_2 , ou un complexe Na-Si-F.

1.1.3.5. Conclusion

Les aciéristes ne contrôlent pas sur réception la qualité de leur poudre, et font confiance à leur fournisseur. Celui-ci fournit une feuille de contrôle indiquant l'analyse chimique, les températures de fusion, la température de cristallisation, la viscosité de la poudre, mais aucune indication sur le taux de fusion.

Les tests utilisés pour évaluer ces propriétés ne sont pas standardisés, ce qui rend toute comparaison de deux poudres, provenant de fournisseurs différents, hasardeuse. C'est pourquoi les aciéristes n'ont pas d'autre choix que de faire confiance à leur fournisseur.

Il est donc nécessaire de mettre en place des tests fiables, significatifs, et standardisés. Les tests effectués à l'heure actuelle comme la mesure de la viscosité et des températures de fusion et de cristallisation ne sont pas suffisants pour évaluer le comportement d'une poudre dans le moule. D'autres tests seraient plus significatifs, comme la mesure du taux de fusion et du taux de cristallisation.

La standardisation de ces tests permettrait de comparer les poudres de différents producteurs. Les aciéristes pourraient ainsi choisir leur poudre en connaissance de cause et dépendraient moins de leur fournisseur de poudre. Cela permettrait également de pouvoir comparer des poudres provenant de fournisseurs différents lors des tests en laboratoire. Nous pourrions alors progresser dans la compréhension du comportement des poudres et de leur utilisation. Il est pour l'instant impossible d'effectuer des corrélations entre les poudres utilisées et les machines de coulées, car la composition et les propriétés des poudres ne sont pas connues. Chaque producteur en donne une évaluation, mais à l'aide de méthodes différentes, ce qui fausse les résultats.

1.2 REVUE DE LA LITTÉRATURE

Cette revue de la littérature nous montre les techniques de caractérisation des poudres existant à ce jour, ainsi que les études réalisées sur le comportement à la fusion des poudres. La composition chimique, minéralogique et le rôle du carbone sont également explicités.

L'infiltration du flux dans l'interstice permet l'installation d'un film de laitier qui assure la lubrification et le contrôle du transfert thermique. Ces deux aspects ont fait l'objet d'études pour les relier aux propriétés des poudres. Enfin, le flux d'acier dans le moule modifie grandement les conditions de coulée, et remet en cause certaines hypothèses des autres études.

1.2.1. Caractérisation des poudres

Dans la littérature, il existe des montages permettant d'évaluer l'intervalle de température de fusion, la viscosité et la température de cristallisation des poudres. Des simulations expérimentales permettent de simuler en laboratoire certains comportements des poudres. Mais seules deux normes existent, la mesure de la viscosité et de l'angle de repos. Les autres montages sont peu utilisés et pas standardisés.

1.2.1.1. Mesure de l'intervalle de température de fusion

L'intervalle de température de fusion est représenté par trois températures : la température de ramollissement, lorsqu'il y a apparition du premier liquide, la température de fusion et la température de fusion totale, lorsque le flux s'écoule. Ces températures sont fournies par les producteurs de poudre dans les feuilles de contrôle des poudres. Mais les méthodes pour les mesurer sont différentes, d'où des différences de température pour une même poudre, allant jusqu'à 50°C.

Branion (18) présente deux méthodes permettant de mesurer l'intervalle de température de fusion : le cône Seger et la méthode du bouton. Elles ne diffèrent que par la forme du tas de poudre utilisé.

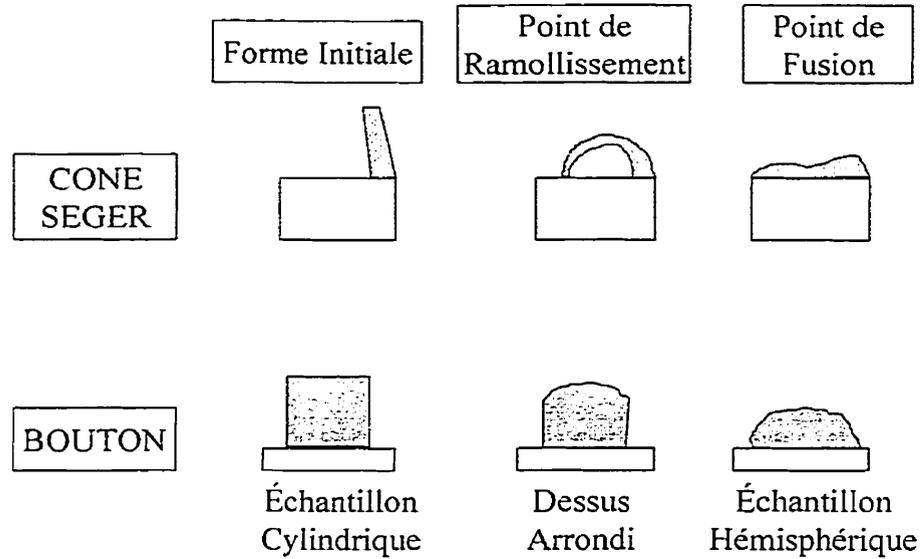


Figure 1-8 : Principe des tests du bouton et du cône pyrométrique permettant d'évaluer l'intervalle de température de fusion

On forme des boutons avec la poudre, on les place sur une plaque d'acier, et on les met dans un four à une température un peu inférieure à la température de ramollissement supposée. Puis on les retire et on compare leur forme à des standards.

1.2.1.2. Viscosité et température de cristallisation

La viscosité et la température de cristallisation déterminent les performances du flux dans l'interstice. Ces deux paramètres permettent d'ajuster la lubrification et le transfert thermique entre la peau d'acier et le moule.

Ils sont liés car la température de cristallisation est définie par certains (18) par une valeur de viscosité. Un flux est considéré comme cristallisé lorsque sa viscosité excède 100 Poises. Cela porte à confusion, et même si cette température est appelée "de cristallisation" dans la littérature, nous l'appellerons "température d'apparition du comportement solide" dans notre étude.

1.2.1.2.1. Mesure de la viscosité (18)

La viscosité est mesurée à l'aide d'un viscosimètre rotatif. Un schéma d'un tel équipement est présenté sur la figure 5-2. Un fuseau est plongé dans un creuset rempli du flux à tester, et sa rotation est contrôlée. La viscosité est la mesure du moment de force nécessaire à la rotation, multipliée par un facteur de calibration. Les viscosités sont mesurées entre 1200°C et 1400°C, en commençant par la température la plus élevée, puis la température est diminuée pour déterminer la température d'apparition du comportement solide.

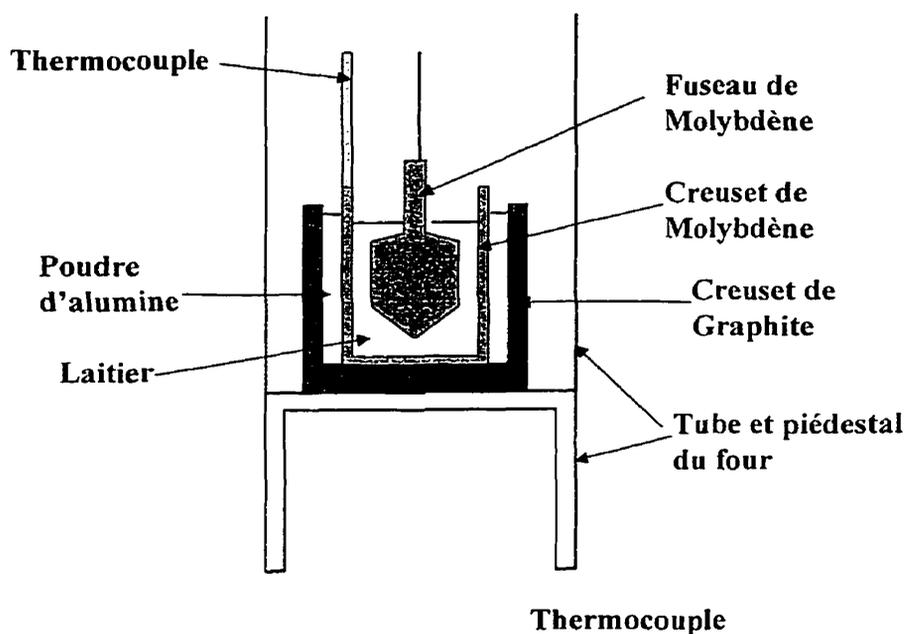


Figure 1-9 : Schéma d'un viscosimètre de type Brookfield

1.2.1.2.2. Facteurs modifiant la viscosité (18)

La viscosité dépend de la composition chimique et de la température. La figure 3-10 représente la variation de la viscosité avec la température. Cette courbe est tracée grâce au viscosimètre, et permet d'évaluer la température d'apparition du premier solide.

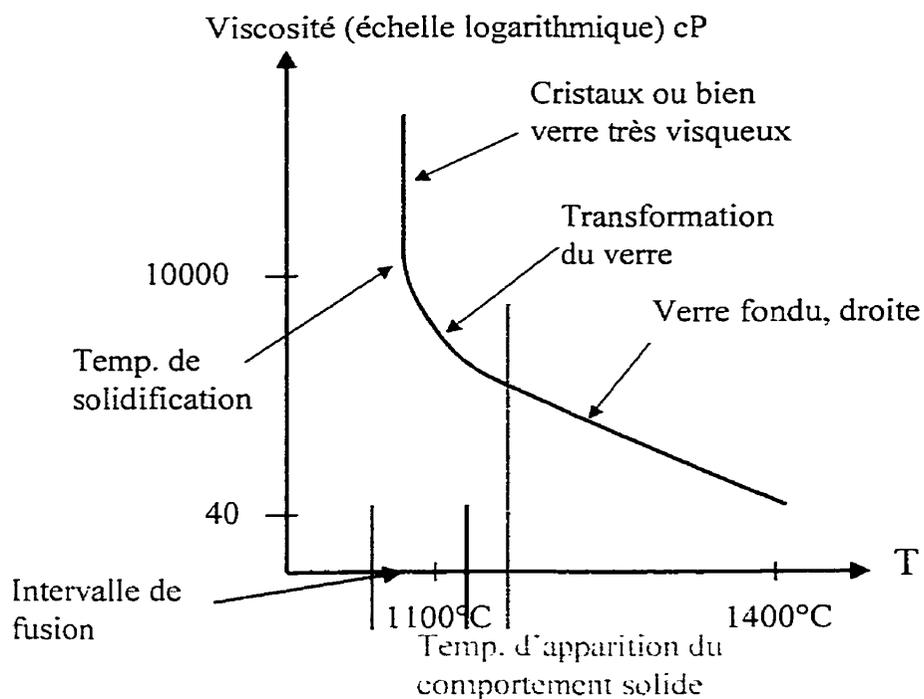


Figure 1-10 : Évolution de la viscosité (échelle logarithmique) avec la température

La viscosité étant donc un paramètre très important, il est important d'en tenir compte lors du choix de la poudre. C'est pourquoi il existe une courbe permettant d'évaluer la viscosité du flux désiré selon les vitesses de coulée utilisées.

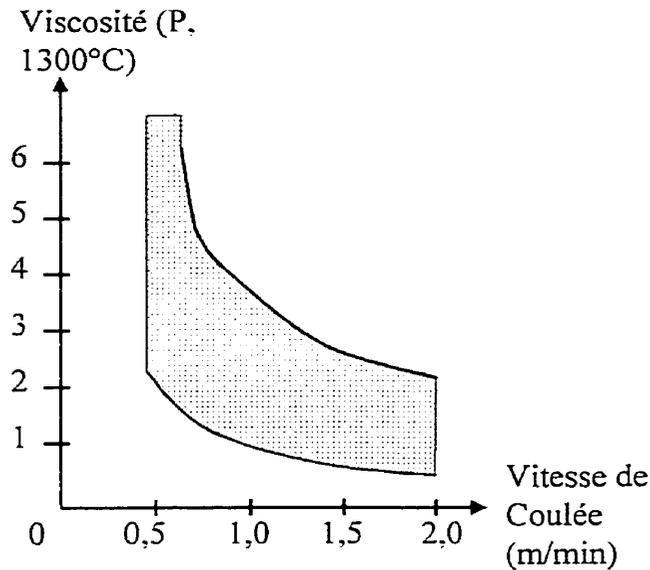


Figure 1-11 : Intervalle de viscosité des poudres utilisées pour chaque vitesse de coulée(18)

1.2.1.3. Simulations expérimentales

1.2.1.3.1. Mesure de l'indice de fusion

Le procédé de ce test est relativement simple. On remplit un creuset d'alumine avec de la poudre de coulée. On le chauffe à 1400°C pour une période de temps prédéterminée. Puis on le trempe et on le coupe en son milieu.

La hauteur ou le pourcentage de flux liquide est considéré comme l'indice de fusion. Mais il est assez difficile de séparer les phases liquide et frittée après refroidissement.

1.2.1.3.2. Mesures d'épaisseur du film liquide en laboratoire

Ce test est le plus proche des conditions en usine. Mais il est très difficile à réaliser, car l'acier s'oxyde au contact de l'air, et les projections sont dangereuses. Il n'est pas facile non plus d'atteindre une température suffisante pour fondre l'acier. Les conditions de fonte de la poudre sont très similaires à celles en usine.

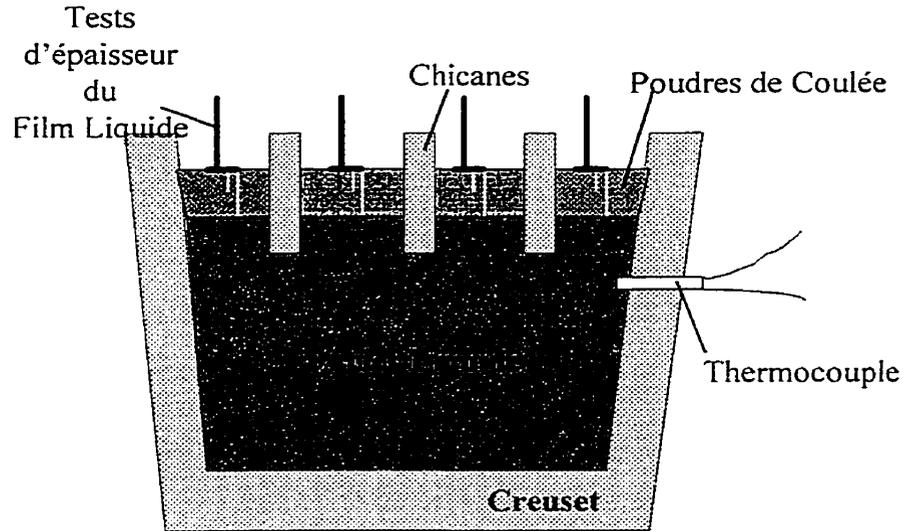


Figure 1-12 : Mesure du taux de fusion par mesure d'épaisseur

1.2.1.3.3. Mesure du taux de fusion

Le taux de fusion est un paramètre fondamental pour la bonne conduite de la coulée continue. En effet, le taux de fusion doit être optimal afin de garantir un film liquide constant sur la surface, et d'une épaisseur suffisante pour fournir le film lubrifiant.

Les paramètres de contrôle du taux de fusion sont la composition chimique du flux, le point de fusion, la taille et la forme des particules, le type et la quantité de carbone.

Un test a été développé par Lindefelt et Hasselstrom (18), afin d'évaluer le taux de fusion des poudres de coulée. Cet appareil permet de fondre la poudre dans des conditions très similaires à celles dans le moule, en opération.

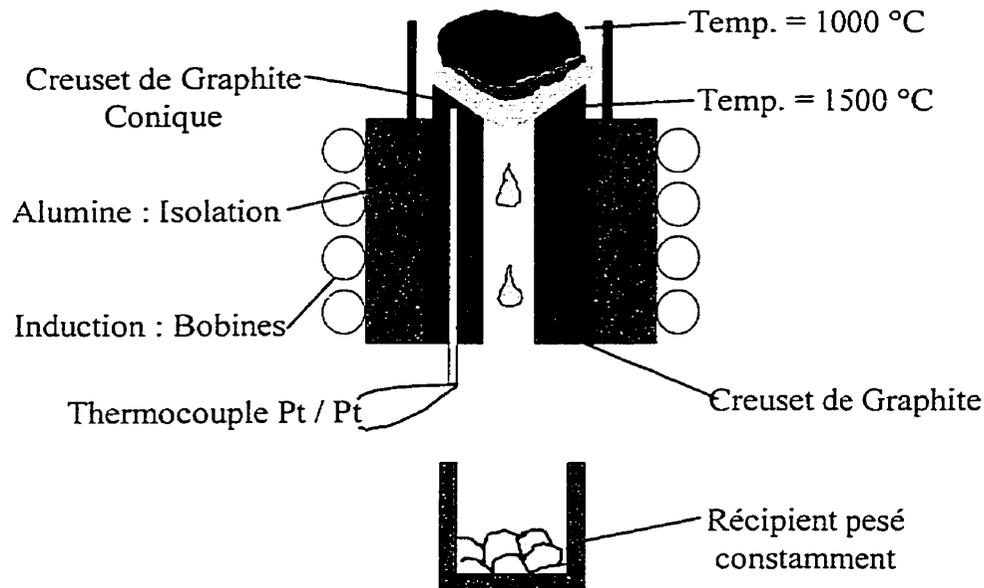


Figure 1-13 : Test permettant d'évaluer le taux de fusion des poudres

La partie supérieure du dispositif est usinée en forme de cône de 60° d'angle au sommet. On perce au centre un trou faisant toute la longueur du cylindre. La poudre solide est placée dans le cône. Le creuset en graphite est chauffé par induction, à 1500°C. La poudre fond alors et est évacuée par le trou du cylindre.

Xie et Wu (2) définissent le taux de fusion par:

$$T_f = \frac{P}{S \times t}$$

Équation 1-1 : Calcul du taux de fusion expérimental

Où T_f est le taux de fusion de la poudre, en $g/(cm^2 \cdot min)$, P le poids de flux fondu, en g, t le temps en secondes, S la surface du fond du creuset, en cm^2 .

1.2.1.3.4. Simulation expérimentale du comportement du laitier dans l'interstice

Riboud et Larrecq (18) ont construit un appareil pour simuler le laitier infiltré dans l'interstice entre la peau d'acier solidifiée et le moule de cuivre.

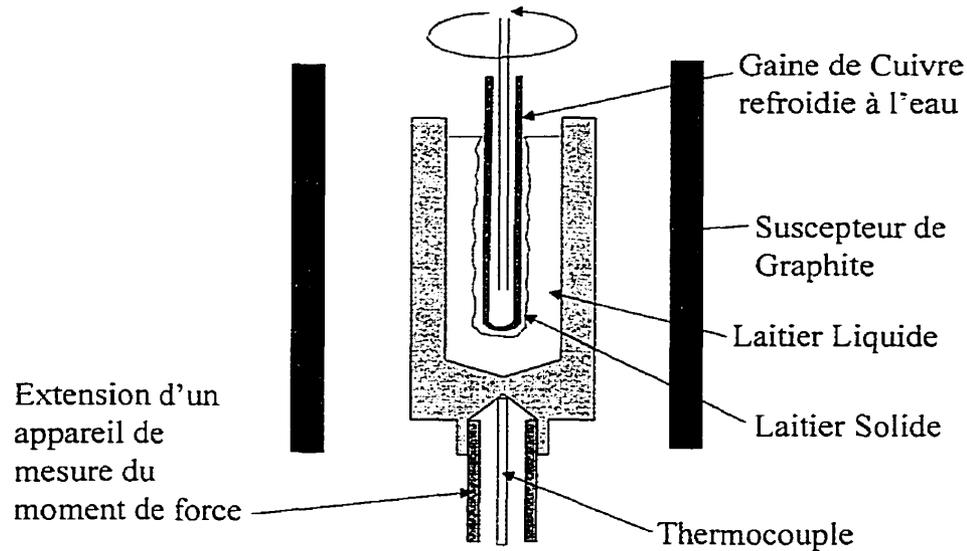


Figure 1-14 : Simulation expérimentale du comportement du laitier dans l'interstice

Un creuset d'acier est chauffé par induction. La poudre dans le creuset est alors portée à une température entre 1000°C et 1400°C, et fond. Lorsqu'elle est liquide, on introduit une gaine de cuivre refroidie à l'eau. En la faisant tourner et en mesurant le moment nécessaire, on obtient le coefficient de friction dans le laitier. Ce test est une excellente simulation du comportement du laitier dans le moule. Le transfert de chaleur est évalué par la différence de température de l'eau à l'entrée et à la sortie de la gaine de cuivre. La friction mesurée est en accord avec celle calculée pour la lubrification.

La résistance thermique acier solide / flux liquide est très faible, tandis qu'il existe un fort gradient de température entre le flux solide et le cuivre.

1.2.1.4. Norme pour la mesure de la viscosité (7)

Une méthode pour mesurer la viscosité des poudres de coulée au-dessus de leur point de fusion a été standardisée. Elle est basée sur la mesure du moment de force lors de la rotation d'une tige dans un creuset rempli du flux fondu.

Les instruments utilisés sont un four à induction, un contrôleur de température, un équipement de mesure de la température, une tige, un creuset, un appareil pour faire tourner la tige, et un équipement pour mesurer le moment de force.

Le four doit être assez puissant pour maintenir une température uniforme et stable, jusqu'à 82°C au-dessus de la température maximale du test. L'atmosphère doit être oxydante, ou bien de l'air. Le thermocouple est placé idéalement dans le flux liquide, mais il peut aussi être placé juste à côté du creuset, la différence de température étant faible (5°C).

La poudre de coulée est décarburée, et la mesure du moment de force est calibrée avant de commencer l'essai. Lorsque toute la poudre est fondue dans le creuset, la tige est descendue et tourne vingt minutes pour stabiliser la température, à 1400°C ± 2°C. Le moment de force et la température sont enregistrés. La même procédure est répétée à 1300°C et à 1250°C.

1.2.1.5. Norme pour l'angle de repos (14)

Une norme ASTM a été publiée en 2000, concernant l'angle de repos des poudres de coulée. Il indique la capacité de la poudre de coulée de se répandre librement, et donc d'assurer une couverture sur toute la surface de l'acier liquide dans le moule. Cet angle n'est valable que pour les poudres poudreuses, les poudres granuleuses se répandant rapidement et avec facilité.

La figure 1-15 présente le dispositif permettant de le déterminer. Il s'agit de mettre de la poudre dans un entonnoir au-dessus d'une plaque horizontale. Le régulateur de débit est relevé et la poudre s'écoule. On ajoute de la poudre dans l'entonnoir jusqu'à ce que le cône formé sur la plaque touche l'extrémité de l'entonnoir.

On mesure le diamètre de ce cône selon quatre directions à l'aide d'un compas, et on fait la moyenne. L'angle de repos est alors calculé par la formule :

$$\alpha = \arctan\left(\frac{2*H}{D-d}\right)$$

Équation 1-2 : Calcul de l'angle de repos

Où H est la hauteur sous le cône (3,81 cm), D le diamètre moyen du cône, et d le diamètre de sortie de l'entonnoir.

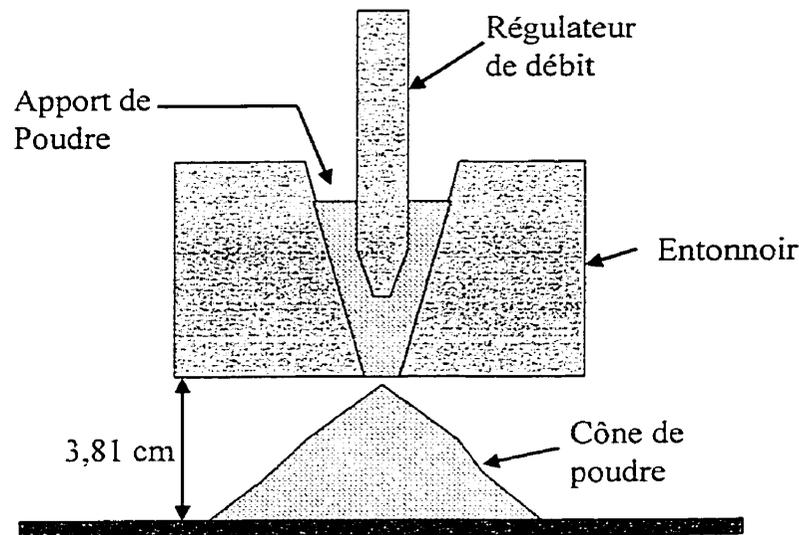


Figure 1-15 : Schéma du test permettant de déterminer l'angle de repos

1.2.1.6. Conclusion

Il existe donc plusieurs méthodes de caractérisation des poudres. Deux sont normalisées. En utilisant ces tests, viscosimètre, simulation du flux infiltré, taux de fusion, il est maintenant possible d'évaluer les poudres de façon plus rigoureuse. On peut ainsi réduire le temps et l'énergie consacrés aux évaluations empiriques en usine.

Mais ce n'est pas suffisant pour évaluer le comportement des poudres en laboratoire. Il est nécessaire de s'intéresser à la fusion des poudres.

1.2.2. Étude de la fusion des poudres

Avant de s'intéresser au laitier dans l'interstice, il faut comprendre le processus de fusion de la poudre dans le moule. Certaines études ont été réalisées, et certains ont même modélisé la fusion et le transfert thermique afin de pouvoir calculer l'épaisseur de liquide sur la surface du moule.

1.2.2.1. Étude de la fusion de la poudre dans le moule

Une étude des étapes de fusion de la poudre dans le moule a été effectuée au Japon par la Nippon Steel Corp. (6). Ils ont prélevé des échantillons directement dans le moule grâce à une cuillère, puis les ont refroidis très rapidement, et imprégnés d'époxy pour conserver les strates. Les échantillons sont coupés en deux et étudiés au microscope optique.

Voici les étapes du mécanisme de fusion observé lors de cette étude:

1. La poudre est chauffée en surface, mais elle conserve son état initial (structure, morphologie et nature).

2. Lorsque la température devient suffisante, le carbone contenu dans la poudre commence à se consumer et permet aux autres particules de se toucher.

3. Le frittage commence, et se poursuit lorsque la température augmente, et le carbone se consume.

4. La poudre commence ensuite à fondre, et il reste des grains solides dans une matrice liquide.

5. Enfin, la poudre fond complètement, formant une couverture liquide sur le ménisque d'acier.

Le carbone est donc inerte dans les réactions qui entraînent la fusion. Il permet de retarder le contact entre les particules, et diminue donc le taux de fusion, il le contrôle. Le carbone ne peut pas se dissoudre dans le laitier formé. L'étape d'oxydation du carbone détermine donc la vitesse de fusion d'une poudre de coulée. Cela dépend de la quantité de carbone, mais aussi de la forme et de la préparation des particules.

1.2.2.2. Étude de la structure du flux fondu en laboratoire

Xie et Wu (2) ont observé la structure du flux fondu grâce à un appareil constitué d'une plaque de graphite chauffé par induction. Il permet de chauffer la poudre unidirectionnellement et rapidement, et de la refroidir également très rapidement. Ils ont aussi observé les différentes couches présentes, pour des teneurs et des nature en carbone différentes.

Ils ont montré que les poudres ne comportant que du noir de carbone, ou bien une teneur en noir de carbone supérieure à 2% présentent une structure en double-couche : une couche de matériaux bruts, et une de flux fondu. Une observation plus précise permet de distinguer une minuscule couche semi-fondue. Si le pourcentage de noir de carbone devient trop important, la couche frittée ne peut plus se former car le carbone isole les particules fondues.

Si le pourcentage en noir de carbone est inférieur à 1,5%, et que le graphite est utilisé comme squelette, la structure du flux fondu présente alors trois couches : les matériaux bruts, la poudre frittée, et le flux liquide.

Si la poudre contient un mélange de graphite et de noir de carbone (inférieur à 2%), la structure du flux fondu est multicouche : une couche de matériaux bruts, une de poudre frittée, une couche semi-fondue, et enfin le flux liquide.

La formation de la couche frittée est rendue possible par les matériaux de base de la poudre à faible point de fusion, qui forment de petites gouttes fondues. Elles adhèrent alors aux matériaux à point de fusion plus élevé, et cela forme la couche frittée.

Selon Xie et Wue (2), la meilleure structure de flux fondue pour assurer une alimentation de flux constante malgré les variations de conditions de coulée est la structure multicouche. En effet, la température du film de poudre frittée est proche de celle de la température du flux fondu. S'il y a augmentation de la température, le flux fritté fournira aisément du flux fondu. Donc en cas de changement de paramètre de coulée, un flux ayant une structure multicouche réagira plus rapidement.

Il y a cependant une limite. Lorsque la surchauffe de l'acier dans le moule augmente, la vitesse de coulée est augmentée, et donc la consommation de poudre diminue. Il faudrait donc que le taux de fusion diminue. Mais l'apport de chaleur augmente au contraire le taux de fusion de la poudre. Le problème inverse se pose lorsque la surchauffe diminue.

Pour éviter cette contradiction, il faut essayer de produire des poudres dont le taux de fusion dépend peu de la température. Pour cela, il faut mélanger différents types de carbone. Le taux de fusion est alors plus stable.

1.2.2.3. Modèle mathématique pour calculer l'épaisseur du liquide dans le moule

Les étapes de la fusion des poudres poudreuses étant connues, nous pouvons maintenant essayer de prévoir l'épaisseur du film liquide dans le moule. Nakano et Fuji (6) ont mis en place un modèle mathématique permettant de calculer l'épaisseur de film liquide, pour une machine donnée. Pour cela, ils ont modélisé le transfert thermique dans le film de poudre, et ils ont construit un montage permettant d'évaluer le transfert thermique pour d'autres poudres en laboratoire.

1.2.2.3.1. Transfert thermique dans les couches de poudre et de flux

L'acier liquide fournit de la chaleur au film de poudre. Cette énergie permet aux particules de poudre de la partie inférieure de fondre. La balance de cette énergie parvient aux couches supérieures et permet leur réchauffement. Ce qui reste est dissipé dans l'atmosphère. Nous pouvons donc déterminer le transfert thermique dans le film de poudre en mesurant la chaleur provenant de l'acier, et la chaleur rejetée dans l'atmosphère.

Un modèle mathématique de la fusion de la poudre a été construit (6), en appliquant l'équation du transfert thermique et en divisant la couche de poudre en n couches d'égale épaisseur. Les conditions limites sont les températures de l'acier et de l'air. La différence entre la quantité de chaleur entrant dans la couche i , et la quantité de chaleur sortant sert à élever la température de cette couche.

Les conductivités thermiques de la couche de poudre brute, de la couche de poudre frittée et du flux fondu sont évaluées, ainsi que le taux de frittage. L'apport de poudre est considéré comme égal à la consommation, qui est évaluée selon les paramètres de coulée.

Un montage permet de fondre de l'acier et de mettre la poudre dessus et de mesurer la chaleur à la surface au cours de sa fusion. Les paramètres du modèle et la quantité de chaleur rendue à l'atmosphère sont ainsi évalués, pour une densité, une température de début de frittage, un taux de vide donnés.

Nous pouvons alors évaluer l'épaisseur de liquide. En effet, β_0 est l'indice de vide de la poudre brute. Alors β_i dans le modèle est l'indice de vide de la couche i , qui dépend de l'état de fusion. Donc lorsque $\beta=0$, le flux est considéré comme fondu.

1.2.2.3.2. Validité du modèle

Pour vérifier la validité du modèle, la température de la poudre selon la profondeur dans le moule a été mesurée avec un thermocouple. Le modèle s'est avéré très proche de la réalité.

Les épaisseurs de liquide ont été mesurées dans le moule. Un fil d'acier est plongé durant 5 secondes dans le moule, et le flux liquide coagule sur le fil. L'épaisseur de flux liquide correspond à la hauteur de flux coagulé sur le fil. Les épaisseurs calculées sont moins importantes que les épaisseurs mesurées. L'hypothèse concernant les conductivités thermiques du flux liquide (k_l) et de la poudre (k_p) est :

$$k_l = 4 * k_p$$

Il semble donc que des facteurs opératoires comme l'oscillation de la surface de l'acier accélèrent la fusion de la poudre. Cela provoque une accélération du transfert thermique dans le flux liquide, ainsi qu'une accélération de la réaction de frittage. La conductivité thermique du flux est multipliée par 1,5, et la réaction de frittage se fait 1,2 fois plus vite.

Des facteurs de correction tenant compte de ces deux facteurs ont été introduits dans le modèle, et cela conduit entre autres à considérer que

$$k_l = 6 * k_p$$

Les valeurs des coefficients de correction dépendent de la machine de coulée. Mais cela prouve que l'oscillation du moule, et donc l'oscillation de la surface de l'acier, accélère la fusion de la poudre. Un essai en laboratoire a permis de prouver cette influence de l'oscillation du moule. Un cylindre oscillant a été plongé dans l'acier liquide recouvert de poudre. La surface de l'acier oscille, et il y a plus de liquide si le cylindre oscille que s'il est immobile.

Un autre paramètre a été modifié afin de valider le modèle. Plusieurs poudres avec différentes teneurs en noir de carbone ont été testées. La température de la surface a été mesurée en laboratoire, et le modèle établi précédemment permet de calculer l'épaisseur de film liquide dans le moule. La mesure en usine de cette épaisseur a prouvé la validité de ce processus. Les valeurs mesurées sont très proches de celles calculées.

En combinant le modèle de Nakano et Fuji (6), et les caractéristiques de la poudre mesurées en laboratoire, il est possible de prédire l'épaisseur du film liquide, pour une machine donnée. Mais cette étude (6) n'est valable que pour la machine testée et les poudres poudreuses. Elle n'est pas applicable dans d'autres cas. Refaire cette étude pour chaque machine de coulée serait beaucoup trop long.

Il est donc nécessaire de mettre en place un nouveau test pour évaluer les propriétés de fusion des poudres. L'étude des propriétés en fusion des poudres granuleuses devra également être effectuée.

1.2.2.4. Conclusion

Le processus de fusion des poudres poudreuses en laboratoire et en usine est connu. Le modèle de Nakano et Fuji (6) nous montre qu'il est même possible de modéliser les films de poudre et d'évaluer l'épaisseur de liquide. Mais cela n'est pas suffisant, car lorsque le flux est liquide, il doit pénétrer dans l'interstice. Il serait donc préférable d'avoir un test qui tienne compte à la fois du processus de fusion et de l'infiltration du flux. D'autre part, aucune étude n'a encore été réalisée sur la fusion des poudres granuleuses, et cela serait nécessaire pour progresser.

1.2.3. Composition chimique et minéralogique des poudres

L'étude stratégique nous a permis d'évaluer les intervalles de composition des poudres. Nous avons également envisagé l'influence de certains éléments sur les propriétés physiques des poudres. Ces données sont empiriques. Nous allons maintenant comprendre l'importance de la composition chimique des poudres sur leur structure et leur comportement en fusion et en cristallisation. Un modèle intéressant permettant de déterminer les propriétés des poudres et de les choisir grâce à un pseudo diagramme ternaire sera présenté. Enfin, nous nous intéresserons à la composition minéralogique des poudres, qui est aussi voire plus importante que la composition chimique.

1.2.3.1. Réseau, formateurs et modificateurs

Le flux est constitué de chaînes silicatées. L'unité de base est le tétraèdre SiO_4^{4-} . Les autres éléments peuvent agir comme formateurs de réseau, ou bien comme modificateurs de réseau.

Les formateurs de réseau renforcent les chaînes silicatées, et peuvent remplacer Si dans les tétraèdres. Cela augmente la viscosité. Les modificateurs de réseau brisent des liaisons, et diminuent la viscosité. Ils peuvent remplacer les ions O^{2-} qui relient les tétraèdres entre eux.

Les formateurs de réseau seront notés « SiO_2 », les modificateurs « CaO » et les fluidifiants « NaF ». Al_2O_3 remplace facilement SiO_2 dans les tétraèdres. Il est donc formateur de réseau, et fait partie de la catégorie " SiO_2 ". F^- par contre remplace O^{2-} , mais il ne peut former qu'une liaison au lieu de deux. Donc une chaîne est brisée. Les ions fluorures sont donc des modificateurs et font partie de la catégorie " NaF ".

Les principes de la thermodynamique permettent de montrer que lors de la fusion de la poudre, la réaction suivante a lieu :

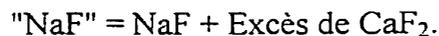


Nous pouvons donc considérer que Na_2O et CaF_2 sont présents seulement sous forme de NaF dans le flux. Mais Na_2O et CaF_2 sont rarement présents sous forme stœchiométrique. La plupart des poudres présentent un excès de CaF_2 .

1.2.3.2. Pseudo-diagramme ternaire permettant de relier la composition chimique et les propriétés des poudres

La composition des poudres de coulée est très complexe, et il est donc très difficile de la relier à des propriétés physiques telles que la viscosité et la température de fusion. Un modèle permettant d'évaluer les propriétés physiques à partir de la composition chimique a été développé par Mills (15).

Il permet de calculer la teneur en " SiO_2 ", " CaO " et " NaF " à partir de l'analyse chimique de la poudre. Ces trois catégories des composants chimiques sont alors traités comme des éléments et placés aux sommets d'un triangle pour former le pseudo diagramme ternaire. Voici les éléments compris dans chaque catégorie:



TiO_2 et B_2O_3 n'ont pas été intégrés dans le modèle, mais TiO_2 fait partie de la catégorie " SiO_2 ". B_2O_3 devrait faire partie de la catégorie " NaF ", mais son comportement est atypique et son introduction dans un modèle serait délicate.

¹ La poudre contient du Na_2CO_3

Le pseudo diagramme ternaire est construit en plaçant les mesures expérimentales de viscosité et de température de fusion. On trace alors les courbes d'iso viscosité, et d'iso température de fusion.

Le diagramme permet alors d'évaluer la viscosité et la température de fusion pour d'autres poudres, en connaissant leur analyse chimique. Pour les poudres contenant un excès de Na_2O , il faut appliquer un facteur de correction f qui dépend du pourcentage de NaO en trop. Alors $\eta = \eta_{\text{luc}} * f$.

Les vitesses de coulée recommandées pour chaque poudre ont été tracées dans le pseudo-diagramme ternaire de Mills (15). Les courbes de même vitesse de coulée tendent à suivre celles de même viscosité. Cela prouve l'importance de la viscosité dans le choix des poudres, et le bien fondé de ce diagramme.

Une autre preuve de la validité de ce diagramme est donnée par l'étude de l'érosion de la buse submergée. En effet, les résultats de Nakamura et al. (9) peuvent être retrouvés par le diagramme, mais en tenant compte à la fois de la viscosité et de la teneur en fluorure.

1.2.3.3. Composition minéralogique d'une poudre (16)

La connaissance de la composition minéralogique est nécessaire pour comprendre la fusion et la viscosité des poudres, ainsi que la nature des phases qui apparaissent lors de la solidification du flux fondu. Selon les phases présentes dans le laitier, le transfert thermique diffère. L'indice de cristallisation dépend lui-aussi de la composition minéralogique.

Cette composition minéralogique peut être connue par diffraction rayons-X sur des échantillons. La poudre est décarburée, pressée, chauffée pour la fritter. D'autres échantillons sont pris dans un bain d'acier recouvert de flux à l'aide d'un doigt de cuivre refroidi à l'eau. Ce laitier est ensuite recuit pour cristallisation.

Les phases observées avant la fonte de la poudre sont différentes de celles formées après avoir fondu l'échantillon, récupéré sur le doigt de cuivre. Seule la cuspidine est formée dans tous les flux et laitiers contenant un minimum de fluor.

La quantité d'alumine dans les échantillons modifie les phases en présence. Il est donc très difficile de connaître les phases formées dans le moule. Cependant, nous pouvons inventorier toutes les phases observées:

Phases majeures :	Cuspidine	C_3S_2Fl
	Pectoline	NCS_3
Phases mineures :	Pseudo(β)-Wollastonite	CS
	Carnegieite	NA_2S
Phases formées si on ajoute de l' Al_2O_3 :	Anorthite	CAS_2
	Gehnelite	C_2AS
	Nepheline	NAS_2

Avec $A = Al_2O_3$, $C = CaO$, $Fl = CaF_2$, $H = H_2O$, $M = MgO$, $N = Na_2O$, $S = SiO_2$.

1.2.3.4. Conclusion

La littérature nous fournit des informations sur l'influence des composants chimiques sur les propriétés physiques des poudres. Elle nous révèle également les différentes phases présentes dans le flux, mais nous ne savons pas si elles sont présentes dans le laitier sur la paroi du moule.

Les analyses chimiques fournies sur les feuilles de contrôle des poudres industrielles ne sont guère fiables. Les oxydes indiqués ne sont pas présents sous cette forme dans la poudre, et leur quantité est évaluée de façon différente par chaque laboratoire. Pour comparer des poudres et évaluer l'influence des composants chimiques, il faudra donc fabriquer des poudres dont on connaît la composition chimique et minéralogique.

1.2.4. Rôle du carbone

Les matériaux carbonés ajoutés aux poudres permettent de contrôler la fusion. Après avoir passé en revue les différents types de carbone, nous expliquerons leur influence sur la fusion des poudres. D'autre part, l'acier contient également du carbone. Cela modifie le transfert thermique dans le moule.

1.2.4.1. Les différents types de matériaux « carbone » (7)

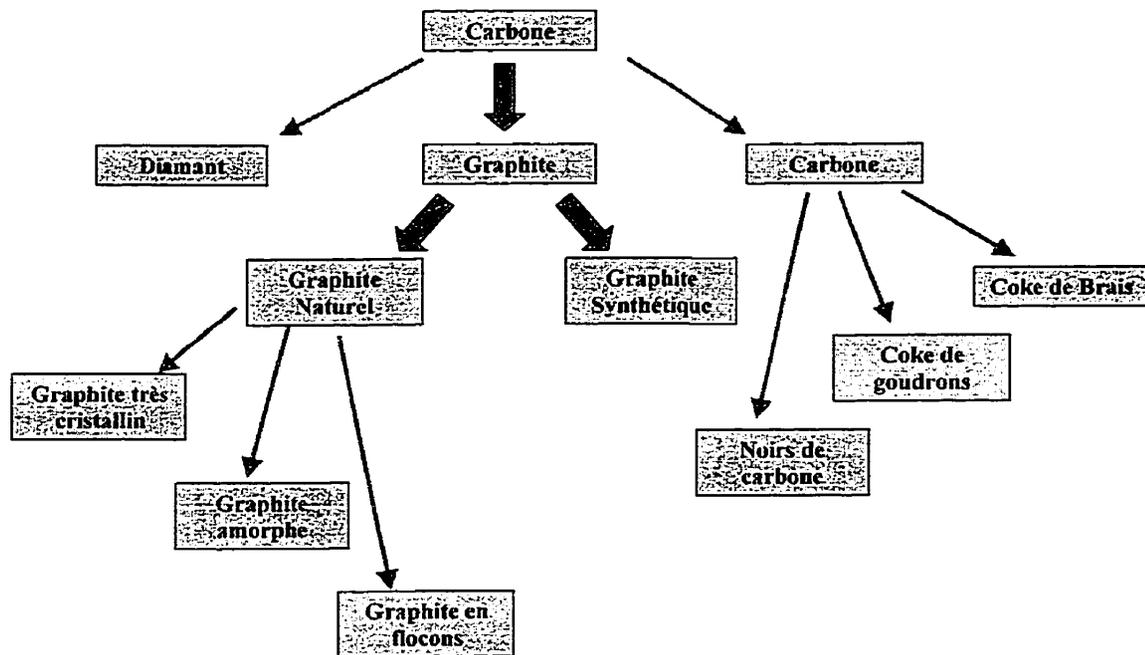


Figure 1-16: Les différents types de carbone

1.2.4.1.1. Graphite amorphe

Le graphite amorphe provient de la lente transformation de substances carbonées, sous des conditions de température et de pression particulières. Il n'est pas amorphe du tout, mais a une structure micro-cristalline, avec un degré d'ordre très faible.

Il provient directement du sol, et ne subit aucun traitement avant son utilisation. Sa teneur en carbone est de 80 à 85%, et sa composition chimique est très proche de celle de la croûte terrestre, avec une forte teneur en silice.

1.2.4.1.2. Graphite très cristallin

Il provient de dépôts d'huile qui sous des températures et des pressions très fortes se sont transformées en graphite.

La composition chimique est totalement différente de celle des autres sortes de graphite. Il est considéré comme contenant 100% de graphite. C'est un des seuls types de graphite pouvant être moulé sans liant et cependant garder sa forme quand on enlève le moule. Mais la quantité disponible est limitée car il ne provient que d'un seul endroit dans le monde.

1.2.4.1.3. Graphite en flocons

Le graphite en flocons a été créé par transformation de poudres de goudrons dans le sol. Il y en a sur tous les continents. Mais il est nécessaire de le transformer après l'avoir retiré du sol, car sa concentration naturelle est peu élevée, de l'ordre de 3% à 28%. Il faut alors le mettre dans deux à trois cellules de flottaison pour le concentrer.

Il est très utilisé dans l'industrie des réfractaires, à cause de sa faible mouillabilité par les métaux à haute température, et de sa conductivité thermique élevée. Il est beaucoup plus structuré que les autres graphites. Sa teneur en carbone varie de 70 à 99 %. Pour obtenir les teneurs de 96 à 99%, il faut des procédés chimiques supplémentaires.

1.2.4.1.4. Procédé d'exfoliation

Ce procédé fut découvert vers 1900 en essayant de purifier du graphite en flocons. Il s'agit d'un traitement à l'acide. De l'acide sulfurique et de l'acide nitrique brisent les liaisons de Van Der Waals, et les couches atomiques du graphite se séparent.

Les paramètres du procédé sont la température, le temps, la vitesse de réaction. Il peut être amélioré par l'utilisation d'ultrasons. Ce procédé est plus efficace s'il est utilisé avec du graphite en flocons. Le graphite exfolié peut ensuite être reformé avec n'importe quelle forme. Il est très isolant et a de nombreuses applications.

1.2.4.1.5. Paramètres à considérer pour utiliser du graphite

Les paramètres à considérer lors de l'utilisation de graphite sont :

- Les matières premières
- La morphologie des particules
- Les caractéristiques physiques et chimiques (densité, résistance électrique, surface de contact)
- Les composants chimiques majeurs et mineurs, la teneur en carbone, et les impuretés.

Les poudres de coulée contiennent en général un mélange de noir de carbone et de graphite, amorphe ou en flocons.

1.2.4.2. Influence des matériaux carbonés sur la fusion des poudres

Le carbone est un des éléments qui contrôle le taux de fusion. Il n'est pas soluble dans les matériaux de base des poudres de coulée. Il s'immisce entre les particules, empêche la coalescence des gouttelettes de flux fondu, et contrôle le transfert thermique. Les particules de flux fondu pourront former une couche de flux liquide lorsque tout le carbone aura été consommé. C'est pourquoi le carbone contrôle le taux de fusion.

Xie et Wu (2) ont montré que les matériaux carbonés sont plus efficaces s'ils ont une haute teneur en carbone, et s'ils sont faciles à disperser dans les matériaux de base de la poudre. C'est pourquoi le noir de carbone est plus efficace que le graphite, et une faible augmentation de noir de carbone diminuera beaucoup le taux de fusion.

Par contre, le mélange de noir de carbone avec du graphite permet de diminuer la dépendance du taux de fusion à la teneur en carbone. Cela assure donc une meilleure stabilité du taux de fusion lors de la coulée, même s'il y a un changement subit de paramètre.

En effet, le graphite se disperse moins bien, a un point de fusion élevé, une forme de paillette, et une énergie de surface faible. Il permet donc de former et de maintenir un bon squelette à haute température. Par contre, le noir de carbone se disperse très bien, a un bas point de fusion, et est donc bien absorbé et réparti dans la poudre. Il assure donc le rôle d'isolant dans la poudre à basse température.

1.2.4.3. Influence de la teneur en carbone de l'acier sur le taux d'extraction de chaleur

Une étude expérimentale effectuée par Grill et Brimacombe (3) sur une machine de coulée continue lubrifiée avec de l'huile a montré que le taux d'extraction de chaleur dépendait fortement de la teneur en carbone de l'acier coulé.

Les aciers à faible teneur en carbone, inférieure à 0,25%, présentent un taux d'extraction de chaleur inférieur de 13% à celui des aciers à moyenne teneur en carbone. La transformation de phase $\delta - \gamma$ cause en effet un rétrécissement de la peau. Elle se décolle alors de la paroi du moule, et le transfert thermique est réduit.

Cette transformation péritectique en phase solide est accompagnée d'un rétrécissement linéaire d'environ 0,38%. La peau d'acier se déforme, créant des indentations, des creux sur la surface de la peau. Des déformations permanentes sont créées, et les vides créés diminuent le transfert de chaleur. Cette réaction est maximale pour les aciers 0,1% C, car cette nuance est celle qui connaît la plus importante transformation péritectique et donc le plus de rétrécissement.

Les aciers à haute teneur en carbone, supérieure à 0,7%, présentent un taux d'extraction de chaleur inférieur de 14% à celui des aciers à moyenne teneur en carbone. La peau d'acier est plus épaisse, et présente donc une plus grande résistance thermique.

Ces aciers ont un liquidus moins élevé que ceux à moyenne teneur en carbone. L'intervalle de solidification est donc plus grand, et il faut atteindre une température plus basse pour que l'acier se solidifie vraiment. Par conséquent, derrière la peau solidifiée se forme une couche semi-solidifiée, semi-liquide.

Si nous considérons l'épaisseur totale de la peau, incluant cette couche semi-solide, les aciers à haute teneur en carbone ont une peau deux fois plus épaisse que ceux à moyenne teneur en carbone. La conductivité thermique de l'acier solide étant beaucoup plus faible que celle de l'acier liquide, le transfert thermique est réduit.

Ce phénomène est plus important dans la zone du ménisque, car plus bas dans le moule, le transfert thermique est surtout limité par l'interstice entre la peau et la paroi du moule.

1.2.5. Transfert thermique dans le moule

Le transfert thermique dans l'interstice et sur le dessus du moule détermine la qualité de surface de l'acier, le taux de refroidissement, mais modifie aussi le taux de fusion de la poudre. Des études ont permis de montrer que les conductivités thermiques des flux sont semblables. Les différences observées dans le transfert thermique au cours de la coulée proviennent donc des différences d'épaisseurs de laitier dans l'interstice, et de leur nature. L'étude du profil de température dans l'interstice permet de comprendre le comportement du laitier, et les conséquences pour le transfert thermique.

1.2.5.1. Conductivité thermique de la poudre, du flux, et du laitier

Le transfert thermique dans l'interstice doit être optimisé afin d'assurer une bonne qualité de l'acier. Il dépend de la conductivité thermique des couches de flux, de leur épaisseur, et de leurs propriétés radiatives, et des résistances aux interfaces. Le transfert thermique sur le dessus du moule doit également être optimisé afin de garantir le taux de fusion de la poudre et d'éviter les pertes de chaleur de l'acier. Il est donc utile de connaître les propriétés thermiques des différents états de la poudre.

Taylor et Mills (17) ont effectué une étude de la conductivité thermique des poudres. La conductivité des flux est proche de celle des verres, matériaux semi-transparents. La conduction de la chaleur se fait par phonons et par radiation (absorption - émission).

Mais pour les flux fondus, la radiation est beaucoup plus importante que la conduction par phonons. Il faut donc relativiser la portée de cette étude qui porte surtout sur la conductivité thermique par phonons. En effet, la méthode utilisée pour mesurer la diffusivité thermique tient moins compte de la radiation que de la conduction. La conductivité thermique est calculée par :

$$K = \alpha * \rho * C_p$$

Équation 1-3 : Conductivité et diffusivité thermiques

Où α est la diffusivité thermique mesurée, ρ la densité et C_p la capacité thermique de l'échantillon.

La méthode employée par Taylor et Mills (17) est celle du pulse laser. Un pulse d'énergie très court est envoyé sur une face de l'échantillon. La température de l'autre face est enregistrée en permanence. Le temps mis pour atteindre la température maximale dépend de l'épaisseur de l'échantillon, de la température, et de la diffusivité.

Les échantillons sont de la poudre décarburée. Elle est pressée et frittée dans certains cas, et fondue puis coulée dans d'autres. Certains échantillons sont traités thermiquement afin de les cristalliser.

D'après cette étude, la diffusivité thermique des échantillons frittés augmente avec le degré d'avancement du frittage. Celle des échantillons vitreux dépend de la température, mais la relation température – diffusivité dépend des flux. Parfois elle varie doucement, et parfois de fortes variations sont enregistrées.

Les diffusivités thermiques mesurées lors de cette étude sur des échantillons cristallins sont plus élevées que celles des échantillons vitreux. Mais seule la conduction est mesurée. Si la conductivité totale des échantillons cristallins était mesurée, elle serait plus faible que celle des échantillons vitreux, car la radiation prédomine. Il a aussi été montré (17) que la conductivité thermique des poudres diminue si leur densité augmente, et elle augmente si la taille des particules augmente.

Les conductivités thermiques sont cependant très semblables d'un flux à l'autre. Les différences entre les transferts thermiques observés durant les coulées avec des flux différents ne proviennent donc pas des conductivités thermiques des flux.

Riboud et Larrecq (13) émettent des hypothèses pouvant expliquer ces différences de transfert thermique. Selon eux, les laitiers fluides, ayant une faible viscosité et un faible point de fusion, forment des films de laitier très fins. La consommation est très faible. La résistance thermique au niveau du gap est donc faible.

En revanche, selon Riboud et Larrecq (13), les laitiers visqueux par contre forment un film de laitier beaucoup plus épais. La résistance thermique est donc beaucoup plus élevée. On peut cependant réduire et contrôler l'épaisseur du film en diminuant l'apport de flux, et donc l'épaisseur de flux liquide à la surface, en diminuant le taux de fusion de la poudre.

Ils ont aussi montré que si la température de solidification augmente, le film de laitier est plus épais dans la partie supérieure du moule, même si la consommation diminue. Le transfert thermique est alors fortement diminué. La consommation de poudre n'a donc presque rien à voir avec l'épaisseur du film de laitier, car ce film n'est que partiellement renouvelé.

Le transfert thermique diffère selon le flux utilisé. Cela peut donc provenir des différences d'épaisseur de laitier sur la paroi.

1.2.5.2. Transfert thermique et gradient dans l'interstice

Branion (18) propose une autre explication, basée sur l'étude du gradient de température dans l'interstice, et la nature des phases de laitier en présence. Le long de la paroi du moule, trois facteurs déterminent le transfert thermique : l'interface acier / laitier, le transfert thermique dans le laitier, et l'interface laitier / moule.

Branion, pour étudier le transfert thermique dans le film de laitier, s'intéresse aux phases présentes. En effet, la conductivité thermique du liquide est plus élevée que celle du film de solide visqueux, qui est plus élevée que celle du solide cristallin. Il est donc important de connaître la disposition des phases et leur proportion.

Or la température de cristallisation de la poudre détermine en grande partie le pourcentage de flux liquide, vitreux et cristallin.

La figure 1-17 représente une vue en coupe du film de laitier dans l'interstice durant la coulée, pour une poudre dont la température de cristallisation est inférieure à la température de la peau de la brame.

Une partie du laitier, contre le moule, est solidifiée, et l'autre partie, contre l'acier, est liquide ou vitreuse et peu visqueuse. Les gradients de vitesse, de température et le profil de viscosité sont représentés.

Il faut noter le très fort gradient thermique auquel est soumis le film de flux dont l'épaisseur "t" ne fait que quelques millimètres. Le laitier liquide permet d'assurer la lubrification, et la vitesse du laitier liquide contre la peau de la brame est la vitesse de coulée.

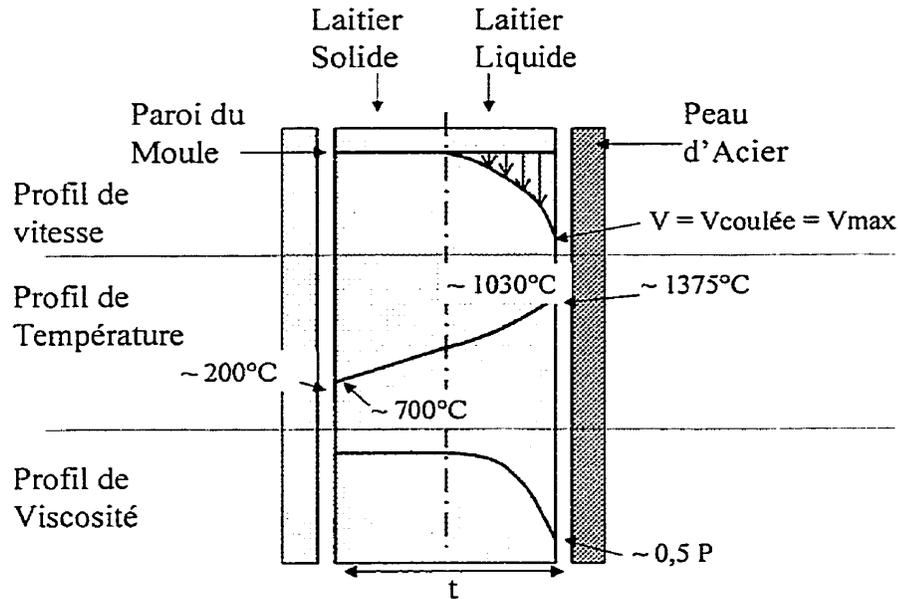


Figure 1-17 : Vue du laitier environ 50 mm sous le ménisque pour la poudre A ($T_c = 1030^{\circ}\text{C}$)(18)

La figure 1-18 représente en coupe un film de laitier, plus profond dans le moule, environ 300 mm. Le laitier provient d'une poudre dont la température de cristallisation est 1170°C , plus élevée que la température de surface de la brame dans le bas du moule. Il est donc entièrement solide, et sa vitesse est pratiquement nulle. Sa viscosité est très élevée et nous avons donc une friction solide-solide, qui crée des forces très importantes. Cela peut créer des fissures dans le film de laitier.

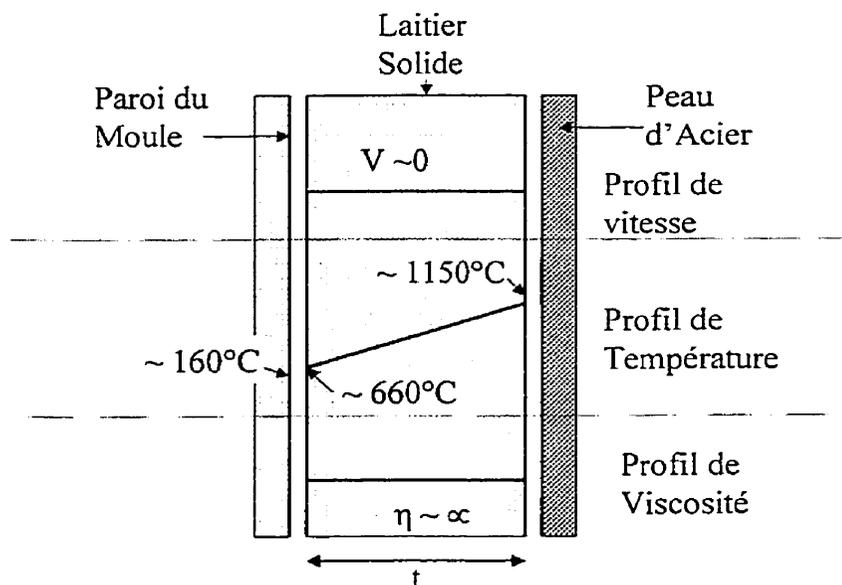


Figure 1-18 : Vue du film de laitier approximativement 300 mm sous le ménisque pour la poudre b ($T_c = 1170^\circ\text{C}$) (18)

Pour évaluer les proportions de solide et de liquide dans le film de laitier, il faut considérer le fort gradient de température auquel le film de laitier est soumis. La figure 1-19 présente les profils thermiques de la surface chaude de l'acier et de la peau d'acier solidifiée. Le film de laitier se trouve entre ces deux surfaces et se trouve donc soumis à un gradient de température élevé et variable selon l'endroit dans le moule. (18)

Il est donc difficile d'évaluer la viscosité du flux à ce niveau, étant donnée la forte variation de la viscosité avec la température. Par contre, nous pouvons comparer la température de cristallisation du flux à la température de la peau d'acier. Ainsi, la température d'apparition du premier solide de A est plus faible que la température de la peau d'acier, et il y aura donc une partie du flux qui restera liquide et pourra assurer la lubrification. En revanche, la température d'apparition du premier solide de la poudre b est à certains endroits dans le moule plus élevée que la température de la peau d'acier. Le film sera donc à cet endroit entièrement solide.

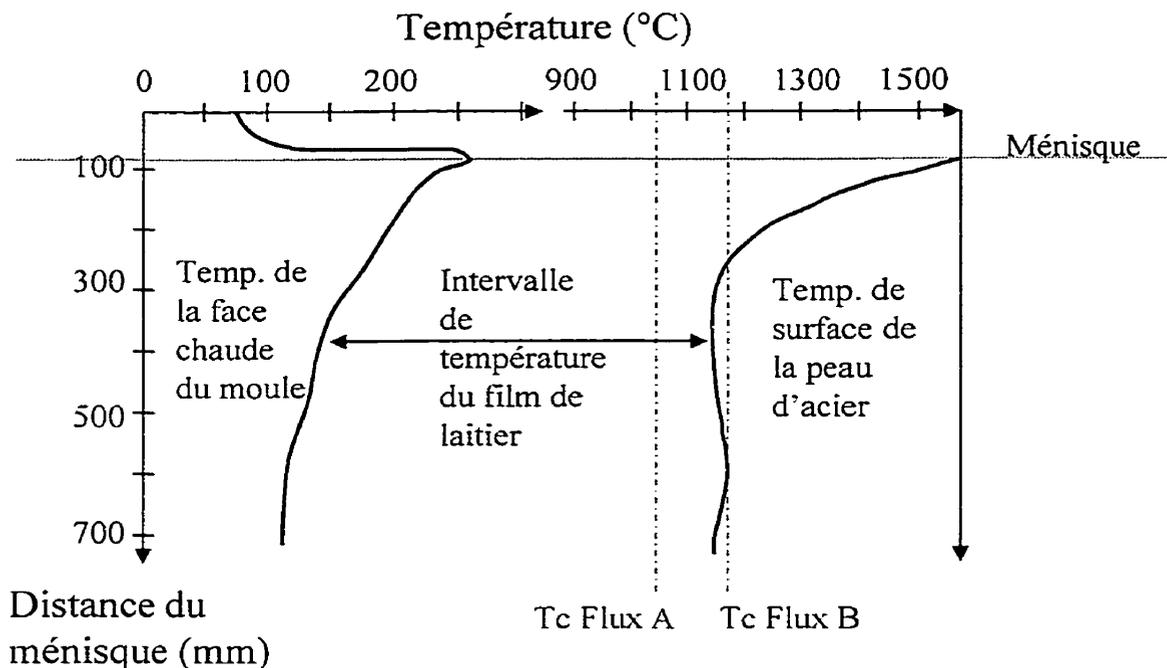


Figure 1-19 : Profils thermiques dans le moule (18)

Mais Branion ne fait pas la différence entre le solide vitreux et le solide cristallin. Cette différence est pourtant fondamentale pour connaître le transfert thermique dans le film de laitier.

1.2.5.3. Influence de la porosité du film de laitier sur le transfert thermique

Le film de laitier le long de la paroi du moule permet de contrôler le transfert thermique. Tout changement de sa composition chimique modifie ses propriétés.

Une diminution du transfert thermique, une perte de lubrification menant à des percées ont été constatées lors de certaines coulées (4). Le film de laitier récupéré sur la paroi du moule a alors un aspect poreux. Une technique de mise en évidence du gaz contenu dans ces bulles a permis de montrer qu'il s'agit d'hydrogène.

Cet hydrogène provient en grande partie de l'acier liquide. Sa solubilité dans l'acier diminue fortement avec la température, et l'hydrogène est alors évacué dans le film de laitier. Cela crée des bulles, qui diminuent le transfert thermique, et modifient les propriétés rhéologiques du laitier, amenant à une perte de lubrification.

La forte teneur en hydrogène de ces nuances d'acier est due au procédé d'élaboration. La chaux additionnée ainsi que le laitier utilisé pour désulfurer contiennent de l'eau. Le brassage de l'acier favorise également les échanges entre les laitiers en poche, en panier et en lingotière, ce qui favorise une reprise du métal en hydrogène. (4)

Il est donc important de contrôler la teneur en hydrogène de l'acier liquide, et de fixer une limite correspondant aux conditions de coulée.

Afin d'éviter la reprise en hydrogène de l'acier en lingotière, il est nécessaire de se préoccuper de la teneur en eau des poudres de coulée. Une méthode pour évaluer cette teneur en eau est proposée, et il serait préférable de suivre la reprise en eau des poudres au fur et à mesure de leur fabrication et de leur transport.

1.2.6. Infiltration du flux et lubrification

1.2.6.1. Simulation et observation de l'infiltration de laitier

Une simulation de la coulée continue a été réalisée (11). Le moule est constitué de trois faces en cuivre refroidies à l'eau. La quatrième face est en quartz, afin de pouvoir observer et filmer en direct l'infiltration du laitier. Les modes d'oscillation du moule sont variés.

La poudre est de la poudre d'alumine avec de l'acide stéarique fondu comme traceur. Une cellule de charge permet de mesurer les forces de friction. Le métal fondu est de l'étain avec 5% en masse de plomb.

Tsutsumi et Ohtake (11) ont montré que le flux s'infiltré dans l'interstice durant le "strip" positif, c'est-à-dire lorsque le moule oscille vers le haut, et atteint sa vitesse maximale. La force de friction diminue si la vitesse de coulée diminue, la fréquence diminue, et l'amplitude des oscillations du moule augmente. Ces résultats sont en accord avec les mesures en usine.

1.2.6.2. Lubrification et marques d'oscillation

Les marques d'oscillation diminuent la qualité de surface des brames. Une étude a été réalisée afin de comprendre les relations entre les paramètres de la poudre et les marques d'oscillation.

Selon Wolf (1), les marques d'oscillation sont plus prononcées lorsque les poudres de coulée sont utilisées comme lubrifiant au lieu de l'huile, et pour les nuances d'acier à basse teneur en carbone.

Elles peuvent être réduites en diminuant la durée du strip négatif, en augmentant la fréquence d'oscillation, ou bien en diminuant leur amplitude. Un autre paramètre est la viscosité relative du flux utilisé, ηV_c^2 , avec V_c la vitesse de coulée, qui mesure le comportement rhéologique de la poudre. La profondeur des marques diminue si la viscosité relative du flux augmente, donc pour des flux à faible taux de consommation.

La consommation de poudre peut donc être considérée comme un premier indice de la qualité de la lubrification. Mais elle dépend également de nombreux autres facteurs opératoires, si bien qu'il est préférable de mesurer les forces de friction engendrées par les oscillations du moule.

Cependant, la force de friction n'est pas le facteur le plus important dans l'apparition des marques d'oscillations. C'est surtout la contraction de la peau solidifiée au refroidissement qui affecte les marques, en fonction des paramètres opératoires de la machine. Ainsi, le mode d'oscillation du moule peut aussi être modifié pour réduire les défauts de surface. On modifie la fréquence des oscillations selon la vitesse de coulée.

1.2.6.3. Influence du laitier sur la lubrification

Le laitier infiltré dans l'interstice assure la lubrification entre la brame et le moule. Des études ont fait le rapprochement entre la qualité de la lubrification et les propriétés des poudres.

Riboud et Larrecq (13) ont montré que dans la partie supérieure du moule, la peau d'acier est très fine et particulièrement peu résistante. Les forces de friction dépendent donc presque exclusivement de la viscosité du flux à la température de contact (environ 1400°C à cet endroit). Des flux à faible viscosité sont donc recommandés pour de hautes vitesses de coulée.

Dans la partie inférieure du moule, le laitier se déchire car il y a contact solide-solide. La force de friction est donc beaucoup plus élevée. Le flux sera donc meilleur si son point de fusion est moins élevé, afin de maintenir un film liquide le plus bas possible dans le moule.

Selon Branion (18), l'épaisseur du film lubrifiant dépend de la viscosité. Si la viscosité diminue, l'épaisseur du film de laitier sur la paroi diminue et la consommation augmente.

Il détermine un taux de fusion critique Q_c permettant d'assurer une bonne lubrification :

$$Q_c = V_c^{3/2} \left(\frac{\eta}{2Pr_e g} \right)^{1/2}$$

Équation 1-1 : Taux de Fusion critique

où V_c est la vitesse de coulée, P_{Fe} est la pression ferrostatique et η la viscosité du flux. Si le taux de fusion est inférieur au taux de fusion critique, l'approvisionnement en flux ne sera pas suffisant.

1.2.6.4. Conclusion

Le laitier infiltré dans l'interstice assure la lubrification,. Ses propriétés déterminent donc la qualité de surface des brames. Mais les études réalisées ne fournissent que des relations empiriques. Elles ne se basent pas sur des observations du laitier.

1.2.7. Flux d'acier dans le moule

Le trajet de l'acier dans la lingotière de la coulée continue est lié à la qualité de surface des brames et modifie les conditions de fusion de la poudre. Les paramètres qui régissent ce trajet sont le design et la profondeur de submersion de la buse, ainsi que le flux d'argon dans la quenouille et la buse. Une étude de ces flux a été réalisée grâce à un système électromagnétique. (19).

1.2.7.1. Les circuits d'acier dans le moule

Les figures 1-20, 1-21 et 1-23 représentent les 3 principaux schémas de flux d'acier dans le moule observés durant cette étude (19), sans brassage électromagnétique : double rouleau, simple rouleau, rouleau au ménisque.

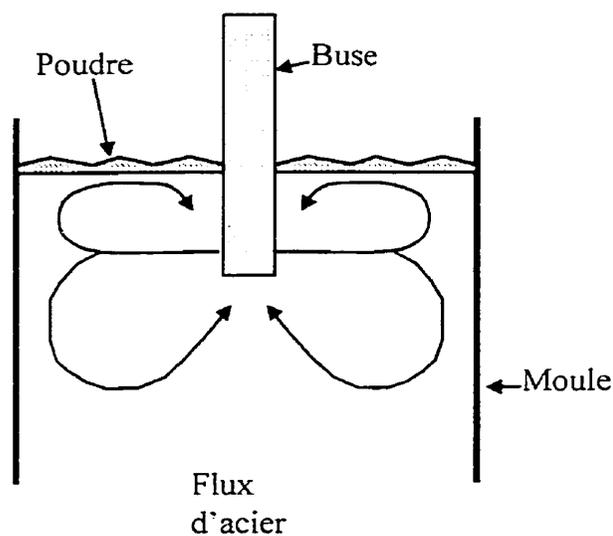


Figure 1-20 : Schéma d'écoulement de l'acier en double rouleau

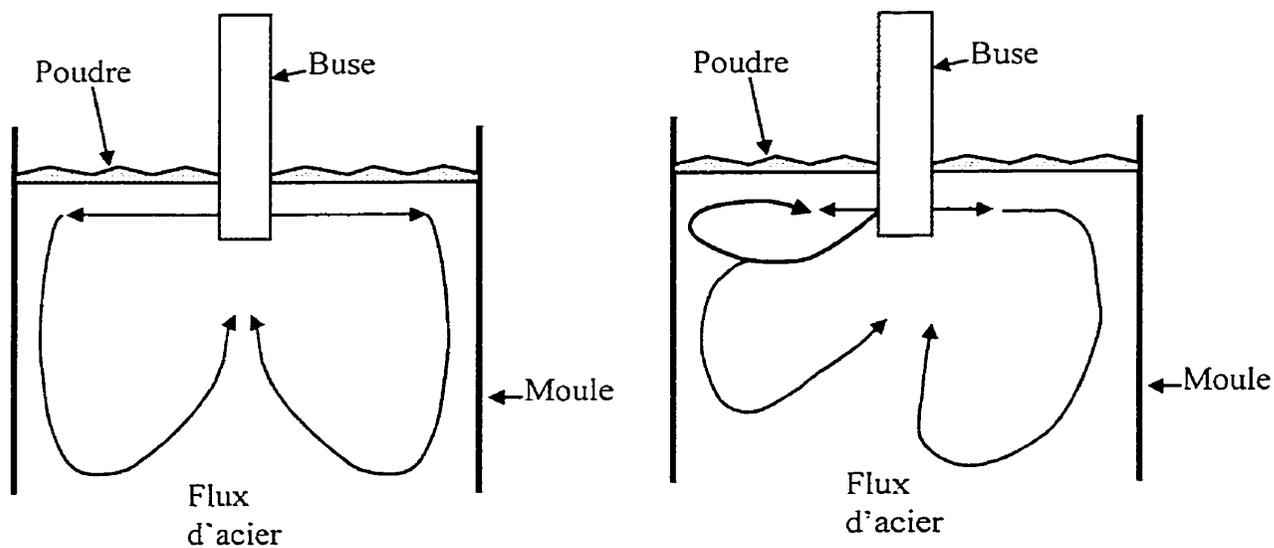


Figure 1-21 : Schéma d'écoulement de l'acier en simple rouleau

Figure 1-22 : Schéma d'écoulement de l'acier en rouleau au ménisque

Chaque schéma d'écoulement de l'acier est associé à un réglage des paramètres de la coulée. On constate également qu'il existe un régime instable des flux durant des temps importants. Il s'agit d'un état transitoire entre deux schémas stables.

1.2.7.2. Influence combinée de l'argon et de l'immersion de la buse

Tous les autres paramètres de la coulée étant constants, le débit d'argon et la profondeur d'immersion de la buse ont été modifiés, afin d'étudier leur influence sur les schémas d'écoulement de l'acier dans le moule. Les vitesses d'écoulement de l'acier à différents endroits dans le moule ont été mesurées.

Les vitesses mesurées au niveau du ménisque de chaque côté de la buse dépendent fortement de ces deux paramètres. Cependant, le paramètre critique est le taux d'argon. Il détermine le type de schéma d'écoulement. Plus le débit d'argon est élevé, plus la vitesse du flux d'acier est élevée. Il favorise l'écoulement en simple rouleau.

L'influence de la profondeur d'immersion de la buse n'est visible que lorsque le débit d'argon est inférieur à 4 l/min. Pour la buse standard, le schéma d'écoulement est un simple rouleau pour une immersion faible à moyenne, et à double rouleau pour une immersion importante.

Le meilleur schéma d'écoulement pour maintenir un transfert thermique élevé au ménisque et éviter la prise au piège de poudre est le double rouleau, avec des vitesses d'écoulement de l'acier modérées.

Pour cela, il faut donc un débit d'argon faible, et une buse profondément submergée. Si nous souhaitons maintenir un débit d'argon élevé, il faudra immerger la buse très profondément pour avoir tout de même un écoulement en double rouleau. Mais ce n'est pas toujours possible. Il est alors possible de modifier le design de la buse.

Notons que si les vitesses d'écoulement de l'acier sont mesurées à la sortie de la buse, l'influence de la submersion et du débit d'argon est moindre.

1.2.7.3. Influence de la géométrie de la buse

Les buses submergées standards ont des trous d'évacuation inclinés d'un angle de 15° et dirigés vers le bas du moule. Cette configuration permet de faire circuler l'acier dans le moule afin de mieux décanter les inclusions. Mais pour permettre de garder une température suffisante au ménisque tout en évitant la prise au piège de flux, nous pouvons modifier la géométrie de ces trous d'évacuation.

Trois types de buses ont été testés (19): standard, avec une inclinaison nulle, et avec une inclinaison de 25° des trous d'écoulement.

Le schéma d'écoulement principal est le simple rouleau. Cependant, le double rouleau est favorisé par l'angle de 25° , tandis que l'inclinaison nulle ne le permet pas, même pour des profondeurs de submersion importantes. Mais lorsque le double rouleau est favorisé, les types d'écoulement instables se font aussi plus fréquents. La géométrie de la buse influe donc sur le type de schéma d'écoulement, mais son influence est moins importante que celle du flux d'argon ou de la vitesse de coulée.

1.2.7.4. Conclusion pour l'amélioration de la coulée

L'écoulement de l'acier dans le moule détermine en grande partie les défauts dans le cœur de la brame (19). La figure 1-23 représente les principales causes de ces défauts. Les vortex causés par l'écoulement à la surface entraînent dans le cœur de la brame des particules de flux et de poudre, qui au laminage poseront des problèmes.

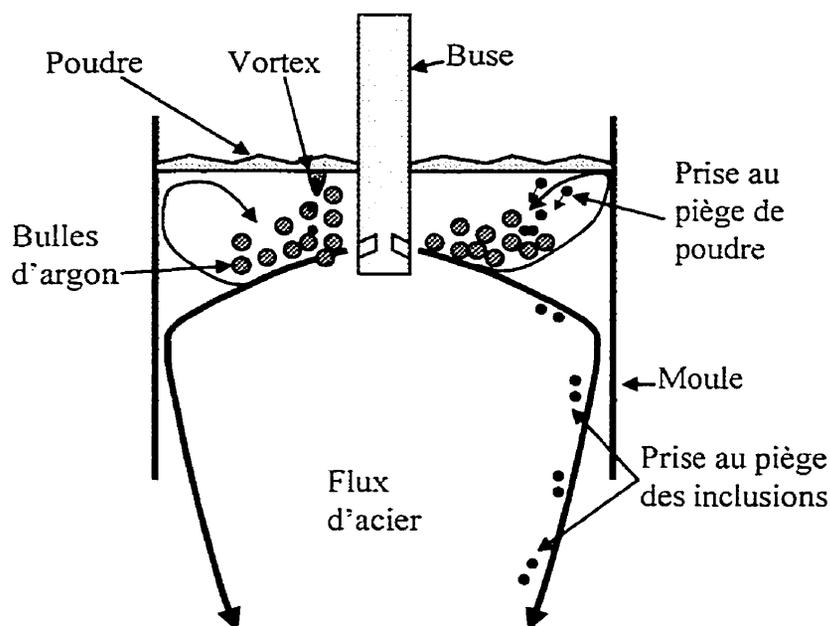


Figure 1-23 : Influence du schéma d'écoulement de l'acier sur la qualité de la brame

Une étude des défauts en fonction de l'écoulement de l'acier montre que le double rouleau permet de diminuer l'occurrence de ces défauts. Le simple rouleau en crée plus, mais le plus dommageable est le rouleau au ménisque.

Pour améliorer la qualité des brames, il est donc préférable de modifier les paramètres de la coulée afin de favoriser le schéma d'écoulement de l'acier en double-rouleau. Pour cela, il faut une buse avec des trous d'écoulement inclinés de 25° vers le bas, une profondeur d'immersion importante, et un taux d'argon le plus faible possible.

Cette étude du flux d'acier dans le moule montre qu'il ne faut pas négliger les turbulences dans le moule. Les autres études n'en tiennent pas compte alors que ces remous modifient le taux de fusion de la poudre et les conditions d'infiltration du flux.

1.2.8. Conclusion

Il existe des tests en laboratoire permettant de caractériser certains aspects des poudres. La fusion des poudres poudreuses et leur comportement dans le moule ont été étudiés et certains aspects ont été élucidés. Le rôle des matériaux carbonés est encore relativement imprécis

Certaines études ont été réalisées sur l'infiltration du flux dans l'interstice et le rôle du laitier pour la lubrification et le transfert thermique. Les corrélations qui ont été proposées semblent d'une portée limitée. Aucune de ces études n'est basée sur des observations directes de laitier dans le moule. Aucune différence n'est faite entre le laitier cristallin et le laitier vitreux. Les relations entre la viscosité du flux et l'épaisseur de laitier sont des hypothèses non vérifiées en usine.

Les deux seules normes existant qui permettent de mesurer des caractéristiques des poudres sont peu utiles pour connaître le comportement des poudres dans le moule. Il est nécessaire de mettre en place une méthode de caractérisation des poudres normalisée permettant d'évaluer le comportement en fusion et le taux de fusion de la poudre, en rapport avec l'infiltration du flux dans l'interstice. Ceci constitue le point de départ de ce mémoire.

2. CHAPITRE II ÉVALUATION DES POUDRES DE COULÉE EN USINE

Comme nous l'avons vu au chapitre précédent, il est important d'effectuer des observations sur site, afin de vérifier la validité des études ou de montrer leurs erreurs. Cela permettra d'étudier la lubrification et le transfert thermique avec plus de précision, et de mieux comprendre le comportement du laitier dans l'interstice.

Sur une période de trois mois, le comportement de trois poudres de coulée poudreuses a été suivi en usine, en vue de mieux comprendre le comportement de la poudre dans le moule, sa fonte, son infiltration dans l'interstice, et son rôle dans la lubrification et le transfert thermique.

Des observations de la cristallisation du flux sur les parois du moule ont également été effectuées, même si cela dépasse l'envergure initiale du projet. Cet aspect sera couvert dans une publication ultérieure.

Après une brève description de la procédure expérimentale et des paramètres mesurés, nous analyserons les profils d'épaisseur réalisés. La variation de l'épaisseur du film liquide en fonction de la vitesse de coulée et les taux de consommation sont également présentés.

L'évolution de la composition chimique de la poudre au cours de sa fusion et de son passage par l'interstice a été étudiée.

Enfin, des échantillons de laitier prélevés sous le moule et sur les parois du moule sont observés.

2.1 DESCRIPTION DES TESTS EN USINE

2.1.1. Les poudres testées

2.1.1.1. Les trois poudres

Compte tenu que la température du liquidus des aciers diminue lorsque la teneur en carbone augmente, les aciers à haute teneur en carbone ont une température de fusion plus faible, donc la poudre doit fondre à plus basse température. En revanche, pour les aciers à basse teneur en carbone, le liquidus est plus élevé et la poudre doit donc fondre à une température plus élevée.

C'est pourquoi trois poudres sont utilisées pour la coulée continue de brames, en fonction de la teneur en carbone de l'acier.

- La poudre 1 est utilisée pour les nuances à moyenne teneur en carbone, de 0,9% à 0,16%C.
- La poudre 2 est utilisée pour les nuances à basse teneur en carbone, jusqu'à 0,08 %C. Elle est aussi utilisée pour les aciers de 0.18% à 0.23% C.
- La poudre 3 est utilisée comme poudre de départ pour tous les aciers, et comme poudre de coulée pour les aciers « haut carbone » (Pourcentage de carbone supérieur à 0,23%).

La poudre 3 bis a remplacé la poudre 3 au cours de nos essais. Les poudres 3 et 3bis sont très similaires dans leur comportement.

2.1.1.2. Comparaison générale des trois poudres

Les trois poudres testées diffèrent par leur composition chimique et leurs propriétés physiques. Les principaux éléments de comparaison sont présentés dans le tableau 2-1.

Tableau 2-1 : Principaux paramètres de comparaison des poudres testées

Poudre	1	2	3
Indice de basicité	1,28	1,01	0,96
% Al₂O₃	4,3	4,4	2,8
% Alcalins	8,6	6,6	9,8
% F	7,6	10,5	10,7
% Carbone Libre	4,7	5,1	5,1
Viscosité 1250°C en CentiPoise	120	240	195
Point de fusion (°C)	1050	1035	970
Température d'apparition du premier solide (°C)	1175	1075	1020

2.1.1.3. Composition chimique et propriétés physiques des quatre poudres

Les tableaux 2-2, 2-3, et 2-4 présentent les propriétés physiques et les analyses chimiques des quatre poudres testées.

Tableau 2-2 : Intervalle de fusion des quatre poudres testées

	Poudre 3 bis	Poudre 3	Poudre 2	Poudre 1
Point de ramollissement	975 °C	940 °C	1015 °C	1030 °C
Point de fusion	1000 °C	970 °C	1035 °C	1050 °C
Point d'écoulement libre	1025 °C	1000 °C	1055 °C	1070 °C

Tableau 2-3 : Analyse chimique des quatre poudres testées

	Poudre 3 bis	Poudre 3	Poudre 2	Poudre 1
Indice de basicité	0,90	0,96	1,01	1,28
SiO ₂	36,3	35,8	35,5	30,2
CaO	29,4	31,7	35,3	34,2
MgO	3,4	2,5	0,6	4,6
K ₂ O	0,5	0	0	0,7
Na ₂ O	10,7	9,8	6,6	7,9
F ₂	10,6	10,7	10,5	7,6
Fe ₂ O ₃	0,7	0,4	0,7	0,8
Al ₂ O ₃	3,3	2,8	4,4	4,3
Li ₂ O	0	0,2	0,2	0
MnO	1,5	1,4	1,4	2,9
C ajouté		5,1	5,1	4,7
C Total	5,0	6,0	6,0	5,7

Tableau 2-4 : Viscosité et température d'apparition du comportement solide des quatre poudres testées

Viscosité en centipoise, à	Poudre 3 bis	Poudre 3	Poudre 2	Poudre 1
1400 °C	110	100	115	65
1300 °C	160	150	180	95
1250 °C	205	195	240	120
Température d'apparition du comportement solide	1000 °C	1020 °C	1075 °C	1175 °C

2.1.2. Les mesures effectuées en usine

2.1.2.1. Mise en situation

Quatre principaux types de tests ont été effectués :

- Prise d'échantillons de flux dans le moule, afin d'effectuer leur analyse chimique
- Mesure des épaisseurs des films de poudre avec la méthode des trois fils.
- Récupération de laitier sous le moule à l'aide d'un tamis
- Récupération de laitier sur les parois du moule à la fin de la séquence.

Nous avons aussi noté tous les paramètres de la machine de coulée continue. Les tests ont été effectués dans les conditions de coulée normales. Aucun changement par rapport au processus normal n'a été effectué.

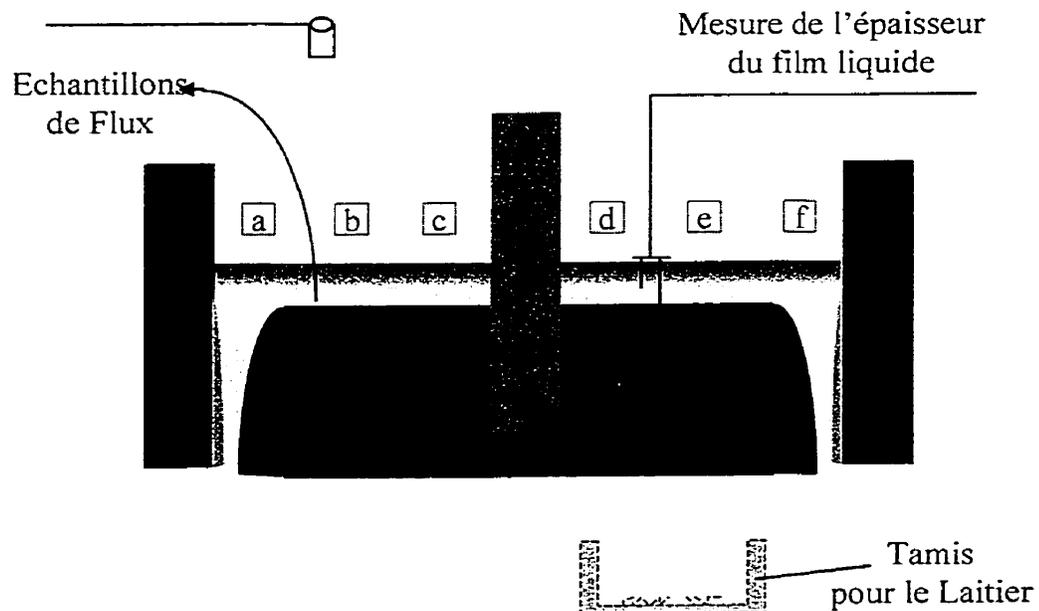


Figure 2-1: Description des tests effectués en usine

2.1.2.2. Principe du test d'épaisseur du film liquide

bien qu'il existe une multitude de méthodes pour mesurer l'épaisseur du film liquide dans le moule durant la coulée continue, la plus répandue est peut être la plus simple : la méthode des deux fils, acier et aluminium. Nous avons utilisé trois fils.

Voici le principe de cette mesure :

- Les trois fils de même longueur sont immergés simultanément dans le moule. La plaque d'acier doit être maintenue au niveau de la surface de la poudre.
- Ils fondent à des longueurs différentes selon leur température de fusion.
- Les différences de longueur sont mesurées, et elles représentent les épaisseurs de chacun des films liquide, fritté, et poudreux.

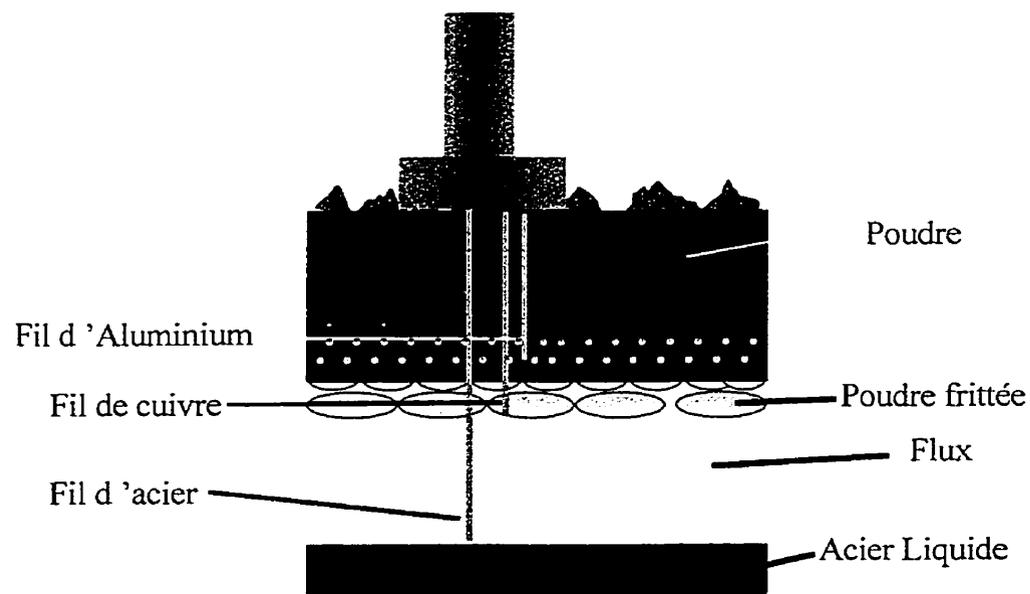


Figure 2-2 : Principe de la mesure d'épaisseur avec trois fils

En effet, le fil d'acier fond au niveau de la surface de l'acier liquide. Le fil de cuivre fond approximativement au niveau de l'interface du film de poudre frittée et du film de flux liquide. Le fil d'aluminium fond approximativement au niveau de l'interface du film de poudre poudreuse et du film de poudre frittée.

La figure 2-3 montre les fils après les avoir plongés dans le moule. Le nom indiqué pour chaque film correspond à celui qui est employé dans les courbes de la partie suivante.

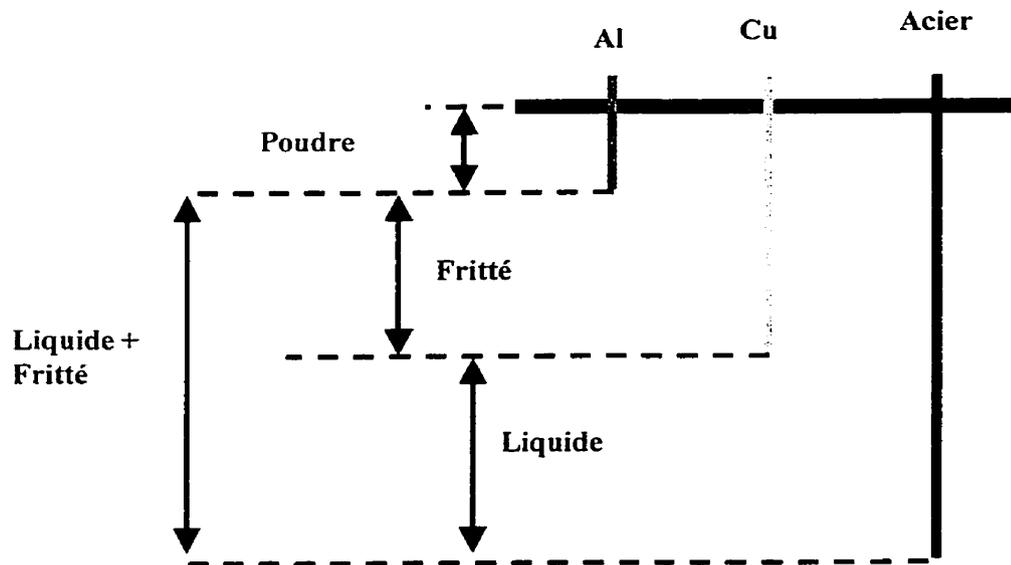


Figure 2-3 : Principe de la mesure des épaisseurs avec trois fils

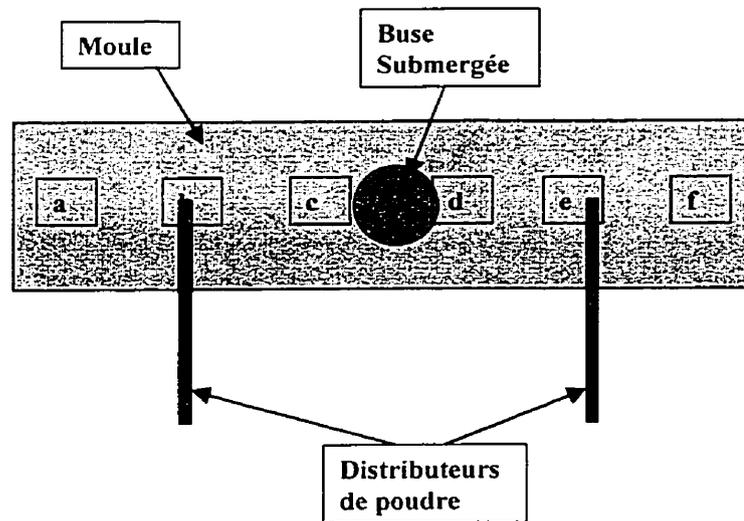


Figure 2-4 : Schéma du moule et emplacement des mesures

La figure 2-4 présente les endroits où les mesures ont été effectuées dans le moule. Les lettres qui figurent sur cette figure sont des repères. Pour tracer les profils d'épaisseur du film liquide en fonction de la position dans le moule, nous avons tenu compte de la largeur du moule, afin de calculer la distance de la buse où la mesure a été effectuée.

Cette distance entre la buse et la mesure est appelée « distance du centre » du moule. Elle est exprimée en mm mais est approximative. Elle est négative pour a, b et c, et positive pour d, e et f.

2.1.3. Instrumentation

2.1.3.1. La cuillère et le « porte-fil »

Une cuillère en acier a été utilisée pour recueillir le flux, et un "porte-fils" a été utilisé pour plonger les fils dans le moule.

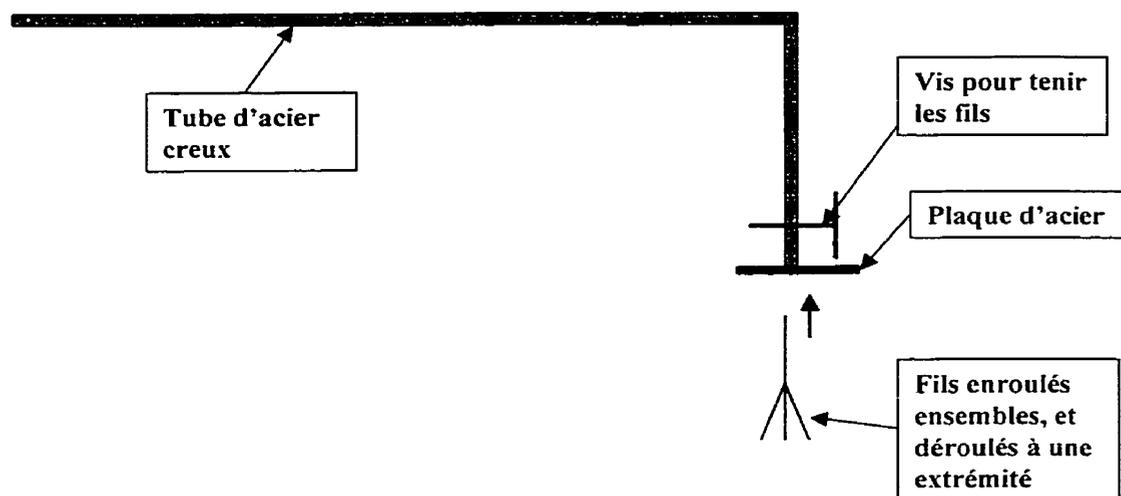


Figure 2-5: "Porte-Fils" utilisé pour les mesures d'épaisseur

2.1.3.2. Les fils

La différence entre les types de fils est faible. Elle réside surtout dans le temps nécessaire pour les fondre. Nous avons utilisé trois fils, dont voici les caractéristiques.

- Fil de cuivre : cuivre pur à 99 %, diamètre 1,25 mm, liquidus 1184°C.
- Fil d'acier : 0,18 à 0,20 %C, liquidus 1521 °C, diamètre 1,5 mm.
- Fil d'aluminium : aluminium pur, diamètre 1,5 mm, liquidus 660°C.

Pour les aciers à haute teneur en carbone, il peut être nécessaire de changer de type de fil d'acier pour le faire fondre sans difficulté. Par exemple, un fil avec 0,8 % C, dont le liquidus est 1493 °C est utilisable dans ce cas. Le fil d'aluminium devra alors être plus fin.

2.1.3.3. Les appareils de mesure de l'aciérie

La température de l'acier dans le panier répartiteur est prise toutes les 20 minutes. Cela permet de connaître la surchauffe, ou quantité de chaleur qu'il faut enlever pour solidifier l'acier. Mais nous n'avons pas connaissance de la température de l'acier dans le moule, et donc en contact avec la poudre. De plus, la température varie régulièrement, alors que les mesures sont discrètes.

Nous pouvons lire le temps de coulée en secondes, et le poids de la poche est indiqué en continu. La vitesse de coulée est aussi indiquée en continu. L'erreur sur la mesure est environ 5 mm/min.

Nous pouvons également acquérir d'autres informations, comme la nuance, la largeur du moule, le débit d'argon, les caractéristiques du circuit de refroidissement, la longueur de brame, le niveau du moule.

2.1.3.4. Le tamis

Un tamis est placé sous le moule durant la séquence. Cela permet de récupérer du laitier solidifié. Ce laitier sort du moule en permanence lors de la coulée, et est entraîné par l'eau des premiers stades de refroidissement secondaire.

2.1.4. Procédure expérimentale

2.1.4.1. Échantillons de flux

Pour recueillir du laitier, on pousse la poudre non-fondue vers l'extrémité du moule avec le dos de la cuillère, puis on prélève le flux. Ensuite, on dépose l'échantillon dans des cuillères en acier. Après refroidissement, les échantillons sont cassés et observés à l'œil nu avant d'être mis dans des sacs plastiques et identifiés pour analyse.

2.1.4.2. La mesure d'épaisseur

Les fils sont plongés dans le moule, retirés et mesurés. Nous avons plongé les fils dans le bain d'acier durant des temps variables, afin d'étudier l'effet produit. Les résultats nous ont indiqué le temps de submersion optimal.

Si nous les laissons trop peu dans le bain d'acier, les fils n'ont pas le temps de fondre, et les longueurs mesurées sont fausses. Si on les laisse un peu plus longtemps, ils sont fondus mais leur bout n'est pas net et une incertitude de 2 à 3 mm en résulte. Si on les laisse trop longtemps, une boule de laitier apparaît sur les fils, et au bout une boule d'acier se forme. Cela crée aussi une incertitude importante sur la mesure.

Il faut aussi tenir compte de l'endroit où on plonge les fils. La partie proche de la buse est plus chaude et il faudra donc diminuer le temps de submersion. Il est recommandé de procéder tout de suite à une évaluation de la validité du résultat obtenu. Les fils doivent être fondus nettement, et aucune boule d'acier ou de flux ne doit gêner les mesures de longueur.

2.1.5. Les paramètres

Les principaux paramètres de la machine de coulée continue sont répertoriés dans la figure 5-1.

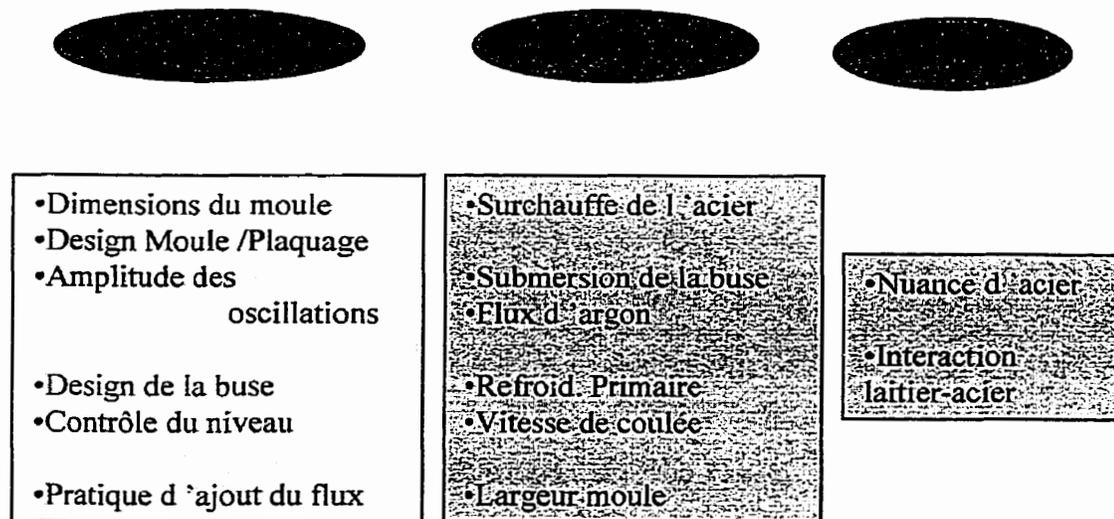


Figure 2-6 : Les paramètres de la machine de coulée continue

2.1.5.1. Les paramètres fixes

Certains paramètres sont fixes sur la machine de coulée continue où les essais ont été effectués. Le design du moule, sa profondeur et son épaisseur sont fixes. La nature du plaquage de la paroi ne varie pas non plus. L'amplitude des oscillations est fixée, ainsi que la nature et le design de la buse.

Nous avons tenu compte de tous ces paramètres au cours de notre étude, mais nous ne pouvons révéler les caractéristiques spécifiques de la machine pour des raisons de confidentialité.

La pratique d'ajout du flux est un autre paramètre qui devrait être fixe. En réalité, il dépend aussi des conditions d'opération. Une couverture de poudre poudreuse sur la surface du moule la rend en apparence grise. Elle absorbe en effet les radiations de l'acier liquide, et nous empêche de les voir. D'où le nom de « pratique noire ».

Cette pratique permet d'isoler l'acier chimiquement, et de prévenir la réoxydation. Pour de meilleurs résultats, la couverture de poudre devrait avoir une épaisseur minimale de trois à quatre mm. Mais attention, un ajout excessif de poudre peut affecter le film liquide. Cela peut causer une prise au piège de poudre, et une perte de lubrification. Une pratique noire « active » demande donc constamment de petits ajouts de poudre sur la surface de l'acier.

2.1.5.2. Les paramètres opérationnels

Les paramètres opératoires sont ceux qui dépendent des coulées, ou même du moment de la coulée.

2.1.5.2.1. Le degré de surchauffe de l'acier

Le degré de surchauffe est un paramètre qui contrôle l'apport de chaleur dans le moule. Il représente la différence entre la température de l'acier dans le moule et le liquidus. Il est évalué grâce la mesure de la température de l'acier dans le panier.

2.1.5.2.2. La turbulence dans le moule.

Les remous peuvent être dus à l'écoulement d'acier dans le moule ou à l'argon qui provient de la buse et de la quenouille. Le contrôle du débit de l'argon est automatique, mais il n'est pas toujours parfaitement régulier. De grosses bulles arrivent parfois à la surface, et créent des remous importants.

D'autre part, en fin de séquence, la submersion de la buse est plus faible, et la turbulence augmente. Cela crée des « volcans » qui empêchent la poudre et la poudre frittée de jouer leur rôle protecteur et isolant. Cela augmente le transfert thermique, et la poudre fond plus rapidement. Les remous dans le moule ont donc une très grande importance quant à la vitesse de fonte de la poudre.

2.1.5.2.3. La largeur du moule

La largeur du moule, donc la surface recouverte par le flux, varie selon la coulée. Le profil thermique sur la surface du moule est alors modifié.

En effet, l'acier provient de la buse, et la chaleur dans la zone entourant la buse est donc plus importante. La température de la buse elle-même augmente au cours de coulée. C'est pourquoi la poudre fond plus vite dans cette zone. Plus la largeur du moule est faible, plus la proportion de la zone autour de la buse sera importante.

2.1.5.2.4. La vitesse de coulée

Lorsque la vitesse de coulée augmente, l'écoulement de l'acier s'accélère. La quantité de chaleur apportée augmente. Nous évaluerons l'effet de l'augmentation de la vitesse de coulée sur le film de poudre.

2.1.5.3. Les paramètres chimiques

La nuance d'acier modifie les conditions de coulée. L'épaisseur de la peau solidifiée, ses propriétés thermiques, la quantité d'inclusions et leur nature, sont autant de facteurs qui vont influencer le comportement du flux dans le moule.

2.2 ANALYSE DES TESTS EN USINE

2.2.1. Profils d'épaisseur

Les profils d'épaisseur sont les courbes représentant les épaisseurs des différentes couches de poudre et de flux dans le moule.

Environ 70 profils ont été réalisés. Chaque profil a été réalisé avec des mesures prises à environ 1 ou 2 secondes d'intervalle. Tous les paramètres de coulée sont restés constants durant le temps de réalisation du profil.

Chaque profil est représenté de deux façons :

- En valeur absolue (épaisseurs indiquées en mm).
- En valeur relative (épaisseurs indiquées en pourcentage de l'épaisseur totale de poudre au moment et à l'endroit de la mesure).

Cela permet d'évaluer les proportions de liquide dans le moule de façon plus objective.

Sur les courbes en valeur absolue, quatre courbes sont représentées:

- Le film liquide, évalué par la différence de longueur entre l'acier et le cuivre.
- Le film fritté, évalué par la différence de longueur entre le fil de cuivre et le fil d'aluminium.
- Le film « poudre totale » qui représente l'épaisseur totale de poudre dans le moule. Il est évalué par la longueur du fil d'acier dépassant de la plaque d'acier.
- Enfin le film « liquide + fritté » représente l'épaisseur de poudre dans le moule qui n'est plus à l'état poudreux. Il est évalué par la différence de longueur entre le fil d'acier et le fil d'aluminium. Cette courbe ne paraît pas nécessaire, mais nous l'avons ajoutée car elle permet de comparer avec les autres études, qui sont pour la plupart effectuées seulement avec deux fils.

La "distance du centre" indiquée en abscisse est approximative. Les chiffres indiqués nous ont permis de construire les courbes, mais n'ont pas été mesurés (voir la partie "*Description des tests en usine*").

Certains profils présentent la forme attendue : le film liquide est plus épais dans la partie du moule proche de la buse, et diminue en se rapprochant des petites faces . Nous les appellerons « profils en cloche ». Mais d'autres formes de profils ont été obtenues : la forme « en vague » et la forme « asymétrique ».

2.2.1.1. Profils « en cloche »

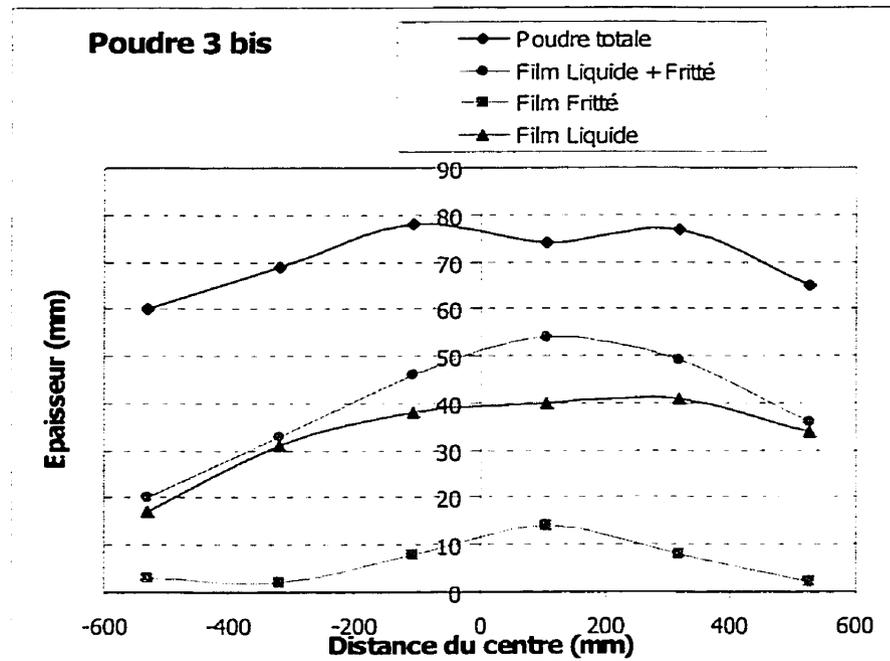


Figure 2-7 : Profil d'épaisseur "en cloche"

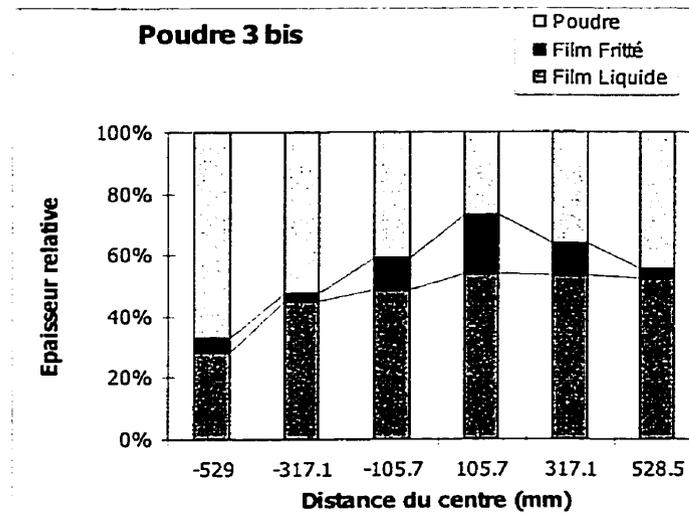


Figure 2-8 : Épaisseurs relatives

Ce type de profil correspond à la logique du déversement de la poudre dans le moule :

- Dans la zone proche de la buse submergée, l'acier liquide fournit de l'énergie. Les remous dus à l'argon facilitent aussi le transfert de chaleur. La poudre fond donc plus facilement, et le film liquide est plus important.
- Dans les zones proches des faces du moule, le flux liquide est consommé, entraîné dans l'interstice entre l'acier et le moule.

Des profils de ce type ont été obtenus pour les quatre poudres testées. La forme du profil "en cloche" ne dépend donc pas de la poudre. 41% de la totalité des profils réalisés présentent cette forme en cloche pour le film « liquide + fritté », en valeur absolue comme en valeur relative.

L'épaisseur du film liquide varie fortement selon l'endroit dans le moule : il est beaucoup plus épais proche de la buse submergée, et diminue lorsqu'on s'approche des petites faces. 85% des profils de type « cloche » présentent cette variation.

Le film fritté est relativement constant sur tous les profils. Son épaisseur varie peu selon l'endroit dans le moule. La proportion de poudre frittée est aussi relativement constante.

Le film liquide est plus épais que le film fritté, surtout au milieu du moule, dans la zone proche de la buse.

Mais 50 % des profils présentent une « inversion » : dans la zone proche des petites faces, le film liquide est moins épais que le film fritté.

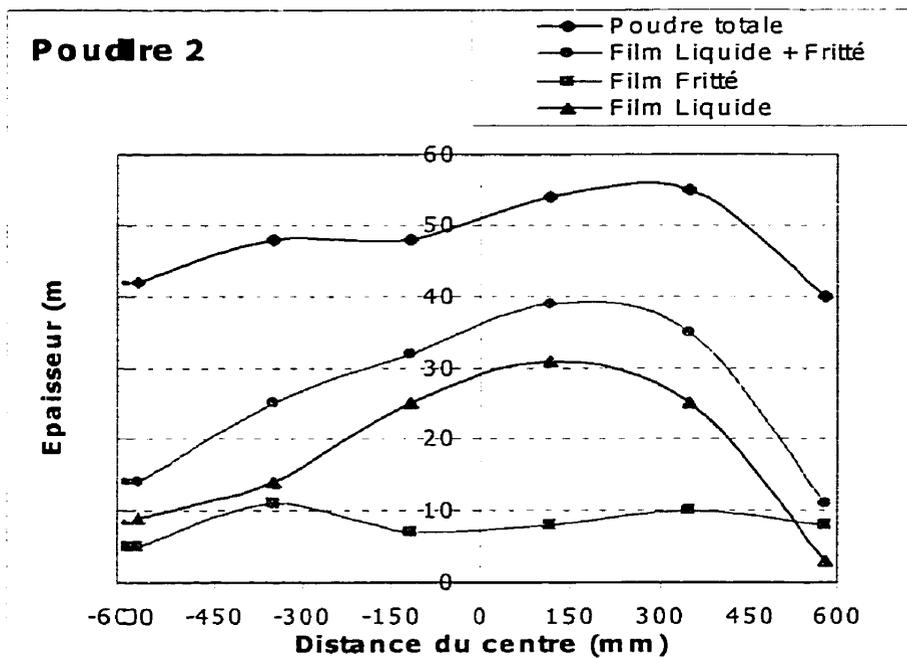


Figure 2-9 : Profil d'épaisseur "en cloche", avec inversion proche de l'une des petites faces

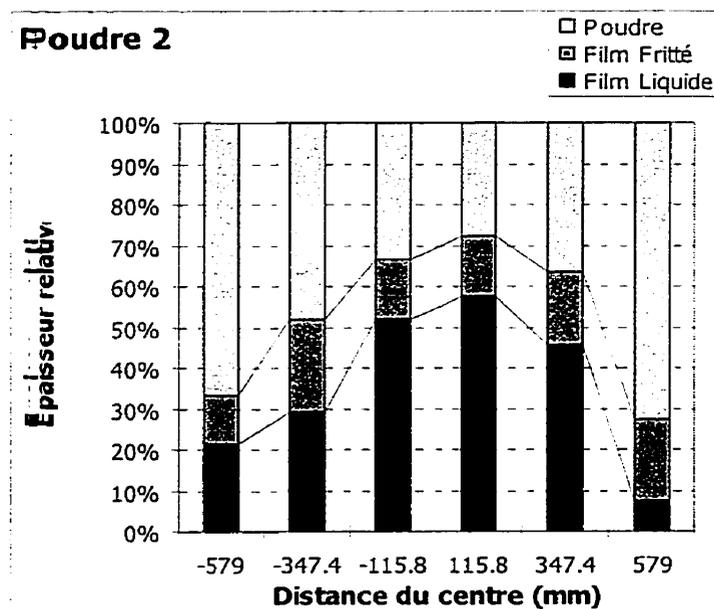


Figure 2-10 : Épaisseurs relatives

2.2.1.2. Profils « en vague »

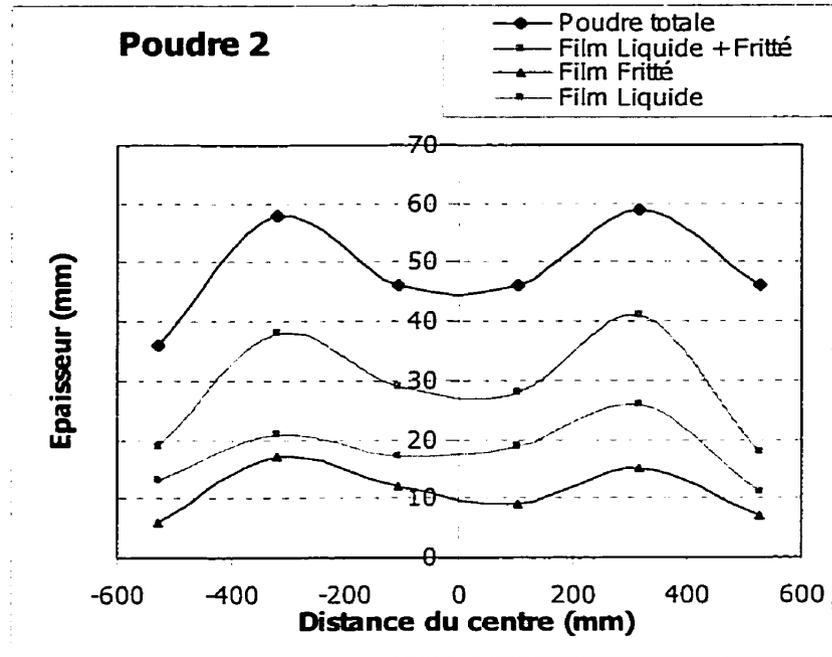


Figure 2-11 : Profil d'épaisseur "en vague"

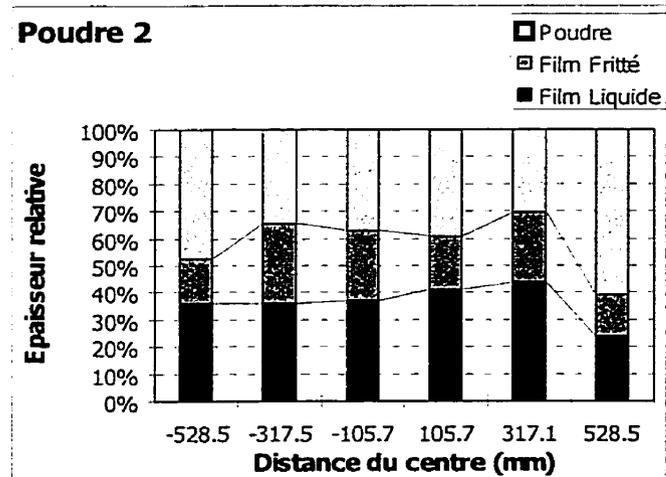


Figure 2-12 : Épaisseurs relatives

Il s'agit de profils où le film « liquide + fritté » a la forme d'un dos de chameau. Il est plus épais au milieu de chaque partie du moule, entre la buse et la petite face. Ces endroits sont « b » et « e » (voir partie « Description des tests en usine » pour les endroits dans le moule). Son épaisseur diminue lorsqu'on s'approche des petites faces, mais aussi de la buse.

Cette forme est assez inattendue, et a été obtenue pour les quatre poudres testées. 26% de la totalité des profils ont cette forme.

Le film liquide varie moins que le cas précédent, « en cloche ». Dans 9 cas sur 11, il est plus épais en « b » et « e ».

Le film fritté, par contre, varie plus que dans le cas précédent. Mais la variation de son épaisseur reste limitée. Dans 9 cas sur 11, il est plus épais en « b » et « e ».

La proportion de film liquide est plus importante que celle de film fritté. En valeur absolue, il y a également plus de flux liquide que de poudre frittée, sauf dans la zone des petites faces, où les épaisseurs sont comparables.

Comme dans le cas précédent, environ 40 % des profils de ce type présentent une inversion dans la zone des petites faces, c'est-à-dire que le film liquide devient moins épais que le film fritté.

Ces profils pourraient être des images de la vague dans le moule, créée par l'arrivée de l'acier. Mais c'est très peu probable. En effet, l'acier liquide et le flux liquide ont une viscosité et une tension de surface très différentes, et la vague serait différente. De plus, les mesures ont été effectuées avec un intervalle d'environ une seconde entre chaque mesure. Il faut donc que le profil soit assez stable pour être mis en évidence de cette façon. Ce qui n'est pas le cas d'une vague.

Il y a une autre explication, plus plausible. Rappelons que les poudres testées sont poudreuses, et ont donc plus de difficulté à s'étaler sur la surface du moule que des poudres granuleuses par exemple. Or les distributeurs de poudre sont situés précisément à mi-chemin entre les petites faces et la buse, de chaque côté. Cela correspond aux endroits où le film liquide est plus important dans ce cas-ci.

La couche de poudre poudreuse pourrait donc jouer le rôle d'isolant thermique. Les pertes de chaleur en « b » et en « e » seraient donc plus faibles que dans les autres zones du moule, et la chaleur permettrait ainsi de fondre une plus grande quantité de poudre. D'où un film liquide plus épais.

Mais nous observons que dans certains cas, l'épaisseur de poudre relative n'est pas plus importante en « b » et « e ». Par contre le film fritté l'est dans 9 cas sur 10. Il semble donc que l'isolation soit assurée par le film fritté et non pas par le film de poudre poudreuse.

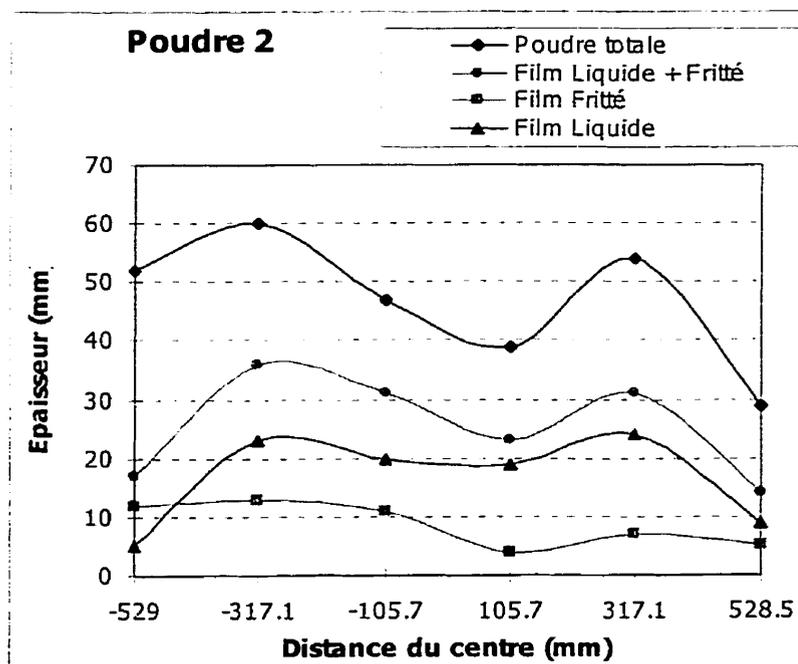


Figure 2-13 : Profil "en vague", avec inversion proche de l'une des petites faces

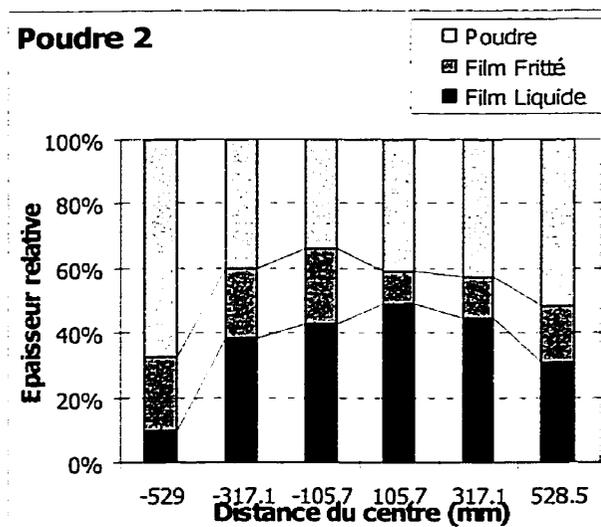


Figure 2-14 : Épaisseurs relatives

2.2.1.3. Profils « asymétriques »

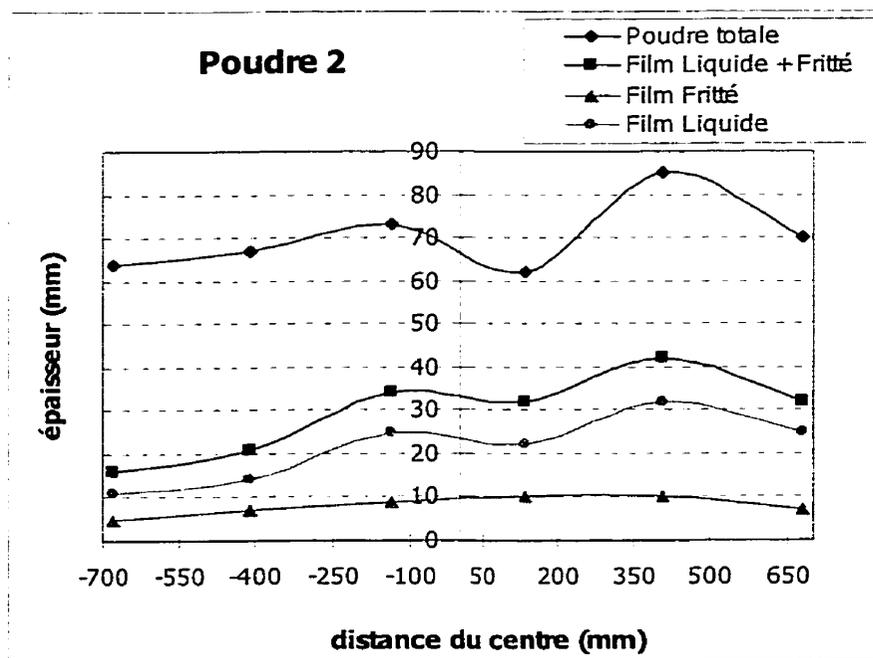


Figure 2-15 : Profil d'épaisseur "asymétrique"

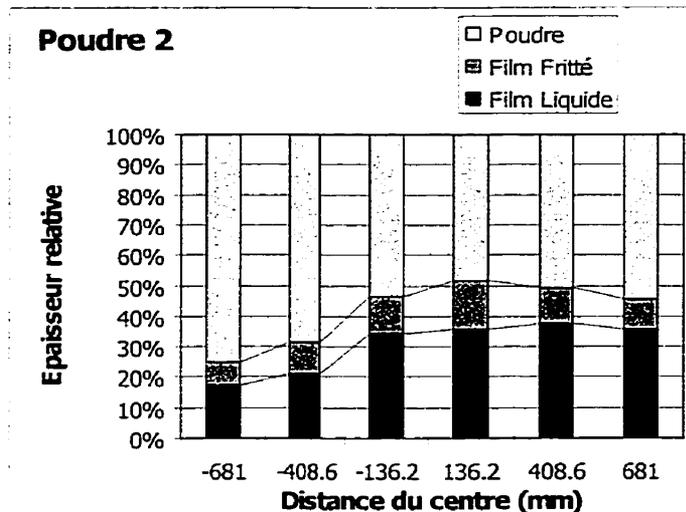


Figure 2-16 : Épaisseurs relatives

Ces profils ont la forme « en cloche » d'un côté de la buse, et la forme « en vague » de l'autre. 21% des profils sont asymétriques. Les remarques faites pour les profils « en cloche » restent valables pour le côté qui leur est similaire. De même pour le côté similaire aux profils « en vague ».

Comme dans les autres cas, 50% de ces profils présentent une « inversion » proche des petites faces. Le film liquide y est moins épais que le film fritté, alors qu'aux autres endroits dans le moule, c'est l'inverse.

2.2.1.4. Autres profils

Certains profils ne font partie d'aucune des catégories énoncées précédemment. Ils sont cependant peu nombreux. Il existe plusieurs causes pouvant expliquer ces profils irréguliers. En particulier, les remous dus à l'argon, les régimes transitoires, les taux de distribution de la poudre différents, peuvent modifier les conditions de tests.

2.2.1.5. Inversion des épaisseurs relatives des films liquide et fritté dans la zone des petites faces

Dans certains cas, le film liquide est moins épais que le film fritté, mais seulement dans la zone des petites faces.

L'étude des relations possibles avec les autres paramètres de la coulée tels que la vitesse de coulée, la largeur du moule, le niveau du moule, et le niveau d'approvisionnement des distributeurs de poudre, a montré que cela ne dépend d'aucun de ces paramètres. L'inversion a lieu en tout temps, avec toutes les poudres, dans 50 % des cas.

Rappelons que les mesures ont été effectuées à égale distance des deux grandes faces. Le film fritté est ici relativement constant. Mais dans la zone proche des petites faces a lieu la consommation du flux liquide qui est entraîné sur la paroi du moule. Le film liquide y est donc moins épais. D'où cette inversion des proportions de flux liquide et de poudre frittée.

2.2.1.6. Importance relative de l'apport de chaleur et de la perte de chaleur

Cette étude est réalisée avec des poudres poudreuses, et en pratique noire : une couche de poudre poudreuse devrait recouvrir la surface du moule en permanence.

La majorité des profils a la forme « en cloche ». Il semble donc que l'apport de chaleur par l'acier liquide joue un rôle majeur dans la fonte de la poudre de coulée.

Même lorsque l'épaisseur du film de poudre brute varie, le film liquide conserve son profil. En revanche, l'épaisseur du film fritté semble être reliée à l'épaisseur du film liquide. Le film fritté, stable en épaisseur, assure donc l'isolation thermique de la surface du moule.

Le film de poudre isole aussi (18), mais il joue un rôle moins important que le film fritté. En effet, il n'y a pas de relation entre l'épaisseur de liquide et l'épaisseur de poudre dans le moule. Pourtant, sa conductivité thermique est inférieure à celle de la poudre frittée (17).

2.2.1.7. Utilité du fil de cuivre

La question de l'utilité du fil de cuivre se pose car de nombreuses études ont été effectuées avec deux fils seulement, acier et aluminium.

Il semble que le fil de cuivre soit plus facile à utiliser que le fil d'aluminium, s'il est choisi avec un diamètre approprié. Il fond en effet de façon plus régulière, et la limite de fonte est très souvent plus facile à évaluer. Les mesures effectuées avec des fils de cuivre sont donc plus précises et reproductibles que celles effectuées avec des fils d'aluminium.

L'inversion d'épaisseur relative des films liquide et fritté dans la zone proche des petites faces montre l'intérêt d'effectuer les tests avec un fil de cuivre. En effet, en testant le film de poudre avec deux fils seulement, nous pouvons avoir l'impression que le film liquide est suffisant. Mais comme il est plus faible que le film fritté, il est beaucoup moins épais que nous ne l'imaginions.

D'autre part, nous avons remarqué que le film fritté jouait un grand rôle dans l'isolation du dessus du moule. Il est donc important de connaître son épaisseur.

Le fil de cuivre est donc très utile dans le cas d'une étude détaillée. Mais il est certain que pour des vérifications de routine, la méthode avec un fil d'acier et un fil d'aluminium est suffisante.

2.2.1.8. La vague dans le moule

L'apport d'acier dans le moule par les trous de la buse submergée crée une vague dans le moule. Nous pouvons l'observer en regardant la surface du moule. Certains s'interrogeront donc sur la validité des profils obtenus. Ils peuvent n'être qu'une image de la vague dans le moule, et non pas une image des films de poudre.

Cependant, cette hypothèse est très peu probable. En effet, les tests ont été effectués avec un intervalle d'environ une seconde entre chaque mesure. Le profil devait donc être suffisamment stable pour être mesuré avec cette méthode. Si c'était une vague, nous aurions obtenu des mesures non reproductibles. De plus, en observant les mouvements de la surface, nous constatons que l'amplitude de la vague est beaucoup plus faible que celle des profils mesurés, et sa fréquence plus élevée.

Si nous souhaitons mettre en valeur cette vague afin de prouver définitivement qu'elle ne ressemble en rien aux profils obtenus, il faudrait employer des thermocouples. En les descendant en parallèle progressivement dans le moule, et en enregistrant les températures, nous pouvons ainsi obtenir le profil de la vague. Il faudra alors définir le profil de la vague et le soustraire pour obtenir les profils des couches de poudre. Ce sera plus précis que notre méthode, mais beaucoup plus compliqué.

La méthode des trois fils permet de tenir compte de la vague, qui fait partie du processus. Mais les mesures prises ne sont pas faussées car à la surface, l'amplitude de la vague est négligeable en comparaison avec les épaisseurs de film mesurées.

La vague dans le moule augmente cependant le taux de fusion de la poudre (6). Les remous créés par cette vague et par l'argon l'augmentent également. Ces deux facteurs ont une influence majeure sur le taux de fusion dans le moule.

2.2.1.9. Comparaison des poudres

Le tableau 2-5 montre les épaisseurs moyennes de flux liquide dans le moule en mm, pour les trois poudres.

Tableau 2-5 : Comparaison des épaisseurs de liquide pour les trois poudres

	Poudre 1	Poudre 2	Poudre 3
Épaisseur moyenne du Film Liquide + Fritté	24 mm	25 mm	44 mm
Épaisseur moyenne du Film Liquide	12 mm	16 mm	37 mm
Point de Fusion (°C)	1050 °C	1035 °C	970 °C

La poudre 1 produit moins de liquide que la poudre 2, qui en produit moins que la poudre 3. Cela correspond aux observations visuelles effectuées dans le moule.

La poudre 1 a un point de fusion plus élevé que la 2. Elle devrait donc fondre moins vite, et produire moins de liquide. Nous vérifions cela, de même que pour les poudres 2 et 3. Il semble donc que les épaisseurs mesurées soient plausibles. Les épaisseurs de liquide mesurées sont liées au taux de fusion de la poudre.

2.2.1.10. Épaisseur de liquide et dimensions de la brame

Dans notre étude, l'épaisseur de la brame est fixe, et la largeur varie peu. Il est donc difficile d'évaluer l'influence des dimensions de la brame sur l'épaisseur du film liquide.

Il est cependant intuitif que l'épaisseur du film liquide varie selon l'épaisseur de la brame. Le taux de fusion de la poudre restant constant, le liquide doit recouvrir plus de surface et est donc moins épais. Par contre, la largeur de la brame a peu d'importance, pourvu que le film liquide parvienne à couvrir la totalité de la surface. Les distributeurs de poudre sont ajustés au milieu, de chaque bord de la buse submergée et ainsi l'influence de la largeur est minimisée.

L'épaisseur du film liquide dépend en fait du rapport de la surface d'acier liquide à recouvrir sur la surface latérale de la brame.

2.2.1.11. Épaisseur de liquide et surchauffe

Si la surchauffe de l'acier augmente, la quantité d'énergie fournie à la poudre augmente, et elle devrait fondre plus rapidement. Il devrait donc y avoir plus de liquide dans le moule. Mais si la surchauffe augmente trop, la vitesse de coulée sera augmentée, et cela régule la quantité de liquide dans le moule.

De plus, la température de l'acier est mesurée toutes les vingt minutes seulement, et dans le panier répartiteur. La surchauffe n'indique donc pas vraiment la quantité de chaleur dans le moule au moment de la mesure. Il faudrait noter le transfert de chaleur à l'instant où nous faisons la mesure pour obtenir des résultats intéressants.

De plus, les intervalles de variation de la surchauffe sont faibles. Les poudres sont aussi adaptées afin que leur taux de fusion dépendent peu de la température de l'acier. Elles contiennent en effet plusieurs types de carbone. Cela diminue l'influence de la surchauffe et il est donc normal que nous n'ayons pas de résultats significatifs concernant l'influence de la surchauffe sur l'épaisseur du film liquide. En effet, nous pouvons connaître le transfert de chaleur des faces en continu, sous forme de watts/ m².

2.2.1.12. Influence du niveau du moule

Il est intuitif que lorsque le niveau du moule est bas, la buse est moins submergée, et les remous sont plus importants. Cela a lieu à la fin de la séquence, au moment où le débit d'argon est lui aussi plus élevé. Le taux de fusion de la poudre devrait alors augmenter. Le jet d'acier est aussi plus proche de la surface, et l'apport de chaleur est plus important.

Mais le flux d'argon est important et crée de la turbulence. S'il y avait moins d'argon, l'influence de la profondeur de submersion de la buse deviendrait observable. Il a été montré (19) que le flux d'argon influe sur le flux d'acier dans le moule, et donc sur le flux de chaleur fourni au film de poudre.

2.2.1.13. Schéma d'écoulement de l'acier dans le moule

Le schéma d'écoulement de l'acier dans le moule, ainsi que les turbulences sont des paramètres importants pour la propreté de l'acier (19), mais aussi pour le taux de fusion.

Dans notre étude, les trous d'écoulement de la buse submergée sont dirigés vers le bas. La submersion est relativement importante, et il est donc probable que le schéma d'écoulement de l'acier soit en partie en double-rouleau. La figure 2-17 présente le schéma d'écoulement supposé, ainsi que le trajet des bulles d'argon.

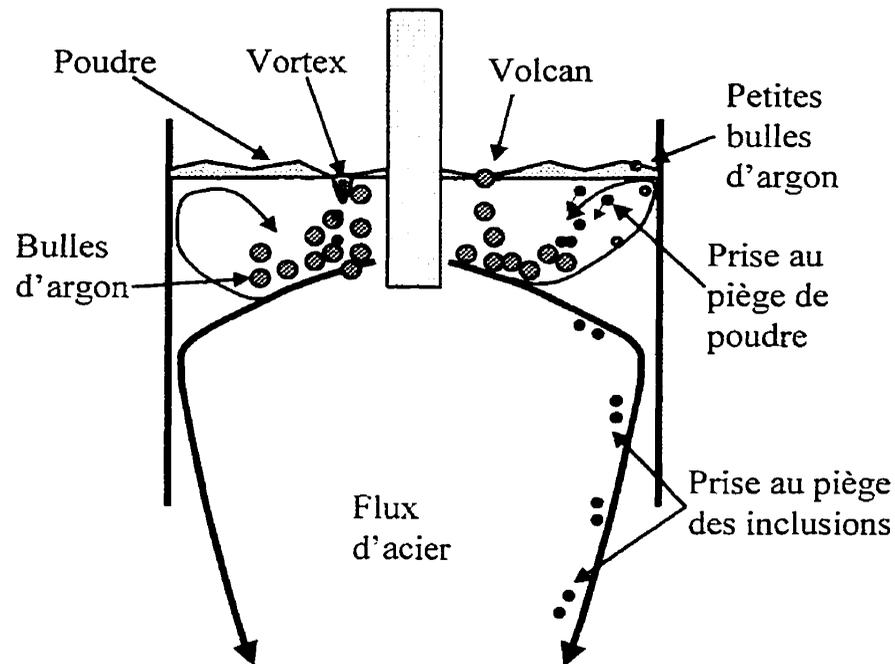


Figure 2-17 : Schéma d'écoulement lors de notre étude

Le flux d'acier proche de la surface revient vers la buse, et cela expliquerait la répartition de la poudre à la surface du moule. En effet, même si on décentre les distributeurs de poudre, en les rapprochant des petites faces, la poudre recouvre toujours toute la surface du moule. Elle serait donc entraînée par les mouvements de l'acier des petites faces vers la buse.

2.2.1.14. Turbulences dues à l'argon

Les turbulences dues à l'argon déterminent en grande partie le taux de fusion de la poudre. Il est même probable que les profils obtenus soient déterminés par le flux d'acier et le flux d'argon dans le moule.

Le contrôle du débit d'argon se fait automatiquement, mais il est fréquent que de grosses bulles se forment et arrivent à la surface. Elles perturbent le film de poudre, et forment des « volcans » qui laissent le film ouvert. L'acier n'est plus protégé. Des gouttes d'acier jaillissent alors du moule, et se collent sur les bords ou sur la plaque oscillante. Ce phénomène est assez fréquent, et a lieu plus souvent lorsque le niveau du moule est bas. La buse est alors peu submergée et les bulles d'argon remontent plus facilement à la surface.

Lors du changement de niveau du moule, les turbulences s'accroissent. La pression ferrostatique diminue brutalement, et les bulles d'argon, plus grosses, remontent en bloc à la surface.

Ces turbulences causent des problèmes de propreté de l'acier. Dans la zone autour de la buse, il est fréquent de trouver des inclusions de poudre de coulée. Elles ne se collent pas à l'acier au laminage et forment une couche déchirée et oxydée. Les brames touchées sont plus nombreuses lors de changements de niveau du moule, et lorsque le débit d'argon est plus élevé.

Ces turbulences modifient aussi les taux de fusion de la poudre. Le processus de fusion est perturbé car les couches de poudre sont mélangées, et la protection thermique n'est plus assurée. Le taux de fusion augmente donc beaucoup dans la zone autour de la buse, là où les grosses bulles d'argon parviennent à la surface. Les plus petites bulles sont entraînées avec le flux d'acier et remontent à la surface dans les zones proches des petites faces. Nous pouvons les observer à la surface du moule. Elles ne sont pas assez volumineuses pour pouvoir perturber le film de poudre brute, mais elles font osciller la surface, et perturbent les trois autres couches de poudre. C'est pourquoi le taux de fusion est un peu augmenté.

Si nous supposons que les facteurs les plus importants ne sont pas l'apport de chaleur et l'isolation, mais le flux d'acier et surtout les perturbations dues à l'argon, nous pouvons comprendre les formes de profils obtenus.

Les profils "en vague" sont les profils en régime stabilisé. L'apport de poudre se fait au milieu, le flux est réparti et fond, et l'acier entraîne une partie du flux fondu vers le milieu de chaque côté du moule.

Les profils en cloche existent lorsqu'il y a des perturbations importantes dues à l'argon dans la zone autour de la buse de coulée. Alors le taux de fusion dans cette zone est augmenté, et l'épaisseur de liquide devient plus importante.

Les profils asymétriques existeraient lorsque la buse est bouchée d'un côté, ou pour toute autre cause permettant aux bulles d'argon de se former de préférence d'un côté. Les observations de la couleur de la surface du moule en fonction de turbulence confirment ces hypothèses.

2.2.1.15. Bordure de flux vitrifié dans le moule

L'existence d'une bordure de flux vitrifié sur les parois du moule juste au-dessus du ménisque est supposée dans de nombreuses études.

Lors d'un changement de niveau du moule rapide, nous avons pu l'observer. La surface de l'acier ayant descendu d'environ 2 cm lors de ce changement de niveau, il est probable qu'elle se trouve juste sous la surface du film de poudre durant les conditions normales et stables de coulée. Elle est collée à la paroi du moule, sa hauteur est environ 1 à 1,5 cm, et son épaisseur environ 0,5 à 1 cm. Sa couleur orange vif et son rayonnement confirme qu'il s'agit de flux fondu collé à la paroi du moule car il est vitrifié.

Après le changement de niveau du moule, elle fond très rapidement et se reforme sous la surface du film de poudre. Sa formation est rendue possible par le fort gradient thermique subit par le flux à ce niveau. D'un côté se trouve la paroi du moule refroidie et maintenue à environ 200°C, et de l'autre l'acier liquide qui au ménisque est proche de son liquidus, environ 1500°C. Le flux fond donc grâce à l'apport de chaleur de l'acier, et il se vitrifie au contact du moule.

La forme de cette bordure est due aux oscillations du moule, qui le lissent. La partie centrale est plus épaisse car elle est toujours dans la couche de flux semi-fondu.

Il est possible que cette bordure, de part sa forme, facilite l'entrée du flux dans l'interstice. Il serait donc nécessaire pour maintenir un flux constant. Mais ceci est mis en doute par les observations sur site, les opérateurs enlèvent la bordure lorsqu'ils récupèrent les projections d'acier sur le bord du moule, et pourtant la coulée continue sans problème.

Certains ont supposé que cette bordure de poudre avait la même forme que la peau d'acier au niveau du ménisque, une sorte de corne qui oscille avec les mouvements du flux. Les observations faites montrent que ce n'est pas le cas. Il faut aussi rappeler que la température au ménisque est largement supérieure à la température de fusion de la poudre, sauf sur la paroi du moule qui est refroidie. Par conséquent, seule la forme observée peut exister.

La figure 2-18 présente la configuration des différents films de poudre dans le moule, et du cordon de flux vitrifié, d'après nos observations. Les numéros 1 et 2 indiquent deux possibilités pour la limite flux fondu / flux semi-fondu. Cela explique que dans 50% des cas, le flux liquide soit moins épais que le flux fritté à cet endroit.

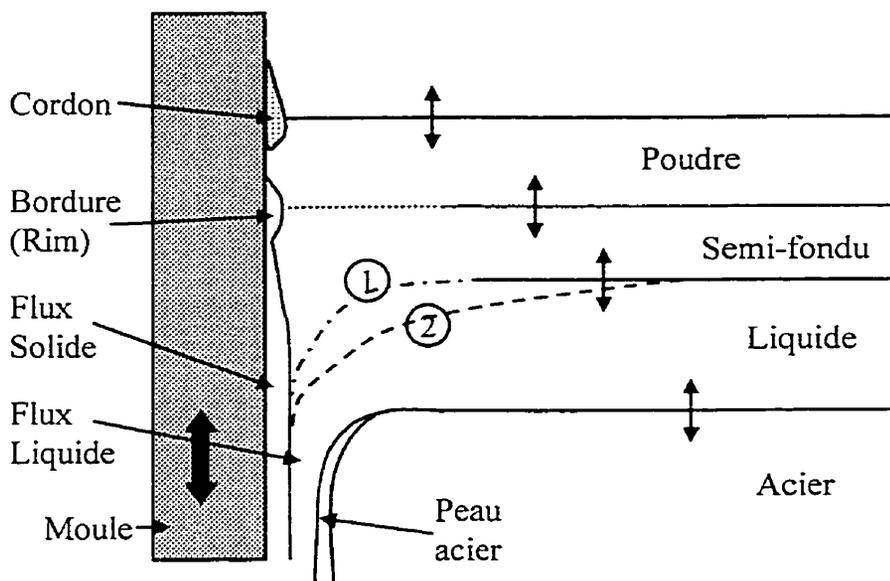


Figure 2-18 : Configuration des différents films de poudre dans le moule

2.2.1.16. Incertitude sur les mesures et reproductibilité

2.2.1.16.1. Incertitude sur chaque mesure

L'incertitude sur chaque mesure est évaluée à 3 mm environ.

2.2.1.16.2. Reproductibilité des mesures d'épaisseur

Il est préférable d'effectuer de nombreux tests pour se pratiquer avant de pouvoir considérer que les valeurs mesurées ont un sens. Les mesures sont reproductibles avec une erreur d'environ 2mm. Il faut évaluer la validité de chaque mesure immédiatement après l'avoir effectuée.

Les mesures sont plus reproductibles au milieu de chaque face du moule, loin des faces et loin des perturbations de la buse submergée et de l'argon.

2.2.1.17. Conclusion

La mesure des épaisseurs entre la buse et la petite face, en « b », semble la plus stable et la plus reproductible. En effet, la zone proche de la buse est agitée par des remous importants, et il est difficile d'y effectuer des mesures. La zone proche des petites faces est aussi un peu sujette à de petites bulles d'argon qui viennent perturber les mesures.

La mesure en « b » est donc la plus fiable. Pour effectuer un suivi régulier de la poudre, rapide et simple, nous conseillons donc de faire une mesure à l'aide des trois fils, en « b ».

Mais il faut savoir interpréter la mesure. En effet, il peut y avoir assez de liquide en « b », tandis qu'en « a » le film liquide est insuffisant pour pourvoir aux besoins du gap. Nous avons vu que le liquide diminue à l'approche des petites faces.

Si une norme était faite pour tester une poudre en usine, il faudrait tenir compte de tous les facteurs opératoires. Mais cette étude permet de connaître ceux qui importent le plus, pour ce type de machine et les conditions de coulée utilisées dans cette aciérie.

Nous avons choisi d'étudier le profil des couches de poudre dans le moule selon la longueur. Il est en effet beaucoup plus facile de tester l'épaisseur au milieu des grandes faces. Mais il serait intéressant de connaître le profil des couches de poudres selon un axe perpendiculaire aux grandes faces. C'est très difficile à réaliser dans un moule de 17,8 cm, mais cela serait possible dans un moule plus large.

Il est important de remarquer que les épaisseurs de flux liquide sur la surface du moule sont souvent inférieures à l'amplitude de l'oscillation du moule, surtout dans la zone proche des petites faces. Pourtant, il semble nécessaire que l'épaisseur du film liquide soit au moins égale, sinon plus épaisse, que cette amplitude, si nous voulons garantir l'approvisionnement du gap en flux.

Cette anomalie peut être reliée à l'existence de la bordure de poudre. Celle-ci oscille avec le moule, et est dans un état entre le flux fondu et le flux vitreux. Elle permet de faciliter le passage du flux de la surface dans l'interstice, et aussi d'assurer l'approvisionnement continu, en fondant ou en grossissant selon les besoins.

La structure de la poudre fondue observée en surface semble être celle qui a été déterminée par Nakano et al. (6). La poudre fond progressivement, en structure multicouches.

Les deux principaux paramètres déterminant l'épaisseur du film de flux liquide sont le taux de consommation de ce flux, et le taux de fusion de la poudre. Un équilibre entre les deux s'établit lors de conditions stables.

Le taux de fusion dépend dans l'ordre d'importance:

1. Des remous turbulences, occasionnées par le flux d'acier et surtout par l'argon. Plus il y a de turbulences, plus le taux de fusion augmente.
2. Le flux d'acier, la température de l'acier, qui déterminent la quantité de chaleur apportée au film de poudre. La température de fusion de la poudre est ajustée selon la température de fusion de l'acier coulé, et les pourcentages et types de carbone sont ajustés pour que le taux de fusion de la poudre dépende le moins possible de la température de l'acier. Ainsi les changements subits de surchauffe n'affecteront pas le film de poudre.
3. Le type et le pourcentage de carbone.
4. La composition minéralogique (16)
5. La composition chimique (15)
6. La vitesse de coulée

Notons que durant cette étude, nous avons constaté que les paramètres les plus importants n'étaient pas ceux qui semblaient l'être. Ainsi, la composition chimique n'intervient que peu dans le taux de fusion de la poudre durant la coulée, car d'autres paramètres opératoires ont plus d'influence. C'est pourquoi il est très important de déterminer le taux de fusion dans le moule, et pas seulement en laboratoire.

Il ne faut pas oublier que l'épaisseur du film liquide dépend aussi du rapport de la surface de l'acier liquide sur la surface latérale de la brame. Plus la surface latérale est grande, plus le flux liquide sera consommé, et plus la surface à recouvrir est large, plus le flux se répartira.

2.2.2. Étude de l'influence de la vitesse de coulée

Nous allons distinguer deux cas : le régime stabilisé, et le régime transitoire.

2.2.2.1. Régime stabilisé

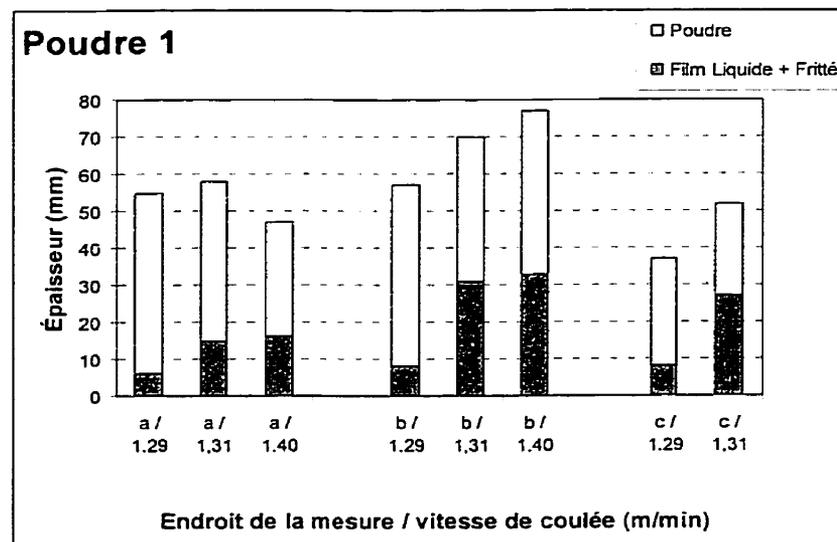


Figure 2-19 : Évolution du film de flux liquide avec la vitesse de coulée, en différents endroits dans le moule

La figure 2-19 montre la variation d'épaisseur du film « liquide + fritté » avec la vitesse de coulée, en différents endroits dans le moule. Les mesures ont été prises en régime stabilisé, c'est-à-dire au moins 4 minutes après le changement de vitesse.

Quel que soit l'endroit dans le moule, l'épaisseur du film liquide augmente lorsque la vitesse de coulée augmente. En effet, lorsque la vitesse de coulée est augmentée, le flux d'acier augmente. L'apport de chaleur est plus important. Le taux de fusion de la poudre est donc plus important, et le film liquide devrait augmenter.

Par contre, comme l'apport de chaleur est plus important, la température augmente, et la viscosité du flux diminue. Le flux peut alors aller plus facilement dans l'interstice, et devrait être consommé plus rapidement. De plus, la brame descend plus vite, alors que l'amplitude d'oscillation reste constante. Le stripage négatif est donc augmenté et la consommation devrait augmenter.

Mais il semble que ce facteur importe moins que l'apport de chaleur, car la quantité de liquide augmente.

2.2.2.2. Régime transitoire

L'étude du régime transitoire permet de mettre en valeur la cinétique des phénomènes mis en valeur ci-dessus. En effet, si en régime stabilisé, l'apport de chaleur prédomine, ce n'est pas le cas en régime transitoire.

2.2.2.2.1. Évolution des différentes couches juste après le changement de vitesse de coulée

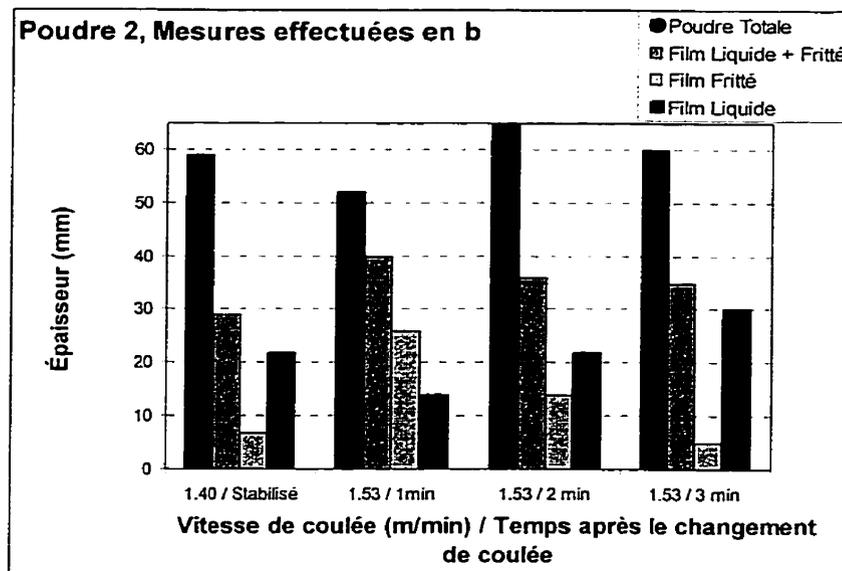


Figure 2-20 : Évolution des films de poudre et de flux durant les minutes suivant un changement de vitesse, en épaisseurs absolues

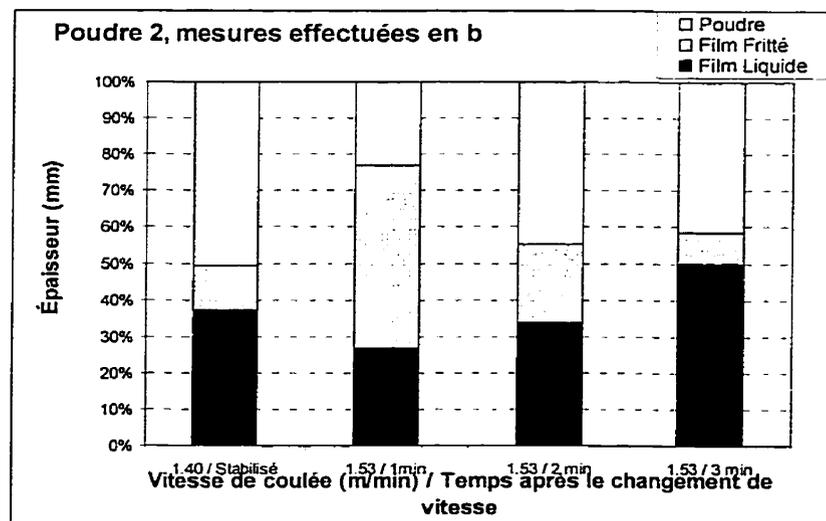


Figure 2-21 : Évolution des films après un changement de vitesse de coulée, en épaisseurs relatives

La figure 2-20 montre l'évolution des films de poudre et flux dans le moule durant un changement de vitesse de coulée, en épaisseur relative. Aucun autre paramètre n'a été modifié. La figure 2-21 montre les mêmes mesures, mais en épaisseurs absolues.

La première mesure a été effectuée en régime permanent, la vitesse de coulée étant 1.40 m /min. Les trois autres mesures ont été effectuées 1, 2 et 3 minutes après que la vitesse de coulée a été modifiée.

Nous observons que l'épaisseur du film liquide diminue d'abord, avant d'augmenter pour atteindre un niveau supérieur à celui du régime permanent précédent. Le film fritté, par contre, augmente brutalement après le changement de vitesse, et la proportion de poudre fritté augmente aussi. Il diminue ensuite pour devenir plus faible que lors du régime précédent.

Lors de l'augmentation de la vitesse de coulée, le flux liquide est consommé plus rapidement. La poudre n'a pas le temps de fondre assez rapidement pour compenser cet effet. C'est pourquoi l'épaisseur du film liquide diminue d'abord.

Mais le flux de chaleur augmente, et la température de la paroi du moule augmente presque instantanément. C'est pourquoi la poudre fritte plus rapidement, et le film fritté augmente. Environ une minute après le changement, nous avons donc peu de liquide, mais plus de film fritté. Ensuite, l'équilibre se rétablit progressivement, le taux de fusion de la poudre augmente, et la poudre frittée fond pour fournir du liquide.

Lorsque nous observons seulement le film « liquide + fritté », nous avons l'impression que le régime stabilisé intervient après 2 à 3 minutes, mais en fait ce n'est pas la cas, comme le montre la présente étude effectuée avec trois fils. Il faut attendre environ 4 minutes après un changement de vitesse de coulée pour revenir à un état d'équilibre.

2.2.2.2.2. Image instantanée du régime transitoire

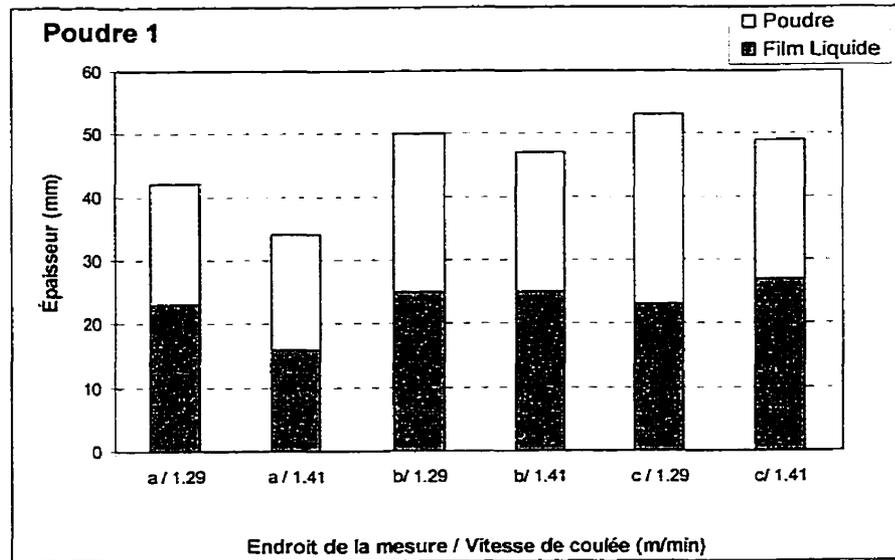


Figure 2-22 : Image instantanée du régime transitoire. Épaisseurs de flux liquide et de poudre en trois endroits dans le moule avant et juste après un changement de vitesse de coulée.

La figure 2-22 représente une image instantanée du film « liquide + fritté » en régime transitoire, à différents endroits dans le moule. Aucun paramètre n'a changé, sauf la vitesse de coulée. La première mesure a été effectuée en « a », « b », « c », en régime stabilisé à 1,29 m / min. La deuxième mesure a été effectuée en « a », « b », et « c », très rapidement après le changement de vitesse de coulée.

Nous observons qu'en a, dans la zone proche des petites faces, l'épaisseur du film liquide diminue, tandis qu'en « b » elle reste pratiquement stable, et en « c », dans la zone de la buse, elle augmente.

Il semble donc que l'apport de chaleur soit suffisant en c pour permettre au film liquide d'augmenter très rapidement après le changement de vitesse. Par contre, en « a », la consommation du flux augmente car on est proche des petites faces, et le film liquide diminue.

Cette observation est très importante, car elle montre que la mesure de l'épaisseur de liquide en « b » ne suffit pas lors d'un changement de vitesse de coulée.

2.2.2.2.3. Évolution

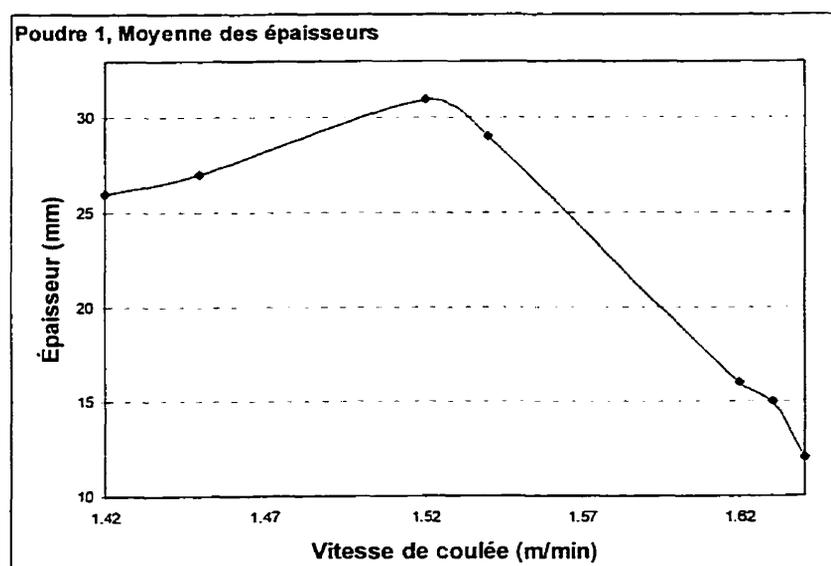


Figure 2-23 : Évolution de l'épaisseur du film "liquide + fritté", lors de changements de vitesses successifs effectués avec des intervalles de temps supérieurs puis inférieurs à 4 minutes.

La figure 2-23 montre l'évolution de l'épaisseur de film « liquide + fritté » avec la vitesse de coulée. Les mesures ont été faites en « b », au milieu d'un côté du moule. Les autres paramètres sont demeurés inchangés.

Les changements de vitesse entre 1,42 et 1,52 m/min ont été effectués à intervalle de plusieurs dizaines de minutes. Les changements entre 1,52 et 1,62 m/min ont été effectués rapidement avec un intervalle de moins de 3 minutes.

Nous observons que dans le premier cas, le régime a le temps de se stabiliser, et le film liquide augmente donc avec la vitesse de coulée. Par contre, dans le cas d'un changement rapide de vitesse, le film liquide diminue car le régime transitoire se poursuit.

L'épaisseur de liquide diminue alors dangereusement, pour devenir à la limite de ce que l'on peut tolérer pour éviter une percée. Il y a donc un danger si nous augmentons la vitesse de coulée trop rapidement, car le film liquide peut devenir insuffisant. La poudre frittée passera alors dans l'interstice, ce qui affectera la qualité de surface, la lubrification, et pourra même créer une percée.

Si nous ajoutons à ces remarques le fait que le film liquide est plus faible que le film fritté dans la zone proche des petites faces, il est probable que le film liquide soit très insuffisant lors de changements de vitesse successifs. Il est donc très important de ne pas effectuer les changements de vitesse trop brutalement. Si plusieurs changements de vitesse doivent se succéder, il faut attendre au moins quatre minutes entre chaque, de façon à ce que le film de poudre puisse se stabiliser.

D'autres études (18) ont également montré que l'épaisseur du film liquide diminuait lors d'une augmentation de vitesse de coulée rapide.

2.2.3. Évaluation des taux de consommation

2.2.3.1. Deux taux de consommation

Il existe deux manières d'évaluer la consommation de poudre.

Le **taux de consommation** représente la consommation de poudre par tonne d'acier coulé. Il s'exprime en kg par tonne d'acier. Il est utilisé par les aciéristes pour évaluer leurs besoins en poudre.

$$C = \frac{N * P_s}{P_a}$$

Équation 2-1 : Taux de consommation

Avec N le nombre de sacs de poudre, P_s le poids de poudre par sac, et P_a les tonnes d'acier coulé durant le temps où les sacs ont été comptés.

La **consommation unitaire** représente la poudre consommée par unité de surface de brame coulée. Elle est plus précise que le taux de consommation.

$$q = \frac{N * P_s}{2(T+W) * L} \text{ kg / m}^2$$

Équation 2-1 : Consommation unitaire de poudre

avec N le nombre de sacs de poudre comptés, P_s le poids de poudre par sacs, T l'épaisseur de la brame (m), W la largeur de la brame (m), et L la longueur de brame coulée durant le temps de comptage, donc la longueur de chaque brame multipliée par le nombre de brames.

2.2.3.2. Calcul du taux de consommation

Afin d'évaluer le taux de consommation de chaque poudre, nous avons noté au cours de chaque séquence les tonnes d'acier coulées, la surface de brame coulée, et nous avons compté le nombre de sacs mis dans les distributeurs de poudre.

Pour compter les sacs, nous avons utilisé deux méthodes :

Lors d'une première série de mesures, nous avons compté les sacs mis durant la coulée et nous avons évalué la quantité de poudre dans les distributeurs avant et après la séquence. Les tonnages d'acier ont été notés. La durée de l'évaluation est plus élevée, mais le nombre de sacs comptés est plus approximatif.

Lors de la deuxième série de mesures, nous avons rempli les distributeurs avant de commencer à noter la quantité d'acier coulé, puis nous les avons rempli à nouveau lorsque nous avons stoppé le comptage. La mesure de la quantité de poudre est ainsi un peu plus précise. La durée de l'évaluation est ainsi moins longue, mais la quantité de poudre est évaluée de façon plus précise.

2.2.3.3. Statistique du poids des sacs

Le poids de poudre correspondant a été évalué en effectuant une étude statistique du poids de poudre par sac. Pour cette étude, environ 450 sacs ont été pesés, dans 4 lots différentes. Nous avons évalué le poids moyen d'un sac de poudre à 9,5 kg/sac , $\pm 0,2$ kg/sac. Le poids utilisé pour le calcul du taux de consommation est 9,5 kg/sac.

2.2.3.4. Évaluation des taux de consommation

Tableau 2-6 : Taux de consommation des poudres

Poudre	kg/ tonne acier	kg/m ²	Température de cristallisation (°C)	Viscosité à 1250°C, en centipoise	Point de fusion (°C)
1	0.72 ± 0.16	0.34 ± 0.04	1175	120	1050
2	0.48 ± 0.09	0.27 ± 0.05	1075	240	1075
3	0.34 ± 0.04	0.17 ± 0.02	1020	195	1020

Ces taux de consommation correspondent aux évaluations de l'aciériste.

2.2.3.5. Incertitude sur les taux de consommation

Les incertitudes sur chaque mesure effectuée sont :

Tableau 2-7 : Incertitudes sur les mesures de taux de consommation

Méthode 1	Méthode 2
0.1 kg / t	0.04 kg / t
0.05 kg / m ²	0.02 kg / m ²

Chaque mesure effectuée avec la deuxième méthode est plus précise. En revanche, les écart-types pour l'ensemble de chaque série de mesures sont comparables avec les deux méthodes. Nous choisirons donc les séries qui comportent le plus de mesures. Les moyennes sont ainsi plus fiables.

Les mesures pour la poudre 3 sont peu nombreuses. L'incertitude sur les valeurs données est donc beaucoup plus élevée que pour les poudres 1 et 2.

2.2.3.6. Interprétation

Le taux de consommation présente un intérêt pour les aciéristes, car il leur permet de prévoir la quantité de poudre utilisée. Mais pour notre étude, la consommation unitaire est un indice plus facile à exploiter.

En effet, le taux de consommation dépend des dimensions du moule. En revanche, la mesure de la quantité de flux consommée par unité de surface latérale de la brame nous informe sur le comportement du laitier entre la peau d'acier et la paroi du moule.

La poudre est ajoutée dans le moule car le flux fondu est consommé. Ce flux liquide est consommé car il remplace progressivement le laitier qui est entraîné par la peau de la brame hors du moule. Ce film de laitier dans l'interstice n'est remplacé qu'en partie. (12) En effet, le film de laitier qui se trouve contre la paroi du moule est souvent cristallin, et stationnaire, tandis que la partie vitreuse / liquide contre la peau d'acier est évacuée progressivement.

Le taux de consommation dépend donc du pourcentage de l'épaisseur du film de laitier qui est cristallin. Donc il dépend de la température de cristallisation ou d'apparition du premier solide du flux.

On peut supposer que si cette température diminue, le film sera moins cristallin, et le laitier sera donc plus entraîné hors du moule. Une plus grande partie devra donc être remplacée, et la consommation devrait augmenter.

Or d'après nos résultats, si la température d'apparition du premier solide diminue, la consommation augmente. Il est possible que, le film étant plus cristallin, il se brise plus facilement. Il est donc éliminé par larges plaques hors du moule. Ce flux doit alors être remplacé. D'où une augmentation de la consommation unitaire.

Certaines études (13) considèrent que si le laitier est plus fluide, le film de laitier sera plus fin, et que la consommation de poudre sera donc plus faible. Or d'après nos résultats, le taux de consommation ne semble pas relié à la viscosité de la poudre.

La viscosité est un paramètre très difficile à utiliser. Celle que nous connaissons est évaluée en laboratoire, sur la poudre de coulée fondue lentement, sans contact avec l'acier, et à température constante. Or dans le film de laitier, la température est inconnue, et varie constamment. Le gradient thermique est également très élevé. Au niveau du ménisque, la température du flux est également inconnue.

Or la viscosité varie fortement avec la température. (18) Elle varie également avec les changements de composition chimique, en particulier la reprise en alumine au contact de l'acier. Il est donc très difficile d'utiliser la viscosité de la poudre comme critère pour expliquer le comportement du laitier dans l'interstice.

Notre étude ne fournit pas de corrélation entre la vitesse de coulée et le taux de consommation. Mais les changements de vitesse ne sont pas majeurs : elle varie entre 1,40 et 1,63 m/min. D'autres études (10, 20) ont montré que la consommation de poudre diminuait lorsque la vitesse de coulée augmente.

Il faut cependant remarquer le faible nombre de taux de consommation de la poudre 3. Une erreur est donc possible. Selon le producteur, le taux de consommation de la poudre 3 devrait être plus élevé que celui indiqué. La consommation devrait être liée à la viscosité des poudres. Mais les remarques des opérateurs, et l'observation sur le site montrent que la poudre 3 est vraiment très peu consommée par rapport aux autres poudres.

2.2.4. Étude de l'évolution chimique de la poudre au cours de sa fusion

2.2.4.1. Le carbone utilisé dans les poudres testées

La poudre 1 ne contient que du coke métallurgique. Le carbone constitue 5,5% de la poudre en poids.

La poudre 2 contient environ 6% de carbone, dont 2,05% est du graphite naturel et 3,75 % de coke métallurgique.

La poudre 3 a été développée à partir de la poudre 2, en cherchant à augmenter le taux de fusion, afin d'obtenir une poudre pour les nuances d'acier haut carbone. Elle contient 6% de coke métallurgique.

2.2.4.2. Analyse chimique

2.2.4.2.1. Méthodes pour l'analyse chimique des poudres

2.2.4.2.1.1. Choix des échantillons

Si l'échantillon de poudre est pris durant des tests en usine, le carbone est brûlé avant d'effectuer l'analyse chimique. Puis l'échantillon est fondu dans du borate de lithium, afin de former un verre. Les échantillons de flux connaissent le même sort, mais il n'est pas nécessaire de brûler le carbone avant.

L'analyse chimique est effectuée par diffraction rayon-X. La quantité de chaque radical est évaluée par ce moyen. Ensuite, on évalue la quantité d'oxyde. Les résultats sont donc donnés en pourcentages poids.

2.2.4.2.1.2. Analyse du Carbone

La quantité de carbone totale contenue dans un échantillon de poudre est évaluée avec un four à induction. On chauffe l'échantillon durant quelques secondes, et le carbone se consume. Grâce à un étalonnage préalable et à un analyseur, on obtient le pourcentage de carbone dans l'échantillon. Cette méthode expérimentale n'est pas normalisée.

Dans les analyses chimiques figurent deux types de carbone. Le "carbone ajouté" représente le graphite, le carbone ajouté à la poudre pour modifier son taux de fusion. Le "carbone combiné" représente le carbone provenant des matières premières le plus souvent sous forme de carbonates. Lors de la fusion, ce type de carbone génère des gaz et cela facilite la répartition des particules.

La différence entre le taux de carbone total et le taux de carbone ajouté représente donc le carbone apporté par les matières premières, sous forme de carbonates ou combiné à d'autres entités comme CaO, MgO, Na₂O.

2.2.4.2.2. Intérêt

2.2.4.2.2.1. Compréhension de la fusion

Lors de la fusion ont lieu des changements de phase, des réactions chimiques, et certains éléments s'évaporent. Certaines inclusions de l'acier sont aussi absorbées. La composition du flux est donc différente de celle de la poudre, et de celle du laitier. Leurs propriétés physiques sont donc différentes. C'est pourquoi nous observons la modification de la composition chimique aux différentes étapes de la fusion.

2.2.4.2.2.2. Compréhension de l'absorption des inclusions

Les inclusions non-métalliques contenues dans l'acier liquide ont une densité plus faible que celui-ci. Elles ont donc tendance à remonter à la surface dans le moule, les mouvements de l'acier favorisant cette décantation.

Le flux absorbe ces inclusions, et cela modifie ses propriétés. Les principaux paramètres de contrôle de l'absorption sont l'indice de basicité du flux (18) et sa tension de surface.

Les principales inclusions de l'acier sont les particules d'alumine. Mais des particules de zirconium peuvent aussi être absorbées par le flux. Elles proviennent de la buse submergée.

2.2.4.2.2.3. Évolution des propriétés physiques

Les compositions chimique et minéralogique étant modifiées, les propriétés physiques du flux sont différentes de celles évaluées sur la poudre. La quantité de formateurs et de modificateurs de réseau variant, la viscosité change, ainsi que l'indice de basicité. La tendance à cristalliser du laitier est donc aussi modifiée.

2.2.4.2.2.4. Problèmes de corrosion

Les poudres contiennent des éléments qui peuvent corroder la machine de coulée. En particulier le fluor, qui peut former de l'acide fluorhydrique, très corrosif. La quantité de fluor restant dans la poudre fondue est donc une donnée importante pour l'aciériste.

Il est possible que l'épaisseur de poudre dans le moule, et le taux de fusion de la poudre influent sur cette quantité résiduelle. En effet, si la poudre fond plus lentement, le fluor dispose de plus de temps pour s'évaporer et il en restera moins dans le flux.

L'épaisseur du film fritté peut également jouer un rôle majeur. Nous avons montré qu'elle était assez stable. Or cette couche empêcherait le fluor de s'évaporer du film liquide.

2.2.4.2.3. Limites de l'analyse chimique

Les éléments indiqués dans l'analyse chimique ne sont pas ceux que contient réellement la poudre. Seuls les oxydes sont indiqués, mais le radical n'apparaît pas sous cette forme dans la poudre. Ainsi, on détecte du Ca et du F. Dans l'analyse chimique, ils figureront sous la forme de F_2 et de CaO. Mais ils peuvent aussi bien provenir de CaF.

Il faut aussi noter que:

- la composition chimique de la poudre figurant sur la fiche technique est indicative. La composition effective de chaque sac varie.
- Le lithium ne figure pas dans les analyses car ils ajoutent du borate de lithium pour former un verre. Mais les poudres et le flux en contiennent.
- Le fluor est évalué à 5 % près, voir 10 %, à cause de l'évaporation, lors de la fusion de la poudre ou du flux préalable aux tests.
- Selon les laboratoires, les techniques d'analyses sont différentes, et donc il y a des différences majeures dans les résultats.

La composition chimique ne suffit donc pas pour déterminer les propriétés physiques de la poudre. Il faudrait pouvoir tenir compte de la composition minéralogique, et ce en fonction de son histoire thermique dans le temps.

2.2.4.2.4. Diminution de l'incertitude

Afin de diminuer les causes d'incertitude, nous avons employé les méthodes suivantes. Les échantillons de poudre et de flux comparés ont été pris simultanément dans le moule.

Nous comparons la poudre sans carbone avec le flux. La composition de la poudre sans carbone ou sans perte au feu est calculée. Ainsi, la comparaison des pourcentages poids n'est pas faussée par la perte du carbone.

Pour fondre la poudre ou le flux avant l'analyse chimique, il serait préférable d'utiliser une température moins élevée, pour diminuer les pertes d'éléments volatils.

2.2.4.3. Analyses comparées de la poudre, du flux et du laitier

Les premiers tableaux en annexe présentent une comparaison entre la composition typique de la poudre et une moyenne effectuée sur plusieurs échantillons de flux. Cela permet d'évaluer les différences entre la composition type supposée de la poudre et celle du flux qui pénètre dans l'interstice.

Les autres tableaux sont des comparaisons entre des échantillons de poudre et de flux pris simultanément. Ces derniers permettent une analyse plus précise des changements de composition durant la fusion de la poudre.

Certains tableaux présentent l'analyse chimique du laitier. Ce laitier est constitué d'échantillons récupérés sous le moule durant une séquence.

2.2.4.3.1. Absorption d'alumine

Le flux contient environ 3% de plus en poids d'alumine que la poudre, quelle que soit la poudre, et quelle que soit la nuance.

Les inclusions d'alumine proviennent du procédé de désoxydation de l'acier. Le flux absorbe de l'alumine provenant de l'acier à la surface du moule, mais aussi au ménisque. Cette absorption d'alumine augmente la viscosité du flux.

2.2.4.3.2. Zircon

Les échantillons de poudre et de flux récoltés simultanément montrent une augmentation de la teneur en zircon d'environ 0,35% en poids, entre la poudre et le flux.

Cette zircon provient de la buse submergée.

2.2.4.3.3. Oxyde de fer

Le flux contient de 0,2 à 0,4% poids d'oxyde de fer de plus que la poudre, si les échantillons sont pris simultanément. Lorsqu'on compare le flux à la composition typique, une augmentation de 1% est constatée.

Les échantillons de laitier contiennent beaucoup plus d'oxyde de fer que le flux. Mais cela est dû en grande partie aux particules d'oxyde qui se détachent de la peau de la brame et se mêlent au flux dans le tamis.

Fe_2O_3 est un fluidifiant, participe donc à la diminution de la viscosité du flux. Il modifie également le transfert thermique. Il est donc important de considérer le changement de teneur en oxyde de fer du flux au cours de la fusion et de la pénétration dans l'interstice.

2.2.4.3.4. Oxyde de manganèse

La teneur en MnO augmente de 2% en moyenne. Cela provient de l'acier. Le MnO est un fluidifiant. Il diminue la viscosité du flux, et diminue aussi la température d'apparition du premier solide.

2.2.4.3.5. Les alcalins

Les alcalins (Na_2O , K_2O) sont très volatiles. Il est donc difficile d'évaluer la quantité d'alcalins dans un échantillon, et l'incertitude sur ces mesures est considérable. Malgré cela, nous pouvons observer une faible diminution de la teneur en fluor de la poudre lors de sa fusion. Cependant, la perte mesurée est très faible, de 0,3 à 0,8%. Les alcalins s'évaporent des échantillons lorsqu'on les chauffe pour former un verre, et une partie de la perte au feu est constituée de fluor.

Les alcalins sont tous des fluidifiants. Le flux va donc être plus visqueux après leur évaporation.

2.2.4.3.6. Le lithium

Le lithium figure dans les tableaux car nous supposons qu'il joue un rôle dans la cristallisation du laitier sur les parois du moule. Mais les analyses chimiques ne nous permettent pas d'évaluer la quantité de lithium, car les échantillons sont fondus dans du borate de lithium.

2.2.4.3.7. Indice de basicité

L'indice de basicité est évalué par :

$$I = \frac{\text{CaO} + \text{MgO}}{\text{SiO}_2}, \text{ en pourcentages poids}$$

Équation 2-2 : Indice de basicité choisi pour notre étude

Nous avons choisi cet indice pour une première évaluation de l'évolution lors de la fusion. Pour une étude plus précise, il existe des indices de basicité qui tiennent compte de tous les éléments. (9)

Compte tenu des incertitudes des analyses, nous pouvons considérer que la teneur en CaO est stable. Par contre, le flux contient de 1 à 3 % de moins de silice que la poudre. Cette diminution est due à l'augmentation du poids total de l'échantillon, car les pourcentages sont exprimés par rapport au poids. Il n'y a pas de raison à la disparition de la silice.

La teneur en magnésie est à peu près stable. L'indice de basicité augmente donc un peu. Il y a donc moins de formateurs de réseau en proportion. Le flux est donc moins visqueux et a plus tendance à cristalliser.

2.2.4.3.8. Conclusion

Malgré l'incertitude des analyses chimiques, nous pouvons observer que la composition du flux diffère de celle de la poudre. De plus, la composition minéralogique est différente, même si ce n'est pas mis en valeur dans cette étude. Les propriétés physiques du film de flux et du film de laitier ne sont donc pas celles de la poudre. C'est pourquoi une évaluation de ces propriétés en laboratoire n'est pas suffisante pour déterminer si une poudre conviendra ou non. Il est préférable de corréler les tests en laboratoire et les tests et observations en usine.

D'après ces analyses, il est en effet très difficile d'évaluer l'ampleur des changements de propriétés physiques. Certains éléments augmentent la viscosité, d'autres la diminuent, et ils varient de façon différente. De plus, certains éléments ont une plus grande influence que d'autres, et une faible variation changera beaucoup les propriétés du flux.

Nous comprenons ici la nécessité de multiplier les composants chimiques de la poudre. Chaque élément a une influence différente sur les propriétés physiques de la poudre. Plus les composants sont nombreux et variés, plus l'influence des modifications de composition chimique lors de la fusion sera diminuée.

2.2.5. Étude microscopique des échantillons de laitier collectés sous le moule

Un tamis a été placé sous le moule, afin de collecter des morceaux du laitier évacué sous le moule.



Figure 2-24 : Échantillon de laitier collecté sous le moule



Figure 2-25 : Échantillon de laitier collecté sous le moule

Nous avons tout d'abord été surpris par le peu de laitier qui restait dans le tamis après une séquence. Il était placé sous le moule, mais était peut être un peu décentré. Cependant, cela prouve que les particules qui sortent du moule sont peu nombreuses, ou bien très fines. Le film de laitier est donc peu remplacé durant la coulée, et il est réduit en poudre avant de sortir du moule.

La figure 2-24 présente une photo d'un des échantillons recueillis. Il est constitué de petites particules de toutes les couleurs et très distinctes les unes des autres. Certains échantillons étaient constitués de particules plus ou moins collées ensemble. La figure 2-25 représente un de ces échantillons où les particules sont collées.

Une observation plus détaillée montre que les phases sont séparées. Il semble donc que le laitier recristallise après être tombé dans le tamis. Il était donc sous forme vitreuse, et la chaleur ambiante dans cette partie de la machine a permis la dévitrification. Il est peu probable que le laitier à la sortie du moule soit liquide, car la température de la peau de la brame à la sortie du moule est évaluée à 1000°C, ce qui est inférieur à la température de fusion de la poudre.

Seuls quelques rares morceaux ont la même apparence que les échantillons récupérés sur la paroi du moule. Ces observations confirment l'hypothèse d'un film stationnaire contre la paroi du moule, et du film vitreux / liquide qui descend avec la brame.

Les spectres rayons X ont permis de montrer que les analyses chimiques des particules sont très différentes. Il y a du carbone pur, de l'oxyde de fer, de la silice pratiquement pure, du manganèse, et diverses autres combinaisons d'oxydes.

L'observation des particules au microscope électronique à balayage a montré que les structures des particules étaient aussi très diverses. Certaines sont poreuses, d'autres sont vitreuses, ou cristallines, ou encore comme des pierres ponce. Chaque particule a un aspect, une couleur et une taille différente.

Certaines particules peuvent avoir été ajoutées lors du lavage du moule à la fin de la séquence. Elles proviennent du flux fritté sur le haut du moule. Cela peut expliquer la présence de carbone pur. D'autres proviennent de la peau de la brame, d'où la présence d'oxyde de fer.

2.2.6. Étude des échantillons de laitier collectés sur la paroi du moule

2.2.6.1. Méthode expérimentale

Les échantillons de laitier ont été collectés sur la paroi du moule à la fin de la séquence. Le flux en surface est retiré du moule, après que la brame descend dans le moule. Un film de laitier reste alors contre la paroi, et il est parfois possible de le collecter.

Ce film n'est pas collé à la paroi du moule, sauf à certains endroits, mais c'est très occasionnel. La brame se refroidit, se contracte et le laitier se décolle de la paroi. Il s'écroule sur la brame par larges plaques au fur et à mesure que la brame se retire.

2.2.6.2. Premières observations

2.2.6.2.1. Difficultés pour collecter les échantillons

Nous n'avons obtenu de tels échantillons que pour les poudres 1 et 2. La poudre 3 crée un film trop fin, qui se brise au fur et à mesure que la brame se retire du moule. Il est donc impossible de le collecter.

Le film de laitier se courbe avant de se briser par plaques et de s'écrouler sur la surface de la brame. Il est donc suffisamment mou pour être ductile. Mais dès qu'il se refroidit, il se rigidifie et se brise.

2.2.6.2.2. État des échantillons juste après la collecte

Lorsque les échantillons sont dans la pelle qui a permis de les collecter, ils se collent les uns aux autres par la partie vitreuse. Par contre, la partie cristalline ne se colle pas. Les côtés vitreux sont donc encore suffisamment peu visqueux pour pouvoir se coller les uns aux autres. L'autre face des échantillons par contre est déjà cristalline et plus froide.

Au refroidissement, les échantillons se brisent, et ils deviennent très fragiles. Le choc thermique est important, et le taux de contraction des deux phases est différent, ce qui crée des tensions internes qui génèrent des fissures. Sur de nombreux échantillons, nous avons observé des fissures sur la paroi vitreuse.

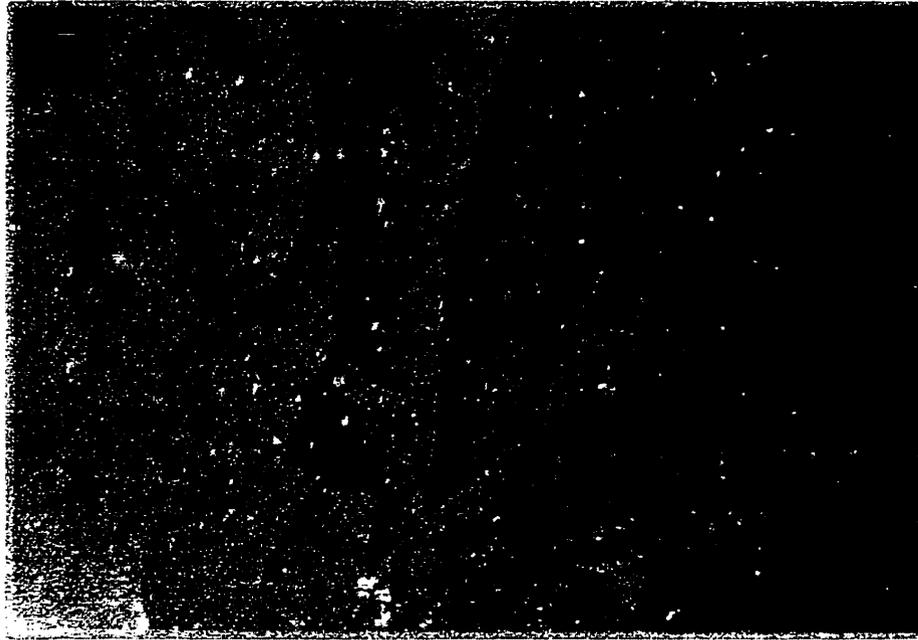


Figure 2-26: Face vitreuse, laitier 1

La surface des échantillons de la poudre 2 est recouverte de petites particules noires, mates et brillantes. Ce sont des particules de carbone et d'oxyde de fer.

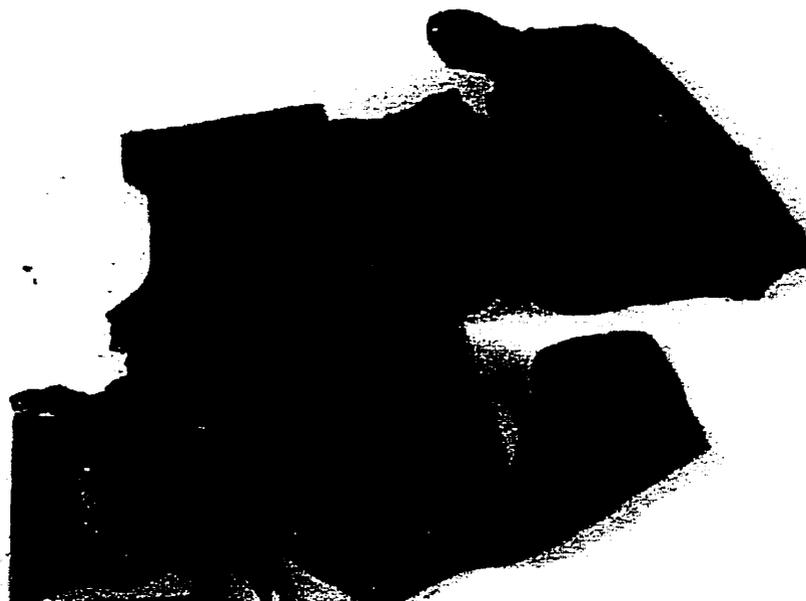


Figure 2-27 : Échantillons de laitier 2, avec dépôts brillants et noirs

2.2.6.2.3. Évolution du laitier

Les échantillons collectés dans le haut du moule présentent toujours deux couches distinctes à l'œil nu. Plus bas dans le moule, le film de laitier devient de plus en plus fin, cristallin, voire parfois discontinu.

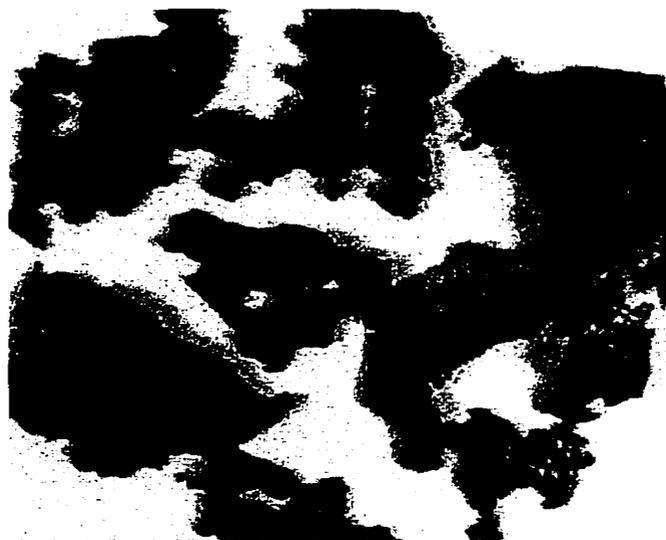


Figure 2-28 : Film de laitier 2 discontinu

2.2.6.3. Observation des échantillons au microscope optique

2.2.6.3.1. Comparaison avec des échantillons de flux retirés du moule

Pour comprendre la cristallisation du laitier contre la paroi du moule, nous avons retiré du flux du moule à l'aide d'une cuillère. Ce flux a été déposé dans des cuillères en acier froides. La face en contact avec la cuillère est alors vitreuse, et celle à l'air, qui refroidit un peu moins vite, devient cristalline. (figure 2-29)

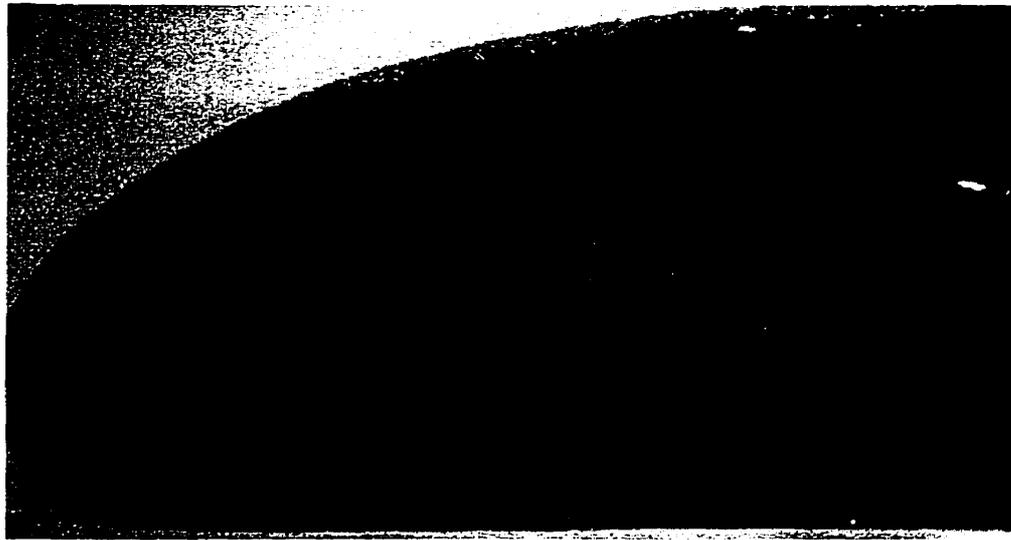
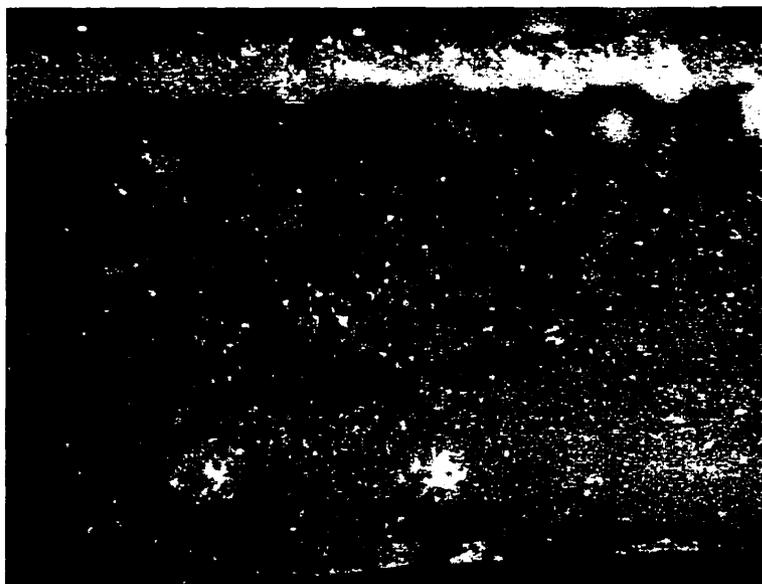


Figure 2-29 : Échantillon de flux collecté dans une cuillère en acier *6

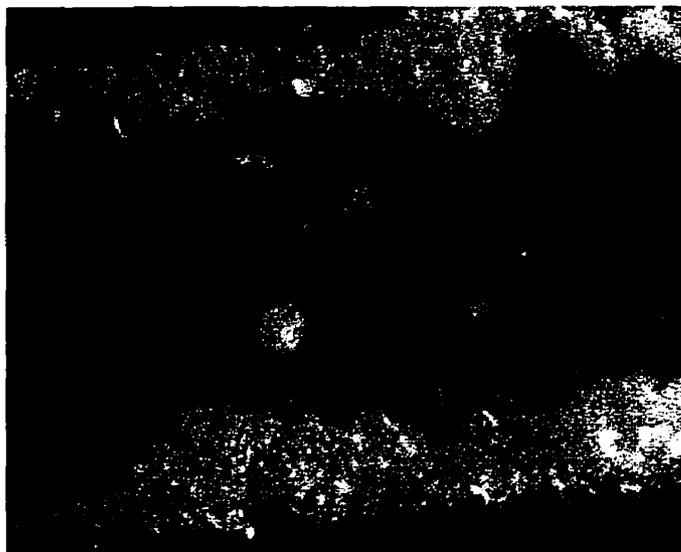
Un agrandissement de cet échantillon montre que la partie vitreuse est pleine de petits cristaux, qui n'ont pas pu se développer en raison du taux de refroidissement élevé. Mais ils ont pu germer, ce qui montre que la germination est possible, même si le taux de refroidissement est élevé. La figure 2-30 est une image au microscope optique de ces cristaux. De nombreux pores sont aussi répartis dans le verre. Ils peuvent être à l'origine de cette germination.

Il arrive cependant que les deux faces de tels échantillons soient cristallines, comme le montre la figure 2-31. Il semble que les impuretés, le carbone résiduel et les poussières ambiantes soient à l'origine de cette cristallisation.

Plusieurs hypothèses sont donc à retenir pour expliquer la germination dans le verre contre la paroi du moule. Les impuretés, le carbone non consommé, les oxydes de fer, ainsi que les pores dus à l'hydrogène ou aux carbonates peuvent être à l'origine de la germination.



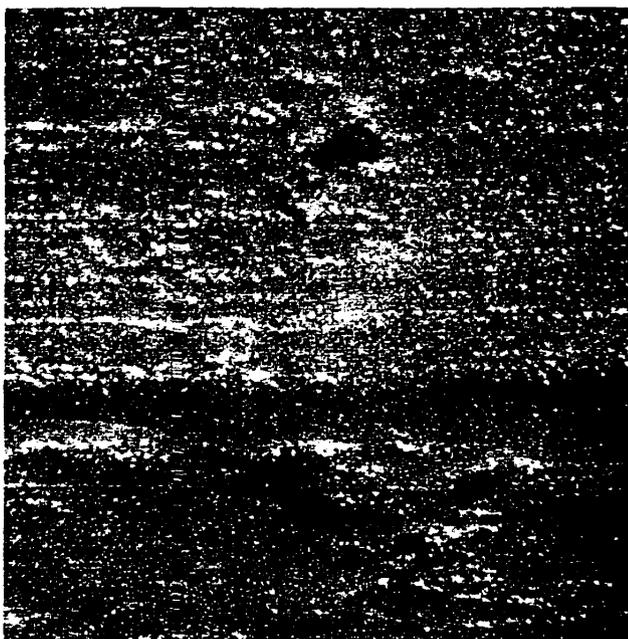
*Figure 2-30 : Échantillon de flux, *10*



*Figure 2-31 : Échantillon de flux, 6,6**

2.2.6.3.2. Échantillon de poudre 1 entièrement cristallin

Un échantillon de flux 1 pris bas dans le moule est entièrement cristallin. Il présente des marques d'oscillation sur la face contre la peau d'acier (*figure 2-32*). La surface contre la paroi du moule est constituée d'arnas, et est recouverte de minuscules cristaux de toutes les couleurs (*figure 2-33*). Leur composition chimique est variée, du carbone à la silice pure. Cela confirme l'hypothèse de formation des premiers germes à partir des impuretés.



*Figure 2-32 : Échantillon de laitier 1 entièrement cristallin, face contre l'acier, *10*



*Figure 2-33 : Échantillon de laitier 1 cristallin, face contre le moule, *10*

2.2.6.3.3. Vues en coupe



Figure 2-34 : Vue en coupe d'un échantillon de laitier 1

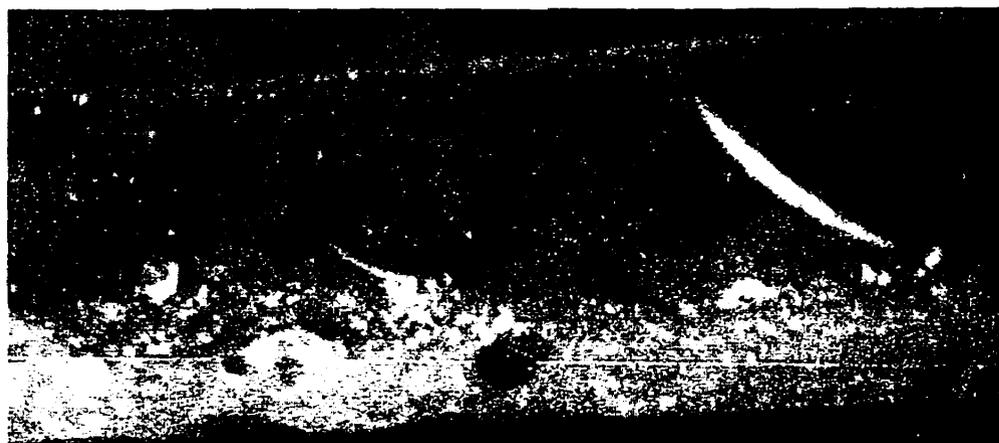


Figure 2-35: Vue en coupe d'un échantillon de laitier 2

Les échantillons recueillis dans la partie supérieure du moule présentent deux phases, une vitreuse et une cristalline. La phase vitreuse se trouve contre la peau d'acier, et représente environ les deux tiers de l'épaisseur des échantillons.

La phase cristalline se trouve contre la paroi du moule, et représente environ 1/3 de l'épaisseur. La frontière entre les deux phases fluctue selon les endroits, et n'est pas nette.

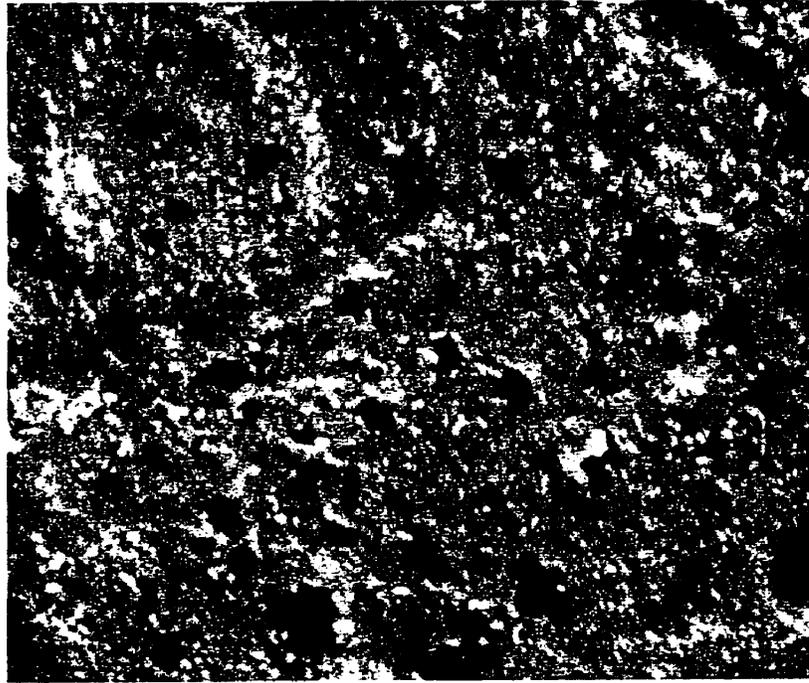
2.2.6.3.4. Face cristalline

La face cristalline des échantillons est constituée d'amas de couleur et de texture différente. La figure 2-36 montre la face cristalline d'un échantillon. On y distingue deux phases différentes, entremêlées comme si elles étaient encore liquides ou vitreuses lorsque cet arrangement s'est mis en place. Une phase est presque lisse, tandis que l'autre présente de nombreux pores. La figure 2-37 est un agrandissement de cette dernière phase, mettant en évidence la forte porosité de cette phase.

Il est donc plausible que la cristallisation soit provoquée par les pores, ou des réactions chimiques dégageant des gaz contre le moule.



Figure 2-36 : Échantillon de laitier 1, face contre le moule

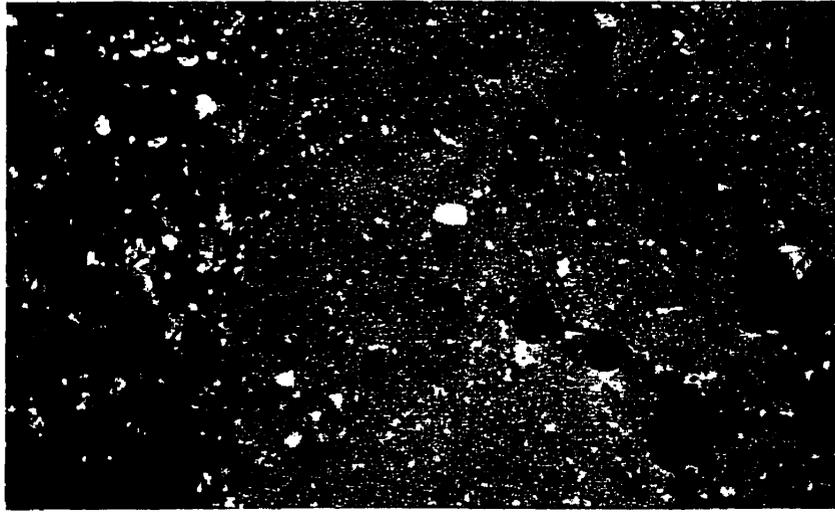


*Figure 2-37 : Échantillon de laitier face contre le moule, vue détaillée d'une phase (*30)*

2.2.6.3.5. Face vitreuse

La phase vitreuse présente des pores de toutes les tailles, répartis dans la masse. Parfois, ils sont ouverts et visibles en surface. La phase vitreuse des échantillons de laitier 2 sont recouverts de particules noires mates, et d'autres particules brillantes. Elle contient également beaucoup de pores ouverts.

Certaines impuretés sont incrustées dans la surface de l'échantillon, ce qui prouve qu'elle étaient bien présentes durant la coulée, et qu'elles n'ont pas été ajoutées à la surface lors du lavage du flux en fin de séquence.



*Figure 2-38 : Face vitreuse, laitier 2, *10*

2.2.6.3.6. Coins du moule

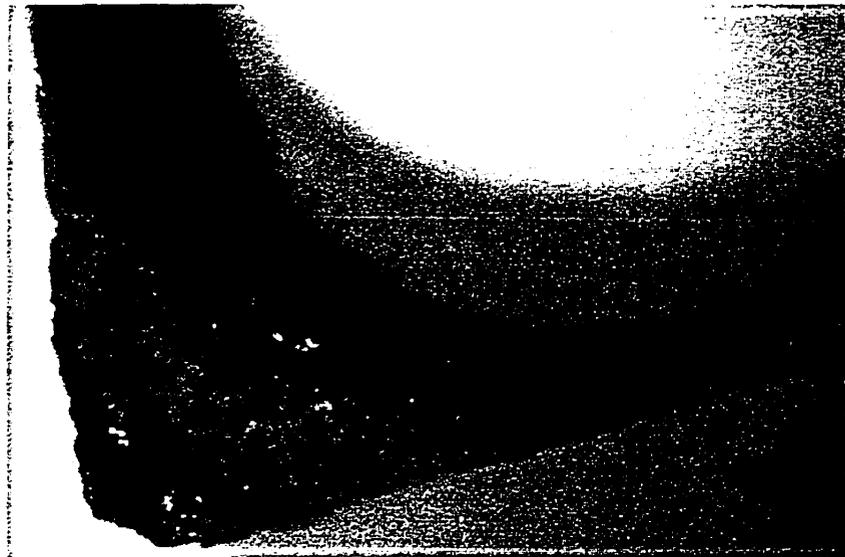


Figure 2-39 : Échantillon de laitier 1 collecté dans le coin de moule

Les coins du moule sont recouverts d'une couche plus épaisse de flux. L'épaisseur à ce niveau est de 3 à 4 mm pour le flux 1, et 2 à 3 mm pour le flux 2. Le transfert thermique est donc diminué à ce niveau, ce qui peut poser des problèmes de qualité de surface sur les coins de la brame.

Une particularité des coins est leur structure multicouche. Contre la paroi du moule se trouve une couche cristalline, puis une couche vitreuse qui est présente seulement dans le coin. Ensuite, d'autres couches cristallines sont présentes, et enfin une couche vitreuse se trouve contre la peau d'acier.

Mis à part les deux premières couches, il semble que la structure des coins soit un agrandissement de la structure des faces. La couche cristalline n'est pas uniforme, mais est constituée de plusieurs couches différentes.

2.2.6.4. Observation des échantillons au microscope électronique à balayage

2.2.6.4.1. Surface vitreuse

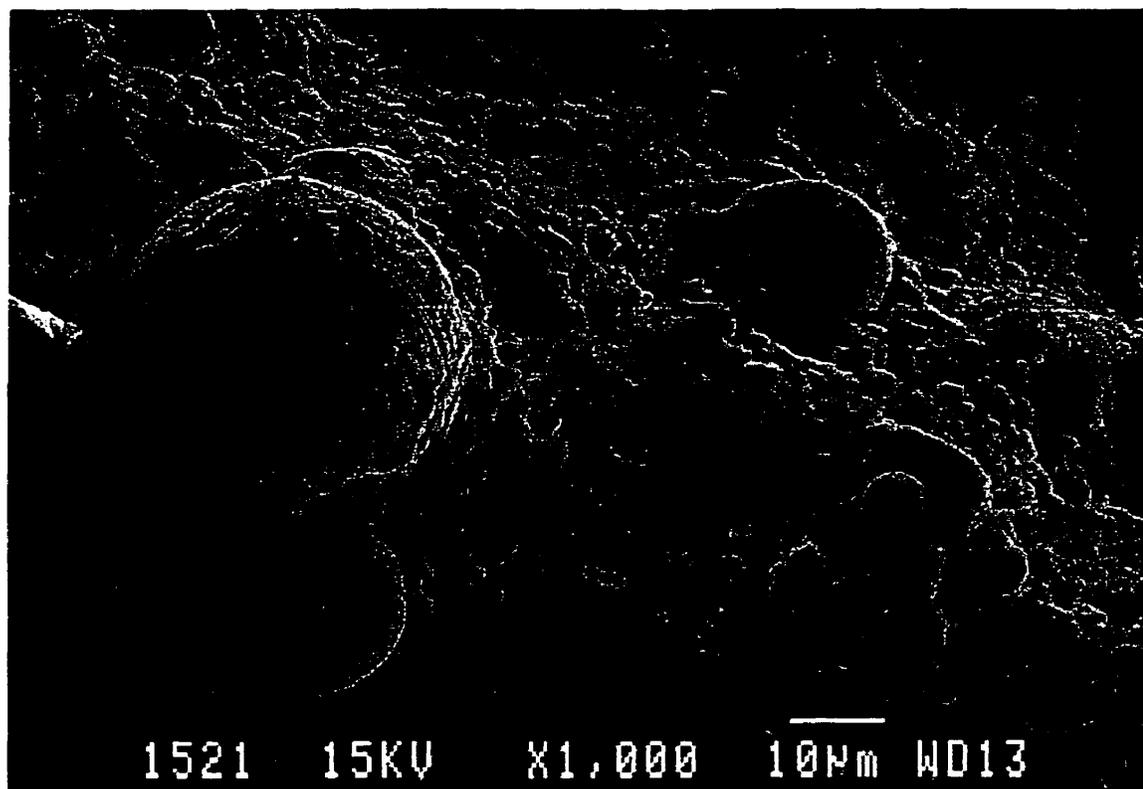


Figure 2-40 : Nodules sur la surface vitreuse d'un échantillon de laitier

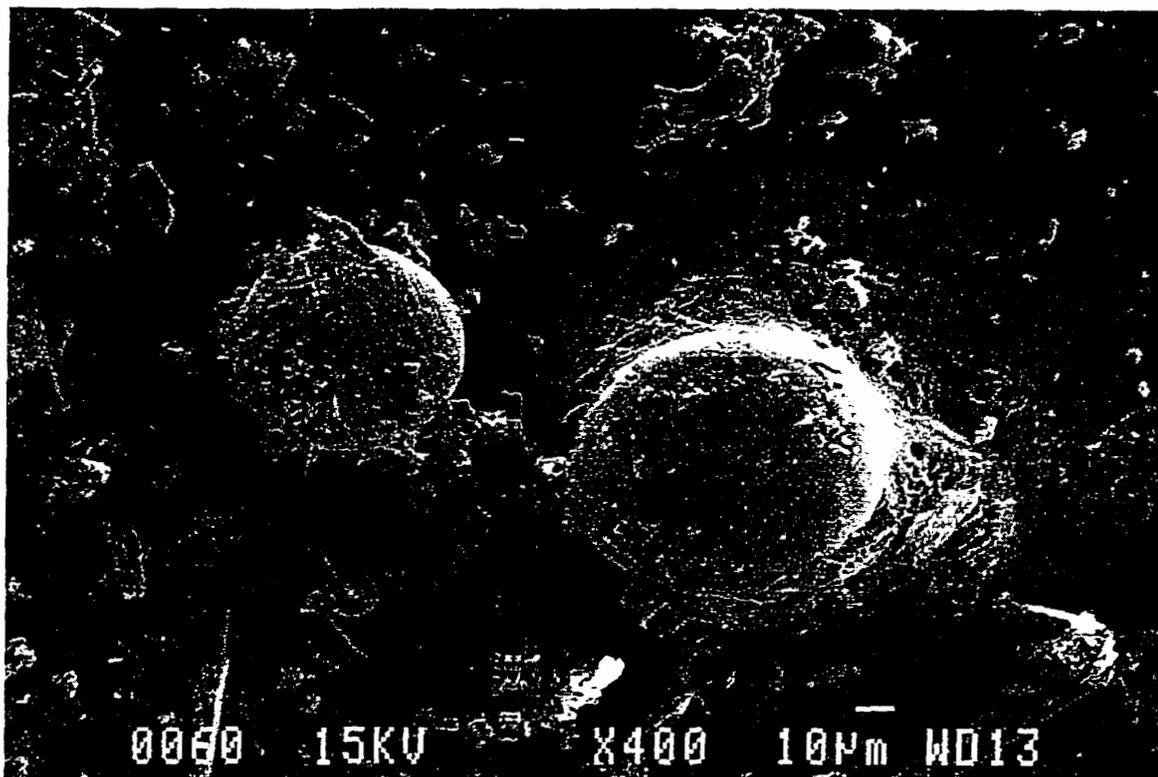


Figure 2-41 : Échantillon de laitier 2, Nodules sur la phase vitreuse

La surface vitreuse des échantillons de poudre 2 est parsemée de petits nodules noirs, brillants, ronds ou irréguliers. Les figures 2-40 et 2-41 montrent des images des nodules insérés dans la couche vitreuse, et entourés de nombreux autres nodules plus petits, et de multiples cristaux.

Les spectres rayons X ont montré que les nodules sphériques très réguliers sont du carbone pur. Le carbone n'a donc pas été entièrement consommé avant que le flux ne pénètre dans l'interstice. Les autres nodules, un peu moins réguliers, sont de l'oxyde de fer, FeO. Ils proviennent de l'oxydation de la peau d'acier qui est en contact avec cette couche vitreuse. D'autres nodules ont aussi une forme sphérique, mais semblent formés de petits amas. Ils s'agit de composés dont la formulation chimique ressemble à celle de la matrice, mais quelques éléments sont en plus grande quantité.

2.2.6.4.2. Surface cristalline

La surface cristalline est constituée d'amas de compositions chimiques un peu différentes. La surface de certains échantillons est recouverte de petits cristaux de couleurs différentes. Les spectres de ces cristaux ont montré que leur composition chimique est différente.

2.2.6.4.3. Les coins

La structure des coins observée au microscope optique se retrouve au M.E.B. . La porosité est concentrée dans une seule couche cristalline, comme sur les autres échantillons de la paroi du moule

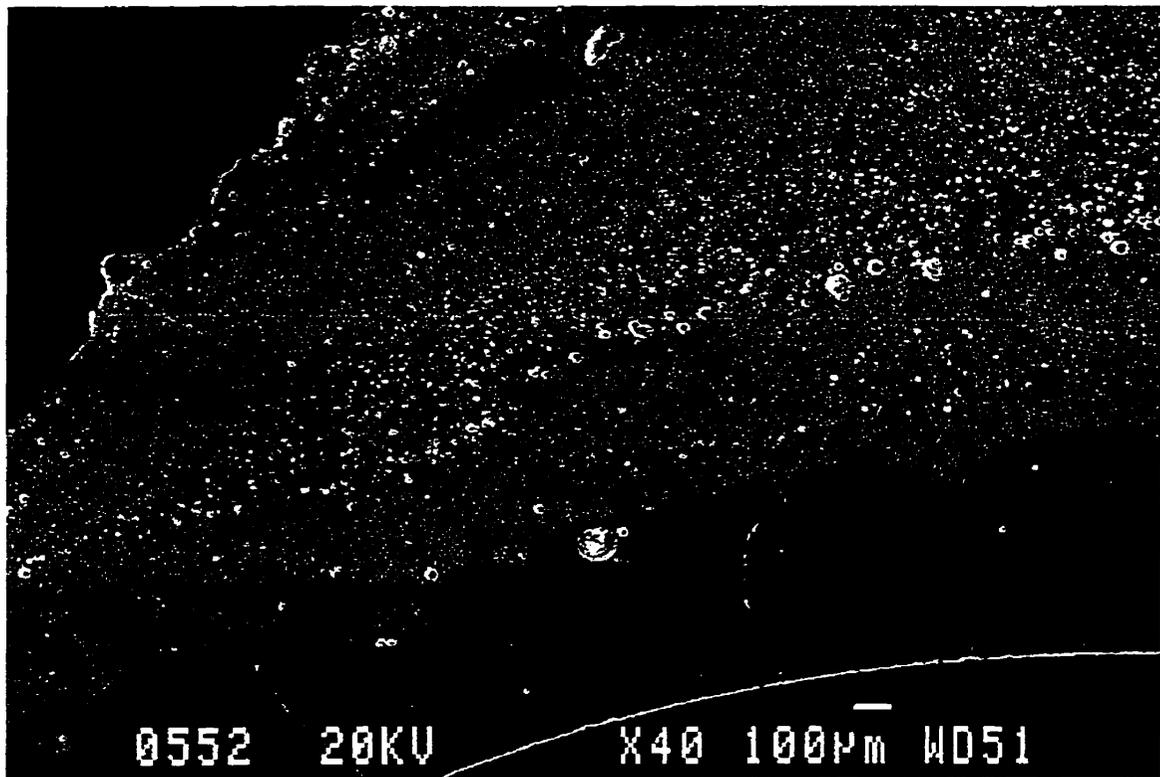


Figure 2-42 : Coin de laitier 1

2.2.6.4.4. Structure cristalline

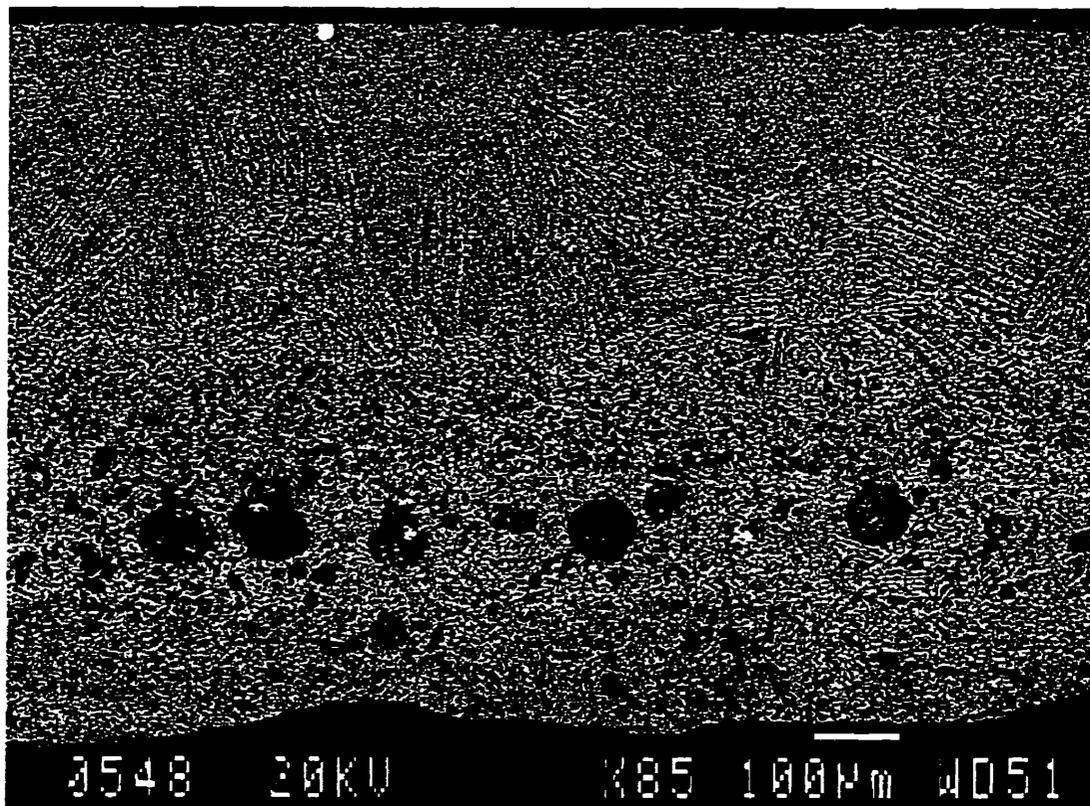


Figure 2-43 : Les différentes couches dans un échantillon de laitier

La figure 2-43 présente la structure cristalline de la coupe d'un échantillon. Nous distinguons quatre structures cristallines différentes, et une couche vitreuse.

Contre la paroi du moule se trouve une couche cristalline désorganisée. La figure 2-44 la représente. Elle contient du verre entre les cristaux et il n'y a pas d'orientation privilégiée. Il s'agit donc d'une structure cristalline issue de la dévitrification d'un verre. La composition chimique des cristaux diffère un peu de celle de la phase vitreuse car ils contiennent un peu plus de calcium. Il y a donc eu ségrégation. La phase vitreuse a donc un indice de basicité moins élevé, elle est donc plus visqueuse et ne peut plus cristalliser. Le diagramme TTT de cette phase a une zone de formation des cristaux différente de la phase cristallisée.

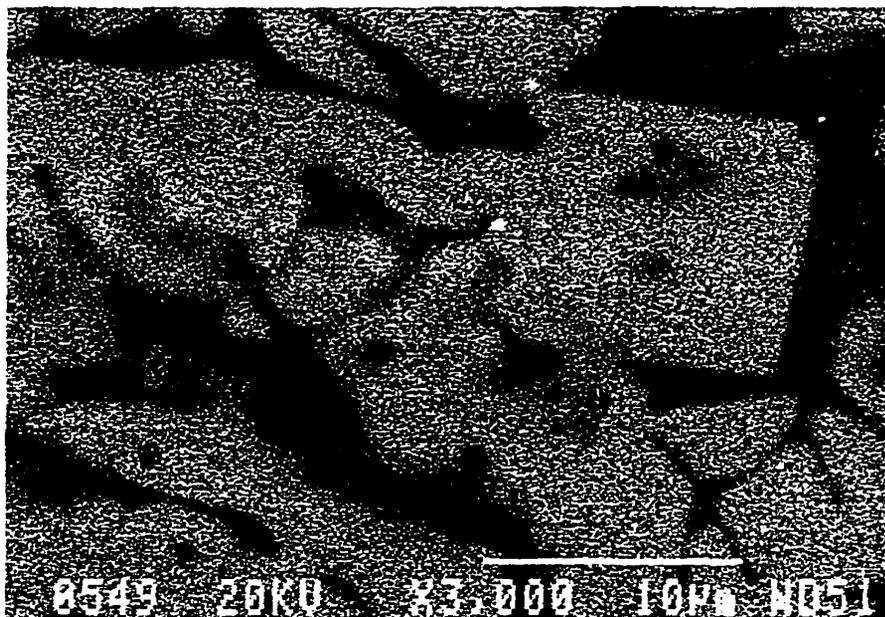


Figure 2-44 : Cristaux entourés de phase vitreuse

La deuxième couche cristalline contient toute la porosité. Les pores sont relativement gros et répartis (*figure 2-48*). Il se peut que ces pores soient dus aux carbonates contenus dans la poudre, ou bien à l'hydrogène provenant de l'acier.

La troisième phase cristalline est aussi une phase sans ordre apparent. Sa structure est très semblable à celle de la première couche cristalline. La figure 2-46 représente la limite entre les couches cristallines 3 et 4. Nous pouvons observer que les cristaux n'ont pas de direction préférentielle. Mais progressivement, ils prennent une direction orthogonale aux couches de laitier, pour former des dendrites dans la quatrième couche cristalline.

La quatrième couche est formée de dendrites orientées préférentiellement orthogonalement au film de laitier (*figure 2-45*). Autour de ces dendrites se trouve la phase vitreuse. Elle contient peu de pores. La présence des dendrites montre que durant la coulée, la phase vitreuse observée était liquide visqueuse (ou vitreuse peu visqueuse).

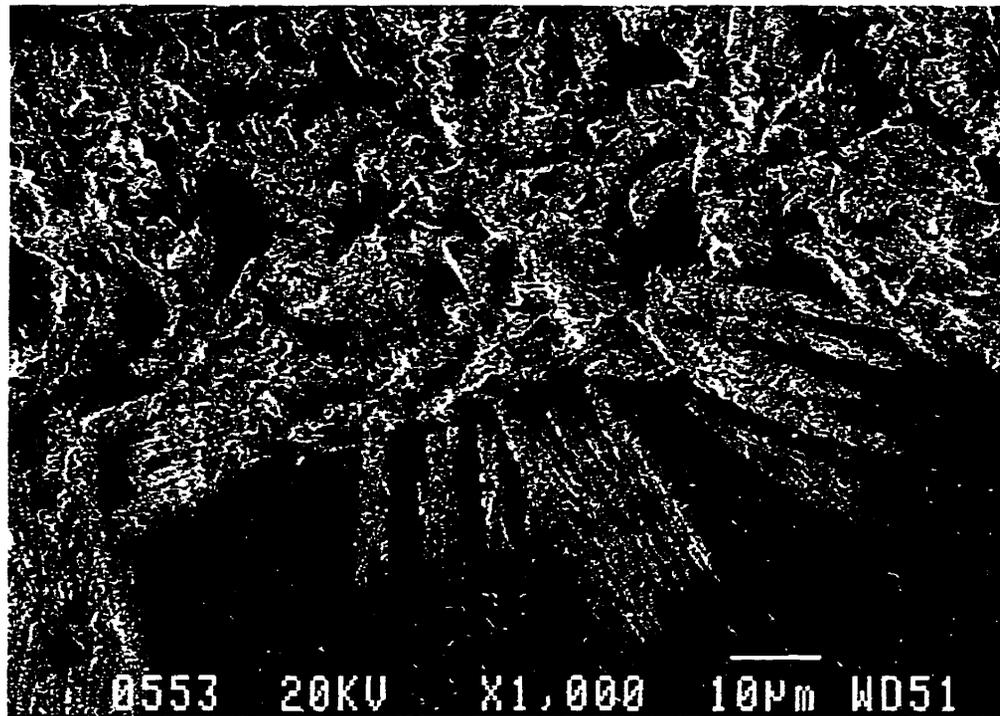


Figure 2-45 : Structure cristalline dendritique

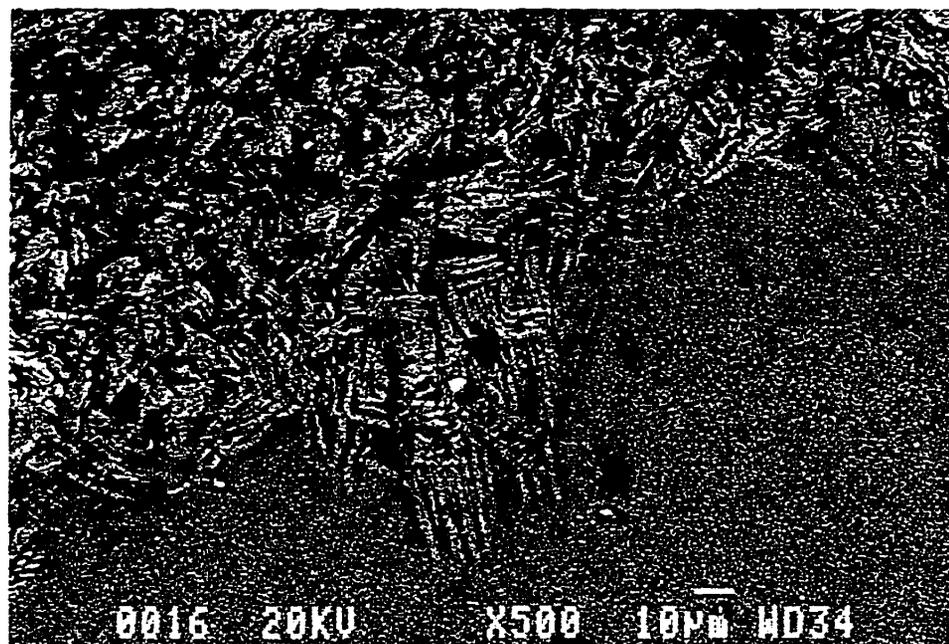


Figure 2-46: Dendrites et phase vitreuse

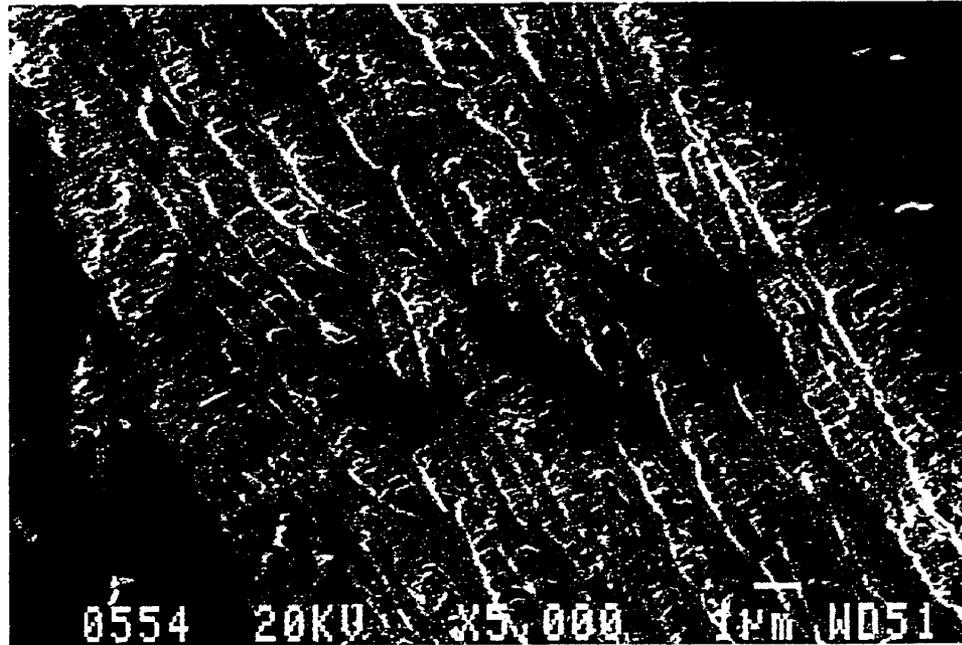


Figure 2-47 : Structure dendritique

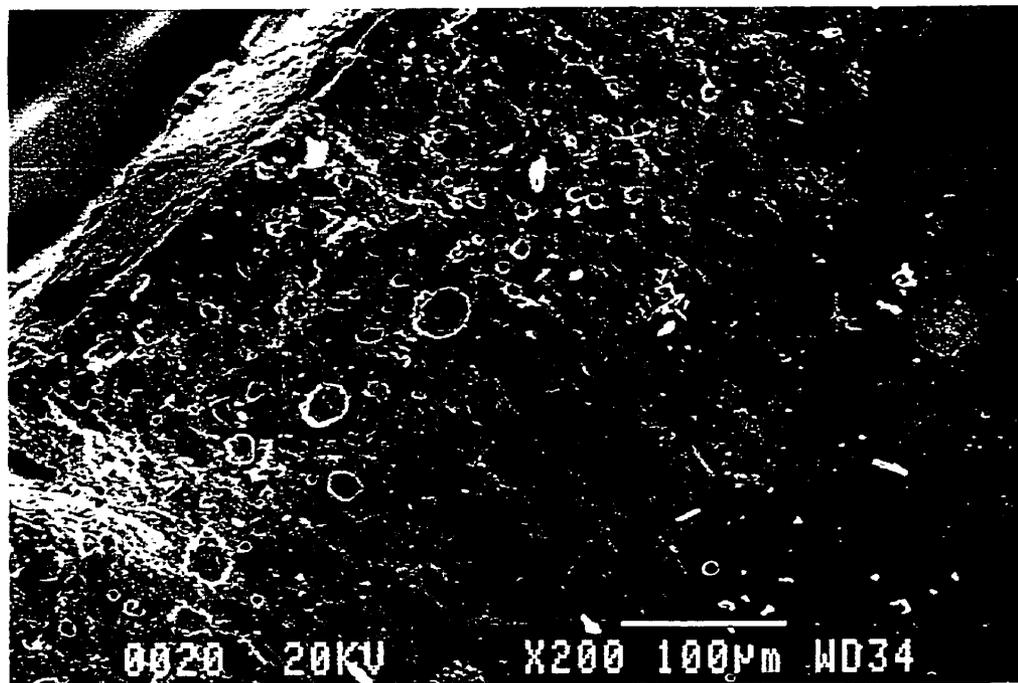


Figure 2-48 : Porosité concentrée dans une couche

2.2.6.4.5. Mise en évidence du bris du film de laitier cristallin

Le film de laitier cristallin se brise au cours de la coulée et est entraîné vers le bas du moule par la brame. Mais parfois, une partie de ce film est pris dans le film vitreux. La figure 2-49 montre un tel échantillon.

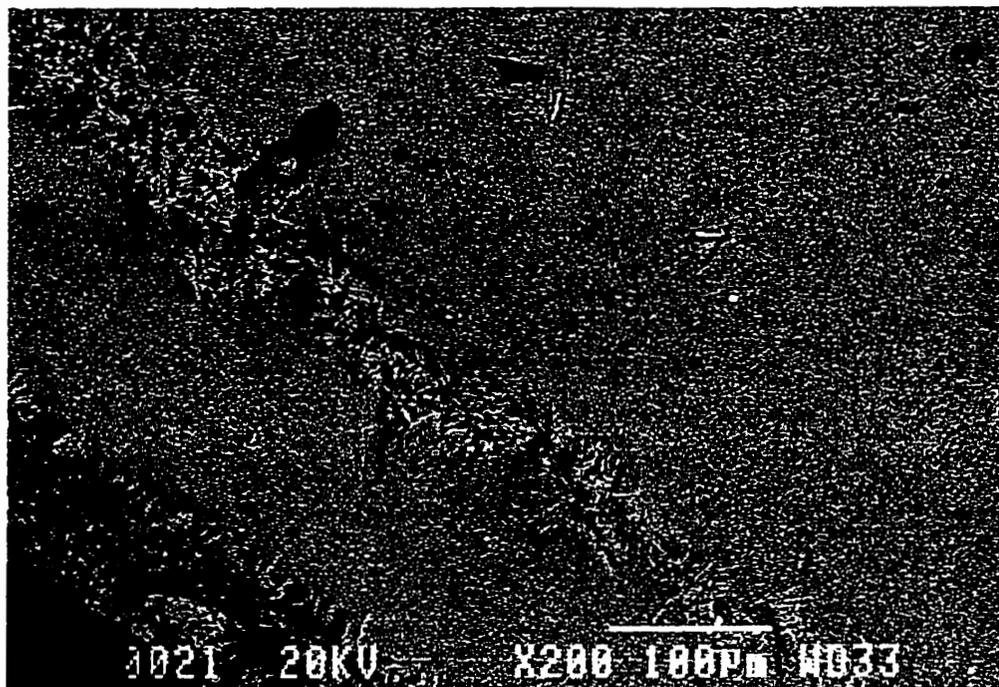


Figure 2-49 : Film cristallin pris dans le film vitreux

2.2.6.4.6. Échantillons collectés plus bas dans le moule

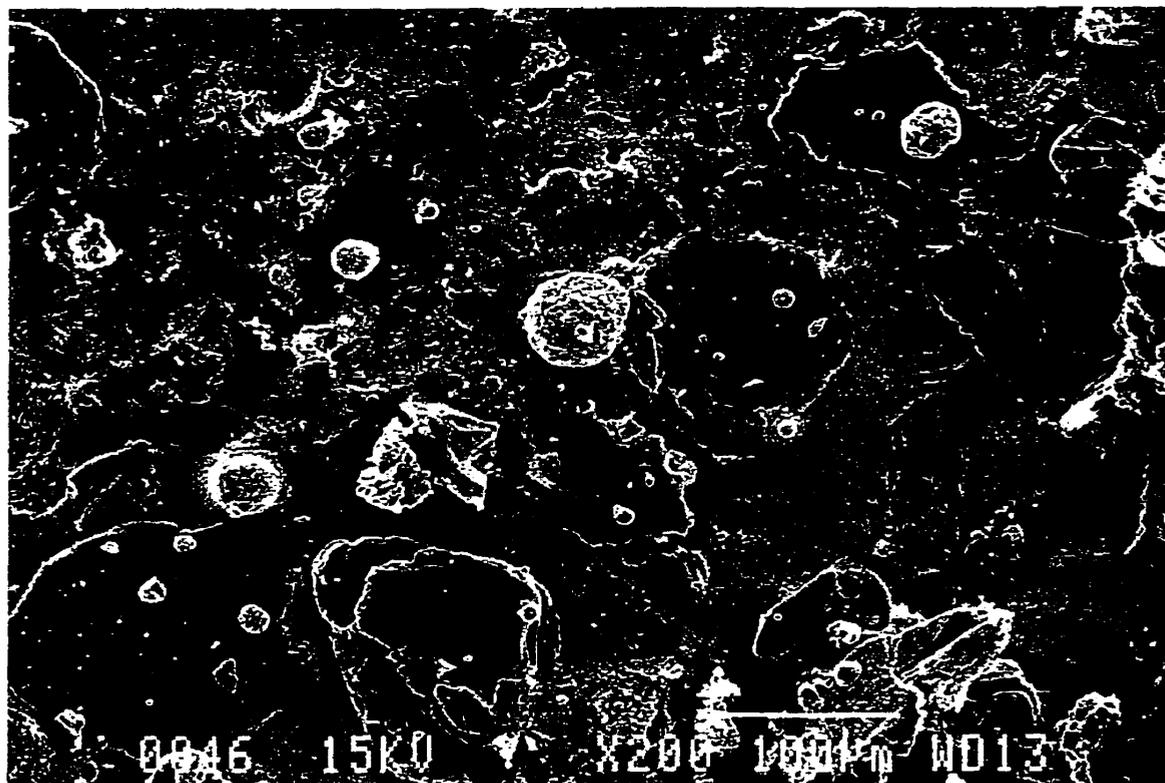


Figure 2-50 : Échantillon de laitier 2 collecté dans la partie basse du moule. Les plaques vitreuses sont arrachées et des particules sont collées à la surface

Plus bas dans le moule, la couche vitreuse devient tellement fine qu'elle est discontinue. Sur plusieurs échantillons, nous avons constaté que la couche vitreuse se limitait à quelques plaques, sous forme de feuilles. La figure 2-50 montre ces plaques.

De nombreux nodules sont présents, et leur nature est comparable à ceux trouvés sur la phase vitreuse des échantillons plus épais.

Entre ces plaques vitreuses apparaît la phase cristalline, qui a une structure en dendrite très marquée. Les figures 2-51 et 2-52 en donnent des images.

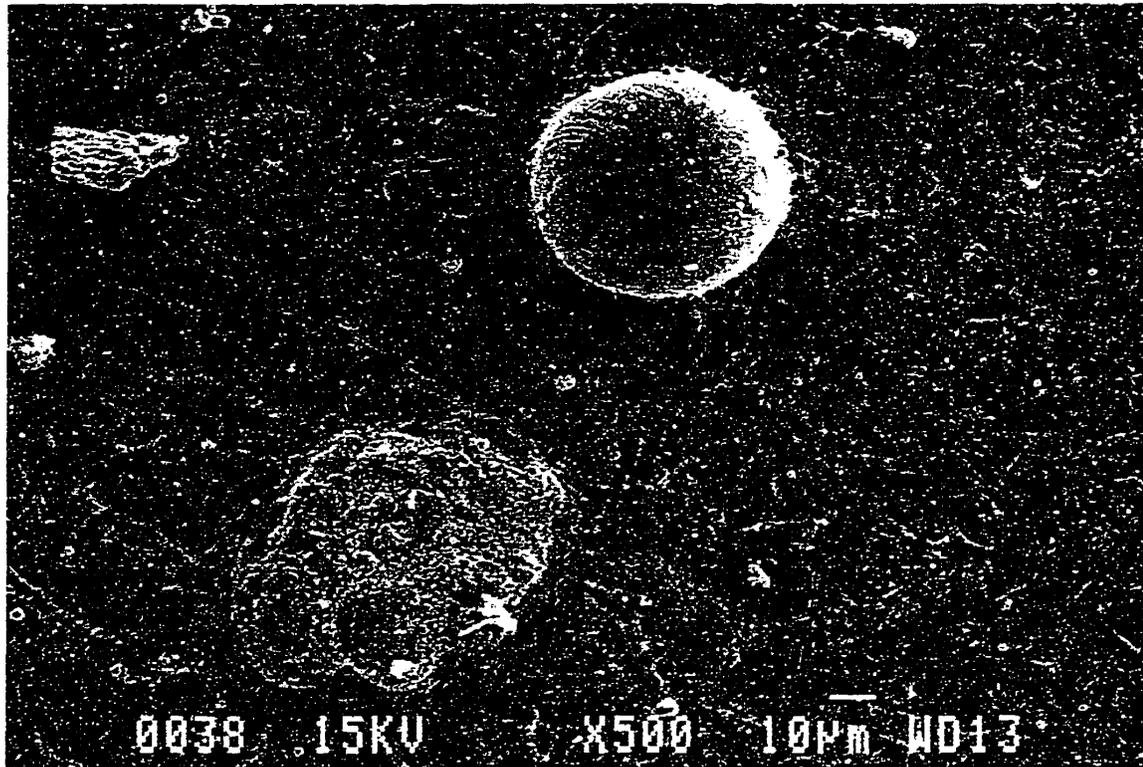


Figure 2-51 : Nodules sur la structure cristalline

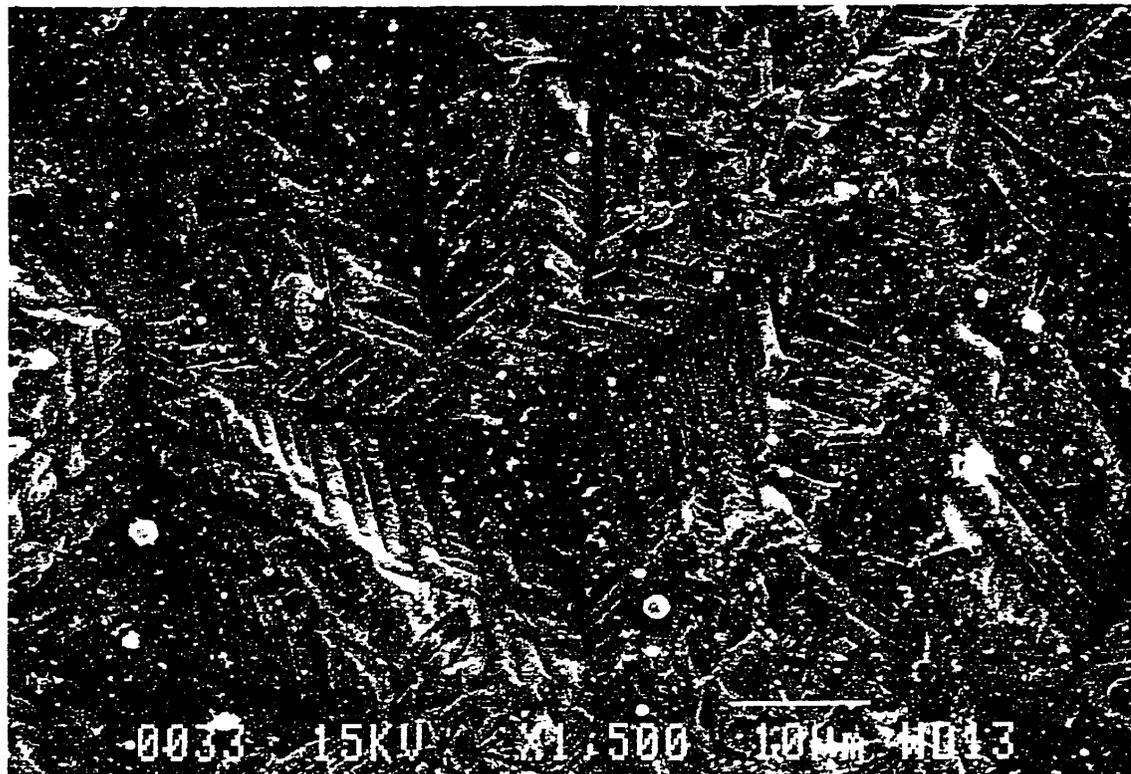


Figure 2-52 : Échantillon de laitier collecté dans la partie basse du moule, Structure cristalline

2.2.6.4.7. Analyse chimique des deux couches

Les spectres réalisés sur les deux couches, cristalline et vitreuse, sur des échantillons de la poudre 1 et de la poudre 2 montrent que la composition chimique est pratiquement la même. S'il y a ségrégation, elle est trop faible pour pouvoir être visible avec de tels spectres.

2.2.6.5. Comparaison des poudres

Tableau 2-8 : Comparaison des films de laitier pour les poudres 1 et 2

	Poudre1	Poudre2
Épaisseur de laitier	> 1,1 mm	0,8 à 0,2 mm
Consommation Unitaire	0,72 kg / m ²	0.59 kg / m ²
Viscosité à 1250 °C	120 centiPoise	240 centiPoise
Température d'apparition du premier solide (°)	1175 °C	1075
Indice de basicité	1.28	1.01

Les épaisseurs des échantillons collectés sont très constantes pour un flux donné. Mais elles sont très différentes d'un flux à l'autre. Ainsi, la poudre 3 crée un film de laitier tellement fin qu'il est difficile à observer en fin de coulée, et impossible à collecter. La poudre 2 crée un film plus épais, et la poudre 1 crée le film le plus épais.

En comparant les propriétés physiques des poudres nous constatons que lorsque le film de laitier a tendance à être plus cristallin, il est plus épais.

En effet, l'indice de basicité de la poudre 1 est plus élevé que celui de la poudre 2. Le laitier 1 aura donc plus tendance à cristalliser que le laitier 2. Or le film de laitier 1 est plus épais que le 2.

De même, la température d'apparition du premier solide de la poudre 1 est plus élevée que celle de la poudre 2, et la viscosité du flux 1 est moins élevée que celle du flux 2. Cela confirme que le laitier 1 aura plus tendance à cristalliser que le laitier 2.

2.2.6.6. Mécanisme de formation

2.2.6.6.1. Mécanisme de formation de la phase cristalline

Le flux qui s'infiltré dans l'interstice entre en contact avec la paroi du moule refroidie à l'eau. La température du flux est environ 1300°C, et la température de la paroi du moule est environ 200°C. Le flux est donc trempé, et le taux de refroidissement est très élevé. Il se forme donc une couche de laitier vitreux contre la paroi de moule.

Les diagrammes T.T.T. des poudres de coulée montrent que la cristallisation n'a pas lieu avec des taux de refroidissement élevés. Elle est favorisée par des taux de refroidissement intermédiaires.

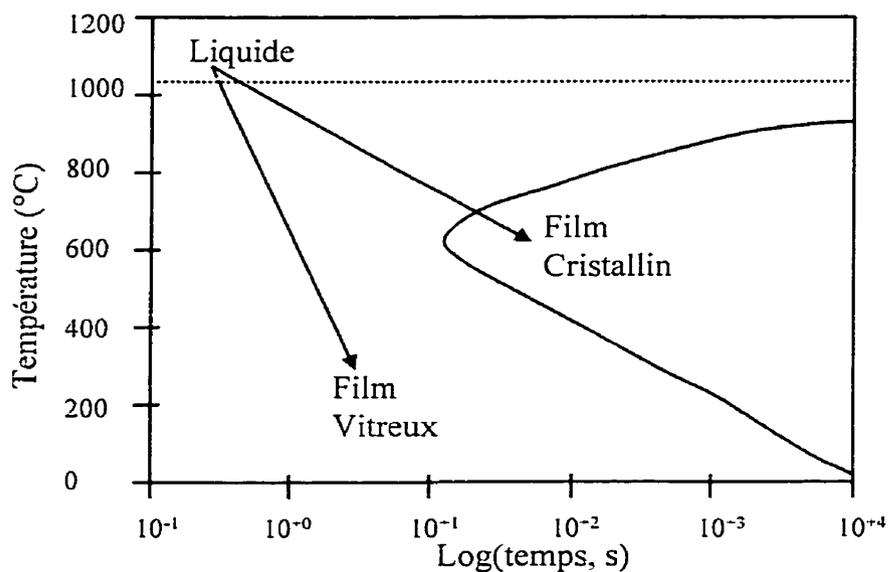


Figure 2-53 : Diagramme T.T.T. d'une poudre de coulée

Le laitier qui se trouve contre la paroi du moule est refroidi très rapidement, et devrait donc être vitreux. En revanche, le laitier contre la peau d'acier connaît un refroidissement beaucoup plus progressif, et peut donc être cristallin.

Or des échantillons de laitier pris sur la paroi du moule à la fin de la séquence montrent l'existence d'une couche cristalline contre la paroi du moule, et d'une couche vitreuse contre la peau d'acier. (12)

O'Malley et Neal (12) ont montré que la couche de laitier contre le moule est stationnaire. Son temps de résidence dans le moule est beaucoup plus élevé que celui de la peau de la brame, et que celui de la partie du laitier contre cette peau. Par conséquent, même si ce film se trouve dans la zone du diagramme T.T.T. où la croissance des cristaux est très lente, la cristallisation peu tout de même avoir lieu.

Deux mécanismes permettent d'expliquer la formation de cette couche cristalline malgré le fort taux de refroidissement. Les deux mécanismes ont pour hypothèse que le premier film qui se forme est vitreux.

La figure 2-54 présente les différentes zones du diagramme T.T.T. dont nous allons nous servir pour comprendre ces mécanismes. En haut du diagramme se trouve la zone où la germination des cristaux est difficile. Il faut en effet qu'ils atteignent une taille critique importante avant de pouvoir croître. Mais le verre peut cristalliser dans cette zone s'il existe déjà des germes de cristaux, comme dans un verre partiellement dévitrifié par exemple.

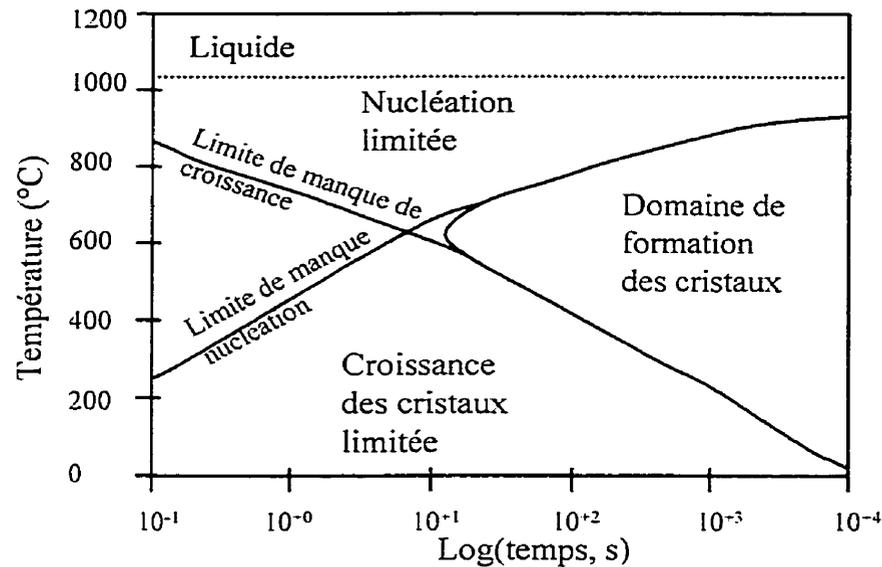


Figure 2-54 : Diagramme T.T.T. des poudres avec domaines de germination et croissance limitées

En bas du diagramme se trouve la zone où la cristallisation est empêchée par la lente croissance des grains. La température est basse, et la diffusion se fait difficilement. Il y a donc croissance des grains, mais trop lente pour pouvoir cristalliser le verre.

Le film vitreux formé au contact du moule demeure collé à la paroi, et est stationnaire. Son temps de résidence dans le moule est donc largement supérieur à celui de la peau d'acier. Par conséquent, même à des températures modérées, ce flux peut dévitrifier et former un film cristallin. Cela correspond au chemin représenté sur la figure 2-55. Un verre commence par se former dans la zone où la croissance est limitée, et ensuite il cristallise très progressivement.

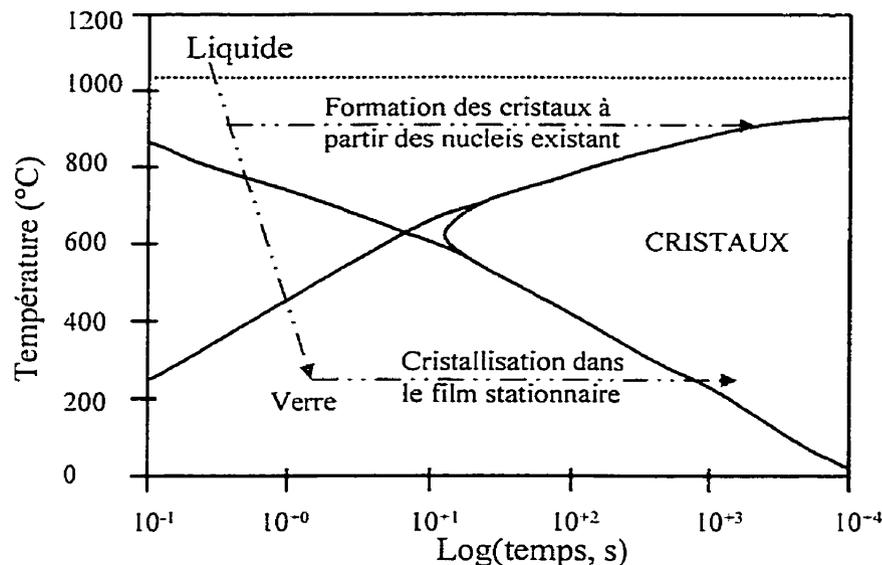


Figure 2-55 : Mécanismes expliquant la formation des cristaux dans le film de laitier

Ce film stationnaire est donc dévitrifié, et la zone un peu plus loin de la paroi du moule (0,5 à 1mm) contient de nombreux germes cristallins. Elle est soumise à une température plus élevée car elle est plus proche de la peau d'acier. Les cristaux peuvent donc croître. Ce cheminement est représenté sur la figure 2-55. Même si le verre se trouve dans la zone où la germination est difficile, il peut cristalliser car il contient déjà des germes.

La formation de la couche cristalline contre la paroi du moule va à l'encontre des diagrammes T.T.T. classiques. Mais elle peut être expliquée en tenant compte du temps de résidence du film dans le moule.

Une couche vitreuse se forme, puis se dévitrifie durant son séjour dans le moule. Les sites de germinations ainsi formés peuvent donner lieu à des cristaux dans la zone plus proche de la peau d'acier, soumise à des températures plus élevées. Ainsi, la cristallisation a lieu, même si nous sommes dans le domaine vitreux du diagramme T.T.T..

Le film de laitier dans le moule détermine le transfert thermique. S'il est cristallin, il se fracture périodiquement et sort du moule. La résistance de ce laitier et son habileté à rester collé au moule détermine donc les périodes transitoires de transfert thermique dans le moule.

2.2.6.6.2. Origine de la cristallisation

La question qui demeure est l'origine des premiers germes. Il peut s'agir d'impuretés, de carbone mal consommé, de carbonates ou de morceaux de poudre frittée entraînés dans l'interstice. Ce début de germination peut aussi avoir lieu à cause d'une séparation liquide-liquide. Le Li_2O contenu dans les poudres a une température de solidification élevée, et s'il se sépare des autres constituants, il peut créer des germes.

Enfin, les pores peuvent être à l'origine de ce début de germination. L'hydrogène contenu dans l'acier passe dans le film liquide, ou bien les carbonates mal consommés forment des bulles dans le film vitreux. Autour de ces bulles a lieu une ségrégation, et l'énergie est suffisante pour pouvoir former des germes. Si cette dernière hypothèse est vraie, cela explique que les pores soient concentrés dans une zone, et que de chaque côté de cette couche se trouvent deux structures cristallines très semblables, correspondant à la dévitrification d'un verre.

L'observation en cathodoluminescence montre la présence de cristaux identiques dans les parties cristalline et vitreuse. Mais ils se sont formés après la collecte des échantillons, lors du refroidissement. En effet, la cristallisation ne peut pas avoir lieu dans la partie du laitier vitreux.

Dans la zone proche de la peau d'acier, la reprise en alumine augmente la viscosité. Le verre sera donc plus difficile à cristalliser. De plus, une partie est probablement liquide, au moins dans la partie supérieure du moule, et il est difficile de propager des dendrites dans un liquide en mouvement. Les mouvements relatifs du moule et de la peau d'acier empêchent toute formation de cristaux dans cette partie.

De plus, le laitier contre la peau d'acier est entraîné avec la brame, et est remplacé rapidement. Le temps de résidence dans le haut du moule n'est donc pas suffisant pour cristalliser.

Par contre, plus bas dans le moule, la température diminue, le laitier devient moins liquide, et les cristaux ont le temps de se former. Si la température de cristallisation du laitier est inférieure à celle de la peau d'acier, il y a alors formation de cristaux dans cette dernière couche, et tout le film de laitier est cristallin.

Le laitier absorbe en grande partie les forces de scission entre l'acier et le moule. Or en haut du moule, la partie contre la paroi du moule est plus rigide. L'énergie qu'il reçoit peut être à l'origine du début de la cristallisation. Mais nous ne pouvons pas mesurer la force de scission en haut du moule. Les capteurs utilisés pour mesurer la force de friction dans le moule mesurent les forces globales, en grande partie dues au contact solide-solide dans le bas du moule.

Il ne faut pas oublier que lorsque le film de laitier descend dans le moule, il est soumis à un fort gradient de température qui fluctue constamment. Les changements de phases sont donc nombreux, et il est difficile d'en tenir compte car nous ne connaissons pas exactement les températures dans le moule.

2.2.6.6.3. Les coins

La structure multicouche des coins de laitier est difficile à expliquer. Il se peut qu'au début de la coulée, le laitier forme un angle plus marqué, et que la structure en deux couches se stabilise. Puis la tension de surface de l'acier ne permettant pas de pénétrer dans ces coins, le flux les comble. La cristallisation a alors lieu comme sur les parois, mais la couche la plus éloignée de la peau d'acier ne peut pas cristalliser. Elle était vitreuse dans le premier équilibre, et n'est plus à une température suffisante pour pouvoir cristalliser lors de ce changement de forme du coin de laitier. D'où la succession des couches cristalline, vitreuse, cristalline, vitreuse. Cela explique aussi pourquoi nous retrouvons les mêmes couches dans le coin que sur les parois, mis à part les deux les plus proches de la paroi du moule.

2.2.6.7. Limites de cette étude

Cette étude expérimentale a pour hypothèse que les échantillons collectés sur la paroi du moule sont représentatifs du film de laitier durant la coulée. Or rien ne le prouve.

En effet, avant la fin de la séquence, la vitesse de coulée est fortement réduite, et le film de laitier peut être modifié. En effet, O'Malley et Neal (12) ont montré qu'un changement de vitesse de coulée brise le film de laitier dans la partie inférieure du moule. Mais la rupture du film n'a probablement pas le temps de se propager jusqu'en haut du moule, car nous n'observons pas de fracture sur nos échantillons.

Le flux liquide est enlevé avant la fin de séquence, et les dernières oscillations du moule s'effectuent donc sans flux liquide pour remplacer le laitier qui est entraîné par la brame. Comme c'est principalement la couche vitreuse qui est remplacée au fur et à mesure (12), elle est peut être plus épaisse durant la coulée que sur les échantillons.

2.2.6.8. Conclusion

L'observation de ces échantillons prouve que le film de laitier est en partie cristallin, et que les cristaux se trouvent contre la paroi du moule. Plus le laitier descend dans le moule, plus il devient cristallin.

Le transfert thermique dans le film de laitier dépend donc non seulement des résistances aux interfaces, mais aussi de la conductivité thermique du laitier vitreux et cristallin. Cela explique que la résistance thermique soit très élevée entre la paroi du moule et le laitier, et plus faible entre la peau d'acier et le laitier. (13)

La couche cristalline a une conductibilité thermique beaucoup plus faible que le verre, et elle a tendance à se détacher de la paroi du moule. Elle crée donc des interstices d'air, qui limitent le transfert thermique à l'interface. Par contre, la couche vitreuse / liquide colle à la peau d'acier, et permet un bon transfert thermique. La résistance thermique globale du film de laitier est donc plus élevée que ce qui était supposé, et cela modifie les hypothèses du calcul du transfert thermique.

Les observations permettent de supposer que le film de laitier évolue de la façon suivante dans le moule :

- Au niveau du ménisque, le film de laitier est constitué de deux couches, une vitreuse et une cristalline
- En descendant dans le moule, la couche vitreuse se réduit, et la couche cristalline augmente peu. L'épaisseur globale du film de laitier est donc réduite.
- Plus bas dans le moule, la couche vitreuse est arrachée par plaques. Elle est suffisamment refroidie pour cela.
- Enfin, le film de laitier est seulement cristallin, très fin, voire discontinu.
- Ensuite, la contraction de la brame crée un décollement du moule, le film de laitier n'est donc plus maintenu contre la paroi du moule et tombe sous le moule.

De plus, ces observations remettent en doute la lubrification dans la partie inférieure du moule avec certains flux. En effet, dans la partie supérieure, le film de laitier présente une couche vitreuse / liquide qui permet de lubrifier en absorbant la scission. Mais plus bas dans le moule, le film de laitier est entièrement cristallin, pour certains flux dont la température de cristallisation est supérieure à la température de la peau d'acier à cet endroit. Il y a donc friction solide-solide, ce qui engendre des forces élevées qui peuvent causer la rupture du film.

Enfin, la présence de carbone sur les échantillons remet en doute la disparition totale du carbone avant l'infiltration du laitier dans l'interstice. Ce carbone pourrait être à l'origine des pores observés, et de la cristallisation.

3. CHAPITRE III ÉVALUATION DU TAUX DE FUSION DES POUDRES EN LABORATOIRE

La revue de la littérature et l'étude de l'utilisation des poudres dans les aciéries canadiennes nous ont montré la nécessité d'un test pour évaluer le taux de fusion des poudres en laboratoire.

Le montage construit permet de mesurer en continu la quantité de flux fondu. La poudre est ajoutée dans un creuset de graphite préchauffé, et fond. Dès qu'elle est fondue, elle passe par le trou au fond du creuset de graphite, et les gouttes de flux sont récupérées dans un autre creuset sous le four, pesé en continu. Cela permet d'évaluer le taux de fusion des poudres.

Nous avons choisi ce montage car il permet de reproduire les conditions de fusion de la poudre dans le moule lors de la coulée continue. En effet, la poudre est chauffée unidirectionnellement par le bas, et est mise en contact avec un corps à 1300°C. Cette température est approximativement celle du flux liquide dans le moule. C'est également le seul montage permettant de mesurer le taux de fusion en grammes par seconde, et non un taux de fusion moyen basé sur un temps de fonte.

Selon le choix des paramètres du test, les valeurs des taux de fusion mesurés peuvent être modifiés. Mais les comparaisons entre les poudres seront inchangées. Il est donc important de préciser que nous ne cherchons pas à donner une valeur du taux de fusion, mais à comparer les taux de fusion de différentes poudres.

Après une description du montage et de la procédure expérimentale, les courbes obtenues sont présentées. Les taux de fusion des poudres poudreuses testées sont différents, et les mesures sont reproductibles.

3.1 DESCRIPTION DU MONTAGE

3.1.1. Instrumentation

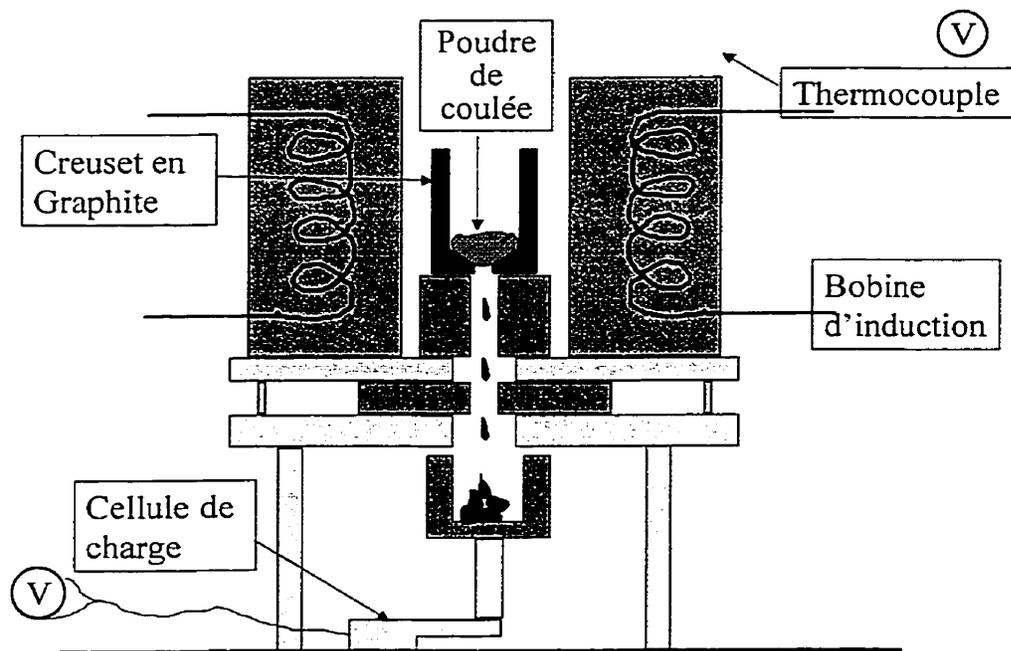


Figure 3-1 : Schéma du montage utilisé pour évaluer le taux de fusion des poudres de coulée en laboratoire

3.1.1.1. Le four à induction

Le four à induction est constitué d'une bobine coulée dans du béton réfractaire. Le pourtour extérieur est recouvert d'un isolant. Les caractéristiques du four sont les suivantes : fréquence 3 kHz, 50 kW, 220 KVA. Le fond du four est constitué d'une plaque en amiante-ciment, percée en son milieu pour laisser passer le flux. Les pieds du four sont posés sur une autre plaque en amiante-ciment, également percée. La puissance du four peut être modifiée manuellement en tout temps. Cela permet de maintenir une température constante.

3.1.1.2. Le creuset

Le creuset est en graphite afin de pouvoir le chauffer par induction. Il est cylindrique, et le fond est incliné d'un angle de 30° pour permettre au flux de couler dès qu'il est fondu. Le trou percé au fond fait 3,7 mm de diamètre. La figure 3-2 présente le plan des creusets utilisés.

Le fond du creuset présente une surface suffisante pour pouvoir considérer que l'apport de chaleur est unidirectionnel.

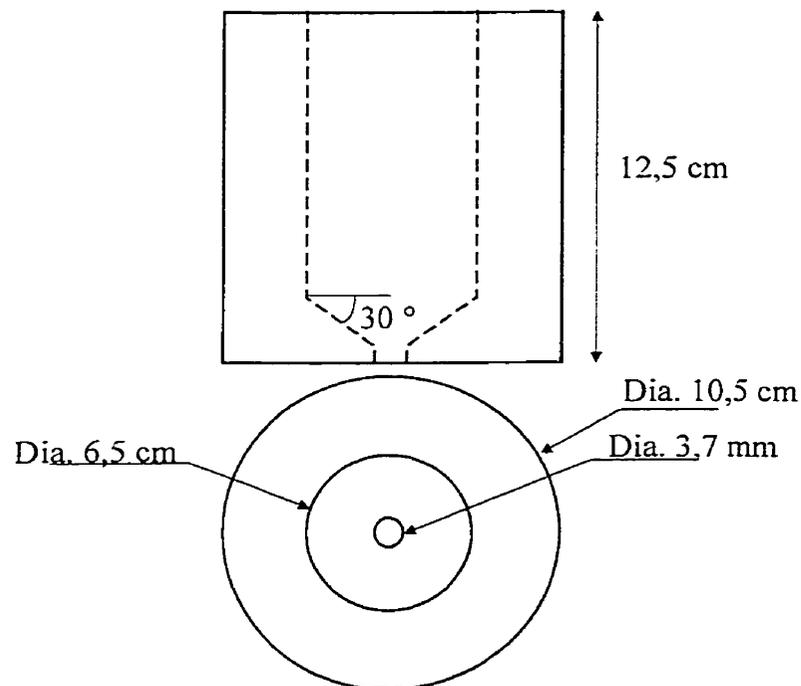


Figure 3-2 : Plan du creuset de graphite

3.1.1.3. Le système récupérateur

Un cylindre réfractaire percé en son milieu est placé sur le fond du four. Il permet de soutenir le creuset en graphite et de le placer au milieu du bobinage du four, afin d'optimiser la puissance de l'induction.

Entre le fond du four et la plaque en béton qui le soutient se trouve une brique réfractaire, composée de 80 % de MgO. Elle est percée en son milieu. Cela permet de diminuer les pertes de chaleur. Les gouttes de flux liquide peuvent alors se rendre plus facilement dans le creuset récupérateur.

Le creuset récupérateur est lui-aussi composé de réfractaire comprenant 80 % de magnésie. Il mesure 7 cm de hauteur, et son diamètre intérieur mesure 4 cm.

3.1.1.4. Méthode pour mettre la poudre

La poudre est ajoutée dans le creuset chaud à l'aide de sacs en papier. Ils brûlent et libèrent la poudre, qui n'est pas compactée.

3.1.1.5. Thermocouple

Le thermocouple utilisé est un thermocouple de type B, avec une gaine d'alumine. La longueur de la gaine est de 70 cm, afin que la connexion avec les fils de rallonge se fasse suffisamment loin du four. Les interférences sont ainsi diminuées.

Durant l'essai, la jonction se trouve dans un trou pratiqué dans la paroi du creuset de graphite. Elle est plongée dans la poudre d'alumine, pour éviter que le platine réagisse avec le monoxyde de carbone.

3.1.1.6. Cellule de charge

La cellule de charge permet de mesurer des poids allant de 0 à 3 kg. Elle est installée sous le moule, sur un support rigide. Sa sortie analogique permet d'enregistrer en continu le poids mesuré. Elle pèse le creuset récupérateur et le flux tombé au fur et à mesure. Elle est calibrée avant chaque essai.

3.1.1.7. Pyromètre optique et acquisition de données

Un pyromètre optique est utilisé pour mesurer la température du creuset. L'acquisition de la température et du poids se fait toutes les 5 secondes grâce à deux modules d'acquisition analogiques.

3.1.2. Procédure

Le creuset est préchauffé à 1300°C. La poudre est alors ajoutée. Dès qu'elle est fondue, elle coule et lorsqu'il n'y a plus de flux dans le creuset de graphite, le test est stoppé.

3.2 ANALYSE DES RÉSULTATS

3.2.1. Les poudres testées

Tableau 3-1 : Composition et propriétés des trois poudres testées

	Poudre 1	Poudre 2	Poudre 3
Point de ramollissement I (°C)	1030	1015	940
Point de ramollissement II (°C)	1050	1035	970
Point de ramollissement III (°C)	1070	1055	1000
Viscosité @ 1250°C Poise	1.2	2.4	1.95
Viscosité @ 1300°C Poise	0.95	1.8	1.5
Viscosité @ 1400°C Poise	0.65	1.15	1
Température d'apparition du comportement solide °C	1175	1075	1020
% C Total	5.7	6	6
% C Libre	4.7	5.1	5.1
Épaisseur de liquide dans le moule en mm	12	16	37
Épaisseur de laitier sur la paroi	épais	Peu épais	très peu épais
Taux de consommation	0.72	0.48	0.34

3.2.2. Les courbes brutes

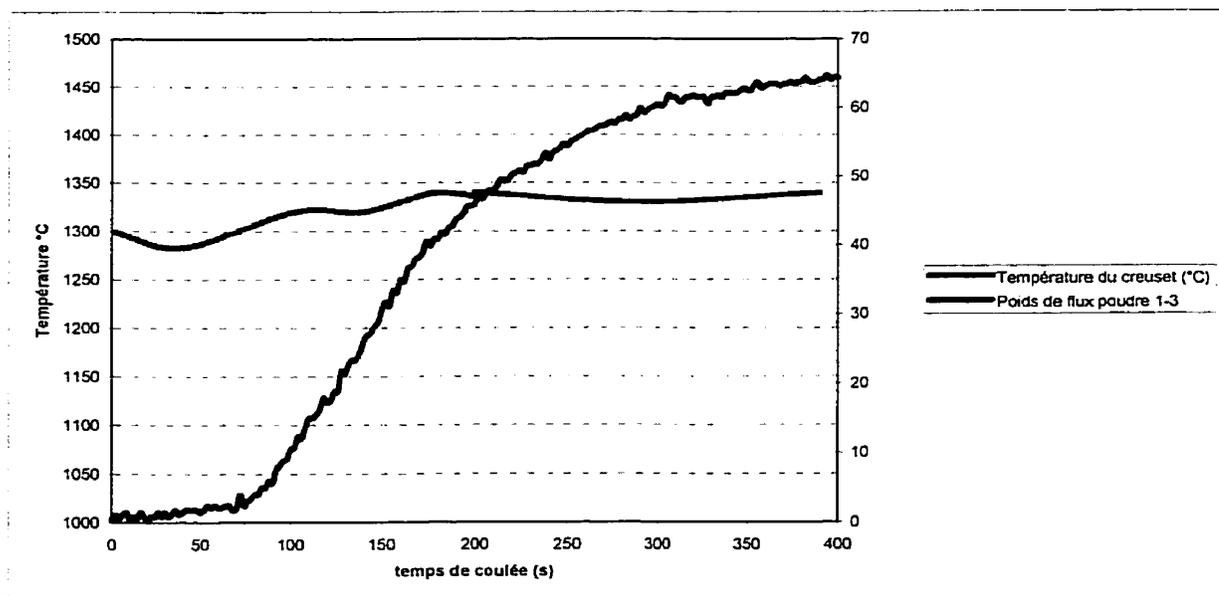


Figure 3-3 : Exemple de courbe brute

Le temps zéro correspond à l'instant où la poudre a été mise dans le creuset. La température du creuset a été mesurée avec le pyromètre optique. Les mesures effectuées avec le thermocouple sont peu fiables car elles dépendent de l'endroit où se trouve le thermocouple dans la paroi du creuset.

3.2.3. Traitement des résultats

3.2.3.1. Temps avant la première goutte

La durée entre l'instant où la poudre a été mise dans le creuset et celui où la première goutte tombe a été évaluée pour chaque essai. Mais c'est un paramètre assez peu reproductible, et il ne permet pas de différencier les poudres.

Nous avons donc tracé les courbes en considérant que le temps zéro était l'instant où la première goutte tombe. Cela permet de comparer les taux de coulée des poudres.

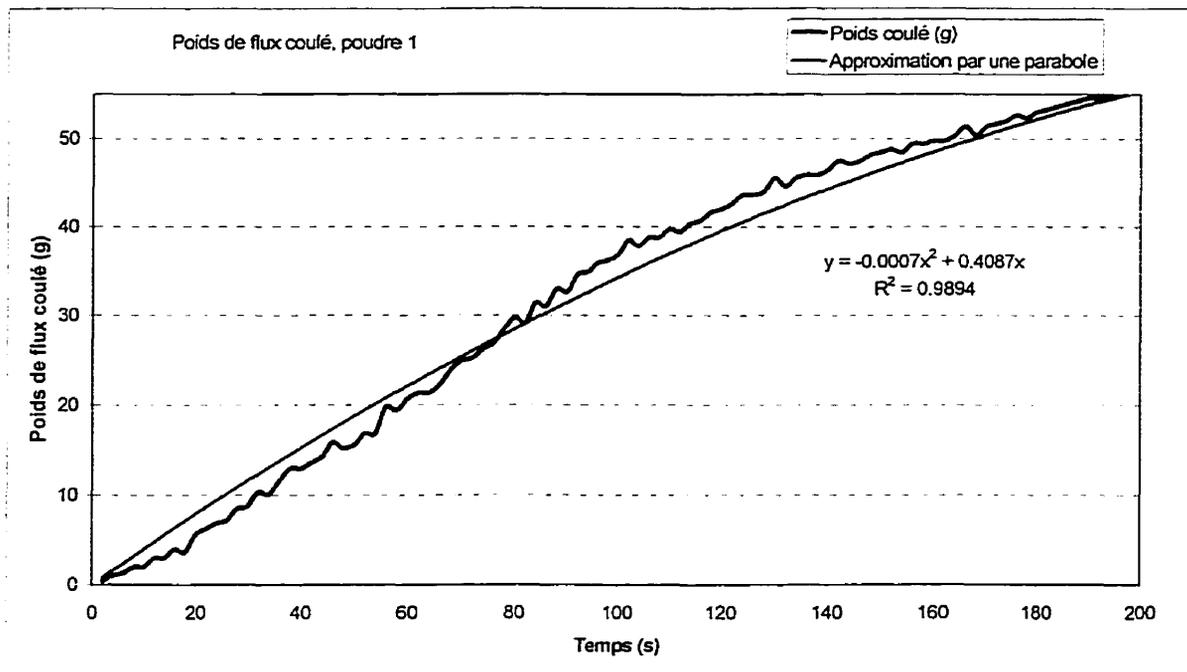


Figure 3-4 : Exemple de courbe donnant le poids de flux coulé au cours du temps

3.2.3.2. Calcul du taux de fusion

Le taux de fusion est évalué en grammes par secondes. Il peut être calculé toutes les 5 secondes en mesurant le poids de flux coulé. Les courbes obtenues sont très irrégulières, et difficiles à modéliser. La figure 3-5 montre une telle courbe.

L'approximation par une droite de pente négative est possible, mais le coefficient de corrélation est éloigné de 1. Cette mesure du taux de fusion est donc peu précise. L'approximation par un polynôme n'est guère plus fiable.

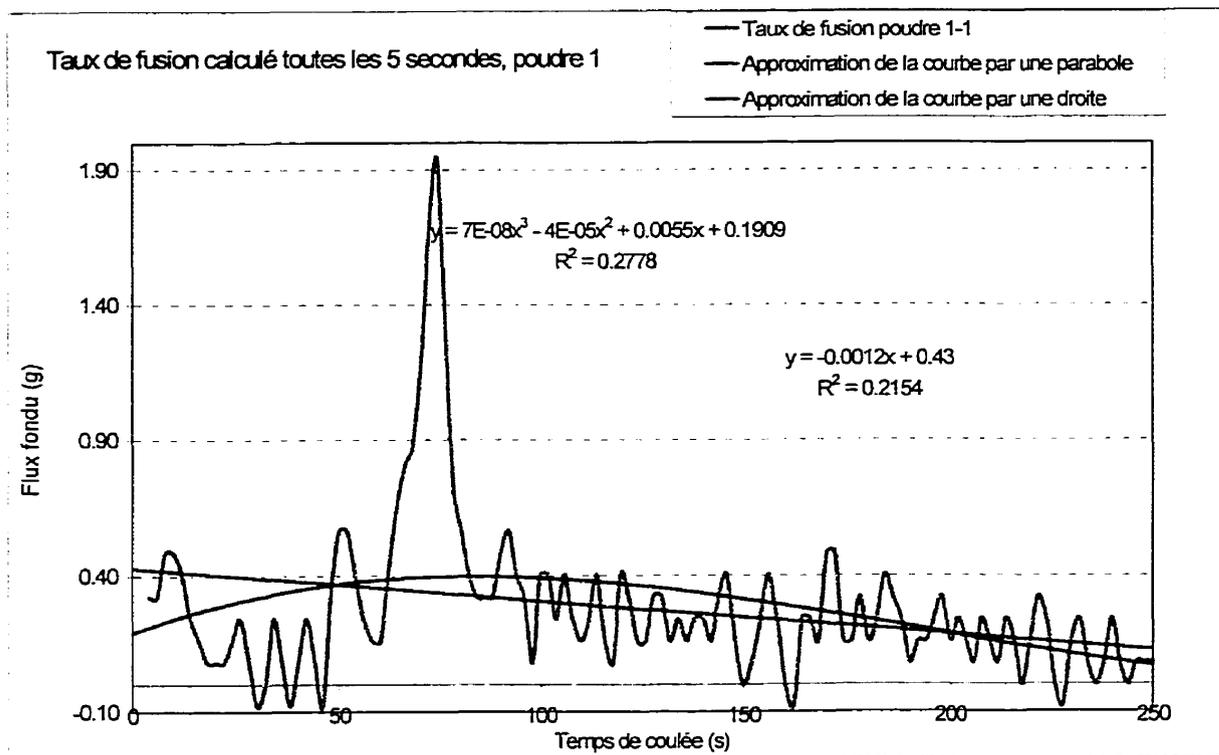


Figure 3-5 : exemple de courbe obtenue par le calcul du taux de fusion toutes les 5 secondes

3.2.3.3. Approximation par une parabole et dérivation

Les courbes représentant le poids de flux coulé en fonction du temps peuvent être modélisées par une parabole. Le coefficient de corrélation est alors proche de 1 pour tous les essais. L'équation de cette parabole est alors dérivée pour obtenir la relation du taux de fusion en fonction du temps.

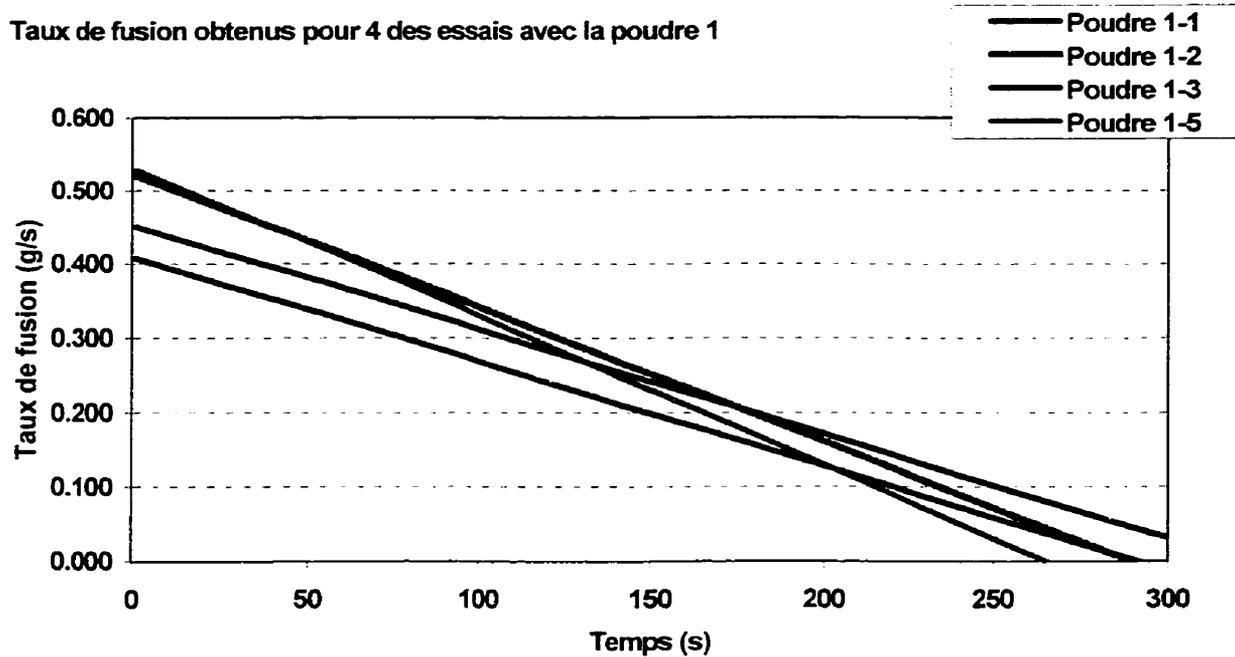


Figure 3-6 : Taux de fusion en fonction du temps pour différents essais de la poudre 1

3.2.4. Signification des résultats

3.2.4.1. Comportement en fusion des poudres et paramètres importants

Le comportement en fusion des trois poudres est similaire. Il est difficile de différencier les trois poudres en comparant les courbes brutes. C'est pourquoi nous avons comparé les taux de fusion de ces poudres.

La fusion des poudres poudreuses semble être très sensible à la température du creuset. Si celle-ci est plus élevée, le flux s'écoule plus rapidement. La poudre fond en effet plus rapidement, mais la viscosité est aussi diminuée. Il est donc important de stabiliser la température du fond du creuset avant de mettre la poudre, et de s'assurer que les températures des essais sont comparables.

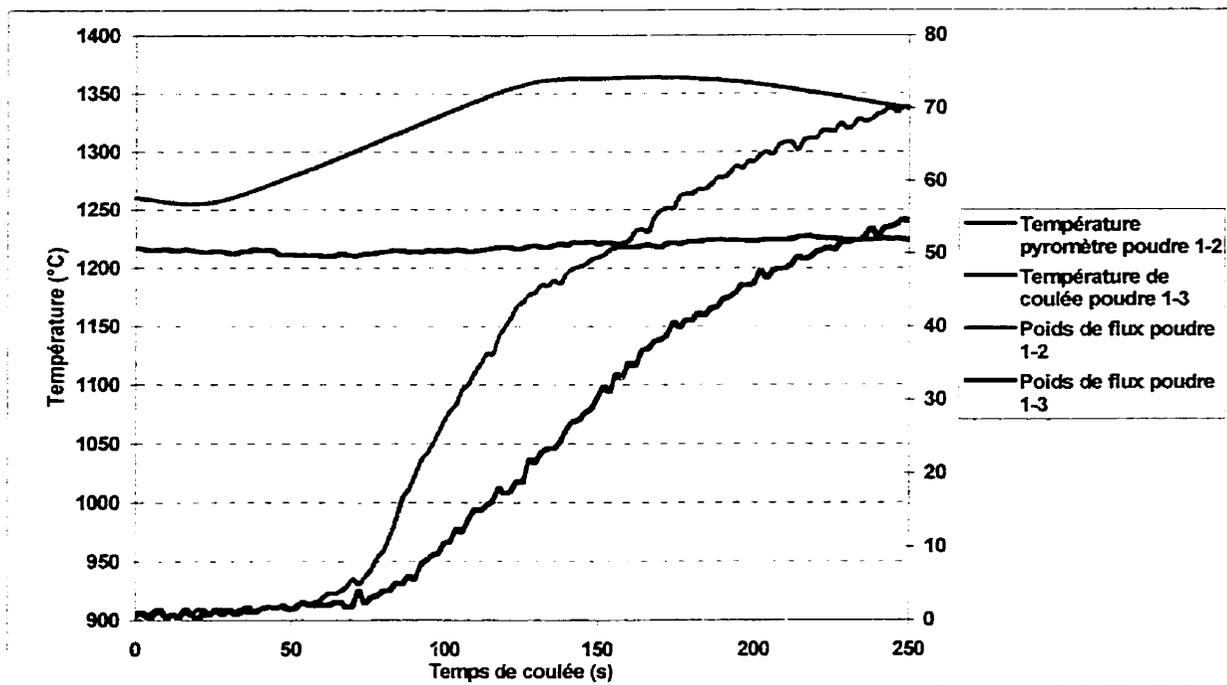


Figure 3-7 : Influence de la température sur la fusion de la poudre

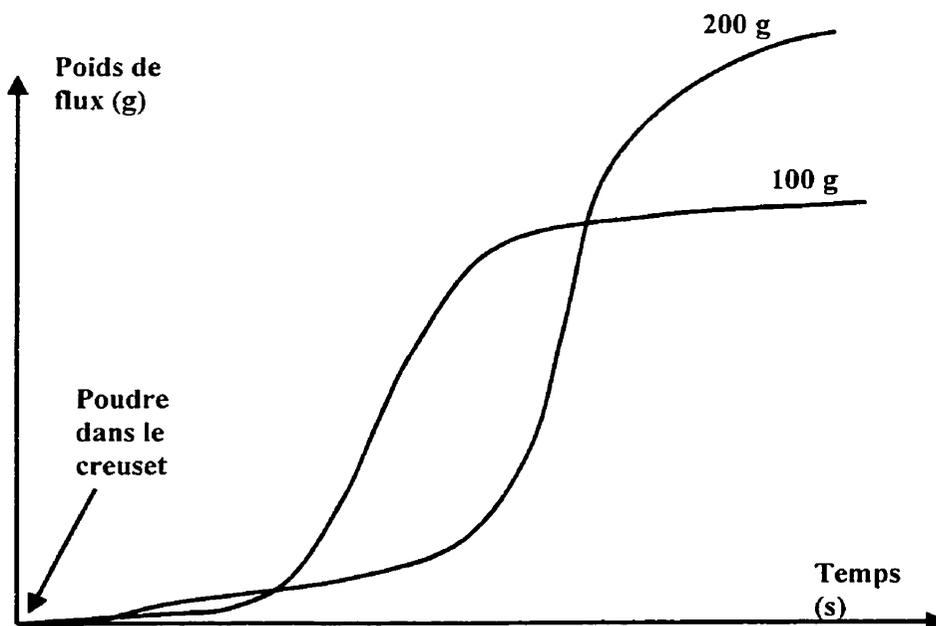


Figure 3-8 : Courbes types pour différents poids de poudre ajoutés

D'autre part, la quantité de poudre ajoutée modifie la coulée du flux au cours du temps. Les formes typiques des courbes obtenues pour 100g et 200g de poudre sont présentées sur la figure 3-8. Malgré ce comportement légèrement différent, les taux de fusion obtenus sont comparables pour une poudre donnée. Cependant, pour éviter de faire intervenir ce paramètre, les comparaisons des taux de fusion des poudres ont été effectuées avec 100g de poudre seulement.

3.2.4.2. Taux de fusion

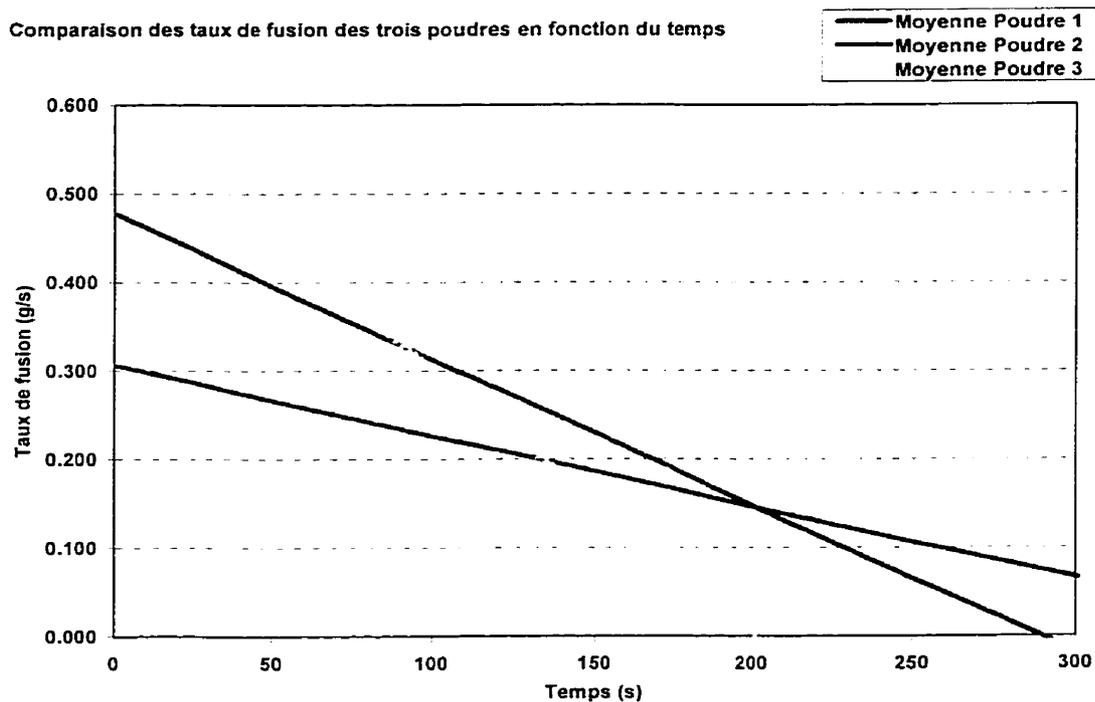


Figure 3-9 : Comparaison des taux de fusion des trois poudres testées

La figure 3-9 montre l'évolution du taux de fusion moyen des trois poudres en fonction du temps. Une poudre sera caractérisée par son taux de fusion au début de la coulée. Durant les 100 premières secondes de la coulée, le taux de fusion de la poudre 2 est plus faible que celui de la poudre 1, et le taux de fusion de la poudre 3 est le plus élevé.

Le taux de fusion des trois poudres diminue au cours du temps. Plus le taux de fusion est élevé au départ, plus il diminue rapidement. Si le flux coule plus vite au départ, il restera rapidement peu de poudre et de flux dans le creuset de graphite. La pression est alors fortement diminuée et le flux passe plus difficilement dans le trou. Après que la poudre a été mise dans le creuset, elle est oxydée et sa composition chimique est modifiée. La poudre qui coule après les 100 premières secondes n'est donc plus la même que celle de départ. La couleur du flux fondu récupéré sous le moule est aussi différente. C'est pourquoi il est préférable de comparer les poudres à l'aide du taux de fusion au début de la coulée.

La poudre 3 a la température de fusion la plus faible, et sa viscosité est comparable à celle de la poudre 1. Son taux de fusion est donc naturellement plus élevé. C'est aussi la poudre qui produit le plus de liquide dans le moule. Le montage permet donc de caractériser la fusion plus rapide de cette poudre.

Les deux autres poudres sont très proches par leur comportement dans le moule. Leurs températures de fusion sont aussi comparables, mais la viscosité de la poudre 2 est beaucoup plus élevée que celle de la poudre 1. Les taux de fusion mesurés font état de cette différence de viscosité. Le taux de fusion de la poudre 2 est plus faible que celui de la poudre 1. Cela correspond aux observations faites en usine. Les échantillons de laitier de la poudre 2 récupérés sur la paroi du moule sont plus fins que ceux de la poudre 1. En effet, même si la poudre fond à peu près à la même vitesse, et fournit la même épaisseur de liquide que la poudre 1, elle ne pénètre pas de la même façon dans l'interstice, car elle a une viscosité plus élevée. Elle forme donc une couche de laitier moins épaisse.

3.2.4.3. Reproductibilité

Malgré quelques courbes irrégulières, la plupart de courbes présentent la forme type de la figure 3-10. 8 essais ont été effectués pour la poudre 1, 6 pour la poudre 2, et 4 pour la poudre 3. Pour chaque poudre, au moins trois courbes très similaires ont été obtenues. Nos résultats sont donc reproductibles.

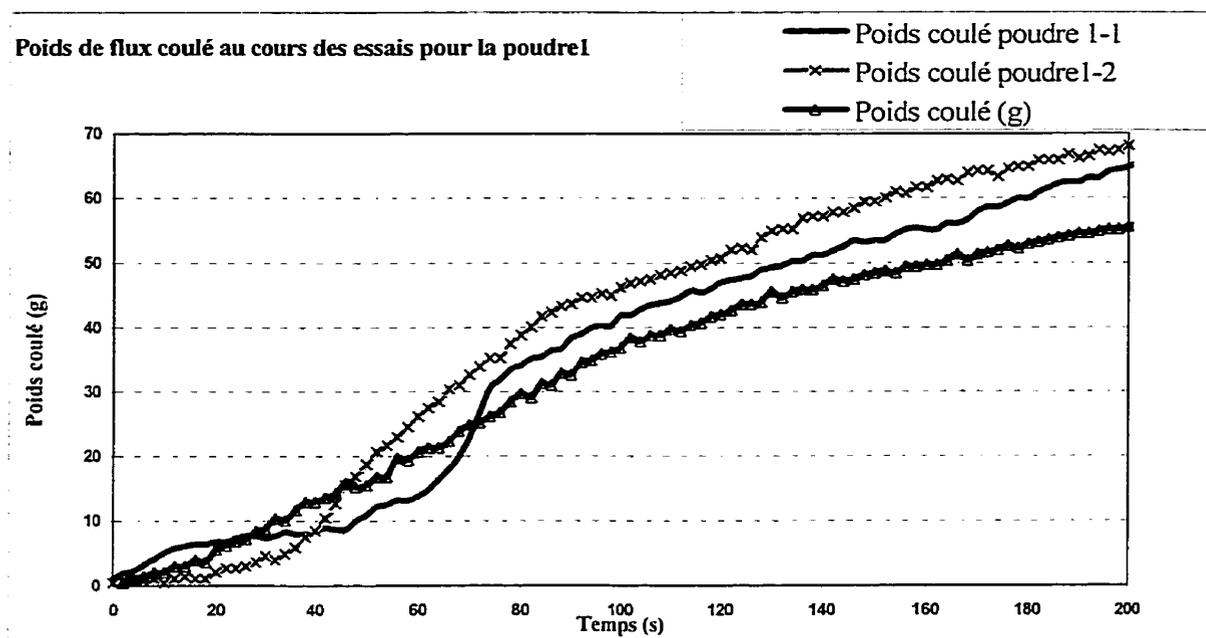


Figure 3-10 : Exemple de courbes semblables pour la poudre 1

3.2.4.4. Limites

3.2.4.4.1. Poudres granuleuses

Ce montage ne permet pas encore de mesurer le taux de fusion des poudres granuleuses. Il devra être adapté par la suite pour permettre au flux de couler dès qu'il est fondu.

La fusion des poudres granuleuses est en effet très différente de celle des poudres poudreuses. La fusion semble dépendre avant tout de l'oxydation du carbone contenu dans les granules. L'observation de la fusion de la poudre dans le creuset de graphite à 1300°C montre la formation de petite bulles de liquide à la surface de la poudre. Celles-ci coalescent pour former ensuite un film liquide, toujours à la surface. Au fond du creuset, la poudre ne change pas d'état. Seule une fine couche se fritte et forme une pellicule d'apparence élastique qui empêche la poudre et le flux de passer par le trou du creuset.

Ce phénomène peut être relié à la capacité d'isolation de ces poudres. Les granules s'organisent rapidement après la mise dans le creuset pour former un film dont la surface est plane. L'oxygène de l'air ne peut alors plus pénétrer dans les couches inférieures. Seule la surface peut être oxydée, et donc former du flux liquide.

Portée à 1500°C, la poudre granuleuse fond, mais il faut attendre que la totalité de la poudre soit fondue pour que la première goutte de liquide puisse couler. La mesure effectuée est alors une mesure de viscosité et non pas une mesure du taux de fusion.

Les granules étant vides, le transfert de chaleur du creuset à la surface se fait difficilement. C'est pourquoi la fonte de ces poudres demande plus de temps. Il est aussi nécessaire d'augmenter la température du creuset, car leur température de fusion est plus élevée que celle des poudres poudreuses.

Comme le montre le tableau 3-2, la viscosité des poudres granuleuses est aussi très élevée en comparaison à celle des poudres poudreuses. C'est pourquoi les bulles de liquide coalescent lentement, et le flux coule difficilement à travers le trou du creuset. Le diamètre du trou a été augmenté, mais la coulée est encore difficile. Ce diamètre est limité par la fuite de poudre lorsque l'on met la poudre dans le creuset, avant le frittage de la couche inférieure.

Tableau 3-2 : : Comparaison des propriétés des poudres poudreuses et granuleuses

	Poudre 1 poudreuse	Poudre 2 poudreuse	Poudre 3 poudreuse	Poudre 4 granuleuse	Poudre 5 granuleuse	Poudre 6 granuleuse
Point de ramollissement (°C)	1030	1015	940	1055 - 1085	1020	1225
Point de fusion (°C)	1050	1035	970	1085 - 1115	1040	1240
Température de fluidité (°C)	1070	1055	1000	1105 - 1145	1060	1255
Viscosité @ 1250°C Poise	1.2	2.4	1.95			
Viscosité @ 1300°C Poise	0.95	1.8	1.5	5.2	10.97	11.4
Viscosité @ 1400°C Poise	0.65	1.15	1	2.9	4.92	6.6
Température de cristallisation °C	1175	1075	1020			
% C Total	5.7	6	6	15.9 - 17.9	21.63	24.4
% C Libre	4.7	5.1	5.1	13.2 - 15.2	21.03	23.7

Les différences dans le mode de fusion des poudres poudreuses et granuleuses sont énormes. Il serait donc préférable de commencer par étudier la fusion des poudres granuleuses, en laboratoire et dans le moule avant d'évaluer leur taux de fusion.

3.2.4.4.2. Influence de la viscosité

Le flux fondu doit se rendre au centre du creuset afin de passer par le trou. La vitesse de coulée dépend donc aussi de la viscosité du flux, et pas seulement du taux de fusion de la poudre.

Afin de réduire l'influence de la viscosité sur les mesures, nous avons utilisé des creusets à fond incliné d'un angle de 30 degrés. Il serait préférable que le trou soit le plus large possible, et le moins épais possible. Mais il ne faut pas que la poudre puisse passer par le trou avant d'être fondue.

Le résultat du test sera influencé par la viscosité du flux. Mais dans le moule, la viscosité influe aussi sur la pénétration du flux dans l'interstice entre la peau d'acier et la paroi du moule. C'est donc presque préférable que la viscosité intervienne aussi lors de nos tests.

3.2.5. Conclusion

Le montage permet de différencier les taux de fusion des trois poudres poudreuses testées. Il nous a également permis de constater les différences majeures dans le mode de fusion des poudres poudreuses et granuleuses.

Il est donc possible d'étudier l'influence des différents paramètres sur le taux de fusion, à savoir la température, la quantité et le type de carbone, la composition minéralogique, la composition chimique des poudres. Afin de mieux comprendre la fusion des poudres, il est nécessaire de faire varier chacun de ces paramètres séparément. Des poudres non issues de l'industrie mais fabriquées spécialement pour ces essais devraient être utilisées, afin de connaître leur composition.

4. DISCUSSION

4.1 PRINCIPALES RÉALISATIONS

Au cours de cette étude, nous avons mis en place des techniques d'évaluation de la poudre en usine, et analysé leur fiabilité. La mesure des épaisseurs dans le moule, l'évaluation des taux de consommation, l'observation du comportement de la poudre dans le moule, et l'analyse des changements de composition chimique sont autant d'outils pour évaluer la capacité de la poudre à répondre aux attentes de l'aciériste.

Il faut cependant relativiser la portée de cette étude. Les résultats présentés ne sont valables que pour la machine de coulée testée, avec des poudres poudreuses et les conditions de coulée données.

Notre étude nous a permis de montrer que les caractéristiques de fusion de la poudre dans le moule sont très éloignées des conditions idéales présentées dans la plupart des publications. Les remous dus au flux d'acier et aux bulles d'argon modifient les couches de poudre et le taux de fusion. Une grande partie des profils obtenus ne correspondent pas à la forme en cloche attendue, avec un film liquide plus épais dans la zone de la buse. Il faut donc tenir compte des facteurs opératoires lorsqu'on étudie la fonte des poudres de coulée.

L'observation des échantillons sur la paroi du moule a montré que les hypothèses basées sur le taux de refroidissement et les diagrammes T.T.T. étaient incomplètes. Une couche cristalline se situe contre la paroi du moule, et une couche vitreuse-liquide contre la peau d'acier. Ces observations modifient considérablement les hypothèses concernant la lubrification et le transfert thermique dans l'interstice.

Le test en laboratoire a permis de différencier les taux de fusion de trois poudres poudreuses. Même s'il reste encore des améliorations à effectuer, ce test nous permet de déterminer qu'une poudre fond plus vite qu'une autre, si sa température de fusion est inférieure et sa viscosité comparable.

De plus, nous avons différencié deux poudres qui ont un comportement en fusion semblable, mais des viscosités très différentes. Le test prend donc en compte la viscosité du flux, et donc l'infiltration dans l'interstice. Il semble qu'un flux plus visqueux pénètre plus difficilement dans l'interstice, et forme un film de laitier plus fin sur la paroi du moule, Le taux de coulée évalué en laboratoire est alors inférieur à celui d'une poudre de viscosité plus faible.

Les difficultés rencontrées avec la fusion des poudres granuleuses prouve l'importance du carbone. Ces poudres contiennent en effet une quantité de carbone beaucoup plus importante que les poudres poudreuses, et leur fusion dépend essentiellement de la vitesse d'oxydation du carbone. Une atmosphère oxydante est requise pour les fondre à des températures raisonnables. Le flux produit contient encore du carbone, ce qui pourrait modifier les conditions de germination dans le laitier.

Le test en laboratoire est à perfectionner. Il serait judicieux de diminuer l'inertie thermique afin de mieux contrôler la température du creuset à chaque essai. Il faudrait également étudier l'influence de la température, du type et de la quantité de carbone, et de la viscosité sur le taux de coulée mesuré.

4.2 PROPOSITION D'UNE MÉTHODE DE CHOIX DES POUDRES

À la suite de notre étude, nous avons envisagé une méthode permettant de choisir une poudre pour une machine de coulée et des conditions de coulée données. Elle est basée sur la corrélation entre des tests en laboratoire et des tests en usine.

4.2.1. Paramètres opératoires

Voici la liste des paramètres opératoires ayant une influence sur la poudre de coulée.

- Le type de machine de coulée : brame, bloom, billette, brame mince
- La taille de la section
- Design du moule : longueur, forme, plaquage
- Design et composition chimique de la buse
- Mode d'oscillation du moule
- Échelle de vitesses de coulée utilisées
- Mode de couplage des oscillations du moule et des vitesses de coulée
- Système de contrôle du niveau de métal
- Méthode de changement de poche
- Nuances d'acier coulées
- Pratique d'argon
- Éventuellement méthode de changement de buse et de panier répartiteur.

4.2.2. Paramètres de la poudre

Voici les principaux paramètres de la poudre de coulée que nous allons évaluer.

4.2.2.1. Angle de repos

La mesure de l'angle de repos est maintenant normalisée, et permet d'évaluer la capacité de la poudre à se répandre sur toute la surface du moule. Ce paramètre est important pour les moules larges ou avec une géométrie rendant peu accessible certaines parties, comme les moules pour les brames minces, de plus en plus fréquents.

4.2.2.2. Viscosité

Nous avons vu que la viscosité n'était pas le meilleur paramètre pour évaluer le comportement du flux dans le moule, en raison de sa forte variation en fonction de la température. Cependant, les viscosités des poudres utilisées en fonction des vitesses de coulée sont connues.(18)

La viscosité reste un paramètre facile à évaluer en laboratoire, et les corrélations avec le comportement dans le moule sont connues. Elle reste donc pour l'instant un paramètre important dans le choix des poudres.

4.2.2.3. Température d'apparition du comportement solide

La température d'apparition du comportement solide peut être déterminée en laboratoire. Même si la poudre change de composition chimique au cours de sa fusion, cette température constitue une bonne évaluation de la température où le laitier va cristalliser dans l'interstice. Ainsi, en comparant le profil thermique de la peau de la brame et cette température, nous pouvons prévoir si le film de laitier va être totalement cristallin, et à quel niveau dans le moule.

Cette information est très importante car elle permet de déterminer les forces de friction dans la partie basse du moule.

4.2.2.4. Taux de vitrification

Nous proposons un autre paramètre pour évaluer la tendance du film de laitier à cristalliser : le taux de vitrification. Il s'agit de la pente moyenne de la partie de la courbe viscosité-température où le verre se transforme.

Si la pente est très élevée, cela signifie que le verre se cristallise, et le laitier dans l'interstice aura tendance à cristalliser rapidement. Si la pente est très faible, il s'agit d'une vitrification, le verre se refroidit, sa viscosité augmente, et éventuellement quelques germes de cristaux apparaissent. Cette transformation ne mène pas à la cristallisation. Le laitier dans l'interstice aura alors tendance à se vitrifier sans cristalliser.

Ce paramètre est plus judicieux que la température d'apparition du premier solide, car nous ne connaissons pas la température du film de laitier. Il est donc difficile de comparer les deux températures, mais il est plus facile d'évaluer la tendance du film à cristalliser.

4.2.2.5. Vitesse et taux de fusion

Le taux de fusion détermine en grande partie le comportement de la poudre dans le moule. Il est mesurable en laboratoire et permet de s'assurer que la poudre fondra assez vite pour maintenir un film liquide suffisant, mais pas trop vite, pour éviter la formation d'une trop importante bordure de flux vitrifié au niveau du ménisque.

Mais même si le taux de fusion constitue l'un des paramètres les plus importants dans le choix des poudres, il faut relativiser son importance. En effet, le taux de fusion en opération est en grande partie déterminé par les remous dans le moule, et non pas par le taux de fusion théorique mesuré en laboratoire. Il est donc nécessaire de corrélérer les évaluations des paramètres en laboratoire avec les résultats des tests en usine pour une machine donnée.

4.2.2.6. Intervalle de température de fusion

L'intervalle de température de fusion est facile à déterminer en laboratoire, et il reste un paramètre très utile pour le choix des poudres. Selon la nuance coulée, le liquidus de l'acier sera différent, et il faudra adapter la température de fusion de la poudre.

4.2.2.7. Composition chimique

La composition chimique de la poudre permet d'évaluer son indice de basicité. Cela nous donne une information sur la tendance de la poudre à cristalliser. Mais cette composition varie au cours de la fusion.

4.2.3. Critères de choix d'une poudre

Une poudre doit être adaptée à une machine de coulée dans des conditions de coulée déterminées. Lors du choix d'une poudre, il faut donc tenir compte des paramètres opératoires.

Lorsqu'une poudre est choisie, elle doit naturellement convenir à la machine, assurer une bonne qualité de surface et limiter les risques de percées. Cela fait partie de l'évaluation de la capacité d'une poudre à convenir à chaque application. Mais d'autres facteurs entrent en jeu, et ils peuvent déterminer le choix final.

Ainsi, les considérations économiques et environnementales ne sont pas négligeables. Il ne faut pas que la poudre corrode la machine, ou que sa fusion à la surface du moule ne dégage pas trop de substances nocives. Les particules ne doivent pas être trop fines car la poussière est indésirable sur le plancher de travail. Enfin, elle doit être économique.

4.2.4. Évaluation d'une poudre

Avant les tests en usine, les producteurs évaluent les poudres en laboratoire. À l'heure actuelle, ils se basent surtout sur leur expérience précédente, et modifient leur poudre afin d'adapter la poudre à la machine. Ils mesurent la viscosité, l'intervalle de température de fusion, et font l'analyse chimique de leur poudre. Ces renseignements sont fournis à l'aciériste. Les producteurs disposent également de la composition minéralogique de leur poudre.

Avec cette méthode, les poudres choisies conviennent à peu près, puis sont modifiées après plusieurs essais en usine pour arriver à des conditions optimales.

Nous proposons une nouvelle méthode pour évaluer les poudres, qui devrait permettre de limiter les tests en usine, qui sont très onéreux pour les aciéristes car une partie de leur production est souvent défectueuse lors des premiers tests.

Pour cela, il est nécessaire de tenir compte des paramètres de la machine de coulée. Nous allons donc effectuer des tests sur la machine de coulée, pour deux poudres au moins. Ensuite, nous allons évaluer les paramètres de ces poudres en laboratoire. Il faudra également tenir compte des changements de paramètres lors de la coulée, comme les changements de composition chimique, les changements de débit d'argon possibles.

Après avoir effectué la corrélation, nous devrions être en mesure de choisir une poudre pour cette machine de coulée et ces conditions de coulées en mesurant seulement ses propriétés en laboratoire. Le but est de réussir à prévoir l'épaisseur de liquide dans le moule, et l'épaisseur et la structure du film de laitier dans l'interstice. Mais il faut être attentif à tous les paramètres car tout changement de paramètre de la machine modifie la validité de l'étude.

4.2.4.1. Tests en usine

Les principaux tests à effectuer en usine sont les tests d'épaisseur du film liquide. Mais il est très intéressant d'observer avec attention la poudre dans le moule, et de comprendre son comportement. Il est également très intéressant de prélever des échantillons de laitier sur la paroi du moule à la fin de la séquence et de faire l'analyse pétrographique.

Les tests devront être effectués dans la partie du moule où il y a le moins de remous. Il est probable qu'il s'agisse de la partie située à mi-chemin entre la buse submergée et la petite face, mais cela dépend des machines. Si des prélèvements de flux sont effectués en même temps que les tests d'épaisseurs, nous recommandons de faire les prélèvements d'un bord du moule, et les tests de l'autre. Les fils d'acier utilisés devront être du même type, en diamètre et en teneur en carbone.

4.2.4.2. Tests en laboratoire

Les paramètres de la poudre, la viscosité, l'angle de repos, la température d'apparition du comportement solide et le taux de vitrification, le taux de fusion et l'intervalle de température de fusion, devront être évalués en laboratoire pour les deux poudres testées en usine. Ils devront ensuite être évalués pour chaque nouvelle poudre.

4.2.4.3. Corrélation

La corrélation de ces résultats consiste à évaluer la relation entre chaque paramètre de la poudre et les résultats des test en usine. Le tableau 4-1 représente les paramètres liés entre eux.

Tableau 4-1 : Paramètres de la poudre à mettre en relation avec le comportement dans le moule

Paramètre de la poudre	Mesure en usine
Vitesse et taux de fusion	Épaisseur du film liquide dans le moule
Teneur en carbone	structure de la poudre dans le moule
Taux de vitrification et Température d'apparition du premier solide	Structure du film de laitier sur la paroi
Composition chimique	Reprise en alumine
Viscosité	Vitesse de coulée
Intervalle de température de fusion	Liquidus des nuances d'acier coulées
Angle de repos	Répartition de la poudre sur la surface

Tous ces paramètres dépendent les uns des autres. Les mesures effectuées en usine tiennent compte des paramètres opératoires. Après avoir effectué cette corrélation, nous devrions être en mesure de choisir une poudre à l'aide de tests en laboratoire seulement.

5. RÉFÉRENCES

- (1) Manfred M. WOLF, On the Interaction between Mold Oscillation and Mold Lubrication, Steel making Conference Proceedings, 335-346.
- (2) b. XIE, J. WU, Y. GAN, (1991), Study on Amount of Carbon mixed in CC Mold Fluxes, Steel making Conference Proceedings, 647-651
- (3) A. GRILL and J.K. BRIMACOMBE, (1976), Influence of Carbon Content on rate of Heat Extraction in the Mould of continuous Casting Machine, Iron making and Steel making n°2, 76-79
- (4) J.N. PONTOIRE, C. LEFEVBRE, J.L. Friscourt, J.P. Lopez, (octobre 1996), Contrôle de la teneur en H₂O des Poudres de Coulée continue, La Revue Métallurgique-CIT, 1237-1240
- (5) C.F. COOPER, (August 1994), Graphite, Nature's Unique Raw Material, Journal of the Canadian Ceramic Society, vol. 63, n°3, 197-208
- (6) T. NAKANO, M. FUJI, (July 1987), Model Analysis of Melting Process of Mold Powder for continuous Casting of Steel, Nippon Steel technical Report, n°34, 21-30.
- (7) Standard Test Method for measuring the viscosity of Mold Powders Above Their Melting Point Using a Rotational Viscometer, ASTM C 1276-94, 426-428.
- (8) W. M. KENAN, (1989), Hidden Properties of Graphite, Unitecr '89, 1463-1470.

- (9) Y. NAKAMURA, T. ANDO, (1986), Effect of Chemical Composition of Mold Powder on the Erosion of Submerged Nozzles for Continuous Casting of Steel, *Transactions ISIJ*, Vol. 26, 1052-1058
- (10) D. BLEVINS, M. INGOLD, (1999), Mold Powder Performance: Steel Dynamic's High Speed Thin Slab Casters, Steel making Conference Proceedings, 45-49
- (11) K. TSUTSUMI, J. OHTAKE, (1999), Inflow Behavior of Mold Powder between Mold and Solidification Metal Shell in Continuous Casting Process, 1999 Steel making Conference Proceedings, 471-472.
- (12) R. J. O'MALLEY, J. NEAL, An Examination of Mold Flux Film Structures and Mold Gap behaviour Using Mild Thermal Monitoring and Petrographic Analysis at Armco's Mansfield Operations, 188-195
- (13) P. V. RIBOUD, M. LARRECQ, (1983) Lubrication and Heat transfer in Continuous Casting Mold, Continuous Casting Vol. 1, 123-125.
- (14) ASTM Standard, Angle of Repose, Committee C08 on Refractories.
- (15) K.C. MILLS, (1988), Physical Properties of Casting Powders: Part 1 Scheme top represent chemical compositions of powders, Iron making and Steel making, Vol. 15 n°4, 175-180
- (16) P. GRIEVESON, S. BAGHA, N. MACHINGAWUTA, K.C. Mills, (1988), Physical Properties of Casting Powders: Part 2 Mineralogical Constitution of Slags formed by powders, Iron making and Steel making, Vol. 15 n°4, 181-186

- (17) R. TAYLOR, K.C. MILLS, (1988), Physical Properties of Casting Powders: Part 3 Thermal conductivities of casting powders, Iron making and Steel making, Vol. 15 n°4, 187-194
- (18) R.V. BRANION, (September 1986), Mold Fluxes for Continuous Casting, Iron and Steel Making, 41-50
- (19) D. GOTTHELF, P. ANDRZEJEWSKI, E. JULIUS, H. HAUBRICH, (October 1998), Mould Flow Monitoring – A Tool to Improve Caster Operation, 3rd European Conference on Continuous Casting, 825-833
- (20) C. CAMINO, R. PHILIPS, (1999), Discussion of Continuous Casting Mold Flux Requirements and Development for Thin Slab Casting, Advances in Refractories for the Metallurgical Industries III, 19-27
- (21) C. FENG, M. RIGAUD, (1999), Melting behavior and performance of mold powders for continuous casting, Advances in Refractories for the Metallurgical Industries III, 47-57

6. ANNEXE : QUESTIONNAIRE ENVOYÉ AUX ACIÉRIES CANADIENNES

6.1 The purpose of the questionnaire

This questionnaire is part of a CSIRA project about mold powders. This project was created as a CSIRA cooperative effort to better understand the selection and the function of mold powders for slab, bloom and billet machines.

Mold powders have a significant implication for both the quality of the products and the productivity of casting machines. The know-how of using mold powders in continuous casting is spreading rapidly. As Canadian steel makers move to the more-value added products to maintain their competitiveness on the world market, the need for a systematic approach to select the right mold powder becomes increasingly important.

So, the need to develop standard test methods to characterize mold powders and to permit the comparison of the properties of mold powders from different suppliers is recognized worldwide. The approach of this project should lead to satisfaction of this need.

This project is centered on new methods to characterize mold powders for continuous casting of steels.

In terms of impact for the Canadian Steel industry, it is expected that this research will enable improvements in both quality of the cast products and the efficiency of casting operations, and will, therefore, enhance the competitiveness of Canadian Steel Industry.

The CSIRA project includes a survey within the Canadian steel industry, and I, Flora Spadone, am managing this survey. Since the beginning of my project, I have spent a total of almost 30 days measuring and observing on the ISPAT SIDbEC slab caster.

The aim of this survey is to collect data's about the improvements linked to mold powder in your plant. Thank you for giving me the answers you can, and maybe indicate me the other persons who could answer the rest of the questions.

6.2 Who I am

You can contact me at this address:

Flora Spadone
CIREP, Campus du CRIQ
8475 Christophe Colomb
Montréal, (Québec)
H2M 2N9

Phone number: (514) 858 6472

Fax number: (514) 858 6469

E-mail: flora.spadone@polymtl.ca

6.3 Who are you?

There can be more than one contact for each plant.

PRIMARY CONTACT:

Contact:
Plant
Position:
Telephone:
Fax :
e-mail :

SECOND CONTACT:

Contact:
Plant:
Position:

Telephone:

Fax:

E-mail:

THIRD CONTACT:

Contact:

Plant:

Position:

Telephone:

Fax:

e-mail:

6.4 How to answer this questionnaire

6.4.1. The different parts

This questionnaire is composed of different parts. Some parts are questions about the continuous casting machine or the tests, which need to be completed once. but some parts are questions about the mold powder, and require answers for each powder you are using.

- One questionnaire per shop
- One common section for each machine
- One detailed section for each powder

6.4.2. Definitions

before answering this questionnaire, please note these definitions:

- ◆ **Mold Powder:** the product in the bags, as purchased.
- ◆ **Flux:** The melted powder.
- ◆ **Slag:** The flux transformed by absorbing inclusions from steel in the mold.
- ◆ **Synthetic powder:** A mixture of fine raw particles delivered in a powder form.

- ◆ **Spherical Powder:** A synthetic powder transformed with a spray dryer.

6.4.3. Units

The unit of each measure is indicated. But if you don't want to use this unit, just indicate the unit of your measure instead. If two units are proposed, please indicate your choice.

6.5 Machine description

(One answer for each machine)

SLAB THIN SLAB BILLET
 BLOOM COMBI OTHER

Tundish size: _____ MT

Strand: _____

Heat Size: _____ MT

Casting Rate: _____ MT / min

Min max typical

Do you have a flying tundish practice?

Yes No

Steel flow control:

Slide gate control on tundish + S.E.N.

Stopper control on tundish + S.E.S.

Design of S.E.N.:

material : _____

Ports : Orientation : _____

Dimension : _____

Inside bore: _____ mm

Immersion depth:

Fixed: _____ mm or in

Or variable from _____ mm or in to _____ mm or in

Tube changer practice:

Yes

No

6.5.1. The mold

(One answer for each machine)

Geometry of the mold:

Straight

Curved

Dimensions:

Length: _____ mm or in

Width: _____ mm or in

Thickness: _____ mm or in

Which dimension can you change, and which range of dimensions?

Can you change the dimensions of the mold during casting?

Yes

No

broad faces Taper: _____

Narrow faces Taper _____

Mold Level control system: _____

Frequency of the oscillations:

Fixed: _____ cycles / min

Or variable from _____ cycles / min _____ cycles / min

Stroke of the oscillations: _____ mm

Chemical composition of the mold:

DHP

Cu + Cr + Zr

Nickel Plated

Nickel Plated + flash chrome

For billets:

Is there electromagnetic stirring of steel in the mold?

Yes No

Is there a 2 coils arrangement Ems + brake?

Yes No

Mold Water Flow

Narrow face: _____ USGPM or l/min for one face

Wide face: _____ USGPM or l/min for one face

Mold Total: _____ USGPM or l/min

6.5.2. Method used to add powder

(One answer for each machine)

To supply the mold with powder, do you use

Small bags big bags bulk Other

6.5.3. Adding powder to the mold

- Manual Powder feeding. Feeding to each side of S.E.N.
- Manual powder feeding. Feeding in the side or corner of the mold (for billets)
- Powder feeder. One outlet per slab side (each side of S.E.N.)
 - Position: half way between S.E.N. and narrow face
 - Other (describe)
- Other powder feeder: _____

* Vertical powder feeder (gravity)

* Horizontal powder feeder

* Other: _____

6.5.4. Practice

•Mold full

•Black practice

•Red practice

6.5.5. Usage of argon in the feeding system of the mold

(One answer for each machine)

Do you use some argon in these parts:

•Stopper if applicable Flow rate: _____

•S.E.N. Flow rate: _____

•Slide gate Flow Rate: _____

Is the argon used only to prevent alumina deposition?

Or also to affect liquid steel flow in the mold?

Describe the influence of argon in the mold: _____

Is the argon flow rate adjusted with respect to

•Slab Width

•Casting Speed

•Steel grade

•Time of casting / length of sequence:

Example: Change of argon flow rate each _____ tons of steel cast.

6.5.6. Slab Size and Casting Speed

(One answer for each machine)

Casting Speed:

Min _____ in/min

Max _____ in/min

Typical _____ in/min

Variation of the casting speed with the tundish temperature

Ramp-up Speed: slow: _____ in / min²

Quick: _____ in / min²

Slab Size:

Width: from _____ mm or in, to _____ mm or in

Length: from _____ mm or in, to _____ mm or in

Thickness: from _____ mm or in, to _____ mm or in

6.6 Mold Powder

(One answer for each mold powder)

Supplier: _____

Name and grade of product: _____

Do you use

Synthetic powder

Granular powder

Is this choice linked to the method to add powder in the mold?

Yes

No

Typical Chemistry:

The typical chemistry is the one indicated on the data sheet of the powder, given by your supplier. Please indicate the percentage (%weight) of each chemical.

•SiO₂: _____ %

•MnO: _____ %

•F₂: _____ %

•MgO: _____ %

•Na₂O: _____ %

•K₂O: _____ %

•CaO: _____ %

•Fe₂O₃: _____ %

- Al₂O₃: _____ %
- ZrO₂: _____ %
- TiO₂: _____ %
- Li: _____ %
- b: _____ %
- C (Free): _____ %
- C (Combined): _____ %
- Total C (Free + Carbonates): _____ %
- Other: _____ : _____ %

These percentages are calculated:

With the carbon

Without the carbon

Carbon in the powder:

- Metallurgical Coke _____ % of the powder
- Flake Graphite: _____ % of the powder
- Lampblack: _____ % of the powder
- Other: _____ : _____ % of the powder

Please describe the **conditions of the chemical analysis**: _____

- Sample from supplier
- Sample from the powder bags
- Sample from the mold
 - * Sample with Carbon
 - * Sample without carbon

Please describe the **technique of the chemical analysis**: _____

- X-Ray Diffraction
- Other: _____

The **typical physical properties** of your powder:

- TC, crystallization temperature: _____ °F or °C
- Viscosity: _____ Poise

The **typical melting range** of your powder:

Melting range: from _____°F or °C to _____°F or °C

Steel grades:

Which steel grades do you use with this powder?

High carbon: from _____%C to _____%C

Medium carbon: from _____%C to _____%C

Low carbon: from _____%C to _____%C

What is the de-oxidation process?

Aluminum killed

Silicon killed

Other: _____

Do you use a **starting powder**? _____

Why? _____

Is it exothermic? _____

Do you **analyze the mold powder**?

Yes

No

What are the results?

Close to typical composition

Different from typical composition

Do you **analyze the mold flux**?

Yes

No

What are the results? (%Weight)

•SiO₂: _____ %

•Na₂O: _____ % weight

•F₂: _____ % weight

•CaO: _____ % weight

- MnO: _____ % weight
- MgO: _____ % weight
- K₂O: _____ % weight
- Fe₂O₃: _____ % weight
- Al₂O₃: _____ % weight
- ZrO₂: _____ % weight
- TiO₂: _____ % weight
- Li: _____ % weight
- Other: _____ : _____ % weight

6.7 Powder consumption

(One answer for each machine)

What is the **powder consumption for your machine?**

Powder Name: _____

Consumption rate: _____ lb. / short tons

Or _____ kg / Metric tons of cast slab

Period of monitoring for this measurement: _____

Other measurement: _____

Powder				
Consumption				

What is your **method to determine the powder consumption?**

- Monthly consumption divided by monthly production
- Monitoring the caster by weighing the powder
- Monitoring the caster by counting bags used during a given period

What is the **accuracy on your powder consumption measurement?**

± _____ %.

6.8 Corrosion of the machine by mold slag

(One answer for each machine)

All powders contain chemicals such as fluorides, which can corrode metal components below the mold. Do you have a **corrosion problem** below the mold, related to casting powder?

Yes No

Please explain: _____

Do you have an **erosion problem** due to fine particles of mold powder entering in the spray water system?

Yes No

Please explain: _____

Do you know which of your powders is more corrosive?

Yes No

If yes, which one? _____

If yes, what **method of control** was introduced?

Please explain: _____

6.9 Scientific measurements

6.9.1. Heat Transfer

6.9.1.1. Tundish Temperature

When measuring tundish superheat, do you use?

Spot measurement

Continuous measurement

If you use spot measurement, how often? _____

6.9.1.2. Mold heat extraction: BTU pro pound of steel

For each powder, what is the BTU pro pound of steel cast?

Powder								
Casting Speed								
Mold dimensions								
BTU / lb.								

	1 st narrow face	2 nd narrow face	1 st wide face	2 nd wide face
Casting speed				
Dimensions of the mold				
Powder				
Water flow				
T				
Lb of steel				

6.9.1.3. Breakout alarm system

Do you have a **breakout alarm** system?

Yes No

If yes, what type? _____

Is your breakout alarm system based on thermocouples embedded in the mold faces?

Yes No

If yes, are the thermocouples on the

Wide faces only

Both wide and narrow faces

Other: _____

Do they measure the temperature of

The cold face

The hot face

The middle between hot and cold face

Other: _____

6.9.2. Mold powder physical properties

Do you measure the viscosity of your powder in laboratory?

Yes

No

If yes, what is the viscometer used? _____

What is the viscosity of your powders?

Powder					
Viscosity (Poise)					

6.9.3. Liquid layer thickness

The liquid layer thickness can be measured in the top of the mold by using the two wires method (steel and aluminum).

The "Total Powder" thickness represents the thickness of the powder + sintered + liquid layers in the mold. The "Liquid + Sintered layer" thickness is measured by the difference of length between the steel wire and the aluminum wire.

What is the average liquid layer thickness in the mold for your powders? What is the average powder thickness in the mold for your powders?

Powder					
Liquid + sintered layer thickness (mm)					
Total powder thickness (mm)					

How often do you measure it? : _____

Did you do some study of the liquid pool thickness variations with casting speed or position in mold?

Yes No

6.9.4. Control of powder quality

How often do you check the powder quality?

Each bulk

Each _____ bags

Each _____ heat

Other _____

How do you check the powder quality?

by looking at it - color check

Chemical analysis

Measurement of viscosity

Other _____

6.9.5. Mold Powder melting properties

What are the fluxes used in your powders?

Powder	Na ₂ O	CaF ₂	Others

Do you measure the **melting range** of your powders in laboratory?

Yes No

What are you using to measure it?

Do you measure the **melting rate** of your powders in laboratory?

Yes No

What are you using to measure it?

6.10 Selection of a powder

Has your actual powder been chosen in order to resolve a particular problem?

Yes No

Which problem? _____

What are the most important criteria's for the choice of a new powder?

- Quality of slabs
- Consumption rat
- Erosion of SEN
- Corrosion of the machine

Who is in charge of choosing a new powder? _____

Do you have an alternate powder already qualified or each application?

Yes No

Please give equivalents:

Used today

Alternate

Can you supply technical data-sheet for those alternate powders?

What is the reason for those alternate powders to be runner-up?

Price

Service

Quality

Tests before using a new powder:

Do you do some trials in laboratory before using a powder?

Yes

No

Which tests are you using?

Chemical analysis

Viscosity measurement

Melting rate measurement

Melting range measurement

Other: _____

During the trials in plant, which characteristics are you looking at?

What do you measure during these trials?

Liquid Pool thickness

Heat Transfer

Others: _____

6.11 Changing one casting parameter

Did you ever have problems by changing one of these parameters?

•Mold width

•Mold length

•Plated molds

•Casting Speed

•De-oxidation practice

•Introduction of a new steel grade

•Variation in the argon flow

- The way to supply powder into the mold

For each case, please precise which problem

And which changes did you made to resolve the problem:

- Change powder?
- Change chemical composition of powder?
- Change minerals in powder?
- Change type of carbon in powder?

Did other problem occur due to these changes?