



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

91 INPL 119 N

[M] 1991 CASTRO ROMAN, M.

**INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE  
DE LORRAINE**

---

**ETUDE EXPERIMENTALE ET MODELISATION DE LA SOLIDIFICATION DES  
PIECES COULEES EN FONTE A GRAPHITE SPHEROIDAL :**

**INFLUENCE DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT ET DE L'INOCULATION**

**THESE**

présentée le 12 décembre 1991 à

l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

pour obtenir le titre de

**Docteur de l'I.N.P.L.**

(Science et Génie des Matériaux)

par

**Manuel de Jesús CASTRO ROMAN**



---

**JURY**

|     |  |             |
|-----|--|-------------|
| MM. | F. DURAND                              | Président   |
|     | M. RAPPAZ<br>J. LACAZE                 | Rapporteurs |
|     | M. HECHT<br>P. ALEXANDRE<br>G. LESOULT | Examineurs  |



**Con cariño :**

**a mis padres y hermanos  
a mi esposa e hijo**



## AVANT PROPOS

Je tiens à exprimer ma profonde et sincère gratitude au CONACyT du Mexique qui m'a accordé une bourse d'études de doctorat.

Je voudrais remercier infiniment à Monsieur le Professeur Gérard Lesoult qui m'a accueilli dans son équipe de recherche et qui a dirigé l'exécution de ce travail, et Monsieur Jacques Lacaze dont l'aide m'a été précieuse tout au long de la réalisation de cette thèse.

Je suis reconnaissant à Monsieur Daniel Gouvenel, ancien chef du département de Métallurgie du CRPAM, pour m'avoir permis d'effectuer la partie expérimentale de ce travail dans les meilleures conditions. Je tiens également à remercier Monsieur Pascal Alexandre, qui a suivi le déroulement de cette étude avec un vif intérêt, ainsi que les chercheurs et techniciens pour l'excellent climat dans lequel j'ai travaillé au CRPAM, et en particulier Messieurs Aubert et Goudot et les gens du service de métallographie et d'analyse d'images.

Je remercie également le Professeur Francis Durand pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider mon jury de thèse.

Que Monsieur le Professeur Michel Rappaz trouve ici l'expression de ma sincère gratitude pour l'amabilité avec laquelle il a accepté d'examiner ce travail et que Monsieur Michel Hecht soit aussi assuré de mes remerciements pour avoir accepté de faire partie de mon jury.

Il m'a été très agréable de travailler dans le Laboratoire de Science et Génie de Surfaces puis au sein du Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques, et je ne voudrais donc surtout pas oublier mes camarades de ces laboratoires, en particulier "los Señores" : J. Oseguera, J. L. Marchand, J. J. Froidefond, C. Mennetrier, F. Hanrot, L. Falk, D. Farias et A. Billard "y las Señoritas" : X. Iltis, N. Siredey et M. François, ainsi que Monsieur Herrera qui a été, comme d'habitude, un bon compagnon d'aventure.

Enfin j'adresse mes remerciements à Madame A. Huguin et Monsieur T. Senet pour son constant dévouement.



# TABLE DES MATIERES

|  |    |
|--|----|
| CHAPITRE I : INTRODUCTION .....  | 1  |
| CHAPITRE II : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.....   | 5  |
| 2.1. ASPECTS EXPERIMENTAUX DE LA SOLIDIFICATION DE LA FONTE A GRAPHITE SPHEROIDAL (FONTE G.S.).....  | 7  |
| 2.1.1. Déroulement de la solidification.....   | 7  |
| 2.1.1.1. Les étapes de solidification .....  | 7  |
| 2.1.1.2. L'ordre des étapes.....   | 7  |
| 2.1.1.3. L'importance relative des étapes.....   | 8  |
| 2.1.2. Germination .....   | 8  |
| 2.1.2.1. La nature de la germination des sphéroïdes .....  | 8  |
| 2.1.2.2. La germination de sphéroïdes durant la solidification.....  | 8  |
| 2.1.3. L'effet de la vitesse de refroidissement et d'autres paramètres du traitement métallurgique du métal liquide sur la structure des fontes.....         | 10 |
| 2.1.4. L'analyse thermique comme outil de contrôle avant coulée de la qualité métallurgique des fontes.....  | 12 |
| 2.1.4.1. Techniques de dépouillement des courbes de refroidissement .....  | 14 |
| 2.1.4.2. Appareillages utilisés pour les techniques d'analyse thermique .....  | 16 |
| 2.1.5. Relation entre les caractéristiques des courbes de refroidissement et la structure des fontes.....  | 16 |
| 2.1.5.1. Corrélation entre la densité surfacique et densité volumique des nodules.....   | 17 |
| 2.1.5.2. Relation entre les courbes de refroidissement et la valeur de $N_A$ .....   | 17 |
| 2.1.5.3. Relation entre les courbes de refroidissement et la nodularité du graphite.....   | 18 |
| 2.1.5.4. Relation entre les courbes de refroidissement et l'apparition de la fonte blanche.....  | 21 |
| 2.2. ASPECTS THEORIQUES DE LA SOLIDIFICATION .....   | 22 |
| 2.2.1. Germination .....   | 22 |
| 2.2.1.1. Rappel sur la théorie classique de la germination.....  | 22 |
| 2.2.1.2. Application de la théorie de la germination hétérogène : contributions des notions théoriques aux modèles de germination actuellement utilisés..... | 25 |
| 2.2.1.3. Modèles de germination proposés dans la bibliographie .....   | 27 |
| • Modèle d'Oldfield.....   | 27 |
| • Modèle de Rappaz.....  | 29 |
| 2.2.2. Cinétique de croissance d'une sphère eutectique de fonte G.S. ....  | 29 |
| 2.2.2.1. Le modèle de Wetterfall et al.....  | 31 |
| 2.2.2.2. Le modèle de Owadano et al.....   | 32 |
| 2.2.2.3. Le modèle de Rappaz et al.....  | 32 |

|  |    |
|--|----|
| 2.2.2.4. Expression des lois de croissance de la cellule eutectique de la fonte G.S. en fonction de la surfusion .....   | 34 |
| 2.2.2.5. Validation expérimentale des modèles de croissance de la sphère eutectique et discussion.....   | 37 |
| 2.3. SIMULATION DE LA SOLIDIFICATION DES PIÈCES DE FONDERIE : COUPLAGE DES LOIS DE GERMINATION ET DE CROISSANCE DE SPHERES EUTECTIQUES AVEC LES MODELES DE TRANSFERT DE CHALEUR..... | 41 |
| 2.4. CONCLUSION .....  | 43 |
| CHAPITRE III : ETUDE EXPERIMENTALE .....   | 45 |
| 3.1. INTRODUCTION.....   | 47 |
| 3.2. PROCEDURE EXPERIMENTALE .....   | 47 |
| 3.2.1. Composition de la fonte.....  | 47 |
| 3.2.2. Traitement et inoculation de la fonte liquide .....   | 47 |
| 3.2.3. Conditions de coulée.....   | 47 |
| 3.2.4. Géométrie des pièces coulées.....   | 48 |
| 3.2.5. Instrumentation des coulées et enregistrement des courbes de refroidissement.....   | 48 |
| 3.2.6. Echantillonnage pour l'étude métallographique des pièces coulées .....  | 49 |
| 3.2.7 Prélèvement des échantillons pour la détermination de la température eutectique de la fonte coulée.....  | 50 |
| 3.3. TECHNIQUES D'INVESTIGATION ET APPAREILLAGES UTILISES POUR LA DETERMINATION DES GRANDEURS EXPERIMENTALES .....   | 50 |
| 3.3.1. Analyse d'images.....   | 50 |
| 3.3.2. Analyse thermique différentielle ATD .....  | 52 |
| 3.4. DEFINITION, DETERMINATION ET BIAIS DES GRANDEURS EXPERIMENTALES RETENUES.....   | 53 |
| 3.4.1. Analyse thermique .....   | 53 |
| 3.4.1.1. Grandeurs caractéristiques.....   | 53 |
| 3.4.1.2. Incertitude sur les mesures .....   | 53 |
| 3.4.1.3. Artefacts thermiques observés.....  | 54 |
| 3.4.2. Analyse d'images.....   | 56 |
| 3.4.2.1. Grandeurs morphologiques considérés.....  | 56 |
| 3.4.2.2. Conditions de mesures.....  | 57 |
| 3.4.2.3. Dépouillement des données.....  | 58 |
| 3.4.2.4. Choix des valeurs représentatives de densité surfacique et densité volumique de nodules.....  | 58 |
| 3.4.2.5. Incertitude sur les mesures .....   | 60 |
| • Biais statistique .....  | 60 |
| • Biais relatif à l'appareillage de mesure : effet de la résolution spatiale de l'analyseur d'images .....   | 60 |
| 3.4.2.6. Correction de l'effet de la granulométrie et du biais introduit par l'analyseur d'images sur la valeur du facteur de forme mesurée.....                                     | 61 |
| 3.4.2.6. Correction de l'effet de la granulométrie et du biais introduit par l'analyseur d'images sur la valeur du facteur de forme mesurée.....                                     | 61 |
| 3.4.3. Analyse thermique différentielle.....   | 62 |

|  |     |
|--|-----|
| 3.4.3.1. Caractéristiques des expériences effectuées.....  | 62  |
| 3.4.3.2. Dépouillement des courbes d'ATD .....   | 62  |
| 3.5. PRESENTATION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX.....   | 63  |
| 3.5.1. Corrélation entre les différentes grandeurs caractéristiques de la<br>vitesse de refroidissement. ....  | 63  |
| 3.5.2. Effet de la vitesse de refroidissement et l'inoculation sur la<br>structure finale des fontes coulées .....   | 66  |
| 3.5.2.1. Densité volumique de nodules.....   | 66  |
| 3.5.2.2. Densité surfacique de nodules.....  | 68  |
| 3.5.2.3. Taux de cémentite.....  | 70  |
| 3.5.2.4. Granulométrie.....  | 73  |
| • pièces inoculées .....   | 73  |
| • pièces non inoculées.....  | 73  |
| • Comparaison entre les distributions de $N_V$<br>déterminées dans cette étude et celles<br>déterminées par Arnould dans des échantillons<br>obtenus en TSD..... | 76  |
| 3.5.3. Effet de la vitesse de refroidissement et de l'inoculation sur les<br>courbes de refroidissement.....   | 77  |
| 3.5.3.1. Caractéristiques qualitatives des courbes de<br>refroidissement .....   | 77  |
| 3.5.3.2. Taux de recalescence, $\Delta T_r = T_{\max} - T_{\min}$ .....  | 79  |
| 3.5.3.3. Effet de la vitesse de refroidissement sur les valeurs de<br>$\Delta T_{EG} = (T_{EG} - T_{\min})$ et de $\Delta T_m = (T_{EG} - T_m)$ .....            | 80  |
| 3.5.3.4. Tendence des valeurs de $(T_{EG} - T_s)$ .....  | 83  |
| 3.5.4 Relations entre les caractéristiques structurales et les courbes de<br>refroidissement .....   | 83  |
| 3.5.4.1. Corrélation entre $N_V^*$ et $\Delta T_{EG}$ ou $\Delta T_m$ à vitesse de<br>refroidissement variable .....   | 83  |
| 3.5.4.2 Relations entre $\Delta T_{EG}$ , $\Delta T_r$ et $N_V^*$ ; effet du taux<br>d'inoculation.....  | 85  |
| 3.5.4.3. Relations entre l'allure de la courbe de refroidissement<br>et le taux de cémentite.....  | 89  |
| 3.5.5. Corrélation entre les densités surfaciques et les densités<br>volumiques des nodules.....   | 91  |
| 3.5.5.1. Corrélation $N_V - N_A$ .....   | 91  |
| 3.5.5.2. Corrélation $N_V^{**} - N_A^{**}$ .....   | 92  |
| 3.5.5.3. Détermination des conditions de mesures sur<br>l'analyseur d'images pour le calcul de $N_V$ à partir des valeurs<br>de $N_A$ .....                      | 94  |
| 3.5.6. Valeur de la température eutectique des fontes coulées.....   | 96  |
| 3.5.7. Résumé et discussion des résultats.....   | 97  |
| CHAPITRE IV : MODELISATION PHYSIQUE ET SIMULATION NUMERIQUE.....   | 103 |
| 4.1. MODELISATION DE LA SOLIDIFICATION.....  | 105 |
| 4.1.1. Présentation des modèles de solidification utilisés .....   | 105 |
| 4.1.2. Lois de germination.....  | 105 |
| 4.1.3. Lois de croissance.....   | 107 |
| 4.1.3.1. Loi de croissance pour des cellules "eutectiques" avec<br>rapport $R^7/R^9$ constant.....   | 107 |

|  |     |
|--|-----|
| 4.1.3.2. Loi de croissance pour des cellules "eutectiques" avec rapport $R^{\gamma}/R^{\beta}$ variable .....  | 107 |
| 4.1.3.3. Loi de croissance pour des cellules "eutectiques" avec rapport $R_{\beta}/R_{\gamma}$ variable et en considérant un dépôt d'austénite hors eutectique ..... | 107 |
| 4.1.4. Calcul de la fraction solide et correction de l'effet d'empiétement des cellules eutectiques sur la cinétique des solidification                              |     |
| calcul de la fraction solide et correction de l'effet d'empiétement des cellules eutectiques sur la cinétique des solidification .....                               | 111 |
| 4.2. MODELE THERMIQUE.....   | 112 |
| 4.2.1. Cas des modèles de solidification A,B et C.....   | 113 |
| 4.2.2. Cas des modèles de solidification D et E.....   | 113 |
| 4.3. MODELE GLOBAL : ORGANIGRAMME DE CALCUL.....   | 114 |
| 4.4. DONNEES THERMOPHYSIQUES CONSIDEREES POUR LES CALCULS .....  | 114 |
| 4.4.1. Valeurs des paramètres de type a et b choisis pour les calculs .....  | 116 |
| 4.4.2. Détermination des valeurs du facteur $\zeta$ et de la température initiale $T_d$ .....  | 118 |
| 4.4.2.1. Effet du taux d'inoculation sur les valeurs de $V_s^*$ et $\Delta t_s^*$ .....  | 118 |
| 4.4.2.2. Effet de $\zeta$ et de $T_d$ sur les valeurs de $V_s^*$ et de $\Delta t_s^*$ .....  | 120 |
| •Cylindres $\varnothing 62$ .....  | 120 |
| •Cylindres $\varnothing 32$ .....  | 121 |
| •Cylindres $\varnothing 16$ .....  | 122 |
| •Cylindres $\varnothing 9$ .....   | 124 |
| 4.4.2.3. Valeurs de $\zeta$ et de $T_d$ retenues pour des calculs ultérieurs .....   | 124 |
| 4.4.3 Estimation de la valeur du module géométrique "effectif" des cylindres.....  | 125 |
| 4.5. INFLUENCE DU PAS DE TEMPS EMPLOYE POUR LES SIMULATIONS .....  | 128 |
| 4.6. EFFET DES PARAMETRES CONCERNANT LES MODELES DE SOLIDIFICATION SUR LES RESULTATS DES CALCULS (SURFUSION ET RECALESCENCE) .....                                   | 130 |
| 4.6.1. Influence de la taille initiale des cellules.....   | 130 |
| 4.6.2. Influence du rapport initial $R^{\gamma}/R^{\beta}$ .....   | 133 |
| 4.6.3. Effet de la représentation de la population de cellules de croissance par un seul type de cellule de taille $\bar{R}^{\beta}$ .....                           | 135 |
| 4.7 COMPARAISON DES RESULTATS OBTENUS AVEC LES DIFFERENTS MODELES DE SOLIDIFICATION .....  | 136 |
| 4.7.1. Caractéristiques qualitatives des courbes de refroidissement obtenues par le calcul.....  | 137 |
| 4.7.2. Différences dans les valeurs de $N_v^{**}$ , de $\Delta T_r$ et de $\Delta T_{EG}$ ou $\Delta T_m$ .....  | 139 |
| 4.8. Modèles de solidification retenus pour la confrontation simulation-expérience et recapitulation des conditions de calcul.....                                   | 144 |
| 4.9 CONCLUSION .....   | 144 |

|  |     |
|--|-----|
| CHAPITRE V : CONFRONTATION SIMULATION-EXPERIENCE.....  | 147 |
| 5.1. INTRODUCTION.....   | 149 |
| 5.2. EFFET DU TAUX D'INOCULATION SUR LES VALEURS DE $N_V^*$ , DE $\Delta T_{EG}$ ET DE $\Delta T_r$ .....                              | 149 |
| 5.2.1 Cylindres $\varnothing 62$ .....   | 149 |
| 5.2.1.1. Effet de la valeur des constantes de lois de croissance, $K^\circ$ , $K_\gamma$ et $K_g$ , sur les résultats de calculs.....  | 149 |
| 5.2.1.2. Effet du taux d'inoculation sur la corrélation $N_V^*-\Delta T_{EG}$ .....  | 152 |
| 5.2.1.2. Effet de la température de coulée sur la corrélation $N_V^*-\Delta T_{EG}$ .....  | 153 |
| 5.2.1.3. Effet du type de la loi de germination sur $N_V^*-\Delta T_{EG}$ .....  | 154 |
| 5.2.1.4. Effet du taux d'inoculation sur la corrélation $N_V^*-\Delta T_r$ .....   | 154 |
| 5.2.1.5. Effet du taux d'inoculation sur la corrélation $\Delta T_{EG}-\Delta T_r$ .....   | 156 |
| 5.2.2 Cylindres $\varnothing 32$ .....   | 157 |
| 5.2.2.1. Effet du taux d'inoculation sur la corrélation $N_V^*-\Delta T_{EG}$ .....  | 157 |
| 5.2.3 Cylindres $\varnothing 16$ .....   | 158 |
| 5.2.3.1. Effet du taux d'inoculation et de la température de coulée sur la corrélation $N_V^*-\Delta T_{EG}$ .....                     | 158 |
| 5.2.4 Cylindres $\varnothing 9$ .....  | 159 |
| 5.2.4.1. Effet du taux d'inoculation et de la température de coulée sur la corrélation $N_V^*-\Delta T_{EG}$ .....                     | 159 |
| 5.2.4.2. Effet du type de loi de germination sur la corrélation $N_V^*-\Delta T_{EG}$ .....  | 161 |
| 5.2.4.3. Corrélation $\Delta T_{EG}-\Delta T_r$ .....  | 162 |
| 5.3. EFFET DE VITESSE DE REFROIDISSEMENT SUR LES CORRELATIONS $N_V^*-\Delta T_{EG}$ CALCULEES.....                                     | 163 |
| 5.4. EFFET DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT SUR LES VALEURS DE $N_V^*$ , DE $\Delta T_{EG}$ , DE $\Delta T_r$ ET DE $\Delta T_s$ ..... | 166 |
| 5.4.1. Corrélation $N_V^*-V_s^*$ .....   | 167 |
| 5.4.2. Corrélation $\Delta T_{EG}-V_s^*$ .....   | 169 |
| 5.4.3. Corrélation $\Delta T_r-V_s^*$ .....  | 170 |
| 5.4.4. Corrélation $\Delta T_s-V_s^*$ .....  | 171 |
| 5.5. DISTRIBUTION EN TAILLE DES NODULES.....   | 175 |
| 5.6. FORMATION DE LA FONTE TRUITEE.....  | 176 |
| 5.7. DISCUSSION.....   | 180 |
| 5.8. CONCLUSION.....   | 190 |
| CHAPITRE VI : CONCLUSIONES GENERALES.....  | 195 |

|   |     |
|---|-----|
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....  | 201 |
| ANNEXE A : RECAPITULATION DES NOTATIONS EMPLOYEES DANS LES ETUDES REALISEES SUR LE CONTROLE PAR ANALYSE THERMIQUE DE LA QUALITE METALURGIQUE DU METAL AVANT COULEE..... | 207 |
| ANNEXE B : RELATION ENTRE LA DENSITE VOLUMIQUE ET LA DENSITE SURFACIQUE DES NODULES.....  | 212 |
| ANNEXE C : BILAN DE SOLUTE ENTRE LA COQUILLE D'AUSTENITE ET LE NODULE DE GRAPHITE .....   | 213 |
| ANNEXE D : RESULTATS EXPERIMENTAUX .....  | 214 |
| ANNEXE E : FACTEUR DE FORME .....   | 219 |
| ANNEXE F : DISTRIBUTIONS EN TAILLE DES NODULES DE GRAPHITE.....   | 222 |
| ANNEXE G : COURBES DE REFROIDISSEMENT.....  | 231 |
| ANNEXE H : BILAN THERMIQUE.....   | 237 |
| ANNEXE I : GERMINATION HETEROGENE SUR DES SUBSTRATS SPHERIQUES .....  | 238 |
| ANNEXE J : CROISSANCE DE SUBSTRATS .....  | 241 |

## TABLE DES FIGURES

|   |    |
|---|----|
| Figure 2.1 Pièce en forme d'escalier(d'après Askeland et al. [19]).....   | 11 |
| Figure 2.2 Corrélation entre la densité surfacique de nodules et l'épaisseur de la marche d'escalier (d'après Wallace et al. [15]). .....   | 12 |
| Figure 2.3 Courbes de refroidissement qui correspondent à des fontes dont la morphologie du graphite diffère (d'après Bäckérud et al. [23]).....  | 13 |
| Figure 2.4 Courbes de refroidissement caractéristiques pour des fontes de composition hypoeutectique, eutectique, légèrement hypereutectique et très hypereutectique. (d'après Loper et al. [6]).....   | 13 |
| Figure 2.5 Définition de quelques-unes des caractéristiques des courbes de refroidissement ainsi que celles de la première et de la deuxième dérivée qui ont été considérées afin de à déterminer la caractéristique la plus représentative de la structure des fontes (courbes d'après Sivula et al. [29] avec la notation utilisée dans ce travail).<br>..... | 14 |
| Figure 2.6 Exemple de la dérivée d'une courbe de refroidissement expérimentale et la courbe correspondante obtenue par le calcul sans considérer la réaction de solidification (courbes d'après Chen et al. [38] avec la notation employée dans ce travail).....  | 16 |
| Figure 2.7 Abaque pour la prédiction de la structure des fontes coulées à l'aide des valeurs des températures caractéristiques des courbes de refroidissement (d'après Loper et al. [6]).....   | 18 |
| Figure 2.8 Corrélation expérimentale entre le nombre de sphéroïdes par mm <sup>2</sup> et la valeur de $T_{min}$ (d'après Hecht et al. [11]). .....   | 19 |
| Figure 2.9 Corrélation entre la valeur de l'amplitude de la recalescence et la température maximale du palier de solidification avec la nodularité des fontes traitées avec Fe-Si-Mg (d'après Stefanescu et al. [26]).....  | 20 |
| Figure 2.10 Effet de la morphologie du graphite sur les valeurs de la vitesse d'échauffement maximale durant la recalescence, $V_{mr}$ , et celles du taux de recalescence ( $T_{max} - T_{min}$ ) (d'après Bäckérud et al. [23]).....  | 21 |
| Figure 2.11 Enthalpie de formation des germes $\Delta G_r$ en fonction de leur taille $r$ .....   | 23 |
| Figure 2.12 Distribution en taille de la population de germes considérée par Volmer [46] et par Becker-Döring [47].....   | 24 |
| Figure 2.13 Représentation schématique de l'évolution de la vitesse de germination avec la surfusion prévue par la théorie classique de germination.....  | 24 |
| Figure 2.14 Représentation de l'angle de raccordement $\theta$ caractérisant la capacité d'un substrat à activer la germination .....   | 25 |
| Figure 2.15 Vitesse de germination hétérogène en fonction de la surfusion $\Delta T_{EG}$ (d'après Stefanescu et al. [42]).....   | 26 |
| Figure 2.16 Schéma du modèle de germination proposé par Oldfield. ....  | 27 |
| Figure 2.17 Représentation graphique de la procédure employée par Oldfield pour la détermination de la relation entre le nombre de cellules eutectiques et la surfusion.....  | 28 |
| Figure 2.18 Nombre de cellules en fonction de la surfusion (d'après Zou [57]). .....  | 30 |
| Figure 2.19. Profil de carbone dans le de la croissance d'un nodule de graphite entouré par une coquille d'austénite.....   | 31 |

|   |    |
|---|----|
| Figure 2.20 Schéma de l'association du diagramme de phase et du titre massique en carbone aux interfaces graphite-austénite et austénite-liquide.....   | 35 |
| Figure 2.21 Evolution durant la solidification du rayon de la coquille d'austénite en fonction du rayon qui correspond aux nodules de graphite.(d'après Théret [3].).....   | 38 |
| Figure 2.22 Influence du type de régime de diffusion, stationnaire ou instationnaire, du carbone à travers la coquille d'austénite sur la croissance d'une cellule eutectique et son effet sur les courbes de refroidissement calculées ( d'après Rappaz et al. [58]).....  | 39 |
| Figure 2.23 Influence de la vitesse de refroidissement sur les variations expérimentales et calculées de la fraction de solide en fonction de l'écart à la température du front de solidification. ....   | 41 |
| Figure 3.1 Géométrie des pièces coulées et disposition des thermocouples. ....  | 49 |
| Figure 3.2 Disposition des surfaces considérées pour la caractérisation morphologique des fontes coulées.....   | 50 |
| Figure 3.3 Schéma de principe de l'analyseur d'images .....   | 51 |
| Figure 3.4 Cas particulier des plus petites particules seuillables dans l'analyseur d'images :.....   | 52 |
| Figure 3.5 Enregistrement et dérivée d'une courbe de refroidissement. Définition des points caractéristiques relevés pour cette étude.....  | 54 |
| Figure 3.6 Courbes de refroidissement et dérivées des thermocouples placés au centre, au mi-rayon et à l'interface moule-métal. ....  | 55 |
| Figure 3.7 Enregistrement et dérivée d'une courbe de refroidissement d'un cylindre Ø62. ....  | 56 |
| Figure 3.8. Histogrammes normalisés qui ont été déterminés sur les échantillons 2A1 et 4A4, à deux grossissements différents : 310x et 508x dans le cas de la pièce 2A1, et 637 et 1000x dans le cas de la pièce 4A4. ....  | 59 |
| Figure 3.9 Valeurs de $f$ mesurées dans les différents cylindres des pièces coulées.....  | 62 |
| Figure 3.10 Courbe caractéristique de la valeur de f.é.m. mesurant l'écart $\Delta T_A$ en fonction de la température de l'échantillon étudié. ....   | 63 |
| Figure 3.11 Corrélation expérimentale entre le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1000 °C, $\ln V_s^*$ , et le logarithme du module géométrique du cylindre, $\ln \text{Mod}$ .....  | 64 |
| Figure 3.12 Corrélation expérimentale entre le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1200 °C, $\ln V_l^*$ , et le logarithme du module géométrique du cylindre, $\ln \text{Mod}$ .....  | 64 |
| Figure 3.13 Corrélation expérimentale entre le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1000 °C, $\ln V_s^*$ , et le logarithme du temps de solidification, $\ln \Delta t_s$ .....   | 65 |
| Figure 3.14 Corrélation expérimentale entre le temps de solidification ( $t_s - t_e$ ) et ( $t_s - t_d$ ).<br>.....   | 66 |
| Figure 3.15 Relation entre le logarithme du module géométrique, $\ln \text{Mod}$ , le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1000 °C, $\ln V_s^*$ , et le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1200 °C, $\ln V_l^*$ , avec le logarithme de la densité volumique des nodules de graphites, $\ln N_v^*$ , des pièces coulées. .... | 67 |
| Figure 3.16 Relation entre le logarithme du module géométrique, $\ln \text{Mod}$ , le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1000 °C, $\ln V_s^*$ , et le logarithme la vitesse de refroidissement à 1200 °C, $\ln V_l^*$ , avec le logarithme densité surfacique des nodules de graphites, $\ln N_s^*$ , des pièces coulées.....          | 69 |

|  |    |
|--|----|
| Figure 3.17 Corrélation entre le taux de cémentite et le module géométrique des cylindres. ....  | 70 |
| Figure 3.18 Corrélation expérimentale entre le taux de cémentite et la densité volumique de nodules, $N_V^*$ des cylindres Ø9 (graphique A) ou les valeurs de $N_V^*$ des cylindres Ø62 (graphique B). ....  | 71 |
| Figure 3.19 Corrélation expérimentale entre le taux de cémentite et la densité surfacique de nodules, $N_A^*$ des cylindres Ø9 (graphique A) ou les valeurs de $N_A^*$ des cylindres Ø62 (graphique B). ....   | 72 |
| Figure 3.20 Histogrammes normalisés de particules rapportées à l'intervalle de diamètres des classes de Saltykov : exemple des pièces incoulées, pièce 3A.....   | 74 |
| Figure 3.21 Histogrammes normalisés de particules rapportées à l'intervalle de diamètres des classes de Saltykov : exemple des pièces non incoulées, pièce 8B.....   | 75 |
| Figure 3.22 Distributions en taille de nodules dans un échantillon obtenu par TSD (d'après Arnould [4]) et dans les cylindres Ø62 des pièces 3A et 3B.....   | 76 |
| Figure 3.23 Courbes de refroidissement expérimentales caractéristiques des courbes de pièces inoculées, elles correspondent aux cylindres Ø62, Ø32, Ø16 et Ø9 de la pièce 2B .....   | 78 |
| Figure 3.24 Courbes de refroidissement expérimentales caractéristiques de pièces non traitées au Mg (pièce 6B) .....   | 78 |
| Figure 3.25 Courbes de refroidissement expérimentales caractéristiques des courbes de pièces non inoculées, elles correspondent aux différents cylindres de la pièce 8B. ....  | 79 |
| Figure 3.26 Corrélation entre le taux de recalescence et le module géométrique. ....   | 79 |
| Figure 3.27 Corrélation entre la valeur de $(T_{EG} - T_{min})$ et le module géométrique. ....   | 80 |
| Figure 3.28 Effet du logarithme du module géométrique, $\ln Mod$ , du logarithme de la vitesse de refroidissement à 1000 °C, $\ln V_s^*$ , et du logarithme de la vitesse de refroidissement à 1200 °C, $\ln V_l^*$ , sur le logarithme de $(T_{EG} - T_m)$ .....  | 82 |
| Figure 3.29 Corrélation expérimentale entre $(T_{EG} - T_s)$ et le module géométrique des cylindres.....   | 83 |
| Figure 3.30 Corrélations expérimentales $\ln(N_V^*) - \ln(\Delta T_{EG})$ (trait continu) et $\ln(N_V^*) - \ln(\Delta T_m)$ (pointillés). Ces résultats correspondent aux pièces 7A et 7B.....   | 84 |
| Figure 3.31 Corrélations expérimentales entre $\ln(N_V^*)$ et $\ln(\Delta T_{EG})$ ou $\ln(\Delta T_m)$ : ensemble de points expérimentaux du nombre de nodules par unité de volume ( mm <sup>-3</sup> ) et les valeurs de $T_{EG} - T_{min}$ dans le cas des cylindres Ø62 et de $T_{EG} - T_m$ dans le cas des autres cylindres..... | 85 |
| Figure 3.32. Relation entre le nombre de nodules $N_V^*$ et la surfusion $\Delta T_{EG}$ de tous les cylindres des pièces 7A et 7B.....  | 86 |
| Figure 3.33. Relation entre le nombre de nodules $N_V^*$ des cylindres Ø62 et la surfusion $\Delta T_{EG}$ .....   | 87 |
| Figure 3.34. Relation entre le nombre de nodules $N_V^*$ et la valeur de $\Delta T_m$ des cylindres Ø32, Ø16 et Ø9 des pièces inoculées. Dans les cas des cylindres Ø62 on a reporté les valeurs de $N_V^*$ en fonction de $\Delta T_{EG}$ .....   | 87 |
| Figure 3.35 Relation entre le taux de recalescence, $\Delta T_r$ et la densité volumique des nodules, $N_V^*$ . Les données correspondent aux cylindres Ø62.....   | 88 |
| Figure 3.36 Relation entre le taux de recalescence $\Delta T_r$ , la surfusion $\Delta T_{EG}$ et la densité volumique des nodules, $N_V^*$ pour une vitesse de refroidissement "constante" (cylindres Ø62). ....  | 88 |

|   |     |
|---|-----|
| Figure 3.37. Courbes de refroidissement enregistrées sur les cylindres $\varnothing 9$ .....  | 89  |
| Figure 3.38 Relation entre le taux de cémentite et la différence entre la température de l'eutectique métastable $T_{EM}$ , et la température de "fin de solidification" $T_s$ .....  | 90  |
| Figure 3.39 Corrélation entre le taux de cémentite et la différence entre la température de l'eutectique métastable $T_{EM}$ , et la température au 50 % du temps de solidification $T_m$ .....   | 90  |
| Figure 3.40. Corrélation entre la valeur de $N_A$ mesurée et la valeur de $N_V$ calculée au moyen de la méthode de Saltykov. ....   | 92  |
| Figure 3.41. Corrélation entre les valeurs $N_A^*$ et $N_V^*$ qui sont obtenues à partir des valeurs de $N_V$ et $N_A$ sans prendre en compte la population des particules de petite taille.....  | 93  |
| Figure 3.42 Corrélation entre les valeurs de $N_V^*$ et celles de $N_V$ calculées à l'aide de la relation G. et les valeurs de $N_A$ mesurées sur les échantillons (sans élimination de la population de petits nodules). ....  | 94  |
| Figure 3.43 Corrélation entre les valeurs de $N_V^*$ et celles de $N_V$ calculées à l'aide de la relation G. avec les valeurs de $N_A$ . ....   | 95  |
| Figure 3.44 influence de la vitesse d'échauffement sur la valeur des températures de début et de fin de fusion, respectivement $T_{EG}^d$ et $T_{EG}^f$ .....   | 96  |
| Figure 3.45 Influence de la teneur en silicium sur la valeur de la température eutectique des alliages du système ternaire Fe-C-Si. ....  | 97  |
| Figure 4.1 Schéma de l'élément de volume considéré pour le bilan de masse et de soluté à l'échelle d'une cellule eutectique. ....   | 108 |
| Figure 4.2 Schéma du profil de températures correspondant à un métal dont le refroidissement est contrôlé par le transfert de chaleur à travers du moule. La température du métal est homogène à tout instant.....  | 112 |
| Figure 4.3 Organigramme du programme de simulation de la solidification de la fonte G.S.....  | 115 |
| Figure 4.4 Effet de la loi de solidification sur l'allure des courbes de refroidissement simulées.....  | 119 |
| Figure 4.5 Abaque de la vitesse de refroidissement à 1000 °C $V_s^*$ en fonction du temps écoulé pour atteindre cette température $(\Delta t_s^*)^{-1/2}$ . ....  | 120 |
| Figure 4.6 Courbe de refroidissement expérimentale de la pièce 3A1 et courbe simulée en considérant les valeurs de $\zeta$ (69984 J.m <sup>-3</sup> .°C <sup>-1</sup> .s <sup>-0,5</sup> ) et de $T_d$ (1340 °C) déterminées pour cette pièce à l'aide de l'abaque de la figure 4.5. .... | 121 |
| Figure 4.7 Abaque de la vitesse de refroidissement à 1000 °C $V_s^*$ en fonction du temps écoulé pour atteindre cette température $(\Delta t_s^*)^{-1/2}$ (cylindre $\varnothing 16$ ).....   | 122 |
| Figure 4.8 Effet de $T_d$ et $\zeta$ sur l'allure des courbes de refroidissement .....  | 123 |
| Figure 4.9. Valeurs de $K^{m0}$ (K sur la figure) en fonction de la densité $\rho^{m0}$ ( $\rho$ dans la figure) (d'après Kubo et Pehlke 90)].....  | 126 |
| Figure 4.10 Les lignes continues correspondent aux courbes enregistrées par les thermocouples placés dans le sable à différentes distances "x" de l'interface métal/moule: x = 5 mm (plus chaude), x=10 mm et x = 20 mm(plus froide).. ....   | 127 |
| Figure 4.11 Effet du pas de temps $\Delta t$ sur les courbes simulées. ....   | 129 |
| Figure 4.12 Influence de la valeur de la taille initiale de cellules de croissance sur l'allure des courbes de refroidissement dans le cas d'une loi de croissance où le rapport $R_Y/R_0$ est considéré constant. ....   | 130 |

|   |     |
|---|-----|
| Figure 4.13 Influence de la valeur de la taille initiale des sphères de croissance sur la cinétique de solidification des calculs de la figure 4.12.....  | 131 |
| Figure 4.14 Effet de la valeur de taille initiale de cellules eutectiques $R\gamma^o$ sur les valeurs de valeurs de $\Delta T_{EG}$ et $\Delta T_r$ .....   | 132 |
| Figure 4.15 Effet de la valeur de taille initiale de cellules eutectiques $R\gamma^o$ sur la valeur de $N_V^*$ .....  | 132 |
| Figure 4.16 Influence de la valeur du rapport initial de $R\gamma^o / R\theta^o$ sur l'allure des courbes de refroidissement simulées. ....   | 133 |
| Figure 4.17 Effet de la valeur initiale du rapport $R\gamma^o / R\theta^o$ de cellules eutectiques sur les valeurs de $\Delta T_{EG}$ et $\Delta T_r$ . ....  | 134 |
| Figure 4.19 Evolution du rapport $R\gamma/R\theta$ des premières cellules de croissance introduites dans les calculs des courbes de la figure 4.16. ....  | 135 |
| Figure 4.20 Influence de la prise en compte d'une taille moyenne pour les calculs des courbes de refroidissement. ....  | 136 |
| Figure 4.21 Influence du dépôt d'austénite et du taux d'inoculation sur l'allure des courbes de refroidissement calculées pour un cylindre $\varnothing 62$ . ....                                      | 137 |
| Figure 4.22 Influence du dépôt d'austénite et du taux d'inoculation sur l'allure des courbes de refroidissement calculées pour un cylindre $\varnothing 9$ . ....                                       | 138 |
| Figure 4.23 Corrélations entre les valeurs de $N_V^*$ et de $\Delta T_{EG}$ obtenues par le calcul avec les différents modèles de solidification. ....  | 140 |
| Figure 4.24 Corrélations entre les valeurs de $\Delta T_r$ et de $\Delta T_{EG}$ obtenues par le calcul avec les différents modèles de solidification. ....   | 141 |
| Figure 4.25 Corrélations entre les valeurs de $\ln(N_V^*)$ et de $\ln(\Delta T_{EG})$ obtenues par le calcul avec les différents modèles de solidification.....   | 141 |
| Figure 4.26 Corrélations entre les valeurs de $N_V^*$ et de $\Delta T_{EG}$ calculées avec les différents modèles de solidification. ....   | 142 |
| Figure 4.27 Corrélations $\Delta T_r - \Delta T_{EG}$ calculées avec les différents modèles de solidification.....  | 143 |
| Figure 5.1 Relation entre le nombre de nodules $N_V^*$ et la surfusion $\Delta T_{EG}$ de tous les cylindres $\varnothing 62$ . ....  | 150 |
| Figure 5.2. Relation entre le nombre de nodules $N_V^*$ et la surfusion $\Delta T_{EG}$ de tous les cylindres $\varnothing 62$ . ....   | 150 |
| Figure 5.3. Relation expérimentale et calculée entre les valeurs de $N_V^*$ et de $\Delta T_{EG}$ des cylindres $\varnothing 62$ . ....   | 151 |
| Figure 5.4 Relation $N_V^* - \Delta T_{EG}$ expérimentale et celle calculée pour les cylindres $\varnothing 62$ . .   | 152 |
| Figure 5.5 Corrélations $N_V^* - \Delta T_{EG}$ qui résultent des calculs faits pour les cylindres $\varnothing 62$ en variant le taux d'inoculation. ....  | 153 |
| Figure 5.6 Effet de la température de coulée sur les corrélations $N_V^* - \Delta T_{EG}$ qui résultent des calculs faits pour les cylindres $\varnothing 62$ avec un taux d'inoculation variable. .... | 154 |
| Figure 5.7 Effet du type de loi de germination sur les corrélations $N_V^* - \Delta T_{EG}$ calculées pour les cylindres $\varnothing 62$ en faisant varier le taux d'inoculation. ....                 | 155 |
| Figure 5.8 Corrélations $N_V^* - \Delta T_r$ qui résultent des calculs faits pour les cylindres $\varnothing 62$ en faisant varier le taux d'inoculation. ....  | 156 |

|   |     |
|---|-----|
| Figure 5.9 Corrélations $\Delta T_r - \Delta T_{EG}$ obtenues par les calculs faits pour les cylindres $\varnothing 62$ en faisant varier le taux d'inoculation.....  | 157 |
| Figure 5.10 Corrélations $N_V^* - \Delta T_{EG}$ qui résultent des calculs faits pour les cylindres $\varnothing 32$ en variant le taux d'inoculation. ....   | 158 |
| Figure 5.11 Corrélations $N_V^* - \Delta T_{EG}$ obtenues par les calculs faits pour les cylindres $\varnothing 16$ en variant le taux d'inoculation. ....  | 159 |
| Figure 5.12. Corrélation $N_V^* - \Delta T_m$ expérimentale observée dans le cas cylindres $\varnothing 9$ et corrélations $N_V^* - \Delta T_{EG}$ ou $N_V^* - \Delta T_m$ calculées pour ce même cylindre à l'aide des modèles A' et E'..... | 160 |
| Figure 5.13 Effet du type de loi de germination sur les corrélations $N_V^* - \Delta T_{EG}$ calculées pour les cylindres $\varnothing 9$ en faisant varier le taux d'inoculation.....  | 161 |
| Figure 5.14 Effet du taux d'inoculation sur l'allure des corrélations $\Delta T_r - \Delta T_{EG}$ qui résultent des calculs faits avec les modèles A' et E'. ....  | 162 |
| Figure 5.15 Variation des corrélations $N_V^* - \Delta T_{EG}$ calculées à l'aide du modèle E' pour différentes valeurs de $\zeta$ ou du module géométrique des pièces solidifiées.....   | 165 |
| Figure 5.16 Variation des corrélations $N_V^* - \Delta T_{EG}$ qui résultent des calculs faits avec le modèle A' en utilisant différentes valeurs de $\zeta$ ou du module géométrique des pièces solidifiées.....                             | 166 |
| Figure 5.17 Effet de la vitesse de refroidissement $V_S^*$ sur la valeur de $N_V^*$ .....   | 168 |
| Figure 5.18 Effet de la vitesse de refroidissement $V_S^*$ sur la valeur de $\Delta T_{EG}$ .....   | 169 |
| Figure 5.19 Effet de la vitesse de refroidissement $V_S^*$ sur la valeur de $\Delta T_r$ .....  | 171 |
| Figure 5.20 Correspondance entre l'allure des courbes de refroidissement et les aspects thermiques du refroidissement.....  | 172 |
| Figure 5.21 Effet de la vitesse de refroidissement $V_S^*$ et du taux d'inoculation sur la valeur de $\Delta T_s$ , ( $T_{EG} - T_s$ ).....   | 173 |
| Figure 5.22 Distributions calculées et celles expérimentales des nodules par rapport à leur taille dans le cas des cylindres $\varnothing 62$ .....   | 174 |
| Figure 5.23 Distribution calculée et celle expérimentale des nodules par rapport à leur taille dans le cas d'un cylindre $\varnothing 9$ .....  | 175 |
| Figure 5.24. Effet de la vitesse de refroidissement $V_S^*$ et du taux d'inoculation sur la valeur de $\Delta T_{EG}$ : utilisation de ce paramètre comme critère pour déterminer l'apparition de la fonte blanche. ....                      | 177 |
| Figure 5.25. Effet de la vitesse de refroidissement $V_S^*$ et du taux d'inoculation sur la valeur de $N_V^*$ : utilisation de ce paramètre comme critère pour déterminer l'apparition de la fonte blanche.....                               | 179 |
| Figure 5.26 Correspondance entre l'évolution durant la solidification de surfusion chimique et l'allure des courbes de refroidissement. ....  | 181 |
| Figure 5.27 Changement d'enthalpie libre $\Delta G_f$ de formation des embryons ou germes sur les substrats en fonction du rayon de la calotte sphérique formée par les embryons ou germes.....   | 182 |
| Figure 5.28 Relation entre la taille minimale d'un substrat qui peut germer à une surfusion $\Delta T_l$ donnée.....  | 183 |
| Figure 5.29 Relation entre la taille minimale d'un substrat qui peut germer à une surfusion $\Delta T_l$ donnée.....  | 184 |
| Figure 5.30 Effet de la vitesse de refroidissement sur la valeur de l'amplitude de la recalescence $\Delta T_r$ ( $T_{max} - T_{min}$ ) calculée pour une fonte à graphite lamellaire.....  | 186 |

|  |     |
|--|-----|
| Figure 5.31 Influence du module géométrique de la pièce sur l'allure des courbes de refroidissement. ....  | 188 |
| Figure 5.32 Effet de l'épaisseur des parallélépipèdes sur la relation expérimentale $N_A-\Delta T_{EG}$ (d'après Prinz et al. [94]). ....  | 189 |
| Figure 5.33 Effet de l'épaisseur des parallélépipèdes sur la relation expérimentale $N_A-\Delta T_{EG}$ [94]. Cette figure ne diffère de la figure 5.32 que par le fait que les points expérimentaux de Prinz et al. ont été décalés à droite de 6,55 °C. .... | 190 |
| Figure 5.34 Relation expérimentale $N_A-\Delta T_{EG}$ établit par Hecht et al. à l'aide des résultats expérimentaux obtenus à l'aide d'un dispositif d'analyse thermique de fonderie [14].....  | 191 |
| Figure 5.35 Courbe de refroidissement obtenue dans un dispositif d'analyse thermique de fonderie (d'après Remy et al. [29]). La courbe en pointillés résulte du calcul. ....   | 191 |

## TABLE DES TABLEAUX

|   |     |
|---|-----|
| Tableau 2.1 Composition chimique (%) de quelques uns des produits inoculants trouvés dans le commerce.....  | 9   |
| Tableau 2.2 Caractéristiques des courbes de refroidissement utilisées pour déterminer de possibles relations avec la structure des fontes coulées .....   | 15  |
| Tableau 2.3 Valeurs de $K^\circ$ et $K^*$ trouvées dans la bibliographie ainsi que les valeurs de certains des paramètres physiques auxquelles elles sont associées. ....   | 36  |
| Tableau 3.1 Composition visée et analyse chimique des fontes coulées. $CE = \%C + \frac{\%Si}{4}$ .....   | 48  |
| Tableau 3.2 Caractéristiques métallurgiques et références des coulées effectuées. "A" dénote la première pièce coulée avec le métal d'une poche et "B" la deuxième. ....  | 48  |
| Tableau 3.3 Caractéristiques des champs de mesure et distance entre les points-images en fonction des grossissements employés dans cette étude .....  | 57  |
| Tableau 3.4 Effet du pas image choisi pour effectuer les mesures sur les valeurs de $N_A$ et $N_V$ d'un échantillon.....  | 61  |
| Tableau 3.5 Valeurs des constantes de proportionnalité $E_1$ , $E_2$ et $E_3$ qui correspondent à la pièce 2B, dont la densité volumique des nodules est la plus importante, et à la pièce 2A qui a la densité volumique de nodules la plus faible .....                            | 68  |
| Tableau 3.6 Valeurs des constantes de proportionnalité $F_1$ , $F_2$ et $F_3$ qui correspondent à la pièce 2B, dont la densité surfacique des nodules est la plus importante, et à la pièce 2A qui a la plus faible densité surfacique de nodules .....                             | 68  |
| Tableau 3.7 Composition des barreaux obtenus en solidification dirigée dans des travaux antérieurs à cette étude.....   | 77  |
| Tableau 3.8 Valeurs des constantes de proportionnalité $G_1$ , $G_2$ et $G_3$ qui correspondent aux pièces 2B et 4A.....  | 81  |
| Tableau 3.9 Valeur des constantes des lois de germination, déterminées à l'aide des valeurs expérimentales de $N_V^*$ et $\Delta T_{EG}$ des cylindres $\varnothing 62$ . La constante $A_1$ correspond à la corrélation 3.8 et la constante $A_2$ correspond à l'équation 3.9..... | 86  |
| Tableau 3.10 Relations entre $N_V$ et $N_A$ trouvées dans la bibliographie ainsi que celles déterminées à l'aide des nos résultats expérimentaux.....   | 91  |
| Tableau 3.11 Tendances qualitatives et valeurs des exposants $D$ qui correspondent aux différentes corrélations expérimentales $Y \propto X^D$ observées dans cette étude pour le cas des pièces inoculées.....   | 98  |
| Tableau 3.12 Valeurs limites des constantes de proportionnalité des différentes corrélations expérimentales $Y \propto X^D$ observées dans cette étude pour le cas des pièces inoculées.....  | 99  |
| Tableau 4.1 Différents types de modèles de solidification de la fonte G.S. utilisés dans cette étude. ....  | 106 |
| Tableau 4.2 Valeurs des différents paramètres physiques utilisées pour les simulations. ....  | 116 |
| Tableau 4.3. Valeurs de la chaleur de solidification de la fonte grise et de la fonte blanche trouvées dans la bibliographie.....   | 117 |
| Tableau 4.4 Valeurs de $\zeta$ et de $T_d$ déterminées pour les cylindres $\varnothing 62$ à l'aide de l'abaque de la figure 4.5. ....  | 124 |

|  |     |
|--|-----|
| Tableau 4.5 Moyenne et intervalles de variation du paramètre $\zeta$ pour les différents cylindres des pièce coulées.....  | 124 |
| Tableau 4.6. Moyenne et intervalles de variation du paramètre $\zeta$ pour les différents cylindres des pièces coulées.....  | 125 |
| Tableau 4.7. Valeurs estimées du module géométrique.....   | 128 |
| Tableau 4.8. Résultats et temps de calculs des simulations réalisées avec différents pas de discrétisation du temps.....   | 129 |
| Tableau 5.1 Valeurs des exposants D et des coefficients de proportionnalité des relations $N_V^* = H \cdot (\Delta TEG)^D$ déterminées pour les courbes qui résultent des différents calculs faits. .... | 164 |
| Tableau 5.2 Valeurs des exposantes et des constantes de proportionnalité des différentes types de corrélation $Y \propto X^D$ déterminées à l'aide des résultats des calculs. ....                       | 167 |
| Tableau 5.3 Valeurs des paramètres $p_Y$ et $P_Y$ des corrélations $Y = p_Y + P_Y \cdot V^{1/2}$ où $Y = N_V^*$ ou $\Delta T_{EG}$ déterminés à l'aide des résultats des calculs. ....                   | 170 |

## NOTATIONS ET SYMBOLES UTILISES

|                 |  |   |
|-----------------|--|---|
| A               | $^{\circ}\text{C}^{-2}\cdot\text{m}^{-3}$                                | constante de la loi de germination proposée par Oldfield  |
| $A_B$           | $^{\circ}\text{C}^{-B}\text{m}^{-3}$                                     | constante de forme générale de la loi de germination d'Oldfield   |
| $A_{me}$        | $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-2}$                                     | accélération maximale du refroidissement pendant la réaction eutectique   |
| $A_n$           | $^{\circ}\text{C}^{-n}\cdot\text{m}^{-3}$                                | constante de la loi de germination en fonction de $\Delta T_{EG}$   |
| $A_{nl}$        | $^{\circ}\text{C}^{-nl}\cdot\text{m}^{-3}$                               | constante de la loi de germination en fonction de $\Delta T_l$  |
| $A_{rp}$        | $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-2}$                                     | accélération maximale du refroidissement pendant le "pic" de la réaction pro-eutectique   |
| a               | m  | distance entre les points-image de la trame de l'analyseur d'images   |
| B               | (-)  | exposant de la forme générale de la loi de germination d'Oldfield   |
| $\bar{C}_i^x$   | $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  | concentration massique moyenne de l'élément i dans la phase x   |
| $C_c^l$         | $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  | concentration massique du carbone dans le liquide homogène  |
| $C_c^l$         | $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  | concentration massique du carbone dans le liquide   |
| $C_p^x$         | $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$                          | capacité calorifique de la phase x  |
| $C_i^{x/y}$     | $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  | concentration massique de l'élément i dans la phase x en équilibre avec la phase y  |
| $C_i^x$         | $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  | concentration massique de l'élément i dans la phase x   |
| $d(\Delta T_n)$ | $^{\circ}\text{C}$   | intervalle de température dans lequel un type de substrats $N_n$ devient actifs.  |
| $D_i^x$         | $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$   | coefficient de diffusion de l'élément i dans la phase x   |
| $E_p$           | m  | épaisseur de la marche dans les pièces type escalier  |
| $g_g^g$         | (-)  | distribution de fraction volumique du graphite qui correspond à la granulométrie surfacique moyenne de nodules  |
| $g_v^g$         | (-)  | distribution de fraction volumique du graphite qui correspond à la granulométrie volumique moyenne de nodules   |
| $g^l$           | (-)  | fraction volumique du liquide dans $V^{\text{off}}$   |
| $g^s$           | (-)  | fraction volumique du métal solide  |
| $g^x$           | (-)  | fraction volumique de la phase x  |
| h               | J·s  | constante de Planck ( $6,626\cdot 10^{-34}$ J·s)  |
| $k_c$           | (-)  | coefficient de partage du carbone entre l'austénite et le liquide   |
| $K_\gamma$      | $\text{m}^2\cdot^{\circ}\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$                 | constante de la loi de croissance de la coquille d'austénite d'une sphère eutectique dont le rapport entre le rayon de coquille d'austénite et celui du nodule de graphite varie pendant la solidification. |
| $K_g$           | $\text{m}^2\cdot^{\circ}\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$                 | constante de la loi de croissance du nodule de graphite de d'une sphère eutectique dont le rapport entre le rayon de coquille d'austénite et celui du nodule de graphite varie pendant la solidification.   |
| $K^{\text{mo}}$ | $\text{J}\cdot\text{m}^{-1}\cdot^{\circ}\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$ | conductivité thermique moyenne du moule   |
| $K^{\circ}$     | $\text{m}^2\cdot^{\circ}\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$                 | constante de la loi de croissance d'une sphère eutectique dont le rapport entre le rayon de coquille d'austénite et celui du nodule de graphite est constant et égal à 2,4.                                 |

|                                   |                     |   |
|-----------------------------------|---------------------|---|
| k                                 | J·K <sup>-1</sup>   | constante de Boltzman (1,3806·10 <sup>-23</sup> J·K <sup>-1</sup> )   |
| m <sup>γg</sup>                   | K·(%) <sup>-1</sup> | pende du solvus austénite-graphite  |
| m <sup>γl</sup>                   | K·(%) <sup>-1</sup> | pende du solidus austénite-liquide  |
| Mod                               | m                   | module géométrique ; rapport entre le volume et la surface d'un corps   |
| N <sub>A</sub> <sup>**</sup>      | m <sup>-2</sup>     | densité surfacique des nodules de graphite sans prendre en compte la population de particules de petite taille  |
| N <sub>V</sub> <sup>**</sup>      | m <sup>-3</sup>     | densité volumique des nodules de graphite sans prendre en compte la population de particules de petite taille   |
| N*                                | m <sup>-3</sup>     | nombre de germes nécessaire à une vitesse de germination appréciable  |
| n*                                | (-)                 | nombre d'atomes dans l'embryon de taille critique   |
| N <sub>A</sub>                    | m <sup>-2</sup>     | densité surfacique des nodules de graphite  |
| N <sub>max</sub>                  | m <sup>-3</sup>     | nombre total, par unité de volume, de substrats servant à la germination hétérogène qui sont initialement présents dans le liquide (paramètre de la loi de germination proposée par Rappaz) |
| N <sub>min</sub>                  | m <sup>-3</sup>     | nombre de germes à la température T <sub>min</sub>  |
| N <sub>N</sub>                    | m <sup>-3</sup>     | nombre par unité de volume d'un type de substrats de type n   |
| N <sup>n</sup>                    | m <sup>-3</sup>     | nombre d'embryons de n atomes   |
| N <sub>rs*</sub>                  | m <sup>-3</sup>     | nombre de substrats par unité de volume qui sont présents à l'instant t dans le métal ; (N <sup>o</sup> <sub>rs*</sub> - N <sup>t</sup> <sub>rs*</sub> )                                    |
| N <sup>s</sup>                    |                     | nombre d'atomes dans le métal liquide qui est en contact avec les substrats qui servent à la germination hétérogène   |
| N <sup>t</sup> <sub>rs*</sub>     | m <sup>-3</sup>     | nombre de substrats déjà devenus germes à l'instant t   |
| N <sup>v</sup>                    | m <sup>-3</sup>     | nombre total d'atomes par m <sup>3</sup>  |
| N <sub>v</sub>                    | m <sup>-3</sup>     | densité volumique des nodules de graphite   |
| N <sup>o</sup> <sub>rs*</sub>     | m <sup>-3</sup>     | nombre de substrats initialement présents dans le métal liquide   |
| n                                 | (-)                 | type de substrats avec un même angle de raccordement θ  |
| O <sub>c</sub>                    | m <sup>2</sup>      | surface d'un embryon de taille critique   |
| P <sub>e</sub> + P <sub>e</sub> ' | °C                  | aire qui correspond à la valeur de la chaleur dégagée pendant la réaction eutectique  |
| P <sub>p</sub>                    | °C                  | aire qui correspond à la valeur de la chaleur dégagée pendant la réaction pro-eutectique  |
| q                                 | J·m <sup>-2</sup>   | débit de chaleur  |
| q <sub>o</sub>                    | m <sup>2</sup>      | probabilité qu'un atome se fixe à un embryon par unité de surface   |
| r*                                | m                   | taille critique à partir de laquelle les embryons devient germes de croissance  |
| R <sub>γ</sub>                    | m                   | rayon de la coquille d'austénite  |
| R <sub>g</sub>                    | m                   | rayon du nodule de graphite   |
| R <sub>γ</sub> <sup>o</sup>       | m                   | rayon initial de la coquille d'austénite  |
| R <sub>g</sub> <sup>o</sup>       | m                   | rayon initial du nodule de graphite   |
| r <sub>min</sub>                  | m                   | taille minimal des substrats à partir de laquelle ils peuvent servir à la germination du graphite pour une surfusion donnée   |
| R <sub>o</sub>                    | m                   | rayon du grain dans lequel on effectue le bilan de masse et carbone   |
| R <sub>pe</sub>                   | °C·s <sup>-2</sup>  | ralentissement maximale du refroidissement après la réaction pro-eutectique et avant la fin de la réaction eutectique   |
| R <sub>pe</sub>                   | °C·s <sup>-2</sup>  | ralentissement maximum de la vitesse de refroidissement après réaction pro-eutectique et avant la fin de la réaction eutectique   |
| R <sub>ss</sub>                   | °C·s <sup>-2</sup>  | ralentissement "constant" de la vitesse de refroidissement après la réaction eutectique   |

|                               |                    |  |
|-------------------------------|--------------------|--|
| S                             | m <sup>2</sup>     | surface d'échange de la chaleur entre le métal et le moule                                       |
| T <sub>c</sub>                | °C                 | température de coulée  |
| T <sub>d</sub>                | °C                 | température de démarrage des calculs   |
| T <sub>o</sub>                | °C                 | température à la surface extérieure du moule   |
| T <sub>rp</sub>               | °C                 | température de réaction pro-eutectique   |
| T <sub>s</sub>                | °C                 | température de fin de solidification eutectique  |
| T                             | °C                 | température du métal   |
| t                             | s                  | temps  |
| t <sub>d</sub>                | s                  | temps de début d'augmentation de température   |
| T <sub>EG</sub>               | °C                 | température de l'eutectique stable   |
| T <sub>EM</sub>               | °C                 | température de l'eutectique métastable   |
| t <sub>e</sub>                | s                  | temps nécessaire pour atteindre la température T <sub>EG</sub>                                   |
| t <sub>em</sub>               | s                  | temps nécessaire pour atteindre la température T <sub>EM</sub>                                   |
| T <sup>γ/g</sup>              | °C                 | température de solvus de l'équilibre austénite-graphite  |
| T <sup>γ/l</sup>              | °C                 | température solidus de l'équilibre austénite-métal liquide                                       |
| T <sub>max</sub>              | °C                 | température maximale du palier de réaction eutectique  |
| T <sub>me</sub>               | °C                 | température maximale enregistrée de la courbe de refroidissement                                 |
| T <sub>min</sub>              | °C                 | température minimale du palier de réaction eutectique  |
| T <sub>m</sub>                | °C                 | température qui correspond à 50 % du temps de solidification                                     |
| t <sub>m</sub>                | s                  | temps à 50% du temps de solidification (t <sub>s</sub> + t <sub>e</sub> )/2                      |
| t <sub>me</sub>               | s                  | temps qui correspond à la température maximale enregistrée                                       |
| t <sub>s</sub>                | s                  | temps qui correspond à la température de fin de solidification T <sub>s</sub>                    |
| U                             | K <sup>-2</sup>    | constante spécifique à chaque type de substrat servant à la germination hétérogène               |
| V <sub>l</sub> <sup>*</sup>   | °C·s <sup>-1</sup> | vitesse de refroidissement à 1020 °C   |
| V <sub>s</sub> <sup>*</sup>   | °C·s <sup>-1</sup> | vitesse de refroidissement à 1000 °C   |
| V <sub>fs</sub>               | °C·s <sup>-1</sup> | vitesse de refroidissement à la fin de la solidification   |
| V <sup>m</sup>                | m <sup>3</sup>     | volume de métal (solide+liquide)   |
| V <sub>me</sub>               | °C·s <sup>-1</sup> | vitesse d'échauffement maximale pendant la réaction eutectique                                   |
| V <sub>mr</sub>               | °C·s <sup>-1</sup> | vitesse d'échauffement maximale pendant la recaescence   |
| V <sup>off</sup>              | m <sup>3</sup>     | volume environnant la cellule eutectique (V <sub>T</sub> - V <sup>γ</sup> )                      |
| V <sub>pe</sub>               | °C·s <sup>-1</sup> | vitesse de refroidissement entre deux réactions de solidification (pro-eutectique et eutectique) |
| V <sub>rp</sub>               | °C·s <sup>-1</sup> | vitesse de refroidissement maximale pendant la réaction pro-eutectique                           |
| V <sup>T</sup>                | m <sup>3</sup>     | volume à l'échelle d'un grain où les bilans de masse et soluté sont établis                      |
| V <sup>T°</sup>               |                    | volume initial à l'échelle d'un grain où les bilans de masse et soluté sont établis              |
| V <sup>x</sup>                | m <sup>3</sup>     | volume de la phase x   |
| W <sub>i</sub> <sup>x/y</sup> | (-)                | titre massique de l'élément i dans la phase x en équilibre avec la phase y                       |
| w <sub>i</sub> <sup>x/y</sup> | (%)                | titre massique (%) de l'élément i dans la phase x en équilibre avec la phase y                   |
| w <sub>C</sub> <sup>x°</sup>  | (%)                | le titre massique initial (%) du carbone dans phase x  |

|                       |  |  |
|-----------------------|--|--|
| $w_i^x$               | (-)  | titre massique de l'élément $i$ e dans la phase $x$  |
| $w_i^x$               | (%)  | titre massique (%) de l'élément $i$ e dans la phase $x$  |
| $\bar{P}$             | m  | périmètre moyen de particules d'un champs de mesure  |
| $\bar{S}$             | m <sup>2</sup>   | surface moyenne de particules d'un champs de mesure  |
| $\bar{f}_p$           | (-)  | moyenne des valeurs de $f_p$ d'un ensemble de particules   |
| $f^*$                 | (-)  | rapport $f/f_r$  |
| $f_p$                 | (-)  | facteur de forme d'une seule particule   |
| $f_r$                 | (-)  | facteur de forme qui serait mesuré, par l'analyseur d'images, sur une population de cercles dont la distributions en taille est la même que celle de nodules |
| $f$                   | (-)  | facteur de forme qui sert de repère de la nodularité du graphite   |
| $\alpha^{mo}$         | m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup>                        | diffusivité thermique moyenne du moule   |
| $\Delta G^*$          | J  | variation d'enthalpie libre associée à la formation d'un germe de taille critique  |
| $\Delta G_n$          | J  | variation d'enthalpie libre causée par la formation d'un embryon de $n$ atomes   |
| $\Delta G_r$          | J.m <sup>-3</sup>                                      | enthalpie de formation d'un germes de taille $r$   |
| $\Delta G_T$          | J.m <sup>-3</sup>                                      | enthalpie de transformation de phase   |
| $\Delta g^\ddagger$   | J  | énergie d'activation de la diffusion dans le liquide   |
| $\Delta H_f$          | J.kg <sup>-1</sup>                                     | chaleur de fusion de la fonte  |
| $\Delta t_s^{mo}$     | J.m <sup>-2</sup> .°C <sup>-1</sup> .s <sup>-0,5</sup> | paramètre égal à $(K^{mo} \cdot \rho^{mo} \cdot C_p^{mo} / \pi)$   |
| $\Delta t_s$          | s  | temps écoulé entre le remplissage des empreintes et que le temps où le métal atteint une température de 1000 °C  |
| $\Delta T_A$          | °C   | différence entre la température de l'échantillon et celle d'un corps de référence en analyse thermique différentielle  |
| $\Delta t_{ds}$       | °C   | différence entre $t_s$ et $t_d$  |
| $\Delta T_{EG}$       | °C   | différence entre $T_{EG}$ et $T_{min}$   |
| $\Delta T_{EM}$       | °C   | différence entre $T_{EM}$ et $T_{min}$   |
| $\Delta T_{hom}$      | K  | surfusion nécessaire à la germination homogène   |
| $\Delta T_l$          | °C   | surfusion par rapport à la température liquidus de la phase à germer   |
| $\Delta T_m$          | °C   | différence entre $T_{EG}$ et $T_m$   |
| $\Delta T_o$          | °C   | moyenne de la population de sites de germination (loi de germination de Rappaz)  |
| $\Delta T_p$          | °C   | différence entre $T_{rp}$ et $T_{min}$   |
| $\Delta T_r$          | °C   | différence entre $T_{max}$ et $T_{min}$  |
| $\Delta T_s$          | °C   | différence entre $T_{EG}$ et $T_s$   |
| $\Delta T_\sigma$     | °C   | écart type de la population de sites de germination (loi de germination de Rappaz)   |
| $\Delta T_{hét}^{mo}$ | K  | surfusion nécessaire à la germination hétérogène d'une substrat plan infiniment grand  |
| $\Delta t$            | s  | pas de discrétisation du temps employé dans les calculs  |
| $\Phi$                | J.s <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup>                     | flux de chaleur  |
| $I_o$                 | m <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>                        | terme pré-exponentiel de l'expression de vitesse de germination  |
| $I$                   | m <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup>                        | vitesse de germination   |
| $\theta$              | °  | angle de raccordement  |

|            |  |  |
|------------|--|--|
| $\rho^x$   | $\text{Kg}\cdot\text{m}^{-3}$                                      | masse volumique de x   |
| $\sigma_x$ |  | écart type de la moyenne (erreur type)   |
| $\sigma$   | $\text{J m}^{-2}$  | énergie interfaciale entre le germe et la phase matrice  |
| $\Omega$   |  | moyenne de l'écart-type relatif de l'ensemble des échantillons   |
| $\Psi$     | (-)  | facteur de correction des lois de croissance pour rendre compte de l'empiétement de cellules eutectiques au cours de la solidification |
| $\zeta$    | $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-0,5}$ | paramètre égal à $\sqrt{\Delta T \cdot \text{mo}} \cdot \text{Mod}^{-1}$   |

**Indices**

|                |                           |
|----------------|---------------------------|
| c              | carbone                   |
| g              | graphite                  |
| Fe             | fer                       |
| l              | liquide                   |
| s              | solide                    |
| Si             | silicium                  |
| $\gamma$       | austénite                 |
| $\gamma_{den}$ | austénite hors eutectique |
| to             | total                     |

**Exposants**

|                |                           |
|----------------|---------------------------|
| c              | carbone                   |
| g              | graphite                  |
| l              | liquide                   |
| s              | solide                    |
| $\gamma$       | austénite                 |
| $\gamma_{den}$ | austénite hors eutectique |
| to             | total                     |
| mo             | moule                     |

CHAPITRE I

INTRODUCTION



Les fontes sont des alliages de fer et de carbone produits, en général, à l'aide d'un haut fourneau. Elles contiennent d'autres éléments d'alliage présents dans le minerai de fer ou apportés par le coke : Si, Mn, S, P.... Le phosphore et le soufre sont considérés comme impuretés. La fonte "neuve", qui sort du haut fourneau, peut être fournie dans une gamme variée d'analyses chimiques et présente de hautes teneurs en C. Les fontes neuves servent principalement à l'élaboration de l'acier.

Les fontes neuves servent également à l'élaboration de la fonte destinée à la réalisation de pièces en fonderie. Cette fonte est préparée le plus souvent à l'aide des divers appareils de fusion. Les plus couramment utilisés sont, par ordre d'importance, le cubilot et le four à induction. La charge métallique de ces appareils est constituée, outre la fonte neuve, par des matériaux de retour interne de fabrication et par des matériaux de récupération. La composition de la charge est choisie de manière à obtenir l'analyse chimique désirée.

Il existe à présent, un grand nombre de types et de nuances de fontes de "fonderie". La multiplicité de leurs qualités spécifiques permet la réalisation de pièces qui répondent convenablement à un grand nombre de sollicitations techniques rencontrées dans l'industrie. Cette variété est associée à la diversité des microstructures que l'on peut obtenir dans les pièces coulées. Ainsi, les fontes sont constituées, à l'exception des fontes blanches, par du graphite dans une matrice d'acier saturée en carbone ( $\approx 2\%$  dans un alliage Fe-C). Le graphite peut être obtenu sous forme de lamelles, sous forme vermiculaire ou encore, depuis 1947, sous forme de nodules. Comme dans les aciers, la matrice peut être de nature ferritique, perlitique, bainitique, austénitique, ou martensitique. Enfin, on peut élaborer les fontes dites blanches, dans lesquelles le carbone associé au fer forme la cémentite. Celle-ci confère aux fontes blanches une grande résistance à l'abrasion.

Les fontes à graphite sphéroïdal (G.S.), ou fontes ductiles, ont considérablement élargi le champ d'application des pièces coulées. Actuellement, les pièces en fonte G.S. représentent plus de 35 % du tonnage total de pièces réalisées par fonderie en France. Cela est dû au fait que les propriétés mécaniques des fontes G.S. s'approchent de celles des aciers moulés ; les nuances ferritiques sont douées de ténacité et plasticité, par opposition à l'idée de fragilité souvent associée aux pièces coulées en fonte. Ces caractéristiques mécaniques et la bonne coulabilité des fontes permettent la réalisation de pièces de haute qualité et de formes relativement complexes.

De nouvelles perspectives pour les pièces coulées sont également ouvertes grâce à l'amélioration du contrôle de qualité et des performances des fontes, par la diminution, voire l'élimination, du taux de défauts structuraux (porosité, fonte blanche ...) dans les pièces coulées. Cela permet la réalisation de pièces de plus en plus minces et de meilleure qualité. Le programme européen COST 504 se situe dans ce cadre de recherche d'optimisation : il est consacré à la simulation des procédés de fonderie. Il s'agit de disposer, à terme, de logiciels performants utiles en tant qu'aide à la conception de pièces et à la prévision des conditions de coulée permettant d'éviter a priori la formation de défauts structuraux dans les pièces moulées.

Les partenaires français du COST 504 ont choisi de suivre des chemins complémentaires pour la mise au point de ces logiciels, et ce dans le cas de la fonte à graphite sphéroïdal (G.S.). Durant le premier round de ce programme, l'équipe de recherche dirigée par le Professeur G. Lesoult, à l'Ecole des Mines de Nancy, a plus particulièrement étudié la prédiction de l'apparition des porosités dans la structure des pièces coulées en fonte G.S., spécialement sensible à ce type de défaut (Théret [1], Arnould [2]). Pour mieux comprendre ce phénomène, il s'est avéré nécessaire de mieux connaître la cinétique de formation de la microstructure des pièces coulées.

Dans le deuxième round du COST 504, cette équipe de recherche a étudié la cinétique de solidification des fontes G.S. à l'aide d'un modèle de solidification permettant la prédiction de la nature de la microstructure de la fonte (densité volumique de nodules). Dans ce type de modélisation, la

solidification est décrite par des lois de germination et de croissance des cellules eutectiques (nodule de graphite plus coquille d'austénite). Une première étude (Lacaze et al. [3], Aïchoun [4]) a concerné des expériences effectuées en "laboratoire". Les résultats expérimentaux obtenus à l'aide de barreaux trempés en cours de solidification dirigée (TSD) ont été comparés aux résultats obtenus par le calcul. Un bon accord simulation-expérience a été constaté.

Le présent travail, qui s'inscrit dans le cadre du deuxième programme français du COST 504, est la suite des études précédentes. Il a été réalisé en collaboration étroite avec le Centre de Recherches de Pont-à-Mousson, un des partenaires français du COST 504. L'objectif a été d'étudier l'influence de la vitesse de refroidissement et du taux d'inoculation sur le déroulement de la solidification des fontes G.S. et sur leur microstructure finale et cela dans des conditions proches de celles prévalant en fonderie. Pour ce faire, on a coulé des pièces de géométrie axisymétrique constituées de plusieurs cylindres de diamètres différents, de telle sorte que l'on obtint une plage importante de vitesses de refroidissement. Les pièces ont été coulées avec différents taux d'inoculation. Les fontes utilisées ont une composition légèrement hypereutectique, qui correspond à celle fixée par les partenaires français du COST 504 pour la réalisation de l'ensemble des travaux de recherche. Les données expérimentales obtenues ont été confrontées avec les résultats des simulations de la solidification des fontes G.S. Dans ces simulations, la cinétique de solidification est décrite à l'aide des modèles de germination et de croissance des sphères eutectiques (nodule de graphite et coquille d'austénite) de la fonte G.S.

Les différents aspects de cette étude sont présentés en 4 chapitres. Le chapitre deux est une revue bibliographique sur la solidification des fontes G.S. Les sujets présentés sont aussi bien fondamentaux, portant sur des expériences réalisées à l'échelle de laboratoire, que plus appliqués et concernant des études réalisées en fonderie. On décrit les différents aspects de la séquence de solidification de la fonte G.S., les informations obtenues par analyse thermique en vue du contrôle de la qualité métallurgique du métal avant coulée, la modélisation de la germination et croissance des cellules eutectiques, et enfin les aspects généraux de la simulation de la solidification des fontes coulées. Cette synthèse bibliographique sert de support aux discussions développées dans les différents chapitres, elle permet également de préciser la contribution originale de cette étude par rapport à l'ensemble des travaux de recherche sur la solidification des fontes G.S.

Le chapitre III est consacré à la partie expérimentale du travail. On décrit les dispositifs mis en œuvre pour l'obtention des résultats expérimentaux et les techniques d'exploitation utilisées. Elles concernent la caractérisation de la structure des pièces coulées et la mesure des courbes de refroidissement durant la solidification de pièces coulées. De même, on détermine la précision des mesures réalisées. Enfin, on présente les résultats expérimentaux obtenus, les différentes corrélations expérimentales établies.

Dans le chapitre IV, on présente les différents aspects inhérents à la simulation numérique effectuée ; les modèles de solidification, le modèle thermique, la démarche suivie pour l'ajustement thermique simulation-expérience, l'influence des différents paramètres sur les courbes de refroidissement calculées ainsi que les différences dans les résultats obtenus avec les différents modèles de solidification.

Les résultats expérimentaux sont confrontés à ceux obtenus par le calcul dans le chapitre V. A l'aide de cette confrontation on détermine les possibilités et les limites des modèles physiques employés en ce qui concerne la prédiction de la structure des pièces coulées (densité volumique de nodules, risque d'apparition de la fonte blanche...). En même temps, quelques-unes des comparaisons réalisées servent à la rationalisation des connaissances courantes dans la pratique de la fonderie.

## CHAPITRE II

# REVUE BIBLIOGRAPHIQUE



## 2.1. ASPECTS EXPERIMENTAUX DE LA SOLIDIFICATION DE LA FONTE A GRAPHITE SPHEROIDAL (FONTE G.S.)

### 2.1.1. Déroulement de la solidification

#### 2.1.1.1. Les étapes de solidification

Les études réalisées par trempe de fontes en cours de solidification ont montré que quatre phénomènes se produisent lors de la solidification de la fonte G.S., et cela quelle que soit la composition de la fonte :

- a. la germination et la croissance des dendrites d'austénite
- b. la germination et la croissance des nodules de graphite au sein du métal liquide.
- c. la formation d'une coquille d'austénite autour des nodules de graphite.
- d. la croissance de l'ensemble " eutectique" constitué par les nodules de graphite et leur coquille d'austénite

Ainsi, Hecht et Margerie [5] ont mis en évidence la présence de dendrites dans les fontes G.S. de composition aussi bien hypoeutectique qu'hypereutectique. Cela a été également observé par d'autres chercheurs [1, 2, 6]. Pour ce qui est de la présence des nodules de graphite dans le métal liquide, elle a été observée pour la première fois par Morrogh [7] dans des fontes hypoeutectiques et hypereutectiques et a été confirmée par d'autres études [1, 2, 5, 6]. Enfin, ces différents auteurs ont également décrit les étapes ultérieures à l'apparition et à la croissance libre de nodules : la formation d'une coquille d'austénite autour des nodules et la croissance de l'ensemble nodule et coquille d'austénite.

#### 2.1.1.2. L'ordre des étapes

Pour ce qui est des fontes hypoeutectiques ou très hypereutectiques, l'ordre des deux premières étapes de solidification est conforme aux prévisions du diagramme d'équilibre : la solidification de la fonte commence avec l'apparition de dendrites d'austénite ou de sphéroïdes de graphite selon que la fonte est respectivement hypoeutectique ou hypereutectique, comme cela a été observé par Hecht et al. [5] et par Wetterfall et al. [6]. Dans le cas des fontes légèrement hypereutectiques, l'ordre d'apparition des nodules et des dendrites est plus difficile à déterminer. Ainsi, Loper et al. [8] ont observé sur des courbes de refroidissement que le début de la réaction de dépôt des dendrites et celui du dépôt de graphite se confondent dans le cas des fontes dont le carbone équivalent ( $\%C + \%/Si/3$ ) se situe dans la plage de valeurs de 4,26 à 4,6. On peut imaginer que dans ce cas le métal liquide peut être en surfusion chimique par rapport aux liquidus de l'austénite et du graphite.

Dans le cas des fontes de composition non eutectique, le dépôt primaire entraîne l'évolution de la composition du métal liquide vers celle qui correspond à l'équilibre avec la phase proeutectique (ligne liquidus). Cette composition est fonction de la température de telle sorte que, au cours du refroidissement, la composition du métal liquide va atteindre et dépasser celle de l'eutectique. L'apparition de la seconde phase de l'eutectique, l'austénite dans le cas des fontes hypereutectiques et le graphite dans celui des fontes hypoeutectiques, devient alors possible. Une fois apparus, les sphéroïdes et les dendrites croissent en contact avec le liquide, indépendamment les uns des autres, jusqu'au moment où les enveloppes d'austénite se forment autour des sphéroïdes.

### 2.1.1.3. L'importance relative des étapes

Conformément à la règle du bras de levier, on peut imaginer que l'importance du dépôt proeutectique sera d'autant plus grande que la composition de la fonte s'éloigne de celle de l'eutectique. Pour ce qui est du dépôt de graphite, l'importance de l'étape de croissance du nodule dans le liquide par rapport à celle de croissance du nodule avec coquille d'austénite a fait l'objet de plusieurs études. Hunter et Chadwick [9] expliquent la présence et la forme des regroupements de nodules observés par une étape importante de croissance libre des nodules dans le liquide. Pour leur part, Wetterfall et al. [6] ont montré que le dépôt de graphite durant la croissance des sphéroïdes dans leur coquille d'austénite est plus important que celui durant la croissance libre du sphéroïde à partir du liquide. Cela est tiré du fait que le plus gros nodule de graphite observé sans coquille dans le liquide trempé est de taille bien inférieure à la taille finale des nodules. Ces résultats ont été confirmés sur des échantillons obtenus par trempe en cours de solidification dirigée [1, 2, 4]. Les regroupements de sphéroïdes que l'on peut observer dans les structures des fontes moulées sont peu nombreux, et donc l'on peut admettre que le mécanisme prépondérant pour le dépôt de graphite est la croissance des nodules par diffusion du carbone à travers l'austénite.

## 2.1.2. Germination

Les aspects théoriques de la germination font l'objet d'une discussion plus détaillée au sous-paragraphe 2.2.1. Dans ce sous-paragraphe on se limite à signaler quelques-unes des observations expérimentales qui permettent de définir la nature du processus de germination des nodules de graphite dans les fontes.

### 2.1.2.1. La nature de la germination des sphéroïdes et des dendrites

Pour ce qui est de la germination des nodules de graphite, on sait qu'elle se réalise sur des substrats selon un processus de germination hétérogène. Les inoculants du commerce les plus courants sont des ferrosiliciums à 65-80 % de Si dopés en général par de l'aluminium et du calcium et par d'autres éléments aussi avides qu'eux d'oxygène et/ou de soufre (voir tableau 2.1) : Mg, Sr, terres rares (Ce, La, ...). Ces éléments forment des composés avec l'oxygène et le soufre qui servent de substrats pour la germination des nodules de graphite. Il va de soi que la présence de ces éléments dans les substrats dépend de la composition de l'inoculant, comme cela a été observé par quelques auteurs, par exemple Jacobs et al. [10] et Kusakawa et al. [11]. Ces auteurs ont par ailleurs noté que la taille des substrats est de l'ordre du micromètre.

En ce qui concerne la germination de l'austénite, les expériences de recherches et de fonderie réalisées à ce sujet sont peu nombreuses. Hecht [12] a observé un affinement des dendrites avec l'augmentation du taux d'addition (0%, 1% et 2%) de copeaux de fontes dans un bain de fonte. D'autres inoculants pour l'austénite ont été expérimentés avec succès [13]  $\text{Cs}_2\text{CO}_3$ , LiCl, Bi, FeSiBi, Calsiloy, FeSi, FeSiMg,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{C}_2\text{Cl}_2$ , S.

### 2.1.2.2. La germination de sphéroïdes durant la solidification

Les observations expérimentales reportées dans la littérature concernent l'évolution du nombre de cellules dans des fontes G.L. et G.S. trempées en cours de la solidification. Les études ainsi réalisées diffèrent par les conditions de refroidissement employées. D'une part il y a les expériences de trempe en cours de solidification dirigée (TSD), dans lesquelles on impose un gradient thermique de telle sorte que toute la séquence de solidification peut être observée sur une seule éprouvette. D'autre part, il y a les études où la température du métal est "homogène" (four à refroidissement contrôlé) : la température du métal est déterminée par l'égalité entre le débit de chaleur produit par le

refroidissement et la solidification de la fonte et le débit qui sort aux frontières du métal. Dans ce cas, les courbes de refroidissement du métal présentent, en général un palier de solidification plus ou moins isotherme. L'évolution de la structure au cours de la solidification peut être observée à partir de plusieurs échantillons trempés à différents stades de solidification. Dans la suite, cette technique de trempe en cours de la solidification "isotherme" sera notée TSI.

Tableau 2.1 Composition chimique (%) de quelques uns des produits inoculants trouvés dans le commerce. <sup>1</sup> Analyse type donnée par le fournisseur, <sup>2</sup> analyse chimique réalisée par Hecht et al. [14]. \* terres rares.

| Inoculant   | Si    | Ca      | Al       | Autre éléments   | réf. |
|-------------|-------|---------|----------|--|------|
| Sphérix     | 70/75 | 1/2     |          | Bi=0,8/1,3;*TR=0,4/0,7                                       | 1    |
| Sphérix     | 73    | 1,3     | 1,0      | Bi=0,78; *TR=0,4 (dont 0,2 Ce)<br>; Mg=0,025; S=0,012; C=0,7 | 2    |
| Zircograf   | 64/66 | 1/2     | 1,2/1,05 | Mn =5,5/6,5; Zr =5,5/6,5                                     | 1    |
| ZL80        | 75/79 | 2,2/3,2 | 1,2/1,7  | Zr =1,2/2  | 1    |
| Superseed   | 75    | 0,1     | 0,4      | Sr = 0,8   | 2    |
| Inoculin 90 | 65    | 1,4     | 1,4      | Zr=3,7; Mn=4,0   | 2    |
| VP216       | 69    | 0,8     | 4,1      | Mg ≤ 0,3   | 2    |

Une seule étude expérimentale se rapporte à des conditions de solidification par lesquelles les courbes de refroidissement présentent de la recalescence : elle a été réalisée par Owadano et al. [15], qui ont étudié la solidification des fontes G.S. à l'aide de la technique TSI. Les fontes employées étaient de composition hypereutectique du type Fe-C, Fe-C-Ni, et Fe-C-Ni-Si, traitées avec différentes quantités de sphéroïdisant Ni-15%Mg. Ils ont observé que le nombre de nodules  $N_A$  par unité de surface augmente au cours de la solidification, mais que le nombre correspondant de nodules  $N_V$  par unité de volume reste à peu près constant. Pour le calcul de  $N_V$  à partir de  $N_A$  ils ont considéré une formule qui tient compte de l'évolution de la fraction de graphite (voir point 2.1.5.1.). La fraction solide des échantillons examinés était supérieur à 0,1, de telle sorte que l'on peut imaginer que toutes les mesures réalisées par ces auteurs ont été faites après la recalescence, puisque celle-ci est observée sur les courbes de refroidissement du métal au tout début de la solidification. On met particulièrement l'accent ici sur la présence éventuelle de recalescence puisqu'elle sera un facteur important de la discussion menée au chapitre V.

Dans un travail antérieur à celui cité ci-dessus, Wetterfall et al. [6] ont également étudié la solidification des fontes G.S. par TSI. Ils ont trouvé que le nombre de nodules par unité de surface augmente durant la solidification. On a calculé avec la formule employée par Owadano [15] la valeur correspondante de  $N_V$  et l'on trouve que celle-ci augmente au cours de la solidification, ce qui est en désaccord avec les observations d'Owadano. Cependant, à la différence des courbes de refroidissement du travail d'Owadano, celles de Wetterfall ne présentent pas de recalescence : le métal se refroidit continûment.

Les expériences réalisées en TSD sont semblables à celles de Wetterfall et al. dans la mesure où la solidification se déroule avec un abaissement continu de la température du métal au cours de sa solidification. Arnould [2] a observé, dans des échantillons obtenus par TSD, que la valeur de  $N_V$  aug-

mente au cours de la solidification pour atteindre sa valeur maximale lorsque la fraction du liquide résiduelle est de l'ordre de 30%. Dans une étude postérieure, Aïchoun [4] a également observé l'augmentation de  $N_V$  durant la solidification. En même temps il a pu, grâce à l'efficacité accrue du dispositif de trempe, dénombrer avec plus de précision les nodules apparus dans les différentes sections des éprouvettes étudiées.

Ainsi, les études réalisées à l'aide de deux techniques, TSI et TSD, nous apprennent que l'apparition des nodules de graphite est un phénomène continu si la température du métal diminue de manière monotone au cours de sa solidification [2, 4, 6]

Outre cet aspect cinétique concernant l'apparition des nodules, il est intéressant de savoir comment le pouvoir catalyseur des substrats de germination du graphite évolue au cours de la solidification. Jacobs et al. [10] ont étudié les substrats trouvés dans la matrice et dans les nodules de barreaux en fontes G.S. coulés en coquilles en fonte préchauffées à 200°C. La fonte coulée avait une composition chimique de 3.6-3.8 %C, ~2.3% Si et ~0.01 %S. Le diamètre des barreaux était de 16 mm et leur hauteur de 75 mm. Les auteurs ne présentent pas de courbes de refroidissement, mais en considérant les conditions de coulée il est possible d'imaginer l'absence de recalescence durant la solidification. Ils ont fait une caractérisation systématique de la structure et de la composition chimique des substrats trouvés dans la matrice (hors des nodules), dont les composants ont été trouvés qualitativement identiques à ceux des substrats observés au centre des nodules. En partant de l'hypothèse que les substrats trouvés au centre des nodules étaient de la même nature que ceux trouvés dans la matrice et en comparant diverses expériences ils ont conclu que les substrats dans la matrice n'ont pas pu servir à la germination et/ou la croissance du graphite à cause d'une possible adsorption du soufre à leur surface. Ils suggèrent ainsi que le pouvoir des substrats de servir à la germination peut diminuer au cours de la solidification à cause du soufre adsorbé à leur surface.

### 2.1.3. L'effet de la vitesse de refroidissement et d'autres paramètres du traitement métallurgique du métal liquide sur la structure des fontes

Dans les études de fonderie, l'effet de la vitesse de refroidissement sur la structure des fontes est étudié en même temps que l'influence d'un autre paramètre opérationnel de la préparation du métal liquide avant la coulée. Pour ce faire on coule des pièces qui présentent des sections qui diffèrent par leur module géométrique. Le module géométrique correspond au rapport entre le volume du métal en train de refroidir et la surface par laquelle est dégagée la chaleur libérée par le refroidissement et la solidification du métal. La vitesse de refroidissement d'un volume de métal augmente quand son module géométrique diminue. Dans la plupart des études présentées dans cet alinéa [16, 17, 18, 19, 20], les pièces coulées ont une forme d'escalier (voir figure 2.1) : les sections de celui-ci diffèrent par leur module et donc par leurs vitesses de refroidissement.

A l'aide des résultats expérimentaux qui correspondent à une pièce en escalier, Askeland et al. [20] ont établi une corrélation entre la valeur de  $N_A$  et le temps de solidification,  $\Delta t$  ( $\Delta t$  augmente quand la "vitesse de refroidissement" diminue). Ils ont trouvé que pour une fonte mal inoculée  $N_A = 712 \Delta t^{-0,3675}$  ( $\text{mm}^{-2}$ ) ( $\Delta t$  est en secondes), alors que pour une fonte bien inoculée  $N_A = 2035 \Delta t^{-0,49}$  ( $\text{mm}^{-2}$ ). Les différences dans les densités de nodules correspondent à des variations dans la technique d'inoculation et dans la composition chimique de l'inoculant. Evans et al. [21] ont étudié, à l'aide aussi d'une pièce en escalier, l'effet de la vitesse de refroidissement et des autres paramètres opératoires sur le taux de cémentite et la densité surfacique des nodules des fontes coulées. Ils ont fait varier la température de coulée, la quantité d'inoculant ajouté au métal, la teneur en Ce dans l'alliage sphéroïdisant, la quantité de celui-ci et la teneur en soufre. Ces auteurs ont trouvé que le taux de cémentite et la valeur de  $N_A$  diminuent quand l'épaisseur "Ep" de la marche de l'escalier

augmente. La position des courbes des corrélations taux de cémentite-Ep et  $N_A$ -Ep varie selon le traitement métallurgique du métal.

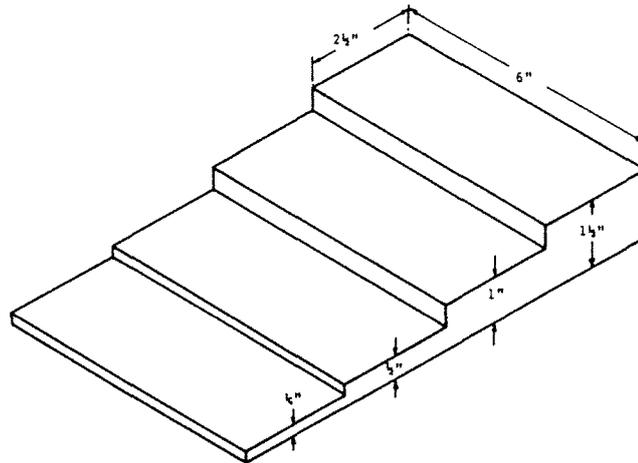


Figure 2.1 Pièce en forme d'escalier. Cette géométrie permet l'étude de l'effet de la vitesse de refroidissement sur la structure finale des fontes coulées (d'après Askeland et al. [20]).

Piaskowski [22] a étudié l'effet de la vitesse de refroidissement et du taux d'inoculation sur la structure des fontes G.S. Pour cela il a coulé 4 cylindres qui diffèrent par leur diamètre et leur hauteur, ce dernier faisant deux fois le diamètre ; 20mmx40mm, 50mmx100mm, 100mmx200mm, 200mmx400mm. Cet auteur a observé que la valeur de  $N_A$  diminue quand le diamètre du cylindre augmente. L'allure de ces corrélations est bien définie mais dans ses résultats on note que le point expérimental qui concerne le cylindre Ø20 mm faiblement inoculé s'écarte de la tendance générale : la valeur de  $N_A$  pour ce cylindre est inférieure à la valeur de  $N_A$  des cylindres Ø50 et Ø100 ayant subi le même traitement métallurgique. Ce cylindre Ø20 présente aussi un forte taux de cémentite.

Wallace et al. [16] ont aussi étudié l'influence de la vitesse de refroidissement en même temps qu'un autre paramètre du traitement métallurgique du métal (pièce en escalier) : technique d'inoculation, type d'inoculant, type de moule, carbone équivalent et teneur en soufre. Dans les résultats présentés, on note que les corrélations  $N_A$ -Ep montrent une allure bien définie, comme l'illustre la figure 2.2. Stefanescu et al. [17] ont étudié l'effet de la composition de l'inoculant et l'effet du type de matériau sphéroïdisant. Dans cette étude on observe aussi que les valeurs de  $N_A$  tendent à diminuer quand Ep augmente.

Dans une autre recherche Horie et al. [19] ont étudié, à l'aide d'une pièce en escalier, l'effet du taux de terres rares et du carbone équivalent sur la valeur de  $N_A$  et l'apparition ou l'absence de fonte blanche dans les pièces coulées. Ils ont déterminé, en fonction de la vitesse de refroidissement, le nombre minimal de nodules par unité de surface,  $N_A^*$ , nécessaire pour éviter l'apparition de la fonte blanche, soit  $N_A^* = 0,58 R^2 + 19,07R + 1,01$ ,  $N_A^*$  en  $\text{mm}^{-2}$  et R en  $^\circ\text{Cs}^{-1}$ .

Schissler et al. [18] ont étudié aussi avec une pièce en escalier l'effet de la vitesse de refroidissement, du taux de magnésium résiduel et de la nature des alliages inoculants sur la structure des fontes. Ces auteurs ont observé une décroissance régulière de  $N_A$  quand l'épaisseur de la paroi augmente.

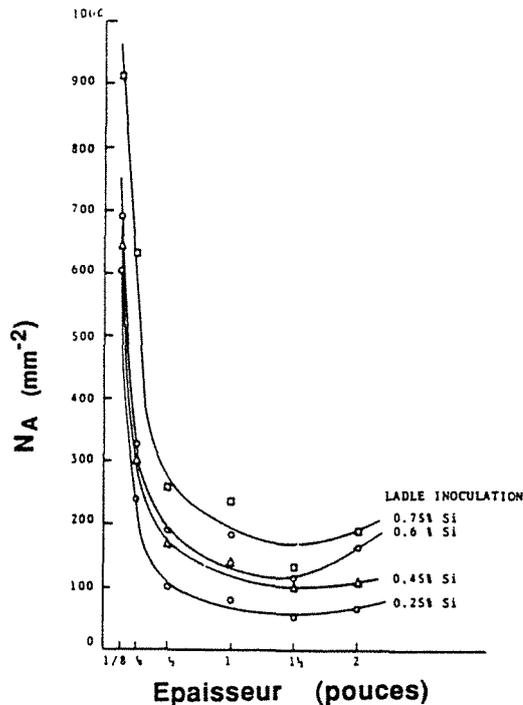


Figure 2.2 Corrélation entre la densité surfacique de nodules et l'épaisseur de la marche d'escalier. Les différentes courbes correspondent à des différences dans le taux d'inoculation (d'après Wallace et al. [16]).

L'effet de la vitesse de refroidissement sur la densité de nodules a été aussi étudié à l'aide des expériences de laboratoire par TSD afin de décrire la cinétique de solidification des fontes G.S par des modèles physiques de solidification [1, 2, 4]. Thérét a observé que les valeurs de  $N_A$  ou celles de  $N_V$  augmentent quand la vitesse de refroidissement augmente. Ce résultat a été confirmé par Aïchoun [4]. Dans cette dernière étude, la performance accrue du dispositif de trempe a permis de caractériser la cinétique d'apparition des nodules au cours de la solidification.

Les études présentées montrent que, quel que soit le traitement métallurgique du métal avant coulée, il y a des corrélations bien définies entre la valeur de  $N_A$  et les différents paramètres qui servent comme repère pour la vitesse de refroidissement : diamètre du cylindre, épaisseur de la marche de l'escalier et temps de solidification. Pour une vitesse de refroidissement donnée, la valeur de  $N_A$  dépend du traitement métallurgique du métal avant coulée. Dans les recherches faites en fonderie, les résultats restent au niveau qualitatif dans la mesure où ils ne sont pas quantitativement extrapolables pour le cas des pièces coulées industriellement.

#### 2.1.4. L'analyse thermique comme outil de contrôle avant coulée de la qualité métallurgique des fontes.

De nombreux travaux décrivent les possibilités de contrôle avant coulée de la préparation des fontes par analyse thermique. En particulier il a été recherché des relations entre les caractéristiques des courbes de refroidissement et la microstructure finale du matériau. Par exemple Bäckerud et al. [23] ont établi une corrélation entre la vitesse maximale d'échauffement pendant la recalescence et la morphologie du graphite, comme cela est illustré schématiquement par la figure 2.3. Loper et al. [8] ont trouvé des corrélations entre différents paramètres déterminés à l'aide des températures caractéristiques des courbes de refroidissement (voir figure 2.4) et la structure des fontes G.S. : nombre de

nodules par  $\text{mm}^2$ , nodularité du graphite et taux de cémentite. Les principaux résultats quantitatifs de ces deux travaux de recherche sont présentés dans les points suivants.

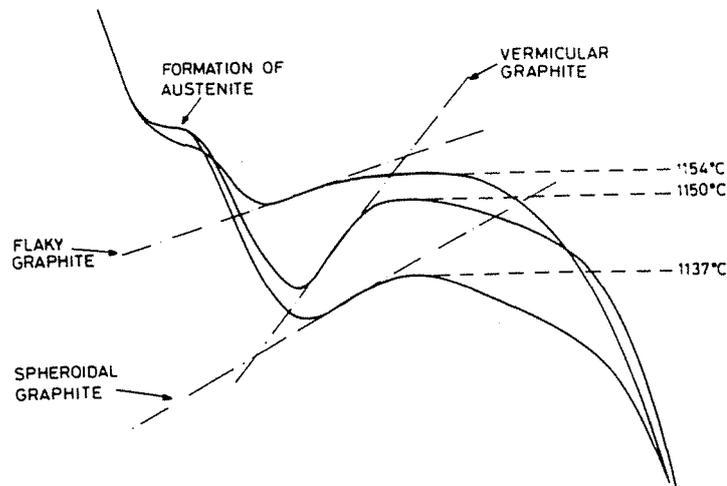


Figure 2.3 Courbes de refroidissement qui correspondent à des fontes dont la morphologie du graphite diffère (d'après Bäckerd et al. [23]).

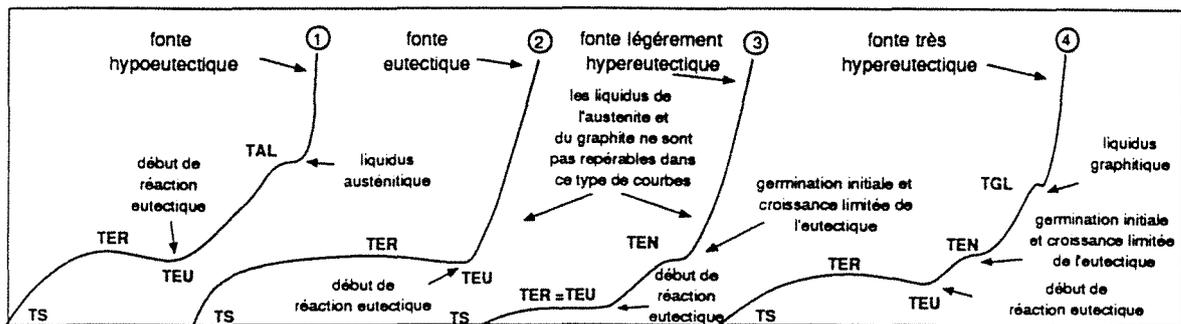


Figure 2.4 Courbes de refroidissement caractéristiques pour des fontes de composition hypoeutectique, eutectique, légèrement hypereutectique et très hypereutectique. Ces courbes illustrent aussi la notation employée par Loper et al. pour les températures caractéristiques utilisées en l'analyse thermique (d'après Loper et al. [8]).

La notation employée pour les différents paramètres des courbes de refroidissement utilisés en analyse thermique peut varier d'un auteur à l'autre, ce qui rend moins facile la comparaison de leurs résultats. Pour éviter cet inconvénient on a fait une correspondance entre quelques-unes des notations trouvées dans la bibliographie et la notation que sera employée dans cette présentation. Cette correspondance est rapportée dans le tableau A.1 de l'annexe A. Dans cette annexe on présente aussi les figures qui montrent la définition des paramètres caractéristiques des courbes de refroidissement ou ceux des dérivées qui a été donnée par les différents auteurs. La notation utilisée dans ce

travail est présentée dans la tableau 2.2. La définition de ces paramètres sur les courbes de refroidissement ou les dérivées est illustrée par la figure 2.5.

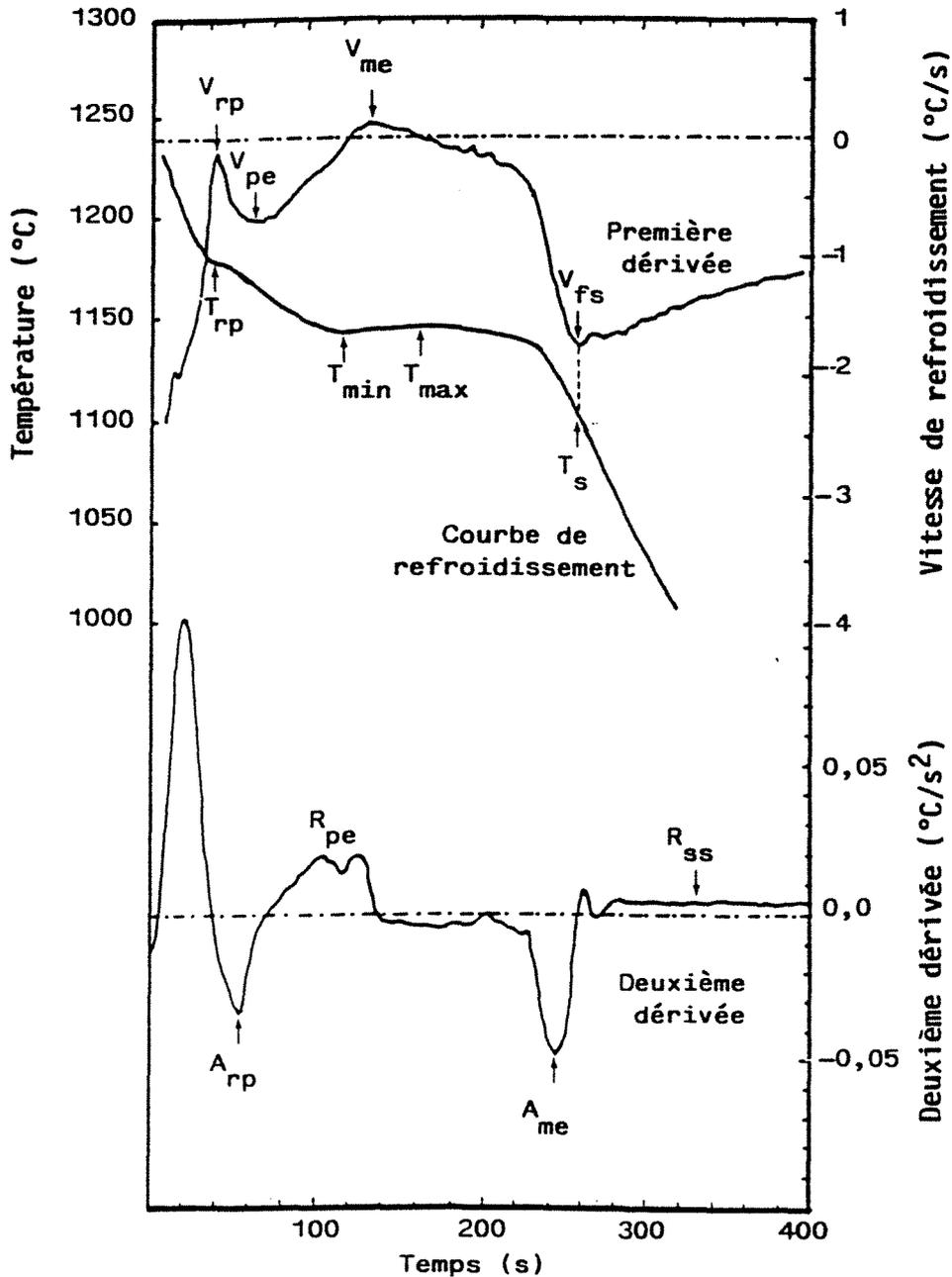


Figure 2.5 Définition de quelques-unes des caractéristiques des courbes de refroidissement ainsi que celles de la première et de la deuxième dérivée qui ont été considérées afin de déterminer la caractéristique la plus représentative de la structure des fontes (courbes d'après Sivula et al. [24] avec la notation utilisée dans ce travail).

#### 2.1.4.1. Techniques de dépouillement des courbes de refroidissement

Différentes techniques sont employées pour la détermination des paramètres caractéristiques des courbes de refroidissement qui sont représentatifs de la structure de la fonte. Dans l'analyse

thermique directe on considère certaines températures de la courbe de refroidissement : la température minimale du palier de solidification avant la recalescence,  $T_{\min}$ , ou la température maximale après celle-ci,  $T_{\max}$  (voir figure 2.5). L'analyse thermique dérivée utilise certaines valeurs de la vitesse de refroidissement comme paramètres de corrélation avec la structure des fontes coulées. On a également exploré les relations entre la dérivée seconde et la structure des fontes.

Tableau 2.2 Caractéristiques des courbes de refroidissement utilisées pour déterminer de possibles relations avec la structure des fontes coulées.

|                 |   |
|-----------------|---|
| $T_{rp}$        | Température de réaction pro-eutectique  |
| $*T_{EG}$       | Température de l'eutectique gris  |
| $*T_{EM}$       | Température de l'eutectique blanc   |
| $T_{\min}$      | Température minimale du palier de réaction eutectique   |
| $T_{\max}$      | Température maximale du palier de réaction eutectique   |
| $T_s$           | Température de fin de solidification eutectique   |
| $\Delta T_r$    | Différence entre $T_{\max}$ et $T_{\min}$   |
| $\Delta T_p$    | Différence entre $T_{rp}$ et $T_{\min}$   |
| $\Delta T_{EG}$ | Différence entre $T_{EG}$ et $T_{\min}$   |
| $V_{rp}$        | Vitesse de refroidissement maximale pendant la réaction pro-eutectique  |
| $V_{pe}$        | Vitesse de refroidissement entre deux réactions de solidification (pro-eutectique et eutectique)                      |
| $V_{me}$        | Vitesse d'échauffement maximale pendant la recalescence   |
| $V_{fs}$        | Vitesse de refroidissement à la fin de la solidification.   |
| $A_{rp}$        | Accélération maximale du refroidissement pendant le "pic" de la réaction pro-eutectique                               |
| $R_{pe}$        | Ralentissement maximale du refroidissement après la réaction pro-eutectique et avant la fin de la réaction eutectique |
| $A_{me}$        | Accélération maximale du refroidissement pendant la réaction eutectique   |
| $R_{ss}$        | Ralentissement "constant" de la vitesse de refroidissement après la réaction eutectique.                              |
| $P_p$           | Aire qui correspond à la valeur de la chaleur dégagée pendant la réaction pro-eutectique                              |
| $P_e + P'_e$    | Aire qui correspond à la valeur de la chaleur dégagée pendant la réaction eutectique                                  |

\*Valeurs déterminées à l'aide de relations qui expriment la valeur de la température d'équilibre en fonction de la composition

Une autre méthode [25,26] de dépouillement des courbes de refroidissement s'inspire de l'analyse thermique différentielle : on simule le refroidissement d'un corps de référence, qui a la même capacité calorifique de la fonte coulée et qui est soumis à des conditions de refroidissement identiques à celles des fontes étudiées mais sans changement de phase dans le domaine d'utilisation. La courbe de refroidissement ainsi calculée remplace celle qui correspond au corps de référence utilisé dans l'analyse thermique différentielle. La différence entre la courbe de refroidissement de la fonte et celle simulée peut être reliée à la quantité de chaleur dégagée durant la solidification. Cette technique permet également de déterminer la proportion de fraction solide au cours du dépôt pro-eutectique et

durant le dépôt eutectique. La figure 2.6 montre un exemple des courbes "de dégagement de chaleur" obtenues par ce type d'analyse.

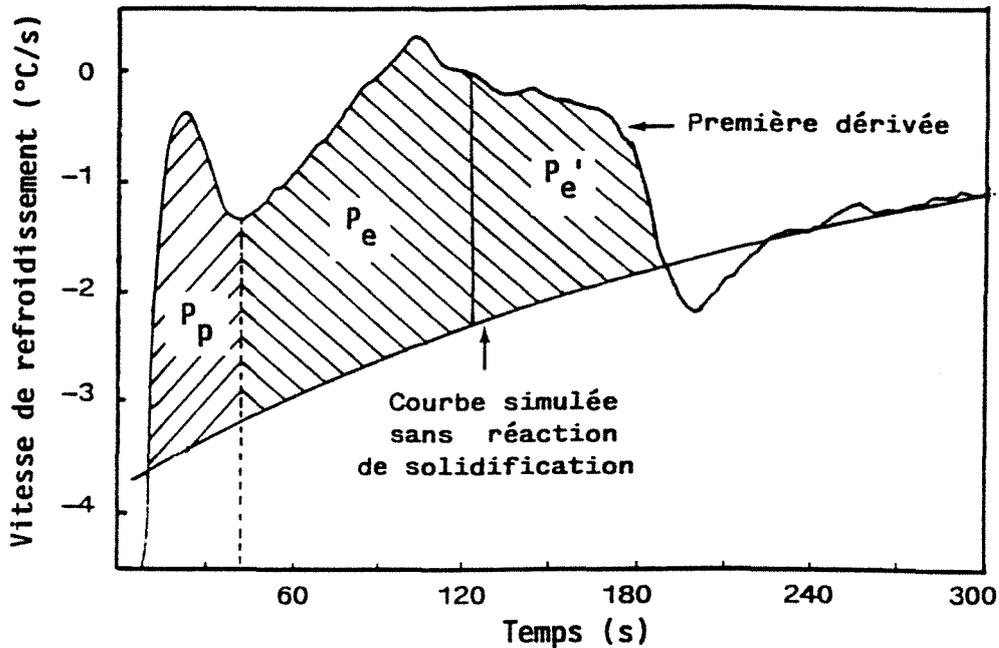


Figure 2.6 Exemple de la dérivée d'une courbe de refroidissement expérimentale et la courbe correspondante obtenue par le calcul sans considérer la réaction de solidification (courbes d'après Chen et al. [26] avec la notation employée dans ce travail).

#### 2.1.4.2. Appareillages utilisés pour les techniques d'analyse thermique

A cause de sa souplesse d'application, l'appareillage le plus habituellement utilisé dans l'industrie est constitué d'un godet qui sert à recevoir le métal liquide, d'un pied sur lequel on fixe le godet, d'un câble de raccordement et d'un enregistreur potentiométrique. La quantité du métal coulée dans le godet est comprise entre 0,3-0,4 kg. Le géométrie du godet varie selon le fabricant, par exemple le godet electronite, dit quick-cup, à section carré ( $\approx 33\text{mm} \times 33\text{mm} \times 40\text{mm}$ ) et thermocouple horizontale, et le godet Leed et Northrup/MECI à section cylindrique et thermocouple vertical.

Une grande partie des études sur le contrôle rapide de la qualité métallurgique du métal à l'aide des courbes de refroidissement a été réalisées avec le type de dispositif précédemment décrit [8, 14, 24, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33]. Les courbes de refroidissement sont ensuite généralement dépouillées par analyse thermique directe et dérivée.

#### 2.1.5. Relation entre les caractéristiques des courbes de refroidissement et la structure des fontes

Les différences dans la géométrie des godets (elle diffère selon le fabricant) et dans les variables opératoires (température de coulée) trouvées dans une grande partie des études sur le contrôle de la qualité du métal liquide par analyse thermique rendent difficile une comparaison quantitative de leurs résultats. Ces différences agissent en particulier sur les vitesses de refroidissement du métal. Cela est important puisque l'on peut s'attendre à ce que la netteté et la

valeur des caractéristiques des courbes de refroidissement dépendent de la vitesse de refroidissement du métal. De ce fait, on se limite ci-dessous à souligner les aspects qualitatifs des corrélations observées entre la structure des fontes et les paramètres de courbes de refroidissement.

### 2.1.5.1. Corrélation entre la densité surfacique et densité volumique des nodules

D'après des considérations théoriques, c'est le nombre de nodules par unité de volume ( $N_V$ ) qu'il faut considérer pour lier la structure de fontes avec les caractéristiques des courbes de refroidissement. La difficulté d'obtenir des valeurs "précises" de  $N_V$  a conduit différents auteurs à considérer la valeur de  $N_A$  plutôt que  $N_V$ . Une détermination "précise" de la valeur de  $N_V$  peut être réalisée à l'aide de la méthode de Saltykov qui implique des mesures individuelles de la surface d'un nombre important de nodules observés en coupe métallographique. Par ailleurs, différentes équations ont été proposées dans la bibliographie pour calculer  $N_V$  à partir de  $N_A$  mesuré, et éventuellement de  $N_A$  et du rayon moyen des cellules eutectiques. Cependant, dans le cas des fontes G.S., la précision de ces approches est incertaine : Piaskowisk [22] a calculé, pour une même série de valeurs expérimentales de  $N_A$  et de diamètre moyen, les valeurs de  $N_V$  selon les différentes méthodes. Il a trouvé que  $N_V$  dépend fortement de la méthode employée.

Les valeurs de  $N_V$  déterminées par la méthode de Saltykov peuvent être utilisées pour déterminer une corrélation  $N_V$ - $N_A$ . Noguchi et Nagaoka [34] ont ainsi trouvé une relation du type :

$$N_V = 10,6 N_A^{1,35} \quad (\text{mm}^{-3}) \quad 2.1$$

Cette relation a été déterminée à l'aide des résultats obtenus avec huit échantillons. Les valeurs de  $N_A$  étaient dans la gamme de 50 à 1500 nodules par  $\text{mm}^2$  et celles de  $N_V$  entre 3000 à 200000 par  $\text{mm}^3$ . La fraction de graphite étant de l'ordre de 10 à 12 %. Dans un travail antérieur à celui de Noguchi et al., Owadano et al. [35] ont exprimé  $N_V$  en fonction de  $N_A$  et de la fraction de graphite :

$$N_V = \sqrt{\frac{\pi}{6 \cdot g_9}} \cdot (\alpha \cdot N_A)^{3/2} \quad (\text{mm}^{-3}) \quad 2.2$$

$\alpha$  est un paramètre qui dépend de la distribution en taille des nodules, il varie entre 1,0 et 1,4. L'expression 2.2 peut être retrouvée en considérant qu'il existe une relation entre la taille moyenne des nodules et la taille moyenne des cercles observés en coupe métallographique (voir annexe B). A l'aide de ces expressions on constate que l'on peut s'attendre à ce que la valeur de  $N_V$  soit d'autant plus importante que la valeur de  $N_A$  est grande. Cela lorsque l'on compare des fontes qui ont la même fraction de graphite. Les corrélations quantitatives entre les courbes de refroidissement et  $N_A$  ne sont donc valables que lorsque il s'agit de fontes à fractions de graphite semblables ; c'est le cas des travaux présentés ci-dessous.

### 2. 1.5.2. Relation entre les courbes de refroidissement et la valeur de $N_A$

La figure 2.7 illustre les relations trouvées par Loper et al. [8] entre, d'une part, les valeurs des différences  $T_{\max} - T_{\min}$  ( $\Delta T_r$ ) et  $T_{rp} - T_{\min}$  ( $\Delta T_p$ ) et d'autre part la structure de la fonte. Dans l'article de Loper et al. [8] , la différence  $T_{rp} - T_{\min}$  est dénommée " eutectic undercooling". Pour notre part, et dans la suite de ce travail nous réservons le nom de surfusion eutectique à la différence entre  $T_{EG} - T_{\min}$  ( $\Delta T_{EG}$ ), où  $T_{EG}$  représente la "vraie" température eutectique, déterminée à partir de la connaissance des diagrammes de phases.

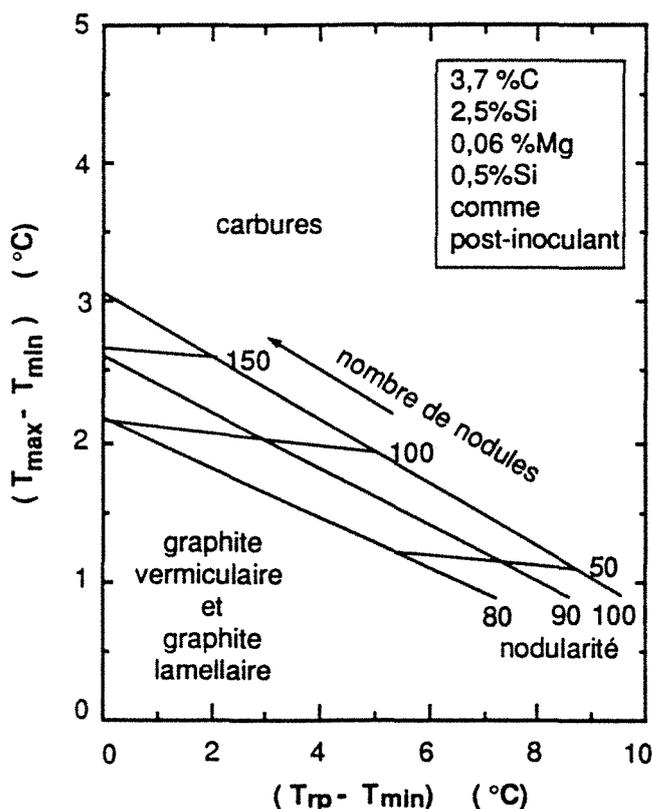


Figure 2.7 Abaque pour la prédiction de la structure des fontes coulées à l'aide des valeurs des températures caractéristiques des courbes de refroidissement. L'ordonnée représente l'amplitude de la recalescence ( $T_{\max} - T_{\min}$ ) et l'abscisse la différence entre la température de début de la réaction proeutectique ( $T_{rp}$ ) et la température minimale du palier de solidification (d'après Loper et al. [8]).

Sur la figure 2.7 on constate que la valeur de  $N_A$  augmente quand la valeur de  $\Delta T_p$  diminue et celle de  $\Delta T_r$  augmente. Hecht et al. [33, 14] ont observé que la valeur de  $N_A$  augmente lorsque  $T_{\min}$  ou  $T_{\max}$  augmente. Cela est illustré sur la figure 2.8, où l'on remarque en outre que la tendance observée correspond à des expériences réalisées avec différentes sortes d'inoculants, comme c'est le cas des expériences réalisées par Schubert et al. [36] avec des fontes à graphite lamellaire. Ces auteurs ont aussi observé une diminution de la valeur de  $\Delta T_{EG}$  lorsque le nombre de cellules eutectiques augmente. Marincek et al. [37] notent également qu'une faible valeur de  $\Delta T_{EG}$  est indice d'un bon taux de germination de graphite. Enfin, la diminution de la valeur de  $\Delta T_{EG}$  au fur et à mesure que  $N_A$  augmente a été également observée par Horsfall (cité par Hughes [38]) pour plusieurs vitesses de refroidissement.

Hecht et al [14] ont constaté que la valeur de  $N_A$  augmente lorsque la valeur absolue de  $V_{fs}$  ou  $T_s$  augmente, comme cela a été aussi observé par Sivula et al. [24] dans le cas de  $V_{fs}$ . Ces auteurs ont également observé que la valeur de  $V_{fs}$  dépend en partie de la nodularité des fontes.

### 2.1.5.3. Relation entre les courbes de refroidissement et la nodularité du graphite

Dans le cas de l'analyse thermique simple, il a été cherché s'il existe une corrélation entre la nodularité du graphite et l'amplitude de la recalescence  $\Delta T_r$ . Différents types de corrélations ont été observées. La figure 2.7 indique que pour une même valeur de  $\Delta T_p$  la nodularité des fontes G.S est

d'autant plus importante que la valeur de  $\Delta T_r$  est importante. En revanche, dans des expériences plus récentes, Stefanescu et al. [28] ont observé que la valeur de  $\Delta T_r$  augmente au fur et à mesure que la nodularité du graphite diminue, comme cela est illustré par la figure 2.9. Pour leur part, Sivula et al. [24] n'ont pas trouvé de corrélation entre les températures caractéristiques de la recalescence et nodularité du graphite.

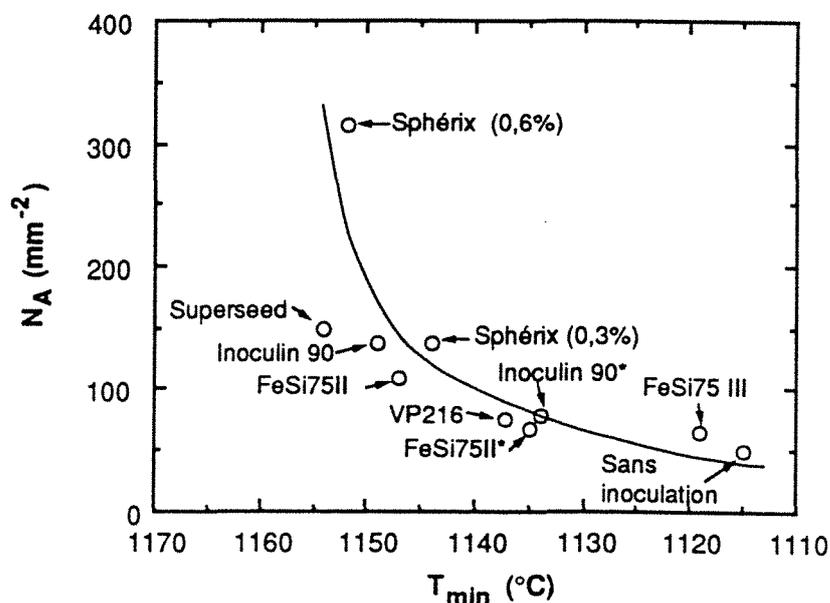


Figure 2.8 Corrélation expérimentale entre le nombre de sphéroïdes par  $\text{mm}^2$  et la valeur de  $T_{min}$ . La fonte, de composition 3,6/3,7 %C, 2,0/2,1 %Si, et 0,05/0,06 %Mg, a été inoculée dans le creuset. Elle a été coulée dans un lingotin d'analyse thermique (godet de commerce). Différents sortes d'inoculants ont été employées (d'après Hecht et al. [14]).

On a également cherché des relations entre la nodularité et les caractéristiques de la première et de la deuxième dérivée des courbes de refroidissement. Bäckerud et al. [23] ont établi une corrélation entre d'une part les valeurs de  $V_{mr}$  et  $\Delta T_r$  et d'autre part la morphologie du graphite, comme cela est illustré par la figure 2.10. Sur celle-ci on observe que des valeurs très importantes de  $\Delta T_r$  et  $V_{mr}$  correspondent à un graphite avec une faible nodularité. Hecht [39] a remarqué que la valeur  $V_{fs}$  permet de distinguer clairement une fonte à graphite lamellaire d'une fonte à graphite sphéroïdal. La valeur de  $V_{fs}$  tend à diminuer quand le pourcentage de graphite sphéroïdal augmente, mais une confusion demeure possible entre une fonte à graphite largement vermiculaire et une fonte à graphite sphéroïdal. Chen et al. [26] ont observé une corrélation entre la valeur de  $V_{pe}$  et  $A_{me}$  (et d'autres paramètres) avec la nodularité, mais ils ont conclu que les exceptions à ces tendances empêchent leur utilisation pour le contrôle de la nodularité. Cependant, ils ont suggéré que pratiquement on peut séparer les fontes avec une nodularité supérieure à 80% de celles avec une nodularité inférieure à 80%. Cela a été également proposé par Sivula et al. [32], mais il est suggéré ici d'utiliser comme critère de référence la valeur de  $V_{fs}$ .

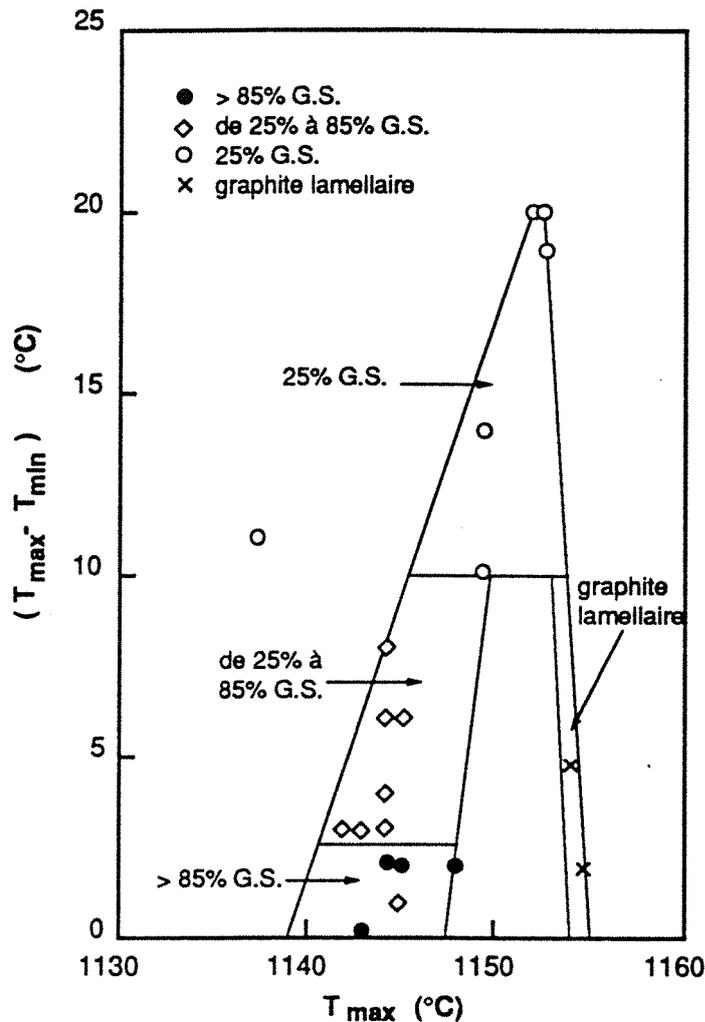


Figure 2.9 Corrélation entre la valeur de l'amplitude de la recalescence ( $T_{\max} - T_{\min}$ ) et la température maximale du palier de solidification ( $T_{\max}$ ) avec la nodularité des fontes traitées avec Fe-Si-Mg comme alliage sphéroïdisant (d'après Stefanescu et al. [28]).

Des tentatives ont été faites pour relier les valeurs des paramètres  $P_p$  et  $P_e$  (voir tableau 2.2) avec la nodularité. Hribosvsek et Marincek [25] ont trouvé une corrélation entre la valeur de  $P_p$  et la nodularité : la valeur de  $P_p$  diminue lorsque la nodularité augmente. D'autre part, ils ont aussi observé que la valeur de la chaleur de solidification déterminée à l'aide des courbes de refroidissement diminue quand la nodularité augmente. De même, Stefanescu [40] a trouvé que pour une même valeur de carbone équivalent, la fonte G.S. semble avoir une chaleur de fusion plus faible que la fonte à graphite compact, G.C., celle-ci étant elle-même inférieure à celle de la fonte grise lamellaire. En outre, Sivula et Rantala [32] ont trouvé que dans le cas des fontes hypoeutectiques, le rapport  $P_e/P_e'$  ou  $P_e/(P_e+P_e')$  augmente lorsque la nodularité diminue.

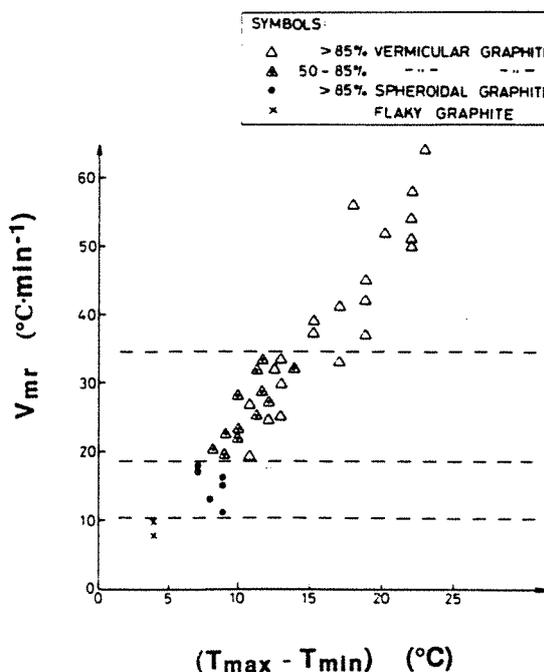


Figure 2.10 Effet de la morphologie du graphite sur les valeurs de la vitesse d'échauffement maximale durant la recalescence,  $V_{mr}$ , et celles du taux de recalescence ( $T_{max} - T_{min}$ ) (d'après Bäckerd et al. [23]).

#### 2.1.5.4. Relation entre les courbes de refroidissement et l'apparition de la fonte blanche

En général, les recherches sur l'apparition de la fonte blanche dans des pièces coulées se limitent à l'étude de l'effet du traitement métallurgique sur la structure de la fonte sans chercher de corrélation avec l'allure des courbes de refroidissement [16, 18, 42]. Dans ce cas, les pièces coulées doivent offrir une plage importante de vitesses de refroidissement. Pour ce faire, on coule des pièces comportant des parties de différentes épaisseurs [16, 18, 41] ou bien des éprouvettes en coin [42]. Dans le premier cas, l'efficacité du traitement métallurgique pour éviter la formation de la fonte blanche est "mesurée" en fonction de l'épaisseur minimale observée sans carbures ou bien, en fonction du taux de cémentite dans une section donnée. Dans le cas des éprouvettes en coin, la position de la zone de "transition" gris-blanc sert à caractériser la tendance des fontes à la formation de fonte blanche.

Peu d'auteurs ont cherché à déterminer des relations entre les caractéristiques des courbes de refroidissement des lingotins d'analyse thermique et le risque d'apparition de carbures dans des pièces, coulées en même temps que le lingotin, permettant la formation de la fonte blanche. Ce type d'étude a été réalisé par Hecht et al. [33, 14]. Ils ont trouvé une corrélation entre d'une part la profondeur de trempe des éprouvettes en coin et d'autre part les valeurs de  $T_{min}$  et  $T_{max}$  des courbes de refroidissement obtenues avec un appareillage industriel d'analyse thermique : la tendance à la trempe augmente lorsque  $T_{min}$  ou  $T_{max}$  diminuent. Stefanescu et al. [27] ont trouvé que la tendance à la formation de cémentite dans des échantillons de structure G. C. peut être attribuable aux valeurs de  $T_{min}$  relativement basses que présente ce type de fontes, par rapport aux fontes G.S. et G.L. Dans

cette étude, la tendance à la trempe a été déterminée à l'aide de petits cylindres de différents diamètres qui ont été coulés parallèlement à l'éprouvette d'analyse thermique. Strong [43] a établi une corrélation entre la valeur de la température  $T_{\min}$  et la tendance à la trempe des pièces d'épaisseurs différentes coulés en fontes G.S.

## 2.2. ASPECTS THEORIQUES DE LA SOLIDIFICATION

### 2.2.1. Germination

Comme on l'a vu dans le paragraphe 2.1.2. différentes observations expérimentales suggèrent que la germination est un phénomène continu au cours du refroidissement, ce qui est en particulier illustré par le fait que la finesse des structures des pièces coulés dépend de la vitesse de refroidissement. On sait par ailleurs que l'inoculation permet la formation de substrats, qui servent à la germination du graphite et de l'austénite selon un processus de germination hétérogène dont la théorie classique est présentée dans l'alinéa 2.2.1.1. On présente ensuite, §2.2.1.2., les travaux qui ont utilisé la théorie classique de germination pour rendre compte des observations expérimentales [44, 45, 46].

On estime actuellement que la prise en compte d'un seul type de substrat ne suffit pas à rendre compte de l'effet de la vitesse de refroidissement sur la finesse de la structure de solidification. Cela conduit à considérer une population de substrats de différents pouvoirs de germination pour simuler le processus de germination dans des pièces coulés. Oldfield [47] a été l'un des premiers à utiliser une telle approche, sans d'ailleurs présenter une démonstration ou même une base théorique aux hypothèses employées dans son modèle. Ce modèle est présenté au paragraphe 2.2.1.3., ainsi d'ailleurs que les différentes modifications de ce modèle proposées récemment dans la littérature et que le modèle, proposé par Rappaz et al., qui considère une distribution gaussienne pour la population des substrats.

#### 2.2.1.1. Rappel sur la théorie classique de la germination

La théorie classique de la germination homogène d'un liquide dans une vapeur sursaturée a été proposée par Volmer et Weber [48]. Ces auteurs ont considéré que dans une phase hors d'équilibre existe une population de petits embryons de la même nature que la phase d'équilibre et dont la répartition en taille est exprimée par l'équation :

$$N^n = N^v \exp\left(-\frac{\Delta G_n}{kT}\right) \quad 2.3$$

où :

$N^n$  nombre d'embryons de n atomes.

$N^v$  nombre total d'atomes par  $m^3$ .

$\Delta G_n$  variation d'enthalpie libre pour la formation d'un embryon de n atomes

k constante de Boltzman.

T température.

Volmer et Weber expriment alors que pour chaque valeur de l'écart à l'équilibre existe une taille critique  $r^*$  des embryons à partir de laquelle ceux-ci deviennent des germes de croissance : au delà de cette taille, la croissance des embryons, maintenant devenus germes, permet une réduction de

l'enthalpie libre, comme l'illustre la figure 2.11. A partir de ces hypothèses ces auteurs expriment la vitesse de germination  $I$  par unité de volume et de temps par l'équation :

$$I = q_0 \cdot O_c \cdot N^v \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad 2.4$$

où :

$\Delta G^*$  variation d'enthalpie libre associée à la formation d'un germe de taille critique

$q_0$  probabilité qu'un atome se fixe à un embryon par unité de surface.

$O_c$  surface d'un embryon de taille critique.

Compte tenu de l'importance du terme exponentiel par rapport au terme pré-exponentiel, la germination ne devient pratiquement possible ( $I > 1 \text{ m}^{-3}\text{s}^{-1}$ ) que lorsque le nombre d'embryons de taille critique  $N^*$  est suffisamment important.

Cette théorie a été améliorée par Becker et Döring [49] en prenant en compte une condition à la limite plus réaliste en ce qui concerne le nombre des embryons et des germes de taille critique (voir figure 2.12). Turnbull et Fisher [50] ont proposé une extension de cette approche pour la germination dans les phases condensées, en considérant toujours le cas où il n'y pas de changement de composition entre les deux phases. La vitesse de germination homogène d'un solide dans un liquide est alors exprimée par :

$$I = N^v \frac{kT}{h} \left\{ \frac{O_c}{n_c} \left( \frac{\Delta G^*}{3kT\pi} \right)^{1/2} \right\} \exp\left(-\frac{\Delta g^\ddagger}{kT}\right) \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad \text{m}^{-3}\text{s}^{-1} \quad 2.5$$

où :

$\Delta g^\ddagger$  énergie d'activation de la diffusion dans le liquide.

$h$  constante de Planck

$n^*$  nombre d'atomes dans l'embryon de taille critique.

Dans le cas de la solidification d'un métal on peut estimer [51] :

$$I = I_0 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad \text{m}^{-3}\text{s}^{-1} \quad 2.6$$

avec  $I_0 = 10^{39}$ . L'incertitude sur l'ordre de grandeur de la valeur de  $I_0$  est probablement de l'ordre 2 à 4. Ceci n'a d'ailleurs pas de conséquence dans la mesure où la variation du terme exponentiel

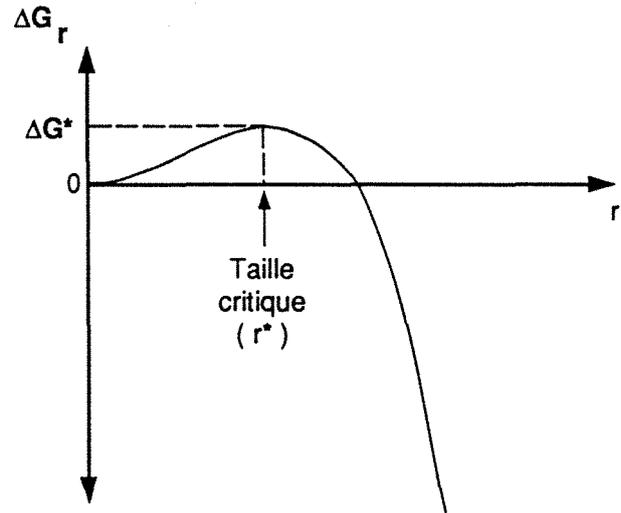


Figure 2.11 Enthalpie de formation des germes  $\Delta G_r$  en fonction de leur taille  $r$ . A partir de la taille critique  $r^*$  les embryons deviennent germes de croissance, car une augmentation de taille provoque une diminution d'enthalpie.

devient extrêmement brutale autour d'une température critique de germination homogène, ainsi que l'illustre la figure 2.13.

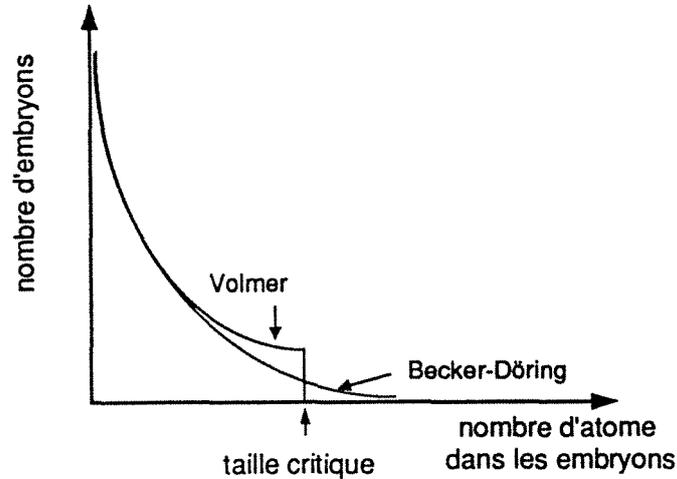


Figure 2.12 Distribution en taille de la population de germes considérée par Volmer [48] et par Becker-Döring [49].

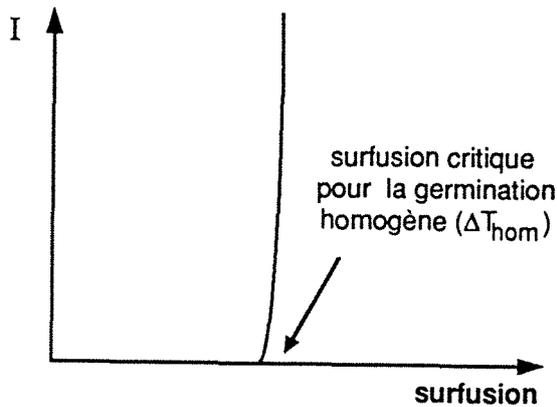


Figure 2.13 Représentation schématique de l'évolution de la vitesse de germination avec la surfusion prévue par la théorie classique de germination.

du nombre de substrats  $N_{rs}$  présents à l'instant  $t$  dans le métal liquide. Dans le cas de germination sur un substrat plat infiniment grand, on peut écrire :

$$I = N_{rs} \cdot 10^{19} \cdot \exp \left[ -\frac{\Delta G^*}{kT} (2-3 \cos \theta + \cos^2 \theta) \right] \quad (\text{m}^{-3}\text{s}^{-1}) \quad 2.7$$

La même approche peut être employée pour décrire la germination hétérogène, elle conduit à une expression semblable à celle de la germination homogène : les seules modifications à faire dans l'équation de la germination homogène consistent d'une part à remplacer  $N^V$  par le nombre d'atomes dans le métal liquide  $N^S$  en contact avec les substrats et d'autre part, de multiplier  $\Delta G^*$  par une fonction de l'angle de raccord  $\theta$  (voir figure 2.14), qui dépend des tensions interfaciales substrat-germe, substrat liquide et germe-liquide, celles-ci dépendent à leur tour de la physico-chimie du système.  $N^S$  peut s'exprimer en fonction

Plus la valeur de  $\theta$  est petite, plus grand est le pouvoir des substrats à servir de sites de germination. La fonction de  $\theta$  qui est dans l'équation 2.7 entre parenthèses dépend des caractéristiques géométriques des substrats. Hunt [52] a écrit cette équation sous la forme suivante afin de décrire l'atténuation de la germination avec l'épuisement du nombre de sites disponibles.

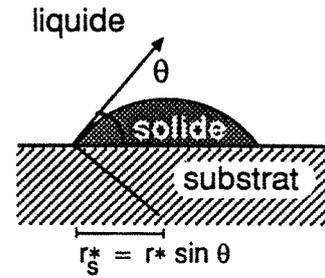


Figure 2.14 Représentation de l'angle de raccordement  $\theta$  caractérisant la capacité d'un substrat à activer la germination.

$$I = (N_{rs}^0 - N_{rs}^t) \cdot 10^{20} \cdot \exp\left(-\frac{U}{\Delta T^2}\right) m^{-3} s^{-1} \quad 2.8$$

avec

$N_{rs}^0$  le nombre de substrats initialement présents dans le métal liquide

$N_{rs}^t$  le nombre de substrats déjà devenus germes à l'instant  $t$ .

$U$  est une constante spécifique à chaque type de substrat servant à la germination hétérogène.

La taille critique  $r^*$  des germes est fonction de la force motrice disponible pour le changement de phase  $\Delta G_T$ . Cette taille critique est exprimée par la relation :

$$r^* = -\frac{2 \cdot \sigma}{\Delta G_T} \quad 2.9$$

$\sigma$  énergie interfaciale entre le germe et la phase matrice.

$\Delta G_T$  enthalpie de transformation de phase en joules par unité de volume.

Il est important de noter que cette relation entre surfusion et rayon critique est valable pour la germination homogène et pour la germination hétérogène. Dans le cas de la germination hétérogène le rayon  $r^*$  correspond au rayon de courbure du germe sur le substrat comme l'illustre la figure 2.14.

### 2.2.1.2. Application de la théorie de la germination hétérogène : contributions des notions théoriques aux modèles de germination actuellement utilisés

Différents auteurs ont employé les équations 2.7 et 2.8 pour prendre en compte l'appauvrissement en substrats du liquide au fur et à mesure de leur activation comme cellules de croissance. On remarque que dans ces travaux, on a considéré implicitement que la taille de substrats est suffisante pour permettre la formation des germes dont le rayon de courbure est supérieur ou égale à  $r^*$ .

Maxwell et Hellawell [46] ont employé l'équation 2.7 pour modéliser la germination dans le cas d'alliages d'aluminium. L'intérêt de ce travail est qu'ils ont couplé la germination et la croissance de petites cellules sphériques, comme l'a fait Oldfield antérieurement dans le cas des fontes G.L. Dans ces conditions les résultats obtenus montrent que tous les substrats deviennent actifs dans un petit intervalle de température de l'ordre de  $\sim 0,5^\circ\text{C}$  autour de la température critique de germination. Par la suite, on notera  $d(\Delta T)_n$  ou  $d(\Delta T_{EG})_n$  l'intervalle de température dans lequel la germination se réalise pour un type de substrats  $n$ .

La figure 2.15, d'après Stefanescu et al. [44], représente la vitesse de germination hétérogène, calculée pour un seul type de substrat, en fonction de la surfusion  $\Delta T_{EG}$ . Pour réaliser ces calculs, ces auteurs ont considéré l'équation 2.8. La vitesse de germination devient appréciable quand l'on atteint une surfusion critique<sup>1</sup>, notée  $\Delta T_{hét}^{\infty}$ , puis s'annule pour des surfusions supérieures à  $\Delta T_{hét}^{\infty}$  lorsque tous les substrats ont été épuisés. La valeur de  $d(\Delta T_{EG})_n$  est faible et de l'ordre de  $\sim 0,1$  °C.

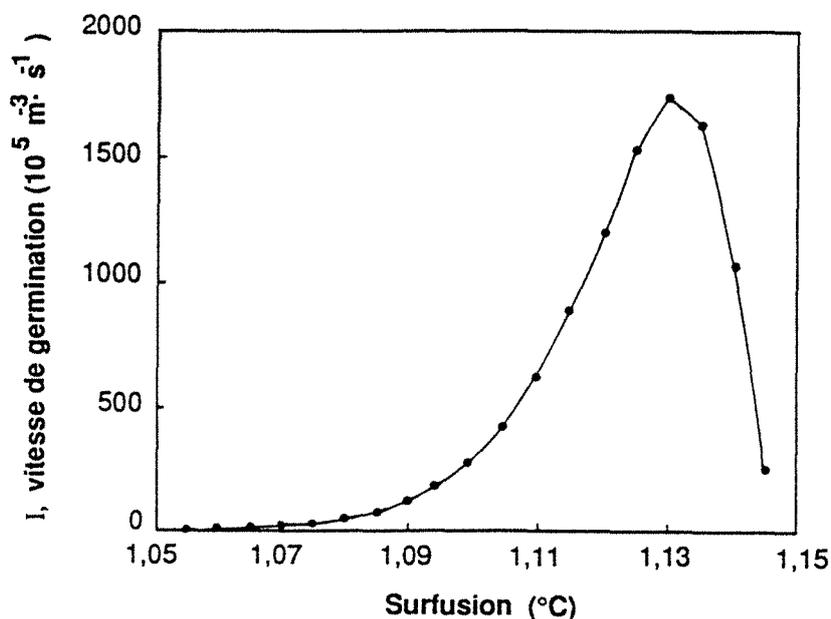


Figure 2.15 Vitesse de germination hétérogène en fonction de la surfusion  $\Delta T_{EG}$  (d'après Stefanescu et al. [44]).

On constate donc que les substrats "n" de caractéristiques identiques vis-à-vis de la germination deviennent actifs lorsque le métal atteint la surfusion critique  $\Delta T_{hét}^{\infty}$ . D'autre part, on a noté qu'un type de substrats "n" est épuisé dans un petit intervalle de surfusion  $d(\Delta T_{EG})_n$ . Il en résulte que, selon la théorie classique de germination, on peut considérer que la germination sur un type de substrat "n" est un phénomène instantané autour d'une surfusion de valeur  $\Delta T_{hét}^{\infty}$ .

En outre, on constate que la valeur de  $d(\Delta T_{EG})_n$  est trop faible par rapport aux variations des surfusions  $\Delta T_{EG}$  trouvées dans les pièces coulées. Il s'ensuit que la considération d'un seul type de substrats ne suffit pas à rendre compte de l'effet de la vitesse de refroidissement sur la finesse de la structure de solidification [44, 45]. Si l'on ne considère que l'existence d'un seul type de substrats on prédirait alors un nombre de cellules eutectiques identique en tout point d'une pièce, même si elle présente des variations importantes d'épaisseurs, et donc des vitesses de refroidissement et des surfusions. Les modèles de Oldfield et Rappaz permettent de pallier les insuffisances de cette première approche.

<sup>1</sup> Cela lorsque l'on considère un substrat plan très grand

### 2.2.1.3. Modèles de germination proposés dans la bibliographie

#### Modèle d'Oldfield

Pour décrire la germination durant la solidification des pièces moulées, Oldfield [47] a décrit le processus de germination comme un phénomène durant lequel les embryons devenus germes ne sont pas remplacés. Cet auteur a aussi considéré que la germination peut être approchée par un scénario indépendant du temps, dans lequel on suppose que tous les embryons susceptibles de croître dans un intervalle de surfusion donné deviennent instantanément des germes. La figure 2.16 schématise cette idée : un nombre  $N_1$  de germes deviennent actifs lorsque le métal a franchi pendant son refroidissement l'intervalle de surfusion  $d(\Delta T_{EG})_1$ ,  $N_2$ , d'un autre type, deviendront actifs si le métal est encore refroidi dans l'intervalle de température  $d(\Delta T_{EG})_2$  et ainsi de suite jusqu'à la température  $T_{min}$  où la recalescence apparaît. La germination stoppe alors car tous les substrats "activables" à des surfusions inférieures à  $(T_{EG} - T_{min})$  ont été déjà activés. Le nombre  $N_V$  total de germes activés est alors égal à la somme de toutes les classes de cellules  $N_1 + N_2 + \dots + N_{min}$ .

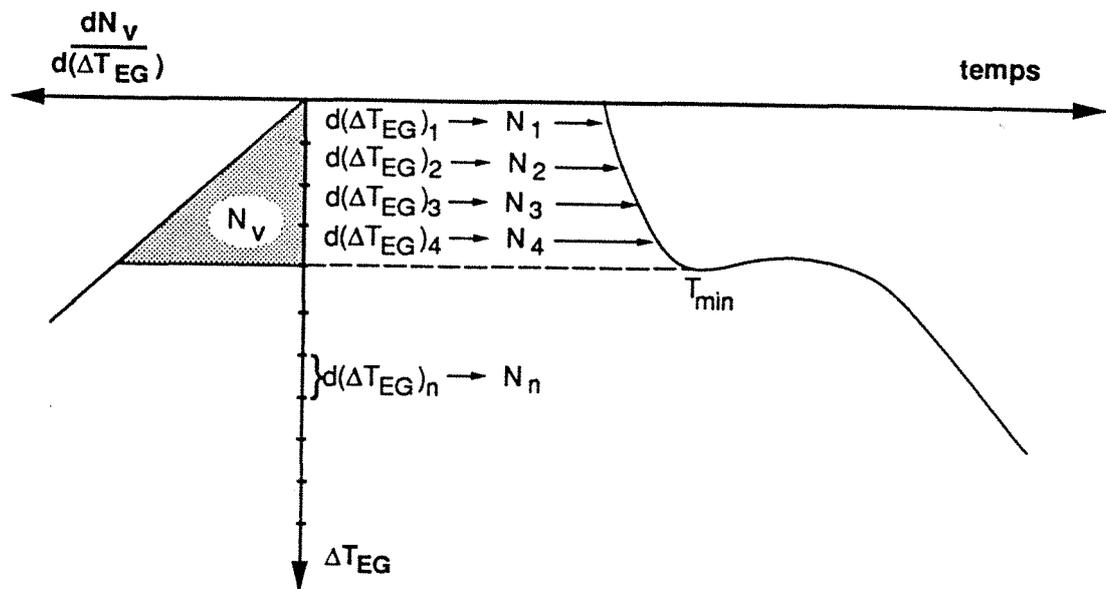


Figure 2.16 Schéma du modèle de germination proposé par Oldfield ; lorsque le métal se refroidit de  $d(\Delta T)_n$  les germes de classe  $n$ , en nombre  $N_n$ , deviennent des cellules eutectiques de croissance.

Oldfield a fait des expériences de solidification de fonte grise lamellaire à différentes vitesses de refroidissement et a pu établir une relation entre le nombre de cellules eutectiques et la surfusion  $\Delta T_{EG}$ . La figure 2.17 schématise cette procédure ; la surfusion  $\Delta T_{EG}$  est mesurée sur les courbes d'évolution de température du métal pendant la solidification, le nombre de cellules eutectiques par unité de surface est mesuré sur coupe métallographique puis transformé en nombre par unité de volume et assimilé au nombre de germes activés. Dans le cadre de ses expériences, Oldfield a trouvé que le nombre de cellules eutectiques peut s'exprimer en fonction de la surfusion par une équation du type :

$$N_V = A \cdot \Delta T_{EG}^2$$

2.10

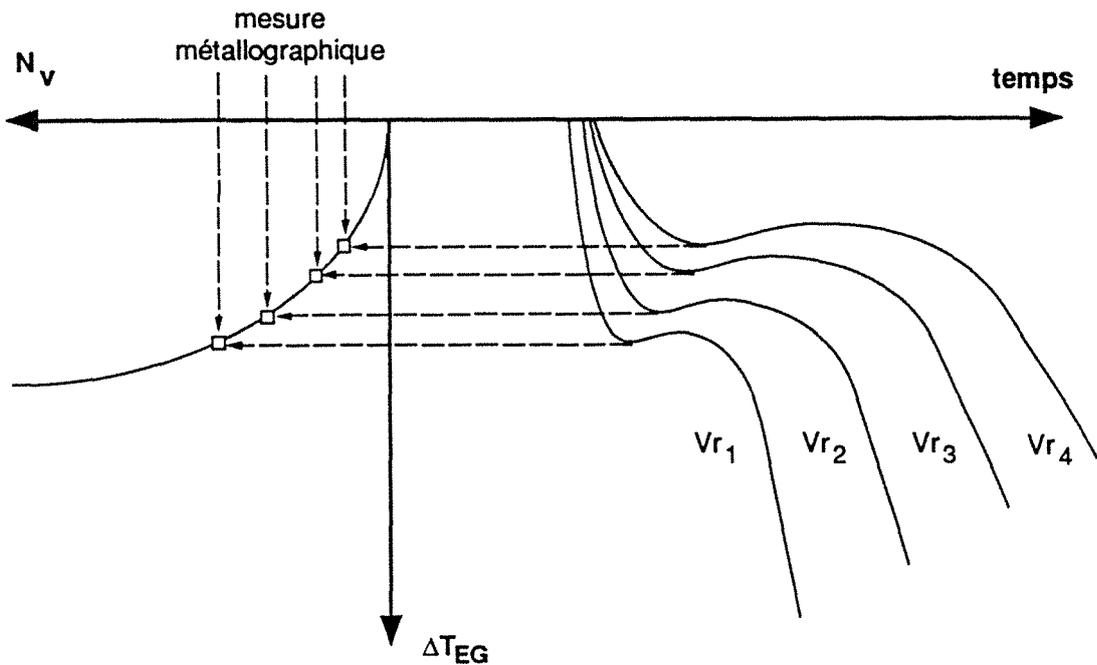


Figure 2.17 Représentation graphique de la procédure employée par Oldfield pour la détermination de la relation entre le nombre de cellules eutectiques et la surfusion.

Su et al. [53] ont utilisé l'équation proposée par Oldfield et d'autres formes semblables. Lacaze et al. [3] ont proposé une équation semblable à celle d'Oldfield mais en prenant en compte le fait que les sites de germination peuvent être "piégés" par le solide au cours de la solidification. Ce dernier type d'équation a permis d'obtenir un accord satisfaisant entre les prédictions et les observations expérimentales en ce qui concerne l'évolution du nombre de nodules et de la fraction du solide lors des expériences de solidification dirigée [3].

Thorgrímsson et al. [54] ont utilisé une forme plus générale de l'équation d'Oldfield dans laquelle la loi de germination est écrite :

$$N_v = A \cdot \Delta T_{EG}^B \quad 2.11$$

Lesoult [55] a aussi proposé de généraliser le modèle d'Oldfield mais sous la forme proposée par Lacaze et al. :

$$dN_v = A_n \cdot \Delta T_{EG}^{n-1} \cdot g^l \cdot d(\Delta T_{EG}) \quad 2.12$$

Ultérieurement [56], ces derniers auteurs ont souligné l'importance de considérer la surfusion par rapport à l'écart à la température de liquidus des phases à germer. L'équation 2.12 s'écrit alors:

$$dN_v = A_n | \cdot \Delta T_l^{n-1} \cdot g^l \cdot d(\Delta T_l) \quad 2.13$$

### Modèle de Rappaz.

Rappaz et al. [57] ont proposé de décrire la distribution en fonction de la surfusion des germes potentiels présents dans le liquide à l'aide d'une loi de Gauss. Le nombre total  $N_v$  de sites activés à la surfusion  $\Delta T_{EG}$  est donné par :

$$N_v = \frac{N_{max}}{\sqrt{2\pi} \Delta T_\sigma} \int_0^{\Delta T_{EG}} \exp\left(-\frac{(\Delta T_{EG} - \Delta T_o)^2}{2 \Delta T_\sigma^2}\right) \cdot d(\Delta T_{EG}) \quad 2.14$$

où  $N_{max}$  est le nombre total de substrats initialement présents dans le liquide,  $\Delta T_\sigma$  et  $\Delta T_o$  représentent respectivement l'écart et la moyenne de la distribution de Gauss.

Cette approche est intéressante car elle introduit un point de vue statistique pour interpréter la distribution des substrats. Cependant les possibilités pratiques de réaliser des mesures expérimentales qui permettraient éventuellement de donner un sens physique aux valeurs des paramètres introduits dans l'équation 2.14 sont réduites. Par exemple, on pourrait très difficilement déterminer le nombre de substrats  $N_{max}$  disponibles initialement dans le métal liquide, car on est pratiquement limité à la mesure des particules de taille supérieure à 1  $\mu m$ . On est alors obligé d'augmenter la vitesse de refroidissement du métal de manière à faire grossir un nombre maximum de particules : dans le cas des fontes, on ne peut cependant pas dépasser le seuil de vitesse à partir duquel on obtient de la fonte blanche. Le choix d'une valeur pour  $N_{max}$  reste donc encore assez spéculatif, comme est illustré dans la figure 2.18. Dans cette figure on a reporté les points expérimentaux obtenus par Zou [58] avec des alliages G.L., binaire Fe-C et ternaire Fe-C-Si, et tracé les distributions gaussiennes employées par cet auteur. On observe que les courbes gaussiennes diffèrent seulement dans la hauteur du palier correspondant à la valeur de  $N_{max}$  : autrement dit, dans le domaine des valeurs expérimentales relevées, la courbe gaussienne qui correspond à la fonte Fe-C-Si peut être employée pour rendre compte des points expérimentaux de la fonte Fe-C.

Sur la même figure, on a tracé la courbe correspondant au modèle 2.12. On constate que ce type de modèle s'ajuste assez bien aux points expérimentaux avec l'intérêt supplémentaire qu'il ne nécessite que deux paramètres. On doit préférer une description qui introduit le minimum de paramètres pour l'ajustement expérience-modèle [55].

### 2.2.2. Cinétique de croissance d'une sphère eutectique de fonte G.S.

Ce paragraphe est consacré aux modèles de croissance des nodules de graphite entourés d'une coquille d'austénite. La bibliographie fait apparaître l'existence de deux types de modèles : les premiers déterminent la loi de croissance du nodule de graphite et/ou de la coquille d'austénite à l'aide des équations locales de conservation de la masse aux interfaces graphite-austénite ou austénite-liquide et les seconds utilisent de plus un bilan global de matière à l'échelle d'un grain, c'est-à-dire à l'échelle du volume du métal correspondant à une cellule eutectique. En général, dans ces modèles, on fait l'hypothèse d'un liquide chimiquement homogène et dont la teneur en carbone est celle qui correspond à l'équilibre thermodynamique entre le liquide et l'austénite. D'autre part, dans tous les modèles, la croissance d'un nodule de graphite avec coquille d'austénite est modélisée en considérant qu'elle est contrôlée par la diffusion du carbone à travers la coquille.

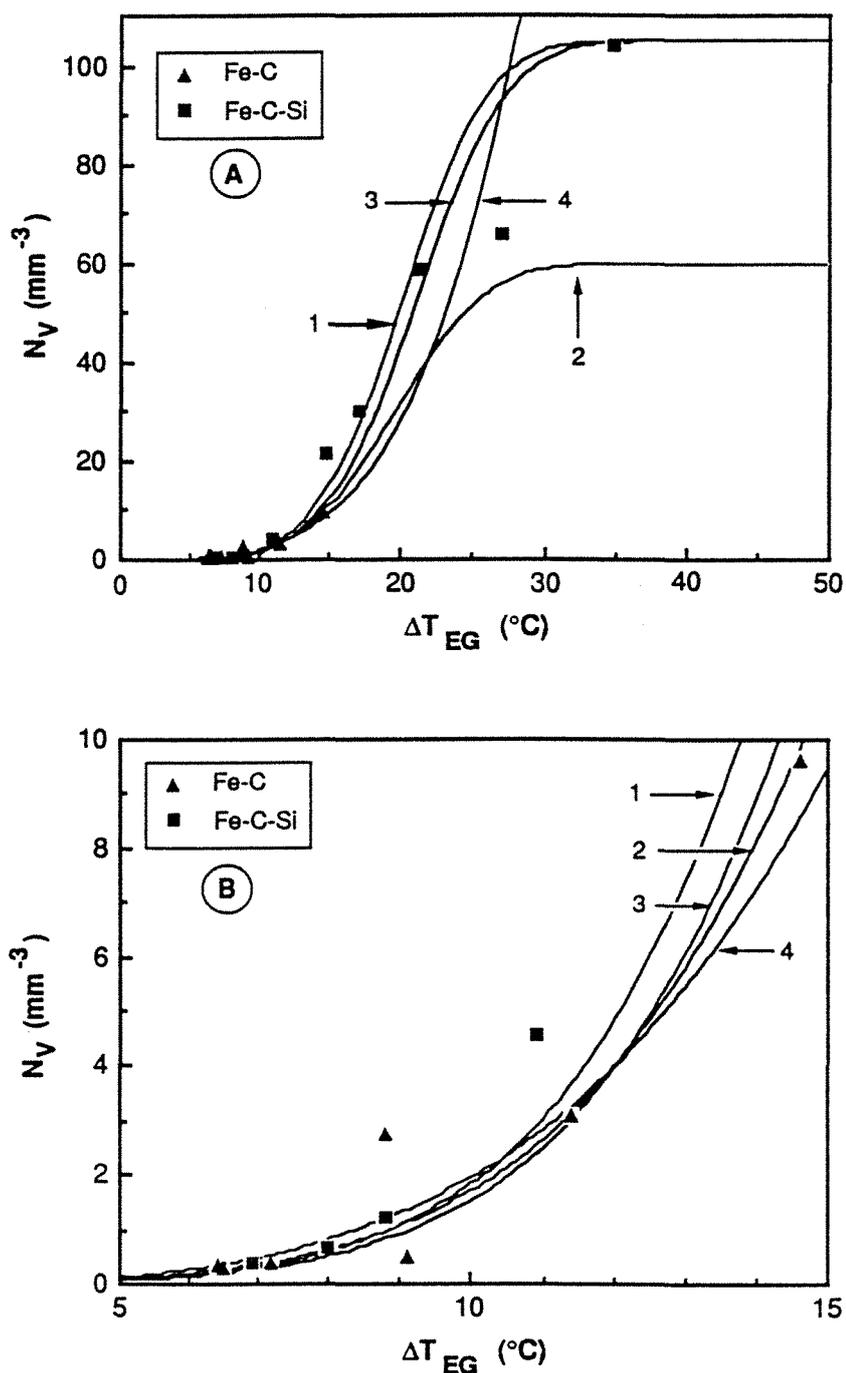


Figure 2.18 Nombre de cellules en fonction de la surfusion. Données expérimentales obtenues par Zou [58]. Vue de l'ensemble des données (A) et agrandissement de la région correspondant aux faibles surfusions. Les courbes 1, 2, et 3, correspondent au modèle proposé par Rappaz et al. avec différents valeurs de paramètres, la courbe 4 correspond à une loi type Oldfield:

- 1  $\Delta T_0 = 20,0 \text{ K}$  ;  $\Delta T_\sigma = 4,75 \text{ K}$  ;  $N_{\max} = 105 \text{ mm}^{-3}$ , système Fe-C-Si [58]
- 2  $\Delta T_0 = 19,5 \text{ K}$  ;  $\Delta T_\sigma = 5,0 \text{ K}$  ;  $N_{\max} = 60 \text{ mm}^{-3}$ , système Fe-C [58]
- 3  $\Delta T_0 = 21,0 \text{ K}$  ;  $\Delta T_\sigma = 5,0 \text{ K}$  ;  $N_{\max} = 105 \text{ mm}^{-3}$
- 4 Loi type Oldfield avec  $n = 4$ .

### 2.2.2.1. Le modèle de Wetterfall et al. [6]

La figure 2.19 schématise le profil de concentration du carbone dans la coquille d'austénite et le métal liquide. Wetterfall et al. établissent un bilan de matière à l'interface graphite-austénite et obtiennent l'expression suivante :

$$\frac{dR^g}{dt} = \frac{D_c^\gamma \left( \frac{\partial C_c^\gamma}{\partial r} \right)_{R^g}}{(C_c^g - C_c^{\gamma/g})} \quad 2.15$$

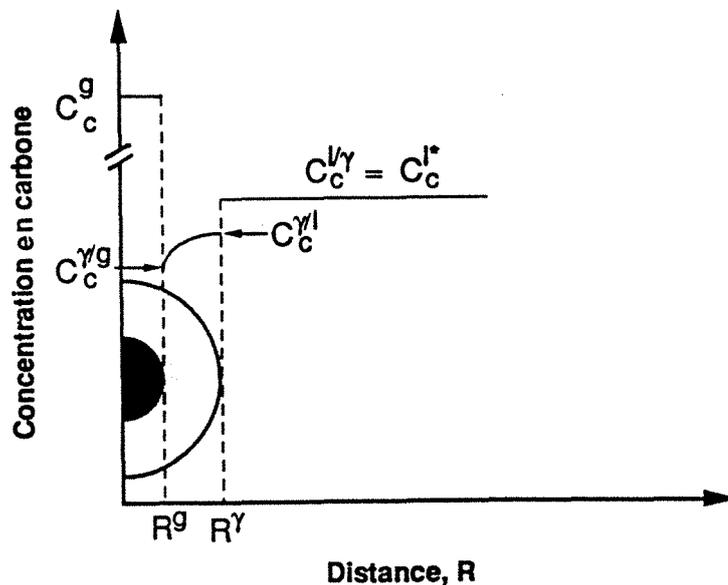


Figure 2.19. Profil de carbone en fonction de la distance R dans le cas de la croissance d'un nodule de graphite entouré par une coquille d'austénite ; cas d'un liquide de composition homogène égale à celle d'équilibre avec l'austénite  $C_c^{l/\gamma}$ .

En considérant un régime de diffusion quasi-stationnaire, on trouve :

$$\frac{dR^g}{dt} = \frac{D_c^\gamma R^\gamma (C_c^{\gamma/l} - C_c^{\gamma/g})}{R^g (R^\gamma - R^g) (C_c^g - C_c^{\gamma/g})} \quad 2.16$$

Pour une température donnée, les valeurs de concentrations sont prises du diagramme d'équilibre Fe-C, car on suppose l'équilibre thermodynamique aux interfaces graphite-liquide et austénite-liquide. Wetterfall et al. réalisent par ailleurs un bilan de carbone sur l'ensemble d'un volume élémentaire contenant initialement un nodule de graphite de taille initiale  $R^g$  dans le métal liquide dont la concentration en carbone est  $C_c^{l/\gamma}$ . Il est intéressant de noter qu'avec cette dernière hypothèse on fait abstraction du passage de la composition initiale du métal liquide en carbone à celle qui correspond à la saturation en carbone par rapport au liquidus austénitique,  $C_c^{l/\gamma}$ . Le bilan de soluté dans le volume élémentaire permet de déterminer une relation entre  $R^\gamma$  et  $R^g$  en fonction des concentrations en carbone du graphite, du liquide et de l'austénite. A l'aide de cette relation et de l'équation 2.16 il est

possible donc de décrire la cinétique de croissance d'un nodule de graphite entouré par une coquille d'austénite.

### 2.2.2.2. Le modèle de Owadano et al.

Pour établir leur modèle de croissance de la cellule eutectique, Owadano et al. [15] adoptent pour l'essentiel les mêmes hypothèses que celles faites par Wetterfall et al. : équilibre thermodynamique aux interfaces, croissance isotherme de la cellule eutectique et un liquide de composition homogène égale à  $C_c^{l\gamma}$ . Owadano et al. [15], à la différence de Wetterfall et al., utilisent un bilan de matière à l'interface austénite-métal liquide, et de ce fait ils obtiennent l'expression de la vitesse de croissance de la coquille d'austénite :

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = \frac{D_c^\gamma \left( \frac{\partial C_c^\gamma}{\partial r} \right)_{R^\gamma}}{(C_c^{l\gamma} - C_c^{\gamma/l})} \quad 2.17$$

Si l'on suppose comme précédemment que le régime de diffusion du carbone dans l'austénite est quasi-stationnaire on peut établir :

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = \frac{D_c^\gamma R^g (C_c^{\gamma/l} - C_c^{\gamma/g})}{R^\gamma (R^\gamma - R^g) (C_c^{l\gamma} - C_c^{\gamma/l})} \quad 2.18$$

D'autre part, Owadano et al. ont calculé la relation entre  $R^\gamma$  et  $R^g$  à l'aide des bilans de carbone faits pour un volume élémentaire et établis selon différents schémas :

- un nodule de graphite de taille initial  $R^g$  existe avant la formation de la coquille d'austénite (cas considéré par Wetterfall et al.)
- l'austénite est initialement formée puis un nodule précipite au centre de celle-ci.
- l'austénite et le nodule se forment simultanément.

A l'aide de ces bilans de soluté, ces auteurs ont vérifié que la relation  $R^\gamma/R^g$  tend rapidement vers une valeur  $\approx 2,43$ , et donc on peut considérer que le rapport  $R^\gamma/R^g$  est constant durant une grande partie du processus de solidification. Cela permet d'éviter l'utilisation des bilans de soluté dans les modèles de croissance proposés par Wetterfall et al. ou par Owadano et al., car la croissance de la cellule eutectique peut être décrite de façon approchée par les équations 2.16 et 2.18 seulement.

### 2.2.2.3. Le modèle de Rappaz et al.

Rappaz et al. [59] ont établi une loi de croissance de la cellule eutectique en partant d'un bilan de masse et de soluté dans un volume fermé à l'échelle d'un grain. A la différence de Wetterfall et al., et d'Owadano et al., ces auteurs ne font pas abstraction du passage de la composition initiale en carbone du métal liquide à celle de saturation par rapport au liquidus de l'austénite,  $C_c^{l\gamma}$ . La combinaison des dérivées par rapport au temps des bilans de masse et de carbone conduit à l'équation suivante :

$$(R^\gamma)^2 \left\{ \left[ \left( \frac{\rho^l - \rho^\gamma}{\rho^l} \right) \bar{C}_c^l - \bar{C}_c^l + C_c^{\gamma/l} \right] \frac{dR^\gamma}{dt} + D_c^\gamma \frac{\partial C_c^\gamma}{\partial t} \right\}_{R^\gamma} + \frac{(R_0^3 - (R^\gamma)^3)}{3(R^\gamma)^2} \frac{d\bar{C}_c^l}{dt} \left. \vphantom{\frac{dR^\gamma}{dt}} \right\} \\ (R^g)^2 \left\{ \left[ C_c^g - C_c^{\gamma/g} - \bar{C}_c^l \left( \frac{\rho^\gamma - \rho^g}{\rho^l} \right) \right] \frac{dR^g}{dt} - D_c^\gamma \frac{\partial C_c^\gamma}{\partial t} \right\}_{R^g} = 0 \quad 2.19$$

En considérant que les termes dans les grandes accolades sont égaux à zéro on obtient l'expression suivante pour la croissance d'un nodule de graphite entouré par une coquille d'austénite.

$$\frac{dR^g}{dt} = \frac{D_c^\gamma \frac{\partial C_c^\gamma}{\partial r} \Big|_{R^g}}{\left[ C_c^g - C_c^{\gamma/g} - \bar{C}_c^l \left( \frac{\rho^\gamma - \rho^g}{\rho^l} \right) \right]} \quad 2.20$$

et pour la croissance de la coquille d'austénite :

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = \frac{D_c^\gamma \frac{\partial C_c^\gamma}{\partial t} \Big|_{R^\gamma} + \frac{(R_0^3 - (R^\gamma)^3)}{3(R^\gamma)^2} \frac{d\bar{C}_c^l}{dt}}{\left[ \bar{C}_c^l - C_c^{\gamma/l} - \left( \frac{\rho^l - \rho^\gamma}{\rho^l} \right) \bar{C}_c^l \right]} \quad 2.21$$

où  $R_0$  représente le rayon du grain dans lequel est effectué le bilan de masse et de carbone. Le développement mathématique présenté par Rappaz et al. correspond au cas où :

$$\bar{C}_c^l = C_c^{l/\gamma} \quad 2.22$$

La séparation de deux termes de l'équation 2.19 en supposant qu'ils sont indépendants et qu'ils doivent tous les deux être égaux à zéro n'a pas été explicitée par Rappaz et al. Ces termes contiennent respectivement le bilan de carbone à l'interface austénite/liquide utilisé par Owadano et al. et le bilan de carbone à l'interface graphite/austénite établi par Wetterfall et al. Les termes entre parenthèses à l'intérieur des dénominateurs des équations 2.21 et 2.22 n'apparaissent pas dans les modèles de Wetterfall et al. et d'Owadano et al., ces termes sont négligeables. Dans le numérateur de l'équation 2.21 on trouve un terme qui n'apparaît pas non plus dans l'équation d'Owadano. Ce terme rend compte de l'évolution de la composition du liquide durant la solidification, qui d'après les hypothèses des calculs, est directement lié aux variations de température du métal. Il permet de contre-balancer les changements de composition du liquide, supposé homogène, par un transfert de carbone du liquide vers l'austénite ou en sens inverse. Il faut noter que lorsqu'il n'y a pas de changement de température, le terme  $d\bar{C}_c^l/dt$  est nul et donc on retrouve l'équation d'Owadano établie pour une solidification isotherme.

#### 2.2.2.4. Expression des lois de croissance de la cellule eutectique de la fonte G.S. en fonction de la surfusion

Les différents modèles pour la croissance du nodule de graphite entouré par une coquille d'austénite [6, 59] et les modèles pour la croissance de la coquille d'austénite [15, 59] ont été exprimés en fonction de concentrations massiques du carbone. Celles-ci sont d'emploi moins courant que les titres massiques. De ce fait on travaille ici avec des titres massiques (%) qui sont simplement reliés aux concentrations par les relations ci-dessous :

$$\begin{aligned} C_{c\infty}^l &= \rho^l w_c^l / 100 & ; & & C_c^{l/g} &= \rho^l w_c^{l/g} / 100 \\ C_c^{\gamma/g} &= \rho^\gamma w_c^{\gamma/g} / 100 & ; & & C_c^{\gamma/l} &= \rho^\gamma w_c^{\gamma/l} / 100 \\ C_c^g &= \rho^g w_c^g = \rho^g \end{aligned} \quad 2.23$$

A l'aide de ces expressions on réécrit le modèle de Wetterfall et al. et celui d'Owadano en fonction des titres massiques :

$$\frac{dR^g}{dt} = D_c^\gamma \frac{R^\gamma}{R^g (R^\gamma - R^g)} \frac{\rho^\gamma (w_c^{\gamma/l} - w_c^{\gamma/g})}{(\rho^g w_c^g - \rho^\gamma w_c^{\gamma/g})} \quad 2.24$$

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = D_c^\gamma \frac{R^g}{R^\gamma (R^\gamma - R^g)} \frac{\rho^\gamma (w_c^{\gamma/l} - w_c^{\gamma/g})}{(\rho^l w_c^{l/\gamma} - \rho^\gamma w_c^{\gamma/l})} \quad 2.25$$

Les titres massiques aux interfaces, qui correspondent à l'équilibre thermodynamique, sont liés à la température par le diagramme de phases, comme l'illustre la figure 2.20. La température solidus de l'équilibre austénite-métal liquide,  $T^{\gamma/l}$ , et la température de solvus de l'équilibre austénite-graphite,  $T^{\gamma/g}$ , s'expriment :

$$T^{\gamma/l} = T_{EG} + w_c^{\gamma/l} m^{\gamma/l} \quad ; \quad T^{\gamma/g} = T_{EG} + w_c^{\gamma/g} m^{\gamma/g} \quad 2.26$$

où  $m^{\gamma/l}$  représente la pente du solidus austénite-liquide et  $m^{\gamma/g}$  représente la pente du solvus austénite-graphite. Dans un système isotherme, les températures aux interfaces sont égales :  $T^{\gamma/l} = T^{\gamma/g} = T$ , et donc :

$$(w_c^{\gamma/l} - w_c^{\gamma/g}) = (T_{EG} - T) \left( \frac{1}{m^{\gamma/g}} - \frac{1}{m^{\gamma/l}} \right) \quad 2.27$$

A partir de cette égalité, on peut réécrire le modèle de Wetterfall et al. sous la forme:

$$\frac{dR^g}{dt} = D_c^\gamma \left( \frac{1}{m^{\gamma/g}} - \frac{1}{m^{\gamma/l}} \right) \left( \frac{\rho^\gamma}{(\rho^g w_c^g - \rho^\gamma w_c^{\gamma/g})} \right) \left( \frac{R^\gamma}{R^g (R^\gamma - R^g)} \right) \Delta T_{EG} \quad 2.28$$

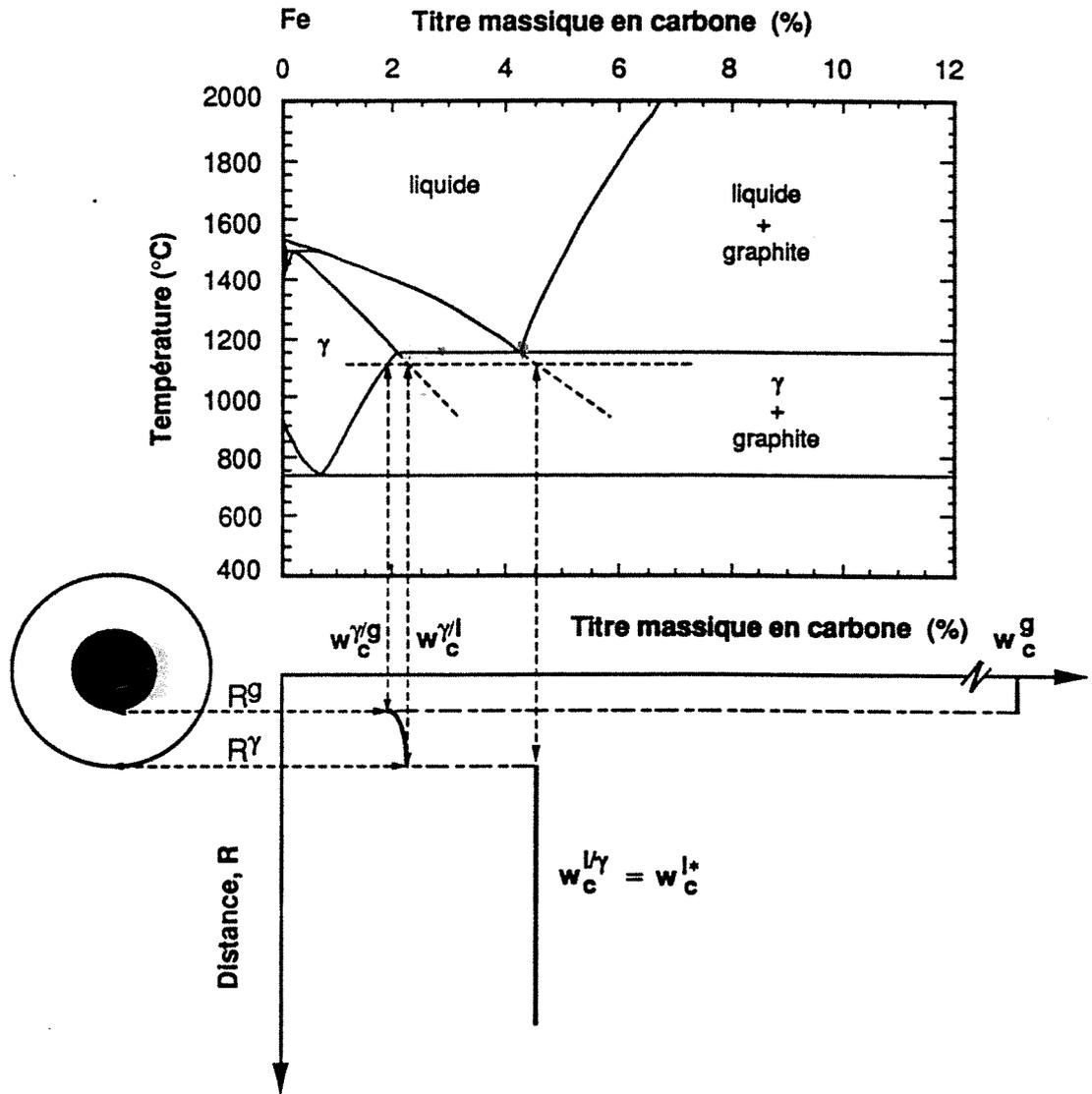


Figure 2.20 Schéma de l'association du diagramme de phase et du titre massique en carbone aux interfaces graphite-austénite et austénite-liquide. Le graphique en haut correspond au diagramme de phases Fe-C, le graphique en bas est une représentation du profil de la teneur en carbone dans une cellule eutectique de la fonte à graphite sphéroïdal.

et celui d'Owadano sous la forme:

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = D_c^\gamma \left( \frac{1}{m^{\gamma/g}} - \frac{1}{m^{\gamma/l}} \right) \left( \frac{\rho^\gamma}{\rho^l w_c^{l/\gamma} - \rho^\gamma w_c^{\gamma/l}} \right) \left( \frac{R^g}{R^\gamma (R^\gamma - R^g)} \right) \Delta T_{EG} \quad 2.29$$

En considérant un rapport  $R^\gamma / R^g$  égal à 2,4 les équations 2.28 et 2.29 deviennent respectivement :

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = \left\{ D_c^\gamma \left( \frac{1}{m^{\gamma/g}} - \frac{1}{m^{\gamma/l}} \right) \left( \frac{9,87}{\left( \frac{\rho^g w_c^g}{\rho^\gamma} - w_c^{\gamma/g} \right)} \right) \right\} \left\{ \frac{\Delta T_{EG}}{R^\gamma} \right\} \quad 2.30$$

et :

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = \left\{ D_c^\gamma \left( \frac{1}{m^{\gamma/g}} - \frac{1}{m^{\gamma/l}} \right) \left( \frac{0,714}{\left( \frac{\rho^l w_c^{\gamma/l}}{\rho^\gamma} - w_c^{\gamma/l} \right)} \right) \right\} \left\{ \frac{\Delta T_{EG}}{R^\gamma} \right\} \quad 2.31$$

Pour avoir une idée de l'ordre de grandeur de la cinétique de croissance de la coquille d'austénite, donc de la cellule eutectique, on peut considérer comme constants les termes entre accolades des deux équations, notés  $K^\circ$  pour le cas de l'équation 2.30 et  $K^*$  pour celui de l'expression 2.31. Cette hypothèse suppose que l'on néglige la variation de  $D_c^\gamma$  en fonction de la température, puisque les autres termes sont relativement constants. En effet, dans le cas de  $K^*$ , on note dans le diagramme de phase Fe-C de la figure 2.20 que la variation de  $(w_c^{\gamma/l} - w_c^{\gamma/g})$  en fonction de la température, et donc celle de  $(\rho^l w_c^{\gamma/l} / \rho^\gamma - w_c^{\gamma/l})$ , est moins importante que celle de  $(w_c^{\gamma/l} - w_c^{\gamma/g})$  de sorte que l'on peut considérer  $(w_c^{\gamma/l} - w_c^{\gamma/g}) = cte$ . Dans le cas de  $K^\circ$ , la valeur de  $\rho^\gamma w_c^{\gamma/g}$  est faible par rapport au terme  $\rho^g w_c^g$ , lui-même indépendant de la température et donc  $(\rho^g w_c^g - \rho^\gamma w_c^{\gamma/g}) = cte$ .

Dans le tableau 2.3 on a reporté quelques-unes des valeurs de  $K^\circ$  et  $K^*$  trouvées dans la bibliographie ainsi que les valeurs de certains des paramètres physiques auxquels elles sont associées. Sur ce tableau on constate que les valeurs de  $K^\circ$  et  $K^*$  varient entre  $0,2 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \text{C}^{-1} \text{ s}^{-1}$  et  $11,83 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \text{C}^{-1} \text{ s}^{-1}$ . La variation de  $K^\circ$  et  $K^*$  observée dans le tableau 2.3 est essentiellement due à des différences dans les valeurs de  $D_c^\gamma$ . Cela est illustré par le fait qu'il n'existe pas une grande différence entre les valeurs de  ${}^1K^\circ$  reportées dans le tableau 2.3. Les valeurs de  $K^\circ$  utilisées pour estimer  ${}^1K^\circ$  ont été calculées avec les différentes données et une valeur fixe de  $D_c^\gamma$  égale à  $9 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ .

Sur le tableau 2.3 on observe aussi que les valeurs de  $K^\circ$  et  $K^*$  sont sensiblement égales quand l'on considère la même base de données physiques, c'est-à-dire que, les lois de Wetterfall et d'Owadano sont équivalentes lorsque l'on considère de cellules de croissance dont le rapport  $R^\gamma/R^g$  est constant et égal à 2,4.

Pour cette étude, nous avons pris comme valeur de repère de  $K^\circ$  celle proposée par Fredriksson et al. [60].

Tableau 2.3 Valeurs de  $K^\circ$  et  $K^*$  trouvées dans la bibliographie ainsi que les valeurs de certains des paramètres physiques auxquelles elles sont associées. Les valeurs de  ${}^1K^\circ$  sont égales à  $(9 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}) K^\circ / D_c^\gamma$ .

| Auteur              | $D_c^\gamma$<br>$10^{12} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ | $m^{\gamma/g}$<br>$^\circ\text{C} (\%)^{-1}$ | $m^{\gamma/l}$<br>$\text{C} (\%)^{-1}$ | $(\rho^g w_c^g / \rho^\gamma - w_c^{\gamma/g})$<br>$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3} (\%)$ | $(\rho^l w_c^{\gamma/l} / \rho^\gamma - w_c^{\gamma/g})$<br>$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3} (\%)$ | $K^*$<br>$10^{13}$ | $K^\circ$ | ${}^1K^\circ$ |
|---------------------|--|--|--|---|--|--------------------|-----------|---------------|
| Fredriksson<br>[60] | 90   |  |  |   |  |                    | 2,87      |               |
| Fraß<br>[61]        | 7  | 300  | -182                                   |   | 2,18   |                    | 0,2       | 2,6           |
| Owadano<br>[15]     | 302  |  |  |   |  | 11,83              |           | 3,5           |
|                     | 90   | 310  | -177,9                                 |   | 2,15   | 2,64               |           |               |
|                     | 90   | 310  | -177,9                                 | 30,24   |  |                    | 2,60      |               |

### 2.2.2.5. Validation expérimentale des modèles de croissance de la sphère eutectique et discussion

Les modèles de croissance de cellules eutectiques développés par Wetterfall et al. et Owadano et al. ont été utilisés par différents auteurs afin de comparer à des données expérimentales les résultats des calculs concernant d'une part la croissance des cellules eutectiques et d'autre part l'évolution de la fraction solidifiée.

Wetterfall et al. ont confronté leur modèle à l'évolution du rayon d'un seul nodule avec sa coquille ; ils ont trouvé que le modèle décrit bien la croissance d'un nodule de graphite entouré d'une coquille d'austénite. Les données expérimentales ont été obtenues par la mesure de la taille du plus gros nodule de graphite et celle de sa coquille d'austénite sur des échantillons obtenus par trempe à différents instants de la solidification. Les conditions de refroidissement obtenues avec leur appareillage permettent l'obtention de paliers de solidification à peu près isothermes (TSI).

Théret [1] a aussi trouvé un bon accord entre les données expérimentales sur l'évolution de la taille maximale des nodules au cours de la solidification et les résultats du modèle de Wetterfall et al., comme cela est illustré par la figure 2.21. Cet auteur a étudié la solidification de la fonte G.S. à l'aide de la technique de trempe en cours de solidification dirigée (TSD). Comme Wetterfall et al., Théret a confronté les résultats du modèle à la croissance du plus grand nodule observé à différents instants de la solidification. On remarque que dans ce type d'expérience le processus de solidification n'est pas isotherme. Théret a fait abstraction de cela dans les calculs en considérant les valeurs des paramètres physico-chimiques qui correspondent à la température moyenne de la réaction eutectique. L'accord simulation-expérience sur la croissance d'un nodule de graphite observé par Théret a été confirmé par Arnould [2] qui a aussi comparé les résultats du modèle de Wetterfall et al. avec les mesures expérimentales de la taille du plus gros nodule de graphite et sa coquille dans des échantillons obtenus par TSD.

Les résultats précédemment présentés montrent que le modèle de Wetterfall décrit raisonnablement bien la cinétique de croissance d'une cellule eutectique. A notre connaissance le modèle d'Owadano n'a pas fait l'objet d'une validation expérimentale qui considère la croissance d'une cellule eutectique. Cependant ce modèle est indirectement justifié par la validation du modèle de Wetterfall et al. puisque, selon les hypothèses faites par ces auteurs, les deux modèles sont équivalents. En effet, le modèle de Wetterfall et al. pour la croissance d'un nodule de graphite entouré par une coquille d'austénite et le modèle d'Owadano pour la croissance de la coquille d'austénite sont liés par le bilan de carbone à l'échelle de la cellule eutectique, puisqu'ils considèrent que le liquide a une composition homogène et égale à  $C_c^{l/y}$  (voir annexe C).

On a remarqué que dans des conditions de solidification isothermes, les équations de Rappaz et al. pour la croissance du nodule de graphite entouré par une coquille d'austénite et pour la croissance de la coquille, sont respectivement équivalentes au modèle de Wetterfall et al. et au modèle d'Owadano et al. Cependant, dans le cas du modèles de Rappaz et al., le rapport  $R_Y/R_\theta$  initial de la cellule eutectique est déterminé par la composition initiale du liquide, alors que dans les autres modèles ce rapport est choisi de manière apparemment arbitraire. La figure 2.22, d'après Rappaz et al., représente l'évolution de ce rapport en fonction du temps. Sur cette figure, on remarque que dès le début de la solidification le rapport  $R_Y/R_\theta$  a des valeurs très importantes ( $\approx 2,3$ ). Cela représente une inconsistance physique du modèle de Rappaz et al. dans la description du début de croissance de la sphère eutectique. En effet, d'après les observations expérimentales faites par Théret [1] et par Arnould [2] la coquille d'austénite, de faible épaisseur au début de la solidification, tend à se

développer de manière plus ou moins rapide jusqu'à atteindre vers la fin de la solidification une valeur de  $\approx 2,4$ , comme cela est illustré par la figure 2.21.

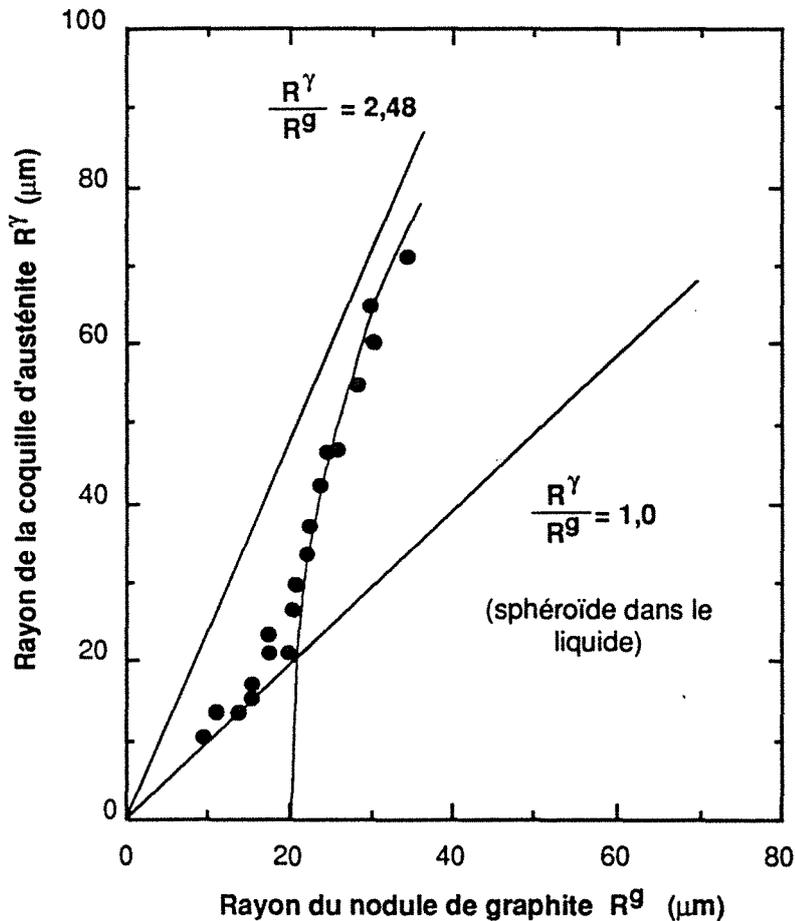


Figure 2.21 Evolution durant la solidification du rayon de la coquille d'austénite en fonction du rayon qui correspond aux nodules de graphite. Les mesures ont été réalisées sur le plus gros nodule observé sur coupe métallographique. La ligne courbe correspond au modèle de Wetterfall en prenant en compte le bilan de soluté, la ligne en haut correspond au rapport  $R^\gamma/R^g$  égal à 2,48, enfin la ligne en bas correspond au nodule sans coquille : le croisement de cette ligne avec celle du modèle de Wetterfall permet de déterminer la taille atteinte par le nodule avant d'être entouré par la coquille. Les points expérimentaux correspondent à une fonte de composition eutectique [3].

Le désaccord du modèle de Rappaz et al. avec l'expérience concernant la description du début de solidification est dû au fait que les bilans de soluté et de masse établis par ces auteurs ne considèrent pas la présence des dendrites qui sont normalement observées dans les fontes G.S. Le dépôt de ces dendrites a une influence non négligeable sur la saturation en carbone du métal liquide de sorte que l'on peut imaginer un scénario différent de celui employé par Rappaz et al. pour l'établissement de la cinétique de croissance de la sphère eutectique. Ainsi, un autre modèle qui décrit la solidification des fontes G.S. a été établi en considérant, dans les bilans de masse de soluté à l'échelle du grain, la présence de l'austénite hors de la cellule eutectique [62]. Ce modèle, développé parallèlement à ce travail, est présenté au chapitre IV. Dans ce modèle, l'austénite hors eutectique sert à compenser les variations de la teneur en carbone du métal liquide entraînées par les changements de température.

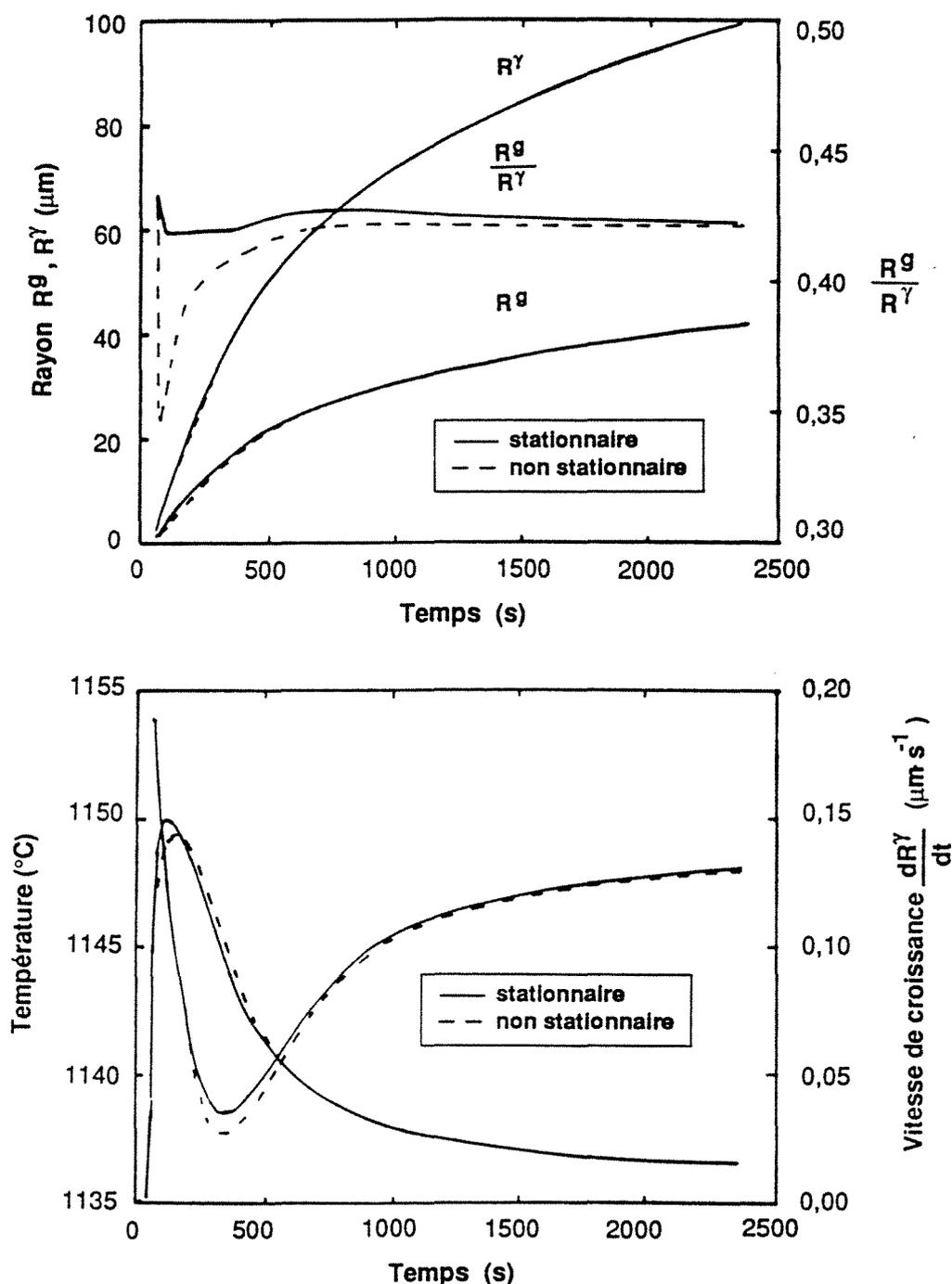


Figure 2.22 Influence du type de régime de diffusion, stationnaire ou instationnaire, du carbone à travers la coquille d'austénite sur la croissance d'une cellule eutectique et son effet sur les courbes de refroidissement calculées. Dans ces calculs le rayon final de la cellule eutectique est égal à  $100\mu\text{m}$ , la vitesse de refroidissement égale à  $0,1\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$  et la surfusion de germination égale à zéro ( d'après Rappaz et al. [59])

- évolution du rayon de l'austénite  $R^\gamma$  et du rayon du graphite  $R^g$  durant la solidification selon un régime stationnaire ou non du carbone.
- évolution de la température et de la vitesse de croissance selon ces deux types de régime de diffusion.

Owadano et al. ont confronté leur modèle avec des données expérimentales obtenues par la technique TSI. Pour cela, ils ont utilisé les mesures de la fraction de graphite et de la fraction solidifiée

dans des échantillons trempés durant la solidification. Ces auteurs ont trouvé que la valeur théorique de la constante de croissance calculée par l'équation 2.18 concorde assez bien avec la valeur que l'on peut estimer à partir des mesures expérimentales.

Dans les études de la solidification des fontes G.S. par TSD, les différents auteurs [1, 2,4] ont observé un dépôt de dendrites qui précède le déclenchement de la réaction eutectique. De ce fait ils n'ont considéré que les résultats qui représentent l'étape de solidification postérieure au déclenchement de la réaction eutectique pour la confrontation de l'évolution de la fraction solidifiée,  $g^S$ , mesurée avec celle obtenue par le calcul. Théret a ainsi confronté l'évolution de la fraction solidifiée mesurée avec celle calculée à l'aide du modèle de Wetterfall. Pour cela, cet auteur, comme Owadano, a introduit le modèle de croissance dans une équation de type Johnson et Mehl, en considérant que la densité volumique de sphéroïdes  $N_V$  est constante pendant toute la réaction eutectique. L'accord observé entre l'expérience et la simulation est acceptable. Par ailleurs, Arnould [2] a constaté que le modèle d'Owadano décrit correctement l'évolution de la fraction solidifiée observée dans des échantillons obtenus par la technique TSD.

Dans la confrontation simulation-expérience de l'évolution de la fraction solidifiée réalisée par Owadano et al., par Théret et par Arnould, on a fait l'hypothèse d'une valeur  $N_V$  constante pendant toute la réaction eutectique et l'hypothèse de l'unicité de taille des nodules. On peut éviter ces hypothèses par introduction d'une loi de germination [3]. Les résultats obtenus en considérant une loi de germination couplée aux lois de croissance sont illustrés dans la figure 2.23, où l'on a reporté les fractions solidifiées mesurées en fonction de la température à la pointe des dendrites avec les résultats obtenus avec la simulation. On observe un bon accord entre la simulation et l'expérience. Il faut rappeler que dans tous les travaux précédents on n'a considéré que l'évolution des cellules eutectiques sans tenir compte du dépôt de dendrites.

La comparaison simulation expérience de l'évolution de la fraction solidifiée ou de la fraction de graphite est moins probante pour les lois de croissance que la confrontation qui concerne la cinétique de croissance des cellules eutectiques. En effet dans le calcul de la fraction solidifiée ou de graphite intervient, outre les lois de cinétique de croissance d'une sphère eutectique, un modèle pour décrire l'empiétement de cellules eutectique au cours de la solidification [1, 2, 3, 4, 15]. Par ailleurs, on simplifie en général les calculs en faisant l'hypothèse d'unicité de taille des cellules eutectiques, alors qu'expérimentalement la taille des nodules varie dans une fourchette de valeurs de quelques microns à quelques dizaines, voir une centaine, de microns [1, 2, 15]. Enfin, la fraction solide mesurée comporte celle des cellules eutectiques ainsi que la fraction qui correspond aux dendrites. Les résultats des confrontations présentées ci-dessus doivent donc être considérés à titre indicatif pour ce qui est de la validité des lois de croissance. Ces confrontations servent plutôt comme repère de l'influence des différentes hypothèses faites pour le calcul de la fraction solide.

Par ailleurs, il faut noter que les modèles de croissance proposés par Wetterfall et al. et par Owadano et al. peuvent être simplifiés lorsque l'on considère l'hypothèse de constance du rapport  $R_Y/R_G$  pendant la solidification. Cette hypothèse est en bon accord avec les observations expérimentales réalisées en T.S.D. avec des fontes de diverses provenances. En effet, les travaux expérimentaux de Théret et d'Arnould montrent que la relation  $R_Y/R_G$  mesurée sur le plus gros nodule de graphite a toujours une évolution plus ou moins rapide vers une valeur  $\approx 2,4$ . D'autre part on peut noter que Su et al. ont montré par le calcul que la considération d'un rapport  $R_Y/R_G$  variable ou constant n'a pas une influence significative sur les courbes de refroidissement simulées : la considération  $R_Y/R_G \approx cte$  permet alors des économies sur le temps de calcul sur l'ordinateur.

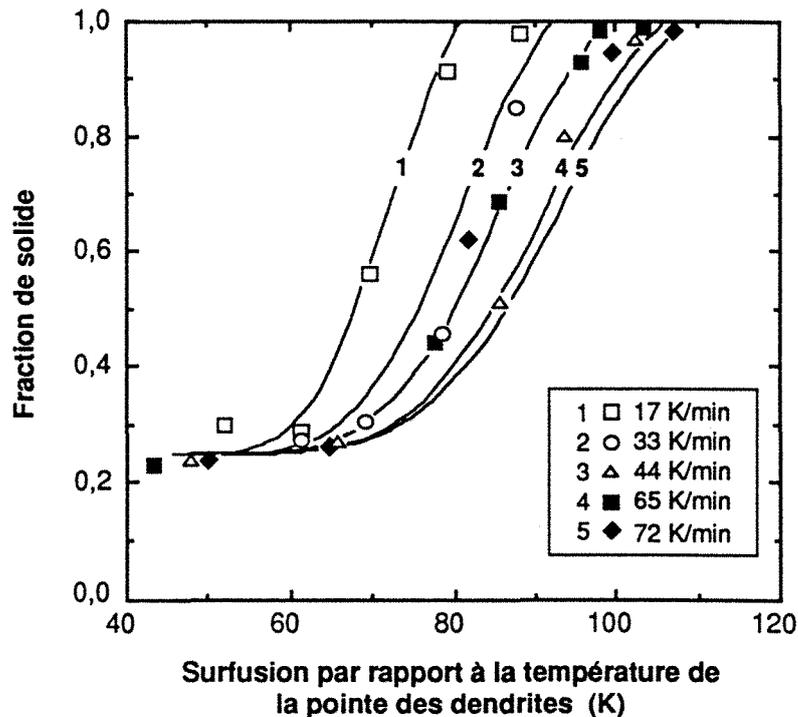


Figure 2.23 Influence de la vitesse de refroidissement sur les variations expérimentales et calculées de la fraction de solide en fonction de l'écart à la température du front de solidification. Les points expérimentaux correspondent à une fonte hypoeutectique dont le carbone équivalent est égal à 3,95 %. Sur cette figure on observe que la solidification se réalise en deux étapes successives ; il y a un dépôt primaire d'austénite jusqu'à une fraction volumique d'environ 25%, puis la réaction eutectique commence fortement. Ce comportement corrobore d'autres observations réalisées antérieurement en TSD [1, 2].

### 2.3. SIMULATION DE LA SOLIDIFICATION DES PIÈCES DE FONDERIE : COUPLAGE DES LOIS DE GERMINATION ET DE CROISSANCE DES SPHERES EUTECTIQUES AVEC LES MODELES DE TRANSFERT DE CHALEUR

Dans les travaux présentés dans le paragraphe précédent, les expériences ont été réalisées dans des conditions thermiques qui facilitent la mesure des paramètres qui servent à la validation des modèles de solidification ; évolution de la fraction solide, cinétique de croissance d'une cellule eutectique. D'autres travaux du même genre ont été réalisés pour l'étude de la cinétique de croissance de l'eutectique lamellaire des fontes. Dans ce cas, la validité des modèles est déterminée aussi à l'aide des résultats expérimentaux obtenus par TSD, par TSI et en solidification "isotherme" (SI) ; surfusion du front de croissance, vitesse de celui-ci, espacement lamellaire. Ces techniques facilitent la mesure de la température et/ou celle de la vitesse du front de solidification. En outre, les conditions expérimentales doivent empêcher la germination des nouvelles cellules durant la plus grosse partie du processus de solidification [63].

Il est clair que les expériences réalisées pour la validation expérimentale des modèles sont simplifiées par rapport aux conditions dans lesquelles se déroule la solidification des pièces moulées. De ce fait, les études de laboratoire n'ont apporté, dans un premier temps, qu'une description qualitative plutôt que quantitative, de la solidification des pièces moulées. Oldfield [47] a été l'un des premiers, sinon le premier, à proposer l'utilisation de modèles physiques pour la simulation de la

solidification des pièces moulées. Pour ce faire, il a notamment "rationalisé" l'effet de la vitesse de refroidissement sur la finesse de la structure des fontes en introduisant, dans le modèle de solidification, la loi de germination des cellules eutectiques décrite au sous-paragraphe 2.2.1.3., et obtenue à l'aide des observations expérimentales.

L'approche d'Oldfield a été appliquée durant ces dernières années dans de nombreuses études, qui peuvent être classées en deux catégories : celles dans lesquelles on applique la modélisation physique de la solidification afin de rationaliser certains aspects de la solidification des pièces moulées [60, 61, 64, 65, 66] et les autres destinées à valider les lois de germination et tester les lois de croissance des cellules eutectiques et des dendrites dans des conditions expérimentales plus proches de celles des pièces coulées [53, 57, 67, 68, 69]. Dans le premier type d'étude les modèles thermiques sont en général simplifiés alors que dans le deuxième type la résolution de l'équation de la chaleur est réalisée à l'aide de méthodes numériques plus complètes.

Parmi les premiers types de travaux, citons ceux de Fraš [61, 64] qui a simulé la solidification de la fonte G.S. coulée dans un moule en sable et a lié l'allure des courbes de refroidissement à la différence entre le débit de chaleur ( $J \cdot s^{-1}$ ) extrait du métal et celui produit par sa solidification. En outre, il a étudié l'effet de la nature du sable du moule, du module géométrique de la pièce (rapport volume/surface du métal), du nombre de cellules eutectiques et de la température de la coulée sur l'allure des courbes de refroidissement prédites par calcul. Fredriksson et al. [60] ont également étudié l'effet de ces paramètres sur les courbes de refroidissement des fontes grises, G.L. et G.S., et de la fonte blanche. Dans ce cas, l'allure des courbes de refroidissement a été caractérisée par les températures  $T_{min}$  et  $T_{max}$  (voir la figure 2.5). Ils ont ainsi pu déterminer les conditions dans lesquelles il y a un risque majeur d'apparition de fonte blanche : faible taux d'inoculation, fortes vitesses de refroidissement (petites valeurs de module géométrique) etc. Dans un travail postérieur, ces auteurs [66] ont pris en compte l'effet de la ségrégation du Si et du Cr sur la tendance à la formation de la fonte blanche : le taux de lédéburite diminue quand la teneur en Si (%) augmente et que celle du Cr diminue. Enfin, ils ont comparé les courbes de refroidissement calculées pour différentes structures du graphite (lamellaire, nodulaire, vermiculaire), pour la fonte blanche et pour le cas où il y a un dépôt d'austénite [70]. Stefanescu et al. [65] ont également étudié l'effet du taux d'inoculation, du type de structure formée, du dépôt d'austénite et du module de la pièce sur, d'une part, l'allure des courbes de refroidissement, et d'autre part, le risque de formation de fonte blanche. On remarque que tous ces travaux gardent un aspect qualitatif dans la mesure où les résultats des calculs n'ont pas été comparés à des résultats expérimentaux.

Pour ce qui est de la validation des lois de solidification dans des conditions thermiques plus proches de celles des pièces coulées, un des premiers travaux après celui d'Oldfield a été l'étude réalisée par Su et al. [53] concernant la solidification d'un cylindre moulé en fonte G.S. Pour la confrontation simulation-expérience, ces auteurs ont mesuré les courbes de refroidissement à différents endroits du cylindre et les ont comparées avec les courbes correspondantes obtenues par le calcul. Ils ont trouvé un bon accord qualitatif entre les courbes expérimentales et celles calculées. D'autre part, ces auteurs ont comparé les distributions en taille des nodules obtenues par le calcul à celles mesurées par Wetterfall et al. [6] et ont constaté que les distributions calculées sont plus étroites. Stefanescu et al. [68] ont également comparé les courbes de refroidissement expérimentales de la fonte G.S. avec celles obtenues par le calcul. Ils n'ont pas trouvé un bon accord simulation-expérience, le palier de la courbe expérimentale étant nettement au-dessus de la courbe obtenue par simulation.

La validation des modèles de germination et de croissance de cellules de l'eutectique gris lamellaire a été l'objet de nombreux travaux [44, 57, 58, 67, 68, 69]. La confrontation expérience-

simulation a été faite en considérant les courbes de refroidissement [57, 58, 67, 68], la taille moyenne des cellules eutectiques [57, 58] et la densité de cellules par unité de volume [69, 58]. En général, un bon accord a été obtenu entre les données expérimentales et les résultats de la simulation.

En ce qui concerne l'apparition de la fonte blanche dans des pièces coulées en fonte G.L., Stefanescu et al. [68] ont réalisé une confrontation simulation-expérience à l'aide de données expérimentales concernant le type de structure, blanche ou grise, de cylindres des différents diamètres (3, 4, 6, 8, 10, 12 et 20 mm). Ces auteurs ont trouvé que le taux de fonte blanche prédit par les calculs est plus élevé que le taux observé expérimentalement.

## 2.4. CONCLUSION

Les travaux de recherche [1,2, 6] portant sur l'étude de la cinétique de croissance des sphères eutectiques (nodule de graphite+coquille d'austénite) montrent qu'elle est raisonnablement bien décrite par le modèle de Wetterfall et al. [6] ou par celui d'Owadano [15]. Afin de décrire l'évolution de la fraction solide au cours de solidification en TSD ou TSI [1, 2,4,15], ces lois cinétiques de croissance ont été introduites dans des modèles qui décrivent la solidification des fontes G.S. Cependant, les simulations de la solidification des pièces de fonderie, ont rarement été confrontées avec l'expérience. Il apparaît donc important de préciser dans quelle mesure ce type de modélisation peut permettre de décrire l'effet des paramètres opératoires de coulée sur la structure des pièces de fonderie.

Les différents travaux expérimentaux montrent que la vitesse de refroidissement et l'inoculation sont des paramètres opératoires qui ont une influence importante sur la structure des pièces coulées. Cette étude s'attache donc à examiner si les modèles de solidification sont capables de décrire l'effet de chacun de ces deux paramètres sur la structure des fontes et sur l'allure des courbes de refroidissement. Cela sera fait en considérant dans le modèle de solidification le dépôt d'austénite en dehors des cellules eutectiques. Ce dépôt, qui est observé expérimentalement, n'a pas été pris en compte dans les travaux de simulation précédents.



## CHAPITRE III

# ETUDE EXPERIMENTALE



### 3.1. INTRODUCTION

Dans la deuxième section de ce chapitre on décrit les conditions expérimentales d'obtention des pièces coulées ainsi que leur instrumentation. Les techniques d'investigation employées pour l'obtention des grandeurs expérimentales sont présentées dans la troisième section. Dans la section suivante on décrit les différents paramètres expérimentaux utilisés pour cette étude. Enfin, les corrélations entre les différentes grandeurs expérimentales sont présentées dans la cinquième section. L'ensemble des valeurs expérimentales est reporté dans l'annexe D.

## 3.2. PROCEDURE EXPERIMENTALE

### 3.2.1. Composition de la fonte

La composition visée des fontes est donnée dans le tableau 3.1, où est aussi reportée la composition des fontes coulées. L'analyse chimique de ces fontes a été effectuée sur des échantillons réalisés lors de la coulée des pièces. Les fontes sont de nature hypereutectique si l'on compare leur valeur de carbone équivalent, CE, avec celle de l'eutectique ternaire Fe-C-Si (CE=4,26).

### 3.2.2. Traitement et inoculation de la fonte liquide

La fonte de base est fondue dans un four à induction type A.C.E.C., d'une capacité de 30 kg. La mise à la nuance est réalisée par l'ajout de ferro-alliages. La température du métal est élevée jusqu'à 1550 °C, température à laquelle le métal est versé dans une poche où l'on a mis préalablement l'alliage sphéroïdisant, en l'occurrence du Fe(50%)-Si(40%)-Mg(10%). Le métal reste dans la poche et se refroidit jusqu'à avoir atteint la température de coulée visée.

L'inoculation a été faite par insufflation des grains d'inoculant dans le jet de coulée. Cette technique permet d'obtenir des densités de nodules relativement importantes dans les pièces coulées. L'appareillage d'inoculation employé ne permet pas un contrôle précis du taux d'inoculation du métal liquide. De ce fait les "variations" dans le traitement d'inoculation n'ont été réalisées que par appréciation de l'opérateur lors la coulée des pièces. Un repère de fontes mal inoculées a été assuré par la coulée de deux pièces sans traitement d'inoculation. L'inoculant utilisé a été le Sphérix dont la composition chimique est : 70-75%Si; 1-2%Ca ; 0,8-1,3%Bi ; 0,4-0,7% de terres rares. La granulométrie du Sphérix utilisé est de 0,2 à 0,5 mm.

### 3.2.3. Conditions de coulée

Six coulées ont été réalisées, chacune d'elles comprenant deux pièces. La première, dite pièce A, était coulée avec une surchauffe supérieure à celle de la seconde, dite pièce B. Le tableau 3.2 résume les caractéristiques métallurgiques des essais effectués. Ces essais ont été divisés en trois parties selon la quantité d'élément sphéroïdisant utilisé. La plus grande partie des essais correspond aux coulées traitées avec 0,75 kg de Fe-Si-Mg, soit 2,5% du poids initial de fonte. Les pièces 8A et 8B sont celles coulées sans traitement d'inoculation, les autres pièces traités au Fe-Si-Mg ( fonte G.S.) seront par la suite dites "inoculées" (coulées 2, 3, 4 et 7).

Tableau 3.1 Composition visée et analyse chimique des fontes coulées.  $CE = \%C + \frac{\%Si}{4}$ .

| Pièce             | %C      | %P    | %S     | %Si     | %Mg    | %Mn  | %Ni  | CE   |
|-------------------|---------|-------|--------|---------|--------|------|------|------|
| composition visée | 3,5-3,7 | 0,030 | 0,010  | 2,9-3,1 | >0,035 | 0,15 | 0,5  |      |
| 2A et 2B          | 3,76    | 0,048 | 0,008  | 2,39    | 0,042  | 0,15 | 0,48 | 4,36 |
| 3A et 3B          | 3,79    | 0,042 | 0,008  | 2,60    | 0,049  | 0,15 | 0,48 | 4,44 |
| 4A et 4B          | 3,64    | 0,031 | 0,008  | 3,15    | 0,080  | 0,18 | 0,44 | 4,43 |
| 6A et 6B          | 3,78    | 0,040 | 0,0013 | 3,14    |        |      |      | 4,57 |
| 7A et 7B          | 3,66    | 0,055 | 0,009  | 2,55    | 0,037  | 0,17 | 0,43 | 4,30 |
| 8A et 8B          | 3,58    | 0,037 | 0,008  | 3,08    | 0,037  | 0,20 | 0,46 | 4,35 |

Tableau 3.2 Caractéristiques métallurgiques et références des coulées effectuées. "A" dénote la première pièce coulée avec le métal d'une poche et "B" la deuxième.

| Poids de Fe-Si-Mg ajouté | Température de coulée (°C) |      |      |      |      |      |      |      | Inoculant       |
|--------------------------|----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|-----------------|
|                          | 1450                       | 1410 | 1400 | 1390 | 1370 | 1360 | 1350 | 1300 |                 |
| 0,75 kg                  | 2A                         |      | 2B   |      |      |      | 3A   | 3B   | Sphérix<br>sans |
|                          |                            |      |      |      | 7A   |      | 7B   |      |                 |
|                          |                            |      | 8A   |      |      | 8B   |      |      |                 |
| 1,2 kg                   |                            |      | 4A   |      |      |      | 4B   |      | Sphérix         |
| Sans                     |                            |      | 6A   |      | 6B   |      |      |      |                 |

### 3.2.4. Géométrie des pièces coulées

La forme de pièce retenue est axisymétrique : elle comporte 5 cylindres superposés de différents diamètres, comme le montre la figure 3.1. Les diamètres des cylindres sont de 62, 32, 16, 9 et de 3 mm ; la hauteur des cylindres est de 88 mm pour les premiers et de 50 mm pour le plus petit. Les moules ont été réalisés en sable siliceux (>98%SiO<sub>2</sub>) d'indice AFS 55 lié avec de la résine alphaset.

### 3.2.5. Instrumentation des coulées et enregistrement des courbes de refroidissement

Toutes les coulées ont été instrumentées à l'aide de thermocouples placés au centre de chacun des cylindres de la pièce. Dans le cas des coulées de 2A à 7B, 3 thermocouples ont aussi été mis dans le moule, comme l'illustre la figure 3.1. Dans les coulées 8A et 8B ces derniers thermocouples ont été supprimés, mais un thermocouple a été placé au demi-rayon des cylindres de 62 mm et 32 mm et à l'interface sable-métal de ce dernier.

Tous les thermocouples employés ont été du type K, c'est-à-dire Ni-Cr/Ni-Al. Ces thermocouples sont gainés avec de l'innox. Le diamètre extérieur des thermocouples était de 0,5 mm pour les

thermocouples utilisés dans le sable et dans les cylindres de 3 et 9 mm et de 1,5 mm pour les thermocouples utilisés dans les cylindres de 16, 32 et 62 mm.

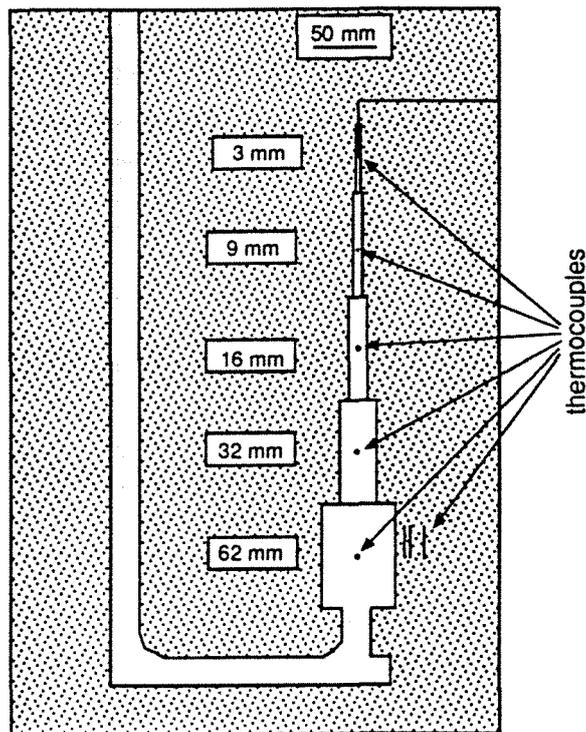


Figure 3.1 Géométrie des pièces coulées et disposition des thermocouples.

La mesure de la force électromotrice (f.é.m.) délivrée par les thermocouples et la conversion en valeurs numériques a été faite avec une centrale de mesures KEITHLEY SERIE 500 couplée avec un micro-ordinateur COMPAC portable 386. Cette centrale de mesures peut travailler simultanément avec 16 thermocouples. Le calibre de cet appareil est de 10 volts pour 4095 points de mesure. Avant la conversion analogique-numérique, le système fait une amplification de 100 fois du signal provenant des thermocouples ; ce signal peut être encore amplifié de 2, 5 ou 10 fois au gré de l'utilisateur. L'amplification finale utilisée a été de 100 fois. Dans ces conditions, la résolution obtenue en °C est d'environ 0,7 °C, dans le cas des thermocouples K.

La centrale de mesures KEITHLEY SERIE 500 permet la mémorisation des mesures effectuées. Lorsque l'on emploie 16 thermocouples, on peut stocker 7200

mesures<sup>1</sup>. De ce fait, 3600 mesures ont été stockées pour chaque pièce coulée. Ces mesures ont été effectuées en utilisant deux temps d'acquisition, 0,1 s et 1 s et elles ont été mémorisées en deux fichiers. Dans le fichier qui correspond au temps de scrutation de 1 s on a stocké 1800 mesures, ce qui permet d'obtenir la totalité des courbes de refroidissement des cylindres (30 min), en particulier celles qui correspondent aux cylindres Ø62 et Ø32, tandis que les mesures mémorisées dans le fichier qui correspond au temps de scrutation de 0,1 s permet d'obtenir une précision plus grande pour les courbes de refroidissement des cylindres de 9 et 16 mm de diamètre.

Le temps de réponse du système de mesure couplé avec l'ordinateur utilisé est de l'ordre d'une quarantaine de millisecondes pour l'ensemble des 16 thermocouples. Ce temps de réponse ne dépasse pas le plus petit temps d'acquisition employé (0,1 s). Il existe un décalage de  $\approx 0,04$  s entre le premier et le dernier signal provenant des thermocouples, ce qui n'a pas de conséquence pratique. Le démarrage des mesures des températures est effectué quelques secondes avant la coulée des pièces. Les fichiers "bruts" de mesure sont transformés en langage ASCII pour permettre leur dépouillement ultérieur sur ordinateur.

### 3.2.6. Echantillonnage pour l'étude métallographique des pièces coulées

Les pièces coulées ont été coupées le long de leur axe longitudinal. Du côté contenant les thermocouples nous avons prélevé une tranche de 2 mm d'épaisseur qui a été postérieurement pas-

<sup>1</sup> une mesure étant l'ensemble des signaux des 16 thermocouples.

sée aux rayons X. De l'autre côté nous avons prélevé les échantillons pour l'étude métallographique et l'analyse d'images qui a été réalisée sur la zone centrale de chaque cylindre perpendiculaire au thermocouple (voir figure 3.2). Pour les cylindres de 62 mm de diamètre, la surface mesurée a été dans un carré de 12,5 mm de côté. Dans les cas des cylindres de 32, 16 et 9 mm nous avons fait des mesures sur des rectangles de 6, 3 et 2 mm par 10 mm respectivement.

### 3.2.7 Prélèvement des échantillons pour la détermination de la température eutectique de la fonte coulée.

Pour les expériences en analyse thermique différentielle, on a prélevé par électroérosion des échantillons de métal de la partie centrale du cylindre Ø62 de la pièce 2B. Les teneurs en carbone et en silicium de quelques-uns des cylindres ainsi obtenus ont été déterminées par analyse chimique. La teneur moyenne en carbone est de 3,68% et celle du silicium de 2,47%. Le carbone équivalent,  $CE = \%C + \%Si/4$ , de la fonte est égal à 4,3 et donc cette fonte est de nature hypereutectique par rapport à la composition de l'eutectique ternaire Fe-C-Si ( $CE = 4,26$ ). On peut remarquer que les teneurs de C et Si déterminées sur ces échantillons diffèrent un peu de celles mesurés sur l'échantillon obtenu lors de la coulée des pièces 2A et 2B. Dans les deux cas le carbone équivalent indique une fonte de nature hypereutectique.

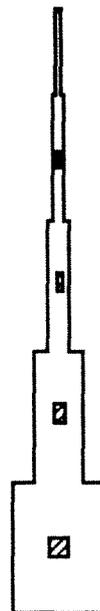


Figure 3.2 Disposition des surfaces considérées pour la caractérisation morphologique des fontes coulées.

## 3.3. TECHNIQUES D'INVESTIGATION ET APPAREILLAGES UTILISES POUR LA DETERMINATION DES GRANDEURS EXPERIMENTALES

### 3.3.1. Analyse d'images

L'analyse d'image a été effectuée à l'aide d'un analyseur de texture LEITZ TAS PLUS (voir figure 3.3). L'ensemble de l'appareillage permet de faire des mesures soit sur des photos avec l'aide de l'épidiascope, soit directement sur les échantillons avec le microscope optique. Durant cette étude toutes les mesures ont été réalisées directement sur les échantillons. Les opérations de cet analyseur peuvent être contrôlées au moyen de programmes écrits en langage TASIC qui contient une bibliothèque de commandes spécifiques à l'analyse d'images. La platine du microscope optique est motorisée et son déplacement peut être intégré dans les programmes, ce qui permet l'acquisition des paramètres morphologiques de manière complètement automatique. Comme la plupart des analyseurs d'image, cet appareil travaille par digitalisation de l'image sur une grille de points-image. Dans cet analyseur la trame est hexagonale et peut être constituée par 256x256 points-image ou par 512x512 points-image. Un système de détection, basé sur les niveaux de gris, permet de sélectionner des ob-

jets de même pouvoir réflecteur. Chaque particule analysée est représentée par un ensemble de points sur lequel sont basées les mesures morphologiques (voir figure 3.4).

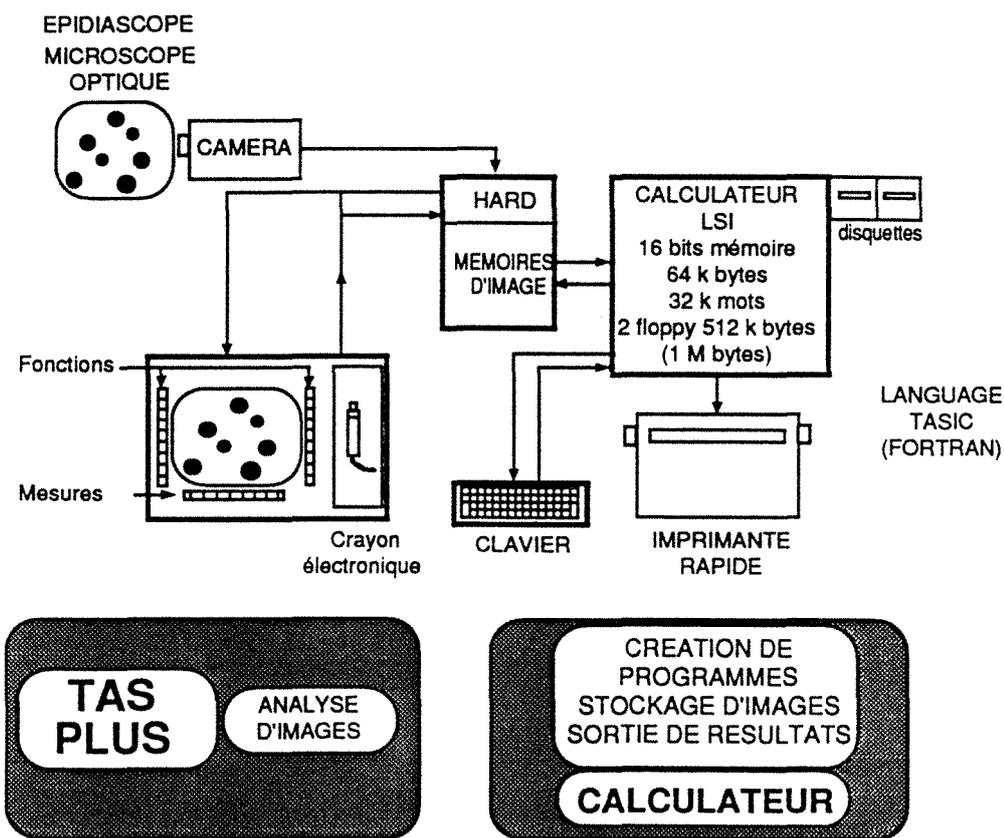


Figure 3.3 Schéma de principe de l'analyseur d'images.

Le nombre et la taille des particules les plus petites prises en compte dans l'analyse morphologique dépend du grossissement employé au microscope optique et du nombre de points-image de la trame utilisée. En effet, ces deux paramètres déterminent la distance "a" qui existe entre les points-image ; plus la distance "a" est petite, plus petites seront les particules détectées. Les objets plus petits qu'un point-image ne sont pas seuillables en général, et s'ils sont détectés, les mesures qui leur seront associées présenteront une erreur assez importante. La précision est très vite mauvaise dès qu'il y a moins de 10 points-image par objet [71, p.389]. A cause des imprécisions associées à l'analyse des particules de petite taille, on "nettoie" les images par une opération d'ouverture<sup>1</sup> qui permet d'éliminer systématiquement les petites particules. Dans notre cas, l'ouverture réalisée permet d'éliminer les particules qui sont plus petites qu'un hexagone de sept points-image, comme l'illustre la figure 3.4.

Si l'on s'intéresse à la mesure des petites particules, on peut choisir la trame la plus fine et un grossissement maximum, mais ceci peut impliquer des temps d'analyse plus importants. En effet, le choix d'une trame fine, par exemple 512x512, conduit à un temps de calcul 4 fois plus grand que celui utilisé avec une trame 256x256 [71, p. 388] ; d'autre part, la surface analysée en chaque champ de

<sup>1</sup> Une ouverture est une transformation d'image qui enchaîne une érosion et une dilatation, toutes deux de même taille. Le résultat de cette transformation est la suppression des parties étroites de l'image et des particules de taille inférieure à celle de l'érosion.

mesure diminue lorsque l'on augmente le grossissement, et pour obtenir une précision donnée on doit augmenter le nombre de champs analysés.

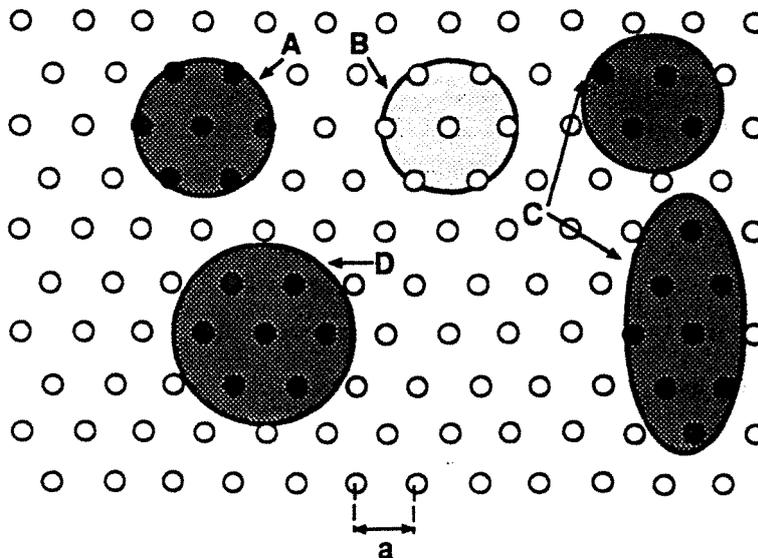


Figure 3.4 Cas particulier des plus petites particules seuillables dans l'analyseur d'images:

- A.- Particule sphérique seuillable la plus petite possible qui reste après une ouverture d'un pas image. La surface du cercle est égale à  $3,14 a^2$ . L'analyseur la représente avec une aire de  $6,06 a^2$ .
- B.- Particule non seuillable à cause de son niveau de gris.
- C.- Particules seuillables mais éliminées après l'ouverture d'image.
- D.- Particule prise en compte par l'analyseur avec les mêmes points images que la particule A, donc avec la même surface  $6,06 a^2$ . Ce cercle représente une surface égale à  $9,42 a^2$ .

### 3.3.2. Analyse thermique différentielle ATD

Dans cette technique, la différence entre la température d'un échantillon et celle d'un corps de référence au cours d'un chauffage ou d'un refroidissement sert à faire ressortir les accidents thermiques associés aux phénomènes qui se déroulent dans le matériau étudié. L'échantillon et la référence sont placés à l'intérieur d'un four de telle sorte que, en l'absence de toute transformation, la différence de leurs températures,  $\Delta T_A$ , varie peu dans le temps au cours de chauffage ou du refroidissement imposés au four : l'évolution de  $\Delta T_A$  en fonction du temps ou de la température de l'échantillon peut être alors décrite, dans des conditions optimales de travail, par une droite horizontale, dite ligne de base. En principe, le corps de référence ne doit présenter aucune transformation dans la zone de température explorée. Dans ces conditions, tout phénomène thermique qui se déroule dans l'échantillon est traduit par une variation de la valeur de  $\Delta T_A$ , cela du fait que la température de l'échantillon est modifiée par la réaction en cours, alors que le corps de référence continue à suivre l'évolution de température imposée par le four.

Les expériences d'ATD ont été réalisées au LSG2M à l'aide d'un appareil Setaram DSC 2000K. Cet appareil est constitué d'un four, d'un système de régulation de température, d'un système de régulation de pression et de contrôle d'atmosphère, et enfin d'un système informatique qui sert au pilotage des cycles thermiques du four, à l'enregistrement et au dépouillement des signaux. Deux creusets amovibles contenant l'échantillon et la référence sont placés dans une nacelle qui supporte

l'échantillon et la référence dans la zone isotherme du four. Chaque creuset est fixé sur un détecteur constitué par trois thermocouples. Dans le cas du détecteur qui correspond à l'échantillon, l'une des trois jonctions des thermocouples sert à mesurer la température de l'échantillon. Pour mesurer la différence entre la température de l'échantillon et celle du témoin, les trois thermocouples de chaque détecteur sont montés en série, l'ensemble des thermocouples des deux détecteurs est monté en opposition.

### 3.4. DEFINITION, DETERMINATION ET BIAIS DES GRANDEURS EXPERIMENTALES RETENUES

#### 3.4.1. Analyse thermique

##### 3.4.1.1. Grandeurs caractéristiques

Les enregistrements des courbes donnant l'évolution de la température du métal en fonction du temps ont été dépouillés au moyen du logiciel ASYSTANT+ disponible au Centre de Recherches de Pont-à-Mousson. Les courbes ont été lissées puis dérivées pour mieux faire ressortir leurs températures caractéristiques, ainsi que l'illustre la figure 3.5. Sur cette figure sont définies les caractéristiques relevées pour cette étude : la température minimale avant la recalescence  $T_{min}$ , la température maximale après recalescence  $T_{max}$ , la température de fin de solidification  $T_s$ , le temps  $t_d$  auquel la température enregistrée commence à augmenter, le temps  $t_{me}$  qui correspond à la température maximale enregistrée  $T_{me}$ , le temps  $t_e$  pour atteindre la température de l'eutectique stable  $T_{EG}$ , le temps  $t_{em}$  pour atteindre la température de l'eutectique métastable  $T_{EM}$ , le temps  $t_s$  de fin de solidification, la température  $T_m$  qui correspond à 50% du temps de solidification soit  $t_m = (t_s + t_e)/2$  et la vitesse de refroidissement à la température de fin de solidification  $V_{fs}$ . L'origine du temps correspond au démarrage des scrutations, de ce fait on s'est intéressé seulement aux valeurs des différences que l'on peut calculer entre les différents temps déterminés sur les courbes des refroidissement.

Pour caractériser la vitesse de refroidissement des cylindres, on a considéré la vitesse moyenne de refroidissement à 1000 °C,  $V_{1000}$ , et celle à 1200 °C,  $V_{1200}$ . La température de 1000 °C a été choisie comme repère pour mesurer la vitesse de refroidissement parce qu'elle permet d'éviter le déroulement de tout phénomène de solidification tout en restant près de la température de la "fin" de solidification. En effet, dans notre cas, toutes les valeurs de  $T_s$  mesurées ont été supérieures à 1000 °C ; les valeurs de  $T_s$  les plus faibles mesurées sont celles des cylindres Ø9 où  $T_s$  se situe autour de 1050 °C. Le choix de mesurer la vitesse de refroidissement à une température de 1200 °C permet de déterminer cette vitesse dans presque tous les cylindres : les températures maximales les moins élevées enregistrées correspondent aux cylindres Ø9 où cette température est autour de 1250 °C. De plus, à une température de 1200 °C, on évite l'effet thermique dû au déroulement de la solidification "eutectique" des fontes coulées.

##### 3.4.1.2. Incertitude sur les mesures

L'erreur sur la valeur mesurée de la température peut avoir trois sources : l'intervalle de confiance du couple, l'erreur de l'appareil de mesure et l'intervalle de confiance des câbles de compensation. L'appareil de mesure et les câbles de compensations ont été étalonnés à l'aide d'un thermomètre calibrateur AOIP. Cela limite l'erreur sur la mesure de température à l'intervalle de confiance du thermocouple. La norme NFC 42-322 définit trois classes de tolérance pour les couples

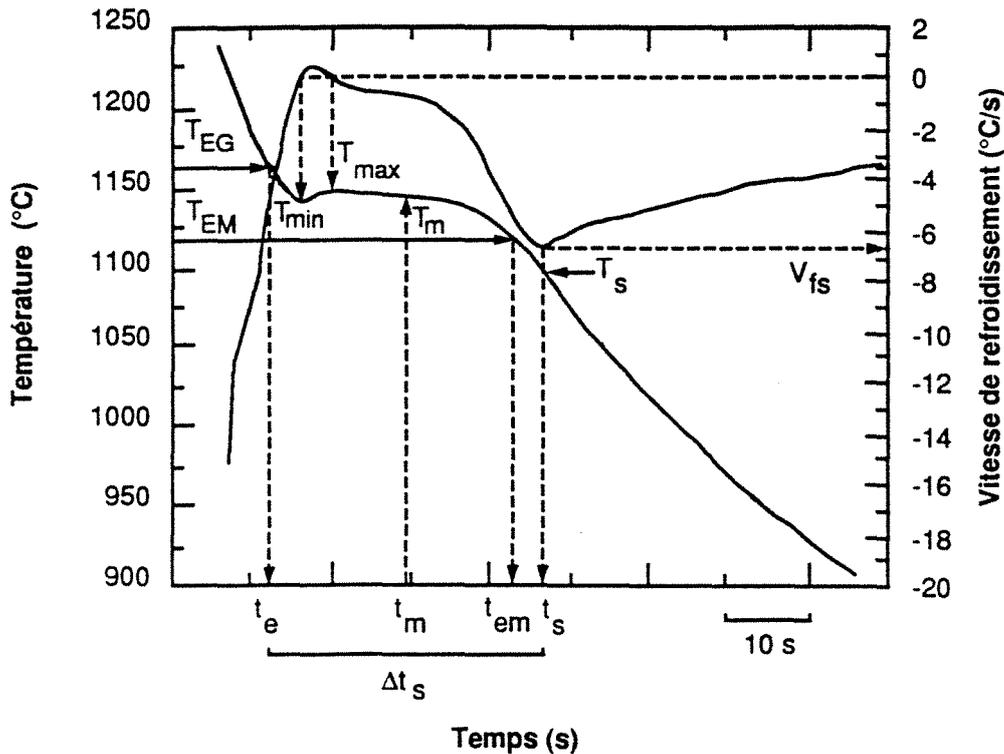


Figure 3.5 Enregistrement et dérivée d'une courbe de refroidissement. Définition des points caractéristiques relevés pour cette étude.

thermoélectriques. Dans ce travail, les thermocouples utilisés appartiennent à la classe 2, ce qui correspond à une incertitude maximale de  $\pm 8^\circ\text{C}$  sur la lecture de température.

L'incertitude sur la détermination des vitesses de refroidissement à  $1000^\circ\text{C}$  et à  $1200^\circ\text{C}$  est difficile à évaluer. On a observé que dans le cas des cylindres  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 32$ , la valeur de  $V_{fs}^*$  est plus incertaine que la valeur de  $V_s$ . Cela est dû au fait que les courbes de refroidissement présentent de fluctuations en température pendant le refroidissement du métal liquide alors que le refroidissement du métal solide est plus régulier. Dans le cas de quelques-uns des cylindres  $\varnothing 16$  et  $\varnothing 9$ , il n'y a pas beaucoup de points expérimentaux au dessus de  $1200^\circ\text{C}$ , de sorte que la valeur de  $V_{fs}^*$  doit être considérée comme approximative.

#### 3.4.1.3. Artefacts thermiques observés

Sur la figure 3.6 on a reporté les dérivées des courbes de refroidissement des thermocouples placés au centre, à mi-rayon et à l'interface métal-moule du cylindre  $\varnothing 32$  de la coulée 8A. On observe que la valeur de  $V_{fs}$  est fonction de la position du thermocouple, comme l'avait précédemment observé Hecht [39].

Sur la figure 3.6 on constate que, paradoxalement, la valeur de  $t_s$  qui correspond au centre du cylindre, est plus faible que celle qui correspond à l'interface métal-moule, c'est-à-dire, selon le critère employé pour déterminer la fin de solidification, celle du centre du cylindre s'achève avant que la peau du cylindre ne soit complètement solide. Il est possible que cette aberration soit due au transfert de la chaleur du centre du cylindre vers la périphérie de celui-ci : l'apparition de  $V_{fs}$  à l'interface métal-moule correspondrait au passage de la chaleur dégagée par l'achèvement de la solidification au

centre du cylindre. Il s'ensuit que la détermination de la fin de solidification serait d'autant plus précise que le thermocouple serait placé plus près du centre thermique du cylindre. L'emplacement des thermocouples sur l'axe du cylindre permet d'éviter le biais dû au transfert radial de la chaleur, mais il demeure le transfert dans le sens longitudinal. Les valeurs de  $T_s$  que l'on peut déterminer ne seront donc considérées que comme permettant d'indiquer une tendance. Il serait intéressant d'élucider l'effet des gradients thermiques sur la valeur de  $V_{fs}$  et la température de "fin de solidification" à l'aide de simulations du type "micro-macro" de la solidification de pièce.

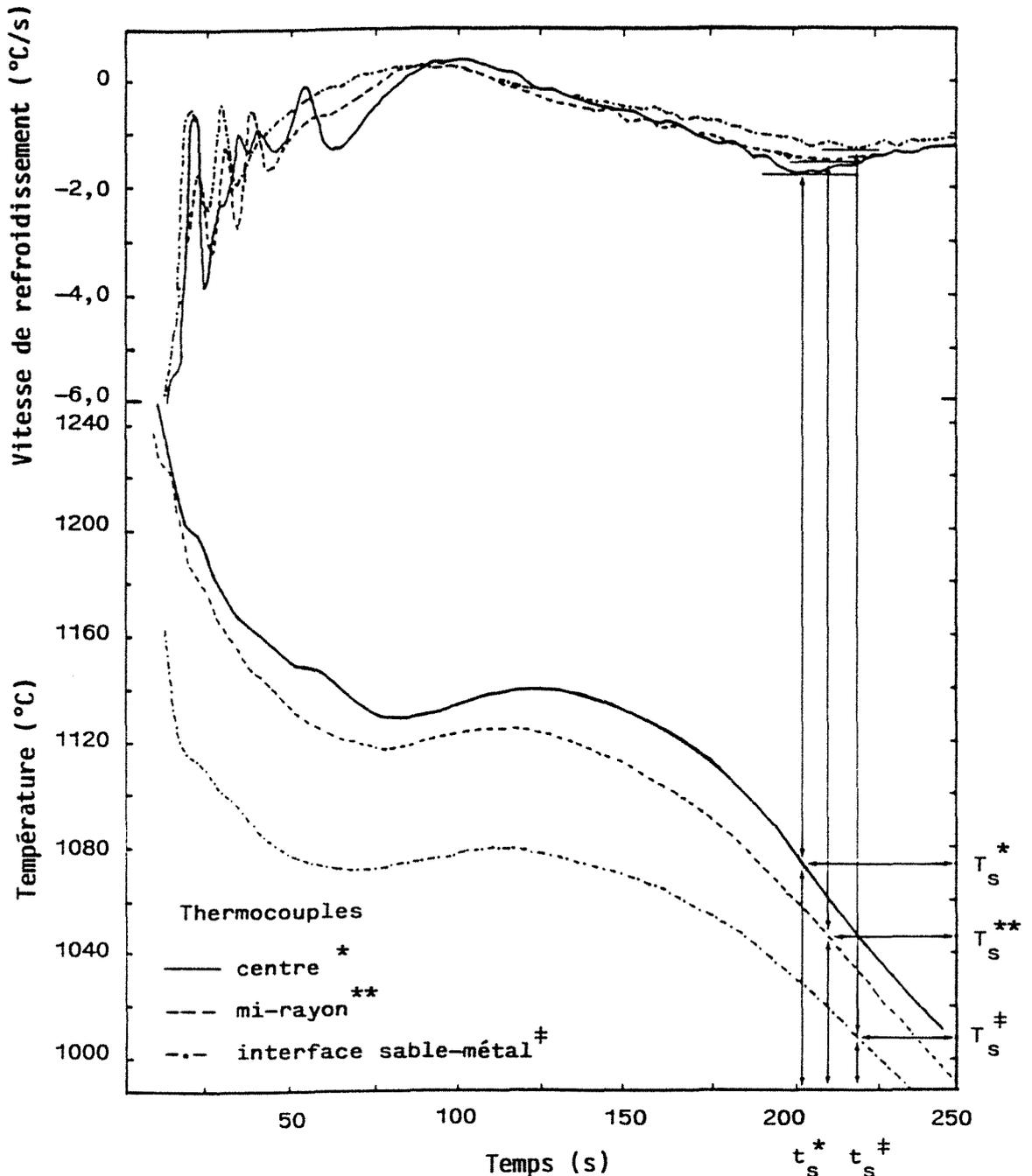


Figure 3.6 Courbes de refroidissement et dérivées des thermocouples placés au centre, à mi-rayon et à l'interface moule-métal. La valeur et la position par rapport au temps du minimum de la vitesse de refroidissement de fin de "solidification" dépend de la position du thermocouple.

On a constaté sur les tracés de la dérivée des courbes de refroidissement que celle-ci présente deux minimums, pour certains des cylindres de  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 32$ , vers la fin de la solidification, comme

l'illustre la figure 3.7. Le premier de ces minimums est peut être dû à un artefact de mesure : dans le cas montré sur la figure 3.7, on a constaté dans le fichier des mesures que le premier pic correspond à un changement de température de plus de 30 °C en une seconde alors que la vitesse de refroidissement à la fin de la solidification est de l'ordre de 1 °C·s<sup>-1</sup>. Dans les gammagraphies réalisées pour chaque pièce coulée, on a observé la présence de cavités autour de la soudure des thermocouples des cylindres Ø62. La formation de ces cavités est peut être associée à l'artefact de mesure observé. Hecht [72] suggère que ces cavités peuvent être associées à la rupture du thermocouple ou de sa gaine protectrice.

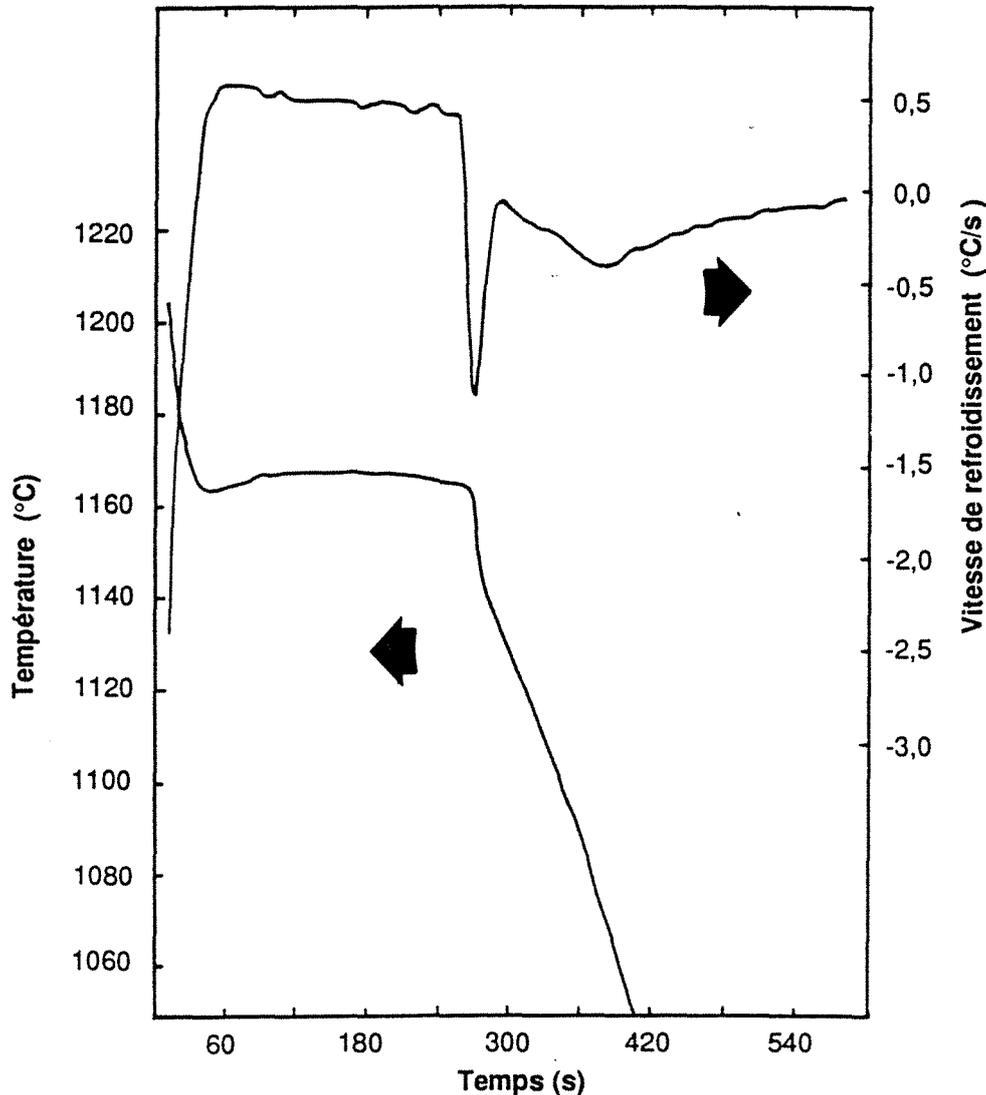


Figure 3.7 Enregistrement et dérivée d'une courbe de refroidissement d'un cylindre Ø62. La dérivée présente deux pics à la fin de la solidification. Le premier est dû à un artefact de mesure.

### 3.4.2. Analyse d'images

#### 3.4.2.1. Grandeurs morphologiques considérés

Pour caractériser la structure des fontes coulées on a déterminé les paramètres suivants : nombre de nodules par mm<sup>2</sup>,  $N_A$ , densité volumique de nodules,  $N_V$ , taux volumique de graphite,  $g^g$ , taux volumique de cémentite et nodularité des particules de graphite. La forme des particules de graphite a été caractérisée à partir de la mesure du périmètre et de la surface de l'ensemble des parti-

cules. Le nombre de nodules par  $\text{mm}^3$  a été calculé à partir des mesures individuelles de la surface de chaque nodule, selon la méthode de Saltykov.

### 3.4.2.2. Conditions de mesures

On a utilisé sur l'analyseur d'images un programme qui permet de faire les mesures de manière automatique. Ce programme déplace la platine du microscope suivant une maille de nœuds préalablement spécifiée. Ainsi, chaque champ de mesure peut être repéré par un numéro et lié aux coordonnées qui définissent sa place sur la surface de mesure. Dans quelques-uns des champs de mesure, on a observé la présence de défauts tels que des crasses, des porosités, ou la présence du thermocouple. Un opérateur est donc nécessaire pour repérer les champs qui présentent des défauts ; ces champs seront éliminés a posteriori lors du dépouillement des mesures. Ce dépouillement est fait sur un autre ordinateur, ce qui permet d'optimiser le temps d'utilisation de l'analyseur comme appareil de mesure. Pour cela, les données sont mémorisées sur des disquettes, puis transférées sur l'ordinateur contenant le programme mis au point pour le traitement des mesures. Dans les conditions de mesure choisies, l'étude de chaque échantillon a demandé un peu moins d'une heure d'acquisition de données sur l'analyseur d'images et environ une minute pour le dépouillement de données sur un ordinateur DPS6.

Dans cette étude on a utilisé une trame de  $256 \times 256$  points-image et le pas image a été choisi en fonction de la "finesse" de la structure : en général, un pas image de  $1,46 \mu\text{m}$  a été utilisé pour les mesures sur les cylindres  $\varnothing 62$ , un pas image de  $1,16 \mu\text{m}$  pour les cylindres  $\varnothing 32$  et  $\varnothing 16$  et un pas image de  $0,74 \mu\text{m}$  pour les échantillons  $\varnothing 9$ . Dans le cas des pièces non inoculées les mesures ont été réalisées avec un pas image de  $2,3 \mu\text{m}$  pour les cylindres  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 32$ , un pas image de  $1,16 \mu\text{m}$  pour les cylindres  $\varnothing 16$  et un pas image égal à  $1,46 \mu\text{m}$  pour le cylindre  $\varnothing 9$  de la pièce 8B. Le tableau 3.3 montre les différentes valeurs de "a" correspondant aux trames employées et donne la surface des champs dans chacun des cas.

Tableau 3.3 Caractéristiques des champs de mesure et distance entre les points-images en fonction des grossissements employés dans cette étude.

|                                      |        |        |       |       |
|--------------------------------------|--------|--------|-------|-------|
| Objectif                             | 10x    | 16x    | 20x   | 32x   |
| Grossissement                        | 310    | 508    | 637   | 1000  |
| Surface analysée ( $\mu\text{m}^2$ ) | 471184 | 118932 | 77480 | 31160 |
| Distance "a" ( $\mu\text{m}$ )       | 2,3    | 1,46   | 1,16  | 0,74  |

Le programme fait une mise au point automatique sur les champs de mesures, puis il mesure la fraction de graphite  $g^g$ . Le rapport du nombre de points-image détectés au nombre de points total est considéré comme la fraction de graphite. Cette mesure est faite sans traitement préalable de l'image. Ensuite, le programme élimine les nodules qui touchent la frontière du masque de mesure, puis l'ouverture de l'image est réalisée de manière à éliminer les petits particules. Avant le comptage du nombre de nodules, les trous éventuels des particules sont bouchés par une transformation d'image appropriée. La surface totale "S" de toutes les particules qui restent après ces opérations est mesurée ainsi que le périmètre "P" total de ces particules. Les valeurs moyennes de ces paramètres sont utilisées pour le calcul d'un facteur de forme  $f$ , qui sert de repère de la nodularité du graphite, à l'aide de la formule (voir annexe E) :

$$f = \frac{4 \pi \bar{S}}{\bar{P}^2} \quad 3.1$$

Le facteur de forme ainsi défini n'a pas un caractère mathématique rigoureux (voir §3.4.2.6.) de sorte qu'il n'est considéré que comme un repère de la nodularité de nos échantillons. Enfin, la mesure de l'aire de chacune des particules est effectuée. De même que les autres quantités, ces données sont enregistrées sur une disquette pour leur dépouillement ultérieur.

### 3.4.2.3. Dépouillement des données

Les fichiers contenant les données expérimentales ont été transférés à un ordinateur où l'on a premièrement éliminé les champs de mesure présentant des défauts ; les mesures ont ensuite été dépouillées à l'aide d'un programme permettant le calcul statistique et le calcul du nombre de nodules par unité de volume. Le programme effectue premièrement une correction du biais introduit par l'élimination systématique des particules touchant les frontières du masque de mesures. En effet, l'élimination de ces particules peut conduire à des erreurs importantes sur la granulométrie car la probabilité que des particules touchent le masque de mesure dépend des tailles relatives de celles-ci et du masque : plus la particule est grande, plus il y a de chances qu'elle soit éliminée. La méthode de correction de C. Lantuejoul (citée par Chermant [71, p. 133] ) a été introduite dans ce programme.

Les particules, supposées circulaires, sont ensuite distribuées selon leur surface dans les classes logarithmiques  $i$  ( $i = 1, 2, 3, \dots, 30$ ) dites de Saltykov, dont le diamètre est égal à  $10^{i/10} \mu\text{m}$ . Ce classement sert au calcul du nombre de nodules par unité de volume  $N_V$  selon la méthode de Saltykov. Le calcul de  $N_V$  est fait pour chaque champ de mesure. Dans quelques cas, la méthode de Saltykov prévoit un nombre négatif de nodules dans certaines classes de petite taille : le programme attribue alors à cette classe un nombre de nodules égal à zéro. Le programme calcule également la moyenne des valeurs de  $N_A$ ,  $N_V$ ,  $f$  et  $g^g$  de l'ensemble des champs de mesure sur chaque échantillon ainsi que l'écart-type de la moyenne,  $\sigma_{\bar{x}}$ .

La distribution moyenne en surface et en volume des nodules selon leur diamètre est aussi calculée. Une distribution de fraction volumique en graphite,  $g^g$ , est évaluée en partant de la granulométrie moyenne de nodules par volume. La distribution de  $g^g$  qui correspond à la distribution moyenne en surface de nodules a été également déterminée. Enfin les caractéristiques de ces distributions, c'est-à-dire leur diamètre moyen et l'écart-type, sont aussi calculées.

### 3.4.2.4. Choix des valeurs représentatives de densité surfacique et densité volumique de nodules

Dans la figure 3.8 on a reporté les distributions de  $N_A$ ,  $N_V$  et  $g^g$  déterminées sur les cylindres 2A1 et 4A4 à deux grossissements différents. Afin de faciliter leur comparaison, les granulométries ont été rapportées aux valeurs de  $N_A$ ,  $N_V$  et  $g^g$  mesurées sur chaque échantillon au plus fort grossissement. L'effet du grossissement sur la granulométrie est discuté au sous-paragraphe suivant. On montre ici le critère employé pour le choix des valeurs de la densité surfacique et densité volumique de nodules considérées comme représentatives de chaque échantillon.

Sur les histogrammes de la figure 3.8 on observe que, à l'exception de la granulométrie de  $N_A$  qui correspond à la mesure faite à faible grossissement sur pièce 2A1, toutes les autres granulométries de  $N_A$  et  $N_V$  ont un caractère bimodal : une population de nodules de petite taille, référée par la suite comme "première population" et une "deuxième population" de nodules de taille plus importante. Plusieurs facteurs conduisent à ne pas considérer la population de nodules de petite taille dans le dénombrement de nodules par unité de surface et par unité de volume. L'un de ces facteurs concerne le fait que, pour les grossissements employés dans ce travail, il est probable que des petites particules autres que des nodules, des inclusions par exemple, sont comptées lors des mesures. En outre, le biais sur la mesure de la surface de petites particules est le plus important, de sorte que la

valeur calculée de  $N_v$  pour les petites particules est la plus entachée d'erreur. Un autre facteur est la faible importance des petites nodules dans le processus de dépôt de graphite. En effet, en comparant la granulométrie de  $g_v^g$  également reportée sur la figure 3.8 avec les granulométries de  $N_A$  et  $N_v$ , on observe que la population de petits nodules représente une très faible fraction de graphite malgré leur nombre très important. Par suite on peut penser que le dépôt de graphite est pour l'essentiel réalisé par les nodules de grosse taille qui forment la deuxième population.

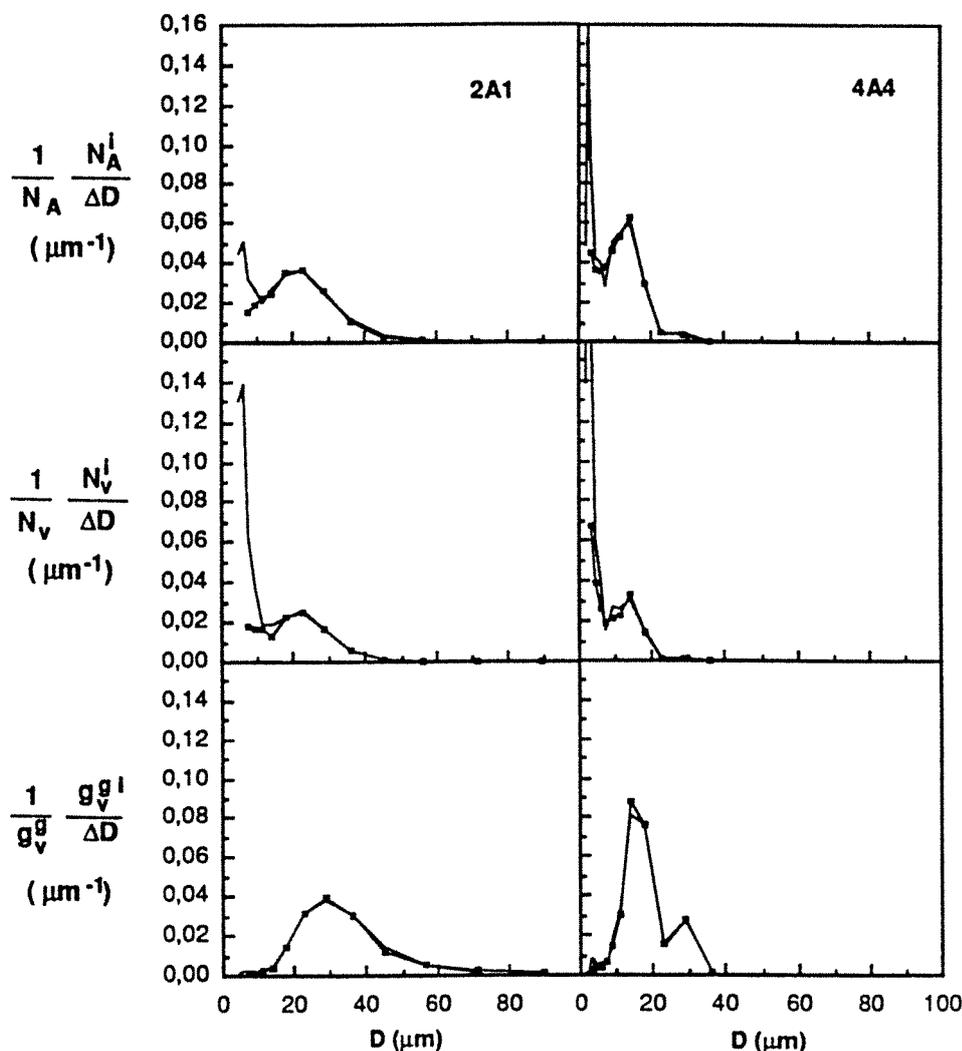


Figure 3.8. Histogrammes normalisés déterminés sur les échantillons 2A1 et 4A4, à deux grossissements différents : 310x et 508x dans le cas de la pièce 2A1, et 637 et 1000x dans le cas de la pièce 4A4. Les histogrammes de chaque pièce sont superposés, celui qui correspond au plus faible grossissement est représenté avec des petits carrés. Pour faciliter leur comparaison, les histogrammes de chaque pièce ont été rapportés aux valeurs de  $N_A$ ,  $N_v$  et  $g_v^g$  qui correspondent aux mesurées effectuées avec le grossissement le plus important.

A cause des facteurs précédemment décrits, les valeurs de densité surfacique et de densité volumique des nodules associées à la "deuxième" population de nodules ont été considérées comme celles représentatives de chaque échantillon. Ces valeurs sont par la suite notées  $N_A^*$  et  $N_v^*$ . Pour leur détermination on a dénombré les nodules à partir de la classe de Saltykov qui représente le minimum entre la première et deuxième population de particules des distributions en  $N_v$ . Les granulométries de  $N_v$  de quelques-uns des cylindres n'ont pas présenté un caractère bimodal. Pour ces

échantillons on a considéré les valeurs de  $N_A$  et  $N_V$  égales à  $N_A^{**}$  et de  $N_V^{**}$  respectivement. Parmi ces échantillon se trouvent les cylindres Ø16 des pièces non inoculées, 8A et 8B. Dans les histogrammes de  $N_A$  et  $N_V$  associés à ces cylindres on observe une proportion en nombre relativement important de particules de petite taille. On peut penser que le nombre de particules déterminé pour Ø16 des pièces 8A et 8B peut être ainsi surévalué.

Les valeurs déterminées de  $N_A^*$  et  $N_V^*$  ainsi que celles de  $N_A$  et  $N_V$  sont reportées dans les tableaux D.1 de l'annexe D. Les histogrammes normalisés de  $N_A$ ,  $N_V$  et  $g_s^g$  qui correspondent aux cylindres de toutes les pièces coulées, hormis les pièces 3A et 8B, sont reportés dans l'annexe F. Les histogrammes des pièces 3A et 8B sont présentés au sous- paragraphe 3.5.1.5.

### 3.4.2.5. Incertitude sur les mesures

#### • Biais statistique

L'évaluation du biais statistique des mesures effectuées a été réalisée à l'aide de la statistique classique. Celle-ci suppose que les mesures sont statistiquement indépendantes et que les phases sont uniformément réparties dans le matériau. La première hypothèse est justifiée pour autant que le rapport entre la taille des éléments de la phase mesurée et celle du masque de mesure est assez petit, comme cela a été le cas dans notre étude. L'hypothèse d'uniformité de répartition de phase semble être une approche raisonnable pour le cas de surfaces analysées pour chaque cylindre, bien que, à l'échelle de la pièce, on puisse imaginer l'existence d'hétérogénéités dans la structure.

A l'aide des valeurs des erreurs-type  $\sigma_{\bar{x}}$  et la valeur de  $\bar{x}$  ( $\bar{x} = N_A, N_V, f$  et  $g^g$ ) on a calculé l'écart-type relatif ;  $\sigma_{\bar{x}} / \bar{x}$ , des mesures effectuées sur chaque échantillon. La moyenne de l'écart-type relatif,  $\Omega$ , de l'ensemble des échantillons a été aussi calculée. Si la population des moyennes a une répartition normale, l'incertitude sur la valeur de  $\bar{x}$  avec un niveau de confiance de 95% est égale à  $\pm 2\sigma_{\bar{x}} / \bar{x}$ , soit en moyenne  $\pm 2\Omega$  pour l'ensemble des échantillons. Les valeurs de  $\bar{x} \pm 2\Omega$  trouvées dans cette étude sont :  $N_A \pm 4\%$ ,  $N_V \pm 5,6\%$ ,  $g^g \pm 4,8\%$  et  $f \pm 2\%$ .

#### • Biais relatif à l'appareillage de mesure : effet de la résolution spatiale de l'analyseur d'images

Les mesures réalisées sur l'analyseur d'images peuvent être entachées des erreurs causées par des imperfections de l'appareillage et par un mauvais choix des conditions de mesure (contraste de l'image et seuillage) [71, p. 385]. Du fait qu'il existe un bon contraste entre les nodules de graphite et la matrice, le choix du contraste de l'image et le seuillage ne pose pas de problème particulier dans le cas des fontes G.S. On peut donc estimer que l'erreur introduite par le choix de ces conditions de mesure est plutôt faible dans notre cas.

Un des biais introduit par l'appareillage de mesure concerne la résolution spatiale. Dans notre cas, ce type de biais conduit à différentes valeurs de  $N_A$ , et donc de  $N_V$ , selon le pas image avec lequel on réalise les mesures sur un échantillon : comme on l'a vu au § 3.3.1 le nombre et la taille des particules les plus petites prises en compte par l'analyseur dépendent du pas image, c'est-à-dire, la distance "a" qui existe entre les points-image. Pour vérifier l'ordre de grandeur du biais introduit par la résolution spatiale de l'analyseur on a réalisé, sur un même échantillon, deux mesures à pas images différents ; les pièces 2A1 et 4A4 ont été ainsi étudiées. Les valeurs de  $N_A$  et  $N_V$  et celles de  $N_A^{**}$  et de  $N_V^{**}$  déterminées pour ces échantillons sont reportées au tableau 3.4. Sur celui-ci on observe que les rapports  $X/W$  et  $Z/Y$  qui correspondent aux valeurs "brutes" de  $N_A$  et de  $N_V$  sont nettement plus importantes que les rapports  $X/W$  et  $Z/Y$  associés à  $N_A^*$  et  $N_V^*$ . Les valeurs de  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$  déterminées pour un échantillon sont donc moins sensibles au pas image choisi pour les mesures. Comme l'illustrent les granulométries de  $N_A$  et  $N_V$  représentées dans figure 3.8, la très importante différence

entre les valeurs de  $N_A$  et  $N_V$  déterminées pour un échantillon à différents grossissements est essentiellement due aux particules de petite taille.

Tableau 3.4 Effet du pas image choisi pour effectuer les mesures sur les valeurs de  $N_A$  et  $N_V$  d'un échantillon. Les valeurs  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$  ont été déterminés en considérant le critère décrit au sous-paragraphe 3.4.2.7.

| Pièce |     | pas image          | $N_A$ | $N_A^{**}$ | $N_V$  | $N_V^{**}$ |
|-------|-----|--------------------|-------|------------|--------|------------|
| 2A1   | W   | 2,3 $\mu\text{m}$  | 189   | 161        | 8509   | 6807       |
|       | X   | 1,46 $\mu\text{m}$ | 224   | 175        | 15775  | 7959       |
|       | X/W |                    | 1,18  | 1,09       | 1,85   | 1,17       |
| 4A4   | Y   | 1,16 $\mu\text{m}$ | 630   | 534        | 57423  | 40727      |
|       | Z   | 0,74 $\mu\text{m}$ | 790   | 525        | 129288 | 42198      |
|       | Z/Y |                    | 1,25  | 0,98       | 2,25   | 1,04       |

Dans le tableau 3.4 on note que les rapports X/W associés à  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$  de l'échantillon 2A1 sont plus importantes que les rapports Z/Y associés à  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$  de la pièce 4A4. Cela peut être dû au fait que la classe de Saltykov qui représente le minimum entre la première et deuxième population diffère dans les deux mesures effectuées sur 2A1, alors que dans le cas de 4A4 la classe entre les deux populations a été la même pour les mesures réalisées. On note aussi que le biais statistique évalué au point précédent est moins important que les incertitudes représentées par les valeurs des rapports X/W de  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$ , mais il est de l'ordre de grandeur de l'incertitude représentée par les rapports Z/Y de la pièce 4A4. On peut penser que la principale source d'incertitude dans les valeurs de  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$  est liée à l'effet du pas image sur la taille de la particule qui se trouve entre les deux populations de nodules. Ce type d'incertitude est difficile à évaluer. Afin d'éviter des fluctuations dans les valeurs de  $N_V^{**}$  par ce type de biais, les mesures sur les cylindres d'un même diamètre ont été effectuées avec un même pas image. Celui-ci a été choisi de sorte qu'il permet de déceler le minimum entre les deux populations en gardant un rapport raisonnable entre la taille du masque de mesure et la taille maximale des nodules de l'échantillon, c'est -à-dire, un masque de mesure environ cinq fois plus grand que le diamètre du plus gros nodule de graphite mesuré.

#### 3.4.2.6. Correction de l'effet de la granulométrie et du biais introduit par l'analyseur d'images sur la valeur du facteur de forme mesurée

Le facteur de forme  $f$  mesuré sur les échantillons est reporté sur la figure 3.9 en fonction du module géométrique des cylindres, Mod. La valeur de Mod correspond au rapport entre le volume et la surface de chaque cylindre. Pour son calcul on a considéré le cas où les cylindres seraient complètement entourés par le moule. Les valeurs de Mod ainsi calculées sont ; 11,46 mm pour  $\varnothing 62$ , 6,77 mm pour  $\varnothing 32$ , 3,67 mm pour  $\varnothing 16$  et 2,14 mm pour  $\varnothing 9$ . Les valeurs de  $f$  sont reportées dans les tableaux D.1a et D.1b de l'annexe D. Sur la figure 3.9 on observe que  $f$  prend souvent des valeurs supérieures à l'unité. Cela semble être en désaccord avec le fait que par définition la valeur maximale du facteur de forme d'une particule  $f_p$  est l'unité : la valeur 1 correspond à un cercle ; plus la forme de la particule s'écarte de celle d'un cercle plus la valeur de  $f_p$  est petite. La distribution en taille des nodules et le fait d'utiliser la moyenne des aires et la moyenne des périmètres des nodules pour le calcul de  $f$  sont à l'origine de cette "aberration". En effet, même dans le cas d'une population de

cercles "parfaits" mais de tailles différentes, la valeur de  $f$  déterminée à l'aide de la relation 3.1 peut différer de 1 alors que les valeurs de  $f_p$  des cercles, donc sa moyenne  $\bar{f}_p$ , est égale à l'unité :

$$f = \frac{4\pi \bar{S}}{\bar{p}^2} \neq \frac{1}{N_A} \sum N_A^i f_p^i \quad 3.2$$

Pour pallier à cet inconvénient, on a rapporté la valeur de  $f$  à la valeur du facteur de forme  $f_r$  qui correspondrait à la mesure sur l'analyseur d'images d'une population de cercles dont la distribution en taille est la même que celle des nodules. (voir annexe E), soit  $f^* = f/f_r$ . Les valeurs concernant  $f^*$  ainsi que  $f$  sont reportées dans les tableaux D.1a et D.1b de l'annexe D. Les valeurs de  $f^*$  déterminées concordent avec les appréciations qualitatives faites sur la nodularité du graphite des pièces coulées ; la nodularité du graphite des pièces inoculées étant meilleure que la nodularité du graphite des pièces non inoculées. En général, le graphite des cylindres des pièces inoculées présente une nodularité assez bonne ( $f^* \geq 0,8$ ).

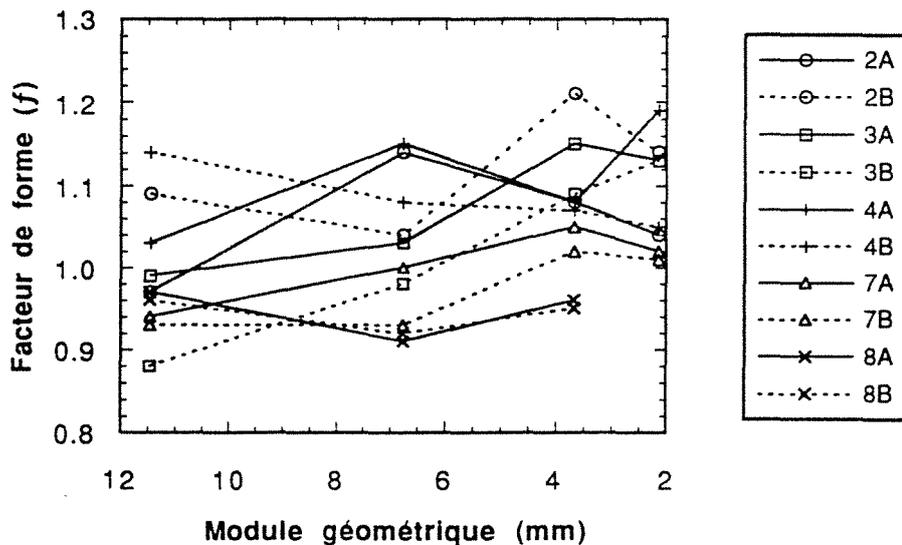


Figure 3.9 Valeurs de  $f$  mesurées dans les différents cylindres des pièces coulées. Mod correspond au rapport entre volume et la surface des cylindres ; la valeur de Mod pour les cylindres  $\varnothing 62$ ,  $\varnothing 32$ ,  $\varnothing 16$  et  $\varnothing 9$  est respectivement égale à 11,46 mm, 6,77 mm, 3,67 mm et 2,14 mm.

### 3.4.3. Analyse thermique différentielle

#### 3.4.3.1. Caractéristiques des expériences effectuées

Tous les essais ont été réalisés sous atmosphère d'argon afin de limiter l'oxydation du métal. Après quelques expériences préliminaires, on a établi le cycle thermique employé pour déterminer la valeur de  $T_{EG}$ . Ce cycle est constitué d'étapes d'échauffement et de refroidissement séparées par un temps de maintien à température. La vitesse de refroidissement a été la même dans tous les essais : 10 °C/min. Le temps de maintien "isotherme" a été dans tous les cas de 2 min. Les températures de ces paliers isothermes ont été de 1250 °C et 1050 °C. Différentes vitesses de chauffage ont été employées ; 2°C/min, 5°C/min, 10°C/min et 15°C/min.

#### 3.4.3.2. Dépouillement des courbes d'ATD

Les données expérimentales ont été dépouillées à l'aide du logiciel fourni avec le calorimètre. La figure 3.10 montre l'évolution de la force électromotrice (f.é.m.) mesurant l'écart  $\Delta T_A$  en fonction de la température "du métal". La valeur de la f.é.m. dépend de la différence entre la température de

l'échantillon et celle de la référence. La courbe représentée sur la figure 3.10 correspond à la fusion de l'échantillon à une vitesse d'échauffement de  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . On distingue la ligne de base et les points considérés pour déterminer les températures de début et de fin de fusion du métal  $T_{EG}^d$  et  $T_{EG}^f$  respectivement.

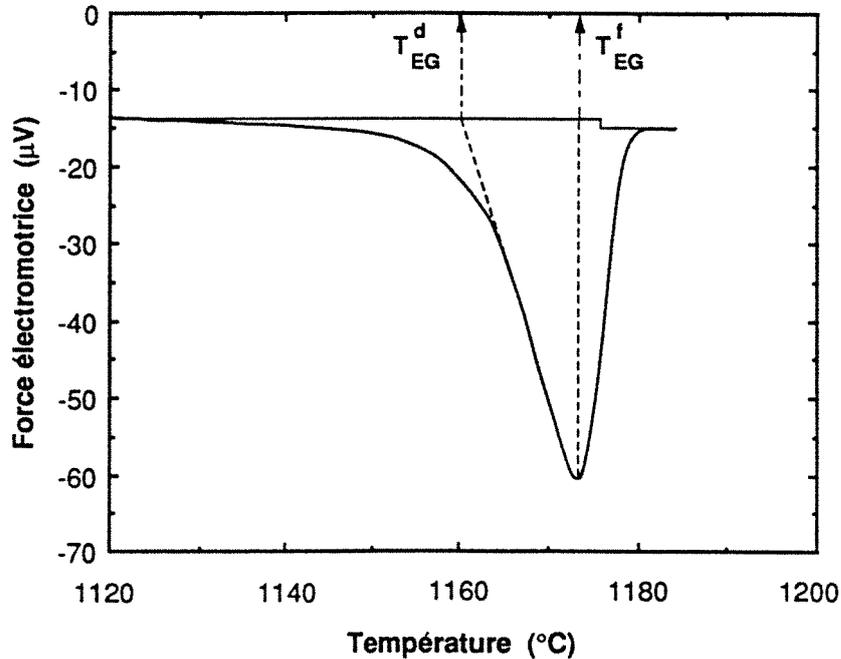


Figure 3.10 Courbe caractéristique de la valeur de f.é.m. mesurant l'écart  $\Delta T_A$  en fonction de la température de l'échantillon étudié. Cette courbe correspond à la fusion de la fonte à une vitesse d'échauffement de  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Sur cette figure sont définies également les températures considérées pour caractériser le début et la fin de la fusion, notées respectivement,  $T_{EG}^d$  et  $T_{EG}^f$ .

La courbe de fusion du métal de la figure 3.10 ne présente aucun phénomène thermique secondaire. On peut donc imaginer que la composition de l'alliage étudié est très proche de la composition qui correspond à l'eutectique du système polyconstitué. On rappelle que cet alliage est classé hypereutectique lorsque l'on considère comme référence la composition de l'eutectique du système ternaire Fe-C-Si. Si l'on considère que l'alliage est hypereutectique, alors on peut penser que la quantité de graphite "proeutectique" est très faible de sorte que le phénomène thermique correspondant à sa dissolution n'est pas repérable par ATD. De ce fait, on peut considérer que la courbe de fusion du métal est représentative de la réaction eutectique.

### 3.5. PRESENTATION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

#### 3.5.1. Corrélation entre les différentes grandeurs caractéristiques de la vitesse de refroidissement.

Dans la figure 3.11 on a reporté le logarithme de la vitesse de refroidissement à  $1000^{\circ}\text{C}$ ,  $\ln V_s^*$ , en fonction du logarithme du module géométrique de la pièce,  $\ln \text{Mod}$ , des valeurs expérimentales qui concernent les pièces 2A, 2B, 3A et 3B. Ces pièces ont été coulées à différentes températures, respectivement ;  $1450^{\circ}\text{C}$ ,  $1400^{\circ}\text{C}$ ,  $1350^{\circ}\text{C}$  et  $1300^{\circ}\text{C}$ . La corrélation  $\ln V_s^* - \ln \text{Mod}$  que l'on ob-

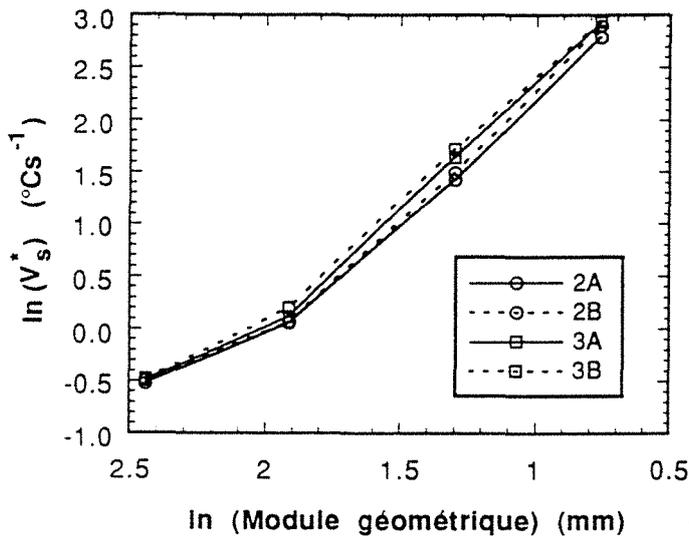


Figure 3.11 Corrélation expérimentale entre le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1000 °C,  $\ln V_s^*$ , et le logarithme du module géométrique du cylindre,  $\ln \text{Mod}$ .

température de coulée sur  $V_s^*$  peut être masquée par l'incertitude sur la mesure de celle-ci.

Le logarithme des vitesses de refroidissement à 1200 °C,  $\ln V_l^*$ , des quatre pièces ; 2A, 2B, 3A et 3B sont reportées en fonction de  $\ln \text{Mod}$  dans la figure 3.12. La corrélation  $\ln V_s^* - \ln \text{Mod}$  de ces cylindres est représentative de l'ensemble des données. Sur la figure 3.12 on observe que les valeurs de  $V_l^*$  associées aux cylindres  $\varnothing 62$  tendent à être plus importantes que celles du cylindres  $\varnothing 32$ . Cela peut être dû aux phénomènes inhérents au mouvement du métal liquide pendant son refroidissement. Ce mouvement du métal liquide est suggéré par le fait que les courbes de refroidissement des cylindres  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 32$  sont confondues avant et durant la solidification. Par ailleurs, sur la figure 3.12 on note que même pour le cas des pièces 2A, 2B, 3A et 3B, il n'y a pas un effet net de la température de coulée sur la valeur de  $V_l^*$ . Ce résultat peut être dû aux incertitudes sur la détermination expérimentale de  $V_l^*$ .

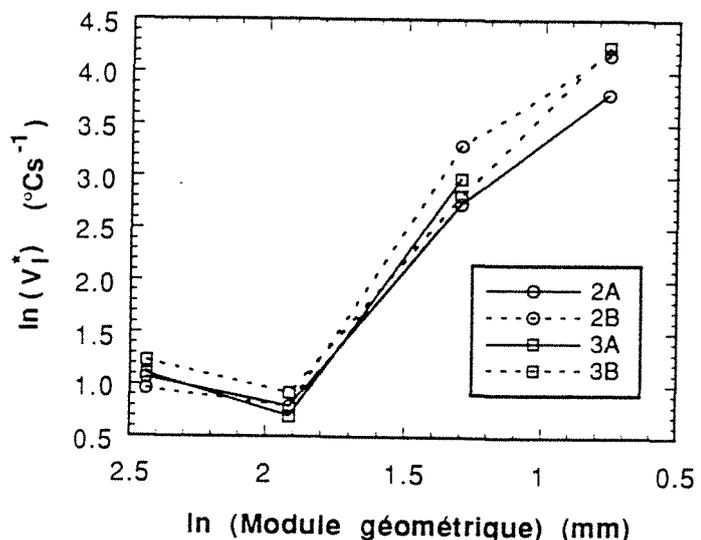
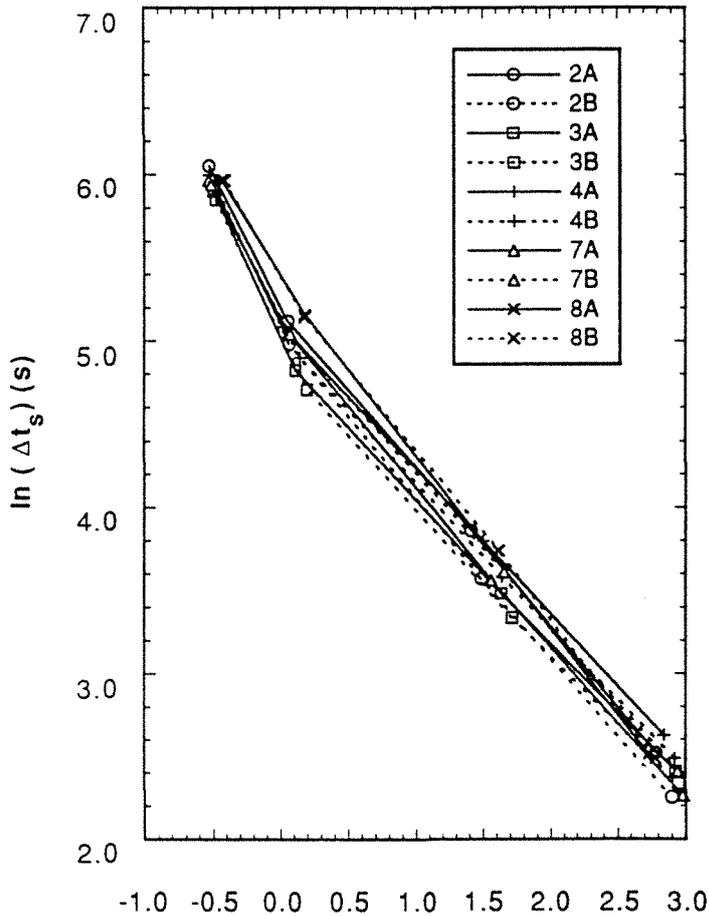


Figure 3.12 Corrélation expérimentale entre le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1200 °C,  $\ln V_l^*$ , et le logarithme du module géométrique du cylindre,  $\ln \text{Mod}$ .

serve sur cette figure est représentative de l'ensemble des données expérimentales. Sur cette figure on note que  $V_s^*$  augmente quand la valeur de  $\text{Mod}$  diminue. En outre, on observe que pour une même valeur de  $\text{Mod}$ , les valeurs de  $V_s^*$  ont une tendance à être plus importantes pour la pièce 3B que pour la pièce 2A. Ces pièces ont été coulées respectivement à la température la plus basse et la température la plus importante de l'ensemble des expériences effectuées. Cette corrélation entre la température de coulée et la valeur de  $V_s^*$  n'a pas été très nette dans le cas des autres pièces coulées. Cela suggère que la valeur de  $V_s^*$  peut dépendre d'autres facteurs que la température de coulée ou bien que l'influence de la



$\ln(\text{Vitesse de refroidissement à } 1000 \text{ } ^\circ\text{C}) \text{ (} ^\circ\text{Cs}^{-1}\text{)}$

Figure 3.13 Corrélation expérimentale entre le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1000 °C,  $\ln V_s^*$ , et le logarithme du temps de solidification,  $\ln \Delta t_s$ .

-1,94, la valeur moyenne étant égal à -2,06. Pour ce qui est de la corrélation de  $\ln V_f - \ln \text{Mod}$ , la valeur de D a varié entre -1,7 et -2,23, la valeur moyenne étant égale à -1,95. Pour la corrélation  $\ln(\Delta t_s) - \ln V_s^*$  la pente moyenne des droites de corrélation a été égale à -1,02 et elle a varié entre -0,96 et -1,07. Dans le cas des corrélations  $\Delta t_s - \Delta t_{ds}$ , la pente des droites varie entre 1,00 et 1,02, la moyenne étant égale à 1,01. En considérant ces résultats on peut écrire :

$$V_s^{**} \approx C_1 (\text{Mod})^{-2} \quad ; \quad V_f^* \approx C_2 (\text{Mod})^{-2} \quad ; \quad \Delta t_s \approx C_3 (V_s^{**})^{-1} \quad ; \quad \Delta t_{ds}^* \approx C_4 \Delta t_s \quad 3.4$$

L'ordre de  $C_1$  est de  $\approx 75 \text{ mm}^2\text{Cs}^{-1}$ , de  $C_2$  est d'environ  $200 \text{ mm}^2\text{Cs}^{-1}$ , de  $C_3$  est de  $200 \text{ } ^\circ\text{C}$  et de  $C_4 \approx 1,09$ .

La figure 3.13 représente les points expérimentaux concernant la vitesse de refroidissement à 1000 °C et le temps de solidification  $\Delta t_s = t_s - t_e$ . Sur cette figure on observe que  $\Delta t_s$  diminue quand  $V_s^*$  augmente. Sur la figure 3.14 on a reporté les valeurs de  $\Delta t_s$  en fonction de  $\Delta t_{ds}^* = t_s - t_d$ . On observe une bonne corrélation entre ces deux grandeurs.

Afin de "quantifier" les corrélations précédemment décrites, on a effectué une analyse de régression linéaire entre d'une part les valeurs  $\ln V_s^*$  et  $\ln \text{Mod}$  et d'autre part les valeurs de  $\ln V_f^*$  et  $\ln \text{Mod}$ . Dans le cas de la relation  $\ln V_s^* - \ln \text{Mod}$ , les droites de corrélation :

$$\ln Y = \ln E + D \ln X \quad 3.3$$

calculées pour les pièces de fontes G.S. ont eu une valeur de D comprise entre -2,13 et

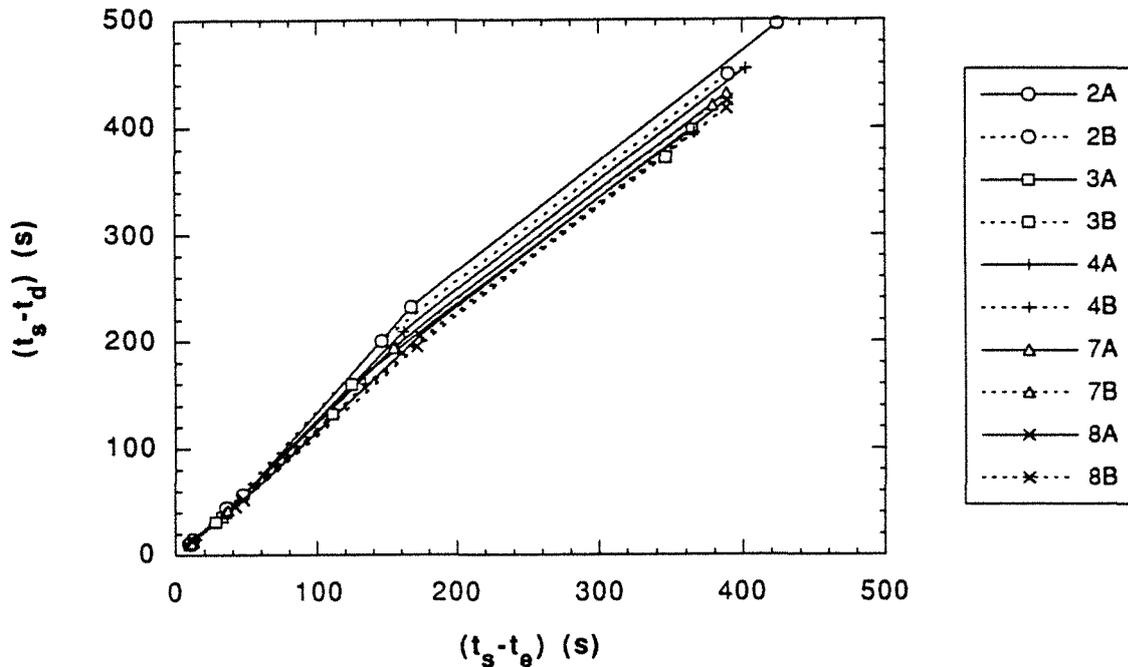


Figure 3.14 Corrélation expérimentale temps de solidification  $(t_s - t_e)$  et  $(t_s - t_d)$ .

### 3.5.2. Effet de la vitesse de refroidissement et l'inoculation sur la structure finale des fontes coulées

#### 3.5.2.1. Densité volumique de nodules

Sur le graphique A de la figure 3.15 on a reporté les valeurs de  $\ln N_V^{**}$  en fonction du logarithme du module géométrique des cylindres,  $\ln \text{Mod}$ . Les valeurs de  $\ln \text{Mod}$  sont reportées dans ce graphique en sens inversé ;  $\ln \text{Mod}$  décroît de gauche à droite. Cela afin de faciliter la comparaison de la corrélation  $\ln N_V^{**} - \ln \text{Mod}$  avec les corrélations  $\ln N_V^{**} - \ln V_S^*$  et  $\ln N_V^{**} - \ln V_I^*$  présentées respectivement, dans les graphiques B et C de la même figure. Sur le graphique A on observe que la valeur de  $N_V^{**}$  est pratiquement la même pour les cylindres  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 32$  puis elle augmente quand la valeur de  $\text{Mod}$  diminue. Sur le graphique A on note aussi que les courbes qui concernent les pièces inoculées ne se croisent pas de façon erratique ; elles ont à peu près la même allure. Il en est de même pour les courbes concernant les pièces non inoculées, 8A et 8B. On rappelle que les valeurs très importantes de  $N_V^{**}$  des cylindres  $\varnothing 16$  de ces pièces doivent être considérées avec précaution puisqu'elles incluent une proportion relativement importante de particules de petite taille ( voir § 3.4.2.4.).

Les remarques précédemment faites pour les corrélations expérimentales,  $\ln N_V^{**} - \ln \text{Mod}$ , sont qualitativement valables pour les corrélations  $\ln N_V^{**} - \ln V_S^*$  qui sont présentées dans le graphique B de la figure 3.15. Pour ce qui est des corrélations  $\ln N_V^{**} - \ln V_I^*$ , reportées dans le graphique C de cette figure, on note qu'elles ont une allure moins définie que celle des corrélations,  $\ln N_V^{**} - \ln \text{Mod}$  et  $\ln N_V^{**} - \ln V_S^*$ . Les droites de corrélation linéaire (voir équation 3.3) des relations  $\ln N_V^{**} - \ln \text{Mod}$ ,  $\ln N_V^{**} - \ln V_S^*$  et  $\ln N_V^{**} - \ln V_I^*$ , concernant les pièces inoculées ont respectivement des valeurs moyennes de  $D$  égales à  $-1,05$ ,  $0,51$  et  $0,47$ . Dans le cas des corrélations  $\ln N_V^{**} - \ln \text{Mod}$ , les valeurs de  $D$  ont varié entre  $-0,83$  et  $-1,22$ , dans celui des corrélations  $\ln N_V^{**} - \ln V_S^*$  la valeur de  $D$  a été entre  $0,42$  et  $0,58$ , enfin  $D$  a varié entre  $0,41$  et  $0,59$  pour les corrélations  $\ln N_V^{**} - \ln V_I^*$ . En considérant les valeurs moyennes de  $D$ , on peut écrire :

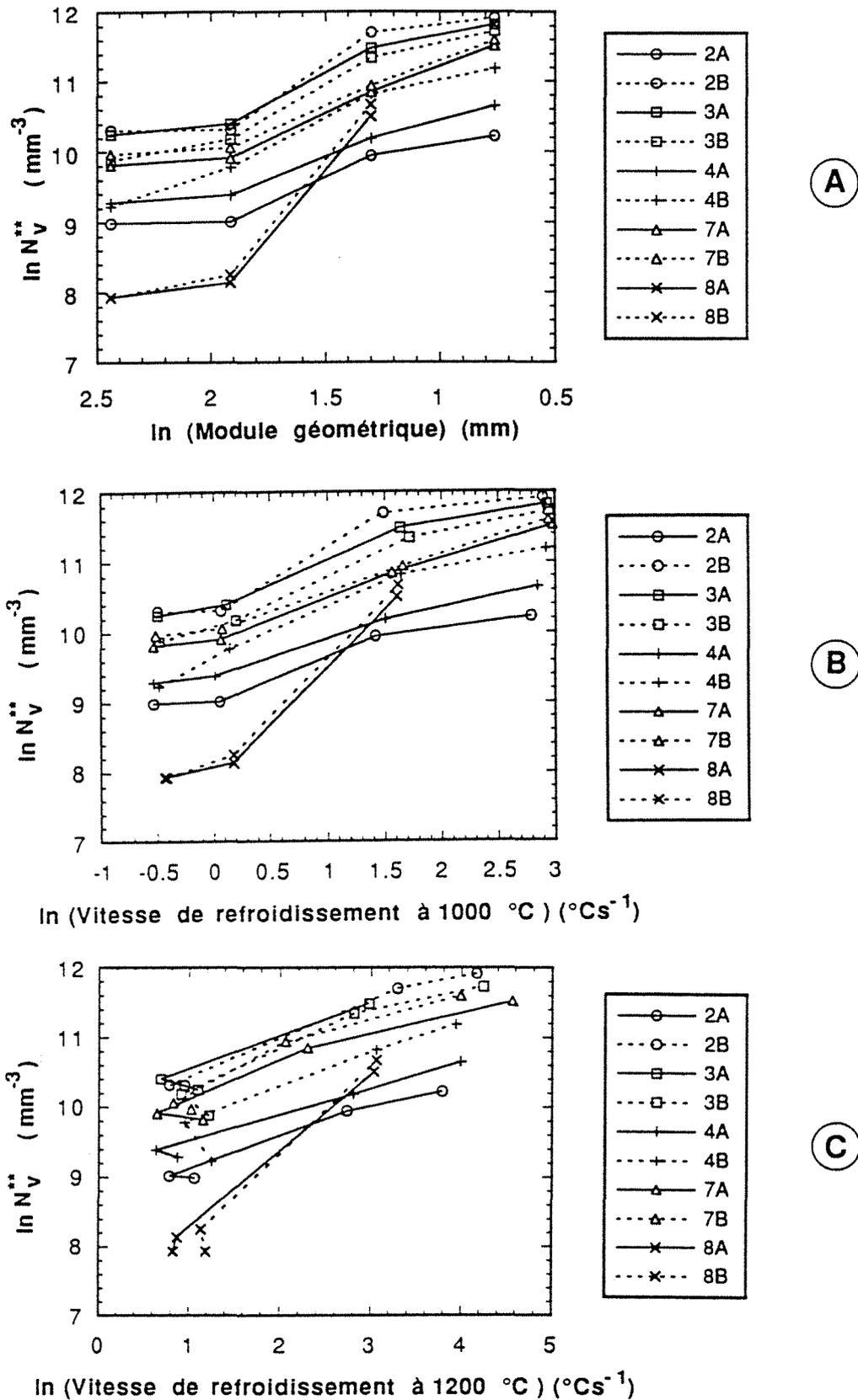


Figure 3.15 Relation entre le logarithme du module géométrique,  $\ln \text{Mod}$ , le logarithme de la vitesse de refroidissement à  $1000 \text{ } ^\circ\text{C}$ ,  $\ln V_c^*$ , et le logarithme de la vitesse de refroidissement à  $1200 \text{ } ^\circ\text{C}$ ,  $\ln V_{1200}^*$ , avec le logarithme de la densité volumique des nodules de graphites,  $\ln N_v^{**}$ , des pièces coulées.

$$N_V^{**} \approx E_1 (\text{Mod})^{-1} ; N_V^{**} \approx E_2 (V_S^*)^{0,5} ; N_V^{**} \approx E_3 (V_I^*)^{0,5} \quad 3.5$$

La valeur de la constante de proportionnalité de ces expressions dépend de l'importance de la densité volumique de nodules dans les pièces. Dans le graphique A de la figure 3.15 on observe que les valeurs extrêmes de  $N_V^*$  concernent la pièce 2B et la pièce 2A. En considérant les points expérimentaux de ces pièces, on a estimé l'ordre de grandeur des constantes de proportionnalité des équations 3.5. Ces constantes ont été déterminées à l'aide des corrélations linéaires du type  $Y - X^D$  ; Y est égale à  $N_V^*$  et X représente les grandeurs, Mod,  $V_S^*$  et  $V_I^*$ . Les valeurs de  $E_1$ , de  $E_2$  et de  $E_3$  ainsi calculées sont reportés dans le tableau 3.5.

Tableau 3.5 Valeurs des constantes de proportionnalité  $E_1$ ,  $E_2$  et  $E_3$  qui correspondent à la pièce 2B, dont la densité volumique des nodules est la plus importante, et à la pièce 2A qui a la densité volumique de nodules la plus faible.

|   | Pièce 2A | Pièce 2B |
|---|----------|----------|
| $E_1$ (mm <sup>-2</sup> )                                     | 55666    | 347440   |
| $E_2$ (mm <sup>-3</sup> s <sup>1/2</sup> °C <sup>-1/2</sup> ) | 6218     | 35927    |
| $E_3$ (mm <sup>-3</sup> s <sup>1/2</sup> °C <sup>-1/2</sup> ) | 3924     | 19307    |
|   |          |          |

### 3.5.2.2. Densité surfacique de nodules

Dans les graphiques A, B et C de la figure 3.16 on a reporté respectivement les valeurs de  $N_A^{**}$  en fonction de  $\ln \text{Mod}$ , de  $\ln V_S^*$  et de  $\ln V_I^*$ . On observe les mêmes tendances qualitatives que celles décrites pour les graphiques de la figure 3.15. Les droites de corrélation, non représentées dans les graphiques, des relations ;  $\ln N_A^{**} - \ln \text{Mod}$ ,  $\ln N_A^{**} - \ln V_S^*$  et  $\ln N_A^{**} - \ln V_I^*$ , des pièces inoculées ont respectivement une pente moyenne égal à -0,68, 0,33 et 0,32. Dans le cas de la corrélation  $\ln N_A^{**} - \ln \text{Mod}$  les valeurs de la pente de droites de corrélation, D, ont varié entre -0,51 et -0,78, les valeurs de D des corrélations  $\ln N_A^{**} - \ln V_S^*$  ont été dans une fourchette de valeurs de 0,25 à 0,37, et pour les relations  $\ln N_A^{**} - \ln V_I^*$  la valeur D est entre 0,26 et 0,38.

$$N_A^{**} \approx F_1 (\text{Mod})^{-2/3} ; N_A^{**} \approx F_2 (V_S^*)^{1/3} ; N_A^{**} \approx F_3 (V_I^*)^{1/3} \quad 3.6$$

Les valeurs de  $F_1$ , de  $F_2$  et de  $F_3$  ont été calculées de la même manière que  $E_1$ ,  $E_2$  et  $E_3$  avec les données expérimentales des pièces 2A et 2B. Ces grandeurs sont reportées au tableau 3.6.

Tableau 3.6 Valeurs des constantes de proportionnalité  $F_1$ ,  $F_2$  et  $F_3$  qui correspondent à la pièce 2B, dont la densité surfacique de nodules est la plus importante, et à la pièce 2A qui a la plus faible densité surfacique de nodules.

|   | Pièce 2A | Pièce 2B |
|---|----------|----------|
| $F_1$ (mm <sup>-4/3</sup> )                                   | 529      | 2359     |
| $F_2$ (mm <sup>-2</sup> s <sup>1/3</sup> °C <sup>-1/3</sup> ) | 119      | 520      |
| $F_3$ (mm <sup>-2</sup> s <sup>1/3</sup> °C <sup>-1/3</sup> ) | 91       | 328      |

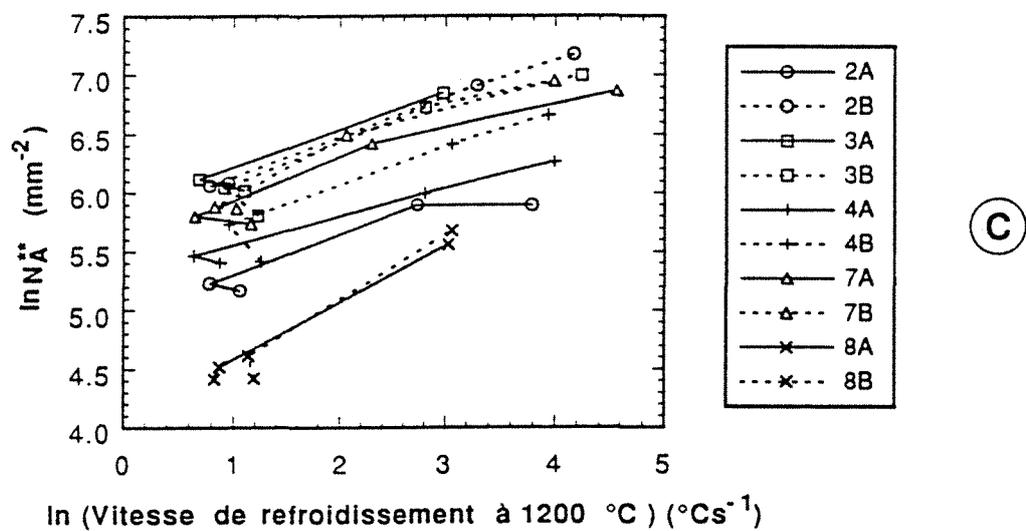
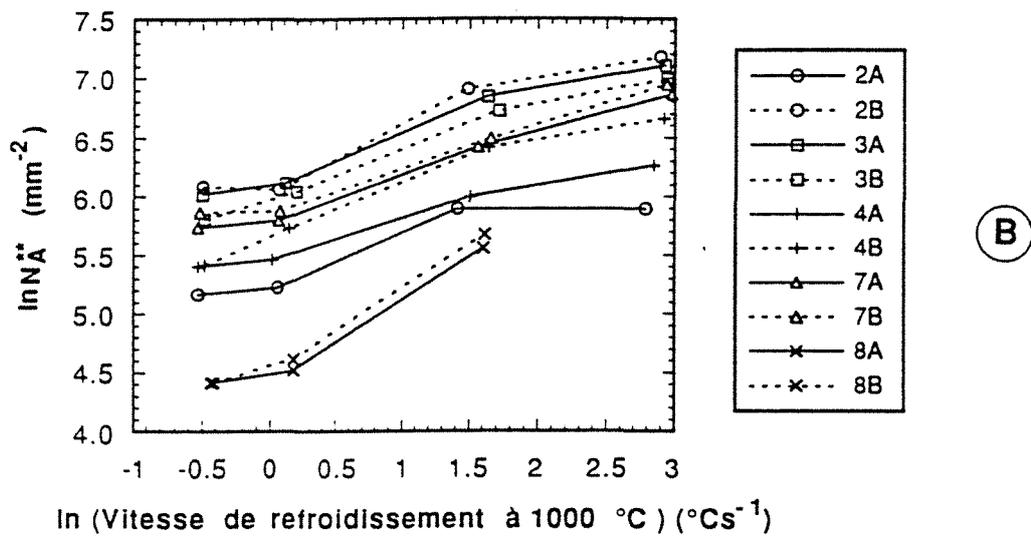
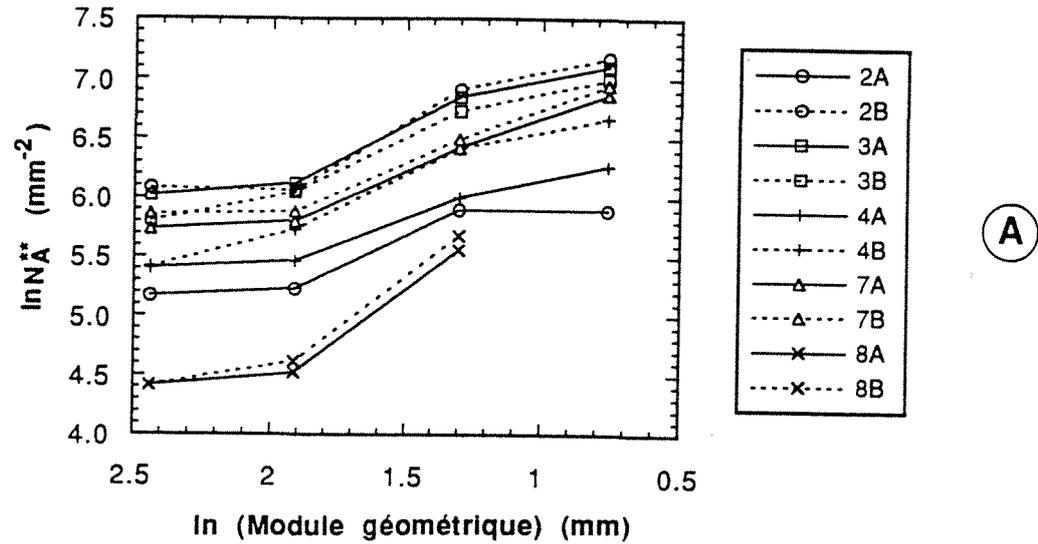


Figure 3.16 Relation entre le logarithme du module géométrique,  $\ln \text{Mod}$ , le logarithme de la vitesse de refroidissement à 1000 °C,  $\ln V_s^*$ , et le logarithme la vitesse de refroidissement à 1200 °C,  $\ln V_f^*$ , avec le logarithme de la densité surfacique de nodules de graphites,  $\ln N_A^{**}$ , des pièces coulées.

### 3.5.2.3. Taux de cémentite

Dans la figure 3.17 on a reporté le taux de cémentite mesuré sur les cylindres en fonction du module géométrique. On remarque que, dans le cas des pièces inoculées, la cémentite n'est apparue que dans les cylindres Ø9, alors que dans les pièces non inoculées, 8A et 8B, la cémentite a été aussi observée dans les cylindres Ø16 de ces pièces et dans le cylindre Ø32 de la pièce 8A.

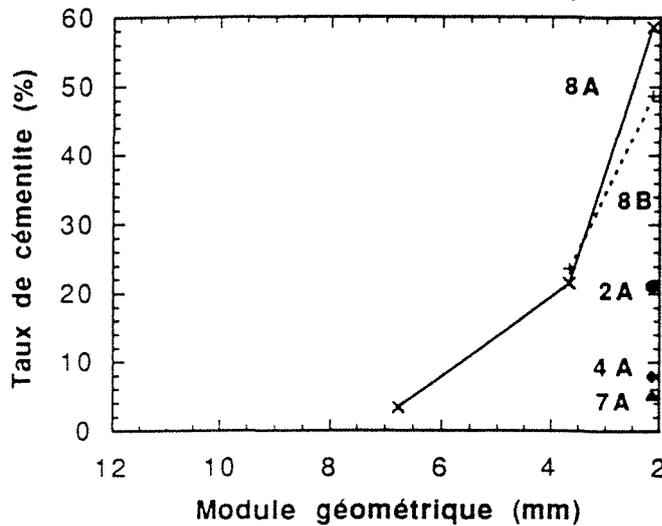


Figure 3.17 Corrélation entre le taux de cémentite et le module géométrique des cylindres.

Le graphique A de la figure 3.18 représente le taux de cémentite mesuré dans les cylindres Ø9 en fonction de la valeur  $N_V^{**}$  des mêmes cylindres. Les points expérimentaux qui correspondent aux échantillons 8A4 et 8B4 ne sont pas reportés faute d'une détermination précise de  $N_V^{**}$  pour ces échantillons (nodules de taille très petite). Sur ce graphique on observe que la cémentite est absente dans les cylindres qui ont les valeurs les plus importantes de  $N_V^{**}$  ; 2B, 3B, 3A et 7B.

Dans le graphique B de la figure 3.18 on a reporté le taux de cémentite mesuré dans les cylindres Ø9 en fonction de  $N_V^{**}$  des cylindres Ø62 de la même pièce. On observe que les tendances qualitatives notées pour le cas du graphique A de cette figure restent valables pour le graphique B. En outre on constate que les forts taux de cémentite observés dans Ø9 des pièces 8A et 8B correspondent effectivement à une faible valeur de  $N_V^{**}$  dans Ø62 de ces pièces.

Dans le graphique A de la figure 3.19 on a reporté le taux de cémentite mesuré dans les cylindres Ø9 en fonction de  $N_A^{**}$  des mêmes cylindres et dans le graphique B le taux de cémentite a été reporté en fonction des valeurs de  $N_A^{**}$  des cylindres Ø62. On constate que les remarques faites pour les corrélations observées entre le taux de cémentite et les valeurs de  $N_V^{**}$  des cylindres Ø9 ou Ø62 restent qualitativement valables pour les corrélations taux de cémentite-densité surfacique des nodules.

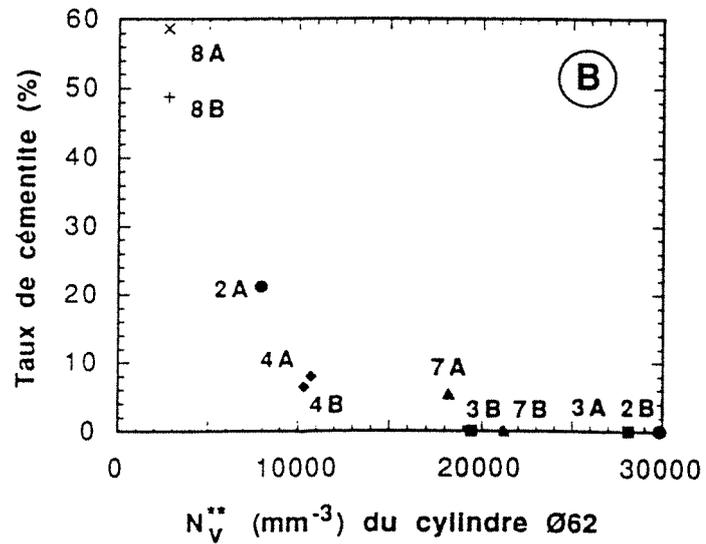
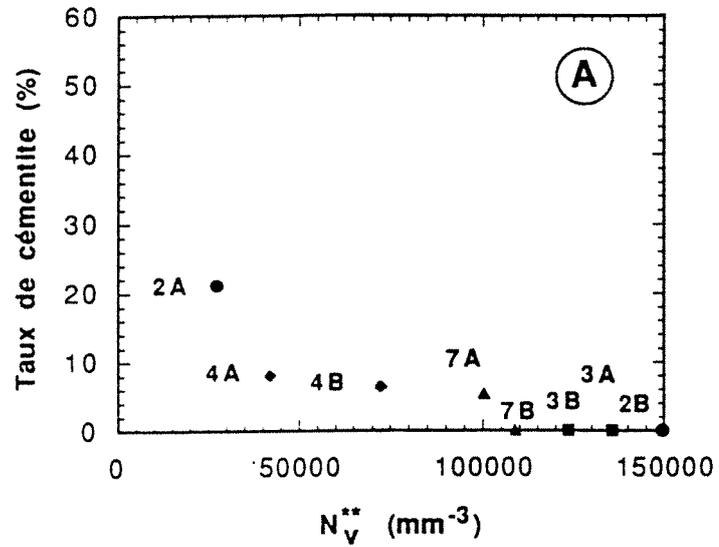


Figure 3.18 Corrélation expérimentale entre le taux de cimentite et la densité volumique de nodules,  $N_V^{**}$  des cylindres Ø9 (graphique A) ou les valeurs de  $N_V^{**}$  des cylindres Ø62 (graphique B).

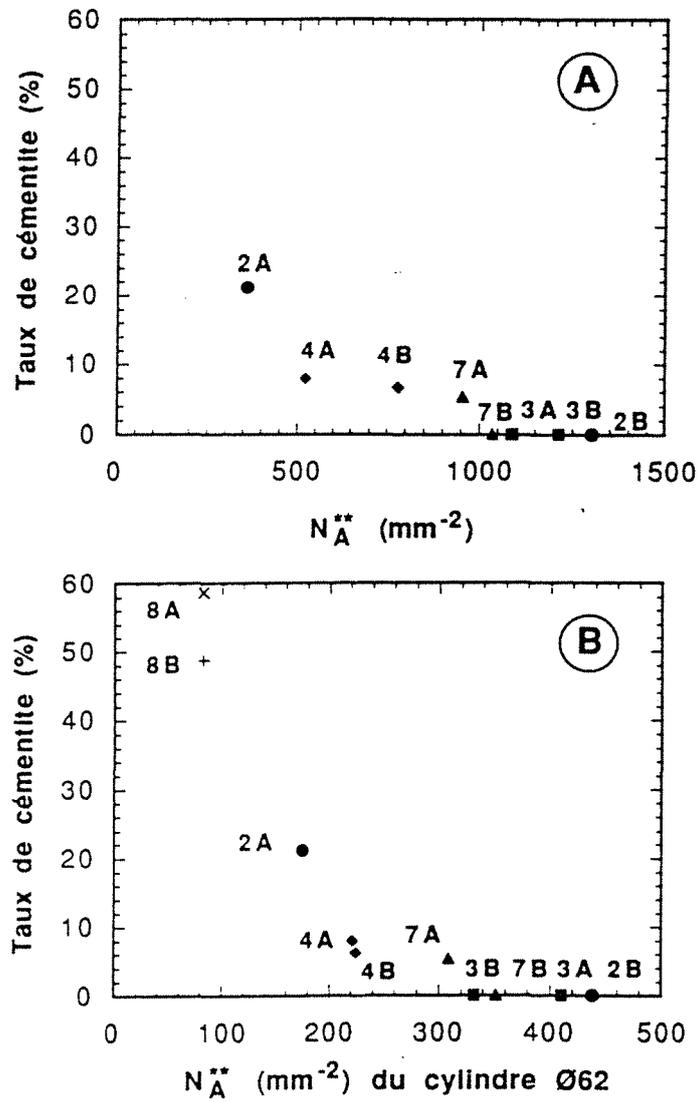


Figure 3.19 Corrélation expérimentale entre le taux de cémentite et la densité surfacique de nodules,  $N_A^{**}$  des cylindres Ø9 (graphique A) ou les valeurs de  $N_A^{**}$  des cylindres Ø62 (graphique B).

#### 3.5.2.4. Granulométrie

Les distributions du nombre de particules par unité de surface et de volume, ainsi que la distribution correspondante de la fraction volumique de graphite, ont été reportées selon la largeur des classes de Saltykov. Des variations importantes du nombre de nodules par unité de surface et de volume ont été observées entre les différents échantillons. De ce fait on a considéré des distributions normalisées qui facilitent la comparaison des caractéristiques morphologiques des différentes fontes coulées et l'observation de l'effet de la vitesse de refroidissement sur ces caractéristiques.

##### • pièces inoculées

Sur la figure 3.20 on a reporté les distributions normalisées correspondant à la pièce 3A, car elles sont représentatives de l'ensemble des pièces coulées avec inoculation. L'ensemble des distributions mesurées sur les autres pièces sont données dans l'annexe F.

Dans les distributions en  $N_A$  on observe qu'il y a en général deux populations : une population de petits nodules, la première population, et une population de particules plus grandes qui est appelée "deuxième population". Sur la figure 3.20 on remarque que la taille "moyenne" et la largeur en taille de la deuxième population est d'autant plus petite que la vitesse de refroidissement est plus importante. Ces remarques sont aussi valables pour la distribution en  $N_V$ , mais on constate que la première population des nodules est plus importante dans le cas de  $N_V$  que dans le cas de  $N_A$ . En ce qui concerne la distribution en  $g_V^g$ , calculée à l'aide de la distributions en  $N_V$ , on observe la même influence de la vitesse de refroidissement sur l'étalement de la distribution, mais la première population de nodules correspond à un très faible taux volumique de graphite. En outre, sur la distribution en  $g_V^g$ , on observe une troisième population de nodules correspondant aux tailles les plus grandes. L'importance des gros nodules peut être formalisée en notant que la taille moyenne des nodules calculée sur la distribution de  $g_V^g$  se situe pour des valeurs plus importantes que dans le cas de  $N_A$  et  $N_V$ , comme cela a été observé auparavant par Noguchi et al. [34]. Les remarques faites pour les distributions en  $g_V^g$  sont valables pour les distributions en  $g_S^g$ .

##### • pièces non inoculées

Sur la figure 3.21 on a reporté les distributions normalisées qui correspondent à une des pièces coulées sans traitement d'inoculation. Les distributions de l'autre pièce coulée sans inoculation présentent les mêmes caractéristiques (voir annexe F). Ces distributions montrent les mêmes tendances que celles décrites dans le cas des fontes inoculées, mais on observe ici que les distributions qui correspondent à Ø62 et à Ø32 sont sensiblement plus dispersées que dans le cas des pièces inoculées. La taille moyenne est décalée vers des valeurs de 40 µm, tandis que dans le cas des pièces inoculées, cette valeur se situe autour de 20 µm. Cela peut être dû pour l'essentiel à l'effet du nombre de nodules : en effet, les pièces coulées ayant à peu près la même fraction de graphite (voir tableaux D.1a et D.1b à l'annexe D), un nombre plus important de nodules doit se traduire par une taille moyenne des nodules plus petite. On peut constater sur les tableaux D.1a et D.1b de l'annexe D que la valeur de  $N_V$  qui correspond à Ø 62 de la pièce 3A est environ six fois plus grande que la valeur correspondant aux pièces non inoculées.

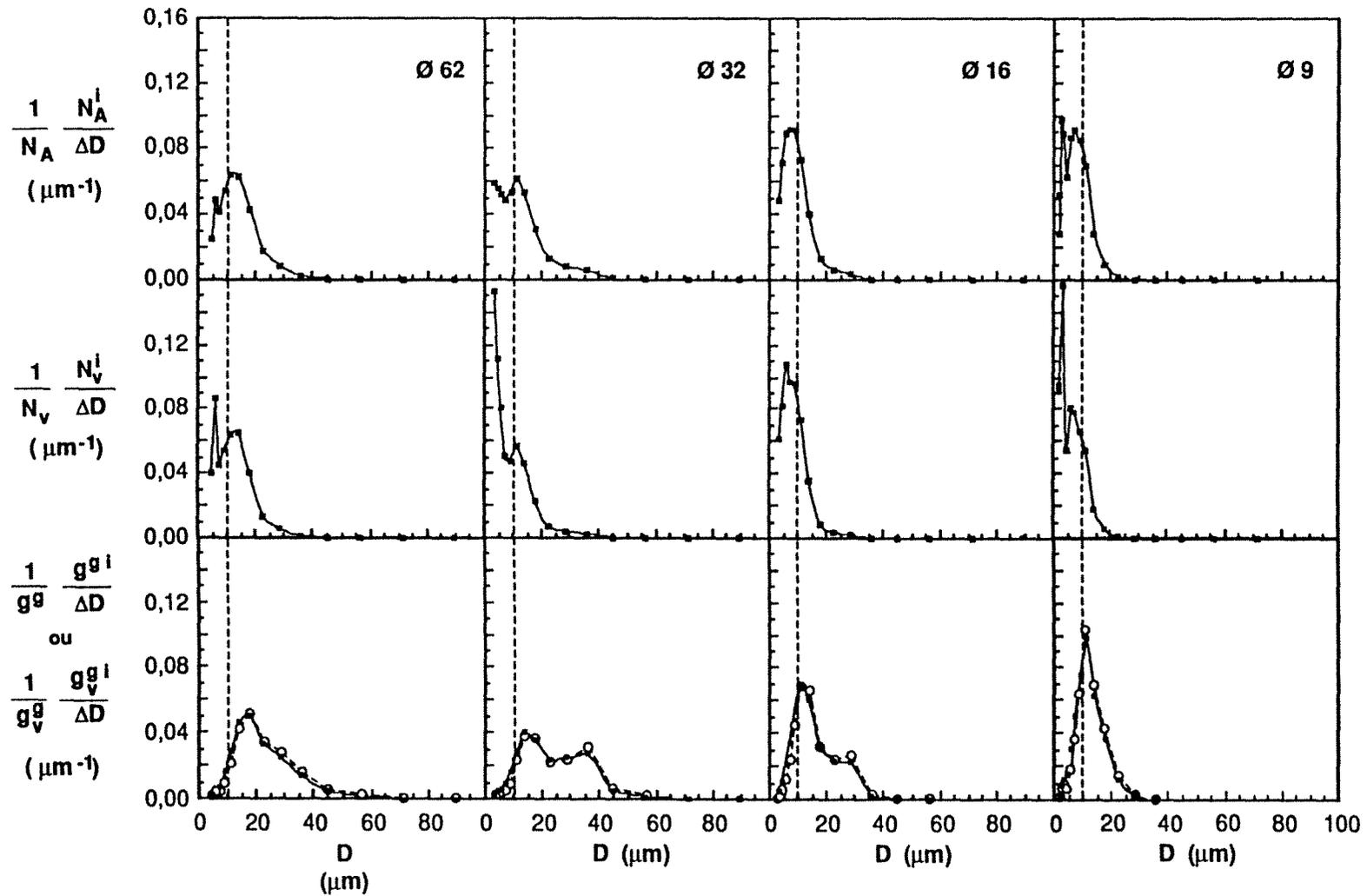


Figure 3.20 Histogrammes normalisés de particules rapportés à l'intervalle de diamètres des classes de Slatykov : exemple des pièces inoculées, pièce 3A. Dans les cas des distributions de la fraction de graphite, les petits carrés correspondent aux valeurs de  $N_A$ , alors que les petits cercles correspondent aux valeurs de  $N_v$ .

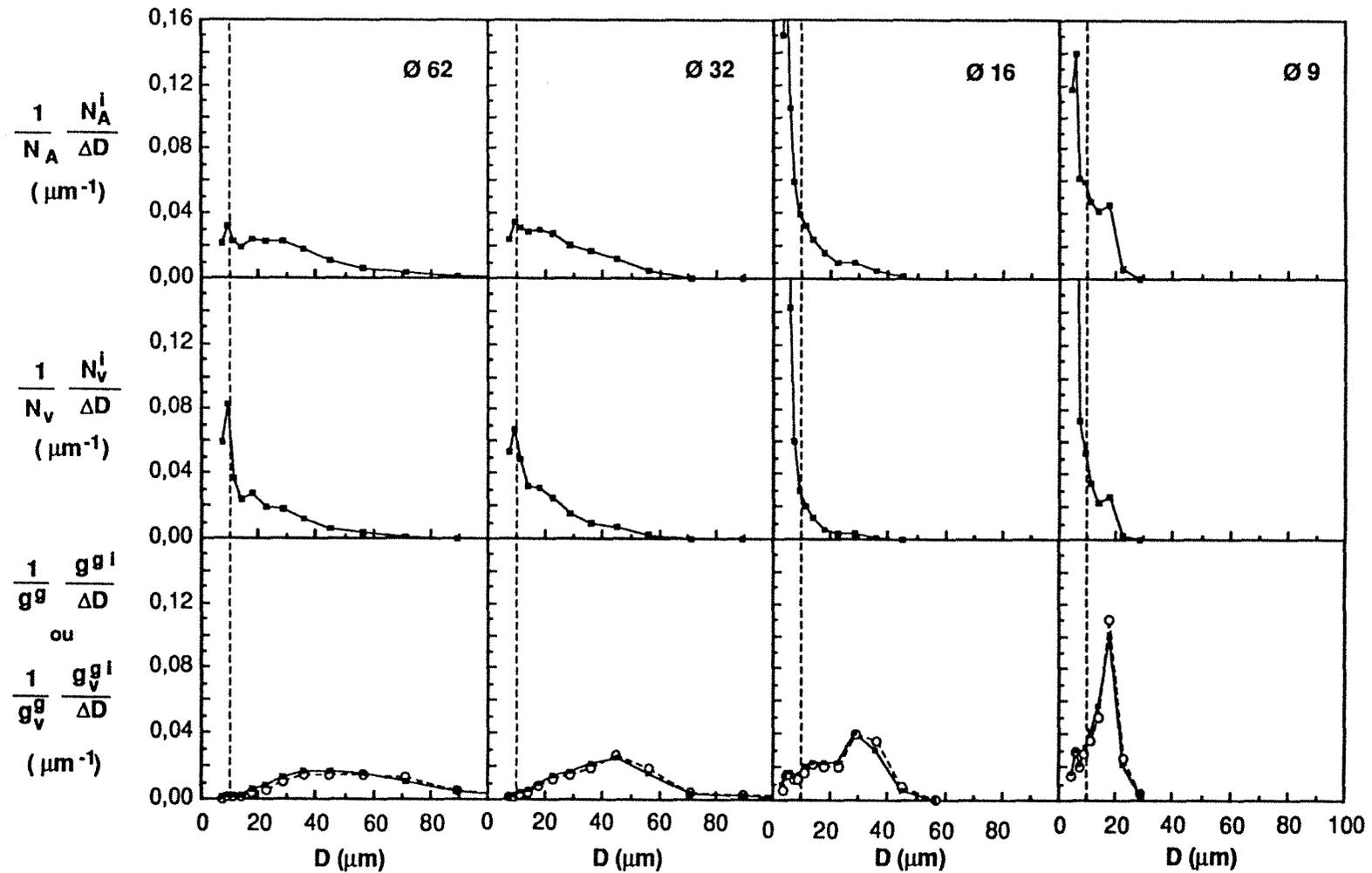


Figure 3.21 Histogrammes normalisés de particules rapportés à l'intervalle de diamètres des classes de Slatykov : exemple des pièces non inoculées, pièce 8B. Dans les cas des distributions de la fraction de graphite, les petits carrés correspondent aux valeurs de  $N_A$ , alors que les petits cercles correspondent aux valeurs de  $N_V$ .

• Comparaison entre les distributions de  $N_V$  déterminées dans cette étude et celles déterminées par Arnould dans des échantillons obtenus en TSD.

On peut se demander s'il existe expérimentalement une différence dans la forme des distributions de taille de nodules des fontes coulées en moule et les échantillons obtenus par solidification dirigée. Une comparaison entre ces distributions doit être faite en considérant une fonte de même composition, ayant subi un même traitement métallurgique et solidifiée avec une vitesse de refroidissement comparable. Les distributions mesurées auparavant par Théret [1] et par Arnould [2] permettent de tenter, à titre indicatif, une première comparaison entre les distributions de nodules obtenues en TSD et en solidification en moule. En effet, la fraction de graphite et le nombre de nodules des fontes eutectiques et hypereutectiques étudiées par ces auteurs est proche de celle de nos échantillons (voir tableau 3.7). La vitesse de refroidissement employée par ces auteurs est de l'ordre de celle des cylindres Ø62 et Ø32 à 1000 °C ( $\approx 0,5-1,2$  °C·s<sup>-1</sup>). Une des distributions de taille de nodules obtenue par Arnould dans le cas d'une fonte hypereutectique (voir tableau 3.7) est reportée sur la figure 3.22. Sur cette figure on a également reporté les distributions de nodules mesurées sur les cylindres Ø62 des pièces 3A et 3B, dont le nombre de nodules total mesuré est respectivement de 28131 mm<sup>-3</sup> et de 19444 mm<sup>-3</sup>. Sur la figure 3.22 on observe qu'il y a peu de différences entre les distributions de nodules de l'échantillon obtenus en TSD et celles des échantillons des pièces moulées. On peut donc penser que le mode de solidification a peu d'influence sur l'allure des distributions en taille de nodules.

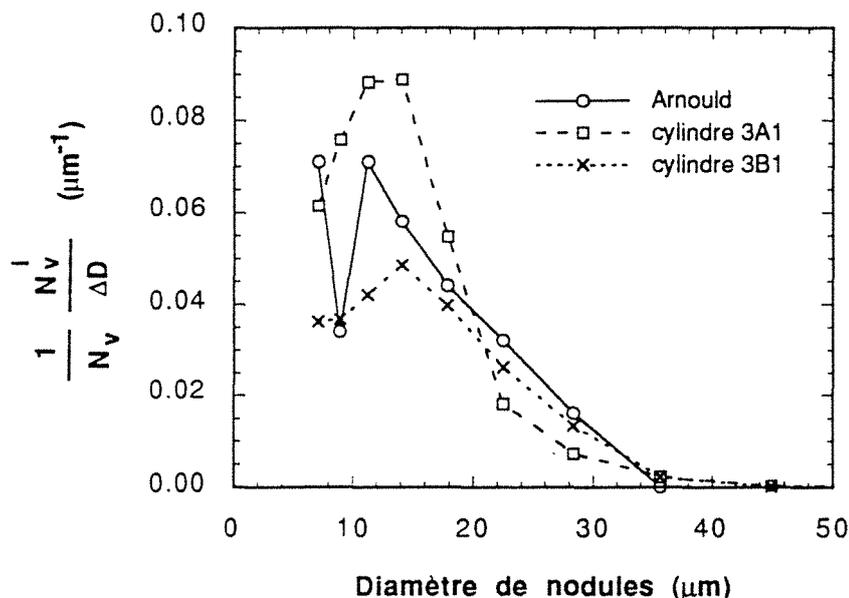


Figure 3.22 Distributions en taille de nodules dans un échantillon obtenu par TSD (d'après Arnould [2]) et dans les cylindres Ø62 des pièces 3A et 3B. Les distributions sont toutes rapportées à la valeur de  $N_V$  de l'échantillon d'Arnould, soit  $N_V = 24000$  mm<sup>-3</sup>. Dans le cas de nos échantillons on n'a reporté sur cette figure que les classes de Saltykov considérées par Arnould. Dans ces conditions le nombre de nodules par unité de volume des pièces 3A1 et 3B1 sont respectivement ; 28131 mm<sup>-3</sup> et 19444 mm<sup>-3</sup>. Ces valeurs sont proches de la valeur de  $N_V$  qui correspond à l'échantillon d'Arnould ; 24000 mm<sup>-3</sup>.

Tableau 3.7 Composition des barreaux obtenus en solidification dirigée dans des travaux antérieurs à cette étude. CE = %C + %Si/4.

|         | %C   | %Si  | %Mg   | *CE  | g <sup>9</sup> | N <sub>v</sub> |
|---------|------|------|-------|------|----------------|----------------|
| THERET  | 3,87 | 2,11 | 0,089 | 4,40 | 0,085          | 4000           |
|         | 3,33 | 2,51 | 0,057 | 3,96 | 0,105          | 15000          |
| ARNOULD | 3,51 | 2,66 | 0,1   | 4,17 | 0,086          | 8800           |
|         | 3,46 | 3,64 | 0,084 | 4,37 | 0,092          | 24000          |
| AICHOUN | 3,47 | 1,78 | 0,041 | 3,95 | 0,055          |                |
|         | 3,30 | 1,70 | 0,082 | 3,72 |                |                |

### 3.5.3. Effet de la vitesse de refroidissement et de l'inoculation sur les courbes de refroidissement

#### 3.5.3.1. Caractéristiques qualitatives des courbes de refroidissement

Sur la figure 3.23 on a reporté les courbes de refroidissement des cylindres de la pièce 2B qui sont caractéristiques des courbes de refroidissement des pièces inoculées. L'ensemble de courbes est donné dans l'annexe G. On observe que l'allure des courbes de refroidissement est fonction du diamètre du cylindre. Lorsque celui-ci diminue, le "palier" de réaction diminue en longueur et se situe à plus basse température. En outre, l'inclinaison du "palier" augmente lorsque le diamètre du cylindre diminue. La figure 3.23 montre que les courbes de refroidissement des cylindres Ø62 et Ø32 sont confondues avant et pendant la réaction de solidification. Cela a été observé sur l'ensemble des échantillons coulés en fonte G.S. Par contre, dans le cas des thermogrammes des pièces en fonte G.L., coulées 6A et 6B, il y a toujours une différence nette entre les températures de Ø62 et Ø32, comme cela est illustré par la figure 3.24 qui représente les courbes de refroidissement des cylindres de la coulée 6B. La superposition des courbes dans le cas des fontes G.S. suggère un fort mouvement du métal liquide qui ne se produit apparemment pas dans les pièces coulées en fonte G.L. En comparant les figures 3.23 et 3.24 on note que le taux de recalescence des courbes des cylindres Ø9 et Ø16 de la coulée 6B est relativement plus important que le taux de recalescence des courbes des mêmes cylindres de la coulée traitée au Mg. Enfin, sur la figure 3.23 on observe que les courbes de refroidissement du métal liquide de Ø62 et Ø32 montrent des fluctuations importantes, ce qui empêche de repérer le début de solidification à l'aide de l'analyse thermique.

Sur la figure 3.25 on a reporté les courbes de refroidissement d'une des pièces de fonte G.S. non inoculée. On retrouve les mêmes caractéristiques principales que précédemment. On note toutefois deux différences qui concernent Ø62 et Ø32, par rapport aux courbes de la figure 3.23. Dans le cas de Ø62, on observe l'apparition d'une bosse sur le palier de solidification, qui n'apparaît jamais dans le cas des fontes inoculées. En ce qui concerne Ø32, on observe un taux de recalescence ( $T_{\max} - T_{\min}$ ) très important, qui n'est pas observé dans les autres pièces. Cette recalescence pourrait être liée à la faible nodularité observée dans ces cylindres.

Les valeurs des caractéristiques de courbes de refroidissement retenues pour cette étude sont reportées dans les tableaux D.2 et D.3 de l'annexe D. Les valeurs des températures  $T_{\min}$  et  $T_{\max}$  reportées dans ces tableaux correspondent au dernier palier de solidification apparu, par exemple, dans le cas des pièces non inoculées les valeurs de  $T_{\min}$  et  $T_{\max}$  correspondent au palier trouvé après la première "bosse". Par ailleurs, on remarque que seules les courbes de refroidissement qui correspondent aux cylindres Ø62 présentent systématiquement de la recalescence. Exceptionnellement, celle-ci est présente dans les courbes de refroidissement de tous les cylindres des pièces 7A et 7B. Les va-

leurs des vitesses de refroidissement déterminées à 1000°C sont également données dans les tableaux D.2a, D.2b et D.2c de l'annexe D.

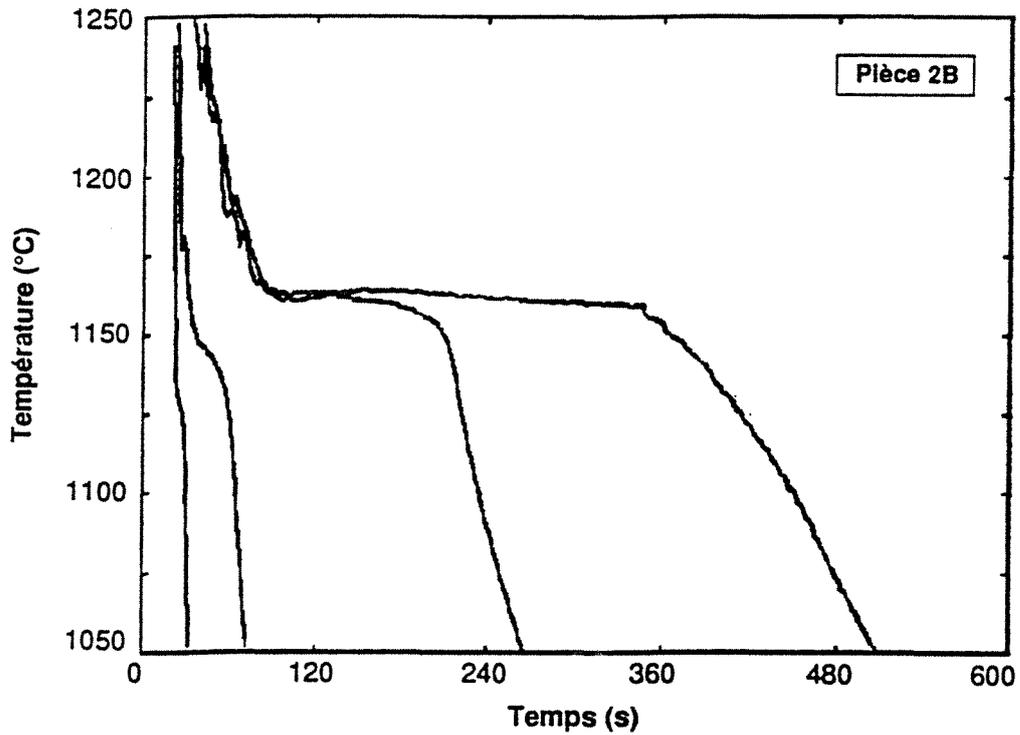


Figure 3.23 Courbes de refroidissement expérimentales caractéristiques des courbes de pièces inoculées, elles correspondent aux cylindres Ø62, Ø32, Ø16 et Ø9 de la pièce 2B.

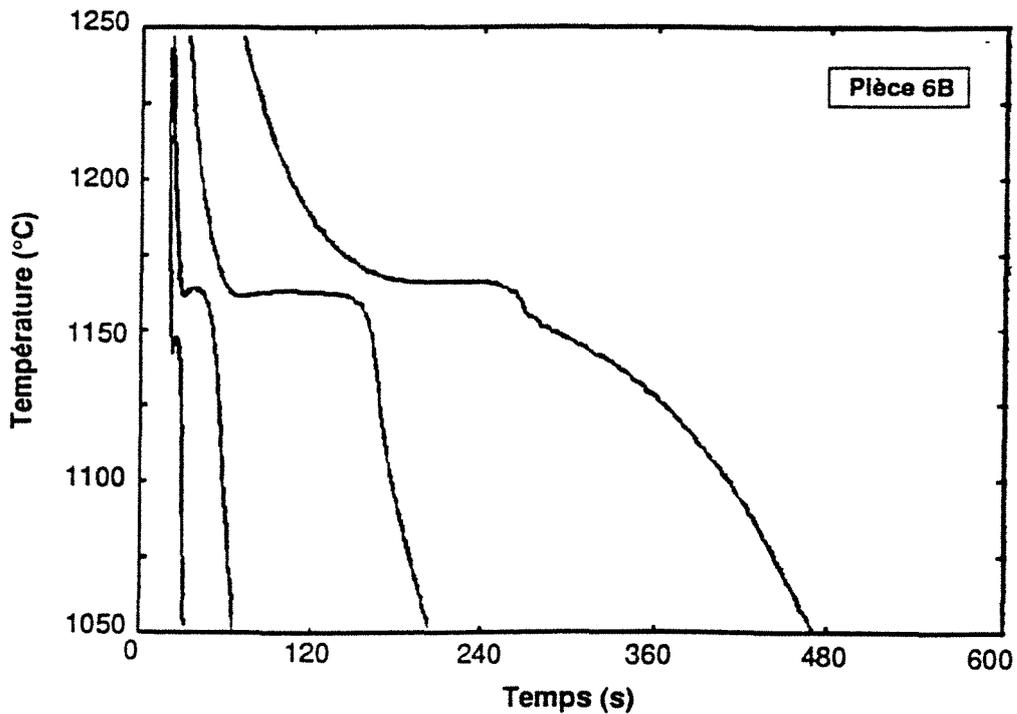


Figure 3.24 Courbes de refroidissement expérimentales caractéristiques de pièces non traitées au Mg, ces courbes correspondent aux différents cylindres de la pièce 6B.

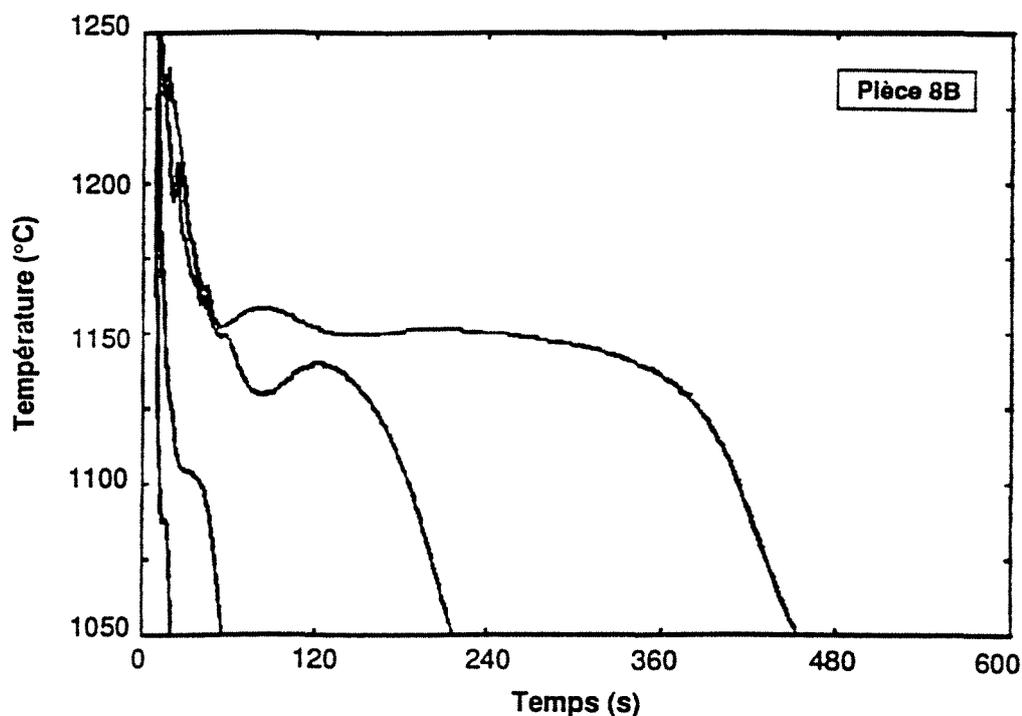


Figure 3.25 Courbes de refroidissement expérimentales caractéristiques des courbes de pièces non inoculées, elles correspondent aux différents cylindres de la pièce 8B .

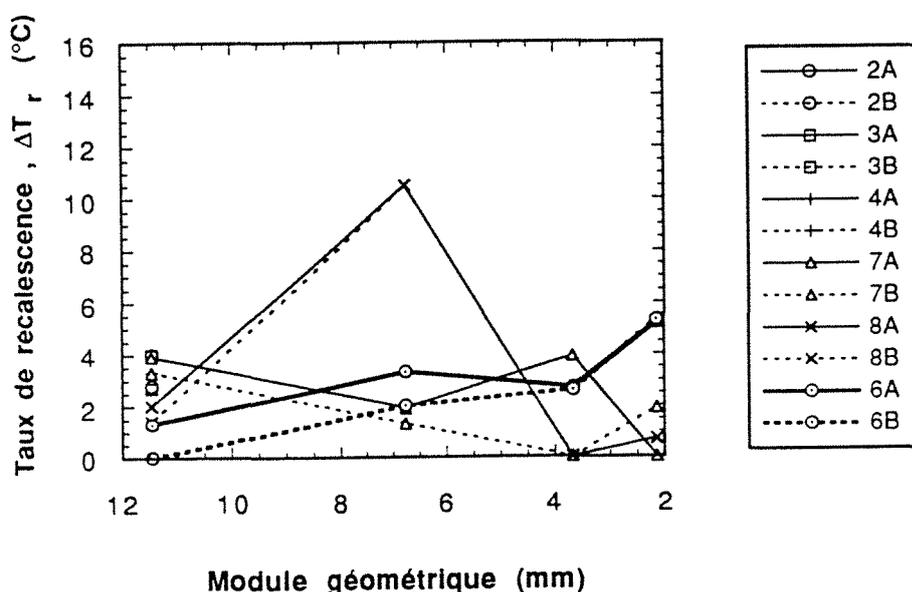


Figure 3.26 Corrélation entre le taux de recalescence et le module géométrique. Résultats expérimentaux des cylindres des pièces coulées en fontes G.S. et celles coulées en fonte G.L., 6A et 6B.

### 3.5.3.2. Taux de recalescence, $\Delta T_r = T_{\max} - T_{\min}$

Dans la figure 3.26 on a reporté en fonction du module géométrique les taux de recalescence déterminés sur les courbes de refroidissement des pièces coulées en fonte G.S. et sur celles des pièces coulées en fonte G.L. Sur cette figure on remarque que dans le cas des fontes G.S., la recalescence ne se présente de manière systématique que dans les cylindres  $\varnothing 62$  ; la valeur de  $\Delta T_r$  pour ces cylindres varie entre 1.4 et 4°C, fourchette de valeurs plus importante que celle observée dans le cas des cylindres  $\varnothing 62$  des fontes G.L. En outre, on note dans la figure 3.26 que la valeur de  $\Delta T_r$  des

pièces coulées en fonte G.L., 6A et 6B, tend à augmenter quand la valeur de Mod diminue. Cette tendance est inverse à celle trouvée dans les cas des pièces coulées en fonte G.S. où, à l'exception des pièces 7A, 7B, 8A et 8B, la recalescence est absente dans les cylindres de diamètre inférieur à 62 mm. Il faut remarquer que dans le cas des cylindres Ø9 des pièces 8A et 8B la présence de la recalescence ne peut pas être attribuée aux phénomènes de solidification de la fonte G.S. puisque ces cylindres présentent un taux très important de cémentite ( $\approx 50\%$ ).

### 3.5.3.3. Effet de la vitesse de refroidissement sur les valeurs de $\Delta T_{EG} = (T_{EG} - T_{min})$ et de $\Delta T_m = (T_{EG} - T_m)$

Les valeurs de  $T_{EG}$  utilisées dans ce travail ont été calculées à l'aide de l'expression :  $T_{EG} = 1154,6 + 6,5\%Si$  proposée par Heine [73]. Cette expression a été choisie en fonction des résultats obtenus en ATD qui sont présentés au §3.5.6. Dans la figure 3.27 on a reporté en fonction de Mod les valeurs de  $(T_{EG} - T_{min})$  qui correspondent aux pièces 7A, 7B, 8A et 8B coulées en fonte G.S. et aux pièces 6A et 6B coulées en fonte G.L. Dans les cas des cylindres des pièces 7A, 7B, 8A et 8B dont les courbes de refroidissement n'ont pas présenté de recalescence, on a considéré comme valeur de  $T_{min}$  celle de la température qui correspond au maximum de vitesse de refroidissement durant la réaction eutectique. Ce maximum correspondait en général à une vitesse de refroidissement nulle.

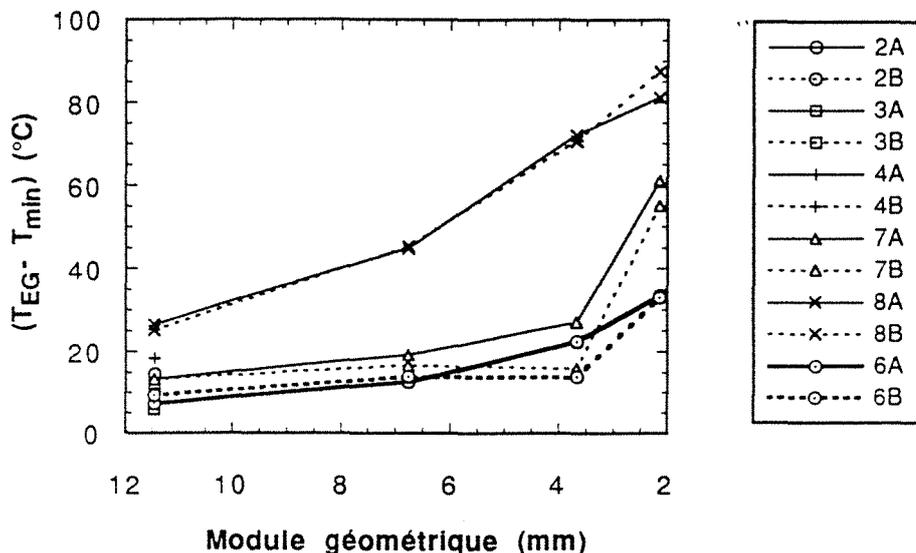


Figure 3.27 Corrélation entre la valeur de  $(T_{EG} - T_{min})$  et le module géométrique. Résultats expérimentaux concernant les pièces coulées en fontes G.S. et celles coulées en fonte G.L., 6A et 6B.

Sur la figure 3.27 on observe que les valeurs de  $(T_{EG} - T_{min})$  augmentent quand la valeur de Mod diminue. On observe également que pour une valeur de Mod donnée, les surfusions  $(T_{EG} - T_{min})$  les plus importantes correspondent aux pièces non inoculées, 8A et 8B. Sur la même figure on note que les surfusions déterminées pour les cylindres Ø62, Ø32 et Ø16, des pièces en 7A et 7B (hormis les cylindres Ø16 des pièces 7B et 6B) sont à peu près de 7 °C plus importantes que les valeurs qui correspondent aux mêmes cylindres des pièces 6A et 6B, etcette différence est accrue

dans le cas des cylindre Ø9, où les valeurs de  $(T_{EG} - T_{min})$  des pièces 7A et 7B sont d'environ 20°C plus importantes que celles de  $(T_{EG} - T_{min})$  des pièces 6A et 6B.

Dans le graphique A de la figure 3.28 on a reporté les valeurs de  $\ln(\Delta T_m)$  en fonction de  $\ln \text{Mod}$ . On observe que les valeurs de  $\Delta T_m$  augmentent quand le module géométrique diminue. L'allure des courbes  $\ln(\Delta T_m) - \ln \text{Mod}$  est un peu erratique, mais on note que les valeurs de  $\Delta T_m$  tendent à être plus importantes pour les pièces 8A et 8B dont la densité volumique des nodules est la plus faible que pour les pièces 2B,3A et 3B qui présentent les valeurs de  $N_v^{**}$  les plus importantes. Cependant on note que les points expérimentaux de la pièce 2A se chevauchent avec ceux des pièces 4A, 4B, 7A et 7B qui ont des densités de nodules plus importantes que la pièce 2A.

Les remarques faites pour les corrélations  $\ln(\Delta T_m) - \ln \text{Mod}$  sont qualitativement valables pour les corrélations  $\ln(\Delta T_m) - \ln V_s^*$  reportées dans le graphique B de la figure 3.28. Pour ce qui est des corrélations  $\ln(\Delta T_m) - \ln V_f^*$  reportées dans le graphique C de la figure 3.28, on observe que pour le cas des cylindres Ø32, Ø16 et Ø9, la valeur de  $(\Delta T_m)$  augmente quand  $V_f^*$  augmente, mais la tendance inverse est notée dans les cas des cylindres Ø62 et Ø32. Cela est dû au fait que les valeurs de  $V_f^*$  tendent à être moins importantes pour les cylindres Ø32 que pour Ø62.

Les pentes D des droites de corrélation des relations  $\ln(\Delta T_m) - \ln \text{Mod}$ ,  $\ln(\Delta T_m) - \ln V_s^*$  et  $\ln(\Delta T_m) - \ln V_f^*$  ont respectivement une valeur moyenne de -1,02, 0,49 et 0,47. Dans le cas de la corrélation  $\ln(\Delta T_m) - \ln \text{Mod}$  les valeurs de D ont varié entre -1,64 et -0,76, dans celui de  $\ln(\Delta T_m) - \ln V_s^*$  les valeurs de D se situent entre 0,76 et 0,39, enfin D est dans une gamme de valeurs de 0,67 à 0,34 pour le cas des corrélations  $\ln(\Delta T_m) - \ln V_f^*$ . En tenant compte des valeurs moyennes des pentes de différents types de corrélation on peut écrire :

$$\Delta T_m \approx G_1 (\text{Mod})^{-1} \quad ; \quad \Delta T_m \approx G_2 (V_s^*)^{1/2} \quad ; \quad \Delta T_m \approx G_3 (V_f^*)^{1/2} \quad 3.7$$

Les valeurs de  $G_1$ ,  $G_2$  et  $G_3$  ont été déterminées avec la procédure employée pour calculer les valeurs de  $E_1$ ,  $E_2$  et  $E_3$ . Pour cela on a considéré les valeurs de  $\Delta T_m$  des cylindres des pièces 4A et 2B qui sont aux limites de la gamme de valeurs de  $\Delta T_m$  pour les pièces inoculées et qui ont été coulées toutes les deux à une température de 1400 °C. Les valeurs de  $G_1$ ,  $G_2$  et  $G_3$  ainsi déterminées sont reportées dans le tableau 3.8.

Tableau 3.8 Valeurs des constantes de proportionnalité  $G_1$ ,  $G_2$  et  $G_3$  qui correspondent aux pièces 2B et 4A.

|   | Pièce<br>2B | Pièce<br>4A |
|---|-------------|-------------|
| $G_1$ (°C mm)                               | 95          | 144         |
| $G_2$ (°C <sup>1/2</sup> s <sup>1/2</sup> ) | 10          | 16          |
| $G_3$ (°C <sup>1/2</sup> s <sup>1/2</sup> ) | 5           | 9           |

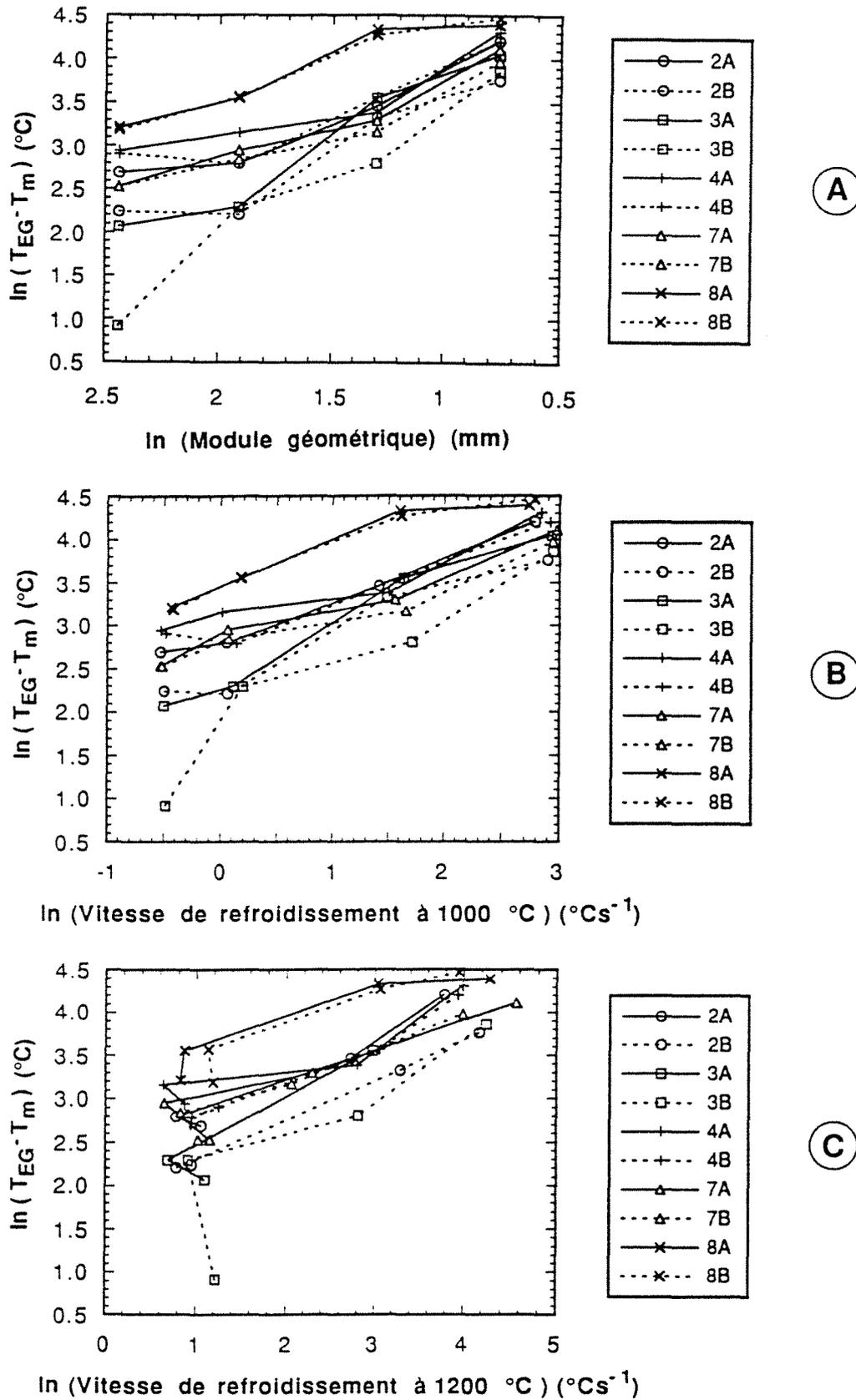


Figure 3.28 Effet du logarithme du module géométrique,  $\ln \text{Mod}$ , du logarithme de la vitesse de refroidissement à  $1000 \text{ } ^\circ\text{C}$ ,  $\ln V_{1000}^*$ , et du logarithme de la vitesse de refroidissement à  $1200 \text{ } ^\circ\text{C}$ ,  $\ln V_{1200}^*$ , sur le logarithme de  $(T_{EG} - T_m)$ .

### 3.5.3.4. Tendence des valeurs de $(T_{EG} - T_s)$

Sur la figure 3.29 on a reporté les valeurs de  $(T_{EG} - T_s)$  en fonction de Mod. Ces données correspondent aux pièces coulées en fonte G.S. Sur cette figure on note que, à l'exception des résultats qui correspondent aux cylindres  $\varnothing 62$ , il y a une nette corrélation entre  $(T_{EG} - T_s)$  et Mod ; la valeur de  $(T_{EG} - T_s)$  augmente quand Mod diminue. Cependant, ces observations ne peuvent pas être associées complètement à des phénomènes de solidification puisque, comme on l'a vu au paragraphe 3.4.1.3., les valeurs de  $T_s$  dépendent également de la position du thermocouple par rapport au centre thermique de la pièce.

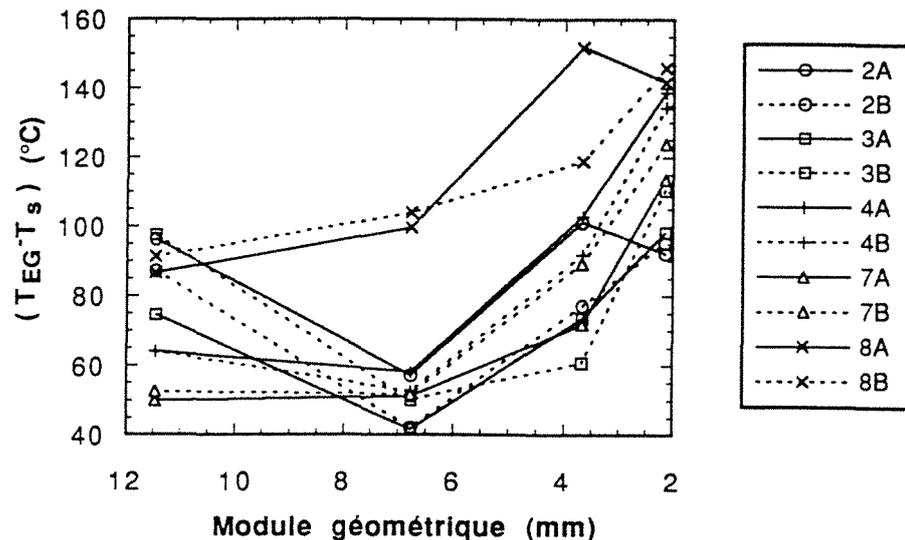


Figure 3.29 Corrélation expérimentale entre  $(T_{EG} - T_s)$  et le module géométrique des cylindres.

## 3.5.4 Relations entre les caractéristiques structurales et les courbes de refroidissement

### 3.5.4.1. Corrélation entre $N_V^{**}$ et $\Delta T_{EG}$ ou $\Delta T_m$ à vitesse de refroidissement variable

Les lois de germination de cellules eutectiques présentées au chapitre II considèrent des corrélations expérimentales entre  $N_V^{**}$  et  $\Delta T_{EG}$ . Dans notre cas, à cause de l'absence de recalescence sur les courbes de refroidissement, on ne peut pas établir ce type de corrélation pour la plus grosse partie des pièces coulées en fonte G.S. Faute de valeurs de température  $T_{min}$  on a considéré la valeur de  $T_m$  comme repère du palier de solidification. Cela doit être considéré comme une approche qui permet de caractériser le degré de surfusion auquel se déroule la solidification des cylindres des pièces coulées.

Sur la figure 3.30 on a reporté les points expérimentaux  $\ln(N_V^{**})$  en fonction de  $\ln(\Delta T_{EG})$  pour les pièces 7A et 7B (lignes en trait continu). Sur cette figure on observe que la valeur de  $N_V^{**}$  augmente quand  $\Delta T_{EG}$  augmente. Les droites de corrélation  $\ln(N_V^{**}) - \ln(\Delta T_{EG})$ , non présentées dans la figure 3.30, ont une pente égale à 1,2 pour le cas de la pièce 7A et de 1 pour celui de la pièce 7B. Sur la même figure on a reporté les valeurs de  $\ln(N_V^{**})$  en fonction de  $\ln(\Delta T_m)$ , où  $\Delta T_m$  est égal à la dif-

différence  $T_{EG} - T_m$  (lignes en pointillés). Cela permet d'établir, pour le cas des pièces 7A et 7B, les différences éventuelles entre les corrélations  $\ln(N_v^{**}) - \ln(\Delta T_{EG})$  et  $\ln(N_v^{**}) - \ln(\Delta T_m)$ . Sur cette figure on observe un bon accord entre les valeurs de  $T_m$  et  $T_{min}$  à l'exception du point qui correspond au cylindre 7B3. L'accord entre  $T_m$  et  $T_{min}$  est dû au fait que les paliers de solidification sont à peu près isothermes pour des temps  $< 50\%$  du temps de solidification. En ce qui concerne les points du cylindre 7B3, on a observé un comportement très particulier de la courbe de refroidissement : une température  $T_{min}$  égale à celle du cylindre 7B2, suivie par une chute de température plus importante que celle observée sur les autres cylindres  $\varnothing 16$ . Ce comportement s'écarte de celui de l'ensemble des courbes mesurées, ce qui suggère un artefact dû au thermocouple.

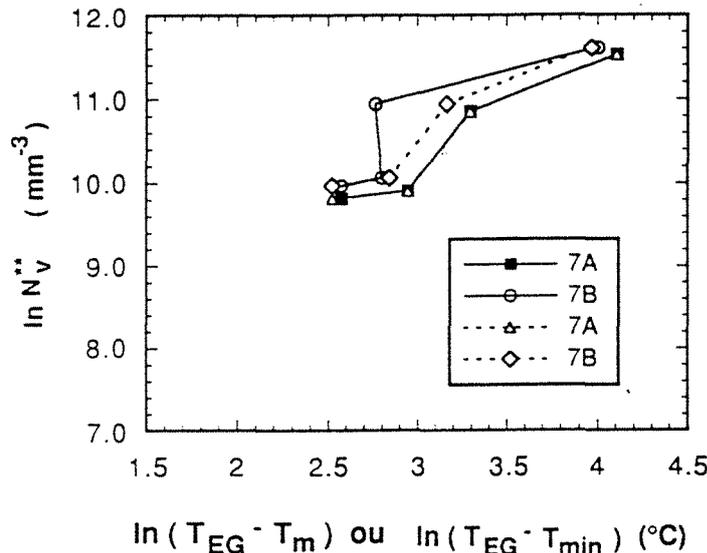


Figure 3.30 Corrélations expérimentales  $\ln(N_v^{**}) - \ln(\Delta T_{EG})$  (trait continu) et  $\ln(N_v^{**}) - \ln(\Delta T_m)$  (pointillés). Ces résultats correspondent aux pièces 7A et 7B.

Sur la figure 3.31 on a reporté les points expérimentaux  $\ln(N_v^{**})$  en fonction de  $\ln(\Delta T_m)$  ou de  $\ln(\Delta T_{EG})$  dans les cas des cylindres ayant présenté une recalescence. Les valeurs des pentes de droites de corrélation, non présentés dans la figure, sont comprises dans l'intervalle de 0,8 à 1,2, à l'exception de celles qui correspondent aux pièces non inoculées 8A et 8B qui sont respectivement 2,4 et 2,5. En considérant  $\Delta T_m \approx \Delta T_{EG}$  et les résultats précédents, on peut écrire pour le cas des pièces inoculées :

$$N_v^{**} = A_1 \Delta T_{EG} \quad 3.8$$

La valeur de  $A_1$  correspondant à chaque pièce a été calculée à l'aide des valeurs de  $N_v^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  des cylindres  $\varnothing 62$  car ceux-ci ont présenté systématiquement une recalescence. Les valeurs de  $A_1$  ainsi déterminées pour l'ensemble des pièces coulées sont reportées dans le tableau 3.9.

Pour les pièces non inoculées, on observe une corrélation  $N_v^{**} - \Delta T_{EG}$  différente de celle des pièces inoculées. Cependant on rappelle que, dans le cas des cylindres  $\varnothing 16$ , la valeur de  $N_v^{**}$  correspond au nombre total de nodules mesurés. Ceux-ci se trouvent pour l'essentiel dans le domaine des petites tailles qui ne sont pas prises en considération dans le cas de fontes inoculées. De ce fait, le

nombre de nodules dans les cylindres Ø16 des pièces 8A et 8B est probablement surestimé par la prise en compte des petits nodules qui ont relativement peu d'importance dans le processus de solidification. La valeur de la pente des droites de corrélation dans le cas des fontes non inoculées est donc entachée d'une incertitude assez importante. A titre indicatif on a considéré que la valeur de  $N_V^{**}$  est proportionnelle au carré de la surfusion, en référence à l'estimation faite par Oldfield.

$$N_V^{**} = A_2 (\Delta T_{EG})^2 \quad 3.9$$

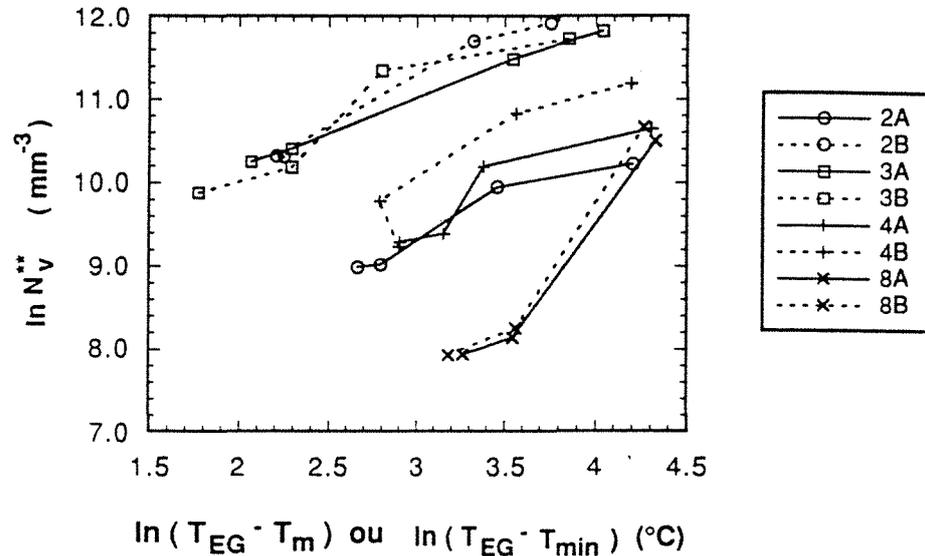


Figure 3.31 Corrélation expérimentale entre  $\ln(N_V^{**})$  et  $\ln(\Delta T_{EG})$  ou  $\ln(\Delta T_m)$  : ensemble des points expérimentaux du nombre de nodules par unité de volume ( $\text{mm}^{-3}$ ) et les valeurs de  $T_{EG} - T_{min}$  dans le cas des cylindres Ø62 et de  $T_{EG} - T_m$  dans le cas des autres cylindres.

Les valeurs de  $A_2$  ont été calculées pour les pièces 8A et 8B à l'aide des données du cylindre Ø62, ces valeurs sont reportées dans le tableau 3.9. A titre indicatif on a calculé comme précédemment les valeurs de  $A_2$  pour les pièces inoculées. Ces valeurs sont également reportées dans le tableau 3.9.

Sur la figure 3.32 on a reporté les valeurs de  $N_V^{**}$  et  $\Delta T_{EG}$  des pièces 7A et 7B, ainsi que les corrélations 3.8 et 3.9 en considérant les valeurs de  $A_1$  et  $A_2$  déterminées avec les points expérimentaux de Ø62 de ces pièces. On constate que la corrélation 3.8 permet de mieux approcher les points expérimentaux.

### 3.5.4.2 Relations entre $\Delta T_{EG}$ , $\Delta T_r$ et $N_V^{**}$ ; effet du taux d'inoculation

L'effet du taux d'inoculation peut être étudié à l'aide des données expérimentales concernant un seul cylindre pour pouvoir faire abstraction, dans la mesure du possible, de l'effet de la vitesse de refroidissement sur les paramètres étudiés. Pour cela on a choisi les résultats expérimentaux concernant les cylindres Ø62 puisque ceux-ci sont les seuls dont les courbes de refroidissement présentent systématiquement de la recalescence.

Tableau 3.9 Valeur des constantes des lois de germination, déterminées à l'aide des valeurs expérimentales de  $N_V^{**}$  et  $\Delta T_{EG}$  des cylindres  $\varnothing 62$ . La constante  $A_1$  correspond à la corrélation 3.8 et la constante  $A_2$  correspond à l'équation 3.9.

| Pièce | $N_V^{**} \cdot 10^{-9}$<br>( $m^{-3}$ ) | $\Delta T_{EG}$<br>( $^{\circ}C$ ) | $A_1 \cdot 10^{-9}$<br>( $m^{-3} \cdot ^{\circ}C^{-1}$ ) | $A_2 \cdot 10^{-9}$<br>( $m^{-3} \cdot ^{\circ}C^{-2}$ ) |
|-------|--|------------------------------------|--|--|
| 2A    | 7959                                     | 14,4                               | 552  | 38,4   |
| 2B    | 29830                                    | 9,5                                | 3130   | 330,5  |
| 3A    | 28131                                    | 11,9                               | 2364   | 198,6  |
| 3B    | 19444                                    | 5,9                                | 3296   | 558,6  |
| 4A    | 10726                                    | 18,3                               | 586  | 32,0   |
| 4B    | 10191                                    | 18,2                               | 560  | 30,8   |
| 7A    | 18231                                    | 13,2                               | 1383   | 104,6  |
| 7B    | 21228                                    | 13,2                               | 1608   | 121,8  |
| 8A    | 2778                                     | 26,3                               | 106  | 4,0  |
| 8B    | 2770                                     | 24,9                               | 111  | 4,5  |

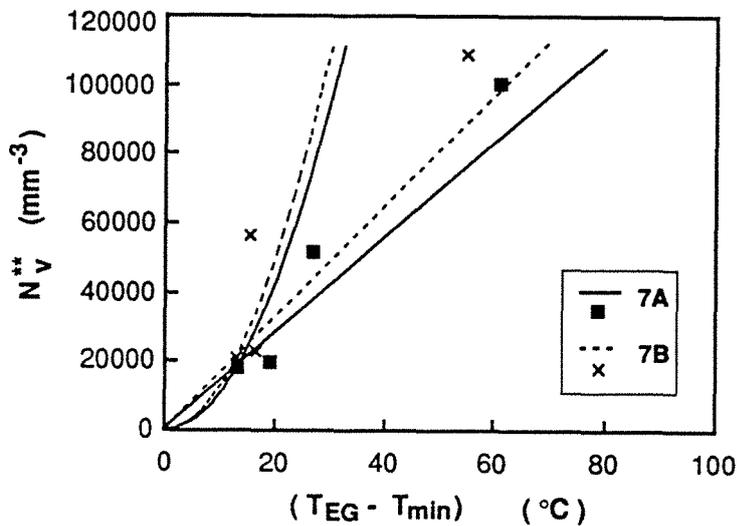


Figure 3.32. Relation entre le nombre de nodules  $N_V^{**}$  et la surfusion  $\Delta T_{EG}$  de tous les cylindres des pièces 7A et 7B. Les courbes représentent les corrélations 3.8 et 3.9 dont les valeurs respectives de  $A_1$  et  $A_2$  ont été déterminées à l'aide des valeurs de  $N_V^{**}$  et  $\Delta T_{EG}$  des cylindres  $\varnothing 62$ .

Dans la figure 3.33 on a reporté les valeurs de  $N_V^{**}$  des cylindres  $\varnothing 62$  en fonction de  $\Delta T_{EG}$ . Sur cette figure on note que la valeur de  $N_V^{**}$  tend à diminuer au fur et à mesure que la valeur de  $\Delta T_{EG}$  augmente. Cette tendance est aussi observée dans le cas des corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_m$  pour les cylindres  $\varnothing 32$ ,  $\varnothing 16$  et  $\varnothing 9$ , comme l'illustre la figure 3.34.

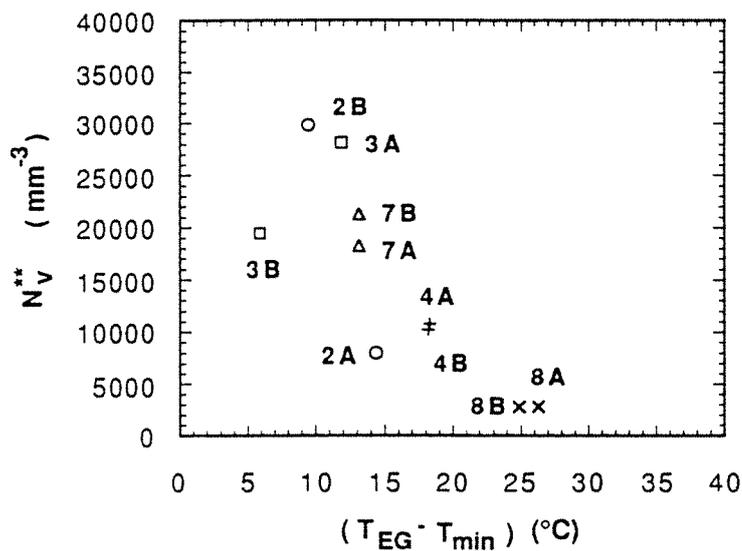


Figure 3.33. Relation entre le nombre de nodules  $N_V^{**}$  des cylindres Ø62 et la surfusion  $\Delta T_{EG}$ .

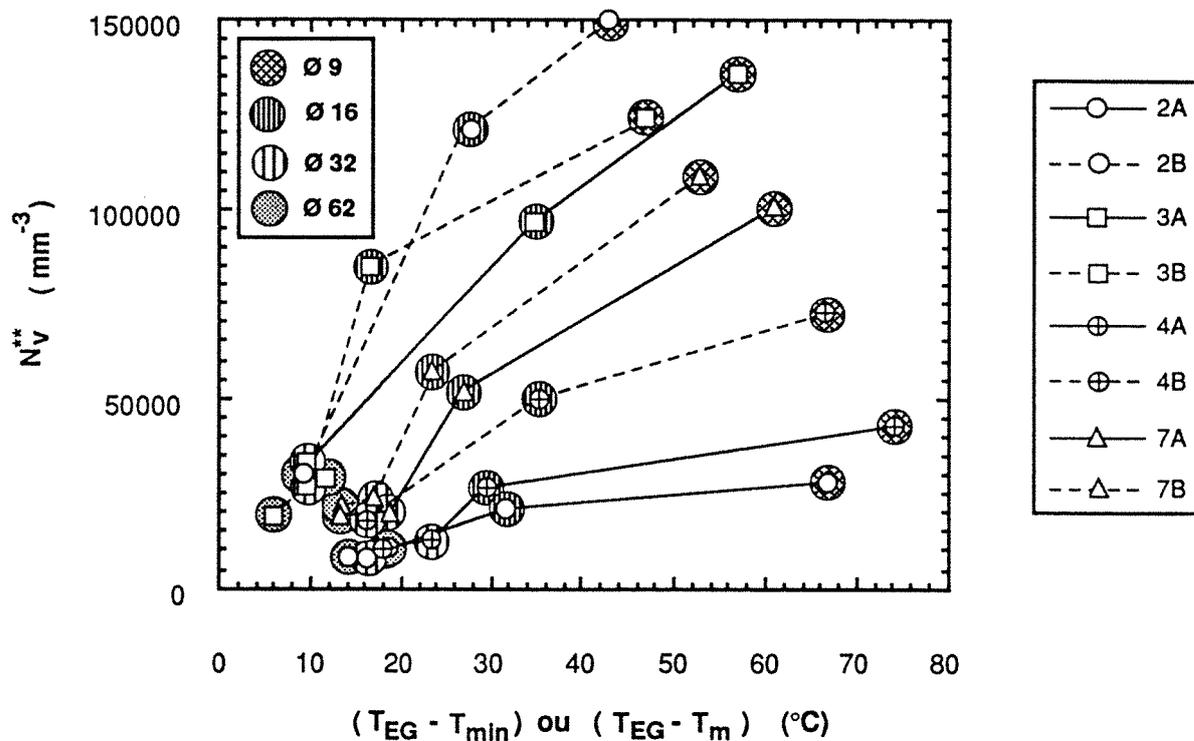


Figure 3.34. Relation entre le nombre de nodules  $N_V^{**}$  et la valeur de  $\Delta T_m$  des cylindres Ø32, Ø16 et Ø9 des pièces inoculées. Dans les cas des cylindres Ø62 on a reporté les valeurs de  $N_V^{**}$  en fonction de  $\Delta T_{EG}$ .

Les valeurs de  $N_V^{**}$  en fonction du taux de recalescence sont reportées sur la figure 3.35. Sur celle-ci on observe que, hormis le point expérimental de la pièce 3A, la valeur de  $N_V^{**}$  tend à augmenter quand  $\Delta T_r$  augmente. En outre on remarque que les pièces non inoculées présentent un taux de recalescence plus faible que celui des pièces inoculées.

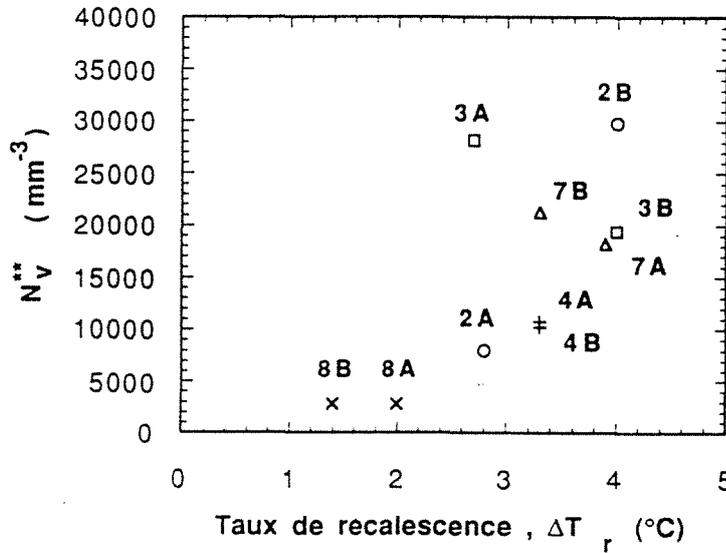


Figure 3.35 Relation entre le taux de recalescence,  $\Delta T_r$  et la densité volumique des nodules,  $N_V^{**}$ . Les données correspondent aux cylindres Ø62.

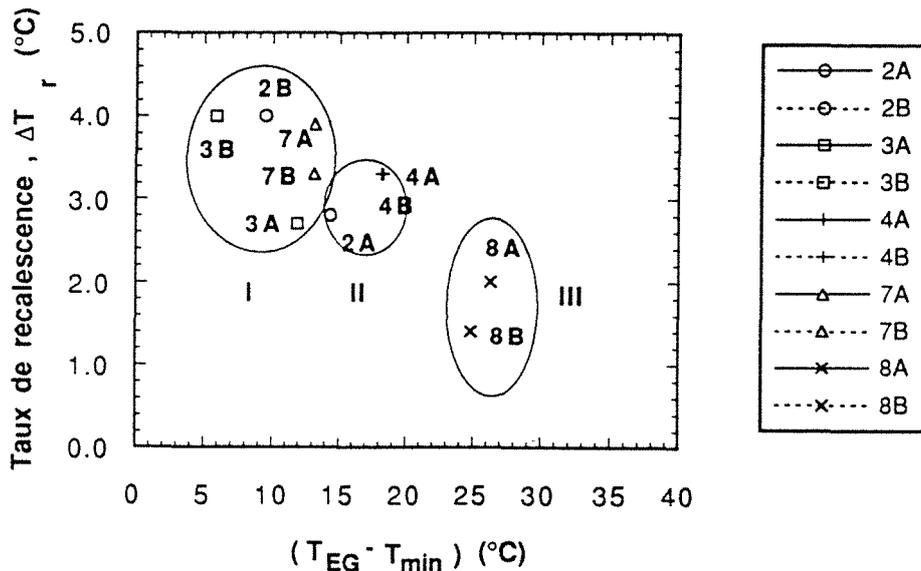


Figure 3.36 Relation entre le taux de recalescence  $\Delta T_r$ , la surfusion  $\Delta T_{EG}$  et la densité volumique des nodules,  $N_V^{**}$  pour une vitesse de refroidissement "constante". Ces résultats concernent les cylindres Ø62.

La figure 3.36 représente la corrélation entre  $\Delta T_r$  et  $\Delta T_{EG}$  analogue à la figure 2.7 de Loper et al. qui représente les valeurs de  $\Delta T_r$  en fonction de  $\Delta T_{rp}$ . Les pièces ont été regroupées en fonction de leur densité volumique de nodules : le groupe I correspond aux pièces où  $N_V^{**} > 20000 \text{ mm}^{-3}$ , le groupe II correspond aux pièces où  $N_V^{**} = 10000 \text{ mm}^{-3} \pm 2000 \text{ mm}^{-3}$ , enfin le groupe III correspond

aux pièces non inoculées où  $N_V^{**} < 3000 \text{ mm}^{-3}$ . La figure 3.36 suggère que le nombre de nodules diminue au fur et à mesure que  $\Delta T_{EG}$  augmente et que  $\Delta T_r$  diminue.

### 3.5.4.3. Relations entre l'allure de la courbe de refroidissement et le taux de cémentite

La figure 3.37 représente les courbes de refroidissement des cylindres  $\varnothing 9$  classées de gauche à droite selon le taux de cémentite mesuré. On a également reporté pour chaque courbe le nombre mesuré de nodules de graphite, et indiqué la température de fin de solidification. Sur cette figure on observe que la valeur de  $T_s$  diminue quand le taux de cémentite augmente. On note également que le palier de solidification se situe à une température d'autant plus basse que la valeur de  $T_s$  est faible. Par ailleurs, on observe que même pour les pièces qui ne présentent pas de la cémentite, tout ou partie de la solidification s'est produit à une température inférieure à celle de l'eutectique métastable.

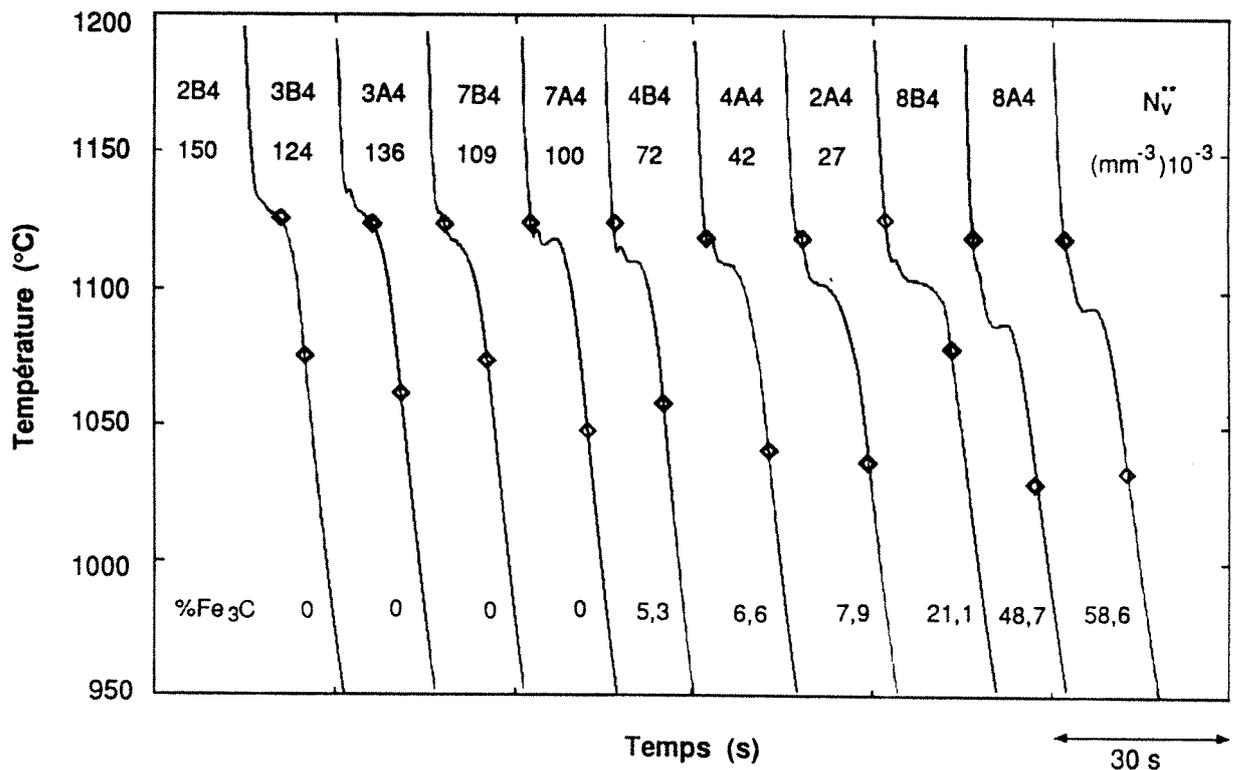


Figure 3.37. Courbes de refroidissement enregistrées sur les cylindres  $\varnothing 9$ . Les courbes sont classées en fonction du taux de cémentite mesuré, croissant de gauche à droite. On a également reporté le nombre de nodules par unité de volume,  $N_V^{**}$  et indiqué les températures d'eutectique métastable et de "fin de solidification".

Dans la figure 3.38 on a reporté les valeurs du taux de cémentite, %Fe<sub>3</sub>C en fonction de la différence entre la température de l'eutectique métastable et la température de "fin de solidification". La température de l'eutectique métastable a été calculée à l'aide de la relation  $T_{EM} = 1147,0 - 9,23 \%Si$  obtenue à l'aide des résultats de Schürmann. Sur la figure 3.38 on note que la valeur de  $(T_{EM} - T_s)$  est supérieure à 40 °C dans les cylindres où est apparue la cémentite, mais on remarque que certains échantillons qui ne présentent pas de cémentite ont aussi des valeurs plus importantes que 40 °C.

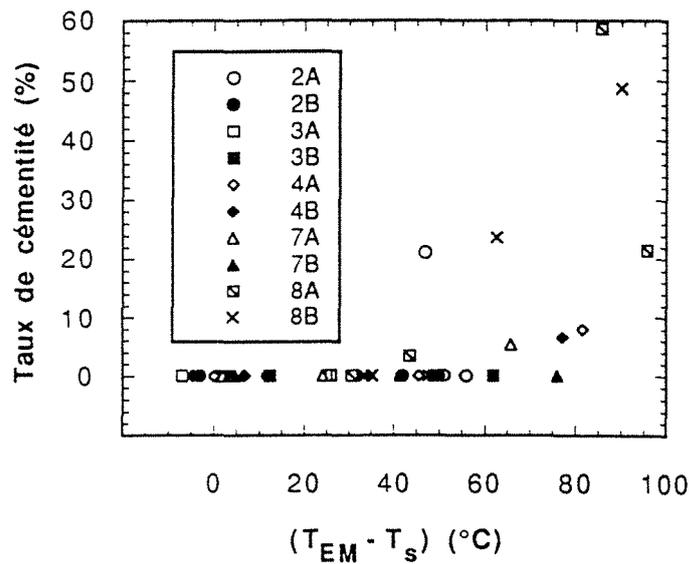


Figure 3.38 Relation entre le taux de cémentite et la différence entre la température de l'eutectique métastable  $T_{EM}$ , et la température de "fin de solidification"  $T_s$ .

La figure 3.39 représente les valeurs du taux de cémentite en fonction de la différence entre  $T_{EM}$  et  $T_m$ . On observe que la cémentite est apparue dans tous les cylindres où  $(T_{EM} - T_m)$  est supérieur à 10 °C, à l'exception du cylindre  $\varnothing 32$  de la pièce 8A où la valeur de  $T_m$  est plus importante que  $T_{EM}$ .

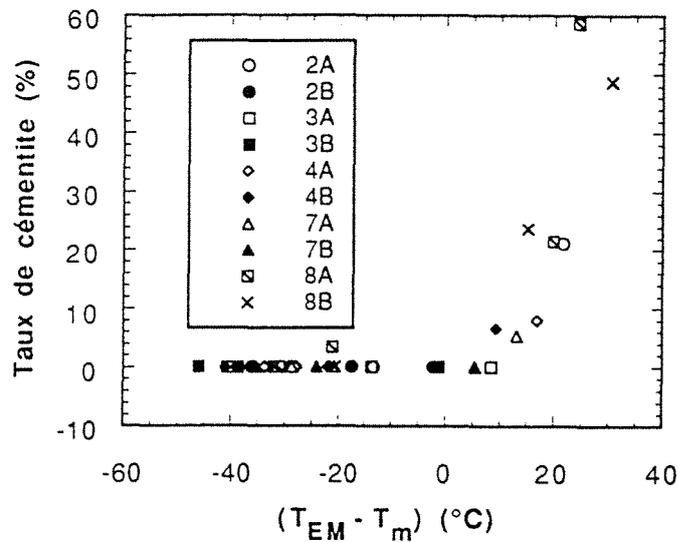


Figure 3.39 Corrélation entre le taux de cémentite et la différence entre la température de l'eutectique métastable  $T_{EM}$ , et la température  $T_m$  à 50 % du temps de solidification.

### 3.5.5. Corrélation entre les densités surfaciques et les densités volumiques des nodules

Une relation permettant d'accéder à la valeur de  $N_V$  à partir de la valeur de  $N_A$  serait une voie rapide qui permettrait d'économiser le travail de mesure des aires individuelles des nodules. On a donc cherché à déterminer si les corrélations  $N_V$ - $N_A$  proposées dans la bibliographie décrivent bien nos résultats expérimentaux. Pour ce faire, on a confronté quelques-unes de ces corrélations avec, d'une part, les valeurs "brutes" de  $N_V$  et  $N_A$  mesurées et, d'autre part, les valeurs de  $N_V^*$  et  $N_A^*$ . On a également déterminé les coefficients multiplicateurs d'une expression type "Owadano" de sorte à mieux approcher nos résultats expérimentaux. Enfin on a testé ces corrélations dans le cas où les mesures sur l'analyseur d'images auraient été effectuées sans déterminer les aires individuelles des nodules.

#### 3.5.5.1. Corrélation $N_V$ - $N_A$

Dans le tableau 3.10 on a reporté les corrélations entre  $N_V$  et  $N_A$  trouvées dans la bibliographie et qui ont été confrontées à nos résultats expérimentaux. Pour le cas de la relation proposée par Owadano :

$$N_V = \sqrt{\frac{\pi}{6 \cdot g^g}} \cdot (\alpha N_A)^{3/2} \quad 3.10$$

on a considéré les valeurs limites de  $\alpha$  estimées par Owadano pour le cas de la fonte G.S ; 1 et 1,4 ainsi que la valeur moyenne  $\alpha = 1,2$ . Dans tous les cas la valeur de  $g^g$  a été prise égale à 0,1.

Tableau 3.10 Relations entre  $N_V$  ( $\text{mm}^{-3}$ ) et  $N_A$  ( $\text{mm}^{-2}$ ) trouvées dans la bibliographie ainsi que celles déterminées à l'aide des nos résultats expérimentaux.

|                    | $N_V = X N_A^Y$            |      | relation |
|--------------------|----------------------------|------|----------|
|                    | X                          | Y    |          |
| Saltykov           | 2,38                       | 1,6  | A        |
| Noguchi et al.[34] | 10,6                       | 1,35 | B        |
| Owadano [35]       | 2,3                        | 1,5  | C        |
|                    | 3,0                        | 1,5  | D        |
|                    | 3,8                        | 1,5  | E        |
| *ce travail        | 3,9                        | 1,5  | F        |
|                    | $N_V^{**} = X(N_A^{**})^Y$ |      |          |
| *ce travail        | 3,46                       | 1,5  | G        |

Les points tracés sur la figure 3.40 correspondent aux valeurs de  $N_A$  et  $N_V$  déterminées sur nos échantillons sans éliminer la population des petites particules. Les limites de l'aire ombrée dans la figure 3.40 correspondent aux relations C et E d'Owadano présentées dans le tableau 3.10. Ces relations correspondent aux valeurs limites de  $\alpha$  : 1 et 1,4. Les lignes de cette figure ont été tirées des relations A, B et D du tableau 3.10, et de la relation F établie à l'aide de nos résultats expérimentaux par une corrélation linéaire entre les valeurs de  $N_V$  et celles de  $(N_A^3/g^g)^{0,5}$  des cylindres Ø62 et Ø32.

Les valeurs qui correspondent aux cylindres Ø16 et Ø9 n'ont pas été employées afin d'obtenir une meilleure précision pour les faibles valeurs de  $N_A$ . Sur la figure 3.40 on constate qu'une partie de nos

résultats expérimentaux se situent au dessus de la fourchette de valeurs prévue à l'aide des relations C et E. Comme on le verra ci-après la prise en compte de la première population de nodules dans les valeurs de  $N_V$  et de  $N_A$  est à l'origine de cette désaccord. Sur la figure 3.40 on observe également que les relations A, B et F sont en bon accord avec les résultats expérimentaux pour des valeurs de  $N_A$  inférieures à 300  $\text{mm}^2$ . Pour des valeurs de  $N_A$  plus importantes, la relation proposée par Saltykov s'écarte fortement des points expérimentaux et prévoit des valeurs de  $N_V$  plus importantes que la limite supérieure estimée par Owadano. On note que la relation d'Owadano pour une valeur de  $\alpha$  égale à 1,2 prévoit, pour une même valeur de  $N_A$ , des valeurs de  $N_V$  plus petites que les autres relations. Enfin on remarque que la relation F, déterminée à l'aide des nos résultats expérimentaux, est en bon accord avec la relation E, limite supérieure pour les corrélations  $N_V$ - $N_A$  estimée par Owadano.

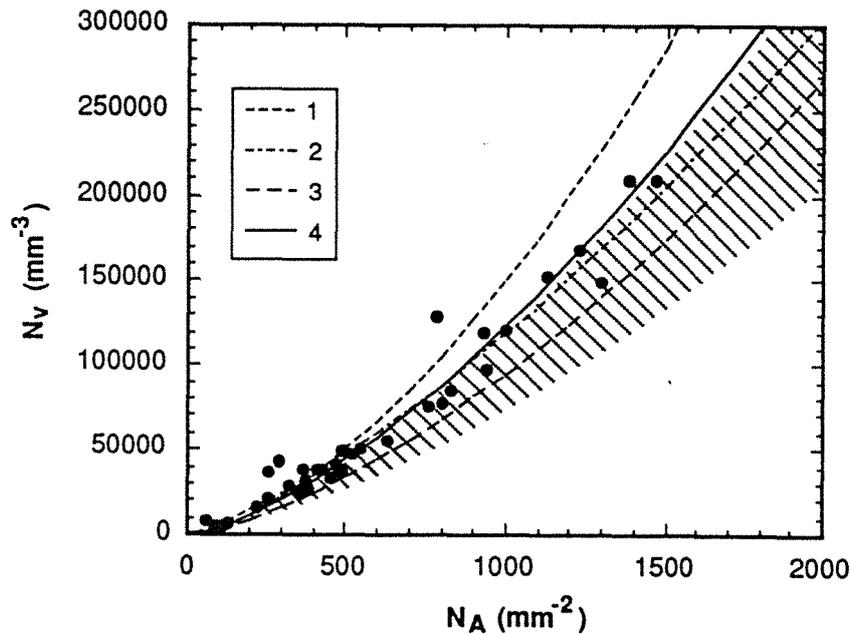


Figure 3.40. Corrélation entre la valeur de  $N_A$  mesurée et la valeur de  $N_V$  calculée au moyen de la méthode de Saltykov. L'aire ombrée correspond aux relations  $N_V$ - $N_A$  d'Owadano pour les valeurs limites de  $\alpha$  : 1 et 1,4, et une valeur de  $g^g$  égale à 0,1 ( voir éq. 3.10). Les lignes correspondent aux relations ci-dessous :

$$^1 N_V = 2,38 \cdot N_A^{1,6} \text{ Saltykov ; } ^2 N_V = 10,6 \cdot N_A^{1,35} \text{ Noguchi}$$

$$^3 N_V = 3,0 N_A^{1,5} \text{ Owadano ; } ^4 N_V = 3,9 \cdot N_A^{1,5} \text{ ce travail.}$$

### 3.5.5.2. Corrélation $N_V^{**}$ - $N_A^{**}$

Les petits cercles de la figure 3.41 correspondent aux valeurs de  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$  obtenues après élimination de la population de petites particules. Sur cette figure on a représenté toutes les relations considérées dans la figure 3.40 à l'exception de l'équation F qui a été remplacée par la relation G. Celle-ci a été déterminée comme la relation F mais en considérant les valeurs de  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$ . Sur la figure 3.41 on constate que presque toutes les valeurs de  $N_V^{**}$  sont dans la fourchette des valeurs calculées à l'aide des relations C et E. Les points "b" qui s'écartent de la tendance des autres points correspondent aux cylindres  $\varnothing 16$  des pièces 8A et 8B dont le taux de cémentite est élevé. Pour ces échantillons la fraction de graphite est égale à 0,05, la moitié de celle que l'on trouve dans les autres

échantillons sans cémentite. La relation proposée par Owadano pour une valeur de  $g^g$  égale à 0,05 et la valeur maximale de  $\alpha$ , 1,4, ne rend pas compte de l'écart des points "b", comme l'illustre la figure 3.41. On peut penser que l'utilisation des coefficients multiplicateurs des relations présentées ci-dessus est peu fiable pour des fontes où la fraction de graphite s'écarte beaucoup de 0,1. Cependant cela peut être associé à la présence de cémentite sur ces échantillons. Il serait intéressant de vérifier les corrélations type Owadano pour le cas des fontes avec différentes fractions de graphite sans cémentite.

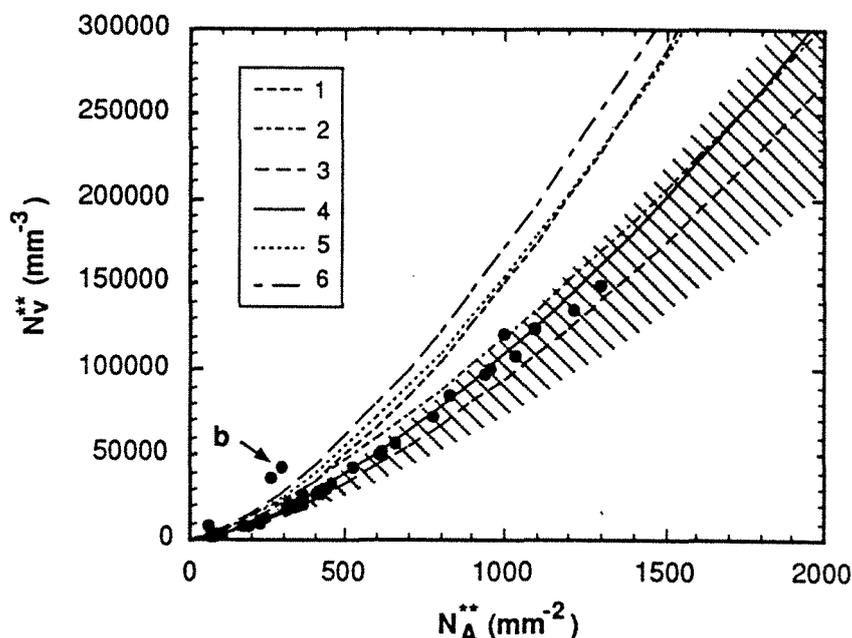


Figure 3.41 Corrélation entre les valeurs  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$  qui sont obtenues à partir des valeurs de  $N_V$  et  $N_A$  sans prendre en compte la population de particules de petite taille. L'aire ombrée correspond aux relations  $N_V$ - $N_A$  d'Owadano pour les valeurs limites de  $\alpha$  : 1 et 1,4, et une valeur de  $g^g$  égale à 0,1 (voir éq. 3.10). Les lignes correspondent aux relations ci-dessous :

- 1  $N_V^{**} = 2,38 \cdot N_A^{**1,6}$  Saltykov ; 2  $N_V^{**} = 10,6 \cdot N_A^{**1,35}$  Noguchi
- 3  $N_V^{**} = 3,0 \cdot N_A^{**1,5}$  Owadano ; 4  $N_V^{**} = 3,46 \cdot N_A^{**1,5}$  ce travail
- 5  $N_V^{**} = 4,89 \cdot N_A^{**1,5}$  pour le cas où  $g^g \approx 0,05$  et  $\alpha = 1,32$ .
- 6  $N_V^{**} = 5,36 \cdot N_A^{**1,5}$  pour le cas où  $g^g \approx 0,05$  et  $\alpha = 1,4$ .

En comparant les figures 3.40 et 3.41 on observe qu'il existe une meilleure corrélation entre les valeurs de  $N_A^{**}$  et  $N_V^{**}$  qu'entre celles de  $N_A$  et  $N_V$ . La corrélation  $N_A^{**}$ - $N_V^{**}$  est bien décrite par l'équation G qui est située entre les relations B et D. On peut imaginer que la relation B proposée par Noguchi et al. inclut l'effet des petites particules et donc surestime la valeur de  $N_V$ . Ces auteurs ne donnent pas de renseignements sur la taille des particules les plus petites prises en compte dans les calculs, mais on trouve dans leur publication des histogrammes bimodaux avec des nodules partant d'une taille de  $\approx 1,5 \mu\text{m}$ . Les valeurs de  $N_V^{**}$  calculées avec la relation G sont 1.15 fois plus importantes que celles obtenues avec l'équation D d'Owadano. Cette différence est plus petite que celle due à l'incertitude sur  $\alpha$  : si l'on considère la valeur moyenne de  $\alpha$  (1,2) pour le calcul de  $N_V^{**}$  on aura, d'après les limites de  $\alpha$  estimées par Owadano, une incertitude de  $\pm 25\%$  dans la valeur  $N_V^{**}$ . L'ordre de cette incertitude semble raisonnable pour le cas des faibles valeurs de  $N_A^{**}$ , mais il paraît peu optimiste pour le cas des valeurs de  $N_A^{**}$  importantes où nos données expérimentales se situent dans une plage de valeurs plus

étroite que celle estimée par Owadano. Il serait intéressant de vérifier expérimentalement l'ordre de grandeur de cette incertitude en considérant des fontes de provenances différentes.

### 3.5.5.3. Détermination des conditions de mesures sur l'analyseur d'images pour le calcul de $N_V$ à partir des valeurs de $N_A$

Pour obtenir les valeurs de  $N_A^*$  on a opéré un classement des particules selon leur taille qui permet de déceler la population des petites particules. Or, l'intérêt des relations  $N_V-N_A$  présentées ci-dessus est d'éviter le travail de mesure de taille de particules. Afin de déterminer l'erreur introduite lorsque l'on considère pour le calcul de  $N_V$  la valeur de  $N_A$  au lieu de celle de  $N_A^*$ , on a comparé les valeurs de  $N_V^*$  avec les valeurs  $N_V$  obtenues à l'aide de la relation G et les valeurs de  $N_A$ . La figure 3.42 représente les valeurs de  $N_V$  ainsi obtenues en fonction de  $N_V^*$ . On constate que les valeurs de  $N_V$  sont dans la plupart des cas plus importantes que les valeurs de  $N_V^*$ ; en moyenne  $N_V \approx 1,17 N_V^*$ . Cette corrélation  $N_V-N_V^*$  n'est pas générale puisqu'elle peut différer selon la valeur du pas image "a" choisi pour les mesures de la valeur de  $N_A$ : pour un échantillon celle-ci augmente au fur et à mesure que "a" diminue (voir § 3.2.3.5.). On rappelle que dans cette étude le pas image (ou grossissement) a été choisi en fonction de la finesse de la structure de l'échantillon.

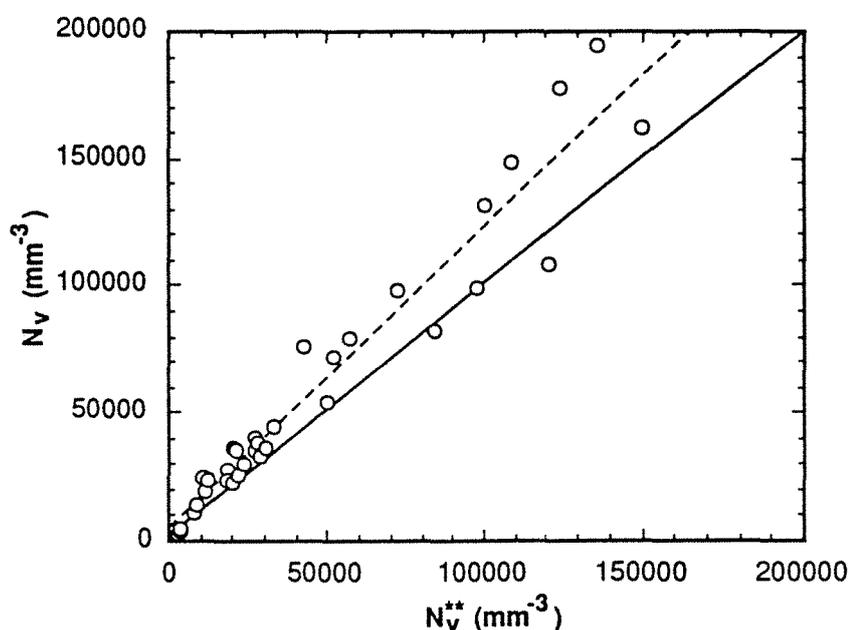


Figure 3.42 Corrélation entre les valeurs de  $N_V^*$  et celles de  $N_V$  calculées à l'aide de la relation G. et les valeurs de  $N_A$  mesurées sur les échantillons (sans élimination de la population de petits nodules). Les valeurs de  $N_V$  sont en général plus importantes que celles de  $N_V^*$ , comme le montre la différence entre la ligne en pointillés obtenue par corrélation linéaire et la ligne qui correspond à la corrélation  $N_V^*-N_V$  "parfaite".

A l'aide des histogrammes en  $N_A$  obtenus, on peut calculer pour tous les échantillons les valeurs de la densité surfacique de nodules,  $N_A^*$ , qui correspondraient à des mesures réalisées avec une même valeur de pas image. Pour ce faire, on considère dans la valeur de densité surfacique seulement les cercles induits de diamètre  $\geq 6,3 \mu\text{m}$ . Cela correspond au cas des mesures réalisées avec un pas image égal à  $2,3 \mu\text{m}$  (grossissement 310x) et une opération d'ouverture. On a calculé les valeurs de  $N_V$  avec les valeurs de  $N_A^*$  et la relation G. Les valeurs de  $N_V$  ainsi calculées sont reportées en fonction de  $N_V^*$  dans la figure 3.43. Sur cette figure on constate qu'il y a une bonne corrélation

entre  $N_V$ - $N_V^{**}$  pour des valeurs de  $N_V^{**}$  inférieures à  $60000 \text{ mm}^{-3}$  ( $N_A^* = 650 \text{ mm}^{-2}$ ) alors que la valeur de  $N_V$  est inférieure à celle de  $N_V^{**}$  lorsque  $N_V^{**} > 60000 \text{ mm}^{-3}$ . Cela est dû au fait que la proportion de particules avec un diamètre  $\leq 6,3 \mu\text{m}$  prise en compte dans la valeur de  $N_V^{**}$  est plus importante pour le cas où  $N_V^{**} \geq 60000 \text{ mm}^{-3}$  que pour celui où  $N_V^{**} \leq 60000 \text{ mm}^{-3}$ . On peut penser que ce biais peut être diminué si la valeur de  $N_A^*$  est mesurée avec des "grossissements" plus importants dans le cas de structures "fines" que dans celui de structures "grossières". Pour vérifier cela on a calculé, pour les échantillons où  $N_A^* > 650 \text{ mm}^{-2}$ , les valeurs de densité surfacique de nodules qui correspondent à des mesures réalisées avec un pas image égale à  $1,46 \mu\text{m}$  (grossissement égal à 508x) et une opération d'ouverture. Les valeurs de densité surfacique de nodules ainsi obtenues ont été utilisées pour le calcul des valeurs de  $N_V$  qui sont reportées dans la figure 3.43 en fonction de  $N_V^{**}$  (petits carrés). Sur cette figure on note que pour les valeurs de  $N_A^*$  supérieures à  $650 \text{ mm}^{-2}$ , il y a une meilleure corrélation entre  $N_V^{**}$  et les valeurs de  $N_V$  qui correspondent à des mesures réalisées avec un pas image égal à  $1,46 \mu\text{m}$  que pour celles où le pas image est égal à  $2,3 \mu\text{m}$ .

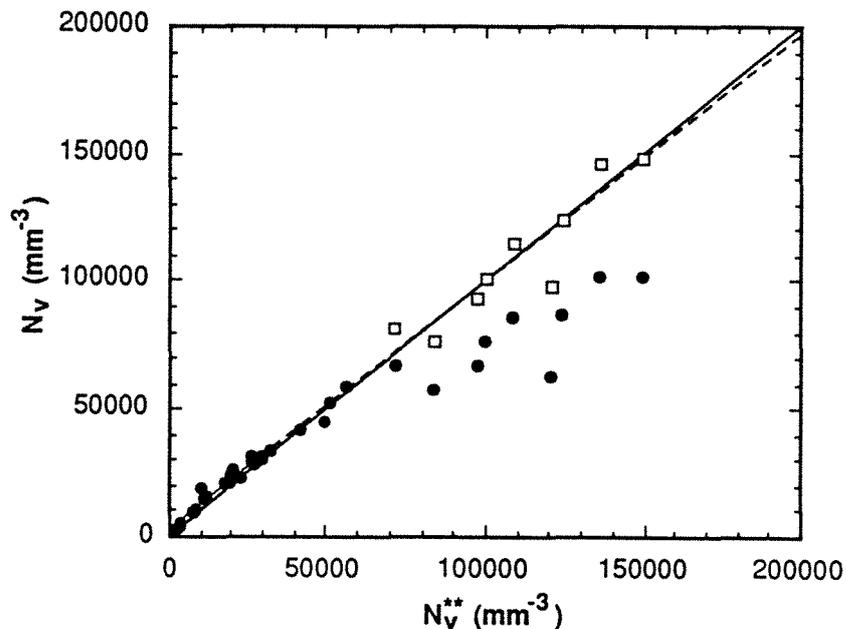


Figure 3.43 Corrélation entre les valeurs de  $N_V^{**}$  et celles de  $N_V$  calculées à l'aide de la relation G. avec les valeurs de  $N_A^*$ . Les petits points noirs correspondent aux valeurs de  $N_A^*$  obtenues "par mesure" du nombre de nodules avec un pas image de  $2,3 \mu\text{m}$ . Les petits carrés correspondent au cas où la mesure de densité surfacique de nodules est réalisée avec un pas image de  $1,46 \mu\text{m}$ . Une bonne corrélation  $N_V^{**}$ - $N_V$  est observée dans toute la gamme de valeurs de  $N_V^{**}$  lorsque l'on considère des valeurs de  $N_A^*$  obtenues avec les deux pas image "a";  $a = 2,3 \mu\text{m}$  pour les cas où  $N_A^* < 650 \text{ mm}^{-2}$  et  $a = 1,46 \mu\text{m}$  pour le cas où  $N_A^* > 650 \text{ mm}^{-2}$ . La ligne en pointillés correspond à cette corrélation  $N_V^{**}$ - $N_V$ , elle est très proche de la ligne qui correspond à la corrélation  $N_V^{**}$ - $N_V$  obtenue lorsque l'on considère pour le calcul de  $N_V^{**}$  les valeurs de  $N_A^*$  mesurées à deux grossissements différents.

On constate que l'utilisation des relations  $N_A$ - $N_V$  pour le calcul de  $N_V$  semble une approche "raisonnable" dans toute la gamme de valeurs de  $N_A^*$  lorsque l'on réalise des mesures à deux grossissements différents ; un pas image de  $2,3 \mu\text{m}$  est convenable pour le cas où  $N_A^*$  est inférieur à  $650 \text{ mm}^{-2}$  alors que pour structures plus fines il est préférable d'utiliser un pas image de  $1,46 \mu\text{m}$ . Toutefois dans la valeur calculée de  $N_V$  il reste l'incertitude de  $\pm 25 \%$  due au choix de la valeur de  $\alpha$ .

Cette incertitude est peut-être surestimée dans le cas des structures fines compte tenu de la "bonne" corrélation  $N_A^d - N_A^f$  observée dans nos résultats expérimentaux. Cela reste à vérifier avec des mesures sur des échantillons de différentes provenances. Les résultats présentés concernent des échantillons avec une fraction de graphite de  $\approx 0,1$  ; les conditions de mesure de  $N_A$  dans les cas où la valeur de  $g^g$  diffère beaucoup de 0,1 restent à définir.

### 3.5.6. Valeur de la température eutectique des fontes coulées

Les valeurs de  $T_{EG}^d$  et de  $T_{EG}^f$  obtenues pour les différentes vitesses de refroidissement sont reportées sur la figure 3.44. On observe que la valeur de  $T_{EG}^d$  reste à peu près constante pour les différentes expériences, alors que la valeur de  $T_{EG}^f$  est d'autant plus importante que la valeur de la vitesse d'échauffement est importante. Afin de déterminer les valeurs de  $T_{EG}^d$  et  $T_{EG}^f$  qui correspondraient à une vitesse de refroidissement nulle on a effectué une corrélation linéaire avec les données expérimentales. Les valeurs de  $T_{EG}^d$  et  $T_{EG}^f$  ainsi déterminées sont respectivement 1160,2 °C et 1171,5 °C. La différence entre les valeurs de  $T_{EG}^d$  et  $T_{EG}^f$  est due à la nature non binaire des alliages étudiés. En effet, pour le cas d'un alliage binaire on peut espérer que les valeurs de  $T_{EG}^d$  et  $T_{EG}^f$  à vitesse d'échauffement nulle soient égales, alors que dans le cas des alliages polyconstitués la réaction eutectique se produit dans un intervalle de température, en l'occurrence ( $T_{EG}^d - T_{EG}^f$ ).

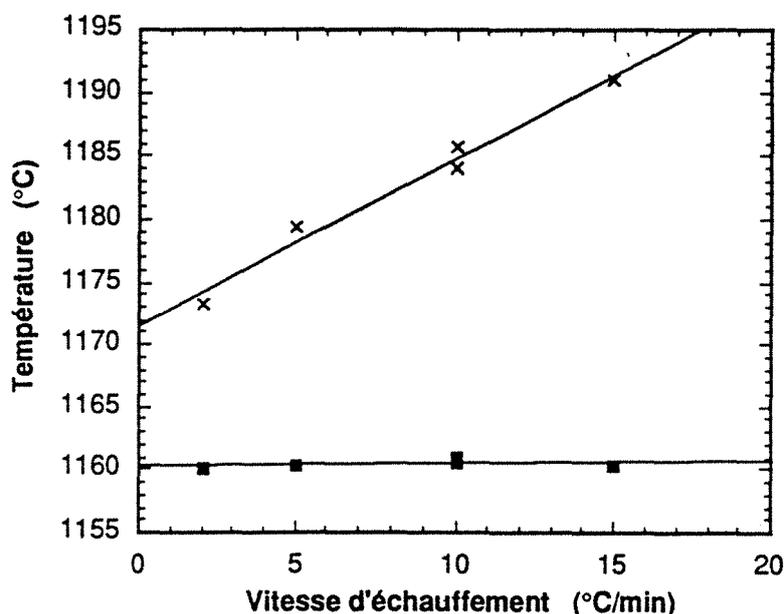


Figure 3.44 influence de la vitesse d'échauffement sur la valeur des températures de début et de fin de fusion, respectivement  $T_{EG}^d$  et  $T_{EG}^f$ . La valeur de  $T_{EG}^d$  reste à peu près constante alors que la valeur de  $T_{EG}^f$  augmente lorsque que la vitesse d'échauffement augmente.

Sur la figure 3.45 on a représenté quelques-unes des relations, trouvées dans la bibliographie, entre la valeur de  $T_{EG}$  et la teneur en silicium. Ces expressions ont été déterminées à l'aide des données de "laboratoire" pour des alliages ternaires Fe-C-Si. Sur le même graphique on a reporté les valeurs de  $T_{EG}^d$  et  $T_{EG}^f$  à vitesse d'échauffement nulle. La valeur de  $T_{EG}^f$  doit être comparée aux valeurs de la "température eutectique",  $T_{EG}$ , des alliages ternaires. En effet cette dernière est détermi-

née par l'intersection des nappes de liquidus du graphite et de l'austénite de telle sorte que elle correspond à la fin de la fusion ou le début de solidification de la fonte.

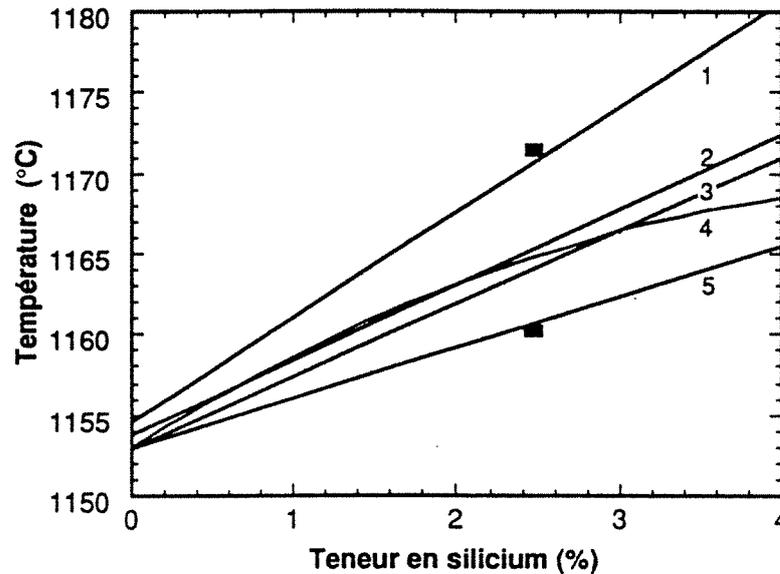


Figure 3.45 Influence de la teneur en silicium sur la valeur de la température eutectique des alliages du système ternaire Fe-C-Si. On présente également les points expérimentaux de début et de fin de fusion obtenus par ATD pour la fontes étudiée. Les courbes correspondent aux relations ci-dessous :

- 1  $T_{EG} = 1154,6 + 6,5\%Si$  (d'après Heine [73])
- 2  $T_{EG} = 1153,8 + 4,67\%Si$  Lacaze [62]
- 3  $T_{EG} = 1153,0 + 4,5\%Si$  (d'après Schürmann, cité par Zou [58])
- 4  $T_{EG} = 1153,0 + 6,19\%Si - 0,58\%Si^2$  (relation obtenue avec les résultats de Schürmann [74] )
- 5  $T_{EG} = 1153,0 + 3,1\%Si$  (équation tirée avec les résultats de Fredriksson et al [75])

Sur la figure 3.45 on observe que la valeur de  $T_{EG}^f$  est proche de la relation proposée par Heine [73]. Par suite on a choisi celle-ci pour le calcul de la valeur de  $T_{EG}$  des fontes coulées en fonction de la teneur en silicium. Ce choix doit être considéré comme ayant un caractère "pratique". En effet, les relations  $T_{EG}\text{-}\%Si$  proposées par Schürmann et par Lacaze, qui sont les plus récentes, s'accordent assez bien de sorte que l'on peut imaginer qu'elles sont celles qui décrivent le mieux l'eutectique ternaire Fe-C-Si. L'écart observé entre la valeur de  $T_{EG}^f$  et les relations obtenues par Schürmann et par Lacaze peut être attribué au caractère industriel des fontes coulées (alliages polyconstitués), ce qui reste à vérifier par une étude systématique de l'influence sur la valeur de  $T_{EG}$  des éléments tels que le Ni.

### 3.5.7. Résumé et discussion des résultats

A l'aide des nos résultats expérimentaux on a cherché les possibles corrélations entre les différentes grandeurs qui caractérisent la vitesse de refroidissement, la structure des fontes et l'allure des courbes de refroidissement. Dans les tableaux 3.11 et 3.12 on a respectivement reporté les valeurs

des exposants D et l'ordre de grandeur des coefficients multiplicateurs des corrélations du type  $Y \propto X^D$  déterminées dans cette étude.

Tableau 3.11 Tendances qualitatives et valeurs des exposants D qui correspondent aux différentes corrélations expérimentales  $Y \propto X^D$  observées dans cette étude pour le cas des pièces inoculées. A indique que Y augmente quand X augmente et B indique que Y diminue quand X augmente. \*\*B observation qui correspond aux données de Ø9, \*B et \*A corrélations qui correspondent aux résultats de Ø62.

| $\begin{matrix} X \rightarrow \\ Y \downarrow \end{matrix}$ | $N_A^{**}$ | $N_V^{**}$ | $\Delta T_{EG}$ | $V_s^*$ | $V_i^*$ | Mod  | $\Delta t_s$ | $\Delta t_{ds}^*$ | $g_{cém}$ | $\Delta T_{EM}$ | $\Delta T_r$ | $\Delta T_{sol}$ |
|---|------------|------------|-----------------|---------|---------|------|--------------|-------------------|-----------|-----------------|--------------|------------------|
| $N_A^{**}$  | ◆          | *2/3       | *2/3            | 1/3     | 1/3     | -2/3 |              |                   |           |                 |              |                  |
| $N_V^{**}$  | 3/2        | ◆          | 1;(*B)          | 1/2     | 1/2     | -1   |              |                   |           |                 | *A           |                  |
| $\Delta T_{EG}$   |            |            | ◆               | 1/2     | 1/2     | -1   |              |                   |           |                 | B            |                  |
| $V_s^*$   |            |            |                 | ◆       | *1      | -2   | -1           |                   |           |                 |              |                  |
| $V_i^*$   |            |            |                 |         | ◆       | -2   |              |                   |           |                 |              |                  |
| Mod   |            |            |                 |         |         | ◆    |              |                   |           |                 |              |                  |
| $\Delta t_s$  |            |            |                 |         |         |      | ◆            | 1                 |           |                 |              |                  |
| $\Delta t_{ds}^*$   |            |            |                 |         |         |      |              | ◆                 |           |                 |              |                  |
| $g_{cém}$   |            | **B        |                 |         |         | B    |              |                   | ◆         | A               |              | non              |
| $\Delta T_{EM}$   |            |            |                 |         |         |      |              |                   |           | ◆               |              |                  |
| $\Delta T_r$  |            |            |                 |         |         | A    |              |                   |           |                 | ◆            |                  |
| $\Delta T_{sol}$  |            |            |                 |         |         | B    |              |                   |           |                 |              | ◆                |

En ce qui concerne les trois paramètres utilisés pour caractériser la vitesse de refroidissement du métal, on a trouvé qu'ils sont liés par les relations  $V_s \propto V_i^* \propto Mod^{-2}$ . Cela suggère que ces paramètres peuvent être employés indifféremment comme grandeurs caractéristiques du refroidissement du métal. Cependant on a noté une différence qualitative dans les tendances des corrélations  $V_s^* - Mod$  et  $V_i^* - Mod$ . En effet on a observé que les valeurs de  $V_i^*$  des cylindres Ø32 sont moins importantes que celles des cylindres Ø62 alors que dans le cas de  $V_s$  l'ordre est préservé. Bien qu'il existe cette différence dans les valeurs de  $V_i^*$  des cylindres Ø62 et Ø32, on peut s'attendre à ce que la "vitesse de refroidissement" avant solidification dans ces cylindres soit à peu près égale puisque leurs courbes de refroidissement tendent à se superposer avant et durant la réaction eutectique. Il est intéressant de faire noter cela puisque on a observé que les valeurs de  $N_V^*$  et parfois de  $\Delta T_m$  des cylindres Ø62 et Ø32 tendent à être semblables. Cela serait en accord avec une égalité de vitesse de refroidissement avant la solidification dans les cylindres Ø62 et Ø32 et en opposition avec le fait que d'après les valeurs de Mod et  $V_s^*$  trouvées pour ces cylindres on puisse s'attendre à ce que  $N_V^{**}$  ou  $\Delta T_m$  soient systématiquement plus grands pour Ø32 que pour Ø62. D'après qui précède on peut penser à déterminer une vitesse de refroidissement la plus près possible du début de la solidification pour chercher des corrélations de la vitesse de refroidissement avec les caractéristiques structurales et/ou des caractéristiques des thermogrammes. Cependant dans cette étude, la détermination de ce type

de grandeur s'est avérée plus incertaine que celle de  $V_s^*$ . Cela peut être formalisé par le fait que l'allure de la corrélations  $V_l$ -Mod et des corrélations entre  $V_l^*$  et les différents grandeurs expérimentales est moins bien définie que l'allure des corrélations des mêmes grandeurs avec  $V_s^*$ . Ce dernier paramètre garde donc l'avantage de permettre de trouver des corrélations plus reproductibles ce qui facilite la comparaison entre les résultats des différentes coulées.

Tableau 3.12 Valeurs limites approximatives des constantes de proportionnalité des différentes corrélations expérimentales  $Y \propto X^D$  observées dans cette étude pour le cas des pièces inoculées.

| Corrélation                          | limite inférieure | limite supérieure | unités   | pièces  |
|--------------------------------------|-------------------|-------------------|--|---------|
| $N_V^{**} \propto \text{Mod}^{-1}$   | 55666             | 347440            | mm <sup>-3</sup>                                     | 2A ; 2B |
| $N_V^{**} \propto V_s^{*1/2}$        | 6218              | 35927             | mm <sup>-3</sup> °C <sup>-1/2</sup> s <sup>1/2</sup> | id.     |
| $N_V^{**} \propto V_l^{*1/2}$        | 3924              | 19307             | mm <sup>-3</sup> °C <sup>-1/2</sup> s <sup>1/2</sup> | id.     |
| $N_V^{**} \propto \Delta T_{EG}$     | 530               | 2359              | mm <sup>-3</sup> °C <sup>-1</sup>                    | id.     |
| $N_A^{**} \propto \text{Mod}^{-2/3}$ | 529               | 2359              | mm <sup>-4/3</sup>                                   | id.     |
| $N_A^{**} \propto V_s^{*1/3}$        | 119               | 520               | mm <sup>-2</sup> °C <sup>-1/3</sup> s <sup>1/3</sup> | id.     |
| $N_A^{**} \propto V_l^{*1/3}$        | 91                | 328               | mm <sup>-2</sup> °C <sup>-1/3</sup> s <sup>1/3</sup> | id.     |
| $\Delta T_m \propto \text{Mod}^{-1}$ | 95                | 145               | mm°C   | 2B ; 4A |
| $\Delta T_m \propto V_s^{*1/2}$      | 10                | 16                | °C <sup>1/2</sup> s <sup>1/2</sup>                   | id.     |
| $\Delta T_m \propto V_l^{*1/2}$      | 5                 | 9                 | °C <sup>1/2</sup> s <sup>1/2</sup>                   | id.     |
| $V_s^* \propto \text{Mod}^{-2}$      | 75                |                   | mm <sup>2</sup> °C s <sup>-1</sup>                   | -       |
| $V_l^* \propto \text{Mod}^{-2}$      | 200               |                   | mm <sup>2</sup> °C s <sup>-1</sup>                   | -       |
| $\Delta t \propto V_s^{*-1}$         | 200               |                   | °C   |         |

Dans le tableau 3.11 on observe que la valeur de  $N_V^{**}$  est proportionnelle à  $\Delta T_{EG}$ , à la racine carrée de  $V_s^*$ , à celle de  $V_l^*$  et à l'inverse de Mod. Les constantes de proportionnalité des ces corrélations dépendent de la densité volumique des nodules de chaque pièce. De ce fait, et en considérant que l'allure des corrélations a été assez bien défini, on peut classer les coulées selon leur "potentiel de germination" des nodules de graphite. Ainsi, en tenant compte des valeurs des constantes de proportionnalité  $A_1$  des corrélations  $N_V^{**} \propto \Delta T_{EG}$ , les coulées inoculées peuvent être classées suivant un ordre décroissant de la valeur de  $A_1$  :

3B : 2B : 3A : 7B : 7A : 4A : 4B : 2A

Les coulées non inoculées 8A et 8B, non considérées dans ce classement, présentent les plus faibles valeurs de  $N_V^{**}$  dans les cylindres Ø62 de sorte elles seraient situées après la coulée 2A. D'après ce classement, la coulée 3B est la mieux inoculée alors que la coulée 2A est celle dont le potentiel de germination est le plus faible. Un classement semblable peut être opéré à l'aide des relations  $N_V^{**} \propto \text{Mod}^{-1}$ . En considérant les valeurs de  $N_V^{**}$  des cylindres Ø62 on peut écrire :

2B : 3A : 7B : 3B : 7A : 4A : 4B : 2A



En comparant les deux classements précédents on note que, à l'exception de la coulée 3B, l'ordre établi à l'aide des valeurs de  $N_V^*$  des cylindres Ø62 est semblable à celui établi avec les rapports  $A_1 = N_V^*/\Delta T_{EG}$ . Cet accord est une conséquence de la bonne corrélation  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  observée pour les cylindres Ø62 (voir figure 3.33). Le comportement des données de la pièce 3B peut être dû aux incertitudes des mesures des températures. En effet, comme on peut observer sur la figure 3.33, la valeur de  $\Delta T_{EG}$  qui correspond au cylindre Ø62 de la pièce 3B est la plus petite et elle s'écarte du comportement des autres points expérimentaux ce qui suggère un artefact de mesure.

Compte tenu de l'influence observée de la vitesse de refroidissement sur les valeurs de  $T_m$  des différents cylindres, on peut penser que pour un même cylindre, les valeurs de  $T_{min}$  ou de  $T_m$  peuvent être influencées non seulement par le taux d'inoculation mais aussi par les variations des paramètres qui déterminent la vitesse de refroidissement de l'échantillon. L'un de ces paramètres est la température de coulée. On peut s'attendre à ce que la vitesse de refroidissement ait une tendance à être d'autant plus faible que la température de coulée est importante. De cela et de la corrélation  $\Delta T_m \propto V_s^{1/2}$  on peut déduire que pour un même nombre de nodules, la valeur de  $\Delta T_m$  d'un cylindre diminue quand la température de coulée augmente. Cela est difficile à vérifier à l'aide de nos résultats expérimentaux, compte tenu de la précision des mesures de température et du fait que les variations de la température de coulée ont été plutôt faibles ; à l'exception des pièces 2A et 3B, toutes les autres pièces ont été coulées à des températures entre 1400 °C et 1350 °C (voir tableau 3.2). Le seul indice observé dans cette étude de l'effet de la température de coulée sur  $\Delta T_m$  est le fait que dans les corrélations  $\Delta T_m - V_s^*$  la pièce 2A présente des valeurs de  $\Delta T_m$  plus faibles que celle des pièces mieux inoculées ; 4A, 4B, 7A et 7B.

Sur la figure 3.33 on a remarqué qu'il existe une bonne corrélation entre les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  des cylindres Ø62. Cette corrélation est qualitativement équivalente à celle observée par Hecht et al. [14] entre les valeurs de  $N_A$  et de  $T_{min}$  (voir figure 2.8), puisque ces paramètres sont respectivement équivalents à  $N_V$  et  $\Delta T_{EG}$ . En effet, les données expérimentales obtenues par ces auteurs concernent une fonte de nuance fixe qui a été traitée avec différents types d'inoculants. Comme cet auteur l'a remarqué, et on l'a constaté aussi dans ce travail, pour des fontes à fractions de graphite semblables on peut s'attendre à ce que  $N_V \propto (N_A)^{3/2}$ . D'autre part, comme il s'agit d'une fonte de composition constante, une augmentation de  $T_{min}$  traduit une diminution de la surfusion par rapport à l'eutectique.

Comme on le verra au chapitre V, la diminution de  $\Delta T_{EG}$  quand  $N_V$  ou  $N_A$  augmentent peut être quantitativement expliquée par un effet de l'efficacité d'inoculation sur la cinétique de solidification des fontes G.S. C'est dans ce chapitre que l'on reporte la comparaison quantitative qui a pu être faite entre les corrélations  $\Delta T_{EG} - N_V$  et  $\Delta T_{EG} - N_A$  mises en évidence respectivement trouvées dans ce travail et dans celui de Hecht et al.

La comparaison des résultats de Loper et al. [8] et nos résultats expérimentaux est moins évidente à réaliser. Cela est dû au fait que ces auteurs ont considéré  $\Delta T_{rp}$ ,  $\Delta T_{rp} = T_{rp} - T_{min}$ , comme mesure de la valeur de surfusion alors que dans cette étude on a considéré  $\Delta T_{EG}$ . Toutefois on peut vérifier l'équivalence entre  $\Delta T_{rp}$  et  $\Delta T_{EG}$ . La figure 2.7 de Loper et al. qui montre la corrélation expérimentale entre  $N_A$  et  $\Delta T_{rp}$  ou/et  $\Delta T_r$  concerne les résultats d'une fonte de nuance fixe et donc  $N_V \propto (N_A)^{3/2}$ . Dans cette figure on observe que pour une nodularité constante, la valeur de  $\Delta T_r$  augmente quand celle de  $\Delta T_{rp}$  diminue. Une corrélation semblable est observée dans la figure 3.36 entre  $\Delta T_r$  et  $\Delta T_{EG}$ . Dans la figure 3.36 on note que  $N_V^{**}$  diminue quand  $\Delta T_{EG}$  augmente ou que  $\Delta T_r$  diminue. Cette tendance est également notée dans la figure 2.7 entre les valeurs de  $N_A$  et celles de  $\Delta T_{rp}$  ou  $\Delta T_r$ . Ces observations suggèrent que les valeurs de  $\Delta T_{rp}$  et  $\Delta T_{EG}$  sont expérimentalement équivalentes.

Les résultats expérimentaux précédemment montrés suggèrent que le contrôle du taux d'inoculation par analyse thermique peut être fait à l'aide de corrélations du type  $N_V^{**}-\Delta T_{EG}$  ainsi que par des corrélations type "Loper", les corrélations  $N_V^{**}-\Delta T_{EG}$  présentant l'avantage d'un plus grande simplicité. Cependant on note que les appareillages commerciaux d'analyse thermique n'autorisent des vitesses de refroidissement que plus importantes que celle du cylindre Ø62. Dans ces conditions de refroidissement, il peut ne pas apparaître de la recalescence sur les courbes de refroidissement de fontes bien inoculées, comme cela a été remarqué auparavant par Hecht et al. [33] et est également observé dans ce travail sur les courbes de refroidissement des petits cylindres. Dans ce cas, faute de pouvoir déterminer la valeur de  $T_{min}$ , on peut remplacer celle-ci par une température caractéristique de la hauteur du palier de solidification,  $T_m$  par exemple. Une valeur relativement faible de  $(T_{EG} - T_m)$  avec une absence ou faible valeur de  $\Delta T_r$  serait un indice d'une fonte bien inoculée.

La corrélation  $N_V^{**}-\Delta T_{EG}$  observée à la figure 3.33 indique que la valeur de  $T_{min}$  est déterminée par des phénomènes concomitants à l'apparition des nodules de graphite. L'allure de quelques-unes des courbes de refroidissement suggère l'existence de deux phénomènes au moins intervenant au début de la solidification et donc sur la valeur de  $T_{min}$ . Ces phénomènes se manifestent pour les fontes non inoculées et pour des vitesses de refroidissement importantes, ainsi que le suggèrent les courbes des cylindres Ø62 des pièces non inoculées 8A et 8B (voir figure 3.25) et l'ensemble des courbes des cylindres Ø9 représenté dans la figure 3.37. En effet, sur ces courbes on observe deux paliers de solidification, ce qui indique l'existence de deux processus de solidification successifs ou concomitants ; l'achèvement du premier palier indique le ralentissement d'un des phénomènes. Du fait que le premier palier est plus court que le deuxième, on peut penser qu'il est le résultat d'un processus de dépôt d'austénite, dont la force motrice est la différence entre la concentration en carbone du métal liquide avec celle d'équilibre austénite-métal liquide. De ce fait, la longueur du palier est fonction de la quantité d'austénite nécessaire pour que le métal puisse atteindre la composition en carbone qui correspond à l'équilibre avec l'austénite. Cette quantité d'austénite est liée par la règle du bras de levier à la surfusion du métal par rapport à la température du liquidus austénitique. Compte tenu de l'ordre de grandeur des surfusions maximales rencontrées dans le cas des fontes coulées ( $\approx 60$  °C par rapport à  $T_{EG}$ ) et de la composition de celles-ci, la quantité maximale d'austénite que l'on peut déposer avant la saturation du métal liquide en carbone est de l'ordre de 30%, et donc le palier associé à ce phénomène sera toujours plus court que celui de la réaction eutectique. Le dépôt d'austénite avant la réaction de solidification "eutectique" peut être provoqué par un phénomène de germination et croissance de dendrites.

Pour ce qui est des corrélations entre le taux de cémentite et les caractéristiques des courbes de refroidissement, on a noté sur la figure 3.37 que même pour les cylindres Ø9 qui ne présentent pas de cémentite, tout ou partie de la solidification s'est produit à une température inférieure à celle de l'eutectique métastable,  $T_{EM}$ . Cela est en contradiction avec le fait que d'un point de vue thermodynamique, la cémentite peut apparaître lorsque la température du métal est inférieure à  $T_{EM}$ . On peut penser à associer l'absence de cémentite dans quelques-uns des cylindres au fait que la germination de la cémentite ne peut se réaliser qu'à des surfusions relativement importantes. A ce titre on rappelle que Magnin et Kurz [76] ont observé des surfusions de germination pour la fonte blanche pouvant atteindre 45 °C dans une étude sur la transition de fonte grise à fonte blanche réalisée par TSD. Dans le cas des nos fontes on peut penser que la surfusion pour la germination de l'eutectique blanc est inférieure à 25 °C. Cette valeur correspond à la valeur  $(T_{EM} - T_m)$  mesurée sur le cylindre 8A4 dont la structure s'est avérée complètement blanche. La figure 3.39 indique qu'il faut au moins une surfusion de 10 °C pour que la fonte blanche puisse germer. De ce qui précède on peut penser que la surfusion de germination de la fonte blanche se situe entre 10 °C et 25 °C. En considérant cette fourchette de températures comme un ordre de grandeur de la "surfusion de

germination" de la fonte blanche, on peut s'attendre à ce que toutes les pièces où la solidification s'achève dans ou au dessous de cette gamme de surfusion présentent de la fonte blanche. Cela n'est pas possible de le vérifier expérimentalement dans cette étude, puisque les valeurs que l'on a pu déterminer pour la température de fin de solidification sont sûrement sous-estimées et très incertaines. Cette incertitude peut expliquer le fait que les valeurs de  $(T_{EM} - T_s)$  de quelques-uns des cylindres qui ne présentent pas de la cémentite sont aussi importantes que celles des échantillons où l'on a observé de la cémentite ( voir figure 3.38).

La corrélation entre  $N_V^*$  et le taux de cémentite des cylindres Ø9 observée dans la figure 3.18 peut être expliquée en partie par l'effet de  $N_V^*$  sur la hauteur du palier de solidification, cette hauteur étant d'autant plus importante que  $N_V^*$  augmente. Cette corrélation entre  $N_V^*$  et le taux de cémentite rejoint les observations expérimentales de Horie et al. [41]. Ces auteurs ont observé que pour une vitesse de refroidissement donnée la cémentite apparaît pour des valeurs de  $N_A$  inférieures à une valeur critique. En revanche Wallace et al. [16] ont observé que le taux de cémentite dépend aussi des teneurs de la fonte en S et Mg de sorte qu'une valeur importante de  $N_A$  ne garantit pas l'absence de carbures. Le désaccord entre les observations de Wallace et al., celles de Horie et al. [41] et nos observations peut être dû à un effet des fluctuations de composition de la fonte sur la germination de la cémentite.

On a constaté que la mesure de  $N_V^{**}$  et  $N_A^{**}$  dans le cylindre Ø62 peut suffire pour caractériser la tendance de la formation de cémentite à vitesses de refroidissement importante. Cela a un intérêt pratique puisque le dénombrement des nodules est plus délicat à faire dans les cas où la structure de la fonte est complètement blanche. D'autre part on ne connaît pas les facteurs multiplicatifs de la corrélation  $N_V^{**} \propto N_A^{**3/2}$  lorsqu'il y a un taux important de cémentite. Comme on l'a vu dans deux des échantillons, ces facteurs multiplicatifs peuvent varier considérablement en fonction du taux de cémentite.

On a constaté que les corrélations entre  $N_A^{**}$  et les différentes grandeurs caractéristiques des courbes de refroidissement et de la structure sont qualitativement équivalentes à celles des corrélations entre  $N_V^*$  et les mêmes grandeurs. Cela est concrétisé par le fait que  $N_V^{**} \propto N_A^{**3/2}$ . A l'aide de nos résultats expérimentaux on a trouvé que les valeurs brutes de mesure de la densité surfacique de nodules  $N_A$  sont semblables à celles de  $N_A^{**}$  lorsque l'on considère certaines conditions de mesure sur l'analyseur d'images. En effet, afin de trouver un accord raisonnable entre  $N_A^{**}$  et  $N_A$  il est préférable de réaliser des mesures avec un pas image de  $2,3 \mu\text{m}$  et une opération d'ouverture pour le cas des structures grossières des fontes inoculées ( $175 \text{ mm}^2 < N_A < 650 \text{ mm}^2$ ) alors que pour les structures fines ( $650 \text{ mm}^2 < N_A < 1300$ ) on doit réaliser les mesures avec un pas image de  $1,46 \mu\text{m}$  et une opération d'ouverture. Ces conditions de mesure concernent des fontes avec une fraction de graphite de 0,1. Les conditions de mesure de  $N_A$  pour des fontes avec d'autres fractions de graphite restent à déterminer.

Pour ce qui est des distributions en taille de nodule, on a observé que leur largeur augmente quand la vitesse de refroidissement diminue. On a aussi noté que les nodules des coulées non inoculées présentent une distribution en taille plus large que les nodules des fontes inoculées. En outre, la comparaison faite entre la distribution de nodules mesurée dans un échantillon obtenu dans ce travail et celle qui correspond à un échantillon obtenu par TSD [2] suggère que le mode de solidification a peu d'influence sur l'allure des distributions de taille des nodules.

CHAPITRE IV

MODELISATION PHYSIQUE ET  
SIMULATION NUMERIQUE



## 4.1. MODELISATION DE LA SOLIDIFICATION

### 4.1.1. Présentation des modèles de solidification utilisés

Le type de modèles de solidification eutectique utilisé dans cette étude est essentiellement constitué de trois termes : la loi de germination des cellules eutectiques, leur loi de croissance et la manière de prise en compte de l'effet de l'empiétement (impingement en anglais) des cellules eutectiques sur la cinétique de solidification. Comme on le verra au paragraphe 4.1.3., un quatrième terme est ajouté qui correspond à un dépôt d'austénite hors eutectique dont la nécessité apparaît si l'on veut exprimer les bilans de masse et de soluté dans un volume fermé de métal en train de solidifier.

Afin de déceler l'effet des hypothèses que l'on peut introduire dans les modèles de solidification, on a comparé 5 modèles de solidification différents qui sont succinctement présentés dans le tableau 4.1. Ces modèles présentent des modifications progressives. Les modèles A et B sont les plus simples, ils ne diffèrent que dans la manière de tenir compte de l'effet de l'empiétement des cellules eutectiques durant la solidification. Dans ces modèles on considère une cellule eutectique où le rapport entre rayon de la coquille d'austénite et celui du nodule de graphite est constant. Cette hypothèse n'est pas employée dans le modèle C où  $R^*/R^g$  est fonction de la cinétique de croissance du nodule et de celle de la coquille. Les mêmes équations de croissance du nodule de graphite et de la coquille d'austénite appliquées dans le modèle C sont employées dans le modèle D où l'on ajoute le terme qui correspond au dépôt d'austénite hors eutectique. Ce terme ainsi que le deuxième terme de la cinétique de croissance de la coquille d'austénite considéré dans le modèle E sont tirés d'un modèle de croissance présenté au troisième point du paragraphe §4.1.3. Les équations du tableau 4.1 sont présentées plus en détail dans les sous-paragraphe ci-dessous.

Les modèles ont été appliqués pour simuler la solidification d'une fonte de composition eutectique dont le titre massique en silicium est celui des pièces 2A et 2B, 2,39%, et le titre massique en carbone est égal à 3,51%. Cette teneur en carbone a été déterminée en considérant une égalité entre la température du liquidus d'austénite et celle du graphite pour des fontes où %Si = 2,39. Les équations des liquidus utilisées sont celles proposées par Heine [73] (voir tableau 4.2)

### 4.1.2. Lois de germination

Pour les modèles de solidification A, B et C on a employé une loi de germination du type (voir §2.2.) :

$$dN_v = A_n \Delta T_{EG}^{n-1} g^l d(\Delta T_{EG}) \quad 4.1$$

Dans cette loi on suppose que la germination s'arrête dès qu'il y a de la recalescence, elle reprendra quand la température du métal devient inférieure à  $T_{min}$ . Si l'on considère qu'avant la recalescence  $g^l$  est proche de l'unité, les valeurs des paramètres  $n$  et  $A_n$  de l'équation 4.1 correspondent à celles des corrélations expérimentales entre  $N_v^{**}$  et  $\Delta T_{EG}$  ou  $\Delta T_m$  déterminées au chapitre III :  $n$  est approximativement égal à l'unité et la valeur de  $A_1$  varie entre  $3.3 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  et  $5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ .

Dans les modèles de solidification D et E on a employé une loi de germination en fonction de la surfusion par rapport à la ligne liquidus du graphite :

$$dN_v = A_{nl} \Delta T_l^{nl-1} g^l d(\Delta T_l) \quad 4.2$$

D'un point de vue théorique, cette loi de germination est préférable à celle représentée par l'équation 4.1. Cependant dans ce travail on peut considérer que ces lois de germination sont équivalentes puisque  $\Delta T_l \propto \Delta T_{EG}$ . Cette proportionnalité est due au fait que dans les modèles D et E la teneur du carbone du métal liquide correspond à celle de l'équilibre avec l'austénite et que la composition de la fonte considérée pour les simulations est eutectique. Le coefficient de proportionnalité est égal à 5 lorsque l'on considère les expressions des lignes du liquidus de l'austénite et du graphite proposées par Heine [73].

Tableau 4.1 Différents types de modèles de solidification de la fonte G.S. utilisés dans cette étude. Les valeurs des constantes physiques employées dans ces modèles sont données dans le tableau 4.2. Les lois de croissance sont appliquées à chaque type m de cellules de croissance dont la densité volumique est  $N_V^m$ . Le paramètre  $\Psi$  des lois de croissance représente le facteur de correction dû à l'empiétement de cellules eutectiques durant la solidification. La valeur de  $\Psi$  utilisée est celle utilisée par Su et al.[53] :  $\Psi = 1$  pour des valeurs de  $g^s$  inférieures à 0,5 et  $\Psi = ((1 - g^s)/0,5)^{2/3}$  pour des valeurs de  $g^s$  supérieures à 0,5.

|          |   |   |  |
|----------|---|---|--|
| Modèle A | $dN_v = A_n \cdot \Delta T_{EG}^{n-1} \cdot g^l \cdot d(\Delta T_{EG})$ | $\frac{dR^\gamma}{dt} = K^\circ \cdot \frac{\Delta T_{EG}}{R^\gamma}$   | $g^s = 1 - \exp\left(-\frac{4\pi}{3} \cdot \sum_1^m N_V^m \cdot (R^\gamma)^3\right)$ |
| Modèle B | idem  | $\frac{dR^\gamma}{dt} = K^\circ \cdot \frac{\Delta T_{EG}}{R^\gamma} \cdot \Psi$  | $g^s = \frac{4\pi}{3} \cdot \sum_1^m N_V^m \cdot (R^\gamma)^3$                       |
| Modèle C | idem  | $\frac{dR^\theta}{dt} = K_g \cdot \frac{R^\gamma}{R^\theta (R^\gamma - R^\theta)} \cdot \Delta T_{EG} \cdot \Psi$<br>$\frac{dR^\gamma}{dt} = K_\gamma \cdot \frac{R^\theta}{R^\gamma (R^\gamma - R^\theta)} \cdot \Delta T_{EG} \cdot \Psi$   | idem   |
| Modèle D | $dN_v = A_{nl} \cdot \Delta T_l^{nl-1} \cdot g^l \cdot d(\Delta T_l)$   | $\frac{dR^\theta}{dt} = K_g \cdot \frac{R^\gamma}{R^\theta (R^\gamma - R^\theta)} \cdot \Delta T_{EG} \cdot \Psi$<br>$\frac{dR^\gamma}{dt} = K_\gamma \cdot \frac{R^\theta}{R^\gamma (R^\gamma - R^\theta)} \cdot \Delta T_{EG} \cdot \Psi$<br>+ Dépôt d'austénite hors eutectique  | idem   |
| Modèle E | $dN_v = A_{nl} \cdot \Delta T_l^{nl-1} \cdot g^l \cdot d(\Delta T_l)$   | $\frac{dR^\theta}{dt} = K_g \cdot \frac{R^\gamma}{R^\theta (R^\gamma - R^\theta)} \cdot \Delta T_{EG} \cdot \Psi$<br>$\frac{dR^\gamma}{dt} = K_\gamma \cdot \frac{R^\theta}{R^\gamma (R^\gamma - R^\theta)} \cdot \Delta T_{EG} \cdot \Psi + \left(1 - \frac{\rho^\theta}{\rho^\gamma}\right) \cdot \left(\frac{R^\theta}{R^\gamma}\right)^2 \cdot \frac{dR^\theta}{dt}$<br>+ Dépôt d'austénite hors eutectique | idem   |

### 4.1.3. Lois de croissance

#### 4.1.3.1. Loi de croissance pour des cellules "eutectiques" avec rapport $R^\gamma/R^g$ constant

La loi de croissance :

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = K^\circ \frac{\Delta T_{EG}}{R^\gamma} \quad 4.3$$

employée dans les modèles A et B est celle d'une sphère "eutectique" pour laquelle le rapport entre le rayon de la coquille d'austénite et le rayon du nodule de graphite est considéré constant et égal à 2,4. Cette loi peut être obtenue à partir du modèle de Wetterfall pour la croissance du nodule entouré d'une coquille d'austénite ou à partir du modèle d'Owadano pour la croissance de celle-ci (voir chapitre II) :

$$K^\circ = K_g \left( \frac{R^\gamma}{R^g} \right)^2 \frac{1}{\left( 1 - \frac{R^g}{R^\gamma} \right)} \quad \text{ou} \quad K^\circ = K_\gamma \left( \frac{R^\gamma}{R^g} \right)^{-1} \frac{1}{\left( 1 - \frac{R^g}{R^\gamma} \right)} \quad \text{avec} \quad \frac{R^\gamma}{R^g} = 2,4$$

#### 4.1.3.2. Loi de croissance pour des cellules "eutectiques" avec rapport $R^\gamma/R^g$ variable

Dans le modèle C on décrit la cinétique de croissance d'une cellule eutectique dont le rapport  $R^\gamma/R^g$  dépend de la loi de croissance du nodule de graphite (modèle de Wetterfall et al.) et de celle de la coquille d'austénite (modèle d'Owadano), soit respectivement :

$$\frac{dR^g}{dt} = K_g \cdot \frac{R^\gamma}{R^g(R^\gamma - R^g)} \cdot \Delta T_{EG} \quad 4.4$$

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = K_\gamma \cdot \frac{R^g}{R^\gamma(R^\gamma - R^g)} \cdot \Delta T_{EG} \quad 4.5$$

#### 4.1.3.3. Loi de croissance pour des cellules "eutectiques" avec rapport $R^\gamma/R^g$ variable et en considérant un dépôt d'austénite hors eutectique

Le dépôt d'austénite hors la cellule eutectique peut être décrit à l'aide des bilans de masse et de carbone établis en considérant un petit volume de métal liquide  $V^T$  de forme sphérique [59]. Pour des températures au-dessous de celle de l'eutectique on considère que dans  $V^T$  il y a une cellule de croissance "eutectique". Elle est constituée par un nodule de graphite de volume  $V^g$  et de rayon  $R^g$ . Ce nodule est entouré d'une coquille d'austénite de volume  $V^\gamma$  et de rayon  $R^\gamma$ , comme cela est schématisé par la figure 4.1. Dans le volume  $V^{\text{off}}$  environnant la cellule eutectique on considère, outre le métal liquide, l'existence d'austénite hors eutectique dont la fraction volumique dans  $V^{\text{off}}$  est égale à  $(1-g^l)$ ,  $g^l$  étant la fraction volumique du liquide dans  $V^{\text{off}}$ .

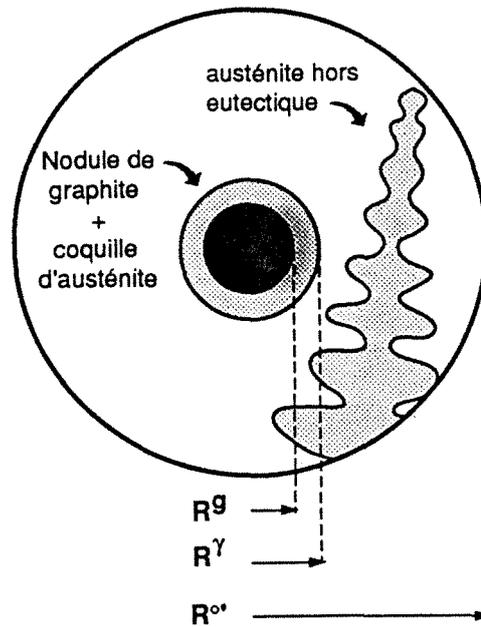


Figure 4.1 Schéma de l'élément de volume considéré pour le bilan de masse et de soluté à l'échelle d'une cellule eutectique.

La cinétique de solidification de l'élément de volume est exprimée par la dérivée de la fraction volumique du solide  $g^s$  de la sphère :

$$\frac{dg^s}{dt} = \frac{d\left(\frac{V^s}{V^T}\right)}{dt} = \frac{V^T \frac{dV^s}{dt} - V^s \frac{dV^T}{dt}}{(V^T)^2} \quad 4.6$$

où  $V^s$  représente le volume du solide dans  $V^T$ . En considérant que:  $V^T \frac{dV^s}{dt} \gg V^s \frac{dV^T}{dt}$   
on trouve :

$$\frac{dg^s}{dt} \approx \frac{1}{V^T} \frac{dV^s}{dt} \quad 4.7$$

La cinétique de solidification peut être donc décrite par la variation de  $V^s$  qui s'écrit :

$$V^s = V^g + V^\gamma + (1-g^{l^*}) V^{\text{off}} \quad 4.8$$

dont la dérivée est :

$$\frac{dV^s}{dt} = \frac{dV^g}{dt} + \frac{dV^\gamma}{dt} + (1-g^{l^*}) \frac{dV^{\text{off}}}{dt} - V^{\text{off}} \frac{dg^{l^*}}{dt} \quad 4.9$$

A l'aide des bilans de masse et de soluté, la variation du volume de solide peut être décrite en fonction des variations du volume de graphite et de celui de la coquille d'austénite ainsi que des grandeurs  $V^{\text{off}}$ ,  $V^g$ ,  $V^\gamma$  et  $g^{l^*}$ . Cela permet la résolution numérique de l'équation 4.9. La variable  $dV^{\text{off}}/dt$  peut être exprimée en fonction de  $V^g$ ,  $V^\gamma$  et  $g^{l^*}$  et de ses dérivées à l'aide du bilan de masse:

$$\rho^g V^g + \rho^\gamma V^\gamma + [\rho^l g^{l^*} + \rho^\gamma (1-g^{l^*})] V^{\text{off}} = \rho^l V^{T^o} \quad 4.10$$

où  $V^{T^{\circ}}$  représente le volume initial de la sphère,  $\rho^x$  est la masse volumique de la phase  $x$  ( $g$  pour le graphite,  $\gamma$  pour l'austénite et  $l$  pour le liquide). D'après l'équation 4.10 :

$$\frac{dV^{\text{off}}}{dt} = \frac{(\rho^{\gamma} - \rho^l)V^{\text{off}} \frac{dg^{l^*}}{dt} - \rho^g \frac{dV^g}{dt} - \rho^{\gamma} \frac{dV^{\gamma}}{dt}}{\rho^l g^{l^*} + \rho^{\gamma}(1-g^{l^*})} \quad 4.11$$

En introduisant cette équation dans l'expression 4.9, on obtient :

$$\frac{dV^s}{dt} = \frac{\rho^l g^{l^*} + (\rho^{\gamma} - \rho^g)(1-g^{l^*})}{\rho^l g^{l^*} + \rho^{\gamma}(1-g^{l^*})} \frac{dV^g}{dt} + \frac{\rho^l g^{l^*}}{\rho^l g^{l^*} + \rho^{\gamma}(1-g^{l^*})} \frac{dV^{\gamma}}{dt} - \frac{\rho^l V^{\text{off}}}{\rho^l g^{l^*} + \rho^{\gamma}(1-g^{l^*})} \frac{dg^{l^*}}{dt} \quad 4.12$$

La variable  $dg^{l^*}/dt$  est liée par le bilan en carbone aux paramètres  $g^l$ ,  $V^g$  et  $V^{\gamma}$  et leurs dérivées respectives. Si l'on considère que le métal liquide et l'austénite hors eutectique sont chimiquement homogènes en carbone, le bilan de celui-ci s'écrit :

$$\rho^g V^g + 4 \rho^{\gamma} \pi \int_{R^g}^{R^{\gamma}} w_c^{\gamma} R^2 dR + [\rho^l g^{l^*} + \rho^{\gamma} k_c(1-g^{l^*})] w_c^l V^{\text{off}} = \rho^l w_c^{\circ} V^T \quad 4.13$$

où  $w_c^x$  représente le titre massique du carbone dans la phase  $x$ ,  $w_c^{l^{\circ}}$  le titre initial du carbone dans le liquide et  $k_c$  le coefficient de partage de carbone entre l'austénite et le liquide.

En introduisant dans la dérivée de l'équation 4.13 l'expression de  $V^{\text{off}}$  tirée de l'équation 4.10 et sa dérivée, on obtient :

$$[\rho^g - \rho^{\gamma} w_c^{\gamma/g} + \Phi(g^{l^*}) w_c^l (\rho^{\gamma} - \rho^g)] \frac{dV^g}{dt} + \rho^{\gamma} [k_c - \Phi(g^{l^*})] w_c^l \left( \frac{dV^{\gamma}}{dt} + \frac{dV^g}{dt} \right) + \rho^{\gamma} 4\pi \int_{R^g}^{R^{\gamma}} \frac{dw_c^{\gamma}}{dt} R^2 dR + \left[ \Phi(g^{l^*}) \frac{dw_c^l}{dt} + w_c^l \dot{\Phi}(g^{l^*}) \right] [\rho^l V^{T^{\circ}} - \rho^g V^g - \rho^{\gamma} V^{\gamma}] = 0 \quad 4.14$$

où

$$\Phi(g^{l^*}) = \frac{\rho^l g^{l^*} + \rho^{\gamma} k_c (1-g^{l^*})}{\rho^l g^{l^*} + \rho^{\gamma} (1-g^{l^*})} \quad \text{et} \quad \dot{\Phi}(g^{l^*}) = \frac{d\Phi(g^{l^*})}{dt} = \frac{\rho^l \rho^{\gamma} (1-k_c)}{[\rho^l g^{l^*} + \rho^{\gamma} (1-g^{l^*})]^2} \frac{dg^{l^*}}{dt} \quad 4.15$$

A partir de l'équation 4.14 on peut écrire:

$$\Phi(g^{l^*}) \frac{dw_c^l}{dt} + w_c^l \dot{\Phi}(g^{l^*}) = \vartheta \quad 4.16$$

où  $\vartheta$  représente tous les termes de l'équation 4.14 excepté celui entre les grandes crochets. En considérant l'équation 4.16 et l'égalité à droite des équations 4.15 on trouve :

$$\frac{dg^{l^*}}{dt} = \frac{\vartheta - \Phi(g^{l^*}) \frac{dw_c^l}{dt}}{w_c^l} \frac{[\rho^l g^{l^*} + \rho^\gamma (1-g^{l^*})]^2}{\rho^l \rho^\gamma (1-k_c)} \quad 4.17$$

En introduisant l'équation 4.17 dans 4.12 on obtient :

$$\begin{aligned} \frac{dV^s}{dt} = & \frac{\kappa - \rho^g (1-g^{l^*})}{\kappa} \frac{dV^g}{dt} + \frac{\rho^l g^{l^*}}{\kappa} \frac{dV^\gamma}{dt} - \frac{\kappa V^{\text{off}} \vartheta}{\rho^\gamma (1-k_c) w_c^l} \\ & + \frac{\kappa V^{\text{off}} \Phi(g^{l^*})}{\rho^\gamma (1-k_c) w_c^l} \frac{dw_c^l}{dt} \end{aligned} \quad 4.18$$

où  $\kappa = \rho^l g^{l^*} + \rho^\gamma (1-g^{l^*})$ . La variation du titre massique de carbone dans le métal est liée aux variations de température par l'équation du liquidus de l'austénite puisque l'on considère que le liquide est à tout instant en équilibre thermodynamique avec l'austénite.

$$\frac{dw_c^l}{dt} = \frac{1}{m^{l/\gamma}} \frac{dT}{dt} \quad 4.19$$

En introduisant cette expression dans l'équation 4.18 on obtient :

$$\begin{aligned} \frac{dV^s}{dt} = & \left\{ \frac{\kappa - \rho^g (1-g^{l^*})}{\kappa} \frac{dV^g}{dt} + \frac{\rho^l g^{l^*}}{\kappa} \frac{dV^\gamma}{dt} - \frac{\kappa V^{\text{off}} \vartheta}{\rho^\gamma (1-k_c) w_c^l} \right\} \\ & + \left\{ \frac{\kappa V^{\text{off}} \Phi(g^{l^*})}{\rho^\gamma (1-k_c) w_c^l} \frac{1}{m^{l/\gamma}} \right\} \frac{dT}{dt} \end{aligned} \quad 4.20$$

L'intégrale de l'équation 4.14 représente le changement du titre du carbone dans la coquille d'austénite, elle peut être exprimée par la deuxième loi de Fick :

$$\rho^\gamma \int_{R^g}^{R^\gamma} \frac{dw_c^\gamma}{dt} R^2 dR = \rho^\gamma D_c^\gamma \left[ \left( R^\gamma \right)^2 \frac{\partial w_c^\gamma}{\partial R} \right]_{R^\gamma} - \left( R^g \right)^2 \frac{\partial w_c^\gamma}{\partial R} \right]_{R^g} \quad 4.21$$

où  $\partial w_c / \partial R$  représente le gradient en carbone à l'interface  $\gamma/l$  ( $R = R^\gamma$ ) ou à l'interface  $g/\gamma$  ( $R = R^g$ ),  $D_c^\gamma$  est le coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite. Ces gradients sont liés à la vitesse de déplacement de l'interface par le bilan de carbone aux interfaces  $\gamma/l$  et  $g/l$  :

$$\rho^\gamma D_c^\gamma \left( \frac{\partial w_c^\gamma}{\partial R} \right)_{R^\gamma} = \left[ \frac{dR^\gamma}{dt} - \left( 1 - \frac{\rho^g}{\rho^\gamma} \right) \left( \frac{R^g}{R^\gamma} \right)^2 \frac{dR^g}{dt} \right] \rho^\gamma (w_c^l - w_c^{\gamma/l}) \quad 4.22$$

$$\rho^\gamma D_c^\gamma \left( \frac{\partial w_c^\gamma}{\partial R} \right)_{R^g} = (\rho^g - \rho^\gamma w_c^{\gamma/g}) \frac{dR^g}{dt} \quad 4.23$$

où  $w_c^{\gamma/l}$  et  $w_c^{\gamma/g}$  représentent respectivement le titre massique du carbone dans l'austénite en équilibre avec le liquide et avec le graphite. En considérant un régime quasi-stationnaire pour la diffusion du

carbone dans la coquille d'austénite, les expressions 4.22 et 4.23 peuvent être respectivement écrites en forme égale ou semblable aux lois de croissance 4.4 et 4.5.

$$\frac{dR^g}{dt} = K_g \cdot \frac{R^\gamma}{R^g(R^\gamma - R^g)} \cdot \Delta T_{EG} \quad 4.24$$

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = K_\gamma \cdot \frac{R^g}{R^\gamma(R^\gamma - R^g)} \cdot \Delta T_{EG} + \left(1 - \frac{\rho^g}{\rho^\gamma}\right) \cdot \left(\frac{R^g}{R^\gamma}\right)^2 \cdot \frac{dR^g}{dt} \quad 4.25$$

L'équation 4.24 correspond à celle établie par Wetterfall et al. pour la croissance du nodule de graphite entouré par une coquille d'austénite. L'expression 4.25, diffère de celle d'Owadano dans le terme  $dR^g/dt$  qui traduit le déplacement de la coquille d'austénite par l'expansion du graphite.

L'égalité 4.20 peut être résolue numériquement pour des valeurs initiales de  $g^I$ , de  $V^{off}$ , de  $V^g$ , de  $V^\gamma$  et de  $V^{T^o}$  et à l'aide des expressions 4.24 et 4.25 qui décrivent respectivement la cinétique du dépôt de graphite et la cinétique de croissance de la coquille d'austénite.

#### 4.1.4. Calcul de la fraction solide et correction de l'effet d'empiétement des cellules eutectiques sur la cinétique de solidification

Pour tenir compte des contacts qui s'établissent entre les entités eutectique au cours de leur croissance, on peut employer la correction de Johnson-Mehl-Avrami dans sa forme intégrale [77]. Dans le cas où les cellules de croissance sont de forme sphérique, la fraction solide est exprimée par :

$$g^s = 1 - \exp\left(-\frac{4\pi}{3} \cdot \sum_1^m N_v^m \cdot (R^\gamma)^3\right) \quad 4.26$$

où  $N_v^m$  représente le nombre de cellules de croissance du type  $m$  par unité de volume et  $R^\gamma$  leur rayon. L'expression entre parenthèses correspond au volume solide "vrai" de l'ensemble des entités de croissance par unité de volume. On remarque que ce volume "vrai" devrait prendre des valeurs supérieures à l'unité lorsque la valeur de  $g^s$  est proche de 1.

Une autre manière de considérer la correction d'empiétement des entités de croissance est d'introduire celle-ci dans l'équation de croissance des cellules eutectiques. Par exemple, dans le modèle B, la cinétique de croissance des cellules eutectiques est exprimée par :

$$\frac{dR^\gamma}{dt} = K^o \frac{\Delta T_{EG}}{R^\gamma} \cdot \Psi \quad 4.27$$

La fraction volumique du solide s'écrit :

$$g^s = \frac{4\pi}{3} \sum_1^m N_v^m (R^\gamma)^3 \quad 4.28$$

Ainsi la fraction de solide est égale à l'unité lorsque le volume solide des cellules de croissance par unité de volume est lui aussi égal à l'unité. Les valeurs de  $\Psi$  employées par Su et al. [53] pour la simulation de la solidification des fontes G.S. sont :

$$\Psi = 1 \text{ pour } g^s < 0,5 \quad \text{et} \quad \Psi = \left(\frac{1-g^s}{0,5}\right)^{2/3} \text{ pour } g^s > 0,5 \quad 4.29$$

## 4.2. MODELE THERMIQUE

Les échanges thermiques dans les pièces coulées et le moule ont été décrits en considérant que le refroidissement du métal est pour l'essentiel commandé par le transfert de chaleur par conduction à travers le moule. Celui-ci est considéré comme un milieu semi-infini et en contact parfait avec le métal. La température du métal est supposée homogène à tout instant. La figure 4.2 montre le profil de température correspondant à ces hypothèses. Ce modèle simplifié est la base de l'approche de Chvorinov [78], il permet de calculer la fraction solidifiée dans la pièce en fonction du temps. On prévoit ainsi que le temps de solidification totale de la pièce est proportionnel au carré du rapport volume/surface, appelé module géométrique de la pièce.

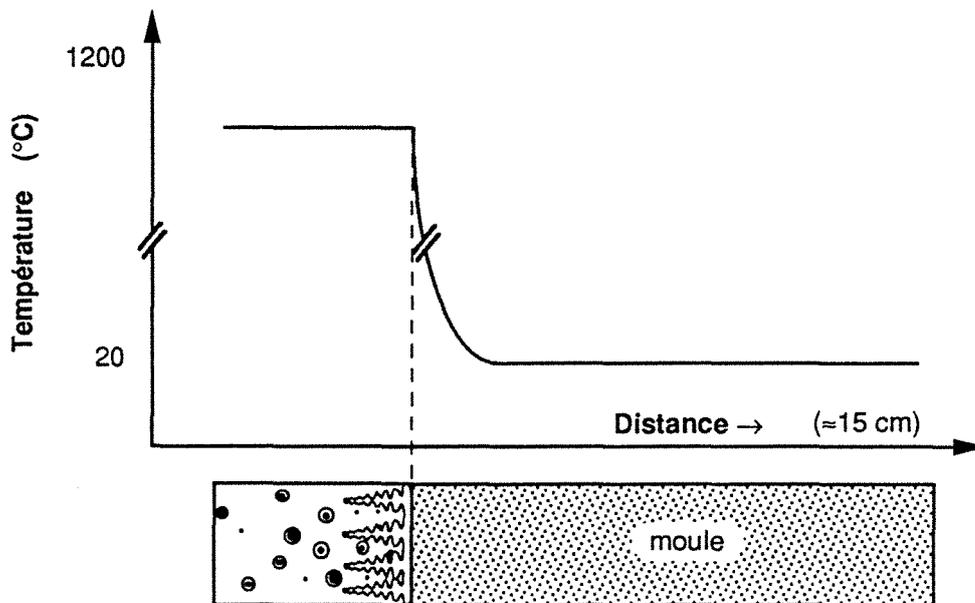


Figure 4.2 Schéma du profil de températures correspondant à un métal dont le refroidissement est contrôlé par le transfert de chaleur à travers le moule. La température du métal est homogène à tout instant.

Pour un milieu semi-infini dont la conductivité thermique, la masse volumique et la capacité calorifique ne sont pas fonction de la température, on trouve que le débit de chaleur à l'interface métal-moule (voir annexe H) s'écrit :

$$\dot{q} = \left(\frac{\Delta T_{mo}}{t}\right)^{1/2} (T - T_0) \cdot S \quad 4.30$$

avec :

$$(\Delta T_{mo})^{1/2} = \left(\frac{K_{mo} \cdot \rho_{mo} \cdot C_{p_{mo}}}{\pi}\right)^{1/2}$$

où  $T$  représente la température du métal (°C).  
 $T_0$  est la température initiale du moule (°C).  
 $S$  surface d'échange de chaleur entre le métal et le moule (m<sup>2</sup>).

|             |   |
|-------------|---|
| $K^{mo}$    | conductivité thermique moyenne du moule ( $J \cdot m^{-1} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-1}$ ) |
| $\rho^{mo}$ | masse volumique du moule ( $kg \cdot m^{-3}$ )  |
| $Cp^{mo}$   | capacité calorifique moyenne du moule. ( $J \cdot kg^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}$ )              |

La formule précédente a été déduite en considérant que la température du métal, c'est-à-dire la température à l'interface métal-moule, est constante dans le temps. On a toutefois utilisé cette expression pour caractériser le transfert de chaleur dans le sable, et l'on verra dans la suite qu'elle permet d'obtenir un calage thermique modèle-expérience acceptable.

#### 4.2.1. Cas des modèles de solidification A,B et C.

Pour le débit de chaleur dégagée par le métal en cours de refroidissement on peut écrire :

$$\dot{q} = - V^m \rho^m \left\{ [(Cp^s - Cp^l) \cdot g^s + Cp^l] \cdot \frac{dT}{dt} - \Delta H_f \cdot \frac{dg^s}{dt} \right\} \quad 4.31$$

|      |              |   |
|------|--------------|---|
| où : | $V^m$        | volume du métal dans le moule ( $m^3$ ).  |
|      | $\rho^m$     | masse volumique du métal ( $kg \cdot m^{-3}$ )                                  |
|      | $Cp^s$       | capacité calorifique du métal solide ( $J \cdot kg^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}$ )  |
|      | $Cp^l$       | capacité calorifique du métal liquide ( $J \cdot kg^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}$ ) |
|      | $\Delta H_f$ | enthalpie de fusion ( $J \cdot kg^{-1}$ )                                       |
|      | $g^s$        | fraction volumique du solide dans le métal                                      |

La conservation de l'enthalpie impose d'après les équations 4.30 et 4.31 :

|                                 |  |
|---------------------------------|--|
| terme correspondant<br>au moule | terme correspondant<br>à la chaleur latente<br>de transformation |
|---------------------------------|--|

$$\frac{dT}{dt} = - \frac{\left(\frac{\Delta T^{mo}}{t}\right)^{1/2} \cdot (T - T_0) \cdot S - V^m \cdot \rho^m \cdot \Delta H_f \cdot \frac{dg^s}{dt}}{V^m \rho^m [(Cp^s - Cp^l) \cdot g^s + Cp^l]} \quad 4.32$$

terme correspondant à la chaleur  
spécifique des phases

Cette équation a été discrétisée de façon explicite, c'est-à-dire que les valeurs des variables au temps  $t + \Delta t$  sont calculées à l'aide de leurs valeurs au temps  $t$ . La valeur de  $g^s$  et celle de  $\frac{dg^s}{dt}$  sont obtenues à l'aide des modèles de solidification. La valeur de  $\rho^m$  est tirée des valeurs de  $g^s$  et de  $(1 - g^s)$  ainsi que des valeurs de  $\rho^l$  et  $\rho^s$ .

#### 4.2.2. Cas des modèles de solidification D et E

La solution de l'équation 4.32 s'est avérée instable pour le cas des modèles D et E. Pour éviter cela on a "linéarisé" le terme source d'enthalpie,  $\frac{dg^s}{dt}$ , par rapport à la vitesse de refroidissement. D'après l'équation 4.20 on peut écrire :

$$\frac{dg^s}{dt} = X - Y \frac{dT}{dt} \quad 4.33$$

où X représente les termes dans les premières accolades et Y est le terme entre accolades facteur de la vitesse de refroidissement. En introduisant cette expression dans l'équation 4.31 :

$$\dot{q} = - V^m \rho^m \left\{ [(Cp^s - Cp^l) \cdot g^s + Cp^l + Y \Delta H_f] \frac{dT}{dt} - \Delta H_f X \right\} \quad 4.34$$

A partir de cette équation et l'expression 4.30 :

$$\frac{dT}{dt} = - \frac{\left(\frac{\Delta m^0}{t}\right)^{1/2} \cdot (T - T_0) \cdot S - V^m \cdot \rho^m \cdot \Delta H_f X}{V^m \rho^m [(C_p^s - C_p^l) \cdot g^s + C_p^l] + Y \Delta H_f} \quad 4.35$$

La résolution numérique de l'expression 4.35 a été également effectuée de manière explicite.

### 4.3. MODELE GLOBAL : ORGANIGRAMME DE CALCUL

Le schéma de la figure 4.3 représente l'organigramme du programme de base utilisé pour la simulation de la solidification des pièces coulées avec les cinq modèles de solidification. Le refroidissement du métal liquide est simulé tant que la température du métal est supérieure à la température eutectique de la fonte. Ensuite, on calcule le refroidissement du métal pendant sa solidification. Pour ce faire on utilise les modèles de solidification décrits au paragraphe 4.1. Dans l'organigramme on observe que la germination des cellules eutectiques n'est effectuée que s'il y a un gain de surfusion,  $\Delta T_{EG}$  ou  $\Delta T_I$  : à chaque gain de surfusion correspond un nombre  $N_V^m$  de cellules eutectiques de type m. On observe également que durant la solidification les lois de croissance sont appliquées aux cellules "eutectiques" à chaque pas de temps. Ces calculs sont effectués pour chaque type m de cellules eutectiques. De ces calculs résulte la nouvelle taille des sphères eutectiques avec laquelle on calcule, dans le cas des modèles A, B et C, la fraction solidifiée  $g^s$ , et dans le cas des modèles D et E, la fraction du graphite et celle de l'austénite que correspond aux coquilles. Ces dernières sont introduites dans les bilans de masse et carbone afin de déterminer la quantité d'austénite déposée hors eutectique. Lorsque la solidification est achevée, la simulation du refroidissement de la fonte est poursuivie jusqu'à ce que le métal atteigne une température de 900 °C.

### 4.4. DONNEES THERMOPHYSIQUES CONSIDEREES POUR LES CALCULS

Les paramètres physiques qui interviennent dans les équations 4.32 et 4.35 peuvent être classés en trois types :

- a).- Les paramètres intervenant dans la cinétique de solidification ( $dg^s/dt$ ), c'est-à-dire les paramètres physiques qui sont employés d'une part pour la détermination des valeurs des "constantes" de  $K^0$ ,  $K_G$  et  $K_\gamma$  des lois de croissance et d'autre part dans la loi de germination des cellules eutectiques : la température de l'eutectique gris, le coefficient de diffusion du carbone dans le métal solide, les concentrations qui correspondent à l'équilibre austénite-graphite et à l'équilibre austénite-liquide et la température du liquidus de graphite
- b).- D'autres caractéristiques thermophysiques des alliages Fe-C-Si qui interviennent dans la thermique du système : la capacité calorifique du métal solide et du métal liquide, la masse volumique du métal et la chaleur latente de solidification.

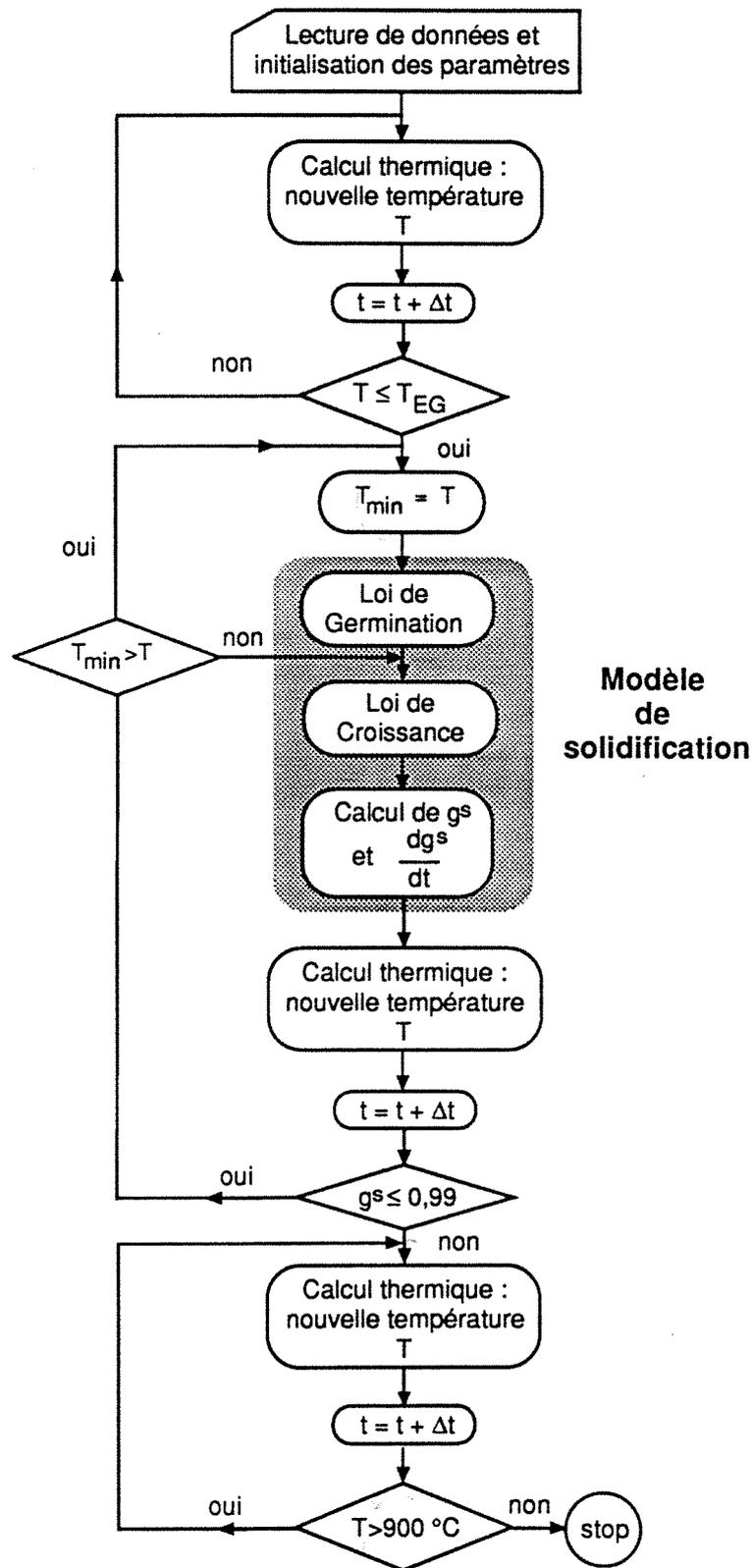


Figure 4.3 Organigramme du programme de simulation de la solidification de la fonte G.S.

c).- Les paramètres physiques qui interviennent dans le facteur :

$$\zeta = \frac{S}{\sqrt{m}} \cdot (\Delta m_0)^{1/2} \quad \text{J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-0,5} \quad 5.4$$

et qui concernent d'une part les propriétés physiques du moule, conductivité thermique moyenne, capacité calorifique moyenne et masse volumique, et d'autre part le module géométrique de la pièce  $V^m/S$ .

#### 4.4.1. Valeurs des paramètres de type a et b choisis pour les calculs

Les valeurs des paramètres de type a et b employées dans les calculs ont été choisies dans la bibliographie, elles sont reportées dans le tableau 4.2. La valeur de  $\zeta$  a été déterminée afin d'obtenir le meilleur ajustement expérience-simulation pour ce qui est du transfert thermique (voir sous-paragraphe suivant).

Tableau 4.2 Valeurs des différents paramètres physiques utilisées pour les simulations.

| Propriété physique | unités  | valeur                                   | limite de validité                     | référence |
|--------------------|---|--|--|-----------|
| $K^\circ$          | $\text{m}^2\cdot\text{C}^{-1}\text{s}^{-1}$     | $2,87\cdot 10^{-13}$                     |  |           |
| $K_g$              | $\text{m}^2\cdot\text{C}^{-1}\text{s}^{-1}$     | $2,91\cdot 10^{-14}$                     |  |           |
| $K_\gamma$         | $\text{m}^2\cdot\text{C}^{-1}\text{s}^{-1}$     | $3,69\cdot 10^{-13}$                     |  |           |
| $T_{EG}$           | $^\circ\text{C}$                                | $1154,6 + 0,065w_{Si}$                   |  | [73]      |
| $T^l/\gamma$       | $^\circ\text{C}$                                | $1569 - 0,973(w_c + \frac{w_{Si}}{4})$   |  | id.       |
| $T^l/g$            | $^\circ\text{C}$                                | $0,3891(w_c + \frac{w_{Si}}{3}) - 505,8$ |  | id.       |
| $C_p^s$            | $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{C}^{-1}$ | $533,47 + 133,4\cdot T$                  | $T < 662\text{ }^\circ\text{C}$        | [79]      |
|                    |   | $231,0 + 590,0\cdot T$                   | $662 < T < 803\text{ }^\circ\text{C}$  | id.       |
|                    |   | $593,9 + 138,0\cdot T$                   | $803 < T < 1100\text{ }^\circ\text{C}$ | id.       |
| $C_p^l$            | $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{C}^{-1}$ | $964,0 - 40,0\cdot T$                    | $1200 < T$                             | id.       |
| $\rho^g$           | $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$                   | 2200                                     |  | [2]       |
| $\rho^l$           | $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$                   | 6800                                     |  | id.       |
| $\rho^\gamma$      | $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$                   | 7000                                     |  | id.       |
| $\Delta H_f$       | $\text{J}\cdot\text{kg}$                        | 256000                                   |  | [80]      |

Les valeurs des constantes  $K^\circ$  et  $K_g$  des lois de croissance ont été tirées des données thermodynamiques du système Fe-C employées par Fredriksson et al. [60] avec un coefficient de diffusion de carbone dans l'austénite égal à  $9\cdot 10^{-11}\text{ m}^2\text{s}^{-1}$ . Le paramètre  $K_\gamma$  a été considéré égal à  $3,69\cdot 10^{-13}\text{ m}^2\cdot\text{C}^{-1}\text{s}^{-1}$ , cette valeur correspond aussi à un alliage binaire Fe-C et au précédent coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite.

Pour la température eutectique on a utilisé l'expression de  $T_{EG}$ , en fonction de  $w_{Si}$ , proposée par Heine [73] laquelle s'est avérée la plus proche de nos résultats expérimentaux concernant la détermination de  $T_{EG}$  pour une des fontes coulées (voir chapitre II). Par suite de ce choix on a utilisé les expressions des liquidus de l'austénite et liquidus du graphite employées par Heine pour la détermination de l'expression de  $T_{EG}$

Tableau 4.3. Valeurs de la chaleur de solidification de la fonte grise et de la fonte blanche trouvées dans la bibliographie.

| référence                | $\Delta H_f$<br>J/g | type de fonte<br>composition  | méthode   |
|--------------------------|---------------------|---|---|
| Wittmoser et Schade [81] | 272                 | fonte G.L ou G.S (0,05%Mg)<br>(3,5%C,2,5%Si, 0,3%Mn,<br>0,02%P, 0,02%S) | Calorimétrique  |
|                          | 293                 | fonte blanche (4,2%C, 0,05%Si,<br>0,3%Mn, 0,02%P, 0,02%S)               | idem  |
| Hillert [82]             | 178                 | fonte grise   | Diagramme<br>d'équilibre  |
|                          | 183                 | fonte blanche   |   |
| Angus [83]               | 209,2-230,12        | 2,5-3,5%C ; 1,5-2,5%Si  |   |
|                          | 246,8               | fonte blanche   |   |
|                          | 195                 | fonte blanche, haute teneur en C  |   |
| Ekpoom [31]              | 234,3               | 4,03%C ; 1,36%Si  | Differential Heat<br>Analysis (DHA)                               |
| Chen [26]                | 203-272             | hypereutectique<br>G.S.   | Computer-Aided<br>Differential Heat<br>Thermal Analysis<br>CA-DTA |
| Lacaze [80]              | 256                 | fonte grise   | Diagramme<br>d'équilibre  |

Les capacités calorifiques du métal liquide et solide sont celles sélectionnées par Pehlke et alii [79]. Ces expressions correspondent à une fonte hypereutectique de composition 4%C, 2,4%Si et 0,063%Mg. Les expressions de la capacité calorifique de la fonte liquide (pour  $T > 1200^\circ\text{C}$ ) et de celle de la fonte solide (pour  $803^\circ\text{C} < T < 1100^\circ\text{C}$ ) ont été extrapolées dans l'intervalle de température entre  $1200^\circ\text{C}$  et  $1100^\circ\text{C}$ .

Le tableau 4.3 présente les différentes valeurs de  $\Delta H_f$  trouvées dans la bibliographie. Les différences entre ces valeurs sont remarquables par leur amplitude. On note que les valeurs proposées par Ekpoom et par Chen ont été obtenues à l'aide d'une méthode basée sur l'application du principe de l'analyse thermique différentielle "ATD" à des courbes de refroidissement d'analyse thermique simple. A la différence de l'ATD, la courbe de refroidissement du corps de référence n'est pas mesurée mais calculée. Dans le cas des travaux de Ekpoom et Chen, le refroidissement de la pièce est approché en considérant une loi Newtonienne. L'écart entre la dérivée des courbes simulées et expérimentales peut être traduit en chaleur de solidification. Les différentes approximations nécessaires au calcul et le fait que la valeur de la chaleur de solidification calculée est proportionnelle à la valeur prise pour la capacité calorifique des fontes conduit à des valeurs de  $\Delta H_f$  qui doivent être considérées comme approximatives. La valeur de  $\Delta H_f$  de Lacaze [80] a été obtenue par calcul à l'aide de la banque THERMO-CALC [84], en considérant les données sélectionnées par GUSTAFSSON [85] pour l'eutectique binaire Fe-C.

Compte tenu des différences et des incertitudes dans les valeurs expérimentales de  $\Delta H_f$  proposées dans la littérature, on a choisi pour les simulations la valeur de  $\Delta H_f$  de Lacaze obtenue par calcul thermodynamique.

#### 4.4.2. Détermination des valeurs du facteur $\zeta$ et de la température initiale $T_d$ .

Les valeurs de  $\zeta$  et de la température de démarrage des calculs " $T_d$ " ont été utilisées comme paramètres d'ajustement du modèle thermique. Ces valeurs ont été déterminées afin d'obtenir un bon accord simulation-expérience durant le refroidissement du métal avant et après la réaction de solidification. On a aussi cherché à obtenir un bon ajustement expérience-simulation en ce qui concerne la longueur du palier de solidification. Cependant, on a constaté que le modèle thermique employé ne permet pas d'obtenir en même temps un accord sur le temps de solidification et sur les vitesses de refroidissement du métal avant et après la réaction de solidification. Toutefois, un léger désaccord sur la longueur du palier de solidification n'a pas de conséquence importante sur les prédictions structurales puisqu'elles dépendent pour l'essentiel du refroidissement du métal avant la réaction de solidification. On a donc préféré travailler sur les vitesses de refroidissement.

On a utilisé comme paramètre de comparaison simulation-expérience la valeur de la vitesse de refroidissement à 1000 °C, " $V_s^*$ ". La vitesse de refroidissement à 1200 °C,  $V_1^*$ , n'a pas été employée parce que sa détermination est peu précise, comme cela a été vu au chapitre II. Toutefois,  $V_s^*$  et  $V_1^*$  sont expérimentalement équivalentes puisque  $V_s^* \propto V_1^*$  (voir § 3.5.1.). Par ailleurs on rappelle que les températures de fin de solidification déterminées expérimentalement sont au-dessus de 1000 °C et que cette température reste proche du palier de solidification. De ce fait les valeurs expérimentales de  $V_s^*$  n'incluent le déroulement d'aucun phénomène de solidification. Pour ce qui concerne la longueur des courbes de refroidissement, on a utilisé comme paramètre de comparaison simulation-expérience la valeur de  $\Delta t_s^*$ , temps écoulé entre le remplissage des empreintes et le moment où le métal atteint 1000°C. Cette grandeur a été choisie afin de caractériser tout le déroulement du refroidissement du métal.

##### 4.4.2.1. Effet du taux d'inoculation sur les valeurs de $V_s^*$ et $\Delta t_s^*$

Dans des calculs préliminaires effectués en utilisant le modèle de solidification A, on a observé que pour des valeurs fixes de  $\zeta$  et de  $T_d$  les valeurs de  $V_s^*$  et de  $\Delta t_s^*$  des courbes simulées sont un peu dépendantes du "taux d'inoculation" employé pour le calcul, bien que ce paramètre n'ait pas d'influence sur les valeurs de  $V_1^*$ .

La figure 4.4 illustre cet effet du taux d'inoculation sur l'allure des courbes de refroidissement simulées. Ces courbes ont été obtenues en utilisant des valeurs extrêmes du coefficient  $A_1$  de la loi de germination ;  $3,5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3}\text{°C}$  (fonte bien inoculée) et  $5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-3}\text{°C}$  (fonte non inoculée). Sur cette figure on peut constater que l'allure de ces deux courbes est la même durant le refroidissement du métal liquide. Elles diffèrent dans la hauteur du palier et après l'achèvement de celui-ci. Comme on le verra plus loin, la hauteur du palier dépend essentiellement du taux d'inoculation et de la vitesse de refroidissement. La valeur de  $V_s^*$  de la courbe A qui correspond à la fonte bien inoculée est d'environ 1% plus importante que celle de la courbe 2 qui correspond à la fonte non inoculée. En revanche la valeur de  $\Delta t_s^*$  de la courbe 2 est  $\approx$  2% supérieur à celle de la courbe 1. Ces différences dans  $V_s^*$  et  $\Delta t_s^*$  sont accrues quand la vitesse de refroidissement augmente. Pour des vitesses de refroidissement de l'ordre de celles des cylindres  $\varnothing 9$ , la valeur de  $V_s^*$  de la courbe d'une pièce bien inoculée est  $\approx$  6 % plus importante que la valeur de  $V_s^*$  qui correspond à la pièce non inoculée.

La valeur de  $\Delta t_s^*$  de la pièce non inoculée est de 12%, élevée que celle de la pièce inoculée.

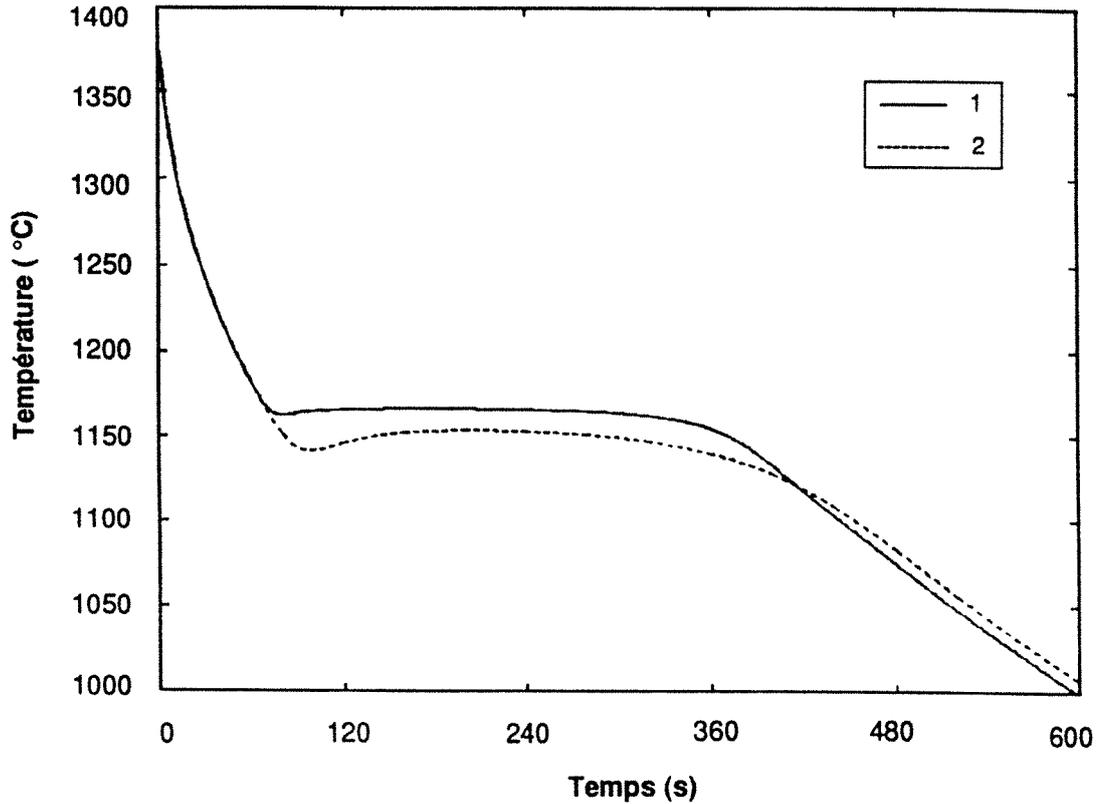


Figure 4.4 Effet de la loi de solidification sur l'allure des courbes de refroidissement simulées.

- 1.- Courbe de refroidissement de référence. Elle a été obtenue en considérant une température de démarrage de calcul "T<sub>d</sub>" égale à 1400 °C, la loi de germination étant égale à:  $N_V = 3,3 \cdot 10^{12} \Delta T_{EG} \text{ m}^{-3}$  (fonte bien inoculée). Comme loi de croissance on a considéré celle du modèle A. La valeur de  $\zeta$  considérée est égale à  $70664 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-0,5}$ . Dans ces conditions de calcul, on obtient  $N_V^{**} = 26423 \text{ mm}^{-3}$  et  $V_S^* = -0,575 \text{ °C} \cdot \text{s}^{-1}$ .
- 2.- Courbe obtenue en considérant une loi de germination égale à  $5 \cdot 10^{11} \Delta T_{EG} \text{ m}^{-3}$  (fonte faiblement inoculée). On observe que la valeur de  $T_{\min}$  est plus faible que celle de la courbe de référence. Dans ces conditions de calcul, on obtient:  $N_V^{**} = 2835 \text{ mm}^{-3}$  et  $V_{SS}^* = -0,568 \text{ °C} \cdot \text{s}^{-1}$ .

On peut penser que, toutes choses égales par ailleurs, l'effet du taux d'inoculation sur les valeurs de  $V_S^*$  et  $\Delta t_S^*$  des courbes simulées est associé à la hauteur du palier de solidification : au fur et à mesure que cette hauteur augmente, la valeur de  $V_S^*$  augmente et celle de  $\Delta t_S^*$  diminue. Cette dépendance entre les paramètres  $V_S^*$  et  $\Delta t_S^*$  et la hauteur du palier montre qu'une démarche d'ajustement thermique en utilisant ces grandeurs n'est pas complètement indépendante du modèle de solidification. Cela est particulièrement vrai pour les petits cylindres ( $\varnothing 16$  et  $\varnothing 9$ ) où la vitesse de refroidissement est importante. Dans le cas des cylindres  $\varnothing 62$ , l'influence de la hauteur du palier sur  $V_S^*$  et  $\Delta t_S^*$  est plutôt faible de sorte que le calage thermique effectué à l'aide de ces paramètres peut être considéré à peu près indépendant du modèle de solidification.

#### 4.4.2.2. Effet de $\zeta$ et de $T_d$ sur les valeurs de $V_s^*$ et de $\Delta t_s^*$

##### •Cylindres Ø62

Pour déterminer le couple de valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  qui approche le mieux la thermique des courbes expérimentales des cylindres Ø62, on a fait une étude de sensibilité des résultats des calculs aux valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$ . Pour cela on a utilisé le modèle de solidification A où le coefficient  $A_1$  de la lois de germination est égal à  $10^{12} \text{ m}^{-3}\text{°C}$ . Avec les résultats de ces calculs on a construit l'abaque présenté dans la figure 4.5, dans lequel on a porté  $V_s^*$  en fonction de  $(\Delta t_s^*)^{-0,5}$ . L'effet des valeurs de  $T_d$  et  $\zeta$  sur  $V_s^*$  et  $\Delta t_s^*$  peut être observé sur cet abaque. Pour une valeur de  $\zeta$  fixée, la valeur absolue de  $V_s^*$  diminue et celle de  $\Delta t_s^*$  augmente quand  $T_d$  augmente. La même tendance est observée lorsque  $\zeta$  diminue à température de démarrage de calcul constante.

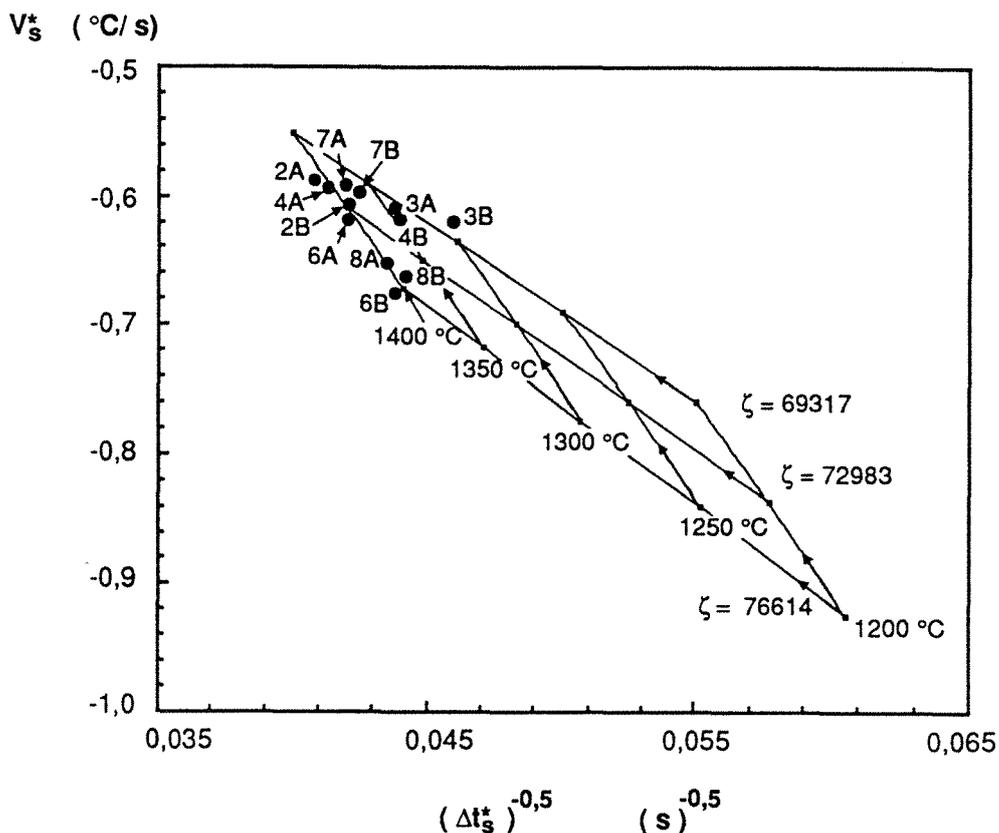


Figure 4.5 Abaque de la vitesse de refroidissement à  $1000 \text{ °C}$   $V_s^*$  en fonction du temps écoulé pour atteindre cette température  $(\Delta t_s^*)^{-1/2}$ . Les valeurs de  $V_s^*$  et de  $\Delta t_s^*$  ont été obtenues sur des courbes simulées pour différentes valeurs de  $\zeta$  et de la température de démarrage des calculs. La valeur de  $\zeta$  est dans la gamme des valeurs qui correspondent au cylindre Ø62. Les petites ronds noirs correspondent aux points expérimentaux de Ø62.

Sur l'abaque 4.5 on a également reporté les valeurs expérimentales de  $V_s^*$  et de  $\Delta t_s^*$  qui correspondent aux cylindres Ø62. Sur cet abaque on observe qu'il y a un bon accord entre les valeurs de  $T_d$  et celles de la température de coulée de pièces (voir tableau 2.1 au chapitre 11) : le point de la pièce 2A coulée à  $1450 \text{ °C}$  se place à gauche de la courbe calculée pour  $T_d$  égale à  $1400 \text{ °C}$ , sur cette courbe se situent les points expérimentaux des pièces 4A, 2B, 8A et 6A qui ont été coulées à  $1400 \text{ °C}$ , le point de la pièce 7A coulée à  $1370 \text{ °C}$  est entre la courbe où  $T_d$  est égale à  $1400 \text{ °C}$  et celle où  $T_d = 1350 \text{ °C}$ , sur cette dernière sont placés les points des pièces 3A et 4B coulées à  $1350 \text{ °C}$ , enfin

le point de la pièce 3B, coulée à une température de 1300 °C, est près de la courbe calculée avec  $T_d$  égale à 1300 °C. Les pièces 7B, 8B et 6B coulées respectivement à 1350 °C, 1360 °C et 1370 °C représentent des exceptions à la corrélation trouvée entre  $T_d$  et la température de coulée.

La figure 4.6 illustre la concordance trouvée entre la courbe de refroidissement expérimentale de la pièce 3A1 et la courbe simulée avec le modèle de solidification A et en utilisant les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  déterminées à l'aide de l'abaque de la figure 4.5. On constate que l'étape de refroidissement expérimentale du métal liquide est assez bien approchée par la courbe simulée, de même que le refroidissement après la réaction de solidification. Dans la figure 4.6 on observe que le palier de solidification est plus court que celui observé expérimentalement. C'est la tendance dans le cas des cylindres Ø62, c'est le contraire pour les autres cylindres pour lesquels la longueur du palier simulé est plus grande. Cette sensibilité au diamètre indique que le désaccord ne peut pas être attribué ni à un mauvais choix de la valeur de la chaleur de solidification, ni à la modélisation de l'empiétement des cellules durant la solidification.

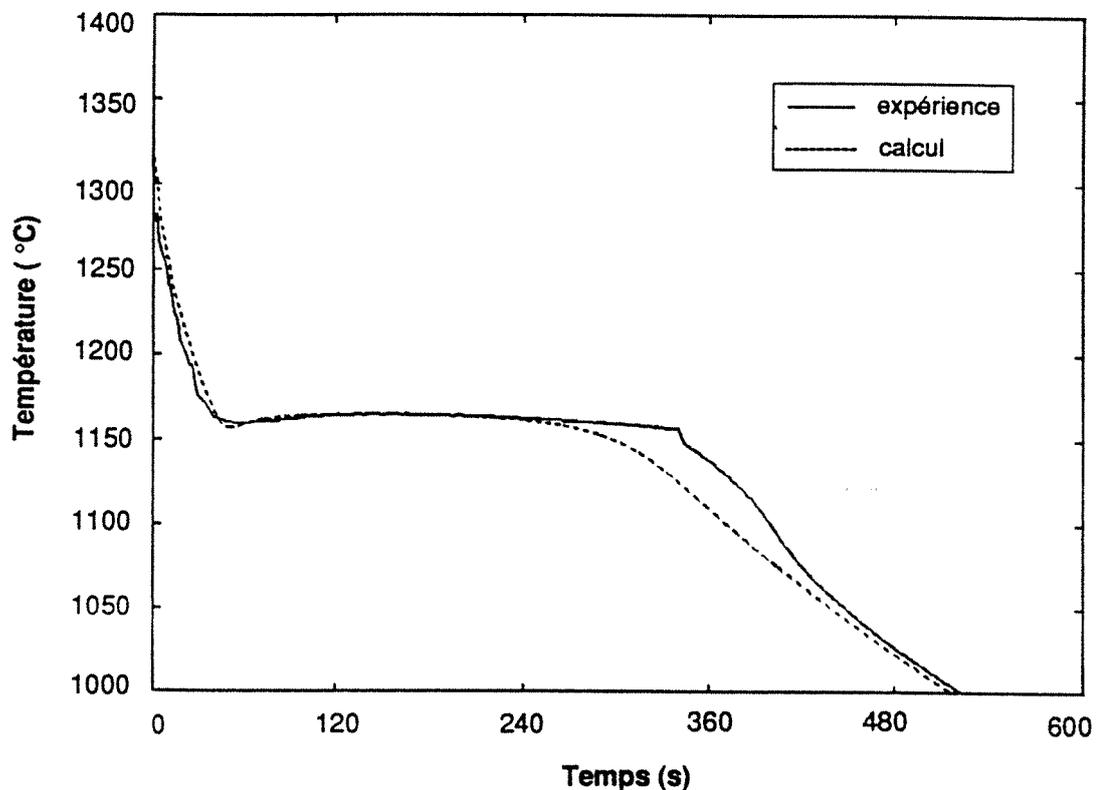


Figure 4.6 Courbe de refroidissement expérimentale de la pièce 3A1 et courbe simulée en considérant les valeurs de  $\zeta$  ( $69984 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{°C}^{-1}\cdot\text{s}^{-0,5}$ ) et de  $T_d$  (1340 °C) déterminées pour cette pièce à l'aide de l'abaque de la figure 4.5.

#### •Cylindres Ø32

Les cylindres Ø32 présentent un cas spécial qui doit être considéré à part. En effet, comme on l'a vu au chapitre II les courbes de refroidissement des cylindres Ø32 et Ø62 se superposent pendant le refroidissement du métal liquide. De ce fait on peut penser que le couple des valeurs de  $T_d$  et  $\zeta$  qui

permet de mieux approcher le refroidissement avant solidification des cylindres Ø32 est à peu près semblable à celui qui correspond au cylindres Ø62. Il est clair que ces valeurs de  $T_d$  et  $\zeta$  entraîneront des valeurs calculées de  $\Delta t_s^*$  trop importantes par rapport à l'expérience.

#### •Cylindres Ø16

Dans le cas des cylindres Ø16, on a appliqué la même démarche que pour les cylindres Ø62 en utilisant le même modèle de solidification. Du fait que les paramètres  $V_s^*$  et  $\Delta t_s^*$  sont influencés par la hauteur du palier de solidification des courbes simulées, les résultats de ces calculs n'ont été utilisés que pour préciser l'ordre de valeur de  $\zeta$  et de  $T_d$  qui correspond aux courbes expérimentales des cylindres Ø16. Le choix des valeurs définitives de ces grandeurs a été effectué par comparaison de l'allure, avant solidification, des courbes simulées avec celle des courbes expérimentales. Les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  ainsi déterminées n'impliquent pas donc l'effet de la hauteur du palier de solidification sur  $V_s^*$  et  $\Delta t_s^*$ .

Dans l'abaque  $V_s^* - (\Delta t_s^*)^{-0,5}$  de la figure 4.7 sont représentés les résultats des calculs réalisés pour les cylindres Ø16, ainsi que les points expérimentaux concernant ces cylindres. La concordance avec l'expérience des courbes simulées pour les cylindres Ø16 à l'aide de couples de valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  déterminés sur cet abaque est moins satisfaisant que pour le cas des cylindres Ø62.

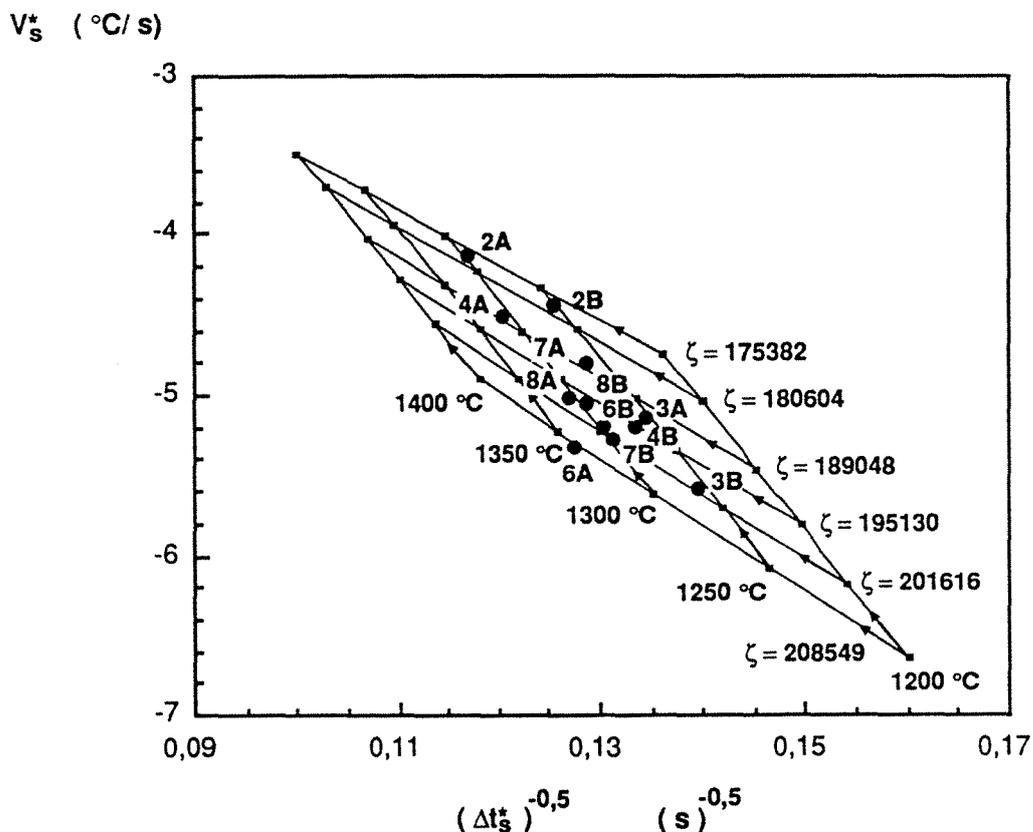


Figure 4.7 Abaque de la vitesse de refroidissement à 1000 °C  $V_s^*$  en fonction du temps écoulé pour atteindre cette température  $(\Delta t_s^*)^{-1/2}$ . Les valeurs de ces paramètres correspondent aux courbes simulées obtenues en faisant varier la valeur de  $\zeta$  et celle de la température de démarrage des calculs. La valeur de  $\zeta$  est dans la gamme des valeurs qui correspondent au cylindre Ø16. Les petits ronds noirs correspondent aux points expérimentaux relevés sur Ø16.

Sur la figure 4.8 on a reporté la courbe expérimentale (repère 1) du cylindre 3A3 ainsi que les courbes obtenues par le calcul en utilisant différents couples de  $\zeta$  et  $T_d$  qui permettent d'obtenir une même valeur de  $V_s^*$ . Les courbes simulées ont été décalées dans le temps de manière à les faire

passer par la température maximale de la courbe expérimentale (1227 °C). La courbe 2 a été obtenue en utilisant le couple de valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  déterminé à l'aide de l'abaque de la figure 4.7. On constate que le refroidissement du métal liquide est plus rapide sur la courbe simulée que sur la courbe expérimentale. Le refroidissement est mieux décrit lorsque l'on considère des valeurs de  $T_d$  plus importantes ; 1350 °C, 1400 °C et 1450 °C. La courbe qui correspond au calcul effectué avec  $T_d = 1400$  °C reproduit très bien le refroidissement du métal liquide jusqu'à la température eutectique de la fonte ( $\approx 1170$ °C), au-dessous de laquelle le refroidissement se ralentit à cause de la réaction de solidification. Par ailleurs, l'augmentation de la valeur de  $T_d$  entraîne une augmentation de la valeur de  $\Delta t_s^*$  comme cela peut être observé dans les différentes courbes de la figure 4.8 et constaté sur l'abaque de la figure 4.7. A l'aide de celui-ci on vérifie qu'avec le modèle thermique employé il n'est pas possible d'obtenir une concordance simulation-expérience sur l'allure des courbes de refroidissement avant et après solidification en même temps que sur la longueur du palier de solidification.

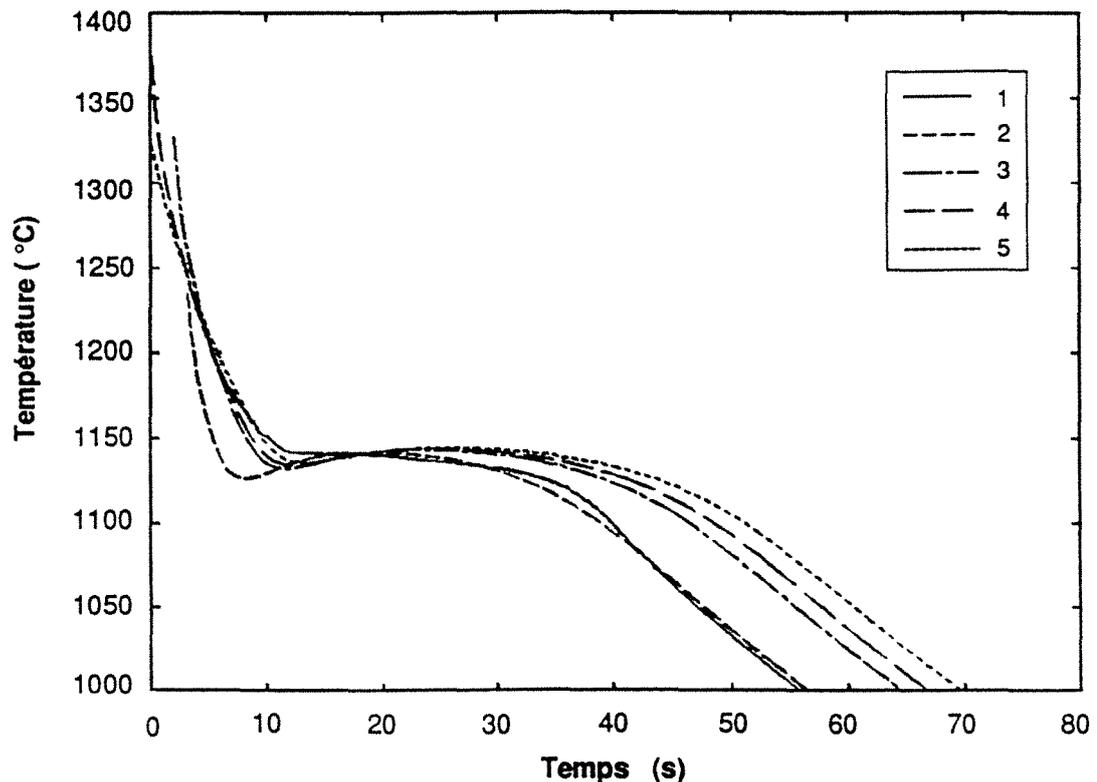


Figure 4.8 Effet de  $T_d$  et  $\zeta$  sur l'allure des courbes de refroidissement. La courbe 1 est la courbe expérimentale de la pièce 3A3. Les courbes 2, 3, 4 et 5 ont été calculées en considérant la loi de solidification de référence; elles diffèrent par les valeurs des couples  $\zeta$  et  $T_d$  utilisés pour obtenir une valeur de  $V_s^*$  égale à celle de la courbe expérimentale ( $-5.15$  °C·s<sup>-1</sup>). Pour faciliter la comparaison en ce qui concerne la vitesse de refroidissement du métal liquide, les différentes courbes calculées ont été décalées de manière à les faire passer par la température maximale relevée sur la courbe de refroidissement expérimentale. La courbe 2 a été simulée en considérant le couple de valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  déterminées à l'aide de l'abaque de la figure 4.7:  $T_d = 1255$  °C,  $\zeta = 192040$  J·m<sup>-3</sup>·°C<sup>-1</sup>·s<sup>-0,5</sup>. La courbe 3 a été calculée avec  $T_d = 1350$  °C et  $\zeta = 206185$  J·m<sup>-3</sup>·°C<sup>-1</sup>·s<sup>-0,5</sup>. La courbe 4 a été calculée avec  $T_d = 1400$  °C,  $\zeta = 213441$  J·m<sup>-3</sup>·°C<sup>-1</sup>·s<sup>-0,5</sup>. Enfin la courbe 5 a été obtenue avec  $T_d = 1450$  °C et  $\zeta = 219227$  J·m<sup>-3</sup>·°C<sup>-1</sup>·s<sup>-0,5</sup>.

Si l'on considère comme référence le calcul fait avec  $T_d = 1400$  °C, on peut estimer l'erreur commise sur le nombre  $N_V^{**}$  calculé en considérant  $T_d$  égale à la température de coulée  $T_c$ . La valeur

$N_V^{**}$  correspond au nombre de cellules eutectiques prédit par le calcul avant la recalescence. Cette notation sera retenue par la suite pour les discussions. Lorsque  $T_d = 1400^\circ\text{C}$ ,  $N_V^{**}$  est égal à  $36477 \text{ mm}^{-3}$  tandis que dans le cas où  $T_d = T_c$  ( $1350^\circ\text{C}$ ) on obtient  $N_V^{**} = 38260 \text{ mm}^{-3}$ . La différence est de l'ordre de grandeur de l'imprécision "statistique" sur la détermination expérimentale de  $N_V^{**}$ . En effet, l'erreur type sur la valeur de  $N_V^{**}$  a été estimée à 3%, et donc si l'on considère un intervalle de confiance de 90%, la précision qui peut être attribuée à  $N_V^{**}$  est  $\pm 6\%$ . La considération  $T_d = T_c$  peut être jugée assez bonne pour approcher le modèle thermique au refroidissement du métal avant la réaction de solidification : en faisant  $T_d = T_c$ , la valeur de  $\zeta$  peut être facilement obtenue à l'aide des abaques  $V_S^* (\Delta t_S^*)^{-0,5}$ .

#### •Cylindres Ø9

Une démarche semblable à celle appliquée pour les cylindres Ø32 a été utilisée pour les cylindres Ø9. Dans ce cas, le modèle de solidification A avec une loi de germination où  $A_1 = 10^{12} \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \text{ m}^{-3}$  prévoit des températures de fin de solidification au dessous de  $1000^\circ\text{C}$ . Les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  obtenues par le calcul incluent ainsi un effet du déroulement de la solidification qui n'est pas présente dans les valeurs expérimentales de ces paramètres. Par suite on peut penser que les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  obtenues à l'aide d'un abaque comme celui de la figure 4.7 sont moins précises que dans le cas des cylindres Ø16. Toutefois, afin de déterminer l'ordre de valeur de  $\zeta$  et de  $T_d$  pour les cylindres Ø9 on a fait une série de calculs pour réaliser un abaque du type  $V_S^* (\Delta t_S^*)^{-0,5}$ . Celui-ci a permis de constater que le modèle thermique employé ne permet pas d'obtenir un accord simultané sur le temps de solidification et sur les vitesses de refroidissement du métal avant et après la réaction de solidification, comme cela a été aussi le cas des cylindres Ø62 et Ø16. Par comparaison de l'allure des courbes de refroidissement du métal liquide simulées avec celles des courbes expérimentales des pièces 2B et 3A, on a pu constater que l'emploi de la température de coulée comme valeur de  $T_d$  permet une concordance simulation-expérience raisonnablement bonne. La valeur de  $T_d$  pour les cylindres Ø9 a été donc considérée égale à la température de coulée.

#### 4.4.2.3. Valeurs de $\zeta$ et de $T_d$ retenues pour des calculs ultérieurs

Pour les cylindres Ø62, les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  retenues pour la simulation ont été celles obtenues à l'aide de l'abaque de la figure 4.5. Ces valeurs sont données dans le tableau 4.4.

Tableau 4.4 Valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  déterminées pour les cylindres Ø62 à l'aide de l'abaque de la figure 4.5.

| cylindre | $\zeta$<br>$\text{J}\cdot\text{m}^{-3}$<br>$^\circ\text{C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ | $T_c$<br>$^\circ\text{C}$ | cylindre | $\zeta$<br>$\text{J}\cdot\text{m}^{-3}$<br>$^\circ\text{C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ | $T_d$<br>$^\circ\text{C}$ |
|----------|---|---------------------------|----------|---|---------------------------|
| 2A1      | 72063   | 1420                      | 2B1      | 72783   | 1400                      |
| 3A1      | 69984   | 1340                      | 3B1      | 68022   | 1300                      |
| 4A1      | 71708   | 1400                      | 4B1      | 70939   | 1350                      |
| 6A1      | 73444   | 1400                      | 6B1      | 76700   | 1400                      |
| 7A1      | 70664   | 1380                      | 7B1      | 70664   | 1350                      |
| 8A1      | 75816   | 1400                      | 8B1      | 75816   | 1380                      |

Pour les cylindres Ø16 et Ø9 on a utilisé comme valeur de  $T_d$ , les valeurs de température de coulée. Du fait que les valeurs de  $\zeta$  déterminées pour ces cylindres à l'aide des abaques  $V_S^* (\Delta t_S^*)^{-0,5}$

ne sont pas très précises on a considéré comme référence les valeurs de  $\zeta$  obtenues pour les cylindres des pièces 2B et 3A. Les températures de coulées de ces pièces (respectivement, 1400 °C et 1350 °C) représentent les limites de l'intervalle de température à laquelle la plupart des pièces ont été coulées. Les valeurs de  $\zeta$  qui correspondent aux cylindres Ø16 et Ø9 des pièces 2B et 3A sont reportées dans le tableau 4.5.

A titre illustratif, on a reporté dans le tableau 4.6 l'ordre de valeur  $\zeta$  obtenues pour les différents cylindres en considérant les abaques  $V_S^* (\Delta t_S^*)^{-0,5}$  et  $T_d$  égale à la température de coulée. Les valeurs présentées pour le cylindre Ø32 correspondent au cas où il n'y aurait pas de superposition entre les courbes pendant le refroidissement du métal liquide des cylindres Ø62 et Ø32.

Tableau 4.5 Valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  déterminées pour les cylindres Ø16 et Ø9 des pièces 3A et 2B à l'aide des abaques  $V_S^* (\Delta t_S^*)^{-0,5}$  et par comparaison simulation-expérience des allures de courbes de refroidissement avant solidification.

| cylindre | $\zeta$<br>$J \cdot m^{-3}$<br>$^{\circ}C^{-1} s^{-0,5}$ | $T_c$<br>$^{\circ}C$ | cylindre | $\zeta$<br>$J \cdot m^{-3}$<br>$^{\circ}C^{-1} s^{-0,5}$ | $T_d$<br>$^{\circ}C$ |
|----------|--|----------------------|----------|--|----------------------|
| 3A3      | 213441   | 1350                 | 2B3      | 196712   | 1400                 |
| 3A4      | 404350   | 1350                 | 2B4      | 404352   | 1400                 |

Tableau 4.6. Moyenne et intervalles de variation du paramètre  $\zeta$  pour les différents cylindres des pièces coulées.

| $\emptyset$ | $\zeta$ ( $J \cdot m^{-3} \cdot ^{\circ}C^{-1} \cdot s^{-0,5}$ ) | $\bar{\zeta}$ ( $J \cdot m^{-3} \cdot ^{\circ}C^{-1} \cdot s^{-0,5}$ ) |
|-------------|--|--|
| 62 mm       | 69320-76610  | 72965  |
| 32 mm       | 94035-97045  | 95540  |
| 16 mm       | 189048-213441  | 201224   |
| 9 mm        | 363900-446500  | 405200   |

#### 4.4.3 Estimation de la valeur du module géométrique "effectif" des cylindres

Les valeurs de  $\zeta$  dépendent d'une part de la valeur du module géométrique effectif des cylindres  $V^m/S$  et d'autre part des propriétés physiques du moule : conductivité thermique moyenne  $K^{mo}$ , capacité calorifique moyenne  $Cp^{mo}$  et masse volumique moyenne  $\rho^{mo}$ . Pour vérifier si la gamme des valeurs de  $\zeta$  déterminées pour les différents cylindres correspond bien aux valeurs que l'on peut trouver pour les paramètres thermophysiques du moule  $K^{mo}$ ,  $Cp^{mo}$  et  $\rho^{mo}$  et à la valeur du module géométrique des cylindres, on a comparé les courbes expérimentales de l'évolution de température dans le sable avec celles simulées. Les courbes expérimentales correspondent aux températures enregistrées par trois thermocouples placés à demi-hauteur du cylindre Ø62 et à différentes distances de l'interface moule-métal : 5 mm, 10 mm et 20 mm. Les courbes simulées ont été obtenues à l'aide de l'équation (voir annexe H) :

$$T = T_0 + (T - T_0) \operatorname{erfc} \left( \frac{x}{2\sqrt{\alpha t}} \right) \quad 4.36$$

avec :

$$\alpha^{mo} = \frac{K^{mo}}{C_p^{mo} \cdot \rho^{mo}} \quad 4.37$$

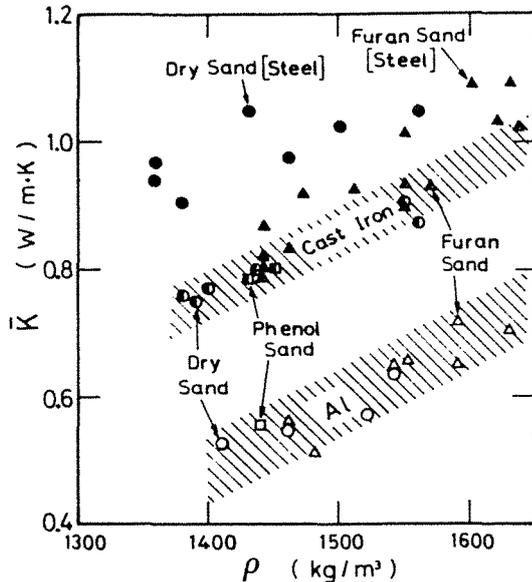


Figure 4.9. Valeurs de  $K^{mo}$  ( $\bar{K}$  sur la figure) en fonction de la densité  $\rho^{mo}$  ( $\rho$  sur la figure). Dans le moule type Alphaset on emploie une résine du type phénolitique [87]: selon cette figure, la masse volumique du moule est d'environ  $1450 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  et  $K^{mo}$  est égale à  $\approx 0,8 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$  (d'après Kubo et Pehlke 86)).

où  $\alpha^{mo}$  représente la diffusivité thermique moyenne du moule ( $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ). Pour ces calculs on a considéré, comme cela a été proposé par Kubo et al., que la valeur du  $C_p^{mo}$  est égale à celle de la silice à la température du palier de solidification ( $\approx 1160^\circ\text{C}$ ), soit  $C_p^{mo} = 1193 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{C}^{-1}$  (1). La figure 4.9, d'après Kubo et Pehlke [86] permet d'estimer la valeur de  $K^{mo}$  en fonction de la valeur de la masse volumique  $\rho^{mo}$ . Dans le cadre de ces expériences, le sable a été lié avec une résine phénolitique, et le couple des valeurs de  $K^{mo}$  et  $\rho^{mo}$  que l'on peut estimer à l'aide de la figure 4.9 est :  $K^{mo} = 0,8 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $\rho^{mo} = 1450 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ . Ces valeurs sont par la suite prises comme référence.

Sur la figure 4.10, on a reporté les courbes expérimentales d'échauffement du moule qui correspondent à la pièce 3B1. On y a reporté aussi la courbe obtenue par le calcul, en considérant les valeurs de  $K^{mo}$ ,  $\rho^{mo}$  et  $C_p^{mo}$  de référence, et les courbes obtenues en faisant varier la valeur de  $K^{mo}$  :  $0,85$  et  $0,9 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$ . Dans tous les cas, la valeur du rapport  $V^m/S$  a été ajustée de manière à obtenir toujours une valeur de  $\zeta$  égale à  $68305 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-0,5}$ , de sorte que les changements de la valeur de  $\alpha^{mo}$  n'aient pas de conséquences sur l'allure de la courbe de refroidissement du métal. Sur la figure 4.10 on observe que la courbe expérimentale qui correspond à  $x = 5 \text{ mm}$  est mieux approchée par la courbe simulée avec  $K^{mo} = 0,9 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-0,5}\cdot\text{C}^{-1}$ , alors que dans le cas où  $x = 20 \text{ mm}$ , la courbe simulée avec  $K^{mo} = 0,8 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{C}^{-1}$  est plus proche de la courbe expérimentale. On remarque que dans le cas du modèle thermique employé, l'égalité des courbes d'échauffement du moule n'est pas un critère suffisant pour le choix des valeurs de  $K^{mo}$  et  $\rho^{mo}$  les plus représentatives du moule. En effet, on obtiendra une même évolution de la température dans le moule avec toutes les valeurs possible de  $K^{mo}$  et  $\rho^{mo}$  qui permettent d'obtenir une valeur de  $\alpha^{mo}$  donnée. Ceci est illustré par les courbes 2 et 3 qui se superposent. Ces courbes ont été calculées avec différents valeurs de  $K^{mo}$  et  $\rho^{mo}$  qui donnent des

<sup>1</sup> Valeur tirée de l'expression du  $C_p$  pour le silice  $C_p(\text{Si}) = 1 + 1,35 \cdot 10^{-4} T \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  (Kubaschewski [87] cité par Kubo et al. [85])

valeurs de diffusivité très semblables : dans le cas de la courbe 2,  $\alpha^{\text{mo}} = 4,914 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  avec  $K^{\text{mo}} = 0,85 \text{ J} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1}$  et  $\rho^{\text{mo}} = 1450 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ , et dans le cas de la courbe 4,  $\alpha^{\text{mo}} = 4,867 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  avec  $K^{\text{mo}} = 0,9 \text{ J} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1}$  et  $\rho^{\text{mo}} = 1550 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ . Ces valeurs correspondent à un sable furanique sur la figure 4.9. On ne peut donc utiliser qu'à titre indicatif les valeurs de  $K^{\text{mo}}$  et  $\rho^{\text{mo}}$  pour l'estimation des valeurs du module effectif des cylindres  $V^{\text{m}}/S$ . On a reporté au tableau 4.7 les valeurs de  $V^{\text{m}}/S$  calculées en considérant les valeurs de la conductivité thermique et de la masse volumique utilisées dans les calculs des courbes 2 et 4. On constate que les valeurs du rapport  $V^{\text{m}}/S$  ainsi déterminées sont assez proches des valeurs de  $V^{\text{m}}/S$  calculées en considérant que les cylindres sont complètement entourés par le moule.

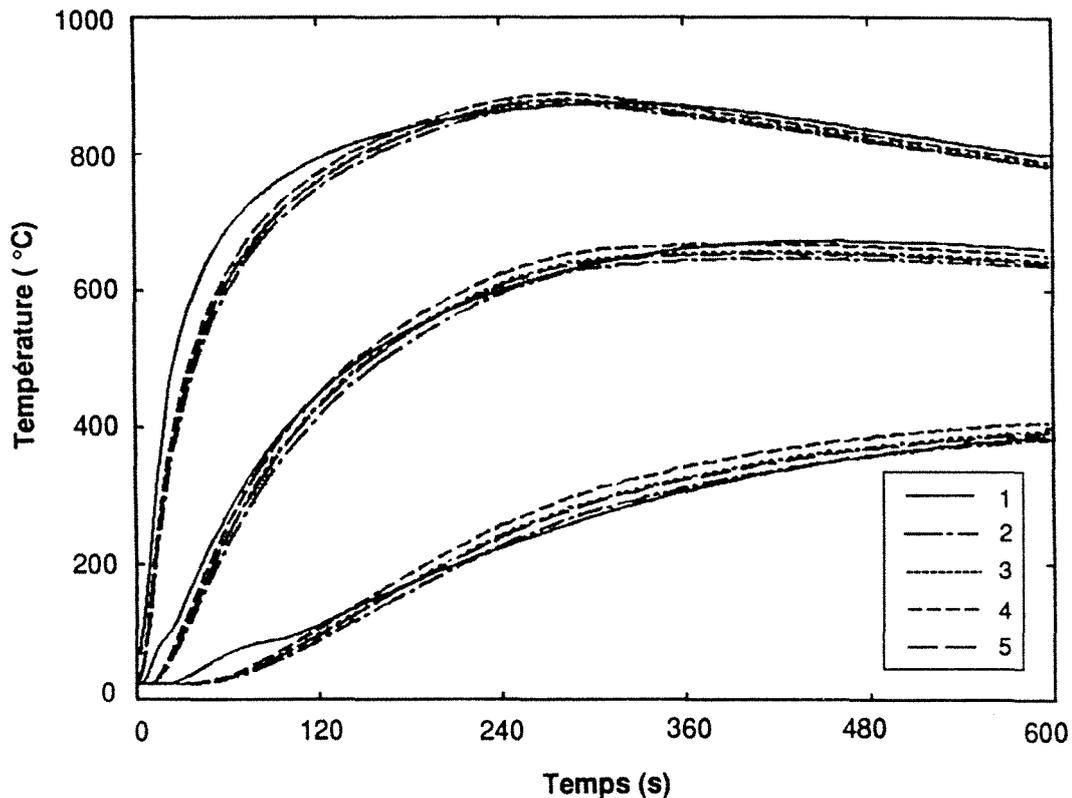


Figure 4.10 Les lignes continues correspondent aux courbes enregistrées par les thermocouples placés dans le sable à différentes distances "x" de l'interface métal/moule:  $x = 5 \text{ mm}$  (plus chaude),  $x = 10 \text{ mm}$  et  $x = 20 \text{ mm}$  (plus froide). Les courbes simulées ont été obtenues en faisant varier la valeur de  $K^{\text{mo}}$  et  $\rho^{\text{mo}}$  et en ajustant la valeur de  $V^{\text{m}}/S$  pour obtenir toujours une valeur de  $\zeta = 68305 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-0,5}$ . La valeur de  $C_p^{\text{mo}}$  a été dans tous les cas égale à  $1193 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1}$ .

- 2.- Calcul avec les valeurs de  $K^{\text{mo}}$  et  $\rho^{\text{mo}}$  déterminées à l'aide de la figure 4.9 :  $K^{\text{mo}} = 0,8 \text{ J} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  et  $\rho^{\text{mo}} = 1450 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$  et donc  $\alpha^{\text{mo}} = 4,625 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ .
- 3.- Courbes calculées avec  $K^{\text{mo}} = 0,85 \text{ J} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  et  $\rho^{\text{mo}} = 1450 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$  et donc  $\alpha^{\text{mo}} = 4,914 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ .
- 4.- Pour cette courbe :  $K^{\text{mo}} = 0,9 \text{ J} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  et  $\rho^{\text{mo}} = 1450 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$  et donc  $\alpha^{\text{mo}} = 5,2027 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ .
- 5.- Dans ce cas  $K^{\text{mo}} = 0,9 \text{ J} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  et  $\rho^{\text{mo}} = 1550 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$  et donc  $\alpha^{\text{mo}} = 4,867 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Ces valeurs correspondent à un sable furanique dans la figure 4.9.

Tableau 4.7. Valeurs estimées du module géométrique :

- 1.- valeurs de  $V^m/S$  calculées en considérant des cylindres complètement entourés par le moule.
- 2.- valeurs de  $V^m/S$  déterminées en considérant  $K^{mo} = 0,85 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{°C}^{-1}$ ,  $\rho^{mo} = 1450 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  et  $C_p^{mo} = 1193 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{°C}^{-1}$ .
- 3.- valeurs de  $V^m/S$  déterminées en considérant  $K^{mo} = 0,9 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{°C}^{-1}$ ,  $\rho^{mo} = 1550 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  et  $C_p^{mo} = 1193 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{°C}^{-1}$ .

| $\emptyset$ | $\zeta \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{°C}^{-1}\cdot\text{s}^{-0,5}$ | $^1V^m/S \text{ (m)}$ | $^2V^m/S \text{ (m)}$ | $^3V^m/S \text{ (m)}$ |
|-------------|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| 62 mm       | 69320-76610  | 0,01146               | 0,00987-0,00893       | 0,10500-0,00950       |
| 32 mm       | 94035-97045  | 0,00677               | 0,00728-0,07050       | 0,07740-0,07503       |
| 16 mm       | 189048-213441  | 0,00367               | 0,00362-0,00320       | 0,00385-0,00341       |
| 9 mm        | 363900-446500  | 0,00214               | 0,00188-0,00153       | 0,00200-0,00163       |

#### 4.5. INFLUENCE DU PAS DE TEMPS EMPLOYE POUR LES SIMULATIONS

Dans les calculs réalisés pour la simulation de la solidification des cylindres  $\emptyset 62$  et  $\emptyset 32$ , on a employé un pas de discrétisation du temps " $\Delta t$ " égal à 0,1 s ; dans le cas des cylindres  $\emptyset 16$  et  $\emptyset 9$ , la valeur de  $\Delta t$  a été de 0,01 s. Comme on le verra ci-dessous ces valeurs de  $\Delta t$  permettent d'obtenir une bonne précision du résultat des simulations tout en maintenant le temps effectif de calcul sur ordinateur de l'ordre de quelques dizaines de secondes.

Sur la figure 4.11 on a reporté les courbes simulées en utilisant la valeur moyenne de  $\zeta$  qui correspond aux cylindres  $\emptyset 62$  et une valeur de  $T_d = 1400 \text{ °C}$  (voir tableau 4.7). Pour ces calculs on a utilisé le modèle de solidification A avec une loi de germination où  $A_1 = 10^{12} \text{ °C}^{-1}\text{m}^{-3}$ . Les courbes diffèrent dans la valeur de  $\Delta t$  employée pour les calculs : 0,5 s, 0,1 s, 0,05 s et 0,01 s. Pour mieux illustrer l'effet du pas de temps sur l'allure des courbes avant solidification on n'a reporté sur la figure 4.11 que la partie des courbes de refroidissement pour des températures inférieures à 1175 °C et des valeurs de  $t$  inférieures à 180 s. Sur la figure 4.11 on observe que les courbes sont d'autant plus à gauche que la valeur de  $\Delta t$  diminue. En outre on note que le refroidissement du métal liquide diffère peu d'une courbe à l'autre. Cette égalité de l'allure des courbes de refroidissement et le décalage des courbes vers la gauche indique que l'influence du pas de temps est plus importante au début du refroidissement du métal liquide que pour des températures près du palier de solidification.

Du fait que l'allure de courbes avant solidification est à peu près la même, les valeurs de  $T_{min}$  et  $N_V$  obtenues pour les différents calculs sont à peu près égales, comme on peut le constater dans le tableau 4.8 : la différence maximale que l'on trouve entre les valeurs de  $T_{min}$  est de 0,32 °C, ce qui est plus faible que la valeur de la résolution des mesures effectuées ( $\approx 0,7\text{°C}$  Cf. chapitre III). Sur le même tableau on a reporté les valeurs de  $\Delta T_r$  obtenues par le calcul : on observe que le taux de recalescence n'est pas sensiblement affecté pour le pas de temps employé dans les calculs.

Les temps de calcul varient selon le modèle de solidification employé. Dans les calculs réalisés pour les cylindres  $\emptyset 62$  avec un pas de temps égale à 0,1, le temps de calcul employé avec les modèles B, C, D et E est respectivement d'environ 0,6, 1, 4,4 et 5 fois le temps utilisé pour les simulations faites avec le modèle A.

Sur le tableau 4.8 on a aussi reporté les valeurs du temps de calcul utilisé pour les différentes courbes : le temps de calcul employé avec  $\Delta t = 0,01$  s étant 500 fois le temps de calcul employé dans le cas où  $\Delta t = 0,5$  s. Dans le tableau 4.8 on a enfin reporté les résultats des courbes simulées en

considérant la valeur moyenne de  $\zeta$  qui correspond à  $\emptyset 9$ . Les valeurs de  $\Delta t$  utilisées pour ce cas sont : 0,1 s, 0,05 s, 0,01 s, 0,005 s, 0,001 s. Sur ce tableau on observe que les valeurs de  $T_{\min}$  sont plus sensibles à la valeur de  $\Delta t$  que dans le cas de  $\emptyset 62$ , mais qu'elles se stabilisent pour des valeurs de  $\Delta t \leq 0,01$  s. Pour ce qui est du taux de recalescence, il est faiblement affecté par les variations de  $\Delta t$  comme cela est constaté sur le tableau 4.8.

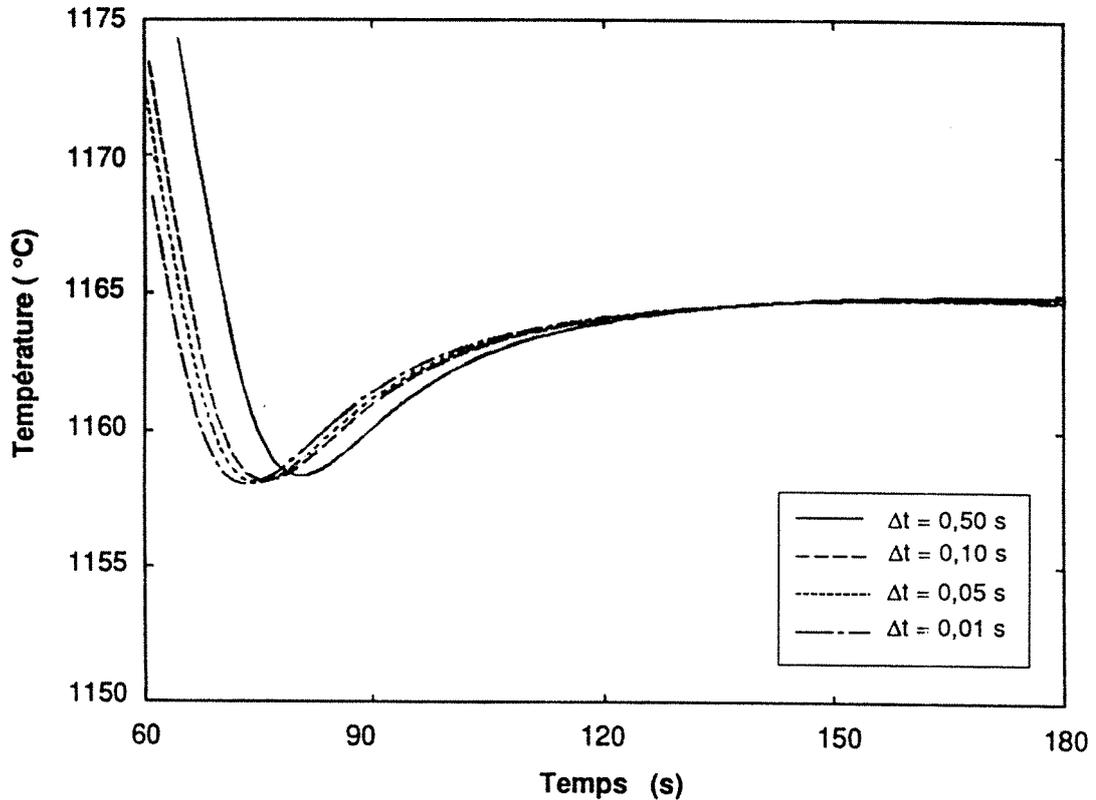


Figure 4.11 Effet du pas de temps  $\Delta t$  sur les courbes simulées. Une valeur de  $\zeta$  égale à 72965  $J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$  (valeur moyenne pour  $\emptyset 62$ ) a été utilisée pour réaliser les calculs. Les courbes sont d'autant plus décalées vers la gauche que la valeur de  $\Delta t$  est plus petite, alors que les valeurs des températures caractéristiques  $T_{\min}$  et  $T_{\max}$  restent à peu près inchangées.

Tableau 4.8. Résultats et temps de calculs des simulations réalisées avec différents pas de discrétisation du temps. Les calculs ont été effectués en considérant les valeurs de  $\zeta$  moyennes pour les cylindres  $\emptyset 62$  et  $\emptyset 32$  (tableau 4.7). Pour les cylindres  $\emptyset 62$  et  $\emptyset 32$  le pas de temps choisi pour les simulations a été égal à 0,1 et dans le cas des cylindres  $\emptyset 16$  et  $\emptyset 9$  on a utilisé un pas de temps égal à 0,01 s. Ces valeurs permettent d'obtenir une bonne précision avec un temps de calcul assez court. (\* calculs effectués sur une station de travail HP série 9000)

| Cylindre $\emptyset 62$ |                           |                            |          | Cylindre $\emptyset 9$ |                           |                            |          |
|-------------------------|---------------------------|----------------------------|----------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------|
| $\Delta t$ (s)          | $T_{\min}$ ( $^\circ C$ ) | $\Delta Tr$ ( $^\circ C$ ) | CPU* (s) | $\Delta t$ (s)         | $T_{\min}$ ( $^\circ C$ ) | $\Delta Tr$ ( $^\circ C$ ) | CPU* (s) |
| 0.5                     | 1158.36                   | 6.55                       | 4.5      | 0.1                    | 1107.37                   | 5.54                       | 3.6      |
| 0.1                     | 1158.16                   | 6.66                       | 32.4     | 0.05                   | 1106.40                   | 5.50                       | 4.5      |
| 0.05                    | 1158.11                   | 6.69                       | 105.6    | 0.01                   | 1105.07                   | 5.54                       | 28.3     |
| 0.01                    | 1158.04                   | 6.73                       | 2249.6   | 0.005                  | 1104.75                   | 5.57                       | 98.4     |
|                         |                           |                            |          | 0.001                  | 1104.32                   | 5.61                       | 2237.3   |

Par suite des résultats obtenus, on a retenu pour les calculs ultérieurs une valeur de  $\Delta t$  égale à 0,1 s pour les simulations faites pour les cylindres  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 32$  et un pas de temps égal à 0,01 s pour les cylindres  $\varnothing 16$  et  $\varnothing 9$ . Ces valeurs de  $\Delta t$  permettent une précision de calcul assez bonne avec de temps de calcul relativement faible.

#### 4.6. EFFET DES PARAMETRES CONCERNANT LES MODELES DE SOLIDIFICATION SUR LES RESULTATS DES CALCULS (SURFUSION ET RECALESCENCE)

##### 4.6.1. Influence de la taille initiale des cellules

En vue d'étudier l'influence de la taille initiale des cellules de croissance sur les courbes simulées, on a effectué une série de calculs à l'aide du modèle de solidification A et en considérant les valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  qui correspondent au cylindre 2B1. Les rayons initiaux des cellules de croissance  $R\gamma^0$  utilisés sont : 1  $\mu\text{m}$ , 2  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$ , 4  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ . Sur la figure 4.12 on a tracé les courbes obtenues avec ces calculs. On y observe que la valeur de  $T_{\min}$  diminue lorsque l'on diminue la valeur de la taille initiale de la cellule de croissance. Ces résultats sont apparemment en contradiction avec le fait que la cinétique de croissance est inversement proportionnelle au rayon de la cellule (voir infra tableau 4.1) mais ils sont une conséquence de la géométrie sphérique de la cellule de croissance. En effet, la cinétique de solidification pour une sphère est égale à :

$$\frac{dV_{\text{cel}}}{dt} = 4 \cdot \pi \cdot (R\gamma)^2 \cdot \frac{dR\gamma}{dt} \propto R\gamma \quad 4.38$$

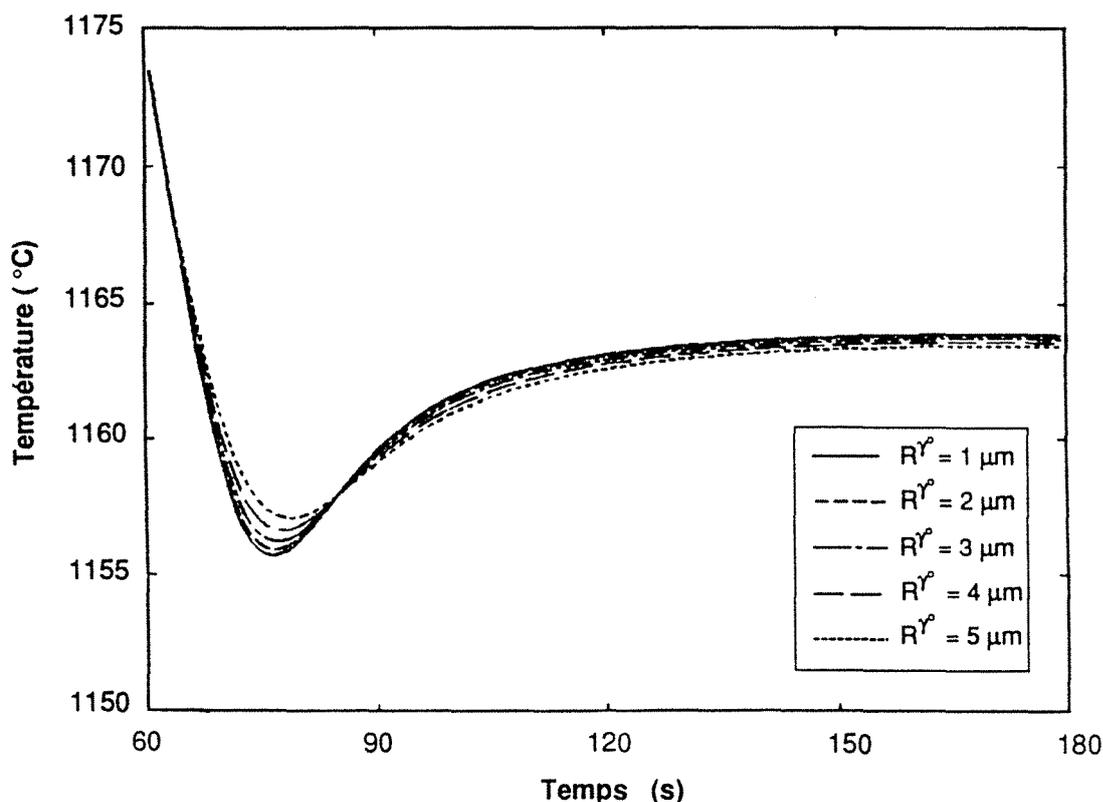


Figure 4.12 Influence de la valeur de la taille initiale de cellules de croissance sur l'allure des courbes de refroidissement dans le cas d'une loi de croissance où le rapport  $R\gamma/R^0$  est considéré constant. La valeur de  $(T_{\max} - T_{\min})$  diminue lorsque la valeur de la taille initiale des sphères de croissance augmente.

et donc la variation du volume d'une cellule eutectique sera d'autant plus importante que son rayon est grand, et cela même si la cinétique de croissance  $dR^{\gamma}/dt$  augmente lorsque  $R^{\gamma}$  diminue. On peut observer cela sur la figure 4.13 où l'on a reporté les vitesses de solidification de l'ensemble des cellules eutectiques " $dg^s/dt$ " en fonction du temps : la valeur de  $dg^s/dt$  au début de la solidification est d'autant plus importante que la taille initiale de la cellule de croissance est plus grande. La cinétique de solidification admet une valeur unique pour des temps supérieurs à  $\approx 100$  s.

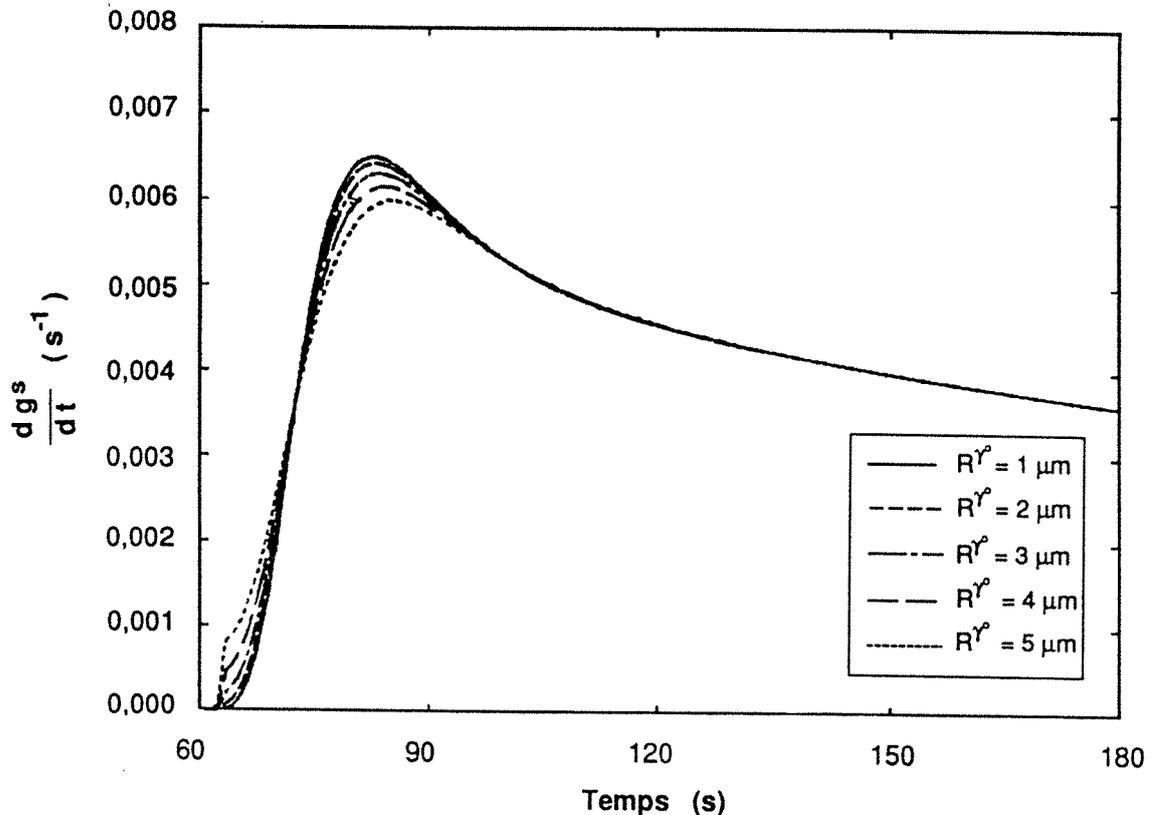


Figure 4.13 Influence de la valeur de la taille initiale des sphères de croissance sur la cinétique de solidification des calculs de la figure 4.12. L'évolution de la fraction solide est au début d'autant plus importante que la taille initiale des cellules de croissance est importante. Pour des temps plus importants, la cinétique de solidification a la même valeur dans tous les cas.

Sur la figure 4.14 on a reporté les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et celles de  $\Delta T_r$  en fonction de la taille initiale de la cellule eutectique,  $R^{\gamma}$ . Sur cette figure on observe que les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et  $\Delta T_r$  diminuent quand  $R^{\gamma}$  augmente. L'effet de  $R^{\gamma}$  sur  $\Delta T_{EG}$  entraîne une diminution de la valeur de  $N_v^{**}$  obtenue par le calcul comme l'illustre la figure 4.15. La variation de  $N_v^{**}$  est de l'ordre de 10 % pour les valeurs extrêmes de  $R^{\gamma}$  employées.

On a donc constaté que les résultats obtenus avec le modèle de solidification A dépendent de la valeur de  $R^{\gamma}$  utilisée pour les calculs. Compte tenu de ces résultats, un rayon initial de cellules de croissance égal à 5  $\mu m$  a été choisi comme valeur de référence pour les simulations effectuées avec les modèles A et B. Cette valeur permet de diminuer le taux de recalescence et d'abaisser la valeur de  $T_{max}$  des courbes simulées, ce qui correspond à un meilleur accord avec le palier des courbes expérimentales.

Dans le cas du modèle de croissance avec le rapport  $R\gamma/R\beta$  variable, on a observé aussi que les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et de  $\Delta T_r$  diminuent quand  $R\gamma^\circ$  augmente et le rapport initial  $R\gamma^\circ/R\beta^\circ$  reste constant. Ce rapport a une importance non négligeable sur les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et de  $\Delta T_r$ . De ce fait, on a choisi, pour ce type de modèle de croissance, une valeur initiale de  $R\gamma^\circ$  égale à  $2\ \mu\text{m}$ . Cela permet de retrouver, à l'aide d'un choix judicieux de  $R\gamma^\circ/R\beta^\circ$ , des valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et de  $\Delta T_r$  semblables à celles qui résultent des calculs faits avec le modèle de croissance où le rapport  $R\gamma/R\beta$  est constant.

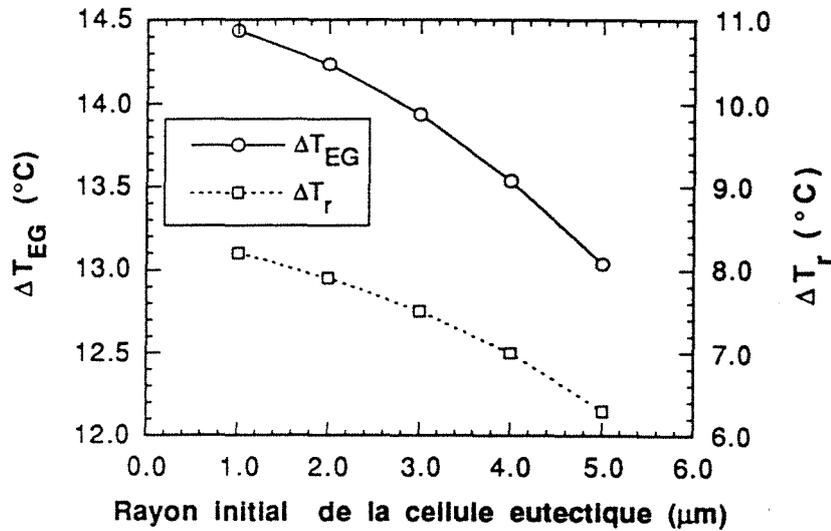


Figure 4.14 Effet de la valeur de taille initiale de cellules eutectiques  $R\gamma^\circ$  sur les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et  $\Delta T_r$ . Les calculs ont été faits en utilisant le modèle de solidification A avec un coefficient  $A_1$  de la loi de germination égal à  $10^{12}\ \text{m}^{-3}\ ^{\circ}\text{C}^{-1}$ .

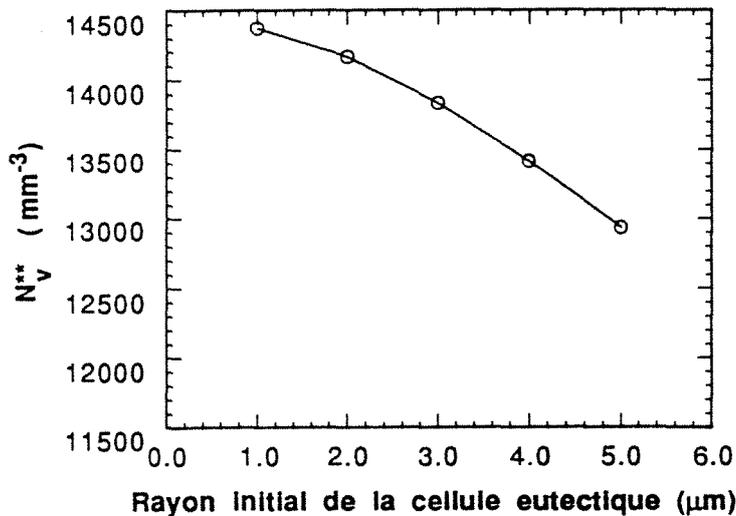


Figure 4.15 Effet de la valeur de la taille initiale des cellules eutectiques  $R\gamma^\circ$  sur la valeur de  $N_v$ . Les calculs correspondent à ceux de la figure 4.14.

#### 4.6.2. Influence du rapport initial $R^\gamma / R^\theta$

Pour étudier l'effet du rapport initial entre le rayon de coquille d'austénite et le rayon de nodule de graphite  $R^\gamma / R^\theta$  sur les résultats des simulations, on a fait une étude de sensibilité des résultats des calculs aux valeurs de  $R^\gamma / R^\theta$ . Dans ces calculs on a utilisé le modèle de solidification C et les valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  qui correspondent au cylindre 2B1.

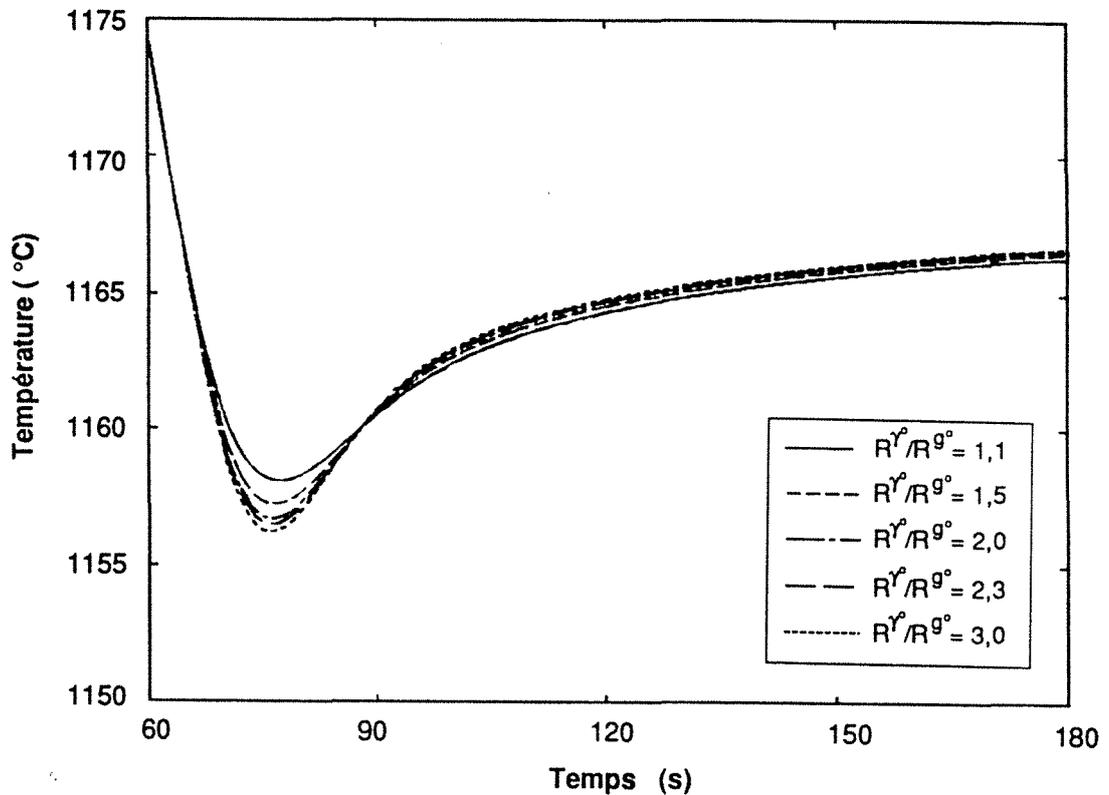


Figure 4.16 Influence de la valeur du rapport initial  $R^\gamma / R^\theta$  sur l'allure des courbes de refroidissement simulées. La valeurs de  $T_{\min}$  augmente et celle de  $T_{\max}$  diminue lorsque le rapport  $R^\gamma / R^\theta$  initial considéré dans les calculs diminue.

La figure 4.16 représente les courbes obtenues en utilisant un rayon initial de  $R^\gamma$  égal à  $2,5 \mu\text{m}$  et en faisant varier la valeur du rapport initial  $R^\gamma / R^\theta$  de cellules de croissance ; 1,1, 1,5, 2,0, 2,3, et 3,0. On observe que la valeur de  $T_{\min}$  augmente et celle de  $(T_{\min} - T_{\max})$  diminue quand  $R^\gamma / R^\theta$  diminue. Cela est illustré par la figure 4.17 qui représente les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et de  $\Delta T_r$  en fonction de  $R^\gamma / R^\theta$ . Sur cette figure on constate que  $\Delta T_{EG}$  et de  $\Delta T_r$  augmentent quand  $R^\gamma / R^\theta$  augmente. L'effet de  $R^\gamma / R^\theta$  sur  $\Delta T_{EG}$  entraîne une variation dans les valeurs calculées de  $N_v^{**}$ , comme l'illustre la figure 4.18 qui représente les valeurs de  $N_v^{**}$  en fonction de  $R^\gamma / R^\theta$ . Sur cette figure on constate que  $N_v^{**}$  augmente lorsque  $R^\gamma / R^\theta$  augmente. Pour les valeurs extrêmes de  $R^\gamma / R^\theta$  utilisées, la différence en  $N_v^{**}$  est de l'ordre de 15 %.

Par ailleurs, on a remarqué que dans tous les cas le rapport  $R^\gamma / R^\theta$  atteint plus ou moins rapidement une valeur de  $\approx 2,3$ , comme l'illustre la figure 4.19 où on a reporté l'évolution de  $R^\gamma / R^\theta$  des premières cellules introduites dans le calcul en fonction du temps.

Pour les calculs ultérieurs réalisés à l'aide des modèles de solidification C, D et E on a considéré une valeur de  $R\gamma^\circ$  égale à  $2\ \mu\text{m}$  dont le rapport  $R\gamma^\circ / R\theta^\circ$  est 1.1. Ce rapport entraîne des faibles taux de recalcence, ce qui se traduit par une meilleure concordance avec le palier de solidification des courbes expérimentales.

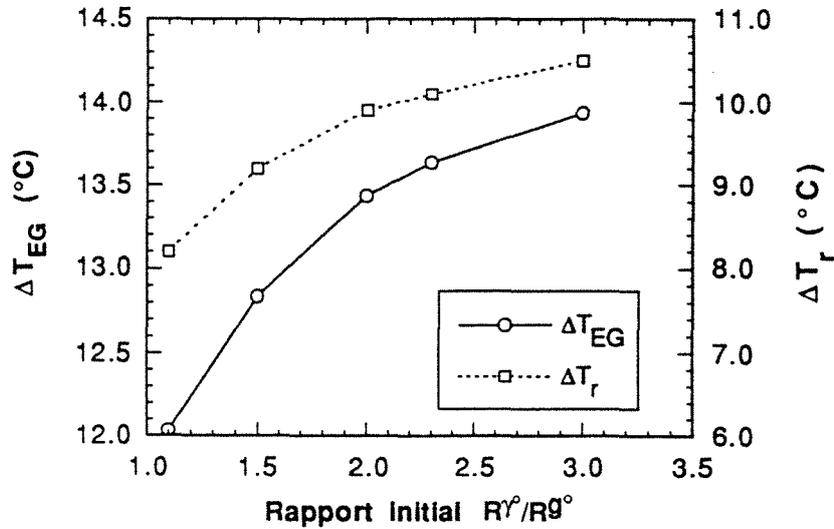


Figure 4.17 Effet de la valeur initiale du rapport  $R\gamma^\circ / R\theta^\circ$  de cellules eutectiques sur les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et  $\Delta T_r$ . Les calculs ont été faits en utilisant le modèle de solidification C avec un coefficient  $A_1$  de la loi de germination égal à  $10^{12}\ \text{m}^{-3}\ \text{°C}^{-1}$  et  $R\gamma^\circ$  étant égal à  $2,5\ \mu\text{m}$ .

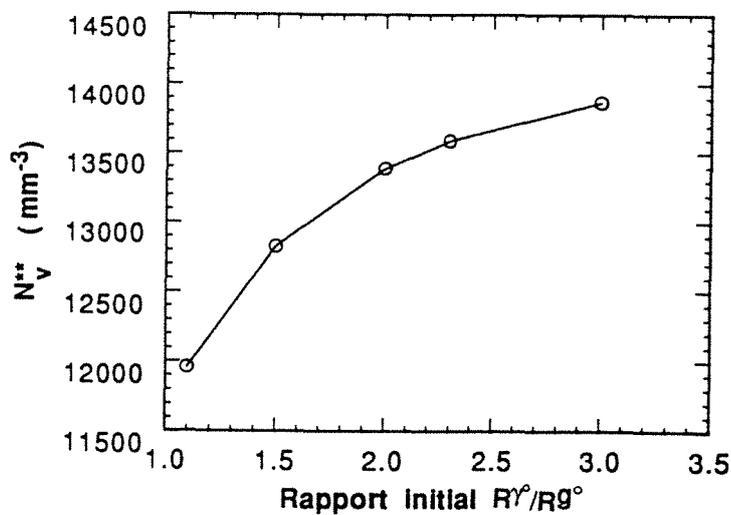


Figure 4.18 Effet de la valeur initiale du rapport  $R\gamma^\circ / R\theta^\circ$  de cellules eutectiques sur la valeur de  $N_v^{**}$ . Les calculs sont ceux de la figure 4.17.

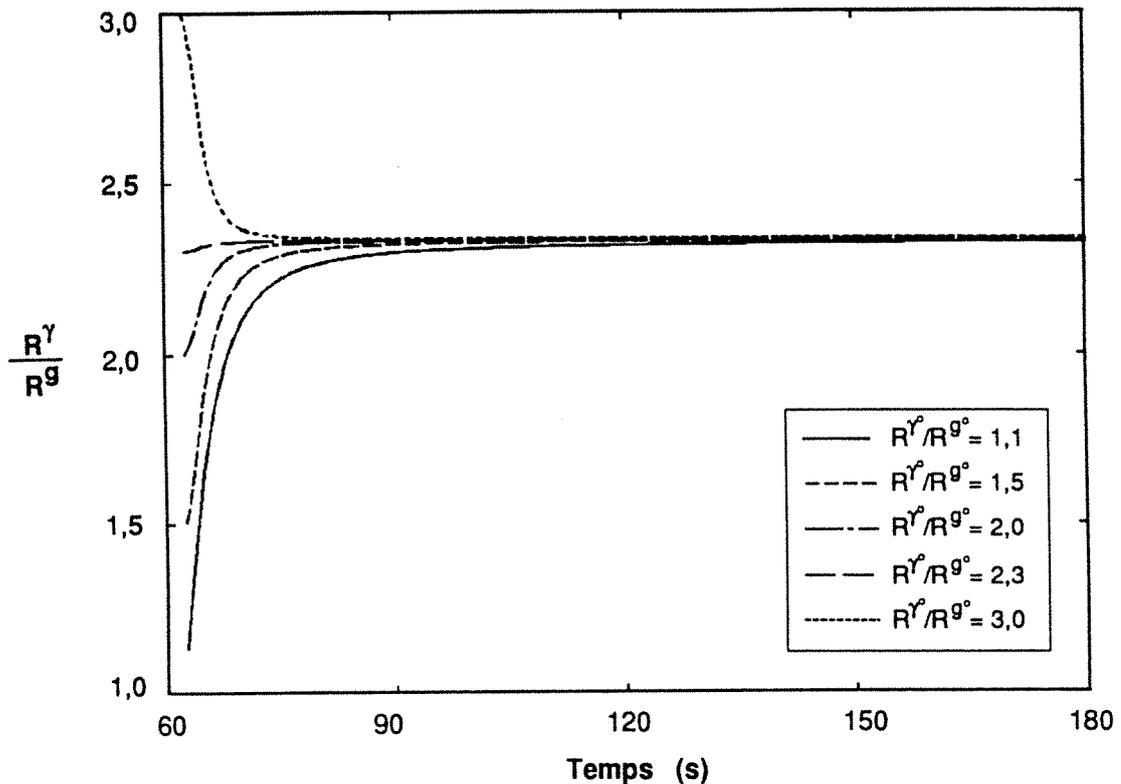


Figure 4.19 Evolution du rapport  $R^\gamma/R^\theta$  des premières cellules de croissance introduites dans les calculs des courbes de la figure 4.16. En fonction de sa valeur initiale, le rapport  $R^\gamma/R^\theta$  atteint plus ou moins rapidement une valeur constante et égale à  $\approx 2,3$ .

#### 4.6.3. Effet de la représentation de la population de cellules de croissance par un seul type de cellule de taille $\bar{R}^\gamma$ .

Dans les simulations précédentes, on a toujours considéré une population de sphères de croissance composée avec plusieurs "types" de sphères de taille différente : pour chaque gain de surfusion on introduit un nombre  $N_V^m$  de sphères de croissance du type  $m$ . En dépendant de la vitesse de refroidissement et du pas de temps, on peut trouver que la valeur de "m" est de l'ordre de plusieurs centaines voire quelques milliers. Cela n'a pas d'importance pratique dans les calculs effectués dans ce travail, mais il pourrait alourdir considérablement les calculs de la résolution de l'équation de la chaleur avec des méthodes numériques performantes ; à chaque nœud du maillage numérique correspondrait un nombre "i" de types de sphères de croissance. Ceci demanderait des capacités de mémoires sur ordinateur très importantes et des temps de calculs considérables. Il est donc préférable de diminuer le nombre de types de cellules, ce qui peut être réalisé en recalculant à chaque nouvelle germination une taille représentative de l'ensemble de cellules de croissance, comme cela a été proposé par Zou [58].

On peut penser à deux critères pour le calcul de cette taille représentative : elle peut être déterminée à l'aide d'un bilan de matière où bien elle peut être calculée en respectant le fait que la vitesse de solidification dépend de l'aire libre de croissance de l'ensemble de cellules. Dans le premier cas, l'ensemble de sphères de croissance au temps  $t + \Delta t$ , c'est-à-dire les sphères qui existent au temps "t" plus les cellules "germées", peut être représenté par la taille  $\bar{R}^\gamma$  qui permet de retrouver sa masse. Dans le second cas, on peut proposer de représenter cet ensemble par la taille moyenne qui correspondrait à l'aire de croissance de ces cellules de croissance au temps  $t$  plus celle de cellules germées.

La figure 4.20 montre les résultats des calculs réalisés en considérant ces deux hypothèses pour le calcul de taille représentative de l'ensemble des sphères et le résultat obtenu lorsque l'on garde une population de cellules de taille différente. Le modèle de solidification A a été utilisé pour ces calculs. Sur la figure 4.20 on observe qu'il n'y a pas beaucoup de différence entre les courbes. En effet, les valeurs de  $T_{\min}$  obtenues par ces calculs diffèrent au plus de  $0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , valeur plus petite que la résolution des mesures. Il est de même pour la valeur de  $T_{\max}$ . Ceci reste valable dans les calculs en considérant des valeurs de  $\zeta$  qui correspondent au  $\emptyset 9$ .

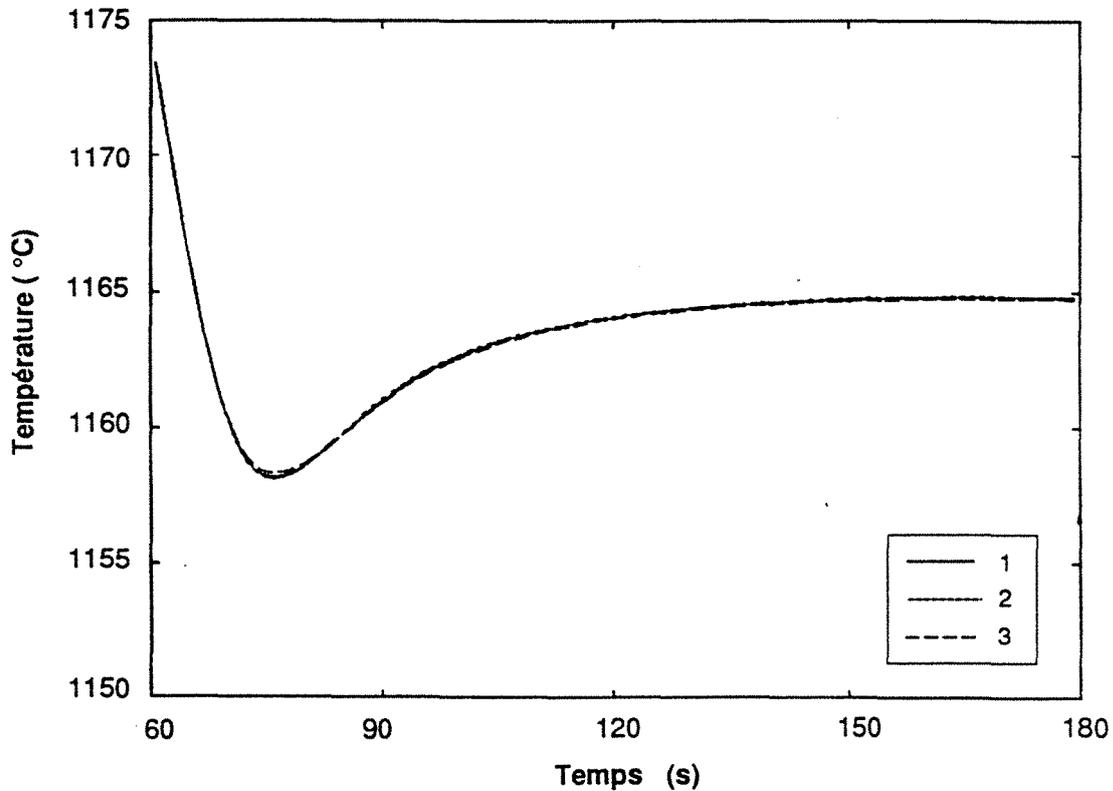


Figure 4.20 Influence de la prise en compte d'une taille moyenne pour les calculs des courbes de refroidissement. La courbe 1 a été obtenue en considérant la population de cellules de croissance avec différentes tailles. Les courbe 2 et 3 ont été obtenues en recalculant à chaque nouvelle germination une taille moyenne pour toute la population de sphères. Dans le cas de la courbe 2 la taille moyenne a été celle qui permet de trouver la même aire de croissance de cellules au temps  $t$  plus les cellules germées au temps  $t + \Delta t$ . En ce qui concerne la courbe 3, la taille moyenne a été calculée en considérant un bilan de masse.

On constate donc que le fait de considérer ou pas une taille représentative pour les sphères de croissance n'a pas de conséquences plus importantes que celles de la taille initiale de sphères ou de leur rapport  $R^3/R_0^3$ . Par la suite on a choisi de réaliser les calculs en considérant une population de cellules de différents types, ce qui permet de comparer les différents modèles testés sur l'allure de distributions des nodules.

#### 4.7 COMPARAISON DES RESULTATS OBTENUS AVEC LES DIFFERENTS MODELES DE SOLIDIFICATION

Une série de calculs a été réalisée afin de comparer les résultats obtenus avec les différents modèles de solidification présentés au tableau 4.1. Dans ces calculs on a utilisé les valeurs de  $\zeta$  et de

$T_d$  qui correspondent aux cylindres  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 9$  de la pièce 2B. Cela permet de comparer les modèles de solidification dans une fourchette de "vitesses de refroidissement" de l'ordre de celle qui correspond à notre étude expérimentale.

#### 4.7.1. Caractéristiques qualitatives des courbes de refroidissement obtenues par le calcul

Avant de présenter les résultats quantitatifs des calculs effectués, on montre dans ce sous-paragraphe quelques-unes des caractéristiques qualitatives concernant l'effet du taux d'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur l'allure des courbes de refroidissement simulées. Pour ce faire on a considéré les calculs réalisés à l'aide du modèle de solidification A, le plus "simple", et du modèle E, le plus "complet". Cela permet de fixer les idées sur les différences que l'on trouve sur les courbes de refroidissement calculées avec ou sans dépôt d'austénite hors eutectique.

La figure 4.21 représente les courbes de refroidissement simulées pour le  $\varnothing 62$  : les courbes A1 et A2 ont été calculées avec le modèle A et les courbes E1 et E2 avec le modèle E. Les courbes A1 et E1 correspondent à une fonte bien inoculée : le coefficient  $A_1$  de la loi de germination est pris égal à  $3,5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  ( $A_1 = 5 \cdot A_{11}$ ). Les courbes A2 et E2 ont été obtenues pour le cas d'une fonte non inoculée : la valeur de  $A_1$  utilisée est  $10^{11} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  ( $A_1 = 5 \cdot A_{11}$ ).

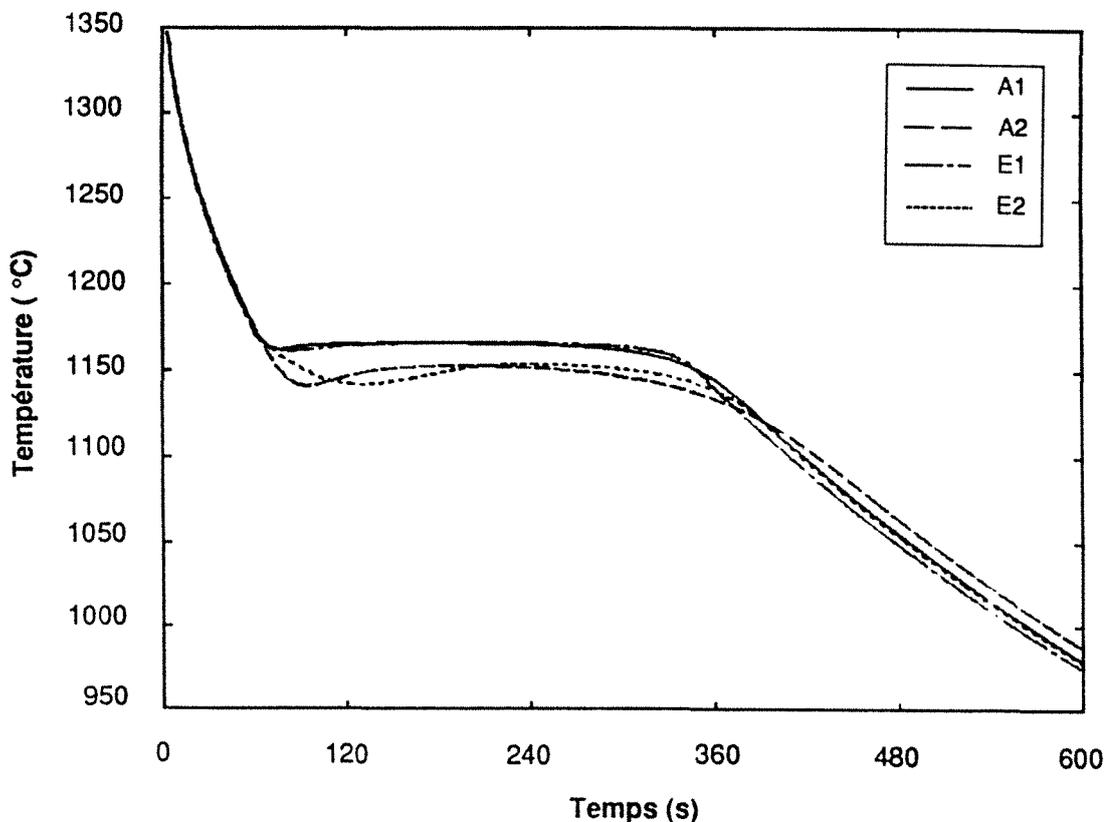


Figure 4.21 Influence du dépôt d'austénite et du taux d'inoculation sur l'allure des courbes de refroidissement calculées pour un cylindre  $\varnothing 62$ . Les courbes ont été calculées à l'aide des modèles de solidification A et E. Les courbes A1 et A2 montrent le résultats du modèle A et les courbes E1 et E2 du modèle E. Pour les courbes A1 et E1 le coefficient de la loi de germination utilisé est de  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 3,5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  (fonte bien inoculée). Les courbes A2 et E2 ont été calculées avec  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 10^{11} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  (fonte non inoculée). Les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  employées sont celles du cylindre  $\varnothing 62$  de la pièce 2B.

Sur la figure 4.21 on note que la hauteur du palier de solidification de la courbe simulée est fonction du taux d'inoculation, cette hauteur étant plus importante pour les courbes A1 et E1 qui correspondent à une fonte bien inoculée. Sur la même figure on observe qu'à taux d'inoculation égal, les courbes A1 et E1 diffèrent peu alors que les courbes A2 et E2 obtenues pour une fonte non inoculée sont sensiblement différentes. Dans ces dernières courbes on note qu'avant la recalescence la courbe E2 est située à droite de la courbe A2. Cela est dû à la chaleur dégagée par le dépôt d'austénite hors eutectique qui est pris en compte dans le modèle E et non considéré dans le modèle A. En effet, dans le modèle A on ne considère que la cinétique de solidification due à la croissance de cellules eutectique alors que dans le modèle E on ajoute le terme qui concerne le dépôt d'austénite nécessaire pour accomplir les bilans de masse et de soluté. La cinétique de ce dépôt d'austénite fait que le ralentissement de la vitesse de refroidissement avant la recalescence est visiblement plus important dans le cas de E2 que dans celui de A2.

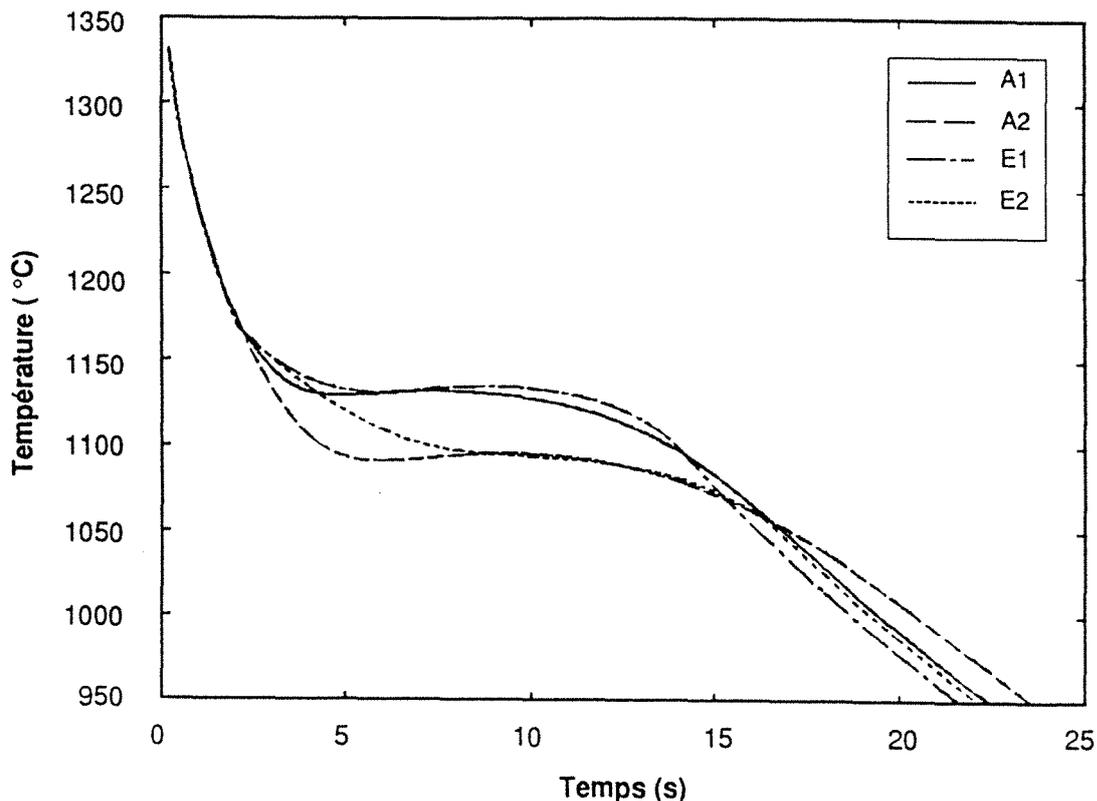


Figure 4.22 Influence du dépôt d'austénite et du taux d'inoculation sur l'allure des courbes de refroidissement calculées pour un cylindre  $\varnothing 9$ . Les courbes A1 et A2 ont été obtenues par le modèle de solidification A. Les courbes E1 et E2 ont été calculées à l'aide du modèle E. Pour les courbes A1 et E1 le coefficient utilisé pour la loi de germination est de  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 3,5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  (fonte faiblement inoculée). Les courbes A2 et E2 ont été calculées avec  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 5,5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  (fonte non inoculée). Les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  employées sont celles du cylindre  $\varnothing 9$  de la pièce 2B.

Sur la figure 4.22 on a reporté les courbes calculées pour le cylindres  $\varnothing 9$  de la pièce 2B : les courbes A1 et A2 ont été obtenues à l'aide du modèle A, et les courbes E1 et E2 avec le modèle E. Pour les lois de germination on a considéré le cas de la solidification d'une fonte bien inoculée (courbes A1 et E1) où  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 3,5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  et le cas d'une fonte faiblement inoculée (courbes A2 et E2) où  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 5,5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ . Cette dernière valeur correspond à la pièce 2A qui est la plus faiblement inoculée. Des valeurs plus faibles du coefficient des lois de germination autorisent des conditions peu réelles pour la simulation de la solidification de la fonte G.S. En effet,

dans ce cas les paliers de solidification prévus par le calcul sont très en dessous de la température de l'eutectique : dans ces conditions la formation d'une structure complètement blanche est fort probable comme cela a été observé dans les cylindres Ø9 des pièces 8A et 8B non inoculées.

Dans la figure 4.22 on observe qu'avant la recalescence les courbes E1 et E2 sont placées à droite des courbes A1 et A2, comme cela a été observé dans les simulations faites pour Ø62 d'une pièce non inoculée. Dans le cas des courbes qui correspondent à une fonte faiblement inoculée, on observe qu'à la différence de la courbe A2, la courbe E2 ne présente pas de la recalescence.

En comparant les figures 4.22 et 4.21 on note que la hauteur du palier des courbes simulées est fonction de la vitesse de refroidissement du cylindre : à loi de germination égale ( $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 3,5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ) le palier est d'autant plus bas que la vitesse de refroidissement est importante.

On constate donc que l'allure des courbes de refroidissement obtenues à l'aide du modèle A diffère sensiblement de celle des courbes obtenues avec le modèle E, excepté dans le cas des courbes calculées pour Ø62 à fort taux de recalescence. Il est donc préférable de comparer les résultats des modèles de solidification à des fortes vitesses de refroidissement ou à des vitesses de refroidissement de l'ordre de celles de Ø62 mais en considérant le cas d'un faible taux d'inoculation. Par ailleurs on constate que l'effet du "taux d'inoculation" et de la vitesse de refroidissement sur l'allure des courbes de refroidissement est qualitativement le même que celui trouvé dans l'expérience (voir chapitre II). Les aspects quantitatifs de la confrontation simulation-expérience sont présentés au chapitre V.

#### 4.7.2. Différences dans les valeurs de $N_V^{**}$ , de $\Delta T_r$ et de $\Delta T_{EG}$ ou $\Delta T_m$

Pour comparer les valeurs  $N_V^{**}$ , de  $\Delta T_r$  et de  $\Delta T_{EG}$  ou  $\Delta T_m$  obtenues avec les différents modèles de solidification présentés dans le tableau 4.1, on a opéré une série de calculs en faisant varier les coefficients des lois de germination dans un intervalle de valeurs de  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 3,5 \cdot 10^{12} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ m}^{-3}$  à  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 10^{11} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ m}^{-3}$  pour le cas de Ø62. Dans celui de Ø9 les coefficients des lois de germination ont varié de  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 3,5 \cdot 10^{12} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ m}^{-3}$  à  $A_1 = 5 \cdot A_{11} = 5 \cdot 10^{11} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ m}^{-3}$ .

Dans le cas des calculs faits pour les cylindres Ø62, les résultats obtenus avec les différents modèles de solidification utilisés diffèrent peu. Cela peut être vérifié à l'aide de la figure 4.23 qui représente les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$ . Sur cette figure on observe qu'il n'y a pas d'écart important entre les résultats des différents modèles de solidification. Par exemple, pour les valeurs les plus importantes de  $N_V^{**}$ , la valeur de  $\Delta T_{EG}$  calculée avec les modèles D et E est  $\approx 1 \text{ } ^\circ\text{C}$  inférieure aux valeurs obtenues avec les modèles B et C.

Sur la figure 4.24 on a reporté les valeurs de  $\Delta T_r$  en fonction de  $\Delta T_{EG}$ . Sur cette figure on observe que le modèle A prévoit les taux de recalescence les plus faibles alors que ceux obtenus avec les modèles B et C sont les plus importants. L'écart entre les résultats de ces modèles est dû aux différences dans l'approche utilisée pour rendre compte de l'effet d'empiétement des cellules eutectiques sur la cinétique de solidification. On remarque que les taux de recalescence qui correspondent aux calculs faits avec les modèles D et E sont moins importants que les valeurs de  $\Delta T_r$  trouvées avec les modèles B et C. Cette différence est inhérente à la considération du dépôt d'austénite dans les modèles D et E puisque la correction de l'effet de l'empiétement des cellules eutectiques sur la cinétique de solidification est faite de la même manière dans les modèles B, C, D et E. En effet, dans ces modèles la remonté de température après  $T_{\min}$  se poursuit jusqu'à ce que  $g^s > 0,5$ . La durée de cette remonté et donc la valeur de  $T_{\max}$  dépendent de la valeur de  $g^s$  à  $T_{\min}$  :  $T_{\max}$  est d'autant plus importante que la valeur de  $g^s$  à  $T_{\min}$  est petite. Dans les modèles B et C la valeur de  $g^s$  à  $T_{\min}$  est de l'ordre de 5% alors que dans les modèles D et E la valeur moyenne de  $g^s$  est

d'environ 15%, dont  $\approx 8\%$  d'austénite hors eutectique. Dans ce dernier cas, la valeur de  $g^s$  à  $T_{min}$  et celle du taux d'austénite hors eutectique sont sensibles au taux d'inoculation, elles sont d'autant plus importantes que le taux d'inoculation est faible.

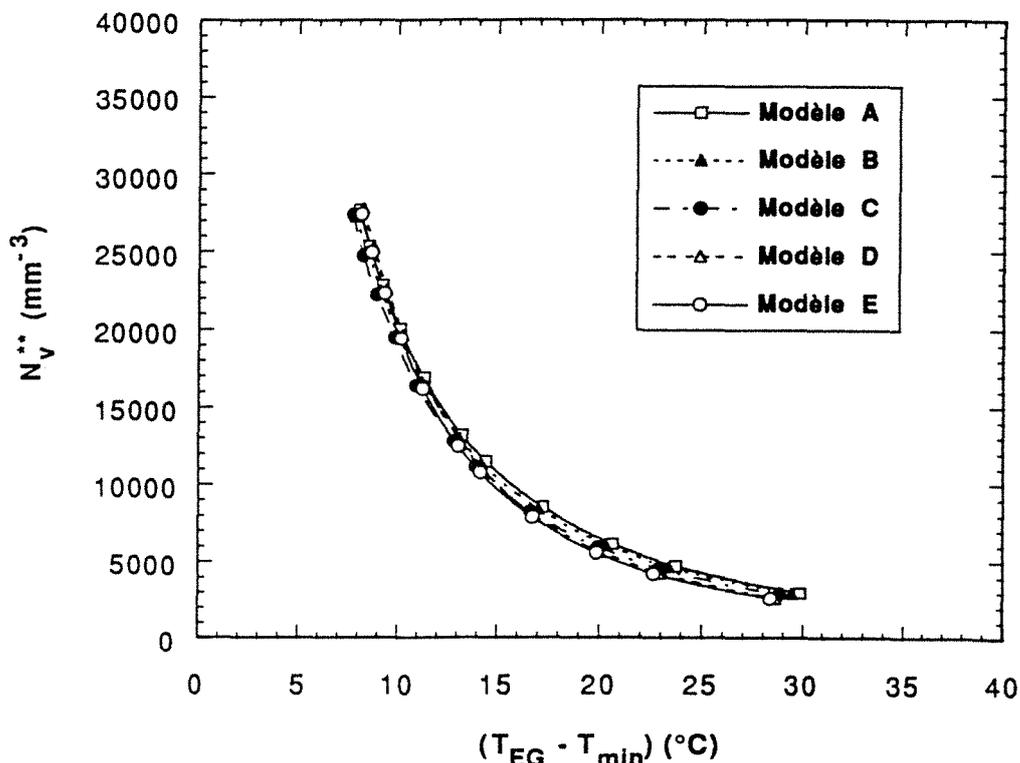


Figure 4.23 Corrélations entre les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  obtenues par le calcul avec les différents modèles de solidification. Pour les calculs on a utilisé les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  qui correspondent au cylindre  $\varnothing 62$  de la pièce 2B. Les coefficients des lois de germination varient entre  $A_1=5A_{11} = 3,5 \cdot 10^{12} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}\text{m}^{-3}$  et  $A_1=5A_{11} = 10^{11} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}\text{m}^{-3}$ .

La figure 4.25 représente les valeurs de  $\ln(N_V^{**})$  et de  $\ln(\Delta T_{EG})$  obtenues dans le cas du cylindre  $\varnothing 62$ . En comparant les résultats des modèles A et B sur figure 4.25, on peut vérifier l'influence de la manière de tenir compte de l'effet de l'empiétement des cellules eutectiques sur la cinétique de solidification. Sur cette figure on observe que les points calculés avec le modèle A sont placés à droite des points obtenus avec le modèle B. Autrement dit, la correction de l'effet de l'empiétement des cellules eutectique du type Johnson-Mehl-Avrami entraîne des valeurs de surfusion plus importantes que celles obtenues avec l'approche utilisée par Su et al. [53]. Cela est prévisible puisque dans l'approche J-M-A l'effet de l'empiétement de cellules eutectiques sur la cinétique de solidification est considéré dès le début de la solidification alors que dans l'approche employée par Su et al. la correction de cet effet n'intervient que pour des valeurs de  $g^s > 0,5$ . Dans les modèles B et C les valeurs de  $g^s$  supérieures à 0,5 ne sont atteintes qu'après  $T_{min}$ . A cette température la valeur de  $g^s$  calculées par les modèles A, B et C est d'environ 5%.

Les modèles B et C diffèrent dans la loi utilisée pour décrire la cinétique de croissance des cellules eutectiques : dans le modèle B on utilise une loi de croissance pour une cellule eutectique où le rapport  $R_V/R_G$  est constant, alors que dans le modèle C le rapport  $R_V/R_G$  dépend de la cinétique de croissance du nodule de graphite et de celle de la coquille d'austénite. Sur la figure 4.22 on observe que les points obtenus avec le modèle C se situent légèrement à gauche des points du modèle B. Cette tendance n'est pas inhérente aux modèles de solidification puisqu'elle dépend de la valeur

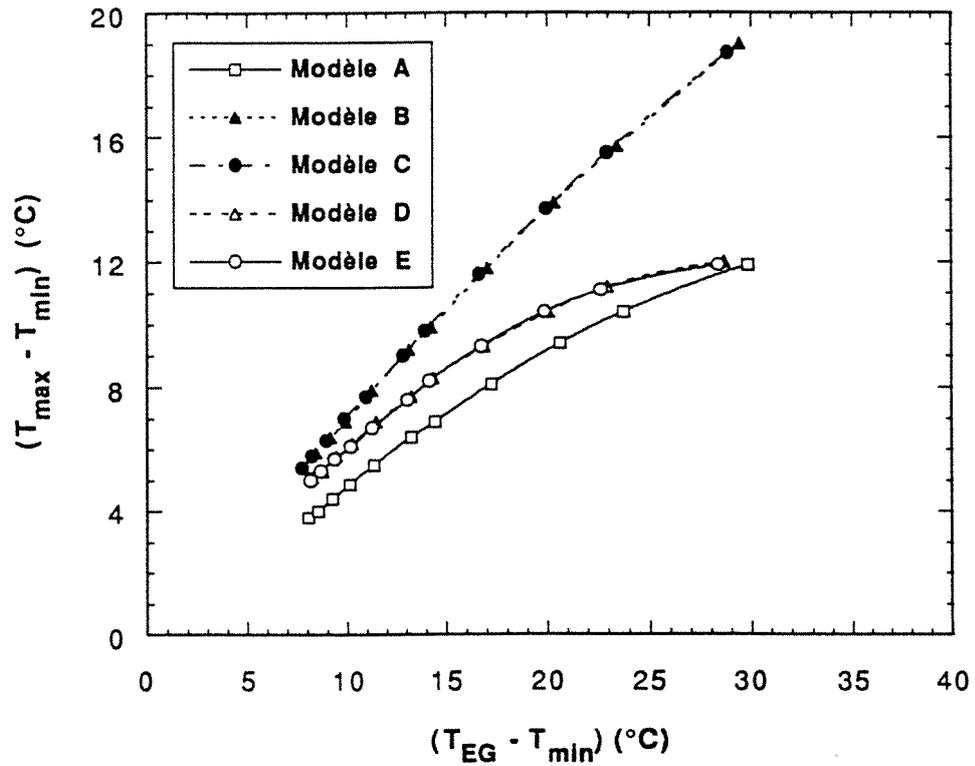


Figure 4.24 Corrélations entre les valeurs de  $\Delta T_r$  et de  $\Delta T_{EG}$  obtenues par le calcul avec les différents modèles de solidification. Ces résultats correspondent aux calculs de la figure 4.23.

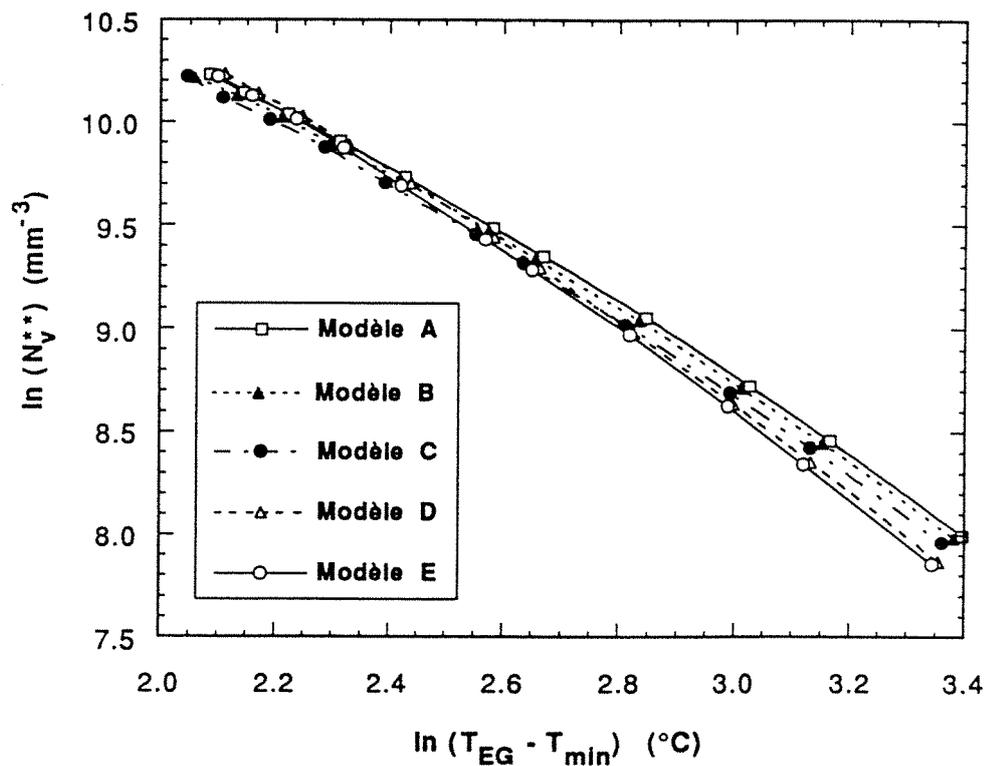


Figure 4.25 Corrélations entre les valeurs de  $\ln(N_V^{**})$  et de  $\ln(\Delta T_{EG})$  obtenues par le calcul avec les différents modèles de solidification présentés dans le tableau 4.1. Ces résultats correspondent aux calculs utilisés pour la figure 4.23.

de  $R\gamma^\circ$  utilisée pour les calculs avec le modèle B et des valeurs de  $R\gamma^\circ$  et de  $R\gamma^\circ/R\theta^\circ$  employées pour les calculs avec le modèle C. En effet, la tendance présentée pour les résultats des modèles B et C pourrait être inversée par le choix, par exemple, d'une valeur de  $R\gamma^\circ$  inférieur à  $2 \mu\text{m}$  ou d'un rapport  $R\gamma^\circ/R\theta^\circ$  supérieur à 1,1 pour les calculs avec le modèle C. Il est intéressant de noter qu'avec les valeurs de  $R\gamma^\circ$  et de  $R\gamma^\circ/R\theta^\circ$  choisies pour les deux modèles on obtient des résultats équivalents.

L'influence du dépôt d'austénite sur les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  peut être déterminée en comparant les résultats du modèle D avec ceux du modèle C. Sur la figure 4.25 on note que pour des faibles valeurs de  $\Delta T_{EG}$  les points calculés avec le modèle D sont à droite des points obtenus avec le modèle C. Il est intéressant de le noter puisqu'a priori on pourrait s'attendre à un résultat inverse. En effet, toutes choses égales par ailleurs, la valeur de  $T_{min}$  et donc celle de  $\Delta T_{EG}$  dépendent de la cinétique de solidification de la fonte :  $\Delta T_{EG}$  est d'autant plus petite que la cinétique de solidification est rapide. Dans le modèle D la cinétique de solidification est constituée par celle des cellules eutectiques considérée dans le modèle C et de la cinétique de dépôt d'austénite, de sorte que la valeur de  $\Delta T_{EG}$  obtenue à l'aide du modèle D doit être inférieure à celle calculée par le modèle C. Le fait que pour des faibles valeurs de surfusion les résultats des calculs montrent une tendance contraire, peut être dû aux différences introduites par la résolution numérique des équations. Toutefois, l'influence du dépôt d'austénite sur  $T_{EG}$  se manifeste sur les courbes calculées pour le cas des faibles taux d'inoculation, comme l'illustre la figure 4.25. Sur celle-ci on note que, à des fortes valeurs de  $\Delta T_{EG}$ , les points obtenus avec le modèle D sont à gauche des points calculés par le modèle C.

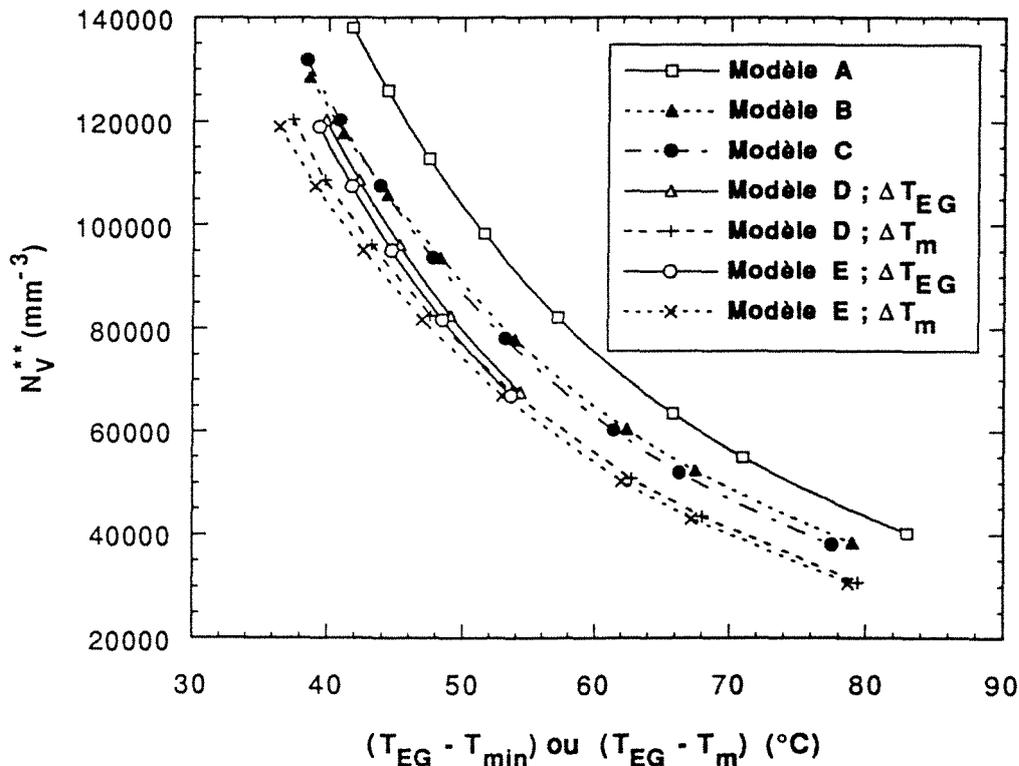


Figure 4.26 Corrélations entre les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  calculées avec les modèles de solidification du tableau 4.1. Les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_D$  utilisées dans les calculs correspondent au cylindre  $\varnothing 9$  de la pièce 2B. Les coefficients des lois de germination varient entre  $A_1=5A_{11}=3,5 \cdot 10^{12} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}\text{m}^{-3}$  et  $A_1=5A_{11}=10^{12} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}\text{m}^{-3}$ .

Sur la figure 4.25 on observe également qu'il y a une faible différence entre les résultats du modèle D et ceux du modèle E. Autrement dit, le terme correspondant à l'expansion du graphite

introduit dans la loi de croissance de la coquille d'austénite utilisée dans modèle E n'a pas une influence importante dans les résultats des calculs.

La figure 4.26 représente les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  calculées pour le cylindre  $\varnothing 9$ . Les courbes simulées avec les modèles D et E ne présentent de la recalescence que dans le cas des fontes bien inoculées. Pour ces modèles on a reporté sur la figure 4.26, outre les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  des courbes qui présentent de la recalescence, les valeurs de  $N_V^{\diamond}$  qui correspondent à  $T_m$ , température à 50% du temps de solidification.

Sur la figure 4.26 on observe que la différence entre les résultats du modèle A et ceux obtenus avec le modèle B est plus importante que celle observée dans la figure 4.25. En revanche l'écart entre les résultats pour  $\varnothing 9$  des modèles B et C reste faible, comme cela est également observé dans la figure 4.25. Cela indique que, pour les valeurs de  $R\gamma^{\circ}$  et de  $R\gamma^{\circ}/R\theta^{\circ}$  employées pour les calculs, on peut considérer que les modèles B et C sont équivalents. Une équivalence semblable est trouvée entre modèles D et E comme on peut le constater à l'aide des figures 4.25 et 4.26.

Par ailleurs, sur la figure 4.26 on note que les points  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  et  $N_V^{\diamond} - \Delta T_m$  qui correspondent aux modèles D et E se situent toujours à droite des lignes obtenues à l'aide des autres modèles de solidification, ce qui n'est pas le cas des résultats présentés dans la figure 4.25. Cela veut dire que l'effet du dépôt d'austénite sur les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  est plus important pour des fortes vitesses de refroidissement. Sur la figure 4.26 on observe que les valeurs de  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  obtenues avec les modèles D et E sont à droite des valeurs de  $N_V^{\diamond} - \Delta T_m$  qui correspondent aux mêmes calculs. Ce résultat est dû au fait que  $T_m$  se situe à des températures proches de  $T_{max}$ , est donc  $(T_{EG} - T_m) \approx (T_{EG} - T_{min}) - \Delta T_r$ .

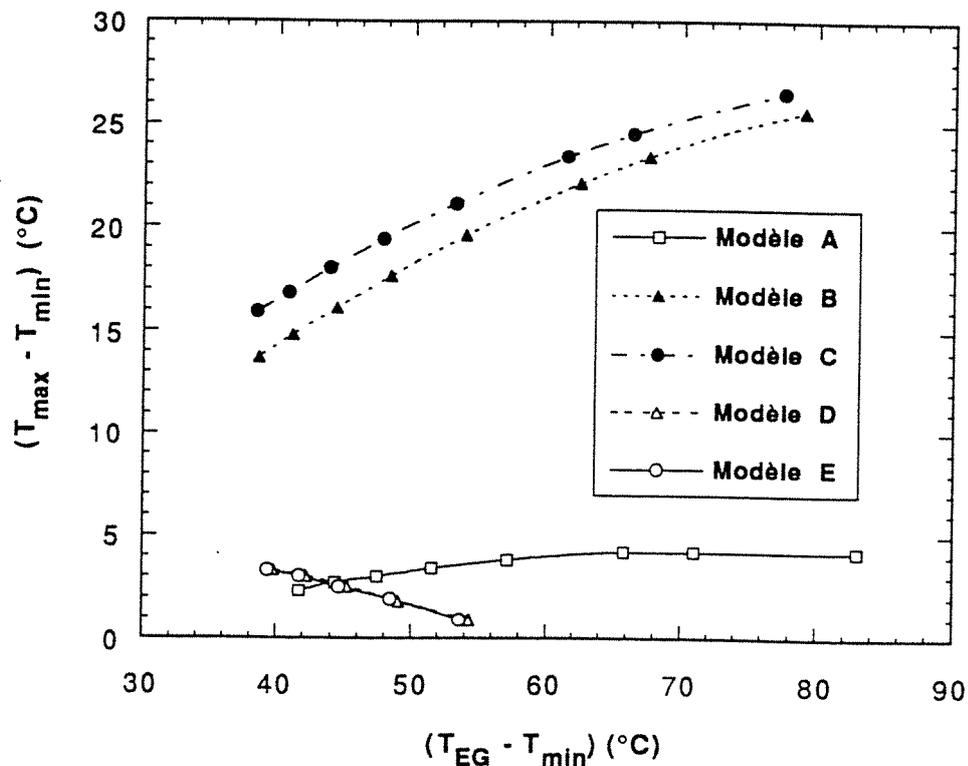


Figure 4.27 Corrélations  $\Delta T_r - \Delta T_{EG}$  calculées avec les différents modèles de solidification. Les valeurs de  $\Delta T_r$  et  $\Delta T_{EG}$  correspondent aux calculs de la figure 4.26.

La figure 4.27 représente les valeurs de  $\Delta T_r$  et de  $\Delta T_{EG}$  obtenues avec les mêmes calculs que la figure 4.26. Sur la figure 4.27 on observe que les valeurs de  $\Delta T_r$  les plus importantes

correspondent aux modèles B et C. Sur la même figure on note que, contrairement aux résultats des calculs faits pour le cylindres Ø62, le taux de recalescence calculé avec les modèles D et E tend à être inférieur au taux calculé avec le modèle A. Cela est dû au fait que dans les calculs effectués avec les modèles D et E la correction de l'effet d'empiétement intervient peu après  $T_{\min}$  puisque la valeur de  $g^s$  à  $T_{\min}$  est seulement un peu inférieure à 0,5 (dont 20 % d'austénite hors eutectique). Dans le cas des modèles A, B et C, la valeur de  $g^s$  à  $T_{\min}$  est de l'ordre de 15 %.

On a constaté que les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  obtenues par le calcul à l'aide des cinq modèles de solidification diffèrent le plus pour des conditions où la vitesse de refroidissement est de l'ordre de celle des cylindres Ø9. Autrement dit, une validation fiable des modèles de solidification doit considérer des confrontations simulation-expérience à des vitesses de refroidissement relativement importantes. En outre, on a trouvé que les modèles B et C sont équivalents, de même que les modèles E et D. L'équivalence entre B et C est valable pour les valeurs de  $R\gamma^\circ$  considérées dans ces modèles et la valeur du rapport initial  $R\gamma^\circ / R\theta^\circ$  utilisée dans le modèle C. D'autre part, on a noté que la manière de rendre compte de l'effet d'empiétement sur la cinétique de solidification a une influence non négligeable sur les valeurs de  $\Delta T_r$  et  $\Delta T_{EG}$  : pour un taux d'inoculation donné, l'approche du type J-M-A autorise des valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et de  $\Delta T_r$  plus faibles que celles obtenues avec l'approche utilisée par Su. Enfin, les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et de  $\Delta T_r$  tendent à diminuer au fur et à mesure que le dépôt d'austénite hors eutectique avant  $T_{\min}$  devient important.

#### 4.8. MODELES DE SOLIDIFICATION RETENUS POUR LA CONFRONTATION SIMULATION-EXPERIENCE ET RECAPITULATION DES CONDITIONS DE CALCUL.

Pour la confrontation simulation-expérience on retient les modèles A et E. Le modèle A, le plus "classique", à l'avantage de sa simplicité alors que le modèle E présente l'intérêt d'être plus rigoureux.

Les différents paramètres thermophysiques nécessaires aux calculs sont présentés dans le tableau 4.2. Les paramètres  $\zeta$  et  $T_d$  ont été déterminés de façon à obtenir un bon ajustement expérience-simulation sur l'allure avant et après le palier de solidification des courbes de refroidissement. Les valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  retenues pour les calculs sont reportées dans les tableaux 4.4 et 4.5.

Pour la taille initiale  $R\gamma^\circ$  des cellules eutectiques, dans le modèle A on emploie une valeur de  $R\gamma^\circ$  égale à  $5 \mu\text{m}$ . Dans le modèle E on utilise une valeur de  $2 \mu\text{m}$  pour  $R\gamma^\circ$  et un rapport initial  $R\gamma^\circ / R\theta^\circ$  égal à 1,1. Enfin on utilise un pas de temps  $\Delta t$  égale à 0,1 s pour les simulations des cylindres Ø62 et Ø32 et un pas de temps de 0,01 s pour les calculs faits pour les cylindres Ø16 et Ø9.

#### 4.9 CONCLUSION

Le modèle thermique simplifié de Chvorinov est une approche raisonnable pour l'ajustement simulation-expérience de l'allure avant et après le palier de solidification des courbes de refroidissement. Il demeure une différence entre la simulation et l'expérience dans la longueur du palier de solidification. En effet, on a constaté que l'approche de Chvorinov ne permet pas de trouver un accord simulation-expérience dans la longueur du palier de solidification en même temps que l'allure des courbes de refroidissement avant et après le palier de solidification. Toutefois un désaccord simulation-expérience sur la longueur du palier de solidification n'a pas des conséquences pratiques sur les résultats du modèle utilisé pour la confrontation simulation-expérience réalisée au chapitre V.

Les valeurs de  $\zeta$  que l'on a déterminées pour l'ajustement thermique simulation-expérience correspondent bien d'une part, aux valeurs des paramètres  $K^{mo}$ ,  $\rho^{mo}$  et  $Cp^{mo}$  que l'on trouve dans la bibliographie pour le type de moule utilisé et, d'autre part, aux valeurs de  $V^m/S$  estimées pour les différents cylindres. En outre, il existe un bon accord entre les valeurs de  $T_d$  et celles de la température de coulée.

Outre l'influence du choix des différents paramètres physiques employés pour les calculs, il existe un effet non négligeable de la taille initiale des cellules eutectiques  $R\gamma^\circ$ , et du rapport initial  $R\gamma^\circ/R\theta^\circ$  sur l'allure des courbes de refroidissement : les valeurs de  $\Delta T_{EG}$ ,  $\Delta T_r$  et  $N_v^{**}$  diminuent quand  $R\gamma^\circ$  augmente et que  $R\gamma^\circ/R\theta^\circ$  diminue. Par suite, on peut trouver une équivalence entre les modèles de solidification B et C par un choix judicieux des valeurs de  $R\gamma^\circ$  et de  $R\gamma^\circ/R\theta^\circ$  utilisées pour les calculs. Il est intéressant de le noter puisqu'en temps de calcul le modèle B est plus économique que le modèle C.

Les résultats des calculs sont sensibles à la manière de résoudre numériquement les équations qui décrivent le refroidissement du métal : la résolution de l'équation 4.35 conduit à des valeurs de  $\Delta T_{EG}$  un peu plus importantes que les valeurs calculées à l'aide de l'équation 4.32.

Enfin on a constaté que pour la validation d'un modèle de solidification il est nécessaire de réaliser une confrontation simulation-expérience dans des conditions des fortes vitesses de refroidissement (de l'ordre de celles des cylindres  $\emptyset 9$ ) où les résultats des calculs diffèrent le plus.



CHAPITRE V

CONFRONTATION SIMULATION-  
EXPERIENCE



## 5.1. INTRODUCTION

La confrontation des résultats expérimentaux avec ceux obtenus à l'aide des modèles de solidification A et E permet d'éclairer l'effet du taux d'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur la structure des fontes coulées, ainsi que certaines des corrélations entre la structure et les caractéristiques des courbes de refroidissement. Cette confrontation expérience-simulation a également permis de préciser les limites des prédictions quantitatives des modèles utilisés, ce qui pourrait être considéré dans le développement de modèles de solidification plus complets.

## 5.2. EFFET DU TAUX D'INOCULATION SUR LES VALEURS DE $N_V^{**}$ , DE $\Delta T_{EG}$ ET DE $\Delta T_R$

### 5.2.1 Cylindres Ø62

#### 5.2.1.1. Effet de la valeur des constantes des lois de croissance, $K^\circ$ , $K_\gamma$ et $K_g$ , sur les résultats de calculs

Une série de calculs a été réalisée pour les cylindres Ø62 à l'aide des modèles de solidification A et E. Les valeurs des paramètres d'ajustement thermique,  $T_d$  et  $\zeta$  étant celles déterminées pour chaque cylindre (voir chapitre IV). Les lois de germination qu'on utilise correspondent aux corrélations expérimentales  $N_V^{**} - \Delta T_m$  déterminées au chapitre III (voir le tableau 3.10).

Sur la figure 5.1 on a reporté les valeurs de  $N_V^{**}$  et  $\Delta T_{EG}$  obtenues par le calcul avec le modèle A ainsi que les valeurs de  $N_V^{**}$  et  $\Delta T_{EG}$  qui correspondent à l'expérience. Chaque point calculé est lié au point expérimental par une droite. Sur la figure 5.1 on observe deux tendances dans l'ajustement expérience-simulation, d'une part il y a l'ensemble des couples expérience-simulation où les points expérimentaux sont plus proches de l'origine du graphique que ceux obtenus par simulation, comme c'est le cas des cylindres 3B1, 2A1, 8A1 et 8B1. Pour les autres cylindres, on note la tendance inverse. Le taux d'inoculation semble jouer un rôle sur le type de tendance observée. En effet, les cylindres 2A1, 8A1 et 8B1 sont ceux dont les valeurs de  $N_V^{**}$  sont les plus petites, les pièces 8A et 8B étant celles coulées sans traitement d'inoculation. Le point expérimental du cylindre 3B1 est une exception à cette tendance, mais cela peut être dû à un artefact de mesure de température (voir chapitre II) et non à un effet quelconque de la cinétique de solidification.

Les tendances d'ajustement entre la simulation et l'expérience décrites pour la figure 5.1 sont qualitativement valables pour la figure 5.2 qui représente également les points expérimentaux du cylindre Ø62 et les points qui résultent des calculs faits avec le modèle E.

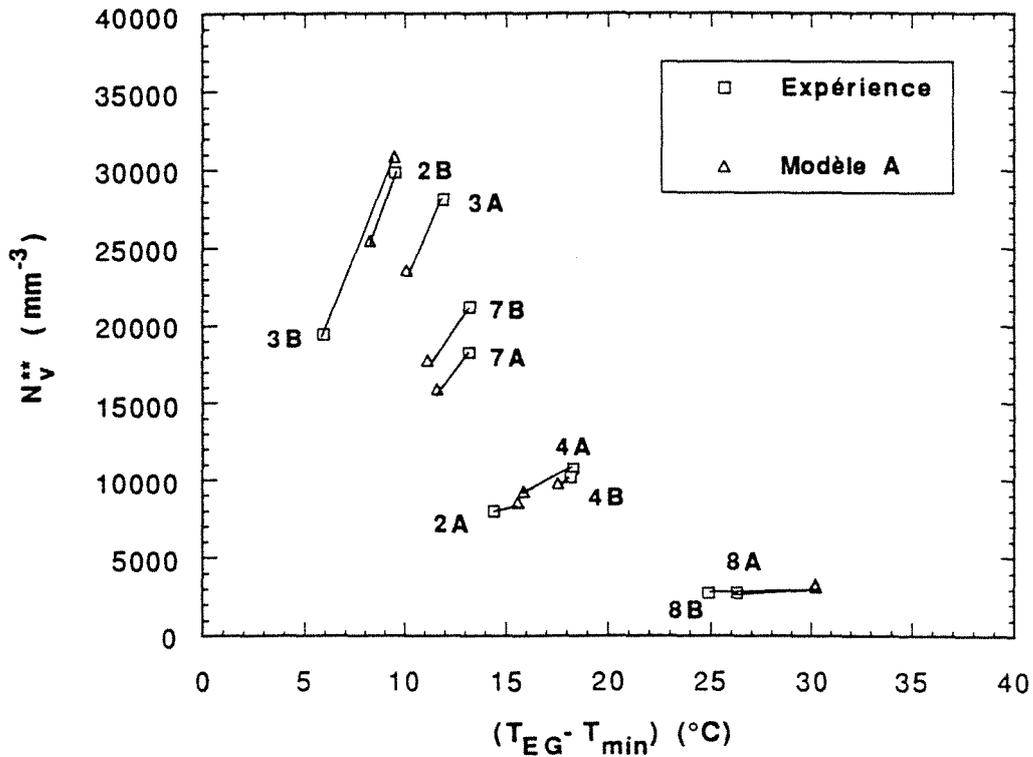


Figure 5.1 Relation entre le nombre de nodules  $N_V^{**}$  et la surfusion  $\Delta T_{EG}$  de tous les cylindres  $\varnothing 62$ . Les petits carrés représentent les points expérimentaux, les petits triangles correspondent aux résultats des simulations faites avec le modèle A. Pour ces calculs, on a utilisé les constantes,  $A_1$  et  $A_{11}$ , des lois de germination déterminées expérimentalement pour chaque pièce. Chaque point obtenu par le calcul est lié au point expérimental correspondant par une ligne.

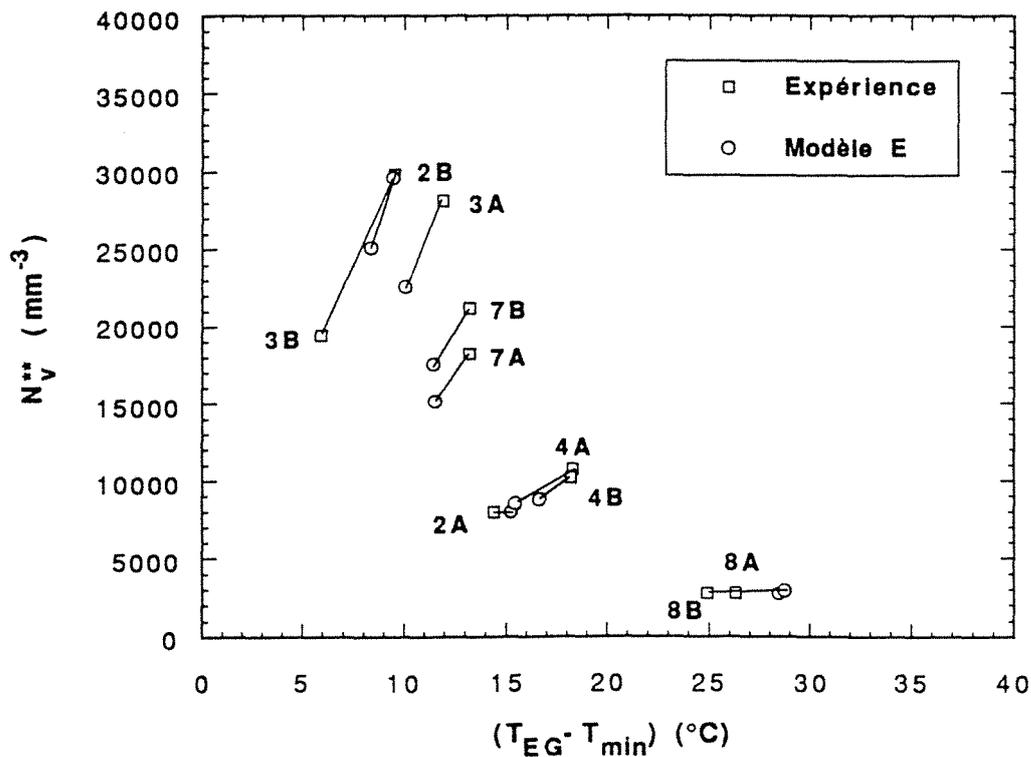


Figure 5.2. Relation entre le nombre de nodules  $N_V^{**}$  et la surfusion  $\Delta T_{EG}$  de tous les cylindres  $\varnothing 62$ . Les petits cercles correspondent aux résultats des calculs faits avec le modèle E. Les résultats expérimentaux sont représentés par les petits carrés. Pour ces calculs, on a utilisé les constantes des lois germination,  $A_1$  et  $A_{11}$ , employées dans le cas de la figure 5.1. Les lignes relient les points expérimentaux et ceux calculés qui correspondent à un cylindre.

Les figures 5.1 et 5.2 suggèrent que pour les cylindres Ø62 des pièces inoculées 2B, 3A, 7A,7B, 4A et 4B on peut obtenir un meilleur ajustement simulation-expérience en utilisant une valeur de  $K^\circ$  ou de  $K_\gamma$  et  $K_\beta$  inférieure à celles données dans le tableau 4.2 ( voir chapitre IV). On a donc cherché à déterminer la valeur de  $K^\circ$  qui permet de mieux ajuster la simulation à l'expérience. Pour cela on a fait une étude de sensibilité des résultats des calculs aux valeurs de  $K^\circ$ . Sur la figure 5.3 on a reporté les points obtenus par le calcul en considérant  $K^\circ = 2,2 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  (modèle A'). Sur cette figure on observe un très bon accord simulation-expérience pour les points qui correspondent aux pièces inoculées. Il est de même pour les calculs effectués à l'aide du modèle E', comme cela est illustré par la figure 5.4. A la différence du modèle E, dans le modèle E' les paramètres  $K_\beta$  et  $K_\gamma$  ont été pris égaux à 2,2/2,87 fois les valeurs présentées pour le modèle E au tableau 4.2.

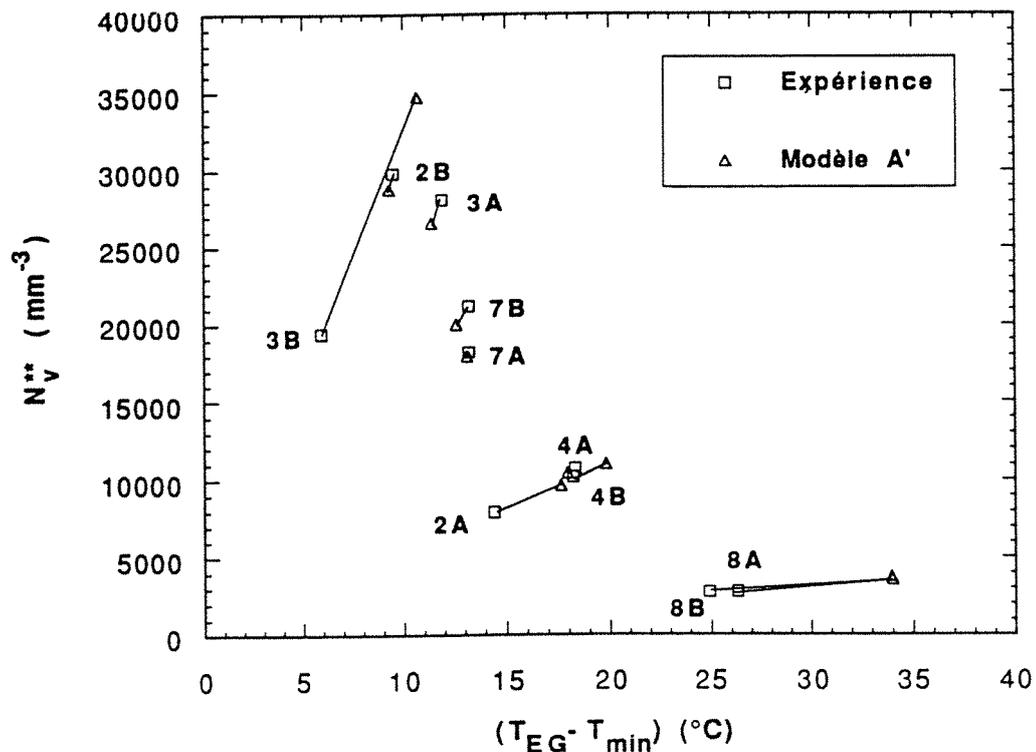


Figure 5.3. Relation entre les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  des cylindres Ø62. Les petits carrés représentent les points expérimentaux et les petits triangles correspondent aux résultats des simulations faites avec le modèle A'. Ce modèle diffère du modèle A par la valeur de  $K^\circ$  qu'on utilise pour la loi de croissance des cellules eutectiques : une valeur de  $K^\circ$  égale à  $2,2 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{C}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  est choisie pour A' alors que dans le modèle A la valeur de  $K^\circ$  est égale à  $2,87 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{C}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ . Les valeurs de  $A_1$  et  $A_{11}$  des lois de germination sont celles utilisées pour les calculs réalisés pour la figure 5.1. Le point expérimental et celui calculé qui correspondent à un cylindre particulier sont reliés par une ligne.

On constate donc qu'une diminution des valeurs des constantes des lois cinétiques des modèles A et E permet d'obtenir un meilleur ajustement simulation-expérience avec les points expérimentaux des cylindres Ø62 des pièces inoculées (2B, 3A, 7A,7B, 4A et 4B). Cela ne doit être considéré que comme un indice de la tendance puisque la différence dans les valeurs  $N_V^{**}$  et  $\Delta T_{EG}$  calculées avec les modèles A et E ou A' et E' est de l'ordre de grandeur de la précision des mesures. Toutefois, du fait que les pièces 2B, 3A, 7A,7B, 4A et 4B peuvent être considérées comme représentatives d'un traitement d'inoculation bien réalisé, on a retenu les modèles A' et E' pour la confrontation simulation-expérience faite dans les sous-paragraphe suivants.

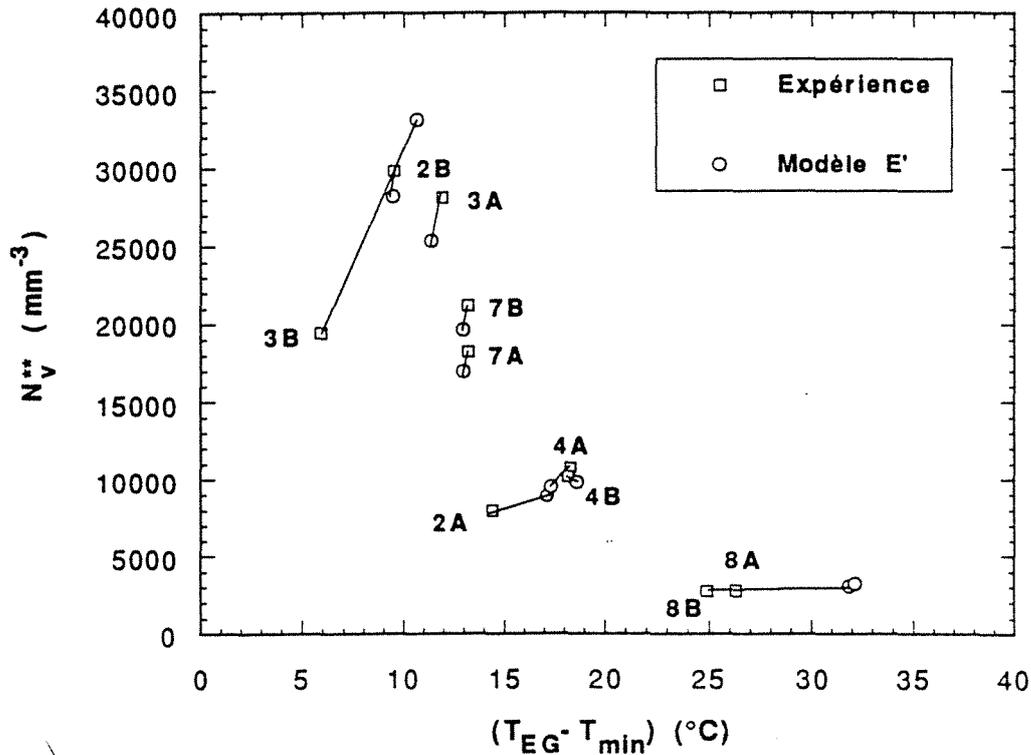


Figure 5.4 Relations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  expérimentale et calculée pour les cylindres Ø62. Les résultats expérimentaux sont représentés par les petits carrés. Les petits cercles correspondent aux résultats des calculs faits avec le modèle E'. Celui-ci diffère du modèle E par les valeurs des constantes  $K_g$  et  $K_\gamma$  qu'on utilise respectivement pour la loi de croissance du nodule de graphite et pour celle de la coquille d'austénite : les valeurs de  $K_g$  et  $K_\gamma$  employées dans le modèle E' sont 2,2/2,87 fois plus petites que les valeurs des constantes utilisées dans le modèle E. Pour les calculs, on a utilisé les constantes des lois de germination,  $A_1$  et  $A_{11}$ , employées dans le cas de la figure 5.1. Les lignes relient les points expérimentaux et les points calculés qui correspondent à un cylindre.

#### 5.2.1.2. Effet du taux d'inoculation sur la corrélation $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$

Pour déterminer l'effet du taux d'inoculation sur les corrélations  $\Delta T_{EG} - N_V^{**}$  des cylindres Ø62 on a effectué une série de calculs où les coefficients multiplicatifs des lois de germination varient entre  $A_1 = 5A_{11} = 3,5 \cdot 10^{12} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}\text{m}^{-3}$  et  $A_1 = 5A_{11} = 10^{11} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}\text{m}^{-3}$ . La figure 5.5 représente les résultats de ces calculs ainsi que les points expérimentaux  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  des cylindres Ø62. Les courbes en trait continu correspondent aux calculs faits avec les modèles A et A' et les courbes en pointillés résultent des calculs faits avec les modèles E et E'. Les valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  utilisées sont celles du cylindre Ø62 de la pièce 2B1.

Sur la figure 5.5 on observe que les courbes obtenues avec les modèles A' et E' approchent mieux les points expérimentaux des pièces inoculées que les courbes qui correspondent aux modèles A et B. Cela concorde avec la tendance illustrée par les figures 5.1, 5.2, 5.3, et 5.4. Le fait que les courbes obtenues par le calcul (modèles A' et E') traduisent bien la tendance qui montrent les points expérimentaux suggère que la diminution de  $\Delta T_{EG}$  quand  $N_V^{**}$  augmente dépend en grande partie de "l'efficacité du traitement d'inoculation". Les écarts observés entre les points expérimentaux et les courbes simulées avec A' et E' peuvent être dûs aux différences dans les conditions de refroidissement de chaque cylindre.

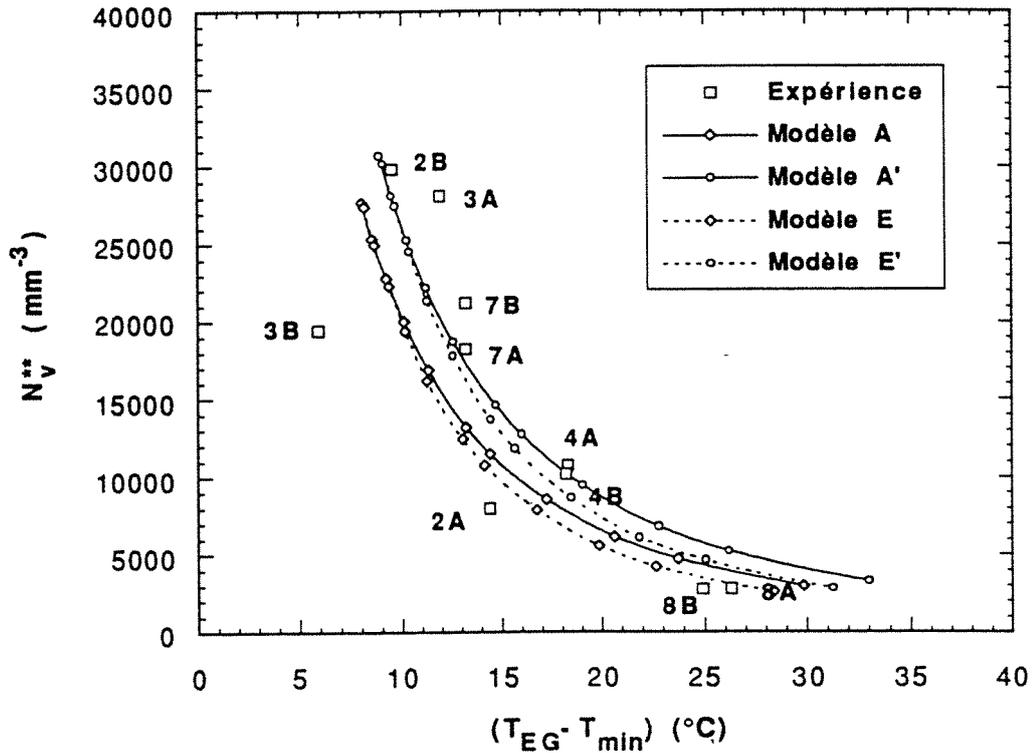


Figure 5.5 Corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  qui résultent des calculs faits pour les cylindres  $\varnothing 62$  en modifiant le taux d'inoculation. Les petites carrés représentent les points expérimentaux. Les courbes ont été calculées à l'aide des modèles A, A', E et E' en faisant varier les coefficients des lois de germination. Les conditions thermiques considérées ont été celles du cylindre 2B1;  $T_d = 1400$  °C et  $\zeta = 72783 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-0,5}$ . Les lignes en trait continu correspondent aux calculs faits avec les modèles A et A' et celles en pointillés résultent des calculs faits avec les modèles E et E'.

### 5.2.1.2. Effet de la température de coulée sur la corrélation $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$

Afin de déterminer l'effet de la "température de coulée" sur l'allure des corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  qui résultent des simulations, on a fait une série de calculs en utilisant deux valeurs de  $T_d$ ; 1400 °C et 1350 °C. On rappelle que ces températures sont les limites des températures de coulée utilisées pour la plus grande partie des pièces étudiées. La figure 5.6 représente les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  ainsi obtenues. Sur cette figure on observe que les courbes qui correspondent à  $T_d$  égal à 1400 °C se situent à gauche des courbes calculées pour  $T_d = 1350$  °C. Autrement dit, pour un taux d'inoculation donné, la surfusion augmente quand la température de coulée diminue. A ce titre, on remarque sur la figure 5.6 que les points expérimentaux des pièces inoculées semblent confirmer cette tendance : le point expérimental du cylindre  $\varnothing 62$  de la pièce 3A coulée à 1300 °C et celui de la pièce 7B, coulées à 1350 °C, se situent près des courbes calculées pour  $T_d = 1350$  °C, les points expérimentaux des cylindres  $\varnothing 62$  des pièces 2B, 7A et 4A, coulées à des températures entre 1370 °C et 1400 °C, sont près des courbes calculées avec  $T_d = 1400$  °C, enfin le point expérimental de 2A1, coulée à 1450 °C, est situé à gauche des courbes obtenues pour  $T_d$  égale à 1400 °C. Cet accord simulation-expérience doit être seulement considéré comme un indice de la tendance puisque l'incertitude sur la mesure de la température est du même ordre de grandeur que la différence trouvée entre les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  calculées pour  $T_d = 1400$  °C et  $T_d = 1350$  °C.

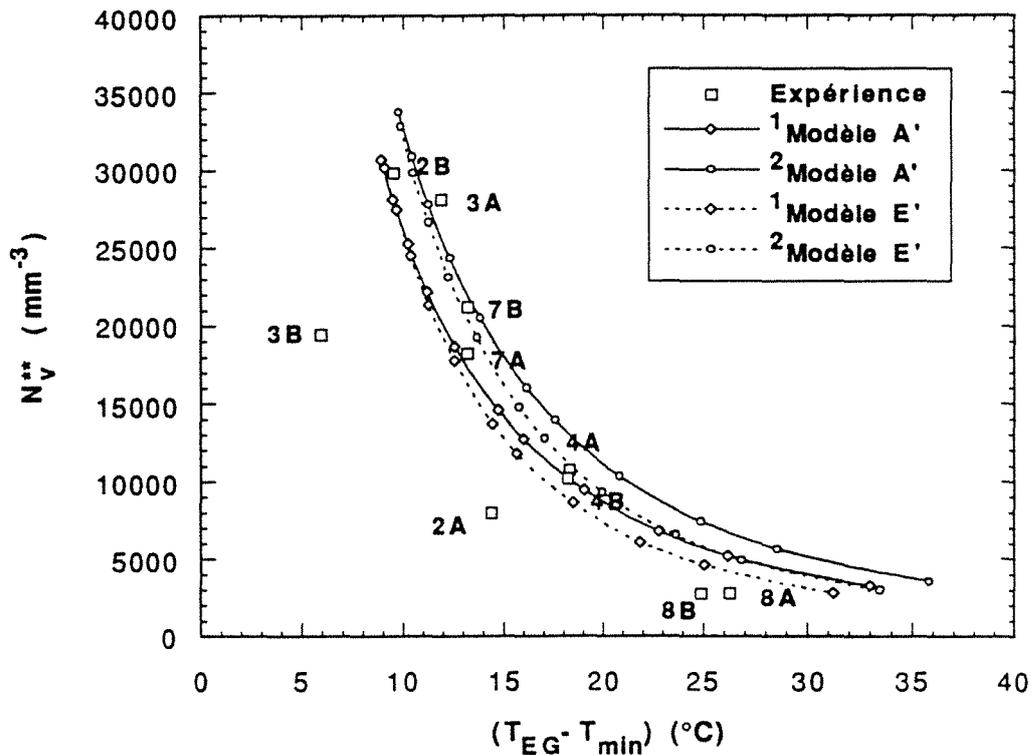


Figure 5.6 Effet de la température de coulée sur les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  qui résultent des calculs faits pour les cylindres  $\varnothing 62$  avec un taux d'inoculation variable. Les petits carrés représentent les points expérimentaux. Les courbes ont été obtenues par le calcul à l'aide des modèles A' et E'. La valeur utilisée de  $\zeta$ ,  $72783 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{C}^{-1} \cdot \text{s}^{-0,5}$ , est celle du cylindre 2B1. On a considéré deux températures pour le démarrage des calculs :  $1400 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $1350 \text{ }^\circ\text{C}$ . Les lignes en trait continu correspondent aux calculs faits avec le modèle A' et celles en pointillés résultent des calculs faits avec le modèle E' : 1 courbes qui correspondent à  $T_d$  égale à  $1400 \text{ }^\circ\text{C}$  ; 2 courbes calculées avec  $T_d = 1350 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### 5.2.1.3. Effet du type de la loi de germination sur $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$

Pour vérifier l'effet du type de loi de germination sur les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  on a réalisé une série de calculs en considérant pour les lois de germination  $dN_V = A_n \Delta T_{EG}^{n-1} g^l d(\Delta T_{EG})$  ou  $dN_V = A_{n1} \Delta T_{EG}^{n-1} g^l d(\Delta T_{EG})$  des valeurs de  $n$  égales à 1 et à 2. Pour ces calculs les coefficients  $A_1$  et  $A_{11}$  varient dans la fourchette des valeurs utilisées dans les calculs précédents. Les valeurs de  $A_2 = 25A_{21}$  ont été choisies entre  $7,35 \cdot 10^{11} \text{ }^\circ\text{C}^{-2} \text{m}^{-3}$  et  $5,8 \cdot 10^9 \text{ }^\circ\text{C}^{-2} \text{m}^{-3}$ . Cette gamme de valeurs correspond à celle utilisée pour  $A_1$  et  $A_{11}$ . Les conditions thermiques sont celles du cylindre 2B1. Sur la figure 5.7 on a reporté les relations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  ainsi calculées. Sur cette figure on observe qu'il n'y a pas une différence importante entre les résultats obtenus avec les deux types de lois. Cela indique que le choix de la valeur de "n" n'est pas possible avec le type de confrontation simulation-expérience illustré par la figure 5.7. Comme on le verra plus loin, les conséquences du choix de "n" et des coefficients multiplicatifs des lois de germination se manifestent dans la confrontation simulation-expérience réalisée pour les cylindres  $\varnothing 9$ .

### 5.2.1.4. Effet du taux d'inoculation sur la corrélation $N_V^{**} - \Delta T_r$

La figure 5.8. représente les valeurs expérimentales de  $N_V^{**}$  en fonction de  $\Delta T_r = (T_{max} - T_{min})$ . Sur cette figure on a également reporté les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_r$  qui résultent des six séries de calculs faits à l'aide des modèles de solidification A' et E'. Pour ces calculs on considère, outre l'influence du

taux d'inoculation, l'effet de  $T_d$  (1400°C et 1350°C), et du type de loi de germination ( $n=1$  et  $n=2$ ) sur la corrélation  $N_V^{**} - \Delta T_r$ .

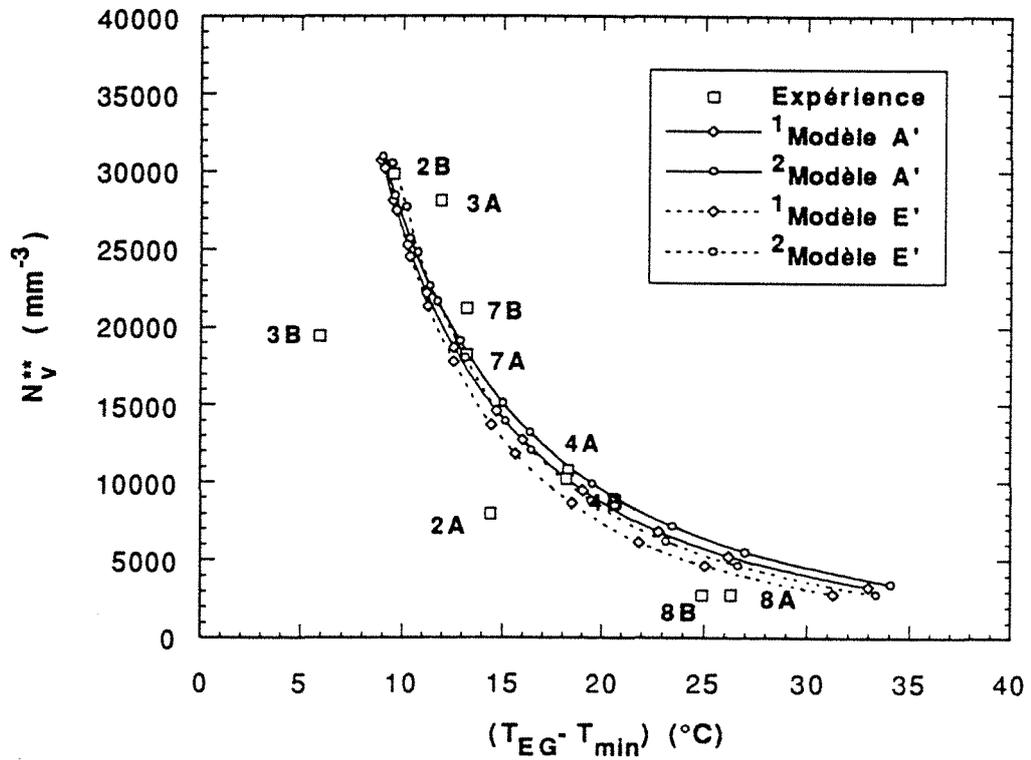


Figure 5.7 Effet du type de loi de germination sur les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  calculées pour les cylindres  $\varnothing 62$  en faisant varier le taux d'inoculation. Les petits carrés représentent les points expérimentaux. Les courbes ont été obtenues par le calcul à l'aide des modèles A' et E'. Pour la loi de germination on a considéré des valeurs de  $n$  égales à 1 et à 2. Les conditions thermiques utilisées sont celles du cylindre 2B1 :  $T_d = 1400$  °C et  $\zeta = 72783$  J·m<sup>-3</sup>·°C<sup>-1</sup>·s<sup>-0,5</sup>. Les lignes en trait continu correspondent aux calculs faits avec le modèle A' et celles en pointillés résultent des calculs faits avec le modèle E' : 1 courbes qui correspondent à  $n$  égal à l'unité ; 2 courbes calculées avec  $n = 2$ .

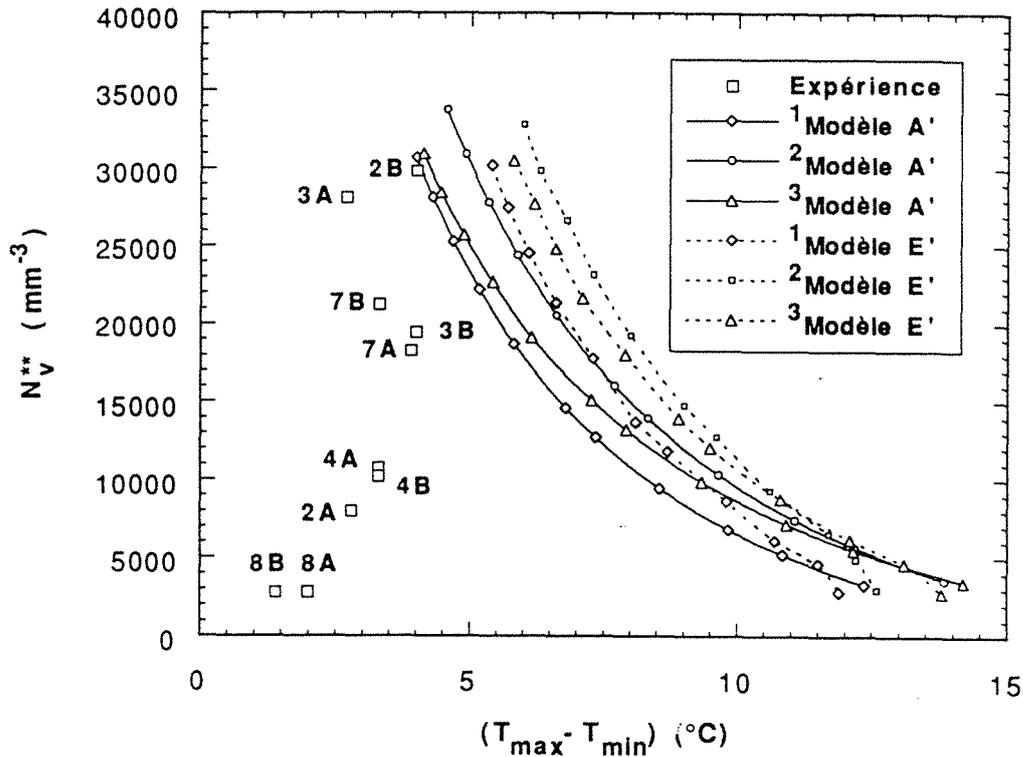


Figure 5.8 Corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_r$  qui résultent des calculs faits pour les cylindres Ø62 en faisant varier le taux d'inoculation. Les carrés représentent les points expérimentaux. Les courbes ont été obtenues par le calcul à l'aide des modèles A' et E'. La valeur de  $\zeta$  employée dans tous les calculs est celle du cylindre 2B1,  $\zeta = 72783 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-0,5}$ . Les lignes en trait continu correspondent aux calculs faits avec le modèle A' et celles en pointillés résultent des calculs faits avec le modèle E'. 1 courbes qui correspondent à  $n$  égale à l'unité et  $T_d = 1400 \text{ °C}$  ; 2 courbes calculées avec  $n = 1$  et  $T_d$  égal à  $1350 \text{ °C}$  ; 3 pour ces courbes les valeurs de  $n$  et  $T_d$  sont respectivement égales à 2 et  $1400 \text{ °C}$ .

Sur la figure 5.8 on observe que dans tous les cas la corrélation  $N_V^{**} - \Delta T_r$  obtenue par le calcul présente une tendance contraire à l'expérience : la valeur calculée de  $N_V^{**}$  augmente quand  $\Delta T_r$  augmente alors qu'expérimentalement la valeur de  $N_V^{**}$  tend à diminuer quand  $\Delta T_r$  augmente. A ce désaccord qualitatif entre la simulation et l'expérience s'ajoute une différence dans l'ordre de grandeur de la valeur de  $\Delta T_r$ , comme l'illustre également la figure 5.8. Sur celle-ci on note que les valeurs expérimentales de  $\Delta T_r$  sont en général plus petites que celles que l'on trouve par le calcul : la valeur calculée de  $\Delta T_r$  varie entre  $\approx 4 \text{ °C}$  (fontes bien inoculées) et  $\approx 14,5 \text{ °C}$  (fontes faiblement inoculées), alors que dans l'expérience, les valeurs de  $\Delta T_r$  ne varient qu'entre  $4-1,4 \text{ °C}$ .

#### 5.2.1.5. Effet du taux d'inoculation sur la corrélation $\Delta T_{EG} - \Delta T_r$

La figure 5.9 représente les corrélations  $\Delta T_r - \Delta T_{EG}$  qui résultent des calculs faits pour la figure 5.8, ainsi que les points expérimentaux qui correspondent aux cylindres Ø62. Sur la figure 5.9 on observe qu'il n'y a pas de concordance entre la simulation et l'expérience : les valeurs expérimentales de  $\Delta T_r$  diminuent quand  $\Delta T_{EG}$  augmente, alors que les valeurs de  $\Delta T_r$  obtenues par le calcul augmentent quand  $\Delta T_{EG}$  augmente. Ce désaccord simulation expérience est essentiellement dû aux différences entre les valeurs de  $\Delta T_r$  expérimentales et celles calculées, puisqu'il existe une bonne concordance simulation-expérience dans les valeurs de  $\Delta T_{EG}$ .

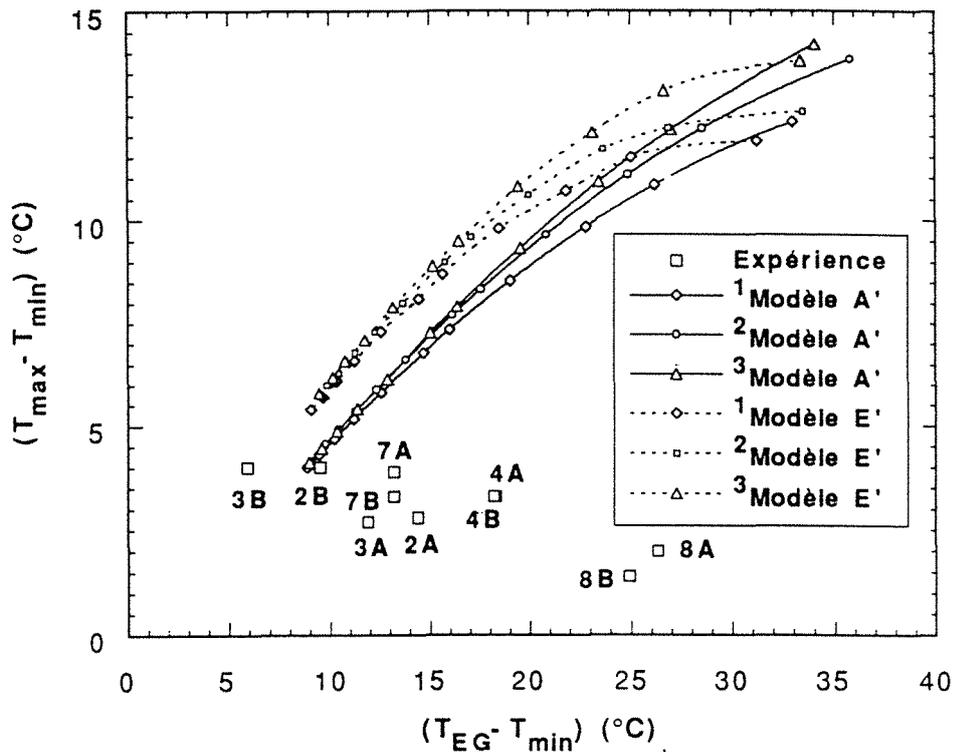


Figure 5.9 Corrélations  $\Delta T_f - \Delta T_{EG}$  obtenues par les calculs faits pour les cylindres  $\varnothing 62$  en faisant varier le taux d'inoculation. Les petits carrés représentent les points expérimentaux. Les courbes ont été calculées à l'aide des modèles A' et E'. La valeur de  $\zeta$  employée dans tous les calculs est celle du cylindre 2B1,  $\zeta = 72783 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-0,5}$ . Les lignes en trait continu correspondent aux calculs faits avec le modèle A' et celles en pointillés résultent des calculs faits avec le modèle E'. <sup>1</sup> courbes qui correspondent à  $n$  égale à l'unité et  $T_d = 1400 \text{ }^\circ\text{C}$  ; <sup>2</sup> courbes calculées avec  $n = 1$  et  $T_d$  égale à  $1350 \text{ }^\circ\text{C}$  ; <sup>3</sup> pour ces courbes les valeurs de  $n$  et  $T_d$  sont respectivement égales à 2 et  $1400 \text{ }^\circ\text{C}$ .

## 5.2.2 Cylindres $\varnothing 32$

### 5.2.2.1. Effet du taux d'inoculation sur la corrélation $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$

Bien que ces cylindres présentent un cas thermique spécial (superposition des courbes de refroidissement entre les cylindres  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 32$ ), on a effectué une série de calculs pour déterminer dans quelle mesure ceux-ci permettent de retrouver la tendance expérimental  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  observé dans les cylindres  $\varnothing 32$ . Pour les calculs on a utilisé une valeur de  $T_d$  égale à  $1400 \text{ }^\circ\text{C}$  et la valeur moyenne de  $\zeta$  ( $95768 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-5}$ ), qui correspondrait à un cylindre  $\varnothing 32$  dont la courbe de refroidissement ne se superposerait pas aux courbes de  $\varnothing 62$ . Les valeurs de  $A_1$  et  $A_{21}$  varient dans la même gamme de valeurs que celles employées pour les calculs concernant  $\varnothing 62$ . La figure 5.10 représente les résultats de ces calculs. Sur celle-ci on note que les points expérimentaux tendent à se situer à gauche des courbes calculées. Cela peut être expliqué par le fait que la vitesse de refroidissement avant solidification des courbes de refroidissement obtenues par le calcul est plus importante que dans l'expérience. En effet, comme on le verra dans ce chapitre, les courbes de corrélation  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  calculées se déplacent vers la droite quand la vitesse de refroidissement augmente.

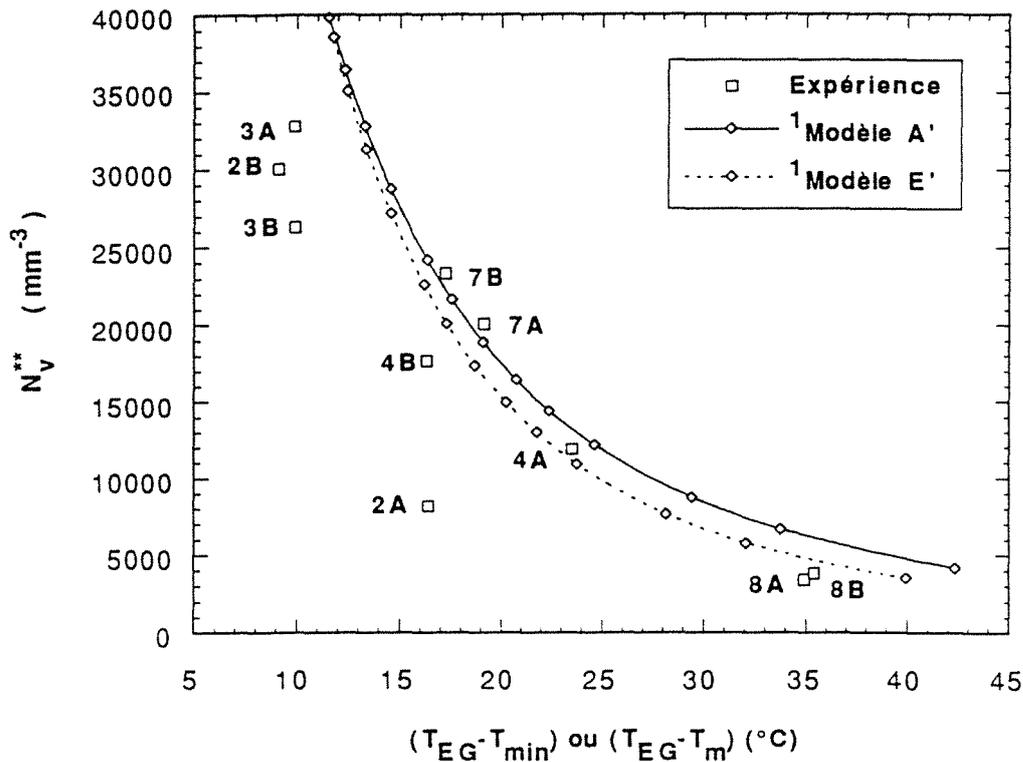


Figure 5.10 Corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  qui résultent des calculs faits pour les cylindres Ø32 en variant le taux d'inoculation. Les carrés représentent les points expérimentaux. Les courbes ont été calculées à l'aide des modèles A' et E' en faisant varier les coefficients des lois de germination dans la même gamme de valeurs que dans le cas des calculs faits pour Ø62. La valeur de  $T_d$  utilisée est de 1400 °C et celle de  $\zeta$  employée est de  $95768 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-0,5}$ . Pour la loi de germination on a utilisé  $n$  égal à l'unité. La ligne en trait continu correspond aux calculs faits avec le modèle A' et celles en pointillés résultent des calculs faits avec le modèle E'.

### 5.2.3 Cylindres Ø16

#### 5.2.3.1. Effet du taux d'inoculation et de la température de coulée sur la corrélation $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$

La figure 5.11 représente les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  qui résultent des simulations réalisées à l'aide des modèles A' et E' en faisant varier les valeurs de  $A_1$  et  $A_{11}$  entre  $A_1 = 5A_{11} = 3.5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1}$  et  $A_1 = 5A_{11} = 5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1}$ . Ces valeurs de  $A_1$  et  $A_{11}$  sont de l'ordre des constantes de proportionnalité des corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  expérimentales qui correspondent aux pièces inoculées. Les couples de valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  utilisés pour les calculs sont ceux du cylindre 2B3 (courbes 1A' et 1E') et du cylindre 3A3 (courbes 2A' et 2E'). Sur la même figure on a également reporté les points expérimentaux  $N_V^{**} - \Delta T_m$  qui concernent les cylindres Ø16 des pièces inoculées.

Sur la figure 5.11 on observe qu'il n'existe pas un bon accord entre les points expérimentaux et les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  calculées. A ce titre on remarque que, par rapport aux courbes qui résultent des calculs, les points expérimentaux des cylindres Ø16 présentent une dispersion plus importante que celle qui présentent les points des cylindres Ø62 et Ø9. Cela peut être vérifié en comparant la figure 5.11 avec les figures 5.6 et 5.12. Toutefois, les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  obtenues par le calcul sont d'un ordre de grandeur proche de l'expérience.

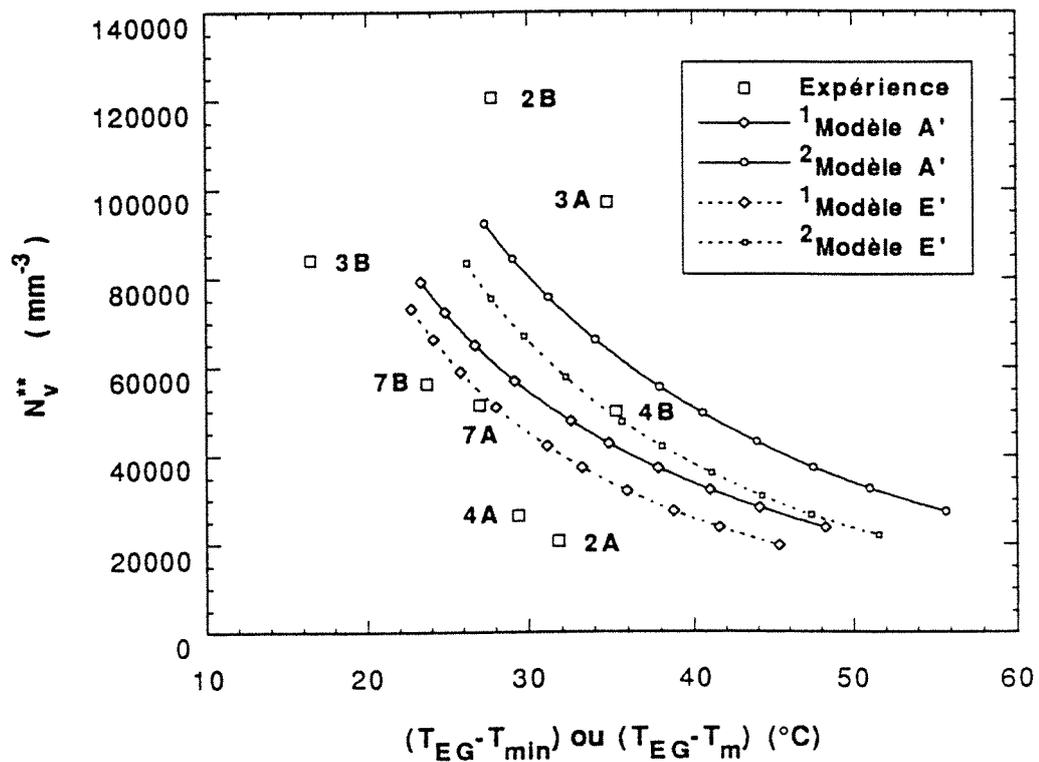


Figure 5.11 Corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  obtenues par les calculs faits pour les cylindres  $\varnothing 16$  en variant le taux d'inoculation. Les carrés représentent les points expérimentaux  $N_V^{**} - \Delta T_m$ . Les courbes ont été calculées à l'aide des modèles A' et E' en faisant varier les coefficients des lois de germination dans une gamme de valeurs qui correspond aux pièces inoculées ;  $A_1 = 5A_{1I} = 3.5 \cdot 10^{12} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1}$  et  $A_1 = 5A_{1I} = 5 \cdot 10^{11} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1}$ . Les courbes 1 ont été calculées avec les valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  qui correspondent au cylindre 2B3, soit respectivement  $196712 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-0,5}$  et  $1400 \text{ °C}$ . Pour le calcul des courbes 2 on a utilisé les valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  du cylindre 3A3 ;  $213441 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-0,5}$  et  $1350 \text{ °C}$ . Les lignes en trait continu correspondent aux calculs faits avec le modèle A' et celles en pointillés résultent des calculs faits avec le modèle E'. Dans tous les cas, on a employé une loi de germination où  $n=1$ .

## 5.2.4 Cylindres $\varnothing 9$

### 5.2.4.1. Effet du taux d'inoculation et de la température de coulée sur la corrélation $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$

Les points expérimentaux de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_m$  concernant les cylindres  $\varnothing 9$  des pièces inoculées sont reportés sur la figure 5.12. Celle-ci représente également les résultats des simulations réalisées à l'aide des modèles A' et E' en faisant varier les valeurs de  $A_1$  et  $A_{1I}$  entre  $A_1 = 5A_{1I} = 3.5 \cdot 10^{12} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1}$  et  $A_1 = 5A_{1I} = 5 \cdot 10^{11} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1}$ . Ces valeurs de  $A_1$  et  $A_{1I}$  sont de l'ordre des constantes de proportionnalité des corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  expérimentales qui correspondent aux pièces inoculées. Les couples de valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  utilisées pour les calculs sont ceux du cylindre 2B4 (courbes 1A' et 1E') et du cylindre 3A4 (courbes 2A' et 2E').

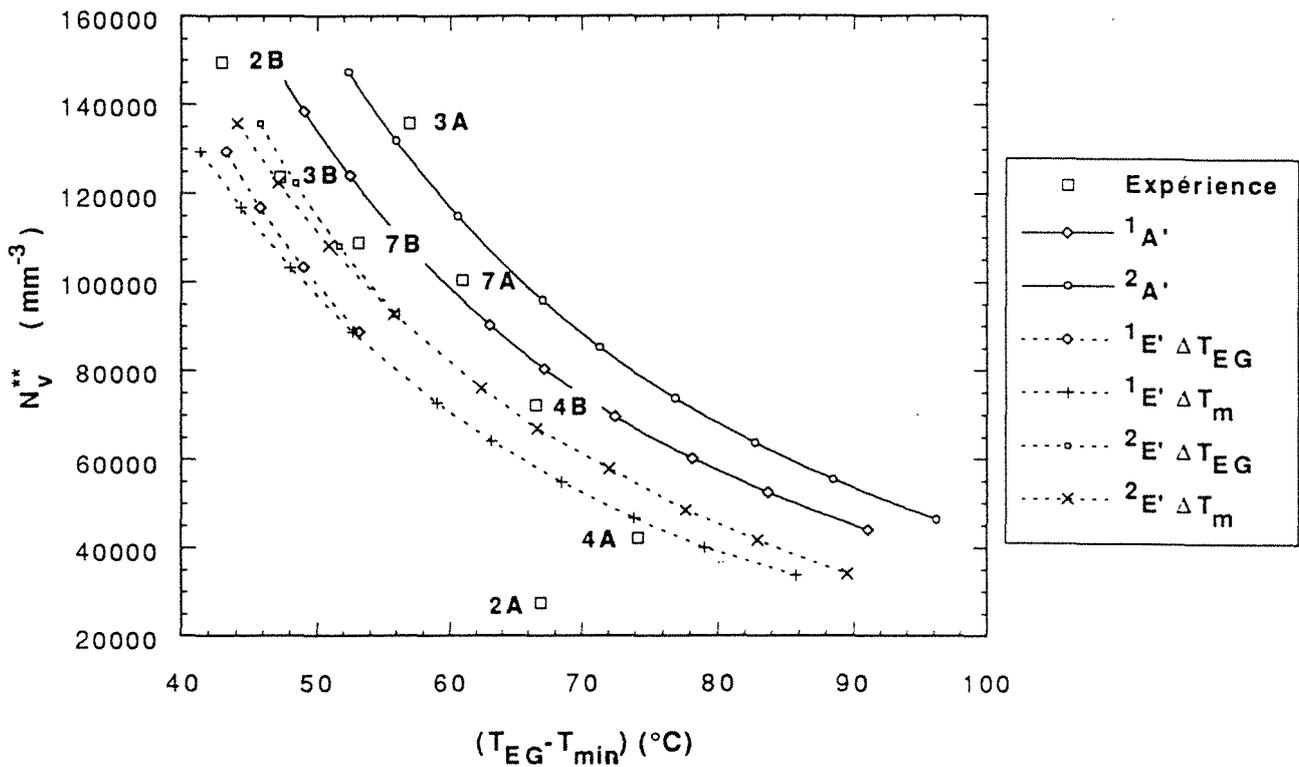


Figure 5.12. Corrélation  $N_V^{**} \cdot \Delta T_m$  expérimentale observée dans le cas cylindres  $\varnothing 9$  et corrélations  $N_V^{**} \cdot \Delta T_{EG}$  ou  $N_V^{**} \cdot \Delta T_m$  calculées pour ce même cylindre à l'aide des modèles A' et E'. Les petits carrés représentent les points expérimentaux. Les courbes ont été obtenues par le calcul, en utilisant une loi de germination où  $n$  est égale à l'unité et une valeur de  $\zeta = 404352 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-0,5}$ . Celle-ci correspond aux cylindres 3A4 et 2B4. Les courbes 1 et 2 diffèrent par la valeur de  $T_d$  utilisée pour les calculs soit respectivement,  $1400 \text{ °C}$  et  $1350 \text{ °C}$ . Les valeurs de  $A_1$  et  $A_{11}$  ont été choisies dans le même fourchette des valeurs que dans le cas des calculs faits pour  $\varnothing 16$ . Dans les simulations effectuées avec le modèle E', on a noté que quelques-unes des courbes de refroidissement ne présentent pas de la recalescence. De ce fait on a reporté sur cette figure la densité volumique de nodules qui résulte de ce modèle à  $\Delta T_m$ .

Sur le figure 5.12 on constate que la tendance expérimentale de la corrélation  $N_V^{**} \cdot \Delta T_m$  est bien retrouvée par le calcul. On remarque également qu'il existe une différence quantitative entre les courbes qui résultent des calculs faits avec le modèle A' et celles obtenues avec le modèle E'. Il est intéressant de le remarquer puisque la concordance expérience-simulation diffère sensiblement selon le type de modèle de solidification. En effet sur la figure 5.12 on observe que la plus grande partie des points expérimentaux sont placés à gauche de la courbe  $1A'$  alors qu'ils sont situés à droite de la courbe  $1E'$ . Autrement dit, pour un taux d'inoculation donnée les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  (ou  $\Delta T_m$ ) calculées avec le modèle A' sont sur-estimées par rapport à l'expérience alors que dans le cas du modèle E' ces valeurs sont sous-estimées. La différence entre les résultats expérimentaux et les courbes calculées pour  $T_d$  égale à  $1400 \text{ °C}$  est de l'ordre de 10%.

Dans la figure 5.12 on observe aussi que les courbes  $N_V^{**} \cdot \Delta T_{EG}$  calculées avec  $T_d = 1350 \text{ °C}$  se situent à gauche des courbes qui résultent des calculs avec  $1400 \text{ °C}$ , comme cela a été également observé pour le cas des simulations faites pour les cylindres  $\varnothing 62$  (voir figure 5.6). D'après ce qui précède on peut s'attendre à ce que les points expérimentaux soient d'autant plus à gauche que la température de coulée de la pièce est moins importante. Cela ne peut pas être vérifié à l'aide de nos résultats expérimentaux puisque la différence entre les corrélations  $N_V^{**} \cdot \Delta T_{EG}$  calculées pour  $T_d = 1400 \text{ °C}$  et  $T_d = 1350 \text{ °C}$  est de l'ordre de l'incertitude dans la mesure de la température. Cependant, à

titre indicatif, on peut noter sur la figure 5.12 que l'effet de la température de coulée sur les points  $N_V^{**} - \Delta T_m$  des cylindres Ø9 est moins net que dans le cas des résultats  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  des cylindres Ø62. En effet, le point expérimental qui correspond à 3A4 est situé à gauche de celui de 3B4 alors que ce dernier a été coulé à une température supérieure à celle de 3A4. Une tendance semblable est présentée pour les points expérimentaux des pièces 7B et 7A.

#### 5.2.4.2. Effet du type de loi de germination sur la corrélation $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$

Dans la figure 5.13 on a reporté les courbes  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  qui résultent des calculs effectués avec deux types de loi de germination,  $n=1$  et  $n=2$ . Pour ces calculs on a utilisé les valeurs de  $\zeta$  et de  $T_d$  qui correspondent à la pièce 2B4. Les valeurs de  $A_1$  et de  $A_{1|}$  varient entre  $A_1=5A_{1|}=3.5 \cdot 10^{12} \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1}$  et  $A_1=5A_{1|}=5 \cdot 10^{11} m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1}$ , celles de  $A_2$  et  $A_{2|}$  sont dans une gamme de valeurs de  $A_2=25A_{2|}=7.35 \cdot 10^{11} \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-2}$  à  $A_2=25A_{2|}=5,065 \cdot 10^{10} m^{-3} \cdot ^\circ C^{-2}$ . De même que dans le cas de  $A_1$  et  $A_{1|}$ , ces valeurs de  $A_2$  et  $A_{2|}$  correspondent à l'intervalle des valeurs déterminées à l'aide des résultats expérimentaux des cylindres Ø62.

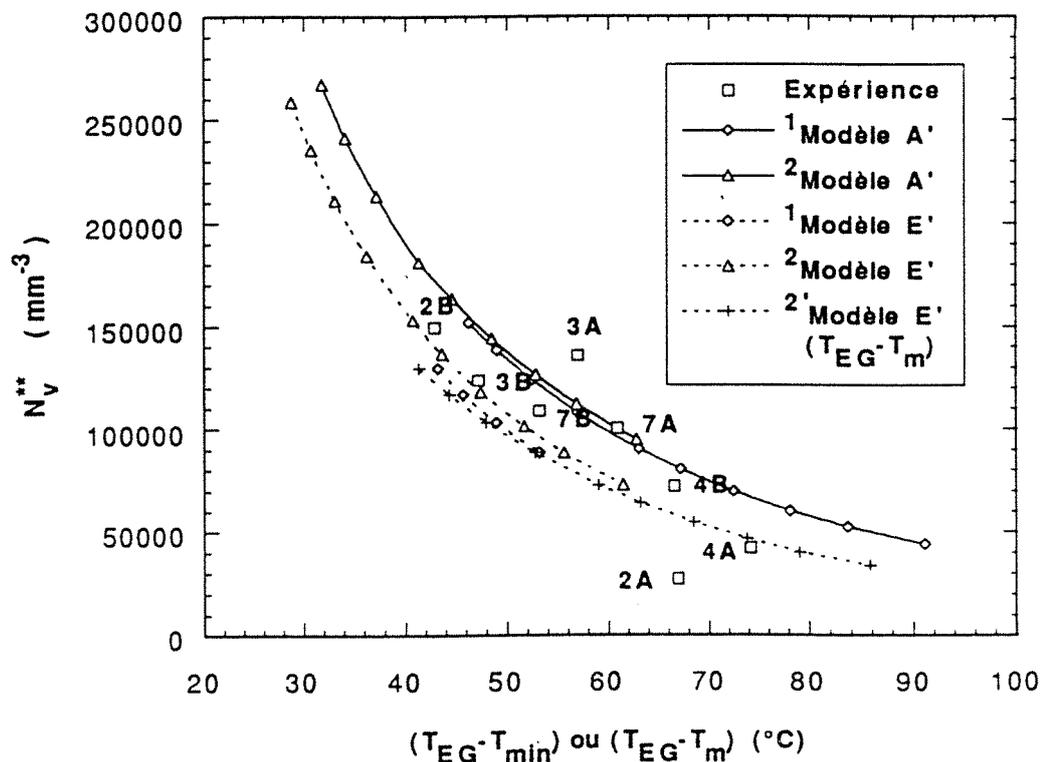


Figure 5.13 Effet du type de loi de germination sur les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  calculées pour les cylindres Ø9 en faisant varier le taux d'inoculation. Les petits carrés représentent les points expérimentaux. Les courbes ont été obtenues par le calcul à l'aide des modèles A' et E'. Pour la loi de germination on a considéré  $n$  égal à 1 et à 2. Le couple de valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  est celui du cylindre 2B4 :  $\zeta = 404352 J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$  et  $T_d = 1400 ^\circ C$ . Les lignes en trait continu correspondent aux calculs faits avec le modèle A' et celles en pointillés résultent des calculs faits avec le modèle E'. 1 courbes qui correspondent à  $n$  égale à l'unité ; 2 courbes calculées avec  $n = 2$ ; 2' courbe  $N_V^{**} - \Delta T_m$  calculé avec  $n$  égale à l'unité.

Sur la figure 5.13 on observe que pour une valeur de  $N_V^{**}$  donnée, la différence entre les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  obtenues avec le deux types de lois de germination est faible. En outre, sur la figure 5.13 on observe que les valeurs de  $N_V^{**}$  obtenues avec une loi de germination où  $n=2$  varient dans

une gamme de valeurs plus importante que dans le cas des résultats des calculs où  $n$  est égal à l'unité. Ces derniers sont plus en accord avec les points expérimentaux. Ce résultat permet de vérifier la validité du choix d'une loi de germination avec  $n=1$  et avec des coefficients  $A_1$  ou  $A_{11}$  déterminés à l'aide des résultats expérimentaux du cylindre  $\varnothing 62$ .

#### 5.2.4.3. Corrélation $\Delta T_{EG}-\Delta T_r$

La figure 5.14 représente les corrélations  $\Delta T_{EG}-\Delta T_r$  qui résultent des calculs faits avec les modèles A' et E'. Les courbes 1 et 2 ont été calculées en considérant une loi de germination où  $n$  est égal à l'unité. Pour les courbes 1 on a employé une valeur de  $T_d = 1400$  °C et pour les courbes 2 on a utilisé une valeur de  $T_d$  égale à 1350 °C. Les courbes 3 résultent des calculs avec  $T_d = 1400$  °C et une loi de germination où  $n=2$ . Sur la même figure on a reporté le point expérimental qui correspond à 7B4, le seul cylindre dont la courbe de refroidissement a présenté de la recalescence.

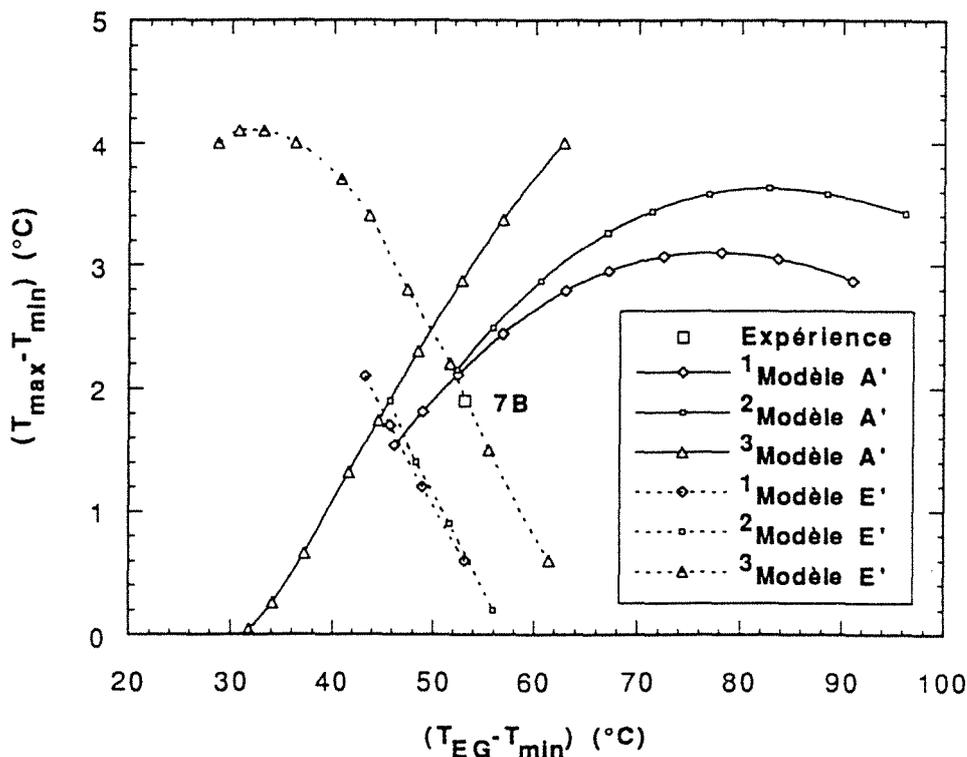


Figure 5.14 Effet du taux d'inoculation sur l'allure des corrélations  $\Delta T_r-\Delta T_{EG}$  qui résultent des calculs faits avec les modèles A' et E'. Le petit carré représente le point expérimental de 7B4 dont la courbe de refroidissement a été la seule, parmi celles des cylindres  $\varnothing 9$  qui a présenté une recalescence. Les résultats présentés dans cette figure correspondent aux calculs où on a utilisé deux types de loi de germination ;  $n = 1$  (courbes 1 et 2) et  $n = 2$  (courbes 3). Pour les courbes 1 et 3 le couple de valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  est celui du cylindre 2B4 et pour les courbes 2 on a employé les valeurs de  $\zeta$  et  $T_d$  qui correspondent au cylindre 3A4. Les autres conditions pour le calcul sont données dans les figures 5.12 et 5.13.

Sur la figure 5.14 on observe que l'allure des corrélations  $\Delta T_{EG}-\Delta T_r$  obtenues à l'aide du modèle A' diffère qualitativement de l'allure des courbes qui correspondent au modèle E' ; dans ces dernières la valeur de  $\Delta T_r$  tend à diminuer quand  $\Delta T_{EG}$  augmente alors que les courbes  $\Delta T_{EG}-\Delta T_r$  qui correspondent au modèle A' montrent une tendance contraire. On note que ces courbes présentent un maximum de  $\Delta T_r$  pour des valeurs de  $\Delta T_{EG}$  supérieures à 70 °C. La tendance montrée par les

courbes obtenues avec le modèle E' est plus en accord avec l'expérience où la recalescence a été généralement absente des courbes de refroidissement.

### 5.3. EFFET DE VITESSE DE REFROIDISSEMENT SUR LES CORRELATIONS $N_V^{**} \cdot \Delta T_{EG}$ CALCULEES

Une expression mathématique qui permettrait de décrire au mieux les corrélations  $N_V^{**} \cdot \Delta T_{EG}$  obtenues par le calcul représente une voie pratique pour résumer succinctement les résultats des simulations réalisées. Pour établir cette expression mathématique on a cherché à déterminer dans un premier temps l'équation la plus simple qui permette de bien décrire les courbes  $N_V^{**} \cdot \Delta T_{EG}$  calculées. Il s'est avéré que celles-ci sont bien décrites par des équations du type  $N_V^{**} = H (\Delta T_{EG})^D$ . Les valeurs des constantes de proportionnalité et de l'exposant D qui correspondent aux différentes courbes présentées au paragraphe 5.2 sont reportées dans le tableau 5.1. Sur celui-ci on constate que la valeur de l'exposant D dépend du modèle de solidification, de la valeur de  $T_d$ , du type de loi de germination et de la valeur de  $\zeta$  que l'on emploie pour les calculs. Cependant, à l'exception des valeurs de D qui correspondent aux cylindres Ø9, les variations de D en fonction de  $\zeta$  et de  $T_d$  sont faibles : dans le cas des résultats du modèle A' la valeur moyenne de D est  $\approx 1,7$  et dans celui du modèle E' D est de l'ordre de 1,9. Autrement dit, l'effet de  $T_d$  et de  $\zeta$  sur l'allure des corrélations  $N_V^{**} \cdot \Delta T_{EG}$  se manifeste principalement dans les valeurs de H.

Par suite de ce qui précède on a cherché à déterminer H en fonction de  $\zeta$ . Cela a été fait pour le cas des calculs où n est égal à l'unité et  $T_d = 1400$  °C. Pour ce faire on a effectué trois séries complémentaires de calculs avec d'autres valeurs de  $\zeta$  ; 82708, 95768 et 264667 ( $J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-5}$ ). Les valeurs de H qui correspondent à D= 1,7 (modèle A') et à D=1,9 (modèle E') ont été obtenues par une corrélation linéaire entre  $N_V^{**}$  et  $(\Delta T_{EG})^D$  ; les valeurs des pentes des droites de corrélation correspondent à H. Ensuite, à l'aide d'une corrélation linéaire entre le logarithme de H et les valeurs de  $\ln \zeta$  on a trouvé H en fonction de  $\zeta$ . Dans le cas des résultats du modèle E' on trouve  $H = 365,73 \zeta^{2,62}$  et dans celui des résultats du modèle A' on trouve  $H = 323,58 \zeta^{2,59}$ , où  $\zeta$  est en  $J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-5}$  et  $H$   $^\circ C^{-D} m^{-3}$ . En utilisant ces égalités, on peut écrire pour les corrélations  $N_V^{**} = H (\Delta T_{EG})^D$  qui résultent du modèle E' :

$$N_V^{**} = 365,73 \cdot \zeta^{2,62} (\Delta T_{EG})^{-1,9} \quad 5.1$$

et pour celles obtenues à l'aide du modèle A' :

$$N_V^{**} = 323,58 \cdot \zeta^{2,59} (\Delta T_{EG})^{-1,7} \quad 5.2$$

Les petits carrés de la figure 5.15 représentent les résultats des calculs effectués avec le modèle E' en utilisant une loi de germination où n est égal à l'unité et la valeur de  $T_d = 1400$  °C. Sur cette figure on a également reporté les courbes calculées à l'aide de l'expression 5.1. On note que, à l'exception des résultats qui concernent le cylindre Ø9, les courbes obtenues avec l'équation 5.1 approchent très bien les résultats des calculs. La même concordance est observée entre les résultats des calculs faits à l'aide du modèle A' et l'équation 5.2, comme est illustré par la figure 5.16. Les équations 5.1 et 5.2 sont donc valables pour décrire l'effet de la valeur de  $\zeta$  sur les corrélations  $N_V^{**} \cdot \Delta T_{EG}$  qui résultent des calculs.

Sur les figures 5.15 et 5.16 on a également reporté les points expérimentaux  $N_V^{**} \cdot \Delta T_{EG}$  ou  $N_V^{**} \cdot \Delta T_m$  de tous les cylindres. On constate que les points expérimentaux sont d'autant plus à droite que

le diamètre du cylindre est petit. Cette tendance est traduite par le calcul par une augmentation de la valeur de H quand  $\zeta$  augmente.

Tableau 5.1 Valeurs des exposants D et des coefficients de proportionnalité des relations  $N_v^{**} = H \cdot (\Delta T_{EG})^D$  déterminées pour les courbes qui résultent des différents calculs faits pour la simulation de la solidification des cylindres  $\varnothing 62$ ,  $\varnothing 32$ ,  $\varnothing 16$  et  $\varnothing 9$  et ainsi que des calculs complémentaires effectués avec des autres valeurs de  $\zeta$ . <sup>2</sup> courbes calculées avec une loi de germination où n est égal à 2, pour les autres corrélations n est égal à l'unité. Pour les calculs faits pour  $\varnothing 16$  à  $T_d$  égale à 1400 °C on a employé une valeur de  $\zeta$  196712  $J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$  et pour les calculs où  $T_d = 1350$  °C le paramètre  $\zeta$  est égal à 213441  $J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$ .

| cylindre →      |             | $\varnothing 62$   |        | $\varnothing 32$   |       | $\varnothing 16$   |       |
|-----------------|-------------|--|--------|--|-------|--|-------|
|                 |             | $\zeta = 72783$<br>$J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$ |        | $\zeta = 95767$<br>$J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$ |       | $\zeta = 196712$<br>ou 213441<br>$J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$ |       |
| Modèle          | $T_d$<br>°C | H<br>$^\circ C^{-D} m^{-3}$  | D      | H<br>$^\circ C^{-D} m^{-3}$  | D     | H<br>$^\circ C^{-D} m^{-3}$  | D     |
| A               | 1400        | $9,69 \cdot 10^{15}$   | -1,68  |  |       |  |       |
| A'              | 1400        | $1,30 \cdot 10^{15}$   | -1,69  | $2,84 \cdot 10^{15}$   | -1,71 | $1,51 \cdot 10^{16}$   | -1,67 |
| A'              | 1350        | $1,80 \cdot 10^{15}$   | -1,72  |  |       | $2,69 \cdot 10^{16}$   | -1,71 |
| <sup>2</sup> A' | 1400        | $1,16 \cdot 10^{15}$   | -1,62  |  |       |  |       |
| E               | 1400        | $1,51 \cdot 10^{15}$   | -1,88  |  |       |  |       |
| E'              | 1400        | $2,12 \cdot 10^{15}$   | -1,90  | $4,87 \cdot 10^{15}$   | -1,94 | $2,84 \cdot 10^{16}$   | -1,9  |
| E'              | 1350        | $2,98 \cdot 10^{15}$   | -1,94  |  |       | $5,30 \cdot 10^{16}$   | -1,97 |
| <sup>2</sup> E' | 1400        | $2,20 \cdot 10^{15}$   | -1,88  |  |       |  |       |
| cylindre →      |             | $\varnothing 9$  |        | $\zeta = 82708$  |       | $\zeta = 264667$   |       |
|                 |             | $J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$                    |        | $J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$                    |       | $J \cdot m^{-3} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$                                  |       |
| Modèle          | $T_d$<br>°C | H<br>$^\circ C^{-D} m^{-3}$  | D      | H<br>$^\circ C^{-D} m^{-3}$  | D     | H<br>$^\circ C^{-D} m^{-3}$  | D     |
| A'              | 1400        | $1,69 \cdot 10^{17}$   | -1,82  | $1,87 \cdot 10^{15}$   | -1,7  | $3,82 \cdot 10^{16}$   | 1,71  |
| A'              | 1350        | $2,71 \cdot 10^{17}$   | -1,89  |  |       |  |       |
| E'              | 1400        | $*1,28 \cdot 10^{17}$  | *-1,84 | $3,11 \cdot 10^{15}$   | -1,91 | $6,97 \cdot 10^{16}$   | -1,95 |
| E'              | 1350        | $*2,01 \cdot 10^{17}$  | *-1,92 |  |       |  |       |

\*Corrélations  $N_v^{**} = H \cdot (\Delta T_m)^D$ .

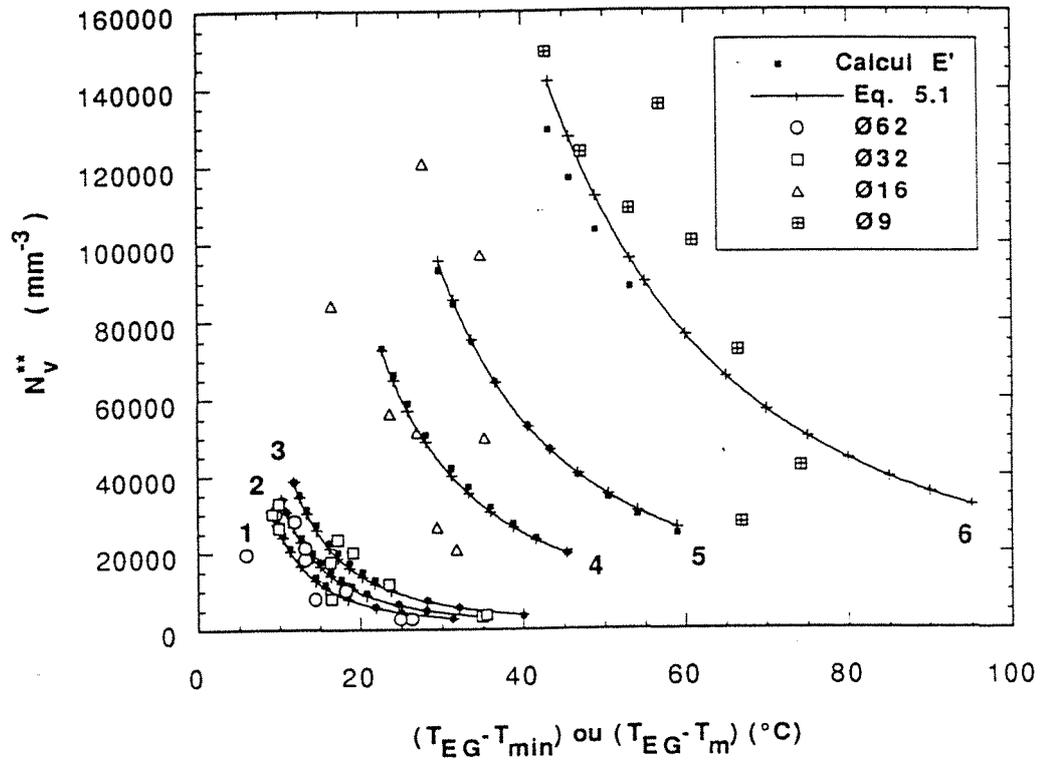


Figure 5.15 Corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  calculées à l'aide du modèle E' pour différentes valeurs de  $\zeta$  ou du module géométrique des pièces solidifiées. Les petits carrés noirs représentent les résultats des calculs faits avec le modèle E' en utilisant une loi de germination où  $n$  est égal à l'unité et  $T_d$  égale à 1400 °C. Chacune des autres petites figures géométriques représente les points expérimentaux des différents cylindres.

- |   |   |   |   |  |
|---|---|---|---|--|
| 1 | $\zeta = 72783 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{°C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ (Ø62) | ; | 2 | $\zeta = 82708 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{°C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$        |
| 3 | $\zeta = 95767 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{°C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ (Ø32) | ; | 4 | $\zeta = 196712 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{°C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ (Ø16) |
| 5 | $\zeta = 264667 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{°C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$      | ; | 6 | $\zeta = 404352 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{°C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ (Ø9)  |

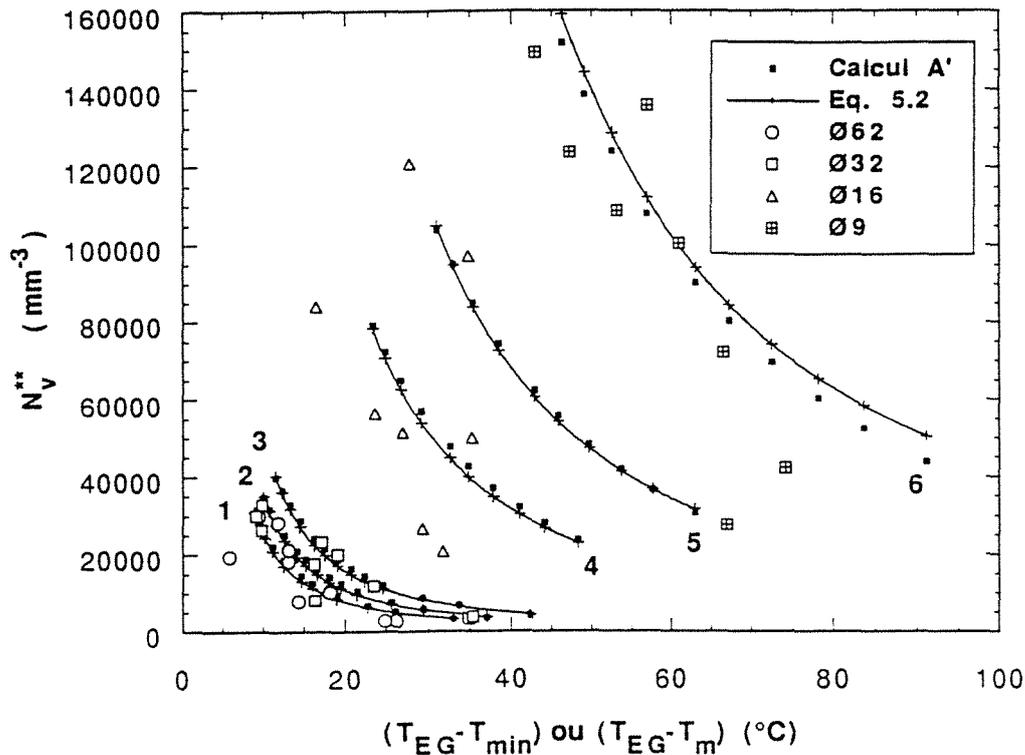


Figure 5.16 Variation des corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  qui résultent des calculs faits avec le modèle A' en utilisant différentes valeurs de  $\zeta$  ou du module géométrique des pièces solidifiées. Les petits carrés noirs représentent les résultats des calculs du modèle A' en utilisant une loi de germination où  $n$  est égal à l'unité et  $T_d$  égale à  $1400^\circ\text{C}$ . Chaque une des autres petites figures géométriques représentent les points expérimentaux des différents cylindres.

- |  |   |   |
|--|---|---|
| 1 $\zeta = 72783 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot^\circ\text{C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ (Ø62) | ; | 2 $\zeta = 82708 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot^\circ\text{C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$        |
| 3 $\zeta = 95767 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot^\circ\text{C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ (Ø32) | ; | 4 $\zeta = 196712 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot^\circ\text{C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ (Ø16) |
| 5 $\zeta = 264667 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot^\circ\text{C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$      | ; | 6 $\zeta = 404352 \text{ J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot^\circ\text{C}^{-1}\text{s}^{-0,5}$ (Ø9)  |

#### 5.4. EFFET DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT SUR LES VALEURS DE $N_V^{**}$ , DE $\Delta T_{EG}$ , DE $\Delta T_R$ ET DE $\Delta T_S$

Afin de déterminer l'effet de la vitesse de refroidissement sur les valeurs de  $N_V^{**}$ , de  $\Delta T_{EG}$ ,  $\Delta T_R$  et de  $\Delta T_S$  on a effectué une série de calculs en faisant varier la valeur de  $\zeta$  dans l'intervalle des valeurs qui correspondent aux cylindres Ø62 et Ø9. La température  $T_d$  choisie pour ces calculs est égale à  $1400^\circ\text{C}$ . En ce qui concerne la loi de germination, deux valeurs de  $A_1$  ou  $A_{11}$  ont été employées; celle qui correspond à la pièce 2B ( $A_1=5A_{11}=3,13\cdot 10^{12} \cdot \text{m}^{-3}\cdot^\circ\text{C}^{-1}$ ) et celle qui correspond à la pièce 2A ( $A_1=5A_{11}=5,516\cdot 10^{11} \cdot \text{m}^{-3}\cdot^\circ\text{C}^{-1}$ ). Ces pièces représentent la limite supérieure et la limite inférieure du taux d'inoculation obtenu dans le cadre de ces expériences. Enfin,  $V_s^*$  a été prise comme paramètre de référence pour caractériser la vitesse de refroidissement des pièces coulées.

Dans un premier temps, les résultats des calculs ont servi à déterminer le type de relation qui existe entre d'une part les valeurs de  $\Delta T_{EG}$ , de  $\Delta T_R$ , de  $\Delta T_S$  et de  $N_V^{**}$  et d'autre part les valeurs de  $V_s^*$ . Pour cela on a réalisé une régression linéaire entre les logarithmes des premiers paramètres avec le logarithme de  $V_s^*$ . On trouve que les valeurs de  $\Delta T_{EG}$ , de  $\Delta T_S$  et de  $N_V^{**}$  sont proportionnelles à une fonction de  $(V_s^*)^D$ . Pour un type de corrélation donné, les valeurs de  $D$  varient un peu selon le modèle de solidification, A' ou E', et le taux d'inoculation, comme l'illustre le tableau 5.2. Sur celui-ci, on a reporté les différentes valeurs de  $D$  obtenues pour chaque type de corrélation ainsi que les

valeurs des constantes de proportionnalité respectives. Dans le tableau 5.2 on a également reporté quelques-unes des corrélations entre les paramètres obtenus par le calcul qui servent à caractériser la vitesse de refroidissement des pièces coulées.

Tableau 5.2 Valeurs des exposants et des constantes de proportionnalité des différents types de corrélation  $Y \propto X^D$  déterminées à l'aide des résultats des calculs. Pour ces corrélations Mod est exprimé en mm.

| Modèle →<br>Corrélation<br>↓       | E' (bien inoc.) |         | E' (mal inoc.) |         | A' (bien inoc.) |         | A' (mal inoc.) |         | unités  |
|------------------------------------|-----------------|---------|----------------|---------|-----------------|---------|----------------|---------|---|
|                                    | D               | cte.    | D              | cte.    | D               | cte.    | D              | cte.    |   |
| $N_V^{**} \propto \text{Mod}^D$    | -0,85           | 203222  | -0,78          | 56603,9 | -0,96           | 276828  | -0,92          | 89170   | mm <sup>-3</sup>                                    |
| $N_V^{**} \propto V_s^{*D}$        | 0,43            | 35596,4 | 0,39           | 11502,3 | 0,48            | 36938,1 | 0,46           | 12848,7 | (°C <sup>-1</sup> .s) <sup>D</sup> mm <sup>-3</sup> |
| $N_V^{**} \propto V_l^{*D}$        | 0,43            | 20981,7 | 0,39           | 7125,3  | 0,48            | 20701,7 | 0,46           | 7363,2  | (°C <sup>-1</sup> .s) <sup>D</sup> mm <sup>-3</sup> |
| $N_V^{**} \propto \Delta T_{EG}^D$ | 0,94            | 3475,2  | 0,87           | 771,9   | 1,0             | 3128,1  | 1,0            | 551,4   | (°C <sup>-1</sup> ) <sup>D</sup> mm <sup>-3</sup>   |
| $N_A^{**} \propto \text{Mod}^D$    | -0,57           | 1511,0  | -0,52          | 644,4   | -0,64           | 1856,8  | -0,61          | 872,5   | mm <sup>-2</sup>                                    |
| $N_A^{**} \propto V_s^{*D}$        | 0,29            | 473,0   | 0,26           | 222,7   | 0,32            | 484,8   | 0,31           | 239,8   | °C <sup>-1</sup> .s) <sup>D</sup> mm <sup>-2</sup>  |
| $N_A^{**} \propto V_l^{*D}$        | 0,29            | 332,5   | 0,26           | 161,9   | 0,32            | 329,6   | 0,31           | 165,4   | °C <sup>-1</sup> .s) <sup>D</sup> mm <sup>-2</sup>  |
| $\Delta T_{EG} \propto V_s^{*D}$   | 0,46            | 12,0    | 0,45           | 22,5    | 0,48            | 11,8    | 0,46           | 23,3    | °C (°C <sup>-1</sup> .s) <sup>D</sup>               |
| $\Delta T_s \propto V_s^{*D}$      | 0,42            | 22,5    | 0,43           | 35,8    | 0,37            | 52,8    | 0,38           | 65,7    | °C (°C <sup>-1</sup> .s) <sup>D</sup>               |
| $V_s^* \propto \text{Mod}^D$       | -2              | 59,7    | -2             | 59,5    | -2              | 66,4    | -2             | 67,5    | mm <sup>2</sup> °Cs <sup>-1</sup>                   |
| $V_l^* \propto \text{Mod}^D$       | -2              | 204,1   | -2             | 203,1   | -2              | 222,0   | -2             | 226,3   | mm <sup>2</sup> °Cs <sup>-1</sup>                   |

#### 5.4.1. Corrélation $N_V^{**} - V_s^*$

Sur le tableau 5.2 on observe que dans le cas de la corrélation  $N_V^{**} - V_s^*$ , la valeur de l'exposant D est proche de la valeur 0,5 qui a été déterminée expérimentalement au chapitre II (voir tableau 3.13). De ce fait on a choisi de reporter les résultats du calcul et ceux expérimentaux en fonction de la racine carrée de  $V_s^*$ .

La figure 5.17 illustre l'effet de la vitesse de refroidissement sur la valeur de  $N_V^{**}$ . Dans cette figure les résultats des calculs sont représentés par les plus petits cercles (modèle A') et par les plus petits carrés (modèle E'). Les autres figures géométriques correspondent aux points expérimentaux. Les courbes en trait continu et en petits pointillés ont été obtenues par une régression linéaire entre les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $(V_s^*)^{1/2}$  qui résultent des calculs. Les valeurs des constantes de proportionnalité de ces corrélations sont reportées dans le tableau 5.3. Les lignes en pointillés larges représentent les corrélations  $N_V^{**} - (V_s^*)^{1/2}$  obtenues avec les points expérimentaux des pièces 2A et 2B.

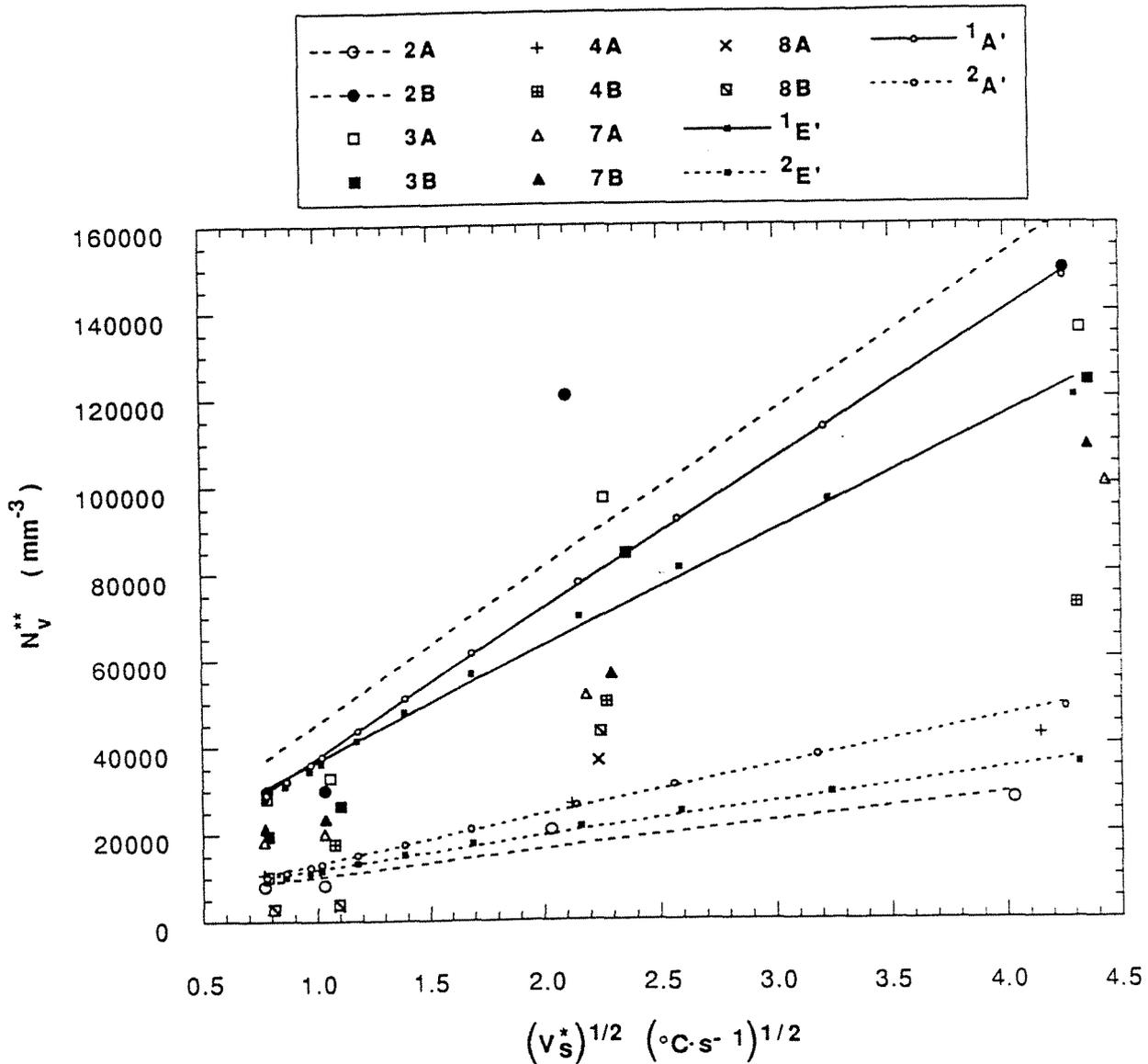


Figure 5.17 Effet de la vitesse de refroidissement  $V_s^*$  sur la valeur de  $N_v^{**}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux de l'ensemble des cylindres des pièces inoculées. Les droites ont été obtenues par régression linéaire de points (les plus petits cercles et carrés) qui résultent des calculs. Pour ceux-ci on a utilisé une loi de germination où  $n$  est égal à l'unité. Les valeurs des coefficients des lois de germination,  $A_1$  ou  $A_{11}$ , correspondent à la pièce 2B la mieux inoculée ( $A_1 = A_{11} = 3,13 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1}$ , courbes  $1E'$  et  $1A'$ ) et à la pièce 2A dont le taux d'inoculation est le plus faible ( $A_1 = A_{11} = 5,516 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-3} \cdot \text{°C}^{-1}$ , courbes  $2E'$  et  $2A'$ ). On a utilisé une température initiale  $T_d$  égale à  $1400^\circ\text{C}$ . La valeur de  $\zeta$  varie dans l'intervalle des valeurs qui correspondent aux cylindres  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 9$ .

Sur la figure 5.17 on observe qu'à une vitesse de refroidissement donnée les valeurs de  $N_v^{**}$  obtenues par le calcul à l'aide du modèle E' sont inférieures aux valeurs calculées avec le modèle A'. Cette différence est accrue quand  $V_s^*$  augmente. On note sur la figure 5.17 que les lignes obtenues par le calcul sont entre les droites qui correspondent aux pièces 2A et 2B qui sont respectivement la plus faiblement inoculée et la mieux inoculée. En général les points expérimentaux sont placés dans l'intervalle des valeurs obtenues par les deux modèles de solidification. De ce fait il est difficile avec ce type de comparaison simulation-expérience de déterminer lequel des deux modèles traduit le mieux la cinétique de solidification des fontes coulées.

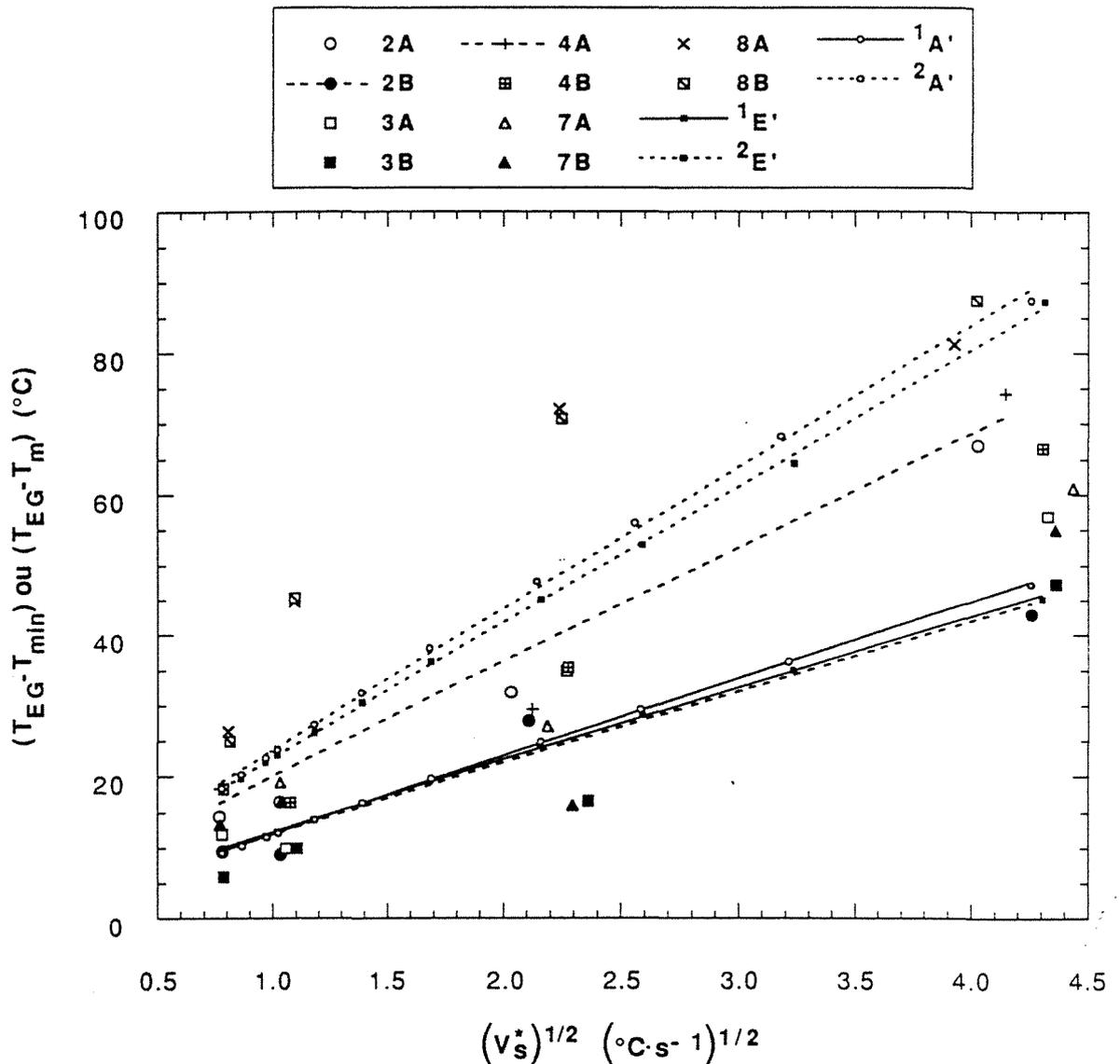


Figure 5.18 Effet de la vitesse de refroidissement  $V_s^*$  sur la valeur de  $\Delta T_{EG}$ . Les symboles représentent les valeurs expérimentales de  $\Delta T_{EG}$  ou  $\Delta T_m$  en fonction de  $V_s^*$ . Les plus petits cercles et carrés correspondent respectivement aux résultats des modèles A' et E'. Les lignes ont été obtenues par régression linéaire des points qui résultent des mêmes calculs dont les résultats  $V_s^* \cdot N_V^{**}$  sont reportés dans la figure 5.18. Les lignes 1E' et 1A' correspondent à une fonte bien inoculée, et les lignes 2E' et 2A' (pièce 2B) à une fonte faiblement inoculée (pièce 2A).

#### 5.4.2. Corrélation $\Delta T_{EG} - V_s^*$

Dans le tableau 5.2 on note que la valeur de l'exposant D des corrélations  $\Delta T_{EG} \cdot V_s^*$  qui résultent des calculs est proche de la valeur 0,5 qui a été déterminée expérimentalement (voir chapitre II). Par suite de cela on a reporté sur la figure 5.18 les résultats du calcul et ceux expérimentaux en fonction de la racine carrée de  $V_s^*$ . Les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  ou de  $\Delta T_m$  et de  $V_s^*$  obtenues par le calcul sont représentées par les plus petits carrés (modèle E') et par les plus petits cercles (modèle A'). Les courbes en pointillés larges représentent les corrélations  $\Delta T_{EG} \cdot V_s^*$  qui résultent des points expérimentaux des pièces 2B et 4A. Les autres courbes ont été obtenues par corrélation linéaire entre les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  et de  $(V_s^*)^{1/2}$  qui résultent des calculs. Les coefficients

de ces corrélations sont reportés au tableau 5.3. Les points expérimentaux sont représentés dans la figure 5.18 par différentes figures géométriques.

Tableau 5.3 Valeurs des paramètres  $p_Y$  et  $P_Y$  des corrélations  $Y = p_Y + P_Y \cdot V_s^{*1/2}$  ( $Y = N_V^{**}$  ou  $\Delta T_{EG}$ ) déterminés à l'aide des résultats des calculs.  $** \text{ } ^\circ\text{C}^{-1/2} \text{ s}^{1/2} \text{ mm}^{-3}$ .

| Modèle →<br>↓<br>Y                      | E' (bien inoc.)              |   | E' (mal inoc.)               |   | A' (bien inoc.)              |   | A' (mal inoc.)               |   |
|---|------------------------------|---|------------------------------|---|------------------------------|---|------------------------------|---|
|   | $p_Y$                        | $P_Y$   | $p_Y$                        | $P_Y$   | $p_Y$                        | $P_Y$   | $p_Y$                        | $P_Y$   |
| $N_V^{**}$<br>( $\text{mm}^{-3}$ )      | 9928<br>( $\text{mm}^{-3}$ ) | 26448<br>( $**$ )                               | 4266<br>( $\text{mm}^{-3}$ ) | 7528<br>( $**$ )                                | 2954<br>( $\text{mm}^{-3}$ ) | 34226<br>( $**$ )                               | 1947<br>( $\text{mm}^{-3}$ ) | 11080<br>( $**$ )                               |
| $\Delta T_{EG}$<br>( $^\circ\text{C}$ ) | 2,01<br>( $^\circ\text{C}$ ) | 10,14<br>$^\circ\text{C}^{1/2} \text{ s}^{1/2}$ | 3,20<br>( $^\circ\text{C}$ ) | 19,28<br>$^\circ\text{C}^{1/2} \text{ s}^{1/2}$ | 0,95<br>( $^\circ\text{C}$ ) | 10,93<br>$^\circ\text{C}^{1/2} \text{ s}^{1/2}$ | 3,53<br>( $^\circ\text{C}$ ) | 20,09<br>$^\circ\text{C}^{1/2} \text{ s}^{1/2}$ |

Sur la figure 5.18 on observe que les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  obtenues avec les modèle A' sont supérieures aux valeurs qui correspondent au modèle E'. Cette différence augmente quand  $V_s^*$  augmente. Les droites calculées qui correspondent au cas d'une fonte faiblement inoculée représentent des valeurs de  $\Delta T_{EG}$  supérieures à celles qui correspondent à la pièces 4A. Autrement dit, pour des faibles taux d'inoculation la valeur de surfusion est surestimée par le calcul. Dans le cas d'une fonte bien inoculée, il existe une bonne concordance entre les courbes obtenues par le calcul et celles qui correspondent aux cylindres de la pièce 2B. Cela est formalisé par le fait que les coefficients de proportionnalité des corrélations de  $\Delta T_{EG} \cdot V_s^*$  qui résultent des calculs ( $\approx 10 \text{ } ^\circ\text{C}^{1/2} \text{ s}^{1/2}$ ) sont semblables à celui trouvé expérimentalement ( $\approx 10,5 \text{ } ^\circ\text{C}^{1/2} \text{ s}^{1/2}$ ).

En outre, sur figure 5.18 on note que les points expérimentaux qui correspondent aux différents cylindres, hormis ceux du cylindre  $\varnothing 9$ , des pièces non inoculées 8A et 8B présentent des surfusions plus importantes que les valeurs calculées pour une pièce mal inoculée. Cette tendance est en accord avec le fait que le plus faible taux d'inoculation utilisé pour les calculs est plus important que celui observé dans les cylindres  $\varnothing 62$  et  $\varnothing 32$  des pièces 8A et 8B. Pour ce qui est des points expérimentaux de 8A4 et 8B4, on rappelle que ces cylindres présentent une structure complètement blanche et par conséquent la valeur de surfusion mesurée ne correspond pas à un phénomène de solidification de la fonte G.S.

#### 5.4.3. Corrélation $\Delta T_r - V_s^*$

L'effet de  $V_s^*$  sur l'amplitude de la recalescence obtenue par le calcul est illustré sur la figure 5.19. Sur celle-ci on a également reporté les points expérimentaux qui correspondent aux pièces 7A et 7B dont les courbes de refroidissement des différents cylindres sont les seules à avoir présenté systématiquement de la recalescence. Sur la figure 5.19 on note qu'au fur et à mesure que les valeurs de  $V_s^*$  augmentent, celles de  $\Delta T_r$  augmentent, présentent un maximum puis diminuent. Cette diminution de  $\Delta T_r$  en fonction de la vitesse de refroidissement concorde qualitativement avec l'expérience. En effet courbes expérimentales de refroidissement des cylindres  $\varnothing 62$  présentent de la recalescence alors que celle-ci es absente dans le cas des courbes des autres cylindres,  $\varnothing 32$ ,  $\varnothing 16$  et  $\varnothing 9$ , refroidis plus rapidement. Par ailleurs sur la figure 5.19, on remarque que la valeur de l'amplitude de recalescence calculée est toujours plus importante dans le cas de fontes faiblement inoculées que dans celui de fontes bien inoculées.

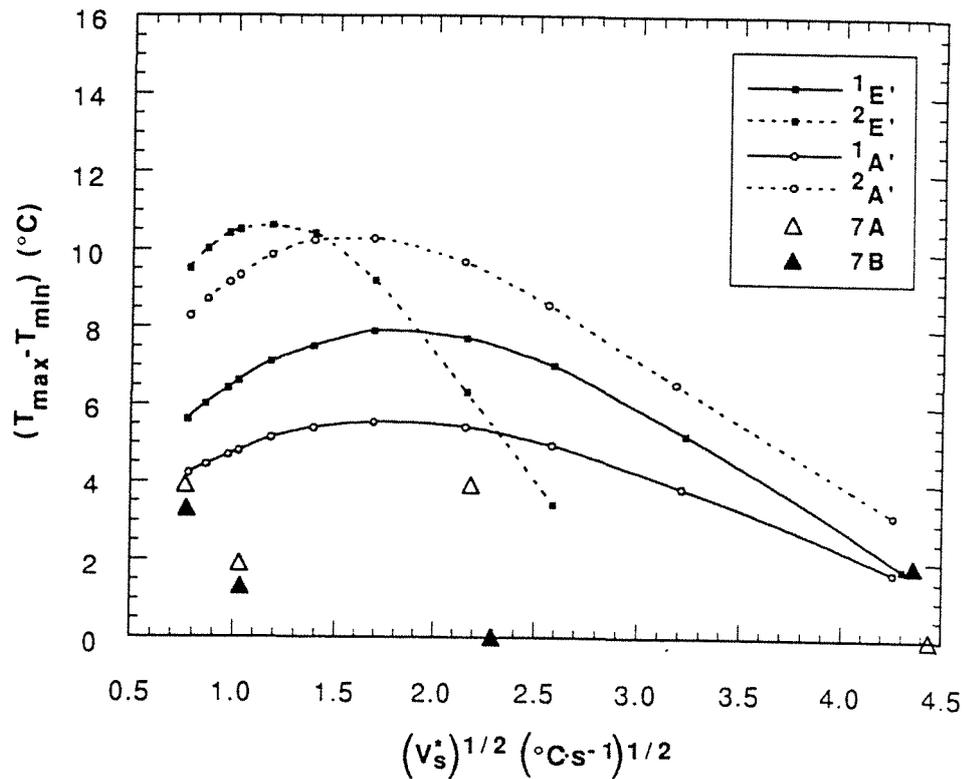


Figure 5.19 Effet de la vitesse de refroidissement  $V_s^*$  sur la valeur de  $\Delta T_r$ . Les points isolés représentent les points expérimentaux  $\Delta T_r - V_s^*$ . Les lignes avec les plus petits cercles et carrés correspondent respectivement aux résultats des modèles A' et E'. Ces résultats sont tirés des mêmes calculs dont les valeurs  $V_s^* - N_v^{**}$  sont reportées dans la figure 5.18.

#### 5.4.4. Corrélation $\Delta T_s - V_s^*$

Avant d'effectuer la confrontation simulation-expérience en ce qui concerne les corrélations  $\Delta T_s - V_s^*$ , on présente ci-après les résultats des calculs qui permettent de vérifier, pour le cas d'un métal homogène en température, la validité du critère expérimental de détermination de la fin de solidification. Cela sera utile pour la discussion des résultats durant la confrontation simulation-expérience.

Les calculs montrent que le minimum observé de la vitesse de refroidissement après le palier de solidification correspond bien à la fin de solidification d'un volume de métal homogène en température. Sur la figure 5.20 on a reporté une courbe de refroidissement simulée et sa courbe dérivée. Sur le graphe b de la même figure on a reporté le débit de chaleur dégagé par le moule ainsi que celui que le métal libère par sa solidification: les deux débits sont rapportés en fonction de la chaleur sensible de la fonte, de manière à ce que la différence entre ces deux valeurs soit égale à la vitesse de refroidissement, comme l'illustre la figure 5.20. Sur cette figure, on observe que le terme qui correspond au débit de chaleur sortant par le moule diminue de manière monotone au cours du temps. Au contraire, la chaleur produite par la solidification du métal augmente au début de la réaction de solidification puis diminue de manière monotone jusqu'à à la fin de la solidification. Ceci fait apparaître un maximum dans la différence entre la quantité de chaleur sortant par le moule et celle

libérée par le métal, qui se situe vers la fin de la solidification. Il en résulte que c'est bien la vitesse de refroidissement maximale qui caractérise la fin de solidification.

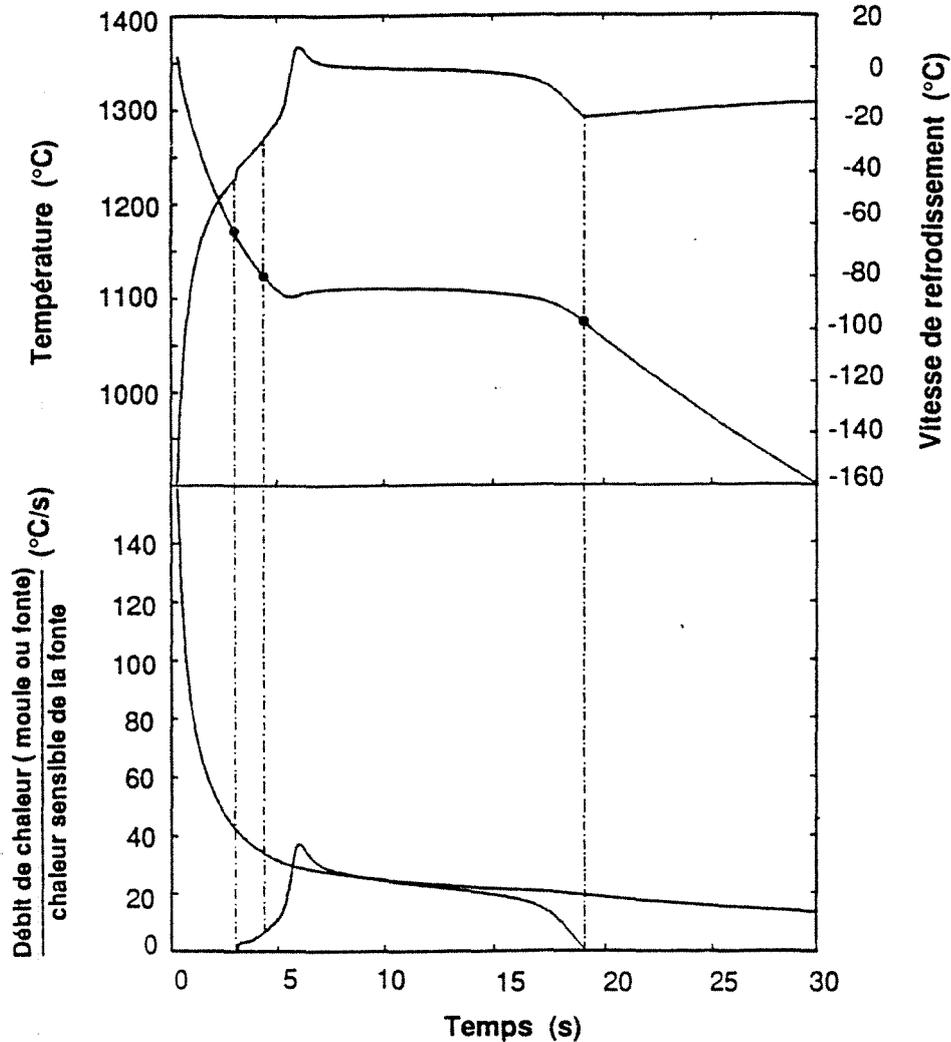


Figure 5.20 Correspondence entre l'allure des courbes de refroidissement et la cinétique de solidification. Le graphe en haut illustre la courbe de refroidissement obtenue par le calcul pour un cylindre  $\varnothing 9$ . La vitesse de refroidissement qui correspond à cette courbe est également reportée. Le débit de chaleur dégagé par le moule et celui qui correspond à la solidification de la fonte sont reportés sur le graphe en bas de cette figure : les débits sont rapportés à la chaleur sensible de la fonte.

Pour ce qui est de l'effet des gradients thermiques sur la valeur de la température de fin de solidification, on a vu au chapitre II que l'apparition du pic de vitesse maximale dépend de la position du thermocouple par rapport au centre thermique de la pièce : l'apparition de ce pic étant d'autant plus retardée que le thermocouple s'éloigne du centre thermique de la pièce. Cet effet conduira à sous-estimer les valeurs de  $T_s$  ou surévaluer celles de  $\Delta T_s$  déterminées expérimentalement dans notre travail. D'après cela on peut s'attendre que les valeurs de  $\Delta T_s$  prédites par les calculs soient inférieures aux valeurs expérimentales.

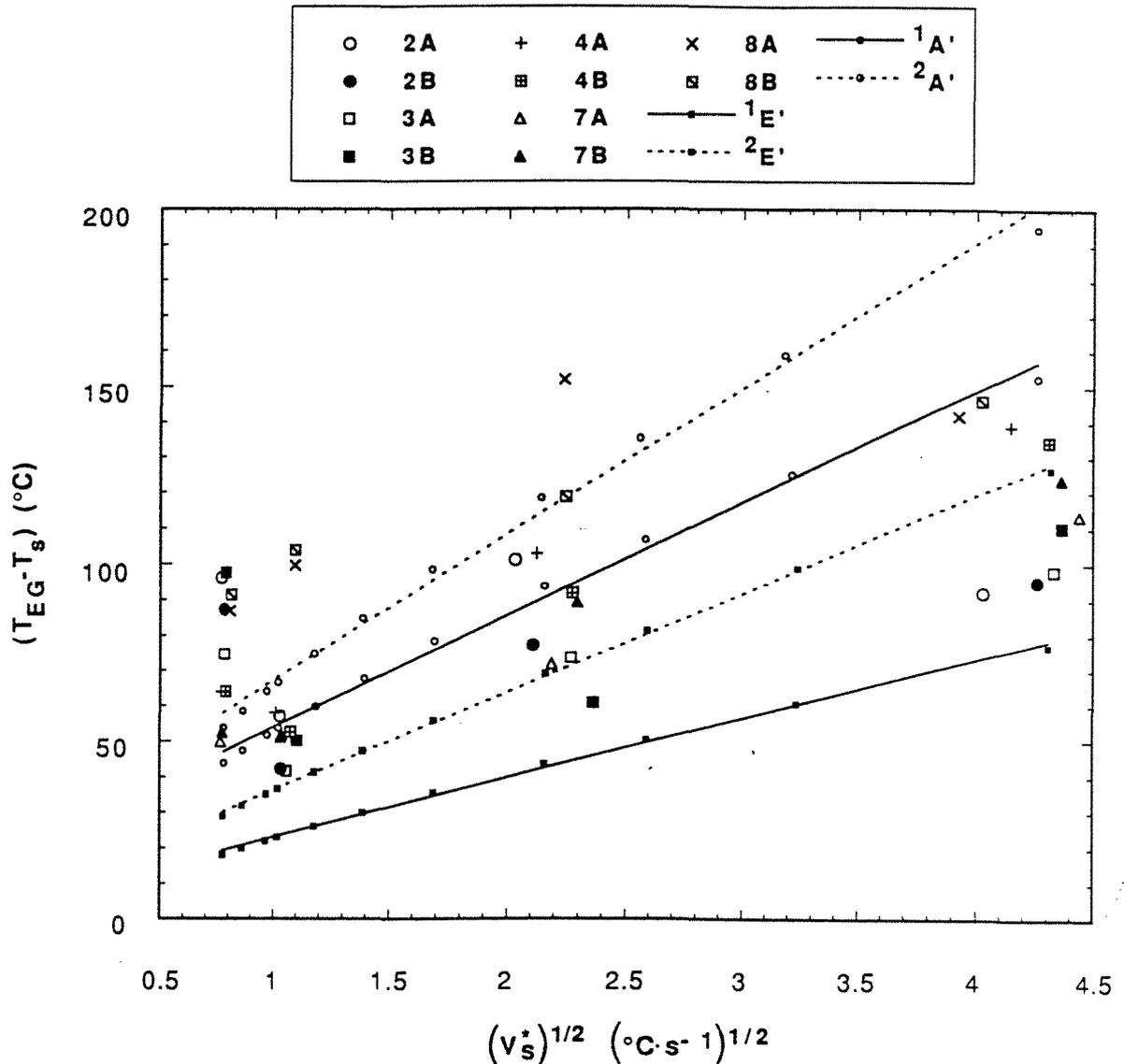


Figure 5.21 Effet de la vitesse de refroidissement  $V_s^*$  et du taux d'inoculation sur la valeur de  $\Delta T_s$ ,  $(T_{EG} - T_s)$ . Les symboles représentent les points expérimentaux. Les résultats des modèles A' et E' sont représentés respectivement avec les plus petits cercles et carrés ainsi que par les lignes obtenues par corrélation linéaire. Ces résultats correspondent aux mêmes calculs dont les valeurs de  $V_s^* N_V^{**}$  sont reportées dans la figure 5.18.

La figure 5.21 représente les points  $(T_{EG} - T_s) - V_s^*$  qui correspondent à l'expérience et ceux obtenus par le calcul. Les plus petits cercles correspondent aux résultats du modèle A' et les plus petits carrés correspondent au modèle E'. Les autres symboles représentent les points expérimentaux. Les lignes ont été obtenues par une régression linéaire entre les valeurs de  $\Delta T_s$  et de  $(V_s^*)^{1/2}$  qui résultent des calculs. Sur la figure 5.21 on note que pour une vitesse de refroidissement donnée la valeur de  $\Delta T_s$  qui correspond à une fonte faiblement inoculée est supérieure à la valeur de  $\Delta T_s$  qui correspond à une fonte bien inoculée. Cette différence est accrue quand la vitesse de refroidissement augmente. En outre, sur la même figure on remarque que les valeurs de  $\Delta T_s$  obtenues à l'aide du modèle A' sont plus importantes que dans le cas des résultats du modèle E', c'est-à-dire que la cinétique de fin de solidification est plus lente dans le cas du modèle A' que dans celui du modèle E'.

Sur la figure 5.21 on note que la fourchette des valeurs de  $\Delta T_s$  obtenue par le modèle A' est du même ordre de grandeur ou plus élevée que l'intervalle qui correspond aux valeurs expérimentales. Cependant comme on la vu précédemment, on pourrait s'attendre à une tendance contraire. D'après les observations de Théret [1] ce désaccord peut être dû au fait que la correction de Johnson et Mehl prévoit une fin de solidification plus lente que celle observée expérimentalement. Cet auteur a tiré ses conclusions à l'aide d'une confrontation simulation-expérience sur l'évolution de la fraction solide en solidification dirigée. Sur la figure 5.21 on note que les valeurs de  $\Delta T_s$  obtenues avec le modèle E' tendent à être légèrement inférieures aux valeurs expérimentales. Ce résultat indique que la fin de solidification est relativement mieux décrite à l'aide du modèle E' qu'avec le modèle A'.

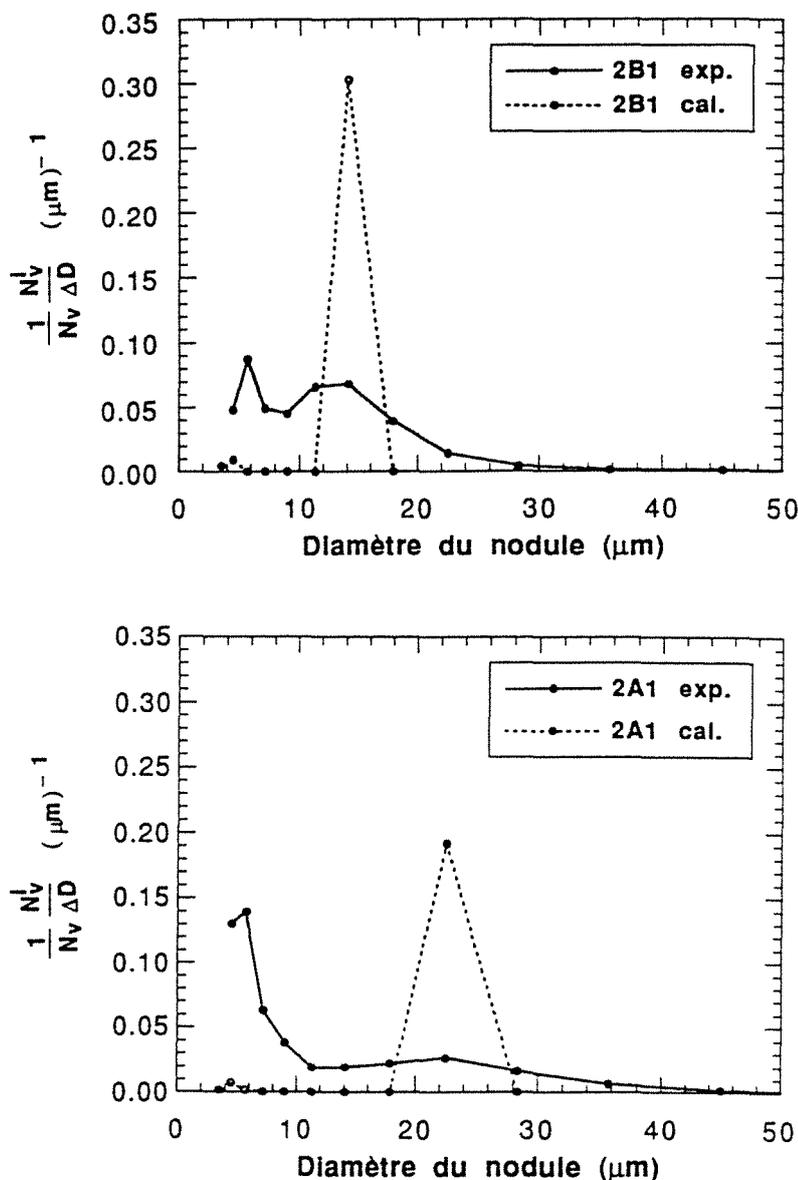


Figure 5.22 Distributions calculées et expérimentales des nodules en fonction de leur taille dans le cas des cylindres Ø62. Le graphe en haut représente les résultats qui concernent le cylindre Ø62 de la pièce 2B, une des mieux inoculées. Dans graphe en bas on a reporté les résultats obtenus pour le cylindre Ø62 de la pièce 2A qui est la plus faiblement inoculée. Les calculs correspondent à ceux dont les résultats  $N_v^* - \Delta T_{EG}$  sont présentés dans la figure 5.4.

## 5.5. DISTRIBUTION EN TAILLE DES NODULES

Les distributions en taille des nodules obtenues par le calcul à l'aide du modèle E' pour les cylindres Ø62 des pièces 2A et 2B sont reportées sur la figure 5.22. On y a également reporté les distributions mesurées expérimentalement. On observe que la distribution de taille qui résulte des calculs est trop étroite par rapport à celle trouvée dans l'expérience : dans ce second cas, les nodules sont répartis dans une vingtaine de classes de Saltykov, tandis que la distribution calculée est en général répartie dans deux classes de Saltykov ; une classe de nodules de grande taille qui correspond aux cellules eutectiques germées avant la recalescence et une classe de nodules de petite taille qui sont apparus après la recalescence, quand la température du métal devient inférieure à  $T_{\min}$ .

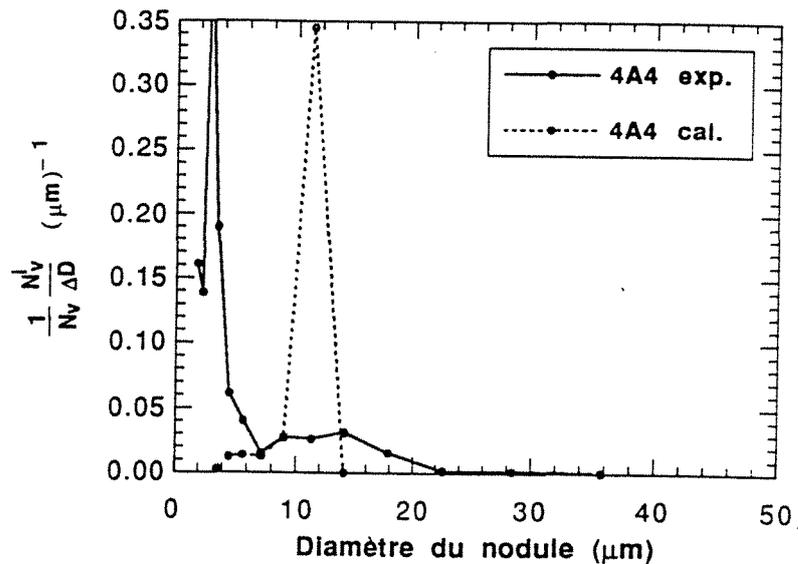


Figure 5.23 Distributions calculée et expérimentale des nodules en fonction de leur taille dans le cas d'un cylindre Ø9. Le histogramme expérimental correspond au cylindre Ø9 de la pièce 4A. La distribution en taille calculée correspond à une courbe où il n'y a pas eu de recalescence et dont la valeur de  $N_v^{**}$  pour  $\Delta T_m$  est égale à  $40033 \text{ mm}^{-3}$ . Ces résultats correspondent aux calculs faits pour la courbe  $^1E'$  de la figure 5.12.

La figure 5.23 représente une distribution en taille de nodules obtenue par le calcul quand les courbes de refroidissement, à la différence de celles calculées pour les pièces 2A et 2B, ne présentent pas de recalescence (cas des cylindres Ø9 faibles taux d'inoculation). Sur la même figure on a reporté la distribution qui correspond au cylindre Ø9 de la pièce 4A, dont la densité volumique de nodules est de l'ordre de celle obtenue par le calcul. Sur cette figure on constate également que la distribution en taille des nodules calculée est étroite par rapport à celle observée expérimentalement. En outre, on note que la population de nodules de petite taille se distribue dans quelques classes de Saltykov. Cette population est relativement plus importante que la population des petits nodules calculée dans le cas où la courbe de refroidissement présente de la recalescence (voir figure 5.22). Ces résultats sont dus au fait que la germination des cellules eutectiques peut continuer durant toute la solidification quand la courbe de refroidissement ne présente pas de recalescence.

D'après les résultats précédents on peut conclure que la surestimation par le calcul du taux de recalescence n'a pas un effet important sur la distribution de taille de nodules calculée ; celle-ci reste dans tous les cas très étroite par rapport à la distribution de taille expérimentale.

## 5.6. FORMATION DE LA FONTE TRUITEE

L'effet de la vitesse de refroidissement sur la surfusion a des conséquences pratiques puisque la possibilité d'apparition de la cémentite augmente au fur et à mesure que les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  sont supérieures à la différence entre la température de l'eutectique gris et celle de l'eutectique blanc, ( $T_{EG}-T_{EM}$ ). En effet, d'un point de vue thermodynamique, l'apparition de la cémentite est possible lorsqu'une partie ou toute la solidification se réalise en dessous de  $T_{EM}$ .

L'effet du taux d'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  est illustré par la figure 5.24. Les lignes horizontales représentées dans cette figure correspondent à des valeurs de  $\Delta T_{EG}$  égales à 45 °C et 55 °C. La valeur de 45 °C représente la différence entre la température de l'eutectique gris et celle de l'eutectique blanc estimées pour les pièces 2A et 2B. Cette différence ( $T_{EG}-T_{EM}$ ) représente un bon ordre de grandeur pour l'ensemble des pièces coulées. Les points expérimentaux qui sont entourés par un cercle correspondent aux cylindres où l'on observe de la cémentite, c'est-à-dire lorsque  $\Delta T_{EG}$  est supérieur à 45 °C dans nos pièces coulées. Sur la figure 5.24 on constate que la plus grande partie des points expérimentaux qui correspondent aux cylindres Ø 9 sont au dessus de la ligne qui correspond à  $\Delta T_{EG} = 45$  °C, bien que la cémentite soit absente dans certains de ces cylindres. Ce désaccord peut être dû au fait que la germination de la cémentite ne devient possible que lorsque le métal a une surfusion importante par rapport à  $T_{EM}$ . La ligne horizontale en pointillés mixtes représente une valeur de  $(T_{EM}-T)$  égale à 10 °C (ou  $\Delta T_{EG} = 55$  °C), surfusion estimée au chapitre II comme nécessaire à la germination de la fonte blanche. On constate que presque tous les points expérimentaux qui sont en dessus de cette ligne correspondent à des échantillons qui présentent de la cémentite. Cette ligne peut donc être considérée comme repère pour déterminer les conditions dans lesquelles on obtiendrait une fonte truitée ou blanche.

A l'aide de la figure 5.24 on peut déterminer l'épaisseur minimale des pièces coulées qui seraient libres de cémentite. Lorsque l'on considère une plaquette infiniment large de telle sorte que le transfert de chaleur est réalisé pour l'essentiel dans le sens perpendiculaire aux surface du moule, le module géométrique est égal à l'épaisseur de la plaquette. Sur la figure 5.24 on observe que, d'après les données expérimentales, l'épaisseur minimum d'une pièce mal inoculée que l'on supposerait libre de fonte blanche est de l'ordre de 2,4 mm, tandis que celle qui résulte des calculs est de  $\approx 3$  mm. Si la "surfusion" nécessaire à la germination de la fonte blanche était nulle, ces épaisseurs seraient respectivement égales à  $\approx 3$  mm et à 3,8 mm. Sur la figure 5.24 on note que pour une fonte bien inoculée, l'épaisseur minimum libre de cémentite est inférieure à 2 mm, l'épaisseur qui correspond à la ligne en pointillés mixtes est inférieure à celle qui correspond au cas où la surfusion pour la germination de la fonte blanche est nulle. Dans le cas d'une fonte bien inoculée, il y a un bon accord simulation-expérience.

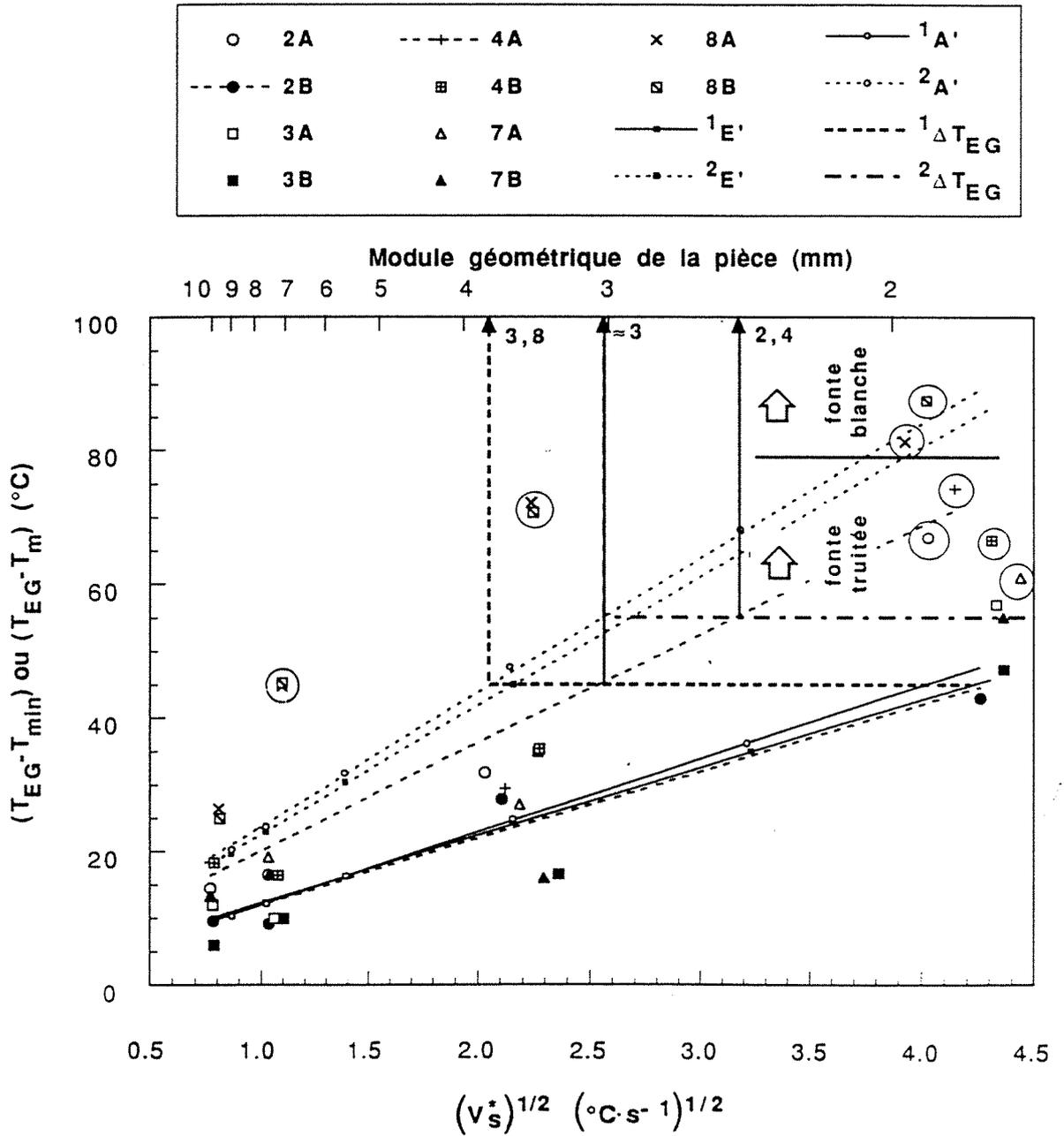


Figure 5.24. Effet de la vitesse de refroidissement  $V_s^*$  et du taux d'inoculation sur la valeur de  $\Delta T_{EG}$  : utilisation de ce paramètre comme critère pour déterminer l'apparition de la fonte blanche. Sur l'axe supérieur des abscisses on a tracé l'échelle de modules géométriques qui correspondent aux calculs réalisés. Les petites figures géométriques représentent les valeurs expérimentales de  $\Delta T_{EG}$  ou  $\Delta T_m$  en fonction de  $V_s^*$ . Les points expérimentaux qui correspondent aux pièces qui présentent de la cémentite sont entourés par un cercle. Les lignes en pointillés larges correspondent aux résultats expérimentaux des pièces 2B et 4A. Elles ont été obtenues par corrélation linéaire. Les plus petits cercles et carrés correspondent aux résultats des modèles A' et E'. Les lignes ont été obtenues par régression linéaire des points qui résultent des mêmes calculs dont les résultats  $V_s^* \cdot N_V^{**}$  sont reportés dans la figure 5.18. Les lignes  $1E'$  et  $1A'$  correspondent à une fonte bien inoculée, et les lignes  $2E'$  et  $2A'$  (pièce 2B) à une fonte faiblement inoculée (pièce 2A).

Avec ces résultats on constate que les modèles de solidification utilisés permettent de prévoir, au premier ordre, les conditions dans lesquelles la cémentite risque d'apparaître dans les pièces coulées. Il est intéressant de noter sur la figure 5.24 que, quel que soit le critère utilisé dans les calculs pour la détermination de l'apparition de la fonte dans des pièces coulées, il faut considérer les limites extrêmes qui correspondent à une fonte bien inoculée et à une fonte mal inoculée. Par exemple, si l'on considère la vitesse de refroidissement comme critère d'apparition de cémentite, la fourchette de valeurs de  $V_s^*$  dans laquelle la cémentite risque d'apparaître est entre  $6,25 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$  et  $21 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$ . Ces valeurs sont déterminées à l'aide de la ligne en pointillés mixtes. Ces valeurs extrêmes peuvent varier en fonction des conditions de germination de la fonte blanche. Pour les conditions les plus pessimistes, c'est-à-dire celles dans lesquelles la fonte blanche apparaît sans surfusion, les valeurs extrêmes de  $V_s^*$  sont égales à  $4 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$  et  $18,5 \text{ }^\circ\text{Cs}^{-1}$ .

L'effet du taux d'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur  $N_V^{**}$  est synthétiquement montré sur la figure 5.25. Les points expérimentaux sont représentés par des différentes figures géométriques, celles qui sont entourées par un cercle correspondent aux échantillons où on a observé de la cémentite. Sur la figure 5.25 on observe que les résultats expérimentaux sont dans la fourchette des valeurs obtenues par le calcul en utilisant des lois de germination qui représentent la limite supérieure et la limite inférieure du taux d'inoculation obtenu dans les pièces inoculées. Cela indique que les modèles de solidification employés permettent de rendre compte dans au premier ordre des fluctuations de la structure des pièces coulées qui sont associées à des variations du taux d'inoculation. Ce résultat a un intérêt pratique puisque dans les fonderies le taux d'inoculation peut varier d'une pièce coulée à l'autre. La considération par le calcul de cette variation du taux d'inoculation peut permettre d'estimer a priori les fluctuations possibles de la structure des pièces coulées.

Comme on l'a précédemment vu, une cause de fluctuations dans la structure des pièces coulées est la présence ou non de la cémentite. A l'aide des équations 5.1 ou 5.2 on peut déterminer le nombre minimum de nodules pour que la cémentite soit absente dans les pièces coulées. En effet, à partir de l'équation 5.1 et des corrélations  $V_s^* = 59,5 \cdot 10^{-6} \text{ Mod}^{-2}$  et  $\text{Mod} = (\Delta T_{EG})^{1/2} \zeta^{-1}$  (Mod est exprimé en m) on trouve :

$$N_V^{**} = 365,73 \cdot \left( \frac{V_s^*}{59,5 \cdot 10^{-6}} \Delta T_{EG} \right)^{1,31} (\Delta T_{EG})^{-1,9} \quad (\text{m}^{-3}) \quad 5.3$$

Pour une valeur de  $\Delta T_{EG}$  égale à  $529742 \text{ J}^2 \text{ m}^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-2} \text{ s}^{-1}$  (voir chapitre IV) on obtient :

$$N_V^{**} = 3,9543 \cdot 10^{15} \cdot (V_s^*)^{1,31} (\Delta T_{EG})^{-1,9} \quad (\text{m}^{-3}) \quad 5.4$$

La ligne en pointillés épais dans la figure 5.25 correspond à cette équation avec une valeur de  $\Delta T_{EG}$  égale à  $45^\circ\text{C}$  (courbe <sup>3</sup>E') et la ligne en pointillés mixtes est calculée avec  $\Delta T_{EG} = 55 \text{ }^\circ\text{C}$  (courbe <sup>4</sup>E'). Ces courbes et les points expérimentaux permettent de confirmer que l'épaisseur minimum des pièces coulées que l'on peut obtenir sans carbures dépend de l'efficacité de l'inoculation. La considération d'une surfusion pour la germination de la fonte blanche de  $10 \text{ }^\circ\text{C}$  se traduit par un meilleur accord entre le nombre critique des nodules et l'absence de cémentite dans la structure des fontes.

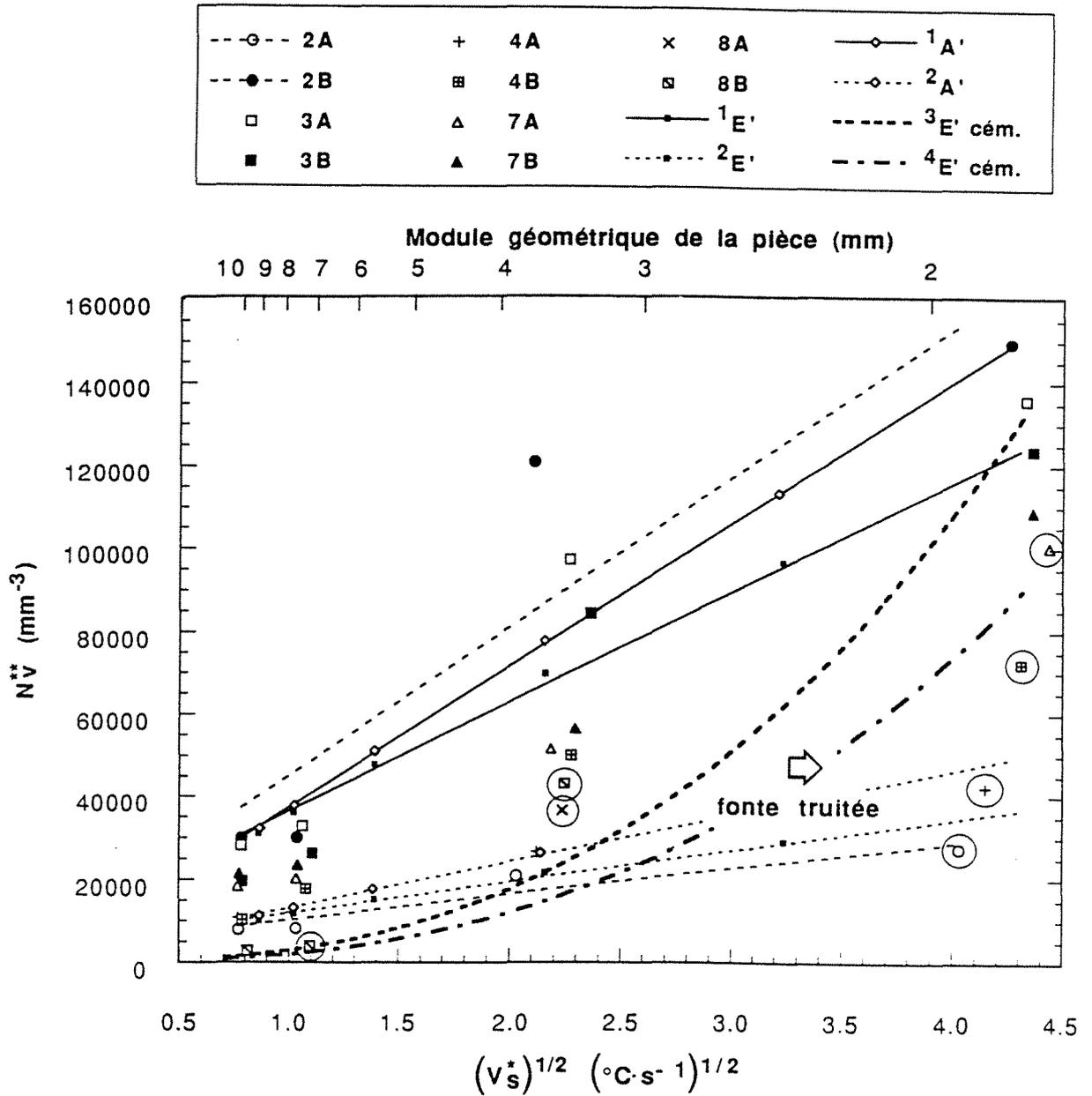


Figure 5.25. Effet de la vitesse de refroidissement  $V_s^*$  et du taux d'inoculation sur la valeur de  $N_v^{**}$  : utilisation de ce paramètre comme critère pour déterminer l'apparition de la fonte blanche. L'axe supérieur des abscisses représente l'échelle de modules géométriques qui correspondent aux calculs réalisés. Les valeurs expérimentales  $N_v^{**}-V_s^*$  sont représentées par les différentes figures géométriques, celles entourées par un cercle correspondent aux pièces qui présentent de la cémentite. Les lignes en pointillés larges ont été obtenues par corrélation linéaire et elles correspondent aux résultats expérimentaux des pièces 2B et 2A. Les plus petits cercles et carrés représentent respectivement les résultats des modèles A' et E'. Les lignes qui sont auprès de ces points ont été obtenues par régression linéaire. Ces résultats correspondent aux mêmes calculs que ceux pour lesquels les valeurs  $V_s^*-N_v^{**}$  sont reportées dans la figure 5.18. Les lignes 1E' et 1A' correspondent à une fonte bien inoculée, et les lignes 2E' et 2A' (pièce 2B) à une fonte faiblement inoculée (pièce 2A). La ligne en pointillés épais résulte de l'équation 5.4 en utilisant une valeur de  $\Delta T_{EG}$  égale à 45 °C, celle en pointillés mixtes résulte de la même équation mais avec une valeur de  $\Delta T_{EG} = 55$  °C.

## 5.7. DISCUSSION

La validité des modèles de solidification utilisés est mise en cause par les désaccords simulation-expérience trouvés dans quelques-uns des aspects traités. L'une de ces discordances concerne la distribution en taille des nodules. En effet on a trouvé que la distribution calculée est trop serrée par rapport à la distribution mesurée expérimentalement. On a également vu que ce désaccord ne peut pas être attribué à la simplification faite pour décrire la thermique du système. En conséquence le désaccord simulation-expérience dans la distribution de taille de nodules concerne essentiellement le modèle de solidification.

A l'opposé de nos résultats sur la distribution en taille des nodules, on trouve dans les calculs réalisés pour des expériences en solidification dirigé [4], que les distributions prédites correspondent bien à celles mesurées. A la différence de celles-ci cependant, les distributions calculées présentent une dyssymétrie, le maximum de la distribution étant décalé vers les grandes valeurs du rayon. Dans ces calculs, la germination des cellules eutectiques dans un volume de métal est continue durant la solidification puisque la température de ce volume diminue de manière monotone au cours du temps. Ce caractère continu de la germination est à l'origine de l'accord simulation-expérience obtenu dans la distribution de taille. Cela suggère que dans la solidification des fontes moulées la germination doit continuer d'une manière aussi importante que dans le cas des expériences en TSD et ce, même après la recalescence. De ce fait la distribution en taille des nodules obtenue par le calcul correspondrait mieux à celle mesurée. A ce titre, on rappelle que les distributions de taille des nodules dans des échantillons obtenus en TSD et celles mesurées dans nos échantillons sont à peu près équivalentes.

L'étude expérimentale d'Owadano qui est, cependant en opposition avec l'idée d'une germination continue de nodules après la recalescence (voir chapitre I). Cette étude est la seule qui concerne des conditions de solidification de fonte G.S. où les courbes de refroidissement présentent de la recalescence. Il serait intéressant de vérifier si les observations d'Owadano sont valables pour des fontes de type "industriel" qui solidifient avec de faibles recalescences.

Par ailleurs on peut montrer que, théoriquement il est possible que la germination soit continue durant la solidification. En effet, d'après la théorie classique de germination, on peut imaginer deux mécanismes qui rendent possible cette germination. Le premier concerne le chemin d'évolution de la surfusion chimique,  $\Delta T_1$ , pendant la solidification et le second concerne la croissance durant la solidification des substrats servant comme agents de germination.

Comme on la vu au chapitre II, on peut s'attendre à ce que chaque gain de surfusion chimique soit associé à la germination de nouveaux nodules de graphite. Cette surfusion chimique dépend de la température du métal et aussi de la ségrégation des éléments qui ont une influence sur la ligne de liquidus du graphite. A ce titre, on sait que le carbone présente une ségrégation "positive" ce qui permettrait une augmentation de la surfusion au cours de la solidification, alors que le silicium, présente une ségrégation "négative", ce qui diminuerait la surfusion chimique. Cette différence dans la nature de la ségrégation des deux principaux solutés des fontes commerciales peut rendre difficile une prévision qualitative de l'évolution de la surfusion "chimique" au cours de la solidification des fontes. Cependant, pour fixer les idées, on s'attache ici à montrer que dans certains cas la surfusion chimique peut compenser le gain de température pendant la recalescence dans le cas de la solidification d'une fonte Fe-C.

Dans le graphe à droite de la figure 5.26 on a schématisé la courbe de refroidissement qui correspondrait à une fonte eutectique, dont l'évolution de la teneur en carbone dans le métal liquide

durant la solidification est aussi schématisée sur le diagramme d'équilibre Fe-C montré sur le graphe à gauche. Pour cela on a considéré que la croissance des dendrites telle qu'elle permet à la teneur en carbone dans le métal liquide d'être égale à celle qui correspond à l'équilibre austénite-liquide. On considère également que le développement de ces dendrites détermine la valeur de  $T_{\max}$ . Selon la trajectoire schématisée pour la composition du métal liquide, la valeur de la surfusion chimique  $\Delta T_{l,1}$  qui correspond à la température  $T_{\min}$  est moins importante que la surfusion chimique à la température  $T_{\max}$ , c'est-à-dire que pendant la recalescence la surfusion augmente. On constate donc que l'augmentation de température pendant la recalescence ne signifie pas nécessairement que la surfusion chimique diminue. Après la température  $T_{\max}$ , le refroidissement conduit à un gain de surfusion chimique et en conséquence la germination du graphite peut continuer même à des températures au dessus de  $T_{\min}$ . Il faut remarquer que pendant la recalescence la composition du métal liquide peut évoluer selon d'autres trajectoires que celle schématisée dans la figure 5.26. Dans le cas où cette trajectoire ait une pente égale ou supérieure à celle de la ligne de liquidus du graphite, la surfusion n'augmente pas au cours de la recalescence, ce qui se traduit par un arrêt de la germination après  $T_{\min}$ , mais celle-ci peut reprendre peu après  $T_{\max}$ .

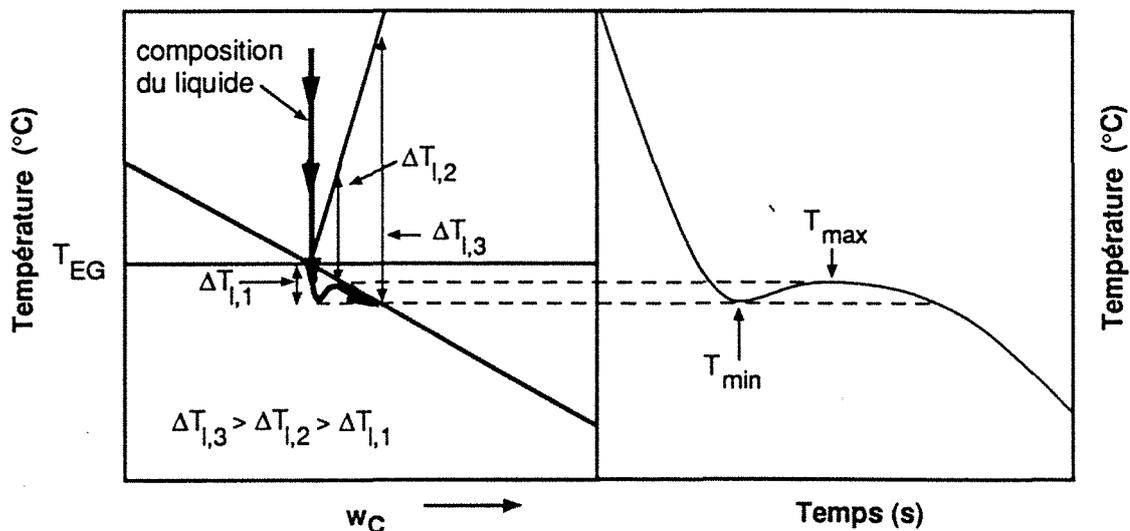


Figure 5.26 Correspondance entre l'évolution durant la solidification de la surfusion chimique et l'allure des courbes de refroidissement. Graphe à droite : courbe de refroidissement d'une fonte eutectique qui présente de la recalescence. Le graphe à gauche correspond au diagramme d'équilibre Fe-C sur lequel on a schématisé la trajectoire suivie par la teneur en carbone du métal liquide durant la solidification. On observe que la surfusion chimique ne diminue pas nécessairement pendant la recalescence et donc que la germination peut continuer pendant celle-ci. Au delà de  $T_{\max}$  la surfusion chimique augmente encore ce qui permet à la germination de se poursuivre.

Au chapitre II on a vu que la germination des nodules de graphite est de nature hétérogène et qu'elle se produit sur des substrats dont la composition dépend de la nature de l'inoculant employé. Pour cette discussion, on a d'abord vérifié par le calcul l'effet de la taille de ces substrats sur la surfusion nécessaire à la germination du graphite. A partir de ces résultats on a pu estimer la possibilité de germination du graphite après la recalescence par un effet de croissance de supports de germination.

Pour les calculs de l'effet de taille sur la germination hétérogène on considère des substrats d'allure sphérique. Celle-ci simplifie les calculs effectués mais aussi elle correspond bien à l'allure des substrats observés par coupe métallographique dans les nodules de graphite. Pour les calculs on a

considéré les mêmes hypothèses simplificatrices que l'on emploie pour la germination hétérogène sur des substrats lisses plans : substrats non déformables et pas de calcul rigoureux du changement de la surface solide-liquide de l'embryon avec la surface solide-substrats. Le principe de ce type de calculs a été proposé auparavant par Flecher [88] qui l'a appliqué à la condensation, à la sublimation et à la solidification de l'eau. On fait ici une application numérique pour le cas de la solidification des fontes ( voir annexe I).

La figure 5.27 représente les résultats de ces calculs. On y a reporté le changement d'enthalpie libre de formation d'un embryon, noté  $\Delta G_r$ , en fonction de son rayon  $r$ . Ces calculs ont été effectués en utilisant un angle  $\theta$  de raccordement de 5 degrés et une surfusion de 10 °C. Deux types de substrats, différant par leur rayon, 0,1  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ , ont été considérés. Sur cette figure on observe que la valeur  $\Delta G_r$  présente un maximum,  $\Delta G_{r^*}$ , lorsque  $r$  est égal à une valeur de  $r^*$ . En outre on constate que la valeur de  $\Delta G_{r^*}$  dépend de la taille des substrats : la valeur de  $\Delta G_{r^*}$  est d'autant plus grande que la taille des substrats est plus petite. Cela montre l'effet de taille sur la germination hétérogène. En effet, pour que la germination soit possible il faut que la valeur de  $\Delta G_{r^*}$  soit égale ou inférieure à la valeur  $\Delta G^*$  ( $\approx 1,77 \cdot 10^{-18}$  J dans le cas de la précipitation du graphite, voir annexe I). On constate donc, à l'aide de la figure 5.27 que pour une surfusion égale à 10°C, la germination n'est pas possible sur les substrats de taille de 0,1  $\mu\text{m}$ , tandis que celle-ci se produira sur les substrats de taille de 1  $\mu\text{m}$ . Autrement dit, pour une surfusion donnée il existe une taille minimale  $r_{\text{min}}$  des substrats à partir de laquelle ceux-ci peuvent servir à la germination du graphite.

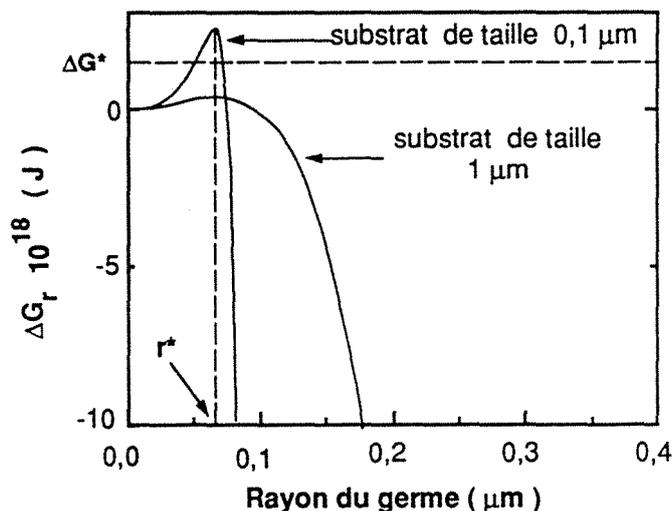


Figure 5.27 Changement d'enthalpie libre  $\Delta G_r$  de formation des embryons ou germes sur les substrats en fonction du rayon de la calotte sphérique formée par les embryons ou germes. Deux substrats de taille différente ont été considérés pour le calcul des courbes; 0,1  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ . La surfusion considérée est 10°C et l'angle de raccordement  $\theta$  est égal à 5 degrés.

Sur la figure 5.28, on a reporté la relation  $r_{\text{min}}-\Delta T_I$  obtenue par le calcul pour trois valeurs d'angle de raccordement ;  $\theta = 5^\circ, 10^\circ$  et  $15^\circ$ . Sur cette figure on observe que ces courbes présentent des asymptotes pour de valeurs différentes de  $\Delta T_I$ . Ces surfusions ;  $\approx 4,1^\circ, \approx 16,1^\circ$  et  $\approx 36,1^\circ$ , notées  $\Delta T_{\text{hét}}^\infty$  correspondent à celles nécessaires à la germination hétérogène sur un substrat plan infiniment grand, (rayon de courbure infini) dont les angles de raccordement sont respectivement égaux à  $5^\circ, 10^\circ$  et  $15^\circ$ . On observe aussi, qu'en accord avec la théorie classique de germination, il n'y pas de germination sur des substrats plans pour des surfusions  $\Delta T_I < \Delta T_{\text{hét}}^\infty$ . Cette figure illustre le fait que les substrats avec un angle de raccordement donné sont activés selon

leur taille au fur et à mesure que la surfusion du métal augmente : lorsque le métal atteint une surfusion  $^1\Delta T_I$  légèrement au-dessous de la surfusion critique  $\Delta T_{\text{hét}}^\infty$ , tous les substrats ayant une taille égale  $^1r_{\text{min}}$  permettent jusqu'à leur épuisement la germination du graphite, les substrats avec une taille supérieure à  $^1r_{\text{min}}$  auront été précédemment activés. Quand la surfusion est accrue jusqu'à la valeur  $^2\Delta T_I$  les substrats de taille  $^2r_{\text{min}}$  inférieure à  $^1r_{\text{min}}$  vont pouvoir être activés, et ainsi de suite;

pour chaque nouveau gain en surfusion des substrats de plus en plus petits vont pouvoir servir à la formation des germes de croissance.

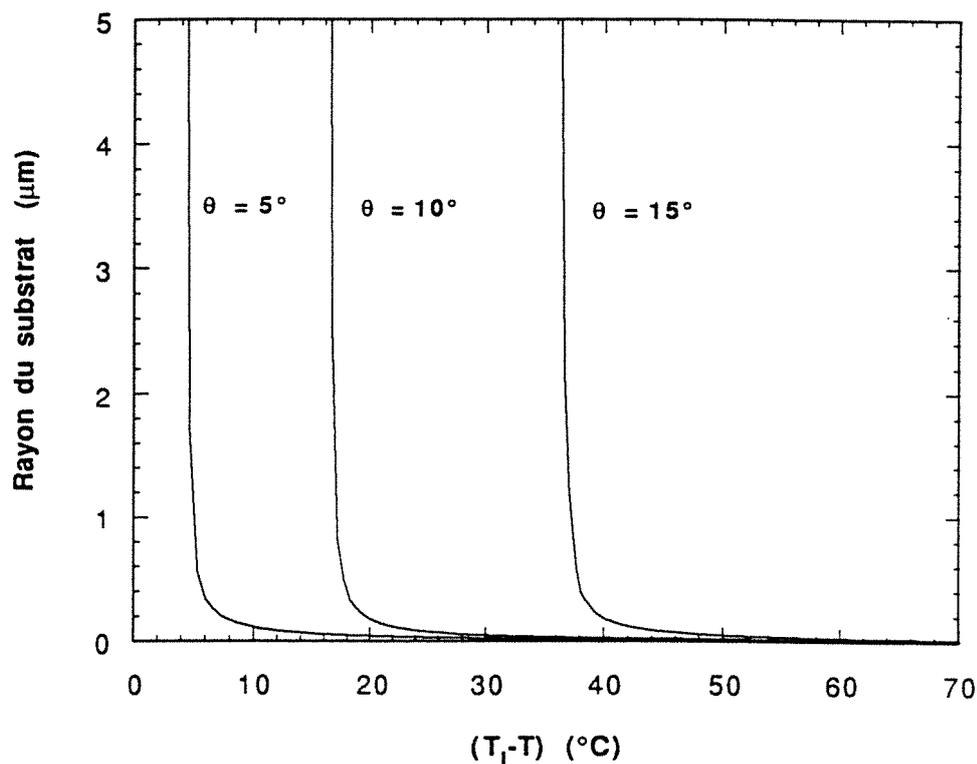


Figure 5.28 Relation entre la taille minimale d'un substrat qui peut germer à une surfusion  $\Delta T_1$  donnée. Trois valeurs d'angle de raccordement ont été utilisées ;  $\theta = 5^\circ$ ,  $10^\circ$  et  $15^\circ$  degrés.

Si pendant la solidification la surfusion reste constante à une valeur quelconque  $\Delta T_1$ , la croissance des substrats d'une taille initialement inférieure à  $r_{min}$  peut permettre la germination des nodules de graphite. La croissance des substrats durant la solidification va dépendre des conditions d'équilibre thermodynamique entre les substrats et le métal liquide. Ces conditions d'équilibre sont modifiées au cours de la solidification car les éléments qui forment ces substrats ségrègent de façon différente. Dans le cas des fontes G.S. les substrats sont composés de Al, Mg, Ca, Si, S et O sous forme d'oxydes et de sulfures [10,41,11]. L'aluminium et le Silicium présentent un ségrégation inverse [89, 90], c'est-à-dire que le métal liquide s'appauvrit en ces éléments durant la solidification. Par contre le S a une ségrégation positive [89]. On n'a pas trouvé les coefficients de partage de Mg, Ca et O. Cependant les observations faites par Nadif et Gatellier [91], sur des aciers montrent que ces éléments ont tendance à précipiter avec les inclusions formées pendant la solidification. On peut donc imaginer que les substrats auront tendance à se développer au cours de la solidification.

Pour avoir une idée de l'ordre de grandeur de la croissance des substrats, on a considéré que ceux-ci sont composés par des oxydes, donc la teneur en oxygène probable est  $\sim 40\%$  ( voir annexe J) et que le nombre de ces substrats de  $200000 \text{ mm}^{-3}$ , leur taille est unique et initialement inférieure à  $r_{min}$ . On a aussi choisi une surfusion  $\Delta T_1$  initiale de  $50^\circ \text{C}$  ( $\Delta T_{EG} \approx 10^\circ \text{C}$ ). Avec ces hypothèses on a estimé la croissance des substrats pour des valeurs de fraction solidifiée égales à 0,1 et 0,5 ( voir annexe J). Les résultats de ces calculs sont illustrés par la figure 5.29 qui représente les relations  $r_{min}-\Delta T_1$  calculées pour  $\theta = 5^\circ$ ,  $10^\circ$  et  $15^\circ$  ainsi que le gain en taille de la population des substrats dont la taille initiale correspond à une surfusion égale à  $50^\circ \text{C}$ . Sur cette figure on constate que dans le cas où

$g^s = 0,1$  la germination sur des substrats dont la valeur de  $\theta$  est égale à  $15^\circ$  serait possible même si pendant la solidification la surfusion devient égale à  $\approx 8^\circ\text{C}$ . Dans le pire de cas, c'est-à-dire celui où la teneur en carbone suit la ligne liquidus de l'austénite, une diminution de surfusion de  $8^\circ$  correspondrait à une recalescence  $\Delta T_r$  égale à  $1,6^\circ\text{C}$ . La diminution de surfusion nécessaire pour "éviter" la germination du graphite sur des substrats avec  $\theta$  est égale à  $5^\circ$  ou  $10^\circ$  est beaucoup plus importante, soit respectivement  $39^\circ\text{C}$  et  $28^\circ\text{C}$ . Ces résultats montrent que la croissance de substrats peut permettre que germination des nodules de graphite soit continue durant la solidification même dans le cas où les courbes expérimentales de refroidissement présentent de la recalescence.

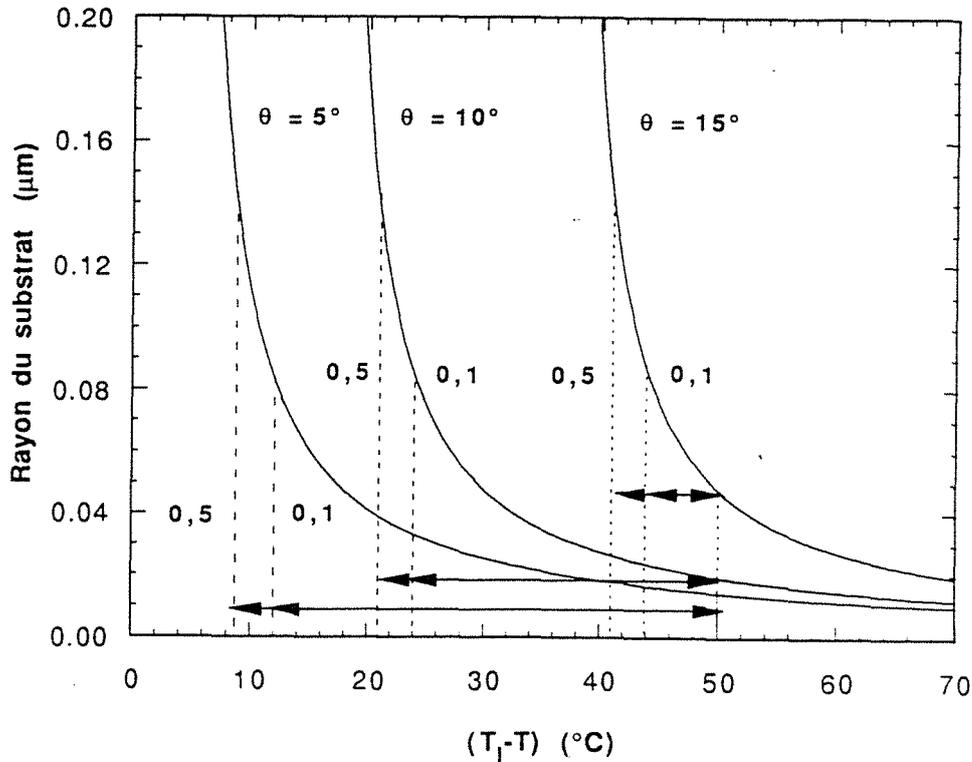


Figure 5.29 Relation entre la taille minimale d'un substrat qui peut germer à une surfusion  $\Delta T_l$  donnée. Ces résultats correspondent à ceux représentés sur la figure 5.28. Les différentes droites illustrent l'effet de la croissance des substrats sur leur "possibilité" de servir à la germination durant la solidification. Pour le calcul de variation de taille des substrats on a considéré une population des substrats dont la taille initiale correspond à une surfusion égale à  $50^\circ\text{C}$ , la densité volumique de ces substrats étant égale à  $200000\text{ mm}^{-3}$ . Ce calcul a été effectué pour deux fractions solidifiées ;  $g^s = 0,1$  et  $0,5$ .

L'évolution de la taille des substrats pourrait expliquer le désaccord qui existe entre la distribution de taille des nodules expérimentale et celle qui résulte des calculs. Cependant une autre raison à ce désaccord est le fait que les distributions en taille peuvent être une conséquence de la distribution des substrats activables dans le métal liquide. En effet, on peut imaginer que la formation d'un tissu dendritique conduit à l'isolement de poches de métal liquide, dans lesquelles sont présents un certain nombre de substrats activables pour la germination des nodules de graphite. La fluctuation du nombre de substrats dans chaque "poches de métal" déterminerait la taille moyenne des nodules contenus dans ce volume de métal ; cette taille étant d'autant plus petite que le nombre de substrats dans la poche est important.

On peut penser que la finesse du tissu dendritique qui délimite les poches de métal liquide peut jouer un rôle sur la forme des distributions en taille des nodules. Ces poches seront d'autant plus étroites que le tissu dendritique sera fin. A ce titre, on rappelle les observations faites par Théret [1] et par Aïchoun [4] sur des échantillons obtenus par TSD. Ces auteurs indiquent que le tissu dendritique est d'autant plus fin que la vitesse de refroidissement est importante. Cet effet, et l'augmentation du nombre de nodules avec la vitesse de refroidissement, conduit à de moindres dispersions en taille des nodules lorsque l'on augmente la vitesse de refroidissement, comme cela a été observé par Aïchoun [4] dans le cas des échantillons obtenus par TSD et dans le présent travail pour ce qui est des fontes moulées. Par ailleurs, la similitude observée au chapitre II entre les distributions en taille des nodules obtenues en TSD et celles qui correspondent à nos échantillons pourrait résulter d'une finesse semblable du tissu dendritique.

Dans l'état actuel de ce travail on ne peut pas conclure sur l'origine du désaccord simulation-expérience en ce qui concerne les distributions de taille de nodules. Il serait intéressant d'élucider cette origine afin d'améliorer les modèles de solidification. Cela permettrait d'accorder une plus grande confiance aux résultats obtenus par le calcul, bien que, comme on l'a vu, dans ce chapitre les modèles de solidification actuellement utilisés permettent de décrire de manière raisonnable l'effet du taux d'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur la structure des pièces coulées.

On a noté que la corrélation  $V_S^* - \Delta T_r$  trouvée par le calcul est en accord qualitatif avec l'expérience. Le fait que les taux des recalescence calculés sont plus importants que les taux expérimentaux peut être dû à la non considération dans le modèle thermique des gradients thermiques dans le métal, comme cela est suggéré par les observations expérimentales de Steen et Bäckérud [92]. Ces auteurs ont observé l'effet des gradients thermiques sur l'allure des courbes de refroidissement obtenues dans des petits échantillons de fonte G.L. ou de fonte truitée ( $\approx 35g$ ). Ils ont noté que l'allure des courbes diffère selon que le creuset est plus ou moins chaud par rapport au métal : lorsque le creuset est moins chaud que le métal, la recalescence est absente sur les courbes de refroidissement, alors qu'elle apparaît quand le creuset est à une température proche de celle du métal. Par ailleurs, on remarque que les valeurs de  $\Delta T_r$  obtenues par le calcul dépendent de la taille initiale considérée pour les cellules eutectiques, c'est-à-dire que la différence simulation-expérience dans les valeurs de  $\Delta T_r$  peut augmenter ou diminuer selon la taille initiale choisie pour les cellules eutectiques (voir chapitre IV) : dans le cas de la fonte G.S., on observe que la valeur calculée de  $\Delta T_r$  diminue en même temps que la taille initiale des cellules eutectiques augmente. D'après ce qui précède on peut penser, que la différence quantitative expérience-simulation dans les corrélations  $V_S^* - \Delta T_r$  n'indique pas forcément une incohérence du modèle de solidification employé.

Par ailleurs on a remarqué que la tendance  $V_S^* - \Delta T_r$  observée dans les résultats des calculs est une caractéristique propre à la cinétique de solidification des cellules eutectiques des fontes G.S. considérée dans le modèle A'. En effet, on a observé que l'allure de la corrélation  $V_S^* - \Delta T_r$  diffère selon qu'on considère la solidification de la fonte G.S. ou celle de fonte G.L. Cela est illustré par figure 5.30 où on a reporté les valeurs expérimentales de  $\Delta T_r$  et de  $V_S^*$  pour les pièces 6A et 6B coulées en fonte à graphite lamellaire "G.L." ainsi que les valeurs obtenues par le calcul. On observe que contrairement au cas des fontes G.S., les valeurs expérimentales de  $\Delta T_r$  ont tendance à augmenter lorsque la valeur de  $V_S^*$  augmente. La relation de  $\Delta T_r - V_S^*$  obtenue par le calcul est en accord qualitatif avec la relation expérimentale, mais les valeurs calculées de  $\Delta T_r$  sont ici encore plus élevées que les valeurs expérimentales.

On a constaté que la relation  $NV^{**} - \Delta T_{EG}$  trouvée expérimentalement pour les cylindres Ø62 des pièces inoculées est bien prédite par le calcul. Dans le cas des autres cylindres l'accord simulation-

expérience dans les corrélations  $N\dot{V}^*-\Delta T_{EG}$  reste raisonnable. En revanche il n'y a pas une bonne concordance simulation-expérience en ce qui concerne l'effet du taux d'inoculation sur  $\Delta T_r$ .

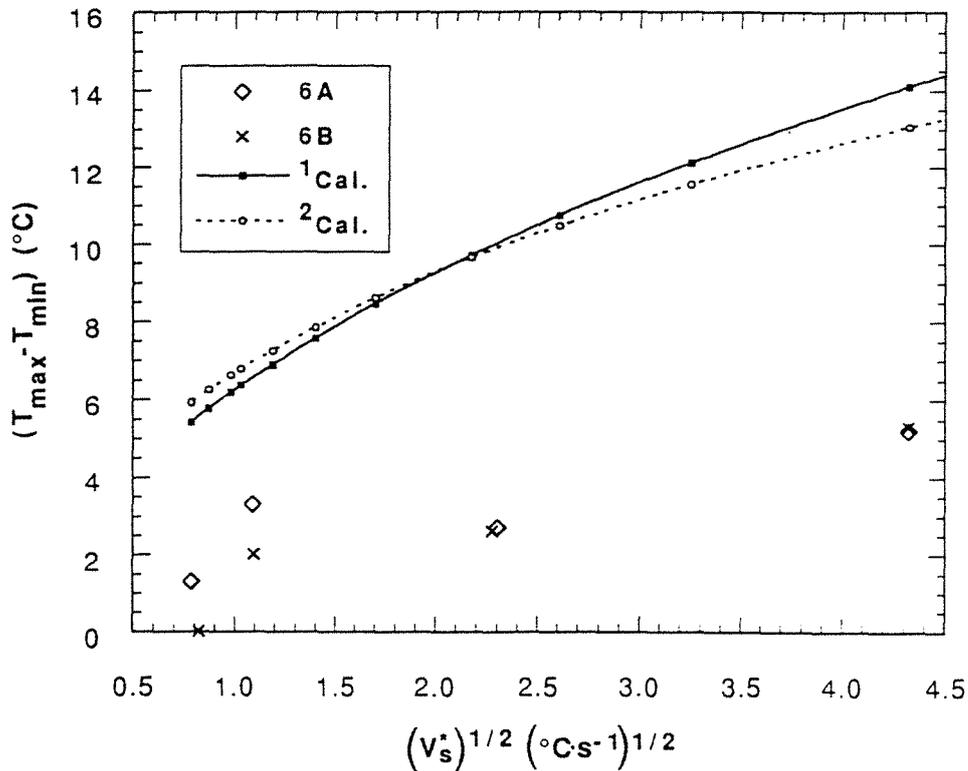


Figure 5.30 Effet de la vitesse de refroidissement sur la valeur de l'amplitude de la recalescence  $\Delta T_r$  ( $T_{\max} - T_{\min}$ ) calculée pour une fonte à graphite lamellaire. Sur cette figure on a reporté les valeurs expérimentales de  $\Delta T_r$  et  $(V_s^*)^{1/2}$  des pièces 6A et 6B coulées en fonte à graphite lamellaire. La loi de croissance considérée est celle proposée par Jones et Kurz [96] pour laquelle la vitesse du front de solidification est égale à  $8,7 \cdot 10^{-8} (\Delta T_{EG})^2$  ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ). En ce qui concerne la loi de germination, on a considéré deux types, une où la valeur de  $n$  est égale à l'unité, et l'autre où  $n$  est égal à deux. Les valeurs de  $A_n$  ont été choisies de manière à ce que la valeur de  $\Delta T_{EG}$  calculée pour la pièce 6A1 soit proche ou égale de la valeur expérimentale ( $7,2^\circ\text{C}$ ) ;  $A_1 = 10^{10} \text{ m}^{-3}\text{C}^{-1}$  et  $A_2 = 10^{11} \text{ m}^{-3}\text{C}^{-2}$ .

Le fait que la relation expérimentale  $N\dot{V}^*-\Delta T_{EG}$  est retrouvée par le calcul indique que les modèles de solidification employés décrivent de manière raisonnable le début de la solidification des fontes inoculées malgré les simplifications qui ont été faites. Le modèle A' ne prend pas en compte les phénomènes qui concernent le dépôt d'austénite hors eutectique. Dans le modèle E', ce dépôt d'austénite est introduit de manière "simplifiée" par un bilan de matière et non par des lois de germination et de croissance de dendrites. D'autre part, on ne considère pas non plus les phénomènes qui concernent la germination et la croissance libre des nodules de graphite ainsi que la formation de la coquille d'austénite. Enfin, il reste l'incertitude précédemment décrite sur l'origine de la discordance entre les distribution expérimentale et calculée de taille des nodules.

L'importance des phénomènes autres que la germination et croissance de cellules eutectiques sur la forme des courbes de refroidissement au début de la solidification est illustrée expérimentalement par les thermogrammes qui correspondent à des fontes faiblement inoculées où

refroidies très rapidement. En effet, comme on l'a vu au chapitre II les courbes de refroidissement des pièces 8A1 et 8B1 et celles des cylindres Ø9 suggèrent l'existence d'au moins deux phénomènes au début de la solidification. Ces courbes présentent deux paliers ; le premier palier, le plus court, correspond à un phénomène qui n'est pas considéré dans le modèle de solidification employé. En effet, si l'on considère que ce palier est dû à la formation de dendrites, les courbes suggèrent qu'il existe une surfusion (par rapport au liquidus d'austénite) non négligeable avant que le métal liquide soit saturé en carbone par le dépôt d'austénite hors eutectique. Dans le modèle E', ce dépôt d'austénite se réalise conformément à l'équilibre thermodynamique, ce qui se traduit par l'inexistence du premier palier de solidification sur les courbes de refroidissement calculées. Autrement dit, la valeur de  $T_{\min}$  calculée à l'aide de ce modèle n'inclut pas l'effet du "déclenchement" de la cinétique de développement des dendrites.

L'absence du premier palier de solidification sur les courbes expérimentales qui correspondent aux cylindres Ø62 des pièces inoculées suggère que pour ces échantillons la cinétique de la réaction des cellules eutectiques est relativement importante au début de la solidification de sorte que la fin du dépôt d'austénite primaire n'entraîne pas une chute importante de température. Cependant, cela n'exclut pas le fait que les valeurs de  $\Delta T_{EG}$  déterminées expérimentalement, et donc la relation  $N_V^* - \Delta T_{EG}$ , soient dépendantes du phénomène de dépôt d'austénite qui peut se réaliser au début de la solidification.

L'existence de ce phénomène et le désaccord expérience-simulation dans la distributions de taille de nodules indiquent que les valeurs des constantes des lois de cinétiques de croissance qui ont permis de trouver un bon accord simulation-expérience dans les corrélations  $N_V^* - \Delta T_{EG}$  ne peuvent pas être directement associées à la cinétique de croissance de cellules eutectiques. En conséquence ces valeurs ne doivent être considérés que comme un repère.

Bien que les modèles de solidification présentent les limites précédemment évoquées, ils présentent un bon moyen pour décrire par le calcul, dans un premier ordre de grandeur, les principaux résultats expérimentaux concernant l'effet du taux d'inoculation et de vitesse de refroidissement sur la structure des fontes coulées. Cela a été confirmé à l'aide d'autres données expérimentales obtenues par Prinz et al. [94]. Ces données concernent l'effet de la vitesse de refroidissement sur la structure des pièces coulées en fonte G.S. Pour ce faire, ces auteurs ont coulé des parallélépipèdes d'environ 60x60 mm dont l'épaisseur est variable, les données d'intérêt pour cette discussion concernent des parallélépipèdes avec des épaisseurs de 10 mm, 15 mm et 30 mm. La composition de la fonte est de 3,5-3,6 %C, 2,2-2,3 %Si, 0,1 % Mn, 0,04-0,05 %Mg etc... Le carbone équivalent, ( $CE = \%C + \%Si/4$ ), est égal à 4,05-4,18, ces fontes sont donc de nature légèrement hypoeutectique si l'on compare leur carbone équivalent avec celui de l'eutectique ternaire Fe-C-Si ( $CE \approx 4,26$ ). Les pièces ont été coulées dans un moule au sable durci au CO<sub>2</sub>. La température eutectique considérée par Prinz et al. est égale à 1163 °C, elle a été déterminée à l'aide des données expérimentales concernant la variation des températures caractéristiques des thermogrammes,  $T_{\min}$  et  $T_{\max}$ , en fonction de l'épaisseur des parallélépipèdes.

Pour caractériser la vitesse de refroidissement de ces pièces on a utilisé les valeurs de  $V_s^*$  déterminées sur les thermogrammes que ces auteurs présentent pour les parallélépipèdes dont les épaisseurs sont égales à 10 mm, 15 mm et 30 mm, soit respectivement  $V_s^* = 3,03 \text{ } ^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $2,07 \text{ } ^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $1 \text{ } ^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . L'ajustement thermique entre les courbes de refroidissement calculées et celles expérimentales a été vérifié par le calcul en utilisant les valeurs des modules géométriques effectifs déterminées à l'aide de la corrélation  $V_s^* = 59,7 \cdot \text{Mod}^{-2} \text{ } (^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1})$  (Mod exprimé en mm). Pour ces calculs la valeur de  $T_d$  a été choisie égale à 1400 °C et la valeur de  $(\Delta^{mo})^{1/2}$  est  $727,8 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}\cdot^\circ\text{C}^{-1}\cdot\text{s}^{-0,5}$ . Sur la figure 5.31 on a reporté les courbes expérimentales et celles obtenues par le calcul. On observe qu'il

Il y a un bon accord simulation expérience en ce qui concerne le refroidissement du métal liquide. Cela indique que la thermique des pièces coulées par Prinz et al. est bien approchée par le modèle thermique utilisé dans ce travail.

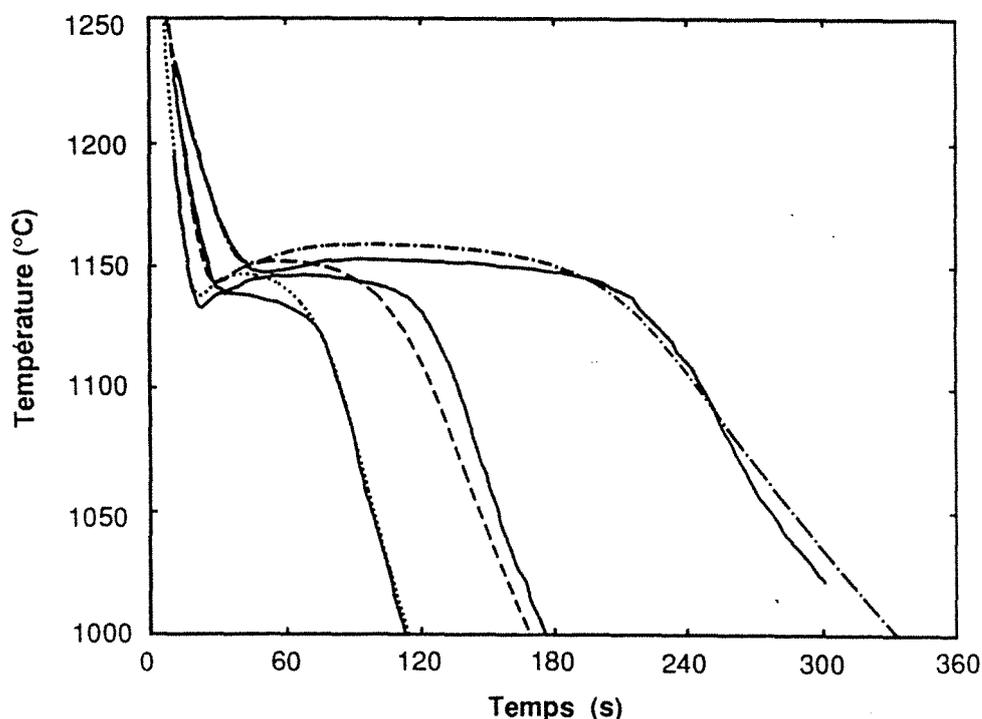


Figure 5.31 Influence du module géométrique de la pièce sur l'allure des courbes de refroidissement. Les thermogrammes en trait continu correspondent aux courbes expérimentales obtenues par Prinz et al. [94] durant le refroidissement des pièces coulées en forme de parallélépipèdes de dimensions 60x60 mm et d'épaisseur variable ; 10 mm, 15 mm et 30 mm. La courbe la plus à gauche correspond au parallélépipède avec une épaisseur de 10 mm et la courbe la plus à droite correspond au parallélépipède le plus épais. Les courbes en différents pointillés ont été obtenues par le calcul. Pour cela on a utilisé une valeur de  $T_d$  égale à 1400 °C et pour  $(\Delta T_{EG})^{1/2}$  une valeur de 727,8  $J \cdot m^{-2} \cdot ^\circ C^{-1} \cdot s^{-0,5}$ .

La figure 5.32 représente les valeurs de  $N_A \cdot \Delta T_{EG}$  déterminées par Prinz et al. [94] dans les parallélépipèdes d'épaisseur 10 mm, 15 mm et 30 mm. Sur la même figure on a reporté les courbes obtenues à l'aide de l'équation :

$$N_A^{**} = 10914,5 (V_s^*)^{0,873} (\Delta T_{EG})^{-1,27} \quad (\text{mm}^{-3}) \quad 5.5$$

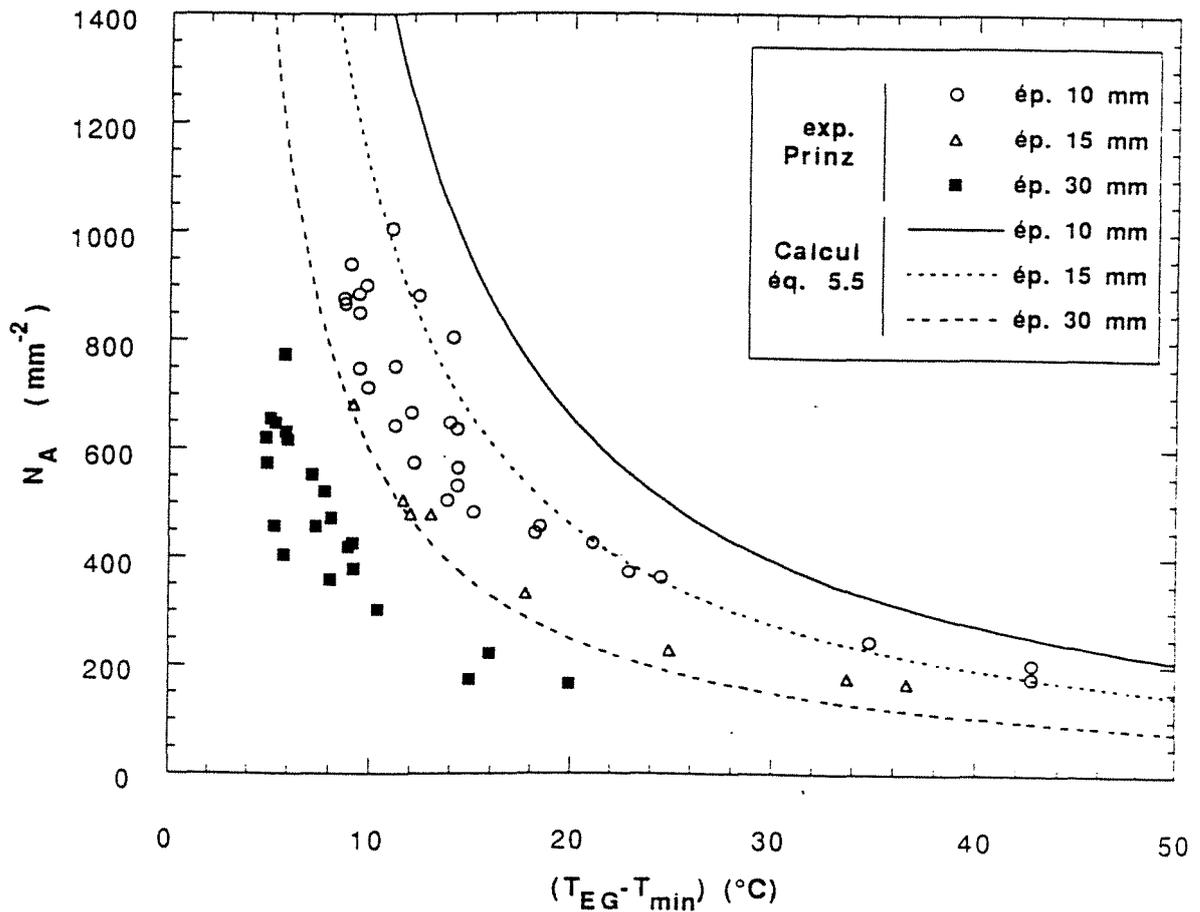


Figure 5.32 Effet de l'épaisseur des parallélépipèdes sur la relation expérimentale  $N_A$ - $\Delta T_{EG}$  (d'après Prinz et al. [94]). Les courbes résultent de l'équation 5.5 obtenue à l'aide des résultats des simulations.

qui résulte de l'expression 5.4 et de la corrélation  $N_V^{**} = 3,46 N_A^{**1,5}$  ( $\text{mm}^{-3}$ ) qui a été déterminée à l'aide des nos résultats expérimentaux au chapitre III. L'utilisation de cette expression suppose que la fraction volumique de graphite dans les échantillons étudiés par Prinz est d'environ 10% ce qui est justifié puisque le carbone équivalent de ces fontes est très proche à celui de nos fontes.

Sur la figure 5.32 on observe que les courbes qui résultent de l'équation 5.5 traduisent qualitativement bien l'effet de la vitesse de refroidissement sur les corrélations expérimentales  $N_A^{**}$ - $\Delta T_{EG}$  obtenues par Prinz, les courbes calculées étant cependant placées à droite des points expérimentaux. L'origine de cette différence qualitative est difficile à déterminer mais on a remarqué qu'un bon accord qualitatif entre la simulation et l'expérience est obtenu lorsque l'on considère comme valeur de  $T_{EG}$  celle obtenue à l'aide de l'expression de Heine avec les %Si des ces fontes soit  $T_{EG} \approx 1169,55$ . Cela est illustré par la figure 5.33 où l'on a reporté les points expérimentaux de Prinz et al. mais en considérant  $T_{EG} \approx 1169,55$ . Les courbes reportées sur cette figure sont les mêmes que celles présentées sur la figure 5.32. Sur la figure 5.33 on observe qu'il existe un très bon accord qualitatif entre les expériences réalisées par Prinz et al. et nos calculs.

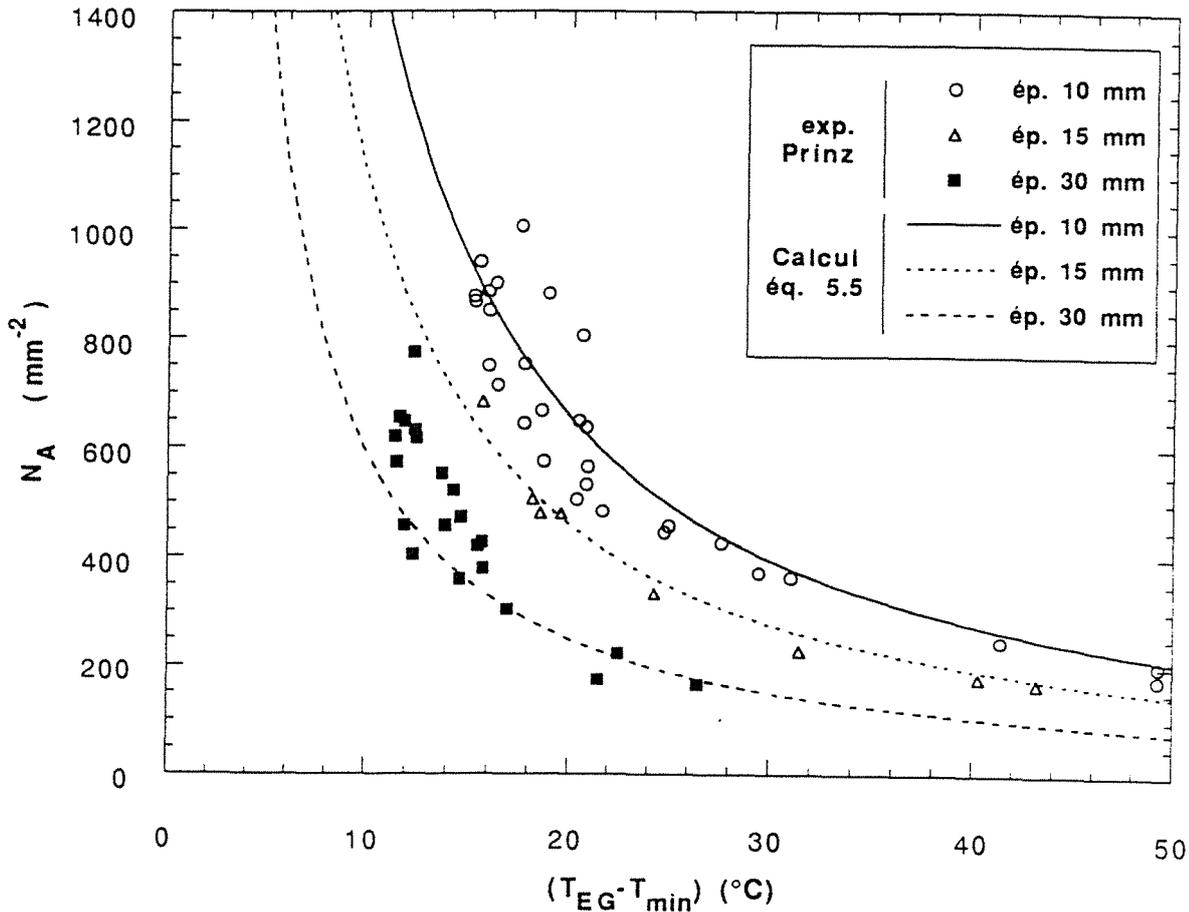


Figure 5.33 Effet de l'épaisseur des parallélépipèdes sur la relation expérimentale  $N_A \cdot \Delta T_{EG}$  [94]. Cette figure ne diffère de la figure 5.32 que par le fait que les points expérimentaux de Prinz et al. ont été décalés à droite de  $6,55^\circ\text{C}$ . Cette valeur correspond à la différence entre la température eutectique considérée par Prinz et al. ( $1163^\circ\text{C}$ ) et la valeur de la température eutectique estimée à l'aide de l'équation de Heine avec la teneur de silicium des fontes coulées par ces auteurs,  $\% \text{Si} \approx 2,3$ .

Les résultats de l'équation 5.5 ont été également comparés avec les données expérimentales d'Hecht et al. [14]. Dans ce cas on n'a pas observé un bon accord quantitatif entre l'expérience et le calcul, comme cela est illustré par la figure 5.34. Pour le calcul de la surfusion on a utilisé la valeur de la température de  $T_{EG}$  qui résulte de l'équation proposée par Heine et al. La valeur de  $V_s^*$  employée a été égale à  $1,2^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . Celle-ci a été estimée à partir d'un thermogramme présenté par Remy et al [29]. Ce thermogramme correspond à un échantillon refroidi dans des conditions semblables à celles employées par Hecht et al [14] dans ses expériences. La figure 5.35 représente cette courbe de refroidissement ainsi que celle obtenue par le calcul. Sur cette figure on note une bonne correspondance entre la courbe expérimentale et celle calculée.

## 5.8. CONCLUSION

Les résultats obtenus par un modèle de solidification de fontes GS qui considère la germination et la croissance des cellules eutectiques ont été confrontés à l'expérience. Cela a permis de déterminer les possibilités et les limites des modèles de solidification employés.

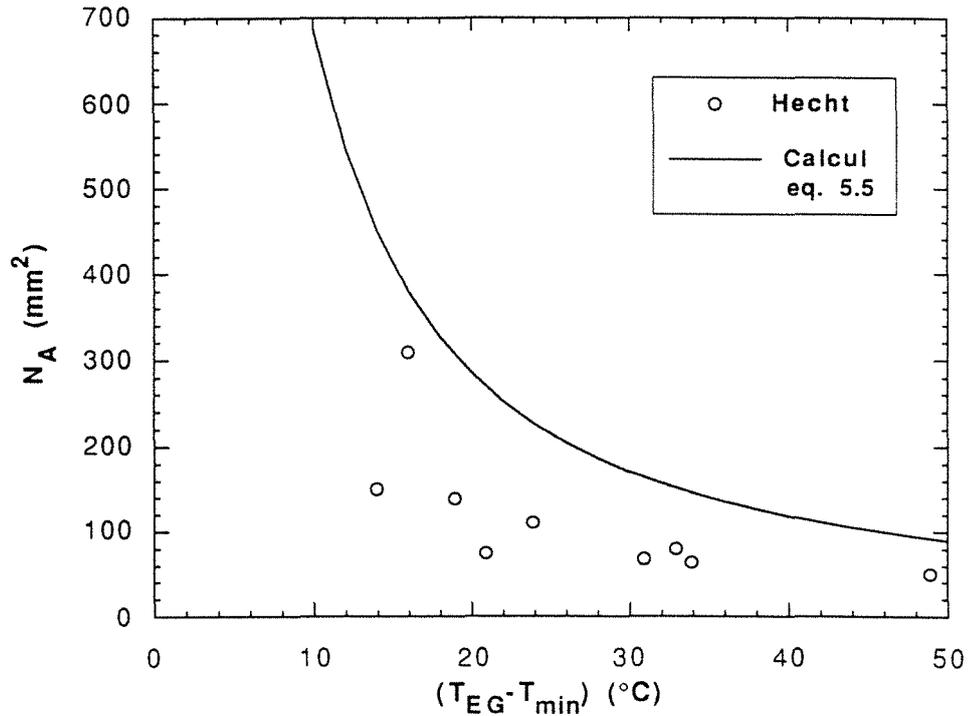


Figure 5.34 Relation expérimentale  $N_A - \Delta T_{EG}$  établie par Hecht et al. à l'aide des résultats expérimentaux obtenus à l'aide d'un dispositif d'analyse thermique de fonderie [14]. La valeur de la température eutectique pour le calcul de la surfusion a été estimée à l'aide de l'équation de Heine avec la teneur de silicium des fontes coulées par ces auteurs, % Si = 2,05. La courbe résulte de l'équation 5.5

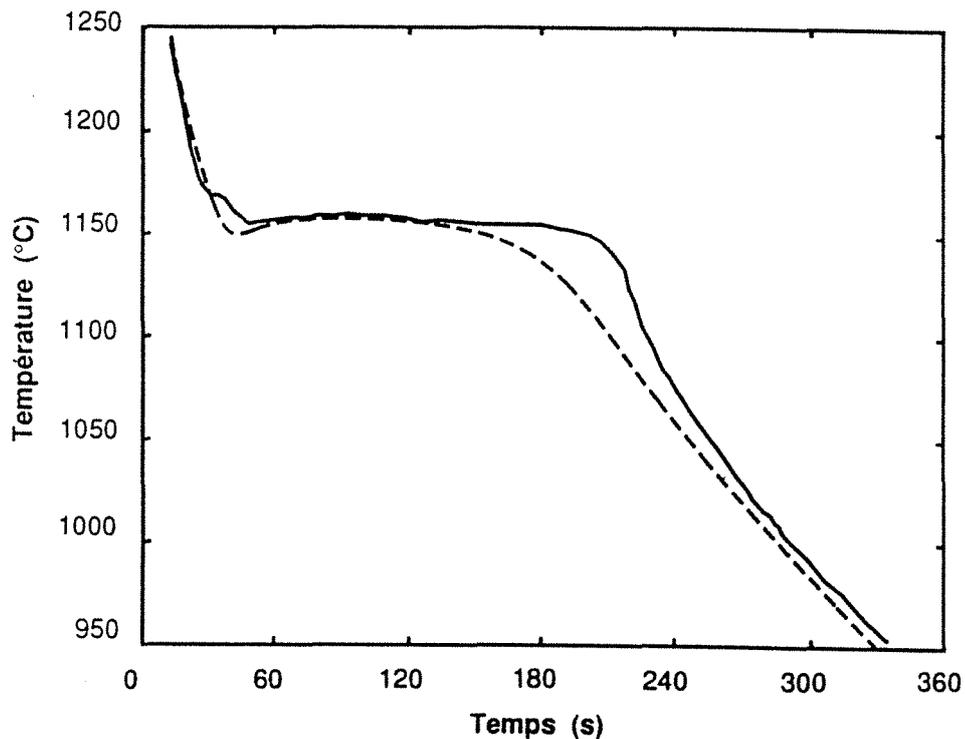


Figure 5.35 Courbe de refroidissement obtenue dans un dispositif d'analyse thermique de fonderie. La courbe en pointillés résulte du calcul. Dans celui-ci on a utilisé une valeur de  $T_d$  égale à 1400 °C et une valeur de  $727,8 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{°C}^{-1} \cdot \text{s}^{-0,5}$  pour  $(\Delta m_0)^{1/2}$  d'après Remy et al. [29].

On trouve que pour une vitesse de refroidissement donnée les corrélations expérimentales  $N_V^{**}-\Delta T_{EG}$  ou  $N_V^{**}-\Delta T_m$  peuvent être expliquées par le calcul en termes de l'effet de la variation du taux d'inoculation sur la cinétique de solidification des fontes G.S. La variation du taux d'inoculation est décrite par le changement d'un seul paramètre,  $A_1$  ou  $A_{11}$ , de la loi de germination.

D'autre part on a observé que les corrélations  $N_V^{**}-\Delta T_{EG}$  ou  $N_V^{**}-\Delta T_m$  sont fonction des conditions de refroidissement de l'échantillon. Le refroidissement dépend entre autres de la température de coulée et du module géométrique de la pièce. Cet effet de la vitesse de refroidissement sur les corrélations  $N_V^{**}-\Delta T_{EG}$  ou  $N_V^{**}-\Delta T_m$  a été décrit par une équation établie à l'aide des résultats obtenus par le calcul. Par ailleurs, on a constaté que ce type d'équation permet, dans le pire des cas, de rendre compte qualitativement des résultats expérimentaux obtenus par des autres chercheurs.

On a remarqué que l'effet de la vitesse de refroidissement sur les valeurs de  $N_V^{**}$  ou  $\Delta T_{EG}$  est raisonnablement bien décrit par les modèles de solidification utilisés. Cela a été déterminé en considérant le cas d'une fonte bien inoculée et celui d'une fonte mal inoculée. Ces résultats illustrent le fait que, pour une vitesse de refroidissement, les valeurs de  $N_V^{**}$  et de  $\Delta T_{EG}$  peuvent varier dans une gamme de valeurs qui dépend du taux d'inoculation. Cela indique qu'afin de prévoir les fluctuations de structures des pièces coulées par le calcul, on doit considérer une limite supérieure et une limite inférieure du taux d'inoculation. Ces limites dépendront du degré de contrôle de l'efficacité de l'inoculation dans l'usine. L'importance de la variation du taux d'inoculation sur la structure des fontes coulées est particulièrement illustrée par l'apparition ou non de cémentite dans les pièces coulées : selon le du taux d'inoculation, la cémentite peut apparaître dans des conditions de refroidissement où  $V_s^*$  varie entre  $\approx 6 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $21 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ .

Ces résultats pour lesquels on trouve un bon accord simulation-expérience montrent que les modèles de solidification employés présentent un moyen pratique pour rendre compte par le calcul des principaux résultats expérimentaux obtenus. Cela en ce qui concerne l'influence du taux d'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur la structure des fontes coulées.

Les modèles de solidification doivent être améliorés afin d'obtenir aussi un bon accord simulation-expérience dans les distributions en taille des nodules. On a analysé des possibles mécanismes qui pourraient expliquer ce désaccord. Une germination continue des nodules au cours de la solidification peut être à l'origine de ce désaccord, mais il peut être aussi expliqué par des hétérogénéités de distributions des substrats dans le tissu dendritique.

Une analyse théorique a permis de vérifier qu'il n'est pas impossible que la germination puisse continuer durant et après la recalescence. En effet, on a constaté par un calcul simplifié que la croissance des substrats qui servent de supports à la germination du graphite peut permettre que la germination soit continue au cours de la solidification.

Un autre mécanisme qui permettrait que la germination du graphite soit continue au cours de la solidification concerne l'évolution de  $\Delta T_1$  en fonction de la cinétique de solidification des cellules eutectiques et celle de dendrites d'austénite. A ce titre, la description par un modèle cinétique de ce dépôt d'austénite hors eutectique paraît intéressant. En plus ce dépôt d'austénite semble avoir une importance non négligeable au début de la réaction de solidification et donc sur les corrélation  $N_V^{**}-\Delta T_{EG}$ . La description dans les simulations de la cinétique du dépôt de dendrites d'austénite permettrait ainsi de mieux comprendre la cinétique de germination des nodules de graphite au cours de la solidification et la nature des corrélations  $N_V^{**}-\Delta T_{EG}$ .

Il y a peu de travaux expérimentaux qui permettent d'affirmer où d'infirmer l'hypothèse d'arrêt de la germination après la recalescence. Dans le cas des fontes G.S. la seule évidence expérimentale a été apportée par Owadano dans une étude effectuée sur des fontes Fe-C-Ni et Fe-C-Ni-Si. Il serait intéressant de vérifier ce résultat afin de mieux élucider l'origine du désaccord simulation-expérience constaté dans la distribution de taille des nodules.

Du fait des incertitudes précédemment évoquées, les valeurs des constantes des lois de cinétique de croissance des cellules eutectiques qui ont permis d'obtenir un bon accord simulation-expérience dans les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  ne doivent être considérées que comme un repère. Enfin, on a trouvé que les modèles de solidification A' et E' ne diffèrent de manière sensible que dans les résultats qui concernent la température de fin de solidification et dans le taux de recalescence,  $\Delta T_r$ , des courbes de refroidissement. Dans les deux cas, les résultats obtenus avec le modèle E' semblent plus en accord avec l'expérience.



CHAPITRE VI

CONCLUSIONS  
GENERALES



Les différents travaux trouvés dans la littérature montrent que l'efficacité du traitement d'inoculation et la vitesse de refroidissement ont une influence importante sur la structure finale des pièces moulées en fonte G.S. Bien que les résultats de ces travaux sont d'utilité dans l'établissement d'une bonne démarche métallurgique pour la coulée des pièces, ils gardent l'inconvénient de n'être pas quantitativement généralisables. En vue de répondre à cette insuffisance, on a abordé l'étude de l'influence de l'efficacité du traitement d'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur la structure finale des fontes en considérant à la fois l'expérience et la modélisation physique de la solidification. Cela est dans la continuité des travaux de Théret, Arnould et Aichoun qui ont porté sur l'étude "en laboratoire" de différents aspects de la cinétique de solidification des fontes G.S. à l'aide des échantillons obtenus par trempe en cours de solidification dirigée.

Nous avons coulé 12 pièces de forme axisymétrique qui comportent 5 cylindres superposés de différents diamètres. Dix pièces coulées ont été traitées au Mg (fonte G.S.). Toutes les coulées ont été instrumentées à l'aide des thermocouples placés au centre de chacun des cylindres de la pièce. Les courbes de refroidissement ainsi obtenues ont été dépouillées par analyse thermique directe et dérivée afin de mieux faire ressortir leurs températures caractéristiques. La caractérisation de la structure a été faite à l'aide d'un analyseur d'images TAS PLUS. On a mesuré la densité surfacique de nodules,  $N_A$ , la fraction du graphite,  $g_g$ , le taux de cémentite et l'aire individuelle des nodules. Avec les résultats de ces mesures individuelles on a calculé la densité volumique des nodules,  $N_V$ , par la méthode de Saltykov. A l'aide de l'ensemble de données expérimentales, on a établi les corrélations expérimentales qui existent entre les différents paramètres structuraux ;  $N_A$ ,  $N_V$ ,  $g_g$  et taux de cémentite, et les corrélations expérimentales entre ces paramètres et les différentes caractéristiques des courbes de refroidissement. Nous avons trouvé un bon accord qualitatif avec des travaux précédents portant sur l'effet de la vitesse de refroidissement et de l'efficacité d'inoculation sur la structure finale des coulées. En plus, dans cette étude on a chiffré les différentes corrélations établies. Cela fournit une base de comparaison avec des futurs travaux et donne un moyen empirique pour décrire l'effet de la vitesse de refroidissement et du taux d'inoculation sur les différents paramètres structuraux et les caractéristiques des courbes de refroidissement retenus dans cette étude.

Pour ce qui est de la simulation numérique on a constaté que le modèle thermique qui est à la base de l'approche de Chvorinov permet d'obtenir un bon ajustement simulation-expérience de l'allure des courbes de refroidissement avant et après le palier de solidification.

Les résultats des calculs montrent que la validation d'un modèle de solidification doit être faite en considérant une confrontation simulation-expérience dans des conditions de forte vitesse de refroidissement, de l'ordre de celles des cylindres  $\varnothing 9$  ( $\approx 20 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$  à  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ ), où les résultats des calculs diffèrent le plus. On a aussi remarqué que, outre l'influence du choix des différents paramètres physiques employés pour les calculs, il existe un effet non négligeable sur les résultats des calculs de la valeur choisie pour la taille initiale de cellules eutectiques ainsi que du rapport initial entre le rayon de la coquille d'austénite et celui du nodule de graphite. Il s'ensuit que, par un choix judicieux des valeurs initiales de ces paramètres, on peut trouver une équivalence entre d'une part le modèle de solidification le plus simple, et donc le plus économique en temps de calcul, et d'autre part des modèles de solidification plus complets.

Par la confrontation faite entre les résultats expérimentaux et les résultats des calculs, on a pu constater que les corrélations expérimentales  $N_V^* - \Delta T_{EG}$  où  $N_V^* - \Delta T_m$  qui correspondent à une vitesse de refroidissement donnée peuvent être explicitées par le calcul en termes de l'effet de la variation du taux d'inoculation sur la cinétique de solidification des fontes G.S. Cet effet étant décrit par la variation de la valeur d'un seul paramètre de la loi de germination. A l'aide des résultats des calculs on a établi le

type d'équation qui permet de rendre compte de l'effet de la vitesse de refroidissement sur ces corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  où  $N_V^{**} - \Delta T_m$ . On a constaté que ce type d'équation permet, dans le pire des cas, de rendre qualitativement compte des résultats expérimentaux obtenus par d'autres chercheurs.

L'effet de la vitesse de refroidissement, pour un taux d'inoculation donné, sur les valeurs de  $N_V^{**}$  ou de  $\Delta T_{EG}$  est raisonnablement bien décrit par les modèles de solidification utilisés. Ces résultats montrent l'intérêt de considérer une limite supérieure et une limite inférieure du taux d'inoculation dans la simulation de la solidification des pièces coulées, ce qui permettrait de prévoir les fluctuations de structure dans les pièces coulées. L'importance de la variation du taux d'inoculation sur la structure des fontes coulées est particulièrement illustrée par l'apparition ou non de cémentite : en fonction du taux d'inoculation, la cémentite peut apparaître dans des conditions de refroidissement où  $V_s^*$  varie entre  $\approx 6 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $21 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . Les limites de taux d'inoculation à considérer dans les calculs dépendront du degré de contrôle de l'efficacité de l'inoculation dans l'usine. Dans cette étude nous avons déterminé les lois de germination qui correspondent au cas extrême d'une fonte très bien inoculée et à celui d'une fonte mal inoculée.

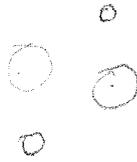
En comparant les résultats obtenus avec les modèles de solidification A' et E', on a constaté que ils ne diffèrent de manière sensible que dans les résultats qui concernent la température de fin de solidification et dans le taux de recalescence,  $\Delta T_r$  des courbes de refroidissement. Dans le deux cas les résultats obtenus avec le modèle E' semblent plus en accord avec l'expérience.

Les résultats dans lesquels on trouve un bon accord simulation-expérience montrent l'utilité pratique des modèles de solidification employés pour rendre compte, par le calcul, des principaux effets du taux d'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur la structure des fontes coulées et l'allure des courbes de refroidissement. Cependant les modèles de solidification doivent être améliorés afin d'obtenir aussi un bon accord simulation-expérience dans les distributions en taille des nodules. Cela rendrait un caractère plus fiable et général aux résultats de la modélisation physique de solidification des fontes.

Nous avançons deux possibles explications au désaccord simulation-expérience observé dans la distribution en taille des nodules. L'un de celle-ci concerne la validité de la considération dans la modélisation d'arrêter de germination après la recalescence. En effet, nous avons fait une analyse théorique que nous a permis de vérifier que théoriquement il n'est pas impossible que la germination puisse continuer durant et après des faibles recalescences. Cette germination peut se produire par la croissance, durant la solidification, des substrats qui servent de support à la germination du graphite. Elle peut être aussi produite par une augmentation de surfusion,  $\Delta T_I$ , par rapport au liquidus du graphite en cours de solidification, ce qui n'est pas impossible même quand la recalescence se déroule. Une autre explication du désaccord entre la distribution en taille de nodules mesurée et celle obtenue par le calcul peut être l'existence des hétérogénéités dans les distributions des agents de germination du graphite dans le tissu dendritiques. Il serait intéressant de vérifier dans un travail futur la validité de ce deux explications précédemment proposées. Actuellement il y a peu de travaux expérimentaux permettant de trancher sur la certitude de ces deux hypothèses.

La description par un modèle cinétique de dépôt d'austénite hors eutectique paraît intéressant afin de suivre de manière plus fine l'évolution de  $\Delta T_I$  au cours de la solidification et donc de la cinétique de germination. Par ailleurs, expérimentalement ce dépôt d'austénite semble avoir une importance non négligeable au début de la réaction de solidification et donc sur les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$ . La description dans les simulations de la cinétique du dépôt de dendrites d'austénite permettrait ainsi de mieux comprendre la cinétique de germination des nodules de graphite au cours de la solidification et de mieux élucider la nature des corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$ .

A cause des incertitudes précédemment évoquées, les valeurs des constantes des lois de cinétique de croissance de cellules eutectiques qui ont permis d'obtenir un bon accord simulation-expérience dans les corrélations  $N_V^{**} - \Delta T_{EG}$  ne doivent être considérées que comme un repère.





## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES<sup>1</sup>

- 1 THERET J-M., "Etude du déroulement de la solidification des fontes G.S. : conséquences prévisibles pour l'alimentation des pièces en fonderie", Thèse Docteur-Ingénieur, Ecole des Mines de Paris, 1979, Paris, France.
- 2 ARNOULD F., "Developpement des microstructures et microsegregations lors de la solidification des fontes G.S. : influence du silicium", Thèse Docteur-Ingénieur, Institut National Polytechnique de Lorraine, Ecole des Mines de Nancy, 1985, Nancy, France.
- 3 LACAZE J., CASTRO M., AICHOUN N., LESOULT G., "Influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure et la cinétique de solidification des fontes G.S. : expérience et simulation numérique de solidification dirigée", Mém. Etud. Sci. Rev. Métall., 1989 (février), p. 85-97.
- 4 AICHOUN Nabil, "Contribution à l'étude de la solidification des fontes à graphite sphéroïdal (G.S.)", Thèse Docteur-Ingénieur, Institut National Polytechnique de Lorraine, Ecole des Mines de Nancy, 1990, Nancy, France.
- 5 HECHT M., MARGERIE J.C., "Les premiers stades de la solidification des alliages du type fontes", Mém. Sci. Rev. Métall., 1971, vol. 68, n° 5, p. 325-338.
- 6 WETTERFALL S-E., FREDRIKSSON H., HILLERT M., "Solidificacion process of nodular cast iron", J. Iron Steel Inst., 1972 (mai ), vol. 210, n° 5, p. 323-333.
- 7 MORROGH H., "The solidification of nodular iron", J. Iron Steel Inst., 1954 (april), vol. 176, n° 1, p. 378-382.
- 8 LOPER C.R., HEINE R. R. W., CHAUDHARI M.D., "Thermal analysis for structure control", *The Metallurgy of Cast Iron*, 1974, p. 639-657.
- 9 HUNTER M.J., CHADWICK G.A., "Nucleation and growth of spheroidal graphite alloys", J. Iron Steel Inst., 1972 (september), vol. 210, n° 9, p 707-717.
- 10 JACOBS M.H., LAW T.J., MELFORD D.A., STOWELL M. J., "Basic processes controlling the nucleation of graphites nodules in chill cast iron", *Met. Technol. (Lond)*, 1974(november), vol 1, p. 490-500.
- 11 KUSAKAWA T., OGAME A., XU X., LIN H., "Nucleus of spheroidal graphite in cast iron", *The Physical Metallurgy of Cast Iron*, 1984, p. 109-117.
- 12 HECHT M., "De l'effet d'une addition de copeaux de fonte dans un bain de fonte", *Fonderie*, 1974 (avril), n° 333, p. 154-158.
- 13 PALLADINO M., "La solidificazione dell'austenite primaria", *La Fonderia Italiana*, 1977, n° 6, p. 150-158.
- 14 HECHT M., REMY A., "Etude et contrôle des inoculants en laboratoire: application au cas particulier de la fonte G.S. inoculée au moyen de FeSi 75 contenant des métaux alcalino-terreux des terres rares, du bismuth"; *Fonderie-Fondeur d'Aujourd'hui*, 1990 (janvier), n° 91, p. 27-37.
- \* 15 OWADANO T., YAMADA K., TORIGOE K., "Quantitative metallographic study of solidification of spheroidal graphite cast iron", *Trans. J.I.M.*, 1977, vol. 18, p.871-878.
- \* 16 WALLACE J.F., SU H-Q., WARRICK R.J., JENKINS L.R., "The influence of foundry variables on nodule count in ductile iron", *Trans. American Foundrymen's Soc.*, 1985, vol. 93, p. 813-833.
- 17 STEFANESCU D.M., WARRICK R.J., JENKINS L.R., CHEN G., MARTINEZ F., "Influence of the chemical analysis of alloys on the nodule count of ductile iron", *Trans. American Foundrymen's Soc.*, 1985, vol. 93, p. 835-848.

---

<sup>1</sup> Les références des mémoires de congrès dont le nom apparait en italiques sont données à la fin de la section.

- 18 SCHISLER J.M., CHOBOUT J.P., BRENOT P., BAK C., GOUVENEL D., "Paramètres regissant la transition <<fonte blanche-fonte grise>>, dans le cas d'obtention de pièces à parois minces en fonte G.S. <<ductile brut de coulée>>, Hommes et Fonderie, 1989 (janvier), n° 191, p. 19-27.
- 19 HORIE H., MIYATE T., SAITO M., KOWATA T., "The effect of carbon, silicon and nodule count on the chill formation in spheroidal graphite cast iron with thin section", IMONO (Trans. Jpn. Foundrymen's Soc.), 1986(avril), vol. 5, p. 19-23.
- 20 ASKELAND D.R., GUPTA S. S., "Effet of nodule count and cooling rate on the matrix of nodular cast iron", Trans. American Foundrymen's Soc., 1975, vol. 83, p. 313-320.
- 21 EVANS W. J., CARTER Jr. S. F., WALLACE J. F., "Factors influencing the occurrence of carbides in thin sections of ductile iron", Trans. American Foundrymen's Soc., 1981, vol. 89, p. 293-322.
- 22 PIASKOWSKI J., "The inoculation process during formation of nodular graphite in cast iron", *Solidification Technology in the Foundry and Cast House*, 1980, p. 248-252.
- 23 BÄCKERUD L. NILSSON K., STEEN H., "Study of nucleation and growth of graphite in magnesium-treated cast iron by means of thermal analysis", *The Metallurgy of Cast Iron*, 1974, p. 625-637.
- 24 SIVULA J., RANTALA T., LOUVO A., "Possibilités de controlling the quality of SG-irons by computerized thermal analysis", FOCOMP'86, Krakow, 9-16 june 1986, p. 240-252.
- 25 HRIBOVSEK B.J., MARINCEK B., "Thermal analysis of bulk solidified cast iron melts", *The Metallurgy of Cast Iron*, 1974, p. 659-672.
- 26 CHEN I.G., STEFANESCU D.M., "Computer-aided differential thermal analysis of spheroidal and compacted graphite cast irons", Trans. American Foundrymen's Soc., 1984, vol 92, p.947-964.
- 27 STEFANESCU D.M., MARTINEZ F., CHEN I. G., "Solidification behavior of hypoeutectic and eutectic compacted graphite cast irons, chilling tendency and eutectic cells", Trans. American Foundrymen's Soc., 1983, vol. 91, p. 205-216.
- 28 STEFANESCU D.M., LOPER C.R., VOIGT R.C., CHEN I.G., "Cooling curve structure analysis of compacted/vermicular graphite cast irons produced by different melt treatments", Trans. American Foundrymen's Soc., 1982, vol. 90, p. 333-348.
- 29 REMY A., HUEBER N., BARTHOLE M., "Analyse thermique directe et dérivée des fontes", *Fonderie-Fondeur d'Aujourd'hui*, 1987 (octobre), n° 68, p. 11-16.
- 30 HUI D., JINGXIANG Y., DAVIS K.G., "Thermal effects during the solidification of cast iron", Trans. American Foundrymen's Soc., 1985, vol. 93, p. 917-934.
- 31 EKPOOM U., HEINE R.W., "Thermal analysis by differential heat analysis (DHM) of cast iron", Trans. American Foundrymen's Soc., 1981, vol. 89, p. 27-38.
- 32 SIVULA J., RANTALA T., Technical Research Centre of Finland, VTT MRG, Espoo, Finland, January 1987, COST 504, project S.F. 1a, second annual report.
- 33 HECHT M., CLOAREC P., "L'inoculation des fontes à graphite sphéroïdal", *Fonderie-Fondeur d'Aujourd'hui*, 1982, n° 16, p. 23-39.
- 34 NOGUCHI T., NAGAOKA K., "Three dimensional distribution of graphite nodules in spheroidal graphite cast iron", Trans. American Foundrymen's Soc., 1985, vol. 93, p. 115-122.
- 35 OWADANO T., " Graphite nodule number in spheroidal graphite and malleable cast iron", IMONO (Trans. J. Japan Foundrymen's Soc.), 1973 (mar.), vol. 45, no. 3, p. 193-197.
- 36 SCHUBERT W. D., TA A.T., KAHR G., BENECKE TH., LUX B., "Influence of SiC additions on the microstructure of gray cast iron", *The Physical Metallurgy of Cast Iron*, 1984, p. 119-128.
- 37 MARINCEK B., KONDIC V., "Solidification curve method for controlling structural quality of flake and S.G. cast irons", *Solidification Processing 1987*, 1987, p. 87-89.
- 38 HUGHES I.C.H., "The importance and practice of inoculation in iron castings production", *Solidification Technology in the Foundry and Cast House*, 1980, p. 223-231.

- 39 HECHT M., "Analyse thermique dérivée et contrôle des fontes à graphite sphéroïdal", *Fonderie*, 1978 (juin), n° 379, p. 181-192.
- 40 STEFANESCU D. M., "Solidification of flake, compacted/vermicular and spheroidal graphite cast irons as revealed by thermal analysis and directional solidification experiments", *The Physical Metallurgy of Cast Iron*, 1984, p. 151-162
- 41 HORIE H., KOWATA T., CHIDA A., "Effect of rare earth elements on chill formation and nodule count in thin-section spheroidal graphite cast iron", *Cast Metals*, 1988, vol. 1, part 2, p. 90-97.
- 42 QUINTERO M., KONDIC V. "Technology of structural controls of flake graphite cast irons", *Solidification Processing 1987*, 1987, p. 90-93.
- 43 STRONG G.R., "Thermal analysis as a ductile iron molten metal processing evaluation tool", *Trans. American Foundrymen's Soc.*, 1983, vol. 87, 151-156.
- 44 STEFANESCU D. M., KANETKAR C., "Computer modeling of the solidification of eutectic alloys : comparison of various models for eutectic growth of cast iron", *State of the Art of Computer Simulation of Casting and Solidification Processes 1986*, 1986, p. 255-266.
- 45 RAPPAZ M., THEVOZ PH., ZOU JIE., GABATHULER J.-P., LINDSCHELD H., "Micro-macroscopique modelling of equiaxed solidification", *State of the Art of Computer Simulation of Casting and Solidification Processes 1986*, 1986, p. 277-285.
- 46 MAXWELL I., HELLAWELL A., "A simple model for grain refinement during solidification", *Acta Metall.*, 1975 (february), vol. 23, p. 229-237.
- 47 OLDFIELD W., "A quantitative approach to casting solidification : freezing of cast iron", *Trans. ASM*, 1966, vol. 59, p. 945-961.
- 48 VOLMER M., WEBER A., "Keimbildung in übersättigten gebilden", *Z. Phys. Chem.*, 1926, vol. 119, p. 277-301.
- 49 BECKER R., DÖRING W.A., "Kinetische behandlung der keimbildung in übersättigten dämpfen", *Ann. Phys.*, 1935, vol 24, p. 719-752.
- 50 TURNBULL D., FISHER J.C., "Rate of nucleation in condensed systems", *J. Chem. Phys.*, 1949 (january), vol. 71, n° 1, p. 71-73.
- 51 CHRISTIAN J.W., "The theory of transformations in metals and alloys, part I : equilibrium and general kinetic theory", second edition- © J. W. Christian, Pergamon Press, (reprinted 1981)- 587 p., ISBN 0-08-01831-0.
- 52 HUNT J.D. "Steady state columnar and equiaxed growth of dendrites and eutectic", *Mater. Sci. Eng.*, 1984, vol. 65, n° 1, p. 75-83.
- 53 SU K.-S., OHNAKA I., YAMUCHI I., FUKUSAKO T., "Computer simulation of solidification of nodular cast iron", *The Physical Metallurgy of Cast Iron*, 1984, p. 181-189.
- \* 54 THORGRIMSSON J.T., FREDRIKSSON H., SVENSSON I.L., "Solidification process of flake cast iron casting", *Solidification Processing 1987*, 1987, p. 83-86.
- \* 55 LESOULT G., "Modelling the solidification of cast iron : state of the art and usefulness", *Physical Metallurgy of Cast Iron*, 1989, p. 413-422.
- \* 56 LACAZE J., CASTRO M., LESOULT G., "Nucleation of graphite particles in grey and nodular irons", *Advanced Materials and Processes (vol. 1)*, 1989, p. 147-152.
- \* 57 THEVOZ Ph., ZOU JIE, RAPPAZ M., "Modelling of equiaxed dendritic and eutectic growth in castings", *Solidification Processing 1987*, 1987, p. 168-171.
- \* 58 ZOU J., "Simulation de la solidification eutectique équiaxe", Thèse no. 774, Docteur es Sciences Techniques, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Département des Matériaux, 1988, Lausanne, Suisse.
- \* 59 RAPPAZ M., RICHOS J.D., THEVOZ Ph., "Modelling of solidification of nodular cast iron", *Advanced Materials and Processes (vol. 1)*, 1989, p. 135-140.
- \* 60 FREDRIKSSON H., SVENSSON I. "Computer simulation of the structure formed during solidification of cast iron", *The Physical Metallurgy of Cast Iron*, 1984, p. 273-284.
- \* 61 FRAS E., "A computer-aided simulation of the kinetics of solidification of the eutectic ductile cast iron", *The Physical Metallurgy of Cast Iron*, 1984, p. 191-199.

- \* 62 LACAZE J., CASTRO M., SELIG C., LESOULT G., "Microsegregation during solidification of cast irons", *Modeling of Castings, Welding and Advanced Solidification Processes V*, 1990, p. 473-478.
- \* 63 FREDRIKSSON H., WETTERFALL S.E., "A study of transition from undercooled to flake graphite in cast iron", *The Metallurgy of Cast Iron*, 1974, p. 277-293.
- 64 FRAS E., "Computer simulation of the kinetics of eutectic transformation in grey cast iron", *Arch. Hut.*, 1981, vol. 26, n° 1, p. 107-123.
- \* 65 STEFANESCU D.M., KANETKAR C., "Computer modeling of the solidification of eutectic alloys: the case of cast iron", *Computer Simulation of Microstructural Evolution*, 1985, p.171-187.
- 66 FREDRIKSSON H., THORGRIMSSON J.T., SVENSSON I.L., "Computer simulation of the structure and segregation formed during solidification of cast iron", *State of the Art of Computer Simulation of Casting and Solidification Processes 1986*, 1986, p. 267-275.
- 67 RAPPAZ M., THEVOZ Ph., JIE Z., GABATHULER J.-P., LINDSCHEID H., "Micro-macroscopic modelling of equiaxed solidification", *State of the Art of Computer Simulation of Casting and Solidification Processes 1986*, 1986, p. 277-284.
- 68 STEFANESCU D. M., KANETKAR C.S., "Modeling microstructural evolution of eutectic cast iron and of the gray/white Transition", *Trans. American Foundrymen's Soc.*, 1987, vol. 95, p. 139-144.
- 69 MAMPAEY F., "Modelling of cast iron microstructure", *Advanced Materials and Processes (vol. 1)*, 1989, p. 129-134.
- \* 70 FREDRIKSSON H., SVENSSON I.L., "A comparison between the growth processes of cast iron by thermal analysis", *Solidification Processing of Eutectic Alloys*, 1988, p. 153-162.
- 71 COSTER M., CHERMANT J.-L., "Précis d'analyse d'images", -© 1985 Editions du Centre National de la Recherche Scientifique, Paris, France- 521 p., ISBN 2-222-03686-0.
- 72 HECHT M., MARGERIE J.C., "L'analyse thermique en fonderie de fonte", *Fonderie-Fondeur d'Aujourd'hui*, 1981, n° 8, p. 39-49.
- 73 HEINE R.W. "The carbon equivalent Fe-C-Si diagram and its application to cast irons", *AFS Cast Met. Res. J.*, 1971 (juin), vol 7, n° 2, p. 49-54.
- 74 SCHURMANN E., HENSGEN U., SCHWEINICHEN VON-J., "Schmelzgleichgewichte der ternären systeme eisen-kohlenstoff-silicium und eisen-kohlenstoff-phosphor", *Giesserei-Forschung*, 1984, vol. 36, n° 4, p. 121-129.
- 75 CARLBERG T., FREDRIKSSON H., "Influence of silicon and aluminium on the solidification of cast iron", *Solidification and Casting of Metals*, 1977, p. 115-124.
- 76 MAGNIN P., KURZ W. "Transition from grey to white and white to grey in Fe-C-X eutectic alloys", *The Physical Metallurgy of Cast Iron*, 1984, p. 263-272.
- 77 RAPPAZ M., STEFANESCU D.M., "Modeling of equiaxed primary and eutectique solidification", *Solidification Processing of Eutectic Alloys*, 1988, p. 133-151.
- 78 CHVORINOV N., "Control of the solidification of castings by calculation", *Inst. British Foundrymen*, 1983-1939, vol. 32, p. 229-236.
- 79 PEHLKE R.D., JEYARAYAN A., WADA H., "Summary of thermal properties for casting alloys and mold materials", "University of Michigan, Department of Materials and Metallurgical Engineering, december 1982.
- 80 LACAZE L. communication privée
- 81 WITTMOSER Von A., SHCADE J., "Untersuchung der erstarrungsvorgänge in eisen-kohlenstoff-gußlegierungen mit hilfe von kalorimetrischen messungen", *Giesserei, Tech.-Wiss. Beih., Giessereiwes Metallkd.*, 1961 (october ), p. 195-201.
- 82 HILLERT M., "Some theoretical considerations in nucleation and growth during solidification of graphitic and white cast irons", *Recent Research on Cast Iron*, 1964, p. 101-127.
- 83 ANGUS H. T. , "Cast iron : physical and engineering properties", ©1976, Butterworths, Londres, 2ème édition.

- 84 SUNDMAN B., JANSSON B., ANDERSSON J.-O., The thermo-calc databank system, Calpahd, 1985, vol. 9, n° 2, p. 153-190.
- 85 GUSTAFSSON P., "A thermodynamic evaluation of the Fe-C system", Scand. J. Metall., 1985, vol 14, p. 259-267.
- \* 86 KUBO K., PEHLKE R.D., "Thermal properties of molding sands", Trans. American Foundrymen's Soc., 1985, vol. 93, p. 405-414.
- \* 87 ROCHIER M., LAHALLE J.-P., "Caractéristiques comparées des procédés de moulage et de noyautage : deuxième partie", Fonderie-Fondeur d'aujourd'Hui, 1987 (janvier), n° 61, p.11-18.
- 88 FLETCHER N.H., "Size effet in heterogeneous nucleation", J. Chem. Phys., 1958 (september), vol. 29, n° 3, p. 573-576.
- \* 89 KAGAWA A., OKAMOTO T., "Partition of alloying elements on eutectic solidification of cast iron", *The Physical Metallurgy of Cast Iron*, 1984, p.201-210.
- \* 90 MARGERIE J.C., "Les produits moulées en fonte", *Solidification des Alliages : du Procédé à la Microstructure*, 1985, p. 45-54.
- 91 NADIF M., GATELLIER C., "Influence d'une addition de calcium ou de magnésium sur la solubilité de l'oxygène et du soufre dans l'acier liquide", Rev. Metall. -CIT, 1986 (mai), n° 5, p. 377-394.
- 92 STEEN H.A.H., BÄCKERUD L., "Control of microstructure in mottled cast iron", *Solidification Technology in the Foundry and Cast House*, 1983, p. 216-22.
- 93 JONES H., KURZ W., "Growth temperatures and the limits of coupled growth in unidirectional solidification of Fe-C eutectic alloys", Metall. Trans.,A, Phys. Metall. Mater. Sci.,1980 (august), vol. 11A, p. 1265-1273.
- 94 PRINZ B., REIFFERSCHIED K.-J., SCHULZE T., "Beeinflussung der erstarrung und unterdrückung von gefügeanomalien bei gußeisen mit kugelgraphit durch metallurgische maßnahmen"/ Bundesministerium für Forschung und Technologie (BMFT), Bonn, 1991-152 p. (ref. n° 03 K 4203 7).
- 95 EXNER H.E., "Analysis of grain and particle size distribution in metallic materials", Int. Met. Rev., 1972, vol. 17, p. 111-128.
- 96 KURZ W., FISHER D. J., "Fundamentals of solidification", ©1986, Trans Tech Publications LTD, Switzerland, ISBN 0-87849-522-3.
- 97 GOLDSMITH, WATERMAN, HIRSCHHORN," Handbook of thermophysical properties of solid materials (vol. 3), The Macmillan Company, New York, 1961.

*Recent Research on Cast Iron* /Proc. Sem., Detroit, Michigan, USA, June 16-18, 1964 ; H. D. Merchant ; The American Society for Metals -©1968 Gordon and Breach- 831 p. Library of Congress. Card Number 66-28072.

*Crystal Growth* /Proc. Int. Conf. on Crystal Growth, Boston, 20-24 June, 1966 ; H. Steffen Peiser -©1967 Pergamon Press LTD (supplement of the J. Phys. Chem. Solids)- 856 p., Library of Congress. Card Number 66-29611.

*The Solidification of Metals* /Proc. Conf., Brighton, 4-7 December 1967 ; The Iron and Steel Institute, London, 430 p., ref. ISIP10.

*Solidification* /Papers Seminar on Solidification, October 11-12, 1969 ; American Society for Metals -© 1971 American Society for Metals- 425 p. Library of Congress. Card Number 70-169608.

*The Metallurgy of Cast Iron* /Proc. 2nd Int. Symp. on the Physical Metallurgy of Cast Iron, Geneva, Switzerland, May 29-31, 1974 ; B. Lux, I. Minkoff, F. Mollard ; Batelle Geneva Research Center -© Editions Georgi- 884 p., ISBN 2-604-00001-6.

*Solidification and Casting of Metals* /Proc. Int. Conf. on Solidification, Sheffield, England, 18-21 July 1977 ; Metallurgical and Engineering Association, University of Sheffield, The Metals Society -© 1979 The Metals Society- 546 p., ISBN 0-904357-16-3.

*Solidification Technology in the Foundry and Cast House* /Proc. Conf., Coventry, England, 15-17 Sep., 1980 ; The Metals Society, Applied Metallurgy and Metals Technology -© 1983 The Metals Society- 620 p., ISBN 0-90-4357-36-8.

*Computer Simulation of Microstructural Evolution* /Proc. Symp., Toronto, Canada October 13-17 1985 ; D. J. Srolovitz.

\* *Solidification des Alliages : du Procédé à la Microstructure* / Ecole d'été Carry-le-Rouët, France, 9-14 septembre 1985 ; F. Durand -©1988 Les Editions de Physique, Paris-, 356 p. ISBN 2-86883-060-9.

*The Physical Metallurgy of Cast Iron* /Proc. 3rd Int. Symp. on the Physical Metallurgy of Cast Iron, Stockholm, Sweden, August 29-31, 1984 ; H. Fredriksson, M. Hillert, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., vol. 34 -©1985 Elsevier Science Publishing Co., Inc.- 552 p., ISBN 0-444-00939-6.

\* *State of the Art of Computer Simulation of Casting and Solidification Processes 1986* /Proc. Conf., Strasbourg, France, June 17-20 1986 ; Fredriksson H -© 1986 Les Editions de la Physique, Paris- 330 p., ISBN 2-86883-041-2.

*Erstarrung Metallischer Schmelzen* /Actes Conf. Annuelle du DGM, Bad Nauheim, R. F. A., novembre 1987 ; P. R. Sham -© 1988 DGM Informationsgesellschaft-verlag-

*Solidification Processing 1987* /Proc. 3th Conf., Sheffield, England, 21-24 September 1987 ; Department of Metallurgy, University of Sheffield, The Institute of Metals, London-©1988 The Institute of Metals- 552 p., ISBN 0-901462-36-5.

*Solidification Processing of Eutectic Alloys* / Proc. Conf., Cincinnati, Ohio, October 12-15, 1988 ; The Metallurgical Society, Solidification Committee -©1988 The Metallurgical Society- 259 p., ISBN 0-87339-033-4.

*Advanced Materials and Processes : Advanced Processing and High Temperature Materials (vol. 1)* / Proc. 1st European Conf. on Advanced Materials and Processes, Euromat 89, Aachen, FGR, November 22-24, 1989 ; H. E. Exner, V. Schumacher ; Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e. V.-1990 DGM Informationsgesellschaft- 738 p., ISBN 3-88355-161-8.

*Physical Metallurgy of Cast Iron* / Proc. 4th Int. Symp. on the Physical Metallurgy of Cast Iron, Tokyo, Japan, Sep. 4-6, 1989 ; G. Ohira, T. Kusakawa, E. Niyama -© 1990 Materials Research Society- 604 p., ISBN 1-55899-090-9.

\* *Modeling of Castings, Welding and Advanced Solidification Processes V* / Proc. 5th Int. Conf. on Modeling of Casting and Welding Processes, Davos, Switzerland, Sep. 16-21, 1990 ; M. Rappaz, M. R. Özgü, K. W. Mahin ; Engineering Foundation -© 1991 TMS- 836 p., ISBN 0-87339-172-1.

# ANNEXE A

## RECAPITULATION DES NOTATIONS EMPLOYEES DANS LES ETUDES REALISEES SUR LE CONTROLE PAR ANALYSE THERMIQUE DE LA QUALITE METALURGIQUE DU METAL AVANT COULEE

Plusieurs travaux ont été effectués afin de déterminer s'il existe des corrélations entre l'allure des courbes de refroidissement et la structure des fontes coulées. La notation utilisée pour les paramètres qui servent à caractériser l'allure des courbes de refroidissement peut différer d'un auteur à l'autre. Dans le tableau A.1 on a reporté les notations employées dans quelques-uns de ces travaux de recherche. La définition des paramètres des courbes de refroidissement ou de ceux des dérivées est illustrée par les figures A.1 → A.6.

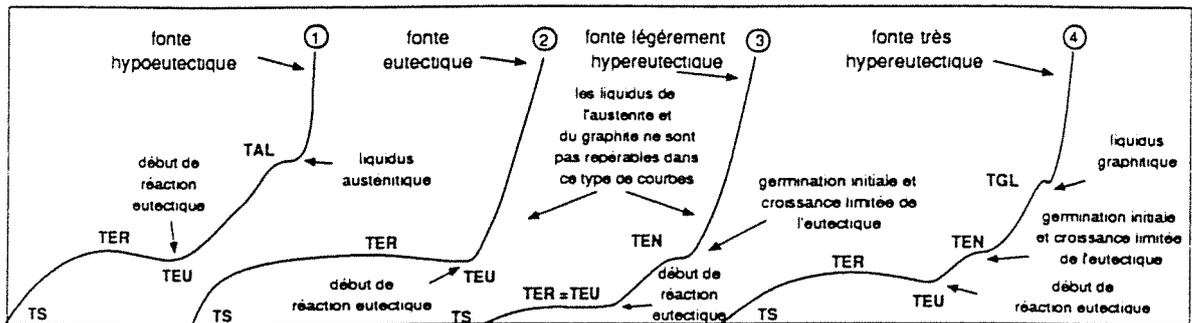


Figure A.1 Exemples des courbes de refroidissement et définition des températures caractéristiques (d'après Loper et al. [8]). Les lettres signifient : T = température ; A = austénite ; L = liquidus ; E = eutectique ; N = germination (nucleation) ; U = surfusion (undercooled) ; R = recalescence ; G = graphite ; S = solidus.

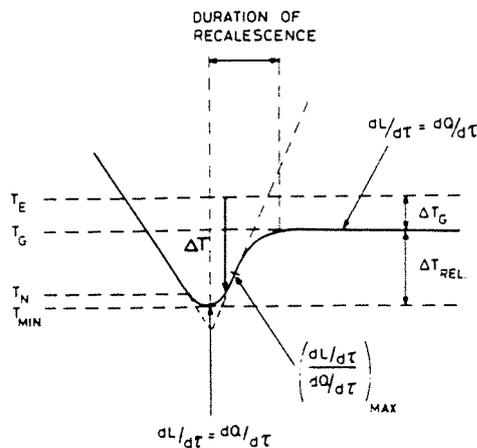


Figure A.2 Définition des paramètres employés pour caractériser la recalescence des courbes de refroidissement.  $T_E$  = température d'équilibre ;  $T_G$  = température de croissance en régime stationnaire ;  $T_N$  = température de germination,  $\Delta T$  = surfusion par rapport à la température de l'eutectique ; L = chaleur latente ; Q = chaleur extraite,  $\tau$  = temps (d'après Bäckerud et al. [23])

Tableau A.1 Notations utilisées dans quelques-uns des travaux de recherche portant sur l'étude des possibilités des différentes techniques d'analyse thermique pour le contrôle avant la coulée de la qualité métallurgique du métal liquide.

| Loper et al. [8] | Bäckerud et al. [23]                | Hecht et al. [14,33] | Stefanescu et al. [26] | Sivula et al. [24,32] | Cette étude                          |
|------------------|-------------------------------------|----------------------|------------------------|-----------------------|--------------------------------------|
| TAL, TGL<br>TEN  |                                     | TLA, TLG             | TAL                    | TLA                   | Trp                                  |
|                  |                                     | TEN                  | TE                     | T <sub>N</sub>        |                                      |
| TEU              | T <sub>MIN</sub>                    | TSE                  | TEU                    | TEU                   | T <sub>min</sub>                     |
| TER              | T <sub>G</sub>                      | TRE                  | TER                    | TER                   | T <sub>max</sub>                     |
|                  |                                     | T                    |                        |                       |                                      |
| TS               |                                     | TPPE                 | TEE                    | TS                    | T <sub>s</sub>                       |
| TER-TEU          | (T <sub>G</sub> -T <sub>MIN</sub> ) |                      |                        |                       | $\Delta T_r = (T_{max} - T_{min})$   |
| TEN-TEU          | (T <sub>E</sub> -T <sub>G</sub> )   |                      |                        |                       | $\Delta T_p = (T_{rp} - T_{min})$    |
|                  | T <sub>E</sub>                      |                      |                        |                       | $\Delta T_{EG} = (T_{EG} - T_{min})$ |
|                  |                                     |                      |                        |                       | *TEG                                 |
|                  |                                     |                      |                        |                       | *TEM                                 |
|                  |                                     |                      |                        |                       | V <sub>rp</sub>                      |
|                  |                                     |                      | FDE**                  |                       |                                      |
|                  |                                     |                      | FPE**                  |                       |                                      |
|                  |                                     |                      | NPAE                   |                       | V <sub>pe</sub>                      |
|                  | (dT/dt) <sub>max</sub>              |                      |                        | D1max                 | V <sub>me</sub>                      |
|                  |                                     |                      | NPE                    | h1                    | V <sub>fs</sub>                      |
|                  |                                     |                      | MSA                    |                       | A <sub>rp</sub>                      |
|                  |                                     |                      | MSE                    |                       | R <sub>pe</sub>                      |
|                  |                                     |                      | ASEIII                 | D2Smin                | A <sub>me</sub>                      |
|                  |                                     |                      |                        | D2SKK                 | R <sub>ss</sub>                      |
|                  |                                     |                      | QA                     |                       | P <sub>p</sub>                       |
|                  |                                     |                      |                        | EA                    | P <sub>e</sub>                       |
|                  |                                     |                      |                        | ER                    | P <sub>e'</sub>                      |
|                  |                                     |                      | QE                     |                       | P <sub>e</sub> + P <sub>e'</sub>     |

\*\* Fontes hypereutectiques seulement

\*Valeurs déterminées à l'aide de relations qui expriment la valeur de la température d'équilibre en fonction de la composition

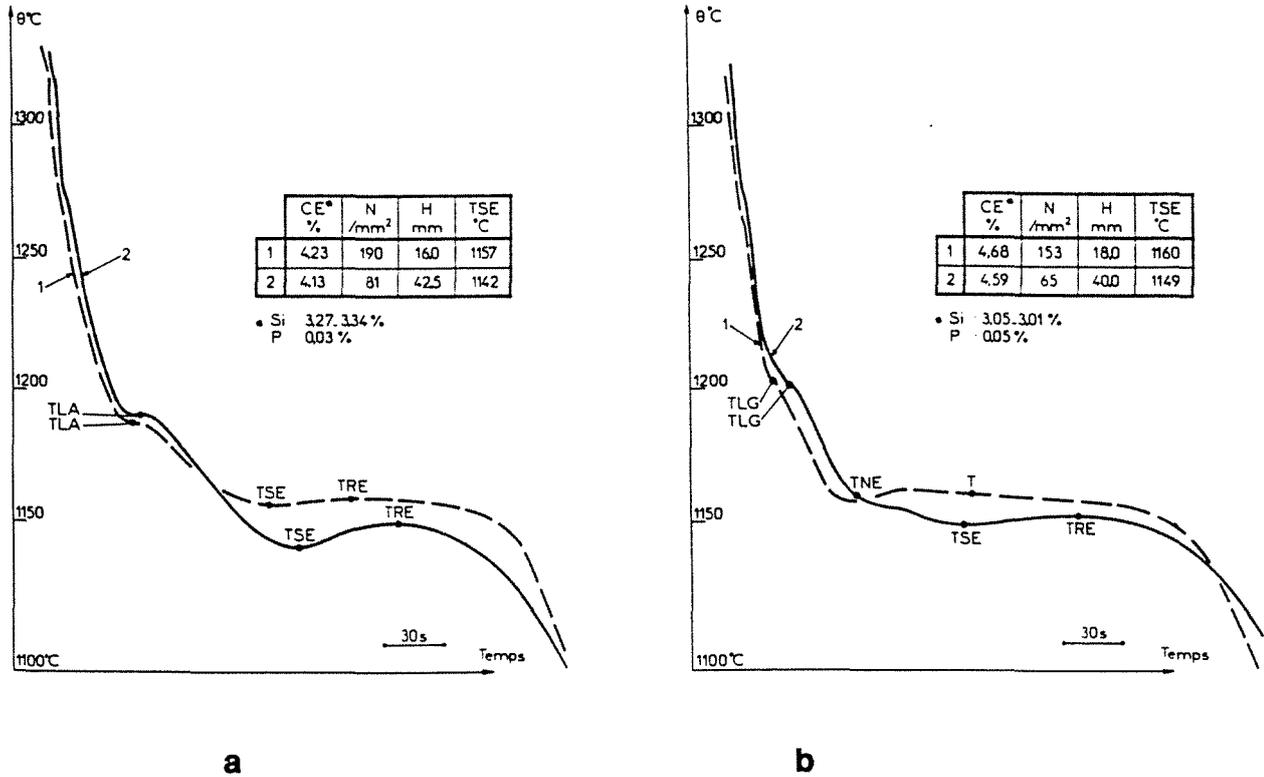


Figure A.3 Exemples des courbes de refroidissement et leurs températures caractéristiques (d'après Hecht et al. [33]).

a.- Cas des fontes hypoeutectiques

b.- Cas des fontes hypereutectiques

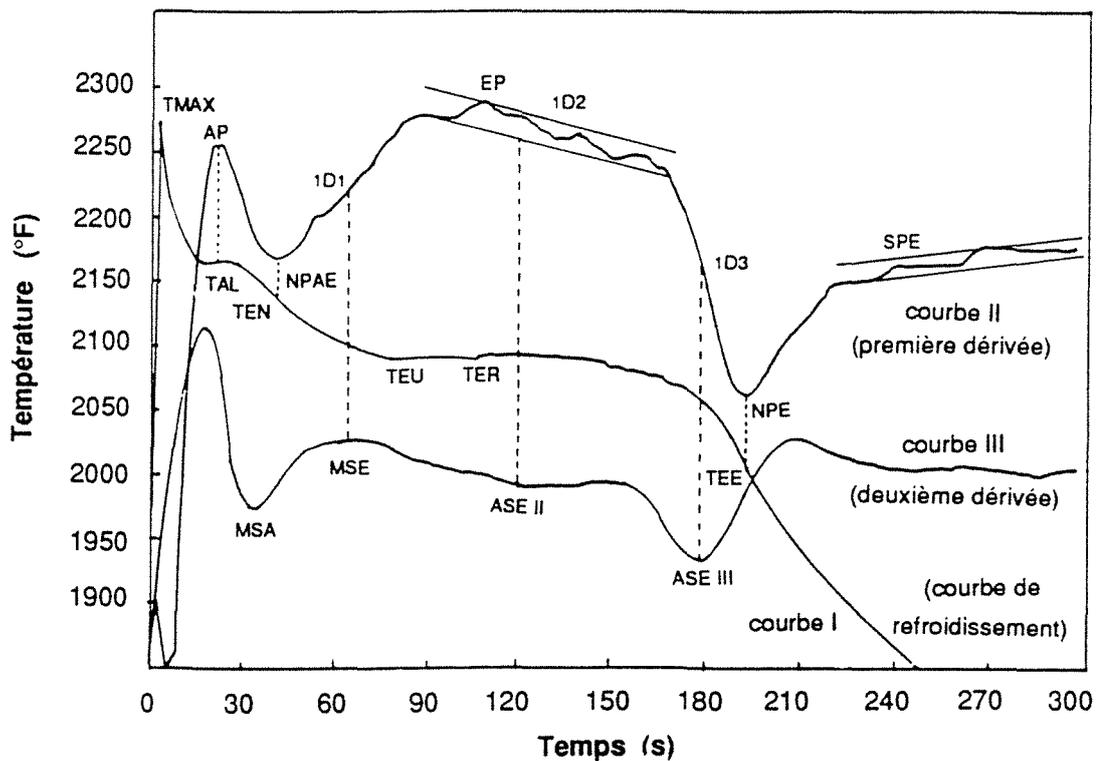


Figure A.4 Courbe de refroidissement d'une fonte hypoeutectique ainsi que la première et deuxième dérivée de la courbe (d'après Stefanescu et al. [26]).

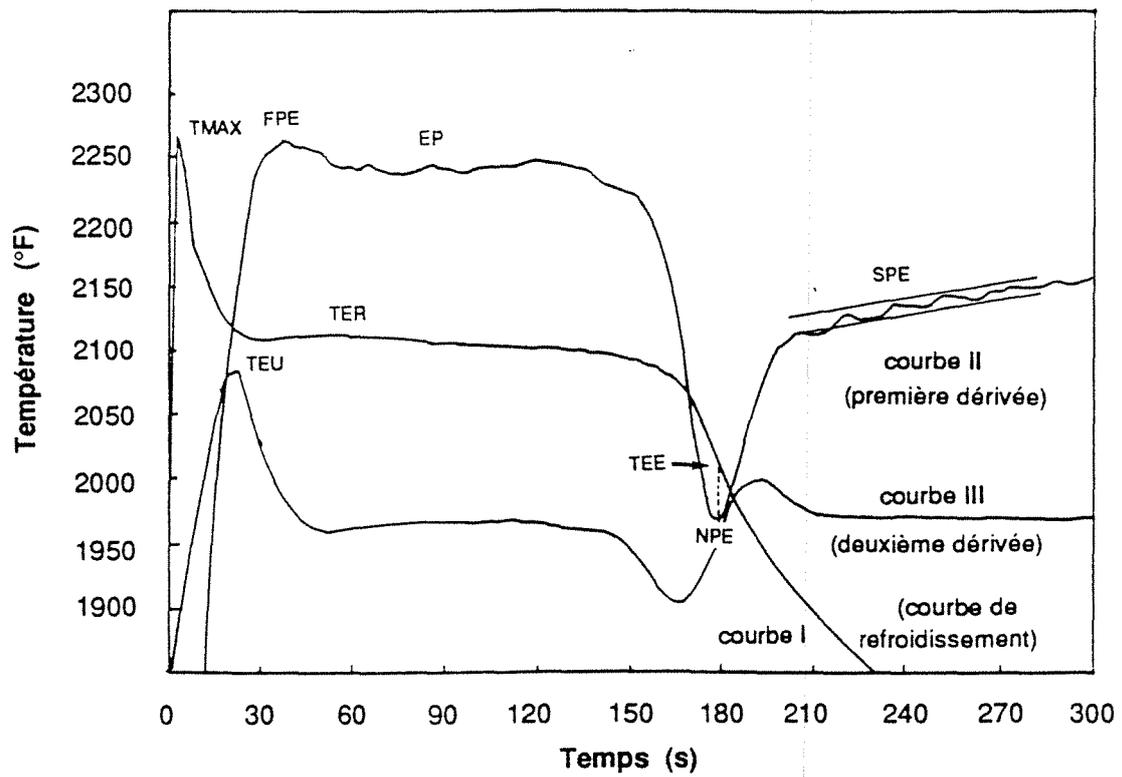


Figure A.5 Courbe de refroidissement d'une fonte hypereutectique ainsi que la première et deuxième dérivée de la courbe (d'après Stefanescu et al. [26]).

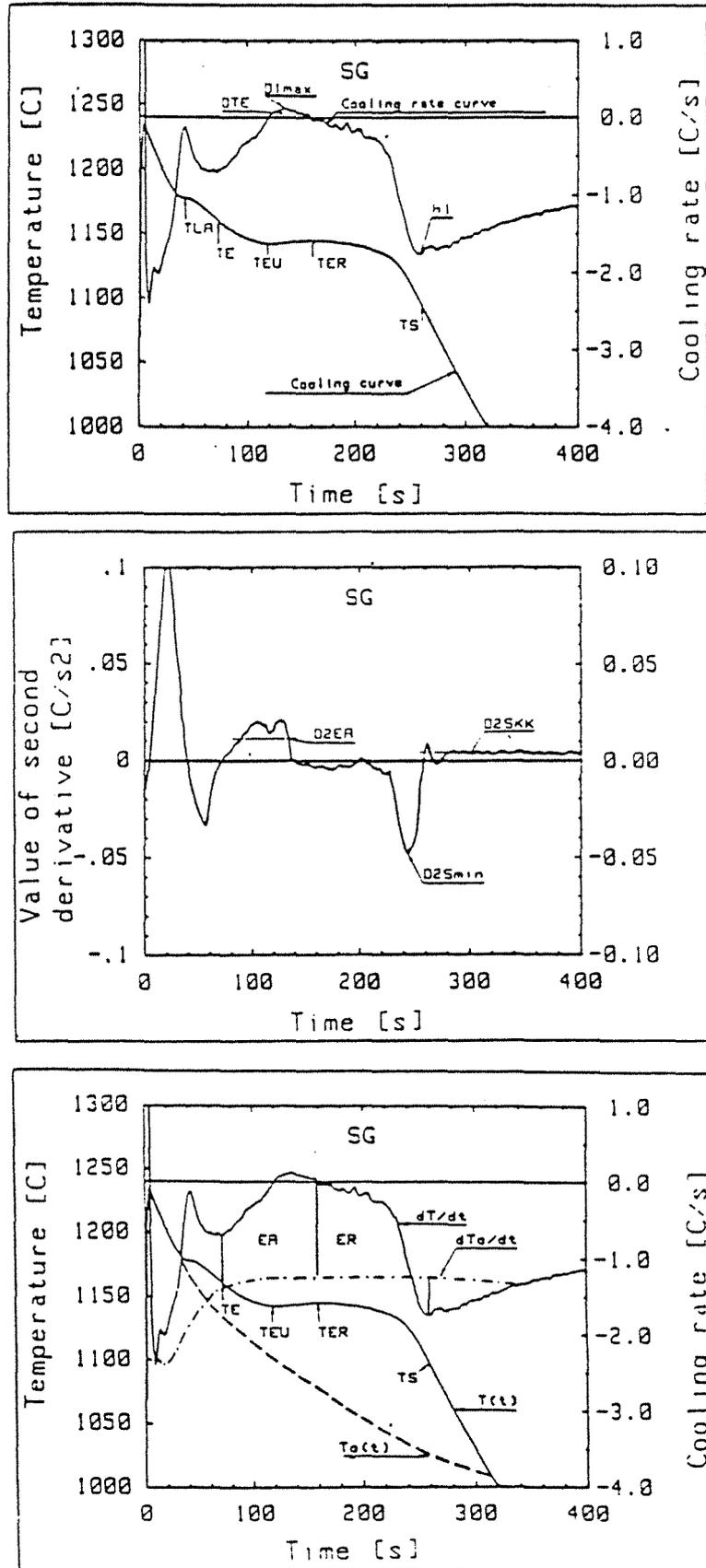


Figure A.6 Courbe des refroidissement, sa vitesse de refroidissement et sa deuxième dérivée : définition des paramètres caractéristiques (d'après Sivula et al. [24,32]).

## ANNEXE B

### RELATION ENTRE LA DENSITE VOLUMIQUE ET LA DENSITE SURFACIQUE DES NODULES

La relation :

$$N_V = \sqrt{\frac{\pi}{6g^g}} (\alpha N_A)^{3/2} \quad \text{B.1}$$

proposée par Owadano [35] peut être obtenue en considérant que la valeur du rayon moyen  $\bar{R}_A$  des cercles induits observés en coupe métallographique est  $\Omega$  fois la valeur moyenne du rayon des nodules  $\bar{R}_V$  (dans le de sphères de taille uniforme,  $\Omega$  vaut  $\pi/4$ , soit 0,785 [95])

$$\bar{R}_A = \Omega \bar{R}_V \quad \text{B.2}$$

En outre, on considère l'égalité entre la fraction de graphite en surface et la fraction de graphite en volume ; elles s'expriment respectivement :

$$g^g = \pi \bar{R}_A^2 N_A \quad ; \quad g^g = \frac{4}{3} \pi \bar{R}_V^3 N_V \quad \text{B.3}$$

En combinant les équations B.2 et B.3, il vient :

$$N_V = \sqrt{\frac{\pi}{6g^g}} \left(\frac{3}{2} \Omega^2 N_A\right)^{3/2} \quad \text{B.4}$$

d'après les équations B.1 et B.4 on obtient :  $\alpha = \left(\frac{3}{2} \Omega^2\right)$ . Pour une distribution de taille de nodules normale,  $\alpha$  peut varier entre 1 et 1,4 [35], et donc  $\Omega$  varie entre 0,816 et 0,966, valeurs plus importantes que celle qui correspond au cas des sphères de taille uniforme. Pour une valeur de  $\alpha = 1,2$  et  $g^g = 0,1$ , l'équation dévient :

$$N_V = 3 N_A^{1,5} \quad \text{B.5}$$

# ANNEXE C

## BILAN DE SOLUTE ENTRE LA COQUILLE D'AUSTENITE ET LE NODULE DE GRAPHITE

Pour la cinétique de croissance du nodule de graphite , le modèle de Wetterfall s'écrit :

$$\frac{dR^g}{dt} = D_c^{\gamma} \frac{R^{\gamma}}{R^g (R^{\gamma} - R^g)} \frac{(C_c^{\gamma/l} - C_c^{\gamma/g})}{(C_c^g - C_c^{\gamma/g})} \quad \text{C.1}$$

et le modèle de croissance d'Owadano pour la coquille d'austénite s'exprime:

$$\frac{dR^{\gamma}}{dt} = D_c^{\gamma} \frac{R^g}{R^{\gamma} (R^{\gamma} - R^g)} \frac{(C_c^{\gamma/l} - C_c^{\gamma/g})}{(C_c^{l/\gamma} - C_c^{\gamma/l})} \quad \text{C.2}$$

d'après ces équations on obtient :

$$(R^g)^2 \frac{dR^g}{dt} (C_c^g - C_c^{\gamma/g}) = (R^{\gamma})^2 \frac{dR^{\gamma}}{dt} (C_c^{l/\gamma} - C_c^{\gamma/l}) \quad \text{C.3}$$

Cette équation exprime l'égalité entre le flux de carbone servant à la croissance du nodule de graphite et le flux de carbone extrait du liquide par la croissance de l'austénite, de ce fait on vérifie que les équations C.1 et C.2 respectent le bilan en carbone à l'échelle de la cellule eutectique lorsque l'on suppose que le liquide a toujours une composition homogène égale à :

$$C_c^l = C_c^{l/\gamma} \quad \text{C.4}$$

Avec les valeurs des concentrations aux interfaces austénite-graphite et métal liquide-austénite données dans l'annexe J on trouve:

$$(R^g)^2 \frac{dR^g}{dt} = 0,0708 (R^{\gamma})^2 \frac{dR^{\gamma}}{dt} \quad \text{C.5}$$

Par intégration de cette on obtient :

$$\frac{(R^g)^3 - (R^{g^{\circ}})^3}{(R^{\gamma})^3 - (R^{\gamma^{\circ}})^3} = 0,0708 \quad \text{C.6}$$

où :  $R^{\gamma^{\circ}}$  représente le rayon de coquille d'austénite au temps  $t = 0$ ,  $R^{g^{\circ}}$  représente le rayon du nodule

au temps  $t = 0$ . En prenant  $R^{g^{\circ}} = 0$  et  $R^{\gamma^{\circ}} = 0$ , on a finalement :  $\frac{R^{\gamma}}{R^g} = 2,42$

# ANNEXE D

## RESULTATS EXPERIMENTAUX

Tableau D.1a Paramètres structuraux déterminés sur les fontes G.S. coulées avec traitement d'inoculation. ( 1 : cylindre Ø62, 2 : cylindre Ø32, 3 : cylindres Ø16, 4 : cylindre Ø 9)

| Pièce | %g <sup>g</sup> | %Fe <sub>3</sub> C | N <sub>A</sub><br>mm <sup>2</sup> | N <sub>A</sub> <sup>*</sup><br>mm <sup>2</sup> | N <sub>V</sub><br>mm <sup>3</sup> | N <sub>V</sub> <sup>*</sup><br>mm <sup>3</sup> | f    | f <sup>*</sup> | remarques |
|-------|-----------------|--------------------|-----------------------------------|--|-----------------------------------|--|------|----------------|-----------|
| 2A1   | 9,8             |                    | 224                               | 175  | 15775                             | 7959   | 0,97 | 0,83           |           |
| 2A2   | 12,25           |                    | 256                               | 186  | 19904                             | 8185   | 1,14 | 0,90           |           |
| 2A3   | 11,23           |                    | 474                               | 363  | 41619                             | 20750  | 1,08 | 0,89           |           |
| 2A4   | 6,89            | 21,14              | 498                               | 362  | 47938                             | 27447  | 1,04 | 0,90           |           |
| 2B1   | 12,51           |                    | 484                               | 438  | 35580                             | 29830  | 1,09 | 0,83           |           |
| 2B2   | 10,30           |                    | 483                               | 428  | 37889                             | 30064  | 1,04 | 0,84           |           |
| 2B3   | 8,46            |                    | 999                               | 999  | 120779                            | 120779   | 1,21 | 0,92           |           |
| 2B4   | 9,99            |                    | 1302                              | 1302   | 149529                            | 149529   | 1,14 | 0,96           |           |
| 3A1   | 10,04           |                    | 451                               | 410  | 33253                             | 28131  | 0,99 | 0,83           |           |
| 3A2   | 11,76           |                    | 549                               | 453  | 49981                             | 32802  | 1,03 | 0,80           |           |
| 3A3   | 10,12           |                    | 938                               | 938  | 97124                             | 97124  | 1,15 | 0,93           |           |
| 3A4   | 10,47           |                    | 1471                              | 1214   | 208438                            | 135803   | 1,13 | 0,96           |           |
| 3B1   | 9,96            |                    | 358                               | 332  | 23498                             | 19444  | 0,88 | 0,79           |           |
| 3B2   | 11,18           |                    | 477                               | 421  | 35963                             | 26315  | 0,98 | 0,84           |           |
| 3B3   | 9,74            |                    | 833                               | 833  | 84166                             | 84166  | 1,09 | 0,90           |           |
| 3B4   | 9,36            |                    | 1381                              | 1090   | 209370                            | 123699   | 1,13 | 0,93           |           |
| 4A1   | 11,6            |                    | 326                               | 222  | 28193                             | 10726  | 1,03 | 0,76           |           |
| 4A2   | 11,6            |                    | 368                               | 236  | 37903                             | 11903  | 1,15 | 0,86           |           |
| 4A3   | 9,97            |                    | 519                               | 402  | 46443                             | 26558  | 1,08 | 0,91           |           |
| 4A4   | 9,3             | 7,93               | 790                               | 525  | 129288                            | 42198  | 1,19 | 0,97           |           |
| 4B1   | 12,8            |                    | 372                               | 225  | 30636                             | 10191  | 1,14 | 0,87           |           |
| 4B2   | 11,33           |                    | 410                               | 308  | 38026                             | 17647  | 1,08 | 0,84           |           |
| 4B3   | 9,74            |                    | 630                               | 610  | 54343                             | 49911  | 1,07 | 0,92           |           |
| 4B4   | 9,38            | 6,58               | 935                               | 780  | 120064                            | 72194  | 1,05 | 0,95           |           |
| 7A1   | 10,91           |                    | 369                               | 309  | 26345                             | 18231  | 0,94 | 0,76           |           |
| 7A2   | 11,5            |                    | 483                               | 329  | 49203                             | 20068  | 1,00 | 0,75           |           |
| 7A3   | 9,44            |                    | 761                               | 613  | 74976                             | 51425  | 1,05 | 0,87           |           |
| 7A4   | 8,96            | 5,35               | 1131                              | 955  | 152798                            | 100410   | 1,02 | 0,91           |           |
| 7B1   | 11,35           |                    | 383                               | 352  | 25986                             | 21228  | 0,93 | 0,78           |           |
| 7B2   | 11,09           |                    | 427                               | 358  | 37214                             | 23346  | 0,93 | 0,76           |           |
| 7B3   | 9,65            |                    | 806                               | 658  | 76838                             | 56328  | 1,02 | 0,87           |           |
| 7B4   | 10,52           |                    | 1228                              | 1037   | 168027                            | 108842   | 1,01 | 0,89           |           |

Tableau D.1b Paramètres structuraux déterminés sur les fontes G.S. coulées sans traitement d'inoculation. ( 1 : cylindre Ø62, 2 : cylindre Ø32, 3 : cylindres Ø16, 4 : cylindre Ø 9 )

| Pièce | %g <sub>g</sub> | %Fe <sub>3</sub> C | N <sub>A</sub><br>mm <sup>-3</sup> | N <sub>A</sub> <sup>*</sup><br>mm <sup>-3</sup> | N <sub>V</sub><br>mm <sup>-3</sup> | N <sub>V</sub> <sup>*</sup><br>mm <sup>-3</sup> | f    | f*   | remarques |
|-------|-----------------|--------------------|------------------------------------|---|------------------------------------|---|------|------|-----------|
| 8A1   | 10,67           |                    | 98                                 | 83  | 4397                               | 2778  | 0,97 | 0,71 |           |
| 8A1M  | 10,63           |                    | 83                                 | 69  | 3726                               | 2221  | 0,91 | 0,70 |           |
| 8A1M* | 10,82           |                    | 87                                 | 71  | 3878                               | 2271  | 0,96 | 0,71 |           |
| 8A2   | 9,59            | 3,34               | 111                                | 92  | 5054                               | 3417  | 0,91 | 0,70 |           |
| 8A2M  |                 |                    |                                    |   |                                    |   |      |      |           |
| 8A2E  |                 |                    |                                    |   |                                    |   |      |      |           |
| 8A3   | 4,93            | 21,50              | 259                                | 259   | 36407                              | 36407   | 0,96 | 0,60 |           |
| 8A4   |                 | 58,64              |                                    |   |                                    |   |      |      |           |
| 8B1   | 10,93           |                    | 98                                 | 83  | 4350                               | 2770  | 0,96 | 0,74 |           |
| 8B1M  | 11,19           |                    | 89                                 | 72  | 4187                               | 2374  | 0,92 | 0,65 |           |
| 8B1M* | 10,48           |                    | 87                                 | 73  | 3831                               | 2335  | 0,89 | 0,69 |           |
| 8B2   | 10,04           |                    | 125                                | 101   | 5882                               | 3827  | 0,92 | 0,72 |           |
| 8B2M  |                 |                    |                                    |   |                                    |   |      |      |           |
| 8B2E  |                 |                    |                                    |   |                                    |   |      |      |           |
| 8B3   | 4,98            | 23,62              | 292                                | 292   | 42995                              | 42995   | 0,95 | 0,60 |           |
| 8B4   | 0,69            | 48,70              | 57                                 | 57  | 8052                               | 8052  | 1,04 | 0,82 |           |

Tableau D.2a Valeurs des caractéristiques des courbes de refroidissement des pièces coulées en fontes G.S. avec traitement d'inoculation. ( $\Delta T_{EG} = T_{EG} - T_{\min}$  ;  $\Delta T_r = T_{\max} - T_{\min}$  .<sup>1</sup> Saut de température entre deux scrutation vers la fin de la solidification, entre parenthèse le temps où la défaillance du thermocouple a été détectée.

| Pièce | $T_{EG}$<br>°C | $\Delta T_{EG}$<br>°C | $\Delta T_r$<br>°C | $T_s$<br>°C | $t_e$<br>s | $\Delta t_s$<br>s | $T_M$<br>°C | $-V_l$<br>°C·s <sup>-1</sup> | $-V_s^*$<br>°C·s <sup>-1</sup> | $-V_{fs}$<br>°C·s <sup>-1</sup> | Remarques          |
|-------|----------------|-----------------------|--------------------|-------------|------------|-------------------|-------------|------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|--------------------|
| 2A1   | 1170,1         | 14,4                  | 2,8                | 1074*       | 86,4       | 424,6*            | 1155,4*     | 2,9                          | 0,59*                          | 1,0                             | <sup>1</sup> 400 s |
| 2A2   |                |                       |                    | 1113        | 80,1       | 167,5             | 1153,7      | 2,2                          | 1,06                           | 2,0                             |                    |
| 2A3   |                |                       |                    | 1069        | 24,0       | 47,3              | 1138,3      | 15,4                         | 4,13                           | 5,4                             |                    |
| 2A4   |                |                       |                    | 1078        | 17,0       | 12,4              | 1103,2      | 44,3                         | 16,24                          | 19,6                            |                    |
| 2B1   |                | 9,5                   | 4,0                | 1083*       | 80,0       | 389,8*            | 1160,7*     | 2,6                          | 0,61*                          | 1,0                             | <sup>1</sup> 340 s |
| 2B2   |                |                       |                    | 1128        | 74,9       | 145,8             | 1161,0      | 2,2                          | 1,07                           | 2,6                             |                    |
| 2B3   |                |                       |                    | 1093        | 29,9       | 35,5              | 1142,3      | 26,9                         | 4,44                           | 7,3                             |                    |
| 2B4   |                |                       |                    | 1075        | 21,4       | 9,5               | 1127,2      | 64,6                         | 18,14                          | 25,4                            |                    |
| 3A1   | 1171,5         | 11,9                  | 2,7                | 1097*       | 51,2       | 364,4*            | 1163,6*     | 3,0                          | 0,61*                          | 1,4                             | <sup>1</sup> 355 s |
| 3A2   |                |                       |                    | 1130        | 54,5       | 124,3             | 1161,6      | 2,0                          | 1,12                           | 2,8                             |                    |
| 3A3   |                |                       |                    | 1098        | 23,2       | 32,5              | 1136,7      | 19,6                         | 5,15                           | 7,7                             |                    |
| 3A4   |                |                       |                    | 1073,3      | 19,7       | 11,1              | 1114,6      |                              | 18,76                          | 22,3                            |                    |
| 3B1   |                | 5,9                   | 4,0                | 1074,1*     | 31,4       | 346,6*            | 1169,0*     | 3,4                          | 0,62*                          | 0,9*                            | <sup>1</sup> 270 s |
| 3B2   |                |                       |                    | 1121,4      | 27,6       | 110,8             | 1161,6      | 2,5                          | 1,22                           | 2,5                             |                    |
| 3B3   |                |                       |                    | 1110,7      | 9,6        | 28,1              | 1155,0      | 16,6                         | 5,58                           | 7,9                             |                    |
| 3B4   |                |                       |                    | 1061,2      | 6,5        | 10,3              | 1124,3      | 69,6                         | 19,06                          | 22,7                            |                    |
| 4A1   | 1175,1         | 18,3                  | 3,3                | 1111,1      | 73,3       | 402,3             | 1156,2      | 2,4                          | 0,59                           | 1,7                             |                    |
| 4A2   |                |                       |                    | 1117,1      | 68,1       | 161,8             | 1151,6      | 1,9                          | 1,02                           | 1,9                             |                    |
| 4A3   |                |                       |                    | 1072,3      | 29,5       | 44,5              | 1145,7      | 16,5                         | 4,51                           | 6,1                             |                    |
| 4A4   |                |                       |                    | 1036,3      | 22,6       | 13,8              | 1100,9      | 54,2                         | 17,20                          | 21,1                            |                    |
| 4B1   |                | 18,2                  | 3,3                | 1111,1      | 47,3       | 365,7             | 1156,8      | 3,5                          | 0,62                           | 2,0                             |                    |
| 4B2   |                |                       |                    | 1122,5      | 44,5       | 134,2             | 1158,8      | 2,6                          | 1,16                           | 2,6                             |                    |
| 4B3   |                |                       |                    | 1083,4      | 22,1       | 35,9              | 1139,8      | 21,3                         | 5,18                           | 6,9                             |                    |
| 4B4   |                |                       |                    | 1040,7      | 19,0       | 12                | 1108,6      | 51,4                         | 18,58                          | 23,8                            |                    |
| 7A1   | 1171,2         | 13,2                  | 3,9                | 1121,4      | 57         | 389,0             | 1158,7      | 3,2                          | 0,59                           | 2,3                             |                    |
| 7A2   |                | 19,1                  | 1,9                | 1120,1      | 55         | 155,4             | 1152,1      | 1,9                          | 1,07                           | 2,2                             |                    |
| 7A3   |                | 27,0                  | 3,9                | 1099,4      | 21,3       | 35,1              | 1144,2      | 10,0                         | 4,79                           | 7,1                             |                    |
| 7A4   |                | 60,9                  | 0,0                | 1057,7      | 16,1       | 9,6               | 1110,3      | 96,3                         | 19,72                          | 25,8                            |                    |
| 7B1   |                | 13,2                  | 3,3                | 1118,8      | 57,0       | 379,0             | 1158,7      | 2,8                          | 0,60                           | 2,3                             |                    |
| 7B2   |                | 16,5                  | 1,3                | 1119,5      | 55,0       | 154,8             | 1154,0      | 2,3                          | 1,08                           | 2,3                             |                    |
| 7B3   |                | 15,9                  | 0,0                | 1082,0      | 22,1       | 36,9              | 1147,5      | 7,9                          | 5,27                           | 8,1                             |                    |
| 7B4   |                | 55,0                  | 1,9                | 1047,5      | 16,3       | 11,1              | 1118,1      | 54,3                         | 19,04                          | 23,1                            |                    |

Tableau D.2b Valeurs des caractéristiques des courbes de refroidissement des pièces coulées en fonte G.S. sans traitement d'inoculation. ( $\Delta T_{EG} = T_{EG} - T_{min}$  ;  $\Delta T_r = T_{max} - T_{min}$  .<sup>2</sup> Saut de température entre deux scrutations ( plus de 30 °C dans le cas de Ø32 mm)

| Pièce | $T_{EG}$<br>°C | $\Delta T_{EG}$<br>°C | $\Delta T_r$<br>°C | $T_s$<br>°C | $t_e$<br>s | $\Delta t_s$<br>s | $T_M$<br>°C | $-V_l$<br>°C·s <sup>-1</sup> | $-V_s^*$<br>°C·s <sup>-1</sup> | $-V_{fs}$<br>°C·s <sup>-1</sup> | Remarques |
|-------|----------------|-----------------------|--------------------|-------------|------------|-------------------|-------------|------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|-----------|
| 8A1   | 1174,6         | 26,3                  | 02,0               | 1088,0      | 45,0       | 389,6             | 1149,7      | 2,3                          | 0,65                           | 1,3                             |           |
| 8A1M  |                | 31,6                  | 2                  | 1061,1      |            | 173,9             |             |                              |                                |                                 |           |
| 8A2   |                | 44,7                  | 10,5               | 1075,1      |            |                   | 1139,7      | 2,4                          | 1,20                           | 1,7                             |           |
| 8A2M  |                | 53,8                  | 7,8                | 1051,5      |            |                   |             |                              |                                |                                 | 2         |
| 8A2E  |                | 93,9                  | 5,2                | 1020,5      |            |                   |             |                              |                                |                                 | 2         |
| 8A3   |                | 72,0                  | 0                  | *1022,8     |            |                   | 1098,7      | 20,8                         | 5,01                           | 5,2                             |           |
| 8A4   |                | 81,1                  | 0,7                | 1032,9      | 11,7       | 12,3              | 1094,1      | 72,5                         | 15,45                          | 16,2                            |           |
| 8B1   | 1174,6         | 24,9                  | 1,4                | 1083,4      | 37         | 388,9             | 1150,4      | 3,3                          | 0,66                           | 1,3                             |           |
| 8B1M  |                | 69,2                  | 28,7               | 1063,6      |            |                   |             |                              |                                |                                 |           |
| 8B2   |                | 45,2                  | 10,5               | 1070,8      | 32         | 171,7             | 1139,2      | 3,1                          | 1,20                           | 1,7                             | 2         |
| 8B2M  |                | 55,0                  | 7,2                | 1046,5      |            |                   |             |                              |                                | 2                               |           |
| 8B2E  |                | 101,4                 | 7,7                | 1009,9      |            |                   |             |                              |                                |                                 |           |
| 8B3   |                | 70,6                  | 0                  | 1056,0      | 12,9       | 42,0              | 1103,4      | 21,3                         | 5,05                           | 5,6                             |           |
| 8B4   |                | 87,4                  | 0,7                | 1028,6      | 9,6        | 12,0              | 1087,9      | 52,0                         | 16,19                          | 17,7                            |           |

Tableau D.2c Valeurs caractéristiques des courbes de refroidissement des pièces coulées en fonte G.L..<sup>1</sup> Saut de température entre deux scrutation vers la fin de la solidification, et entre parenthèses le temps où la défaillance du thermocouple est détectée.

| Pièce | $T_{EG}$<br>°C | $\Delta T_{EG}$<br>°C | $\Delta T_r$<br>°C | $T_s$<br>°C | $t_e$<br>s | $\Delta t_s$<br>s | $T_M$<br>°C | $-V_s^*$<br>°C·s <sup>-1</sup> | $-V_{fs}$<br>°C·s <sup>-1</sup> | Remarques             |
|-------|----------------|-----------------------|--------------------|-------------|------------|-------------------|-------------|--------------------------------|---------------------------------|-----------------------|
| 6A1   | 1175,0         | 7,2                   | 1,3                | 1075,5      | 160,0      | 315,6             | 1169,1      | 0,62                           | 0,9                             | <sup>1</sup> (325 s)  |
| 6A2   |                | 12,5                  | 3,3                | 1136,3      | 56,0       | 116,0             | 1165,2      | 1,19                           | 3,9                             |                       |
| 6A3   |                | 22,3                  | 2,7                | 1104,5      | 24,2       | 34,2              | 1154,7      | 5,32                           | 9,6                             |                       |
| 6A4   |                | 33,4                  | 5,2                | 802,7       | 17,9       | 9,8               | 1146,2      | 18,71                          | 26,1                            | <sup>1</sup> (26,6 s) |
| 6B1   |                | 9,2                   | 0,0                | 1071,6      | 141,0      | 305,0             | 1148,0      | 0,68                           | 1,0                             | <sup>1</sup> ( 268 s) |
| 6B2   |                | 13,8                  | 2,0                | 1130,4      | 52,0       | 113,9             | 1163,2      | 1,20                           | 3,9                             |                       |
| 6B3   |                | 13,8                  | 2,6                | 1114,1      | 26,2       | 30,8              | 1163,2      | 5,19                           | 8,6                             |                       |
| 6B4   |                | 32,9                  | 5,3                | 1103,1      | 20,3       | 9,1               | 1147,4      | 18,7                           | 34,6                            |                       |

Tableau D.3a : valeurs des caractéristiques des courbes de refroidissement qui concernent à la transition gris-blanc, dans le cas des fontes G.S. inoculées. La valeur de  $\Delta T_{EM}$  correspond à la différence ( $T_{EM} - T_s$ ),  $\% \Delta T_{EM}$  représente le rapport  $100 \cdot (t_s - t_{EM}) / \Delta T_s$ .

| Pièce | $T_{EM}$ | $\Delta T_{EM}$<br>(°C) | $t_s - t_{EM}$<br>(s) | $\% \Delta t_{EM}$<br>(s) |
|-------|----------|-------------------------|-----------------------|---------------------------|
| 2A1   | 1124,9   | 50,9                    | 69,0                  | 16,3                      |
| 2A2   |          | 11,9                    | 5,6                   | 3,3                       |
| 2A3   |          | 55,9                    | 13,9                  | 29,4                      |
| 2A4   |          | 46,9                    | 10,9                  | 87,9                      |
| 2B1   |          | 41,9                    | 55,8                  | 14,3                      |
| 2B2   |          | -3,1                    | -0,7                  | -0,5                      |
| 2B3   |          | 31,9                    | 6,1                   | 17,2                      |
| 2B4   |          | 49,9                    | 3,8                   | 40,0                      |
| 3A1   | 1123,0   | 26                      | 22,6                  | 6,2                       |
| 3A2   |          | -7                      | -1,2                  | -1,0                      |
| 3A3   |          | 25                      | 4,9                   | 15,1                      |
| 3A4   |          | 49,7                    | 8,6                   | 77,5                      |
| 3B1   |          | 48,9                    | 765                   | 18,8                      |
| 3B2   |          | 1,6                     | 1,4                   | 1,3                       |
| 3B3   |          | 12,3                    | 1,7                   | 6,0                       |
| 3B4   |          | 61,8                    | 4,7                   | 45,6                      |
| 4A1   | 1117,9   | 6,8                     | 3,6                   | 0,9                       |
| 4A2   |          | 0,2                     | 0,1                   | 0,1                       |
| 4A3   |          | 45,6                    | 8,4                   | 18,9                      |
| 4A4   |          | 81,6                    | 11                    | 79,7                      |
| 4B1   |          | 6,8                     | 3                     | 0,8                       |
| 4B2   |          | -4,6                    | -1,3                  | -1,0                      |
| 4B3   |          | 34,5                    | 5,9                   | 16,4                      |
| 7A1   | 1123,5   | 2,1                     | 1                     | 0,3                       |
| 7A2   |          | 3,4                     | 1,4                   | 0,9                       |
| 7A3   |          | 24,1                    | 4,2                   | 12,0                      |
| 7A4   |          | 65,8                    | 8,4                   | 87,5                      |
| 7B1   |          | 4,7                     | 2,0                   | 0,5                       |
| 7B2   |          | 4,0                     | 0,8                   | 0,5                       |
| 7B3   |          | 41,5                    | 6,7                   | 18,2                      |
| 7B4   |          | 76,0                    | 9,7                   | 87,4                      |

Tableau D.3b Valeurs des caractéristiques des courbes de refroidissement qui concernent la transition gris-blanc, dans le cas de fontes G.S. non inoculées. La valeur de  $\Delta T_{EM}$  correspond à la différence ( $T_{EM} - T_s$ ),  $\% \Delta T_{EM}$  représente le rapport  $100 \cdot (t_s - t_{EM}) / \Delta T_s$ .

| Pièce | $T_{EM}$ | $\Delta T_{EM}$<br>°C | $t_s - t_{EM}$<br>s | $\% \Delta t_{EM}$<br>s |
|-------|----------|-----------------------|---------------------|-------------------------|
| 8A1   | 1118,6   | 30,6                  | 27,6                | 7,1                     |
| 8AIM  |          |                       |                     |                         |
| 8A2   |          | 43,5                  | 32,9                |                         |
| 8A2M  |          |                       |                     |                         |
| 8A2E  |          |                       |                     |                         |
| 8A3   |          | 95,8                  | *40,0               | 83,5                    |
| 8A4   |          | 85,7                  | 10,7                | 87,0                    |
| 8B1   |          | 35,2                  | 30,9                | 7,9                     |
| 8B1M  |          |                       |                     |                         |
| 8B2   |          | 47,8                  | 34,7                | 20,2                    |
| 8B2M  |          |                       |                     |                         |
| 8B2E  |          |                       |                     |                         |
| 8B3   |          | 62,6                  | 33,3                | 79,3                    |
| 8B4   |          | 90,0                  | 10,9                | 90,8                    |

Tableau D.3a Valeurs des caractéristiques de courbes de refroidissement qui concernent à la transition gris-blanc, dans le cas des fontes G.L. La valeur de  $\Delta T_{EM}$  correspond à la différence ( $T_{EM} - T_s$ ),  $\% \Delta T_{EM}$  représente le rapport  $100 \cdot (t_s - t_{EM}) / \Delta T_s$ . \* Saut de température entre deux scrutations vers la fin de la solidification.

| Pièce | $T_{EM}$ | $\Delta T_{EM}$<br>°C | $(t_s - t_{EM})$<br>s | $\% \Delta t_{EM}$<br>s |
|-------|----------|-----------------------|-----------------------|-------------------------|
| 6A1   | 1118,0   | *42,5                 | 61,6                  | 19,5                    |
| 6A2   |          | -18,3                 | -5                    |                         |
| 6A3   |          | *13,5                 | 1,9                   | 5,5                     |
| 6A4   |          | *                     | *                     | *                       |
| 6B1   |          | 46,4                  | 67,3                  | 22,1                    |
| 6B2   |          | -12,4                 | -3,1                  |                         |
| 6B3   |          | 3,9                   | 0,5                   | 1,6                     |
| 6B4   |          | 14,9                  | 0,5                   | 5,5                     |

# ANNEXE E

## FACTEUR DE FORME

Le coefficient de forme utilisé dans ce travail est défini par:

$$f = 4\pi \cdot N_A \cdot \frac{S}{(P)^2} \quad \text{E.1}$$

où S représente la surface de toutes les particules, P leur périmètre et  $N_A$  le nombre de particules.

Pour la mesure de surfaces, l'analyseur d'images associe à chaque point-image digitalisé une aire égale à  $a^2 \cdot \sqrt{3}/2$  où "a" est la distance entre points-image [71]. En d'autres termes, l'aire S de l'ensemble des particules est déterminée en fonction du nombre de points images, I, qui constitue les particules :

$$S = I \cdot (a^2 \cdot \sqrt{3}/2) \quad \text{E.2}$$

En ce qui concerne la mesure du périmètre de particules, l'on peut associer à chaque points-image qui se trouve à la frontière des particules une longueur égale à "a". Pour un nombre "K" de points-image aux frontières, l'équation E.1 peut être réécrite en fonction des paramètres utilisés pour l'analyseur d'images :

$$f = 10,82 \cdot N_A \cdot \frac{I}{K^2} \quad \text{E.3}$$

### Effet de la taille des particules sur la valeur de f

Pour vérifier l'effet de I sur la valeur de f on a opéré une série de mesures, à différents grossissements, sur une petite population des cercles étalon, "parfaits et identiques". La valeur de f ainsi mesurée correspond à la valeur du facteur de forme d'une particule  $f_p$ , soit  $f=f_p$ . Il s'est avéré que la valeur de  $f_p$  dépend du grossissement employé pour les mesures, comme l'illustre la figure E.1. Celle-ci représente les valeurs de  $f_p$  mesurées en fonction du nombre de points-image moyen associé à un cercle à chaque grossissement employé. Les valeurs de  $f_p$  sont reportées dans le tableau E.1. Sur la figure E.1 on note que pour des petites valeurs de I la valeur de  $f_p$  diminue fortement quand I augmente, puis  $f_p$  se stabilise pour des valeurs de I plus importantes. Cette dernière valeur de  $f_p$  dépend des considérations faites pour la mesure du périmètre des particules. Dans cette étude le périmètre a été estimé en associant à chaque point-image de la périphérie des particules une distance égale au pas image "a". Dans une étude précédente, pour le calcul du périmètre, Théret a associé aux points périphériques une distance égale à  $a\sqrt{3}/2$  : cet auteur trouve une valeur de  $f_p$  égale à 1,11 pour de grandes particules alors que dans notre cas elle est égale à 0,84. Il est intéressant de noter que la valeur de  $f_p$  diffère de la valeur théorique de  $f_p$  pour un cercle, c'est-à-dire  $f_p = 1$ .

### Effet de la distribution de taille sur la valeur de f

Les valeurs de f mesurées sur une population de nodules de tailles différentes seront biaisées par l'effet de I sur  $f_p$ . Pour corriger cet erreur, on peut rapporter la valeur de  $f_p$  mesurée sur une

particule à la valeur qui correspondrait à la mesure faite sur un cercle "parfait" de la même surface. Dans notre cas, cela implique la détermination des valeurs de  $f_p$  qui correspondent aux cercles parfaits des classes de Saltykov. Ces valeurs de  $f_p$  peuvent être approximativement déterminées à l'aide des valeurs de  $\bar{I}$  de  $\bar{K}$  reportées dans le tableau E.1. En effet, d'après ces valeurs on peut obtenir par interpolation linéaire les équations suivantes :

$$\bar{K}^2 = - 46,6 + 11,78 \bar{I} \quad \text{points-image} < 300 \quad \text{E.4}$$

$$\bar{K}^2 = - 391,31 + 12,93 \bar{I} \quad \text{points-image} > 300 \quad \text{E.5}$$

Tableau E.1 Valeurs du facteur de forme mesurées sur des cercles identiques à différents grossissements. Les valeurs de  $\bar{I}$  et  $\bar{K}$  représentent respectivement, le nombre moyen des points-image par particule et le nombre moyen de points-image à la périphérie des particules. Les mesures faites avec un grossissement de 100x diffèrent à cause du seuil de détection employé pour chaque mesure. <sup>1</sup>Les valeurs estimées ont été obtenues en considérant un hexagone parfait de 7 points-image, qui correspond à la particule la plus petite qui reste après une ouverture image.

| Grossissement           | $\bar{I}$ | $\bar{K}$ | $f_p$ |
|-------------------------|-----------|-----------|-------|
| <sup>1</sup> estimation | 7         | 362       | 2,100 |
| 100x                    | 158       | 1812      | 0,943 |
| 100x                    | 166       | 1911      | 0,940 |
| 250x                    | 1033      | 13024     | 0,858 |
| 508x                    | 1715      | 21724     | 0,854 |
| 637x                    | 4403      | 56567     | 0,842 |
| 1000x                   | 6968      | 89734     | 0,840 |

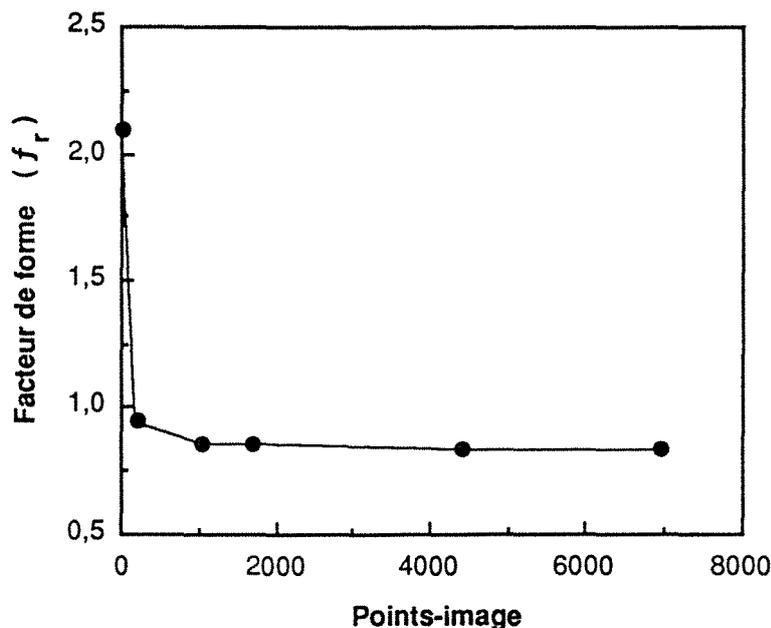


Figure E.1 Valeurs du facteur de forme  $f_r$  mesurées à différents grossissements, sur des cercles parfaits et identiques. Les valeurs de  $f_r$  sont reportées en fonction du nombre de points-image moyen par cercle mesuré à chaque grossissement.

Ces équations permettent d'obtenir les valeurs de  $\bar{K}^2$  en fonction des valeurs de  $\bar{I}$ , lesquelles peuvent être calculées pour chaque cercle moyen des classes de Saltykov à l'aide de

l'équation E.2. Les valeurs de  $\bar{K}$  et  $\bar{I}$  ainsi obtenues et l'équation E.3 permettent le calcul de  $f_p$  pour chaque cercle moyen des classes de Saltykov. La considération de deux équations d'interpolation pour le calcul de  $\bar{K}$  est due au fait que la valeur de  $f_p$  varie fortement dans le cas où les valeurs de  $\bar{I}$  sont inférieures à 166 points-image et qu'elle se stabilise vers 0,84 pour des valeurs de  $\bar{I}$  supérieures à 1033 points-image. L'équation E.4 est obtenue à l'aide des trois premières données du tableau E.1 et l'équation E.5 avec les autres données. La valeur de  $\bar{I} = 300$  employée pour délimiter la plage de validité d'utilisation des équations d'interpolation correspond à l'intersection de ces équations.

Outre le biais précédemment décrit, il existe l'effet de la distribution de taille sur les valeurs  $f$  mesurées. En effet comme on l'a vu au chapitre III, même dans le cas d'une population de cercles parfaits la valeur de  $f$  peut différer de l'unité puisque  $f \neq \bar{f}_p$ . Cette inégalité a été vérifiée à l'aide de quelques-unes des distributions en taille de nodules mesurées dans ce travail. On a calculé la valeur du facteur de forme,  $f_c$ , qui correspondrait à une population de cercles parfaits dont la distribution de taille est égale à celle des nodules. Les valeurs de  $f_c$  qui résultent de ces calculs sont reportées dans le tableau E.2, où on constate que  $f_c$  prend des valeurs plus importantes que l'unité et que sa valeur varie selon l'échantillon considéré pour le calcul.

Sur le tableau E.2 on a également reporté le facteur de forme,  $f_r$ , qui résulte des calculs en considérant des populations de cercles parfaits et faisant la correction qui prend en compte de l'influence de  $I$  sur la valeur de  $f_p$ . Ce facteur de forme correspondrait à la valeur mesurée par l'analyseur sur une population de cercles dont la distribution en taille est semblable à celle des nodules. En comparant, dans le tableau E.2 la valeur de  $f_r$  à celle de  $f_c$  on constate que ces paramètres diffèrent de peu et que la valeur de  $f_c$  est systématiquement supérieure à la valeur de  $f_r$ .

Afin de pallier l'inconvénient qui présente l'effet de la distribution de taille de nodules et l'effet de la résolution de l'analyseur d'images sur la valeur de  $f$ , on a rapporté les valeurs mesurées de  $f$  à ceux de  $f_r$ , soit  $f^* = f/f_r$ . Les valeurs de  $f^*$  ainsi calculées pour les exemples choisis sont présentés dans le tableau E.2.

Les valeurs de  $f^*$  dépendent un peu du grossissement auquel les mesures sont effectuées. Dans le cylindre  $\varnothing 62$  de la pièce 2A la valeur de  $f^*$  déterminée à l'aide des mesures réalisées avec un pas image de  $2,3 \mu\text{m}$  est égale à 0,86 alors que pour les mesures faites avec un pas image de  $1,46 \mu\text{m}$  la valeur de  $f^*$  est à 0,83. La différence entre ces deux valeurs de  $f^*$  est de près de 4% ; la valeur de  $f^*$  la plus importante étant celle mesurée à faibles grossissements.

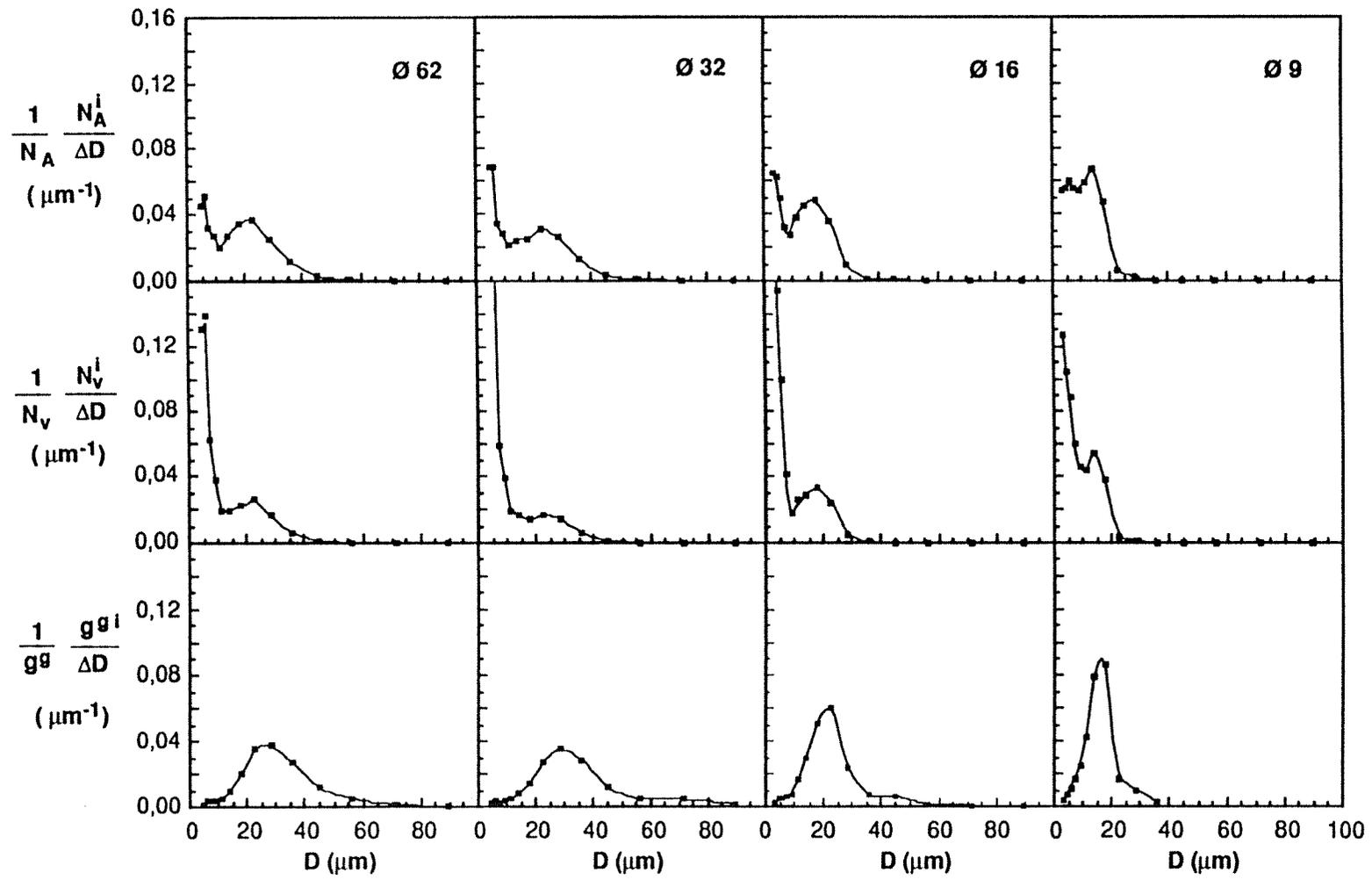
Tableau E.2 Valeurs du facteur de forme mesurées,  $f$ , à l'aide de l'analyseur d'images dans quelques-uns des échantillons (l'ensemble des valeurs de  $f$  sont reportées dans l'annexe C). Les valeurs de  $f_c$  et  $f_r$  ont été obtenues par le calcul en considérant une population de cercles dont la distribution en taille est la même que celle des nodules. A la différence de  $f_c$ , dans le calcul de  $f_r$  on tient compte du biais introduit par l'analyseur d'images.

| pièce | $f$  | $f_c$ | $f_r$ | $f^*$ |
|-------|------|-------|-------|-------|
| 2A1   | 0,97 | 1,30  | 1,17  | 0,83  |
| 2A1   |      |       |       | 0,86  |
| 2A2   | 1,14 | 1,40  | 1,27  | 0,90  |
| 2A3   | 1,08 | 1,29  | 1,21  | 0,89  |
| 2A4   | 1,04 | 1,20  | 1,16  | 0,90  |
| 2B1   | 1,09 | 1,37  | 1,31  | 0,83  |
| 2B2   | 1,04 | 1,29  | 1,24  | 0,84  |
| 2B3   | 1,21 | 1,31  | 1,32  | 0,92  |
| 2B4   | 1,14 | 1,18  | 1,19  | 0,96  |
| 3A1   | 0,99 | 1,25  | 1,19  | 0,83  |
| 3A2   | 1,03 | 1,37  | 1,29  | 0,80  |
| 3A3   | 1,15 | 1,26  | 1,24  | 0,93  |
| 3A3   | 1,13 | 1,26  | 1,18  | 0,96  |

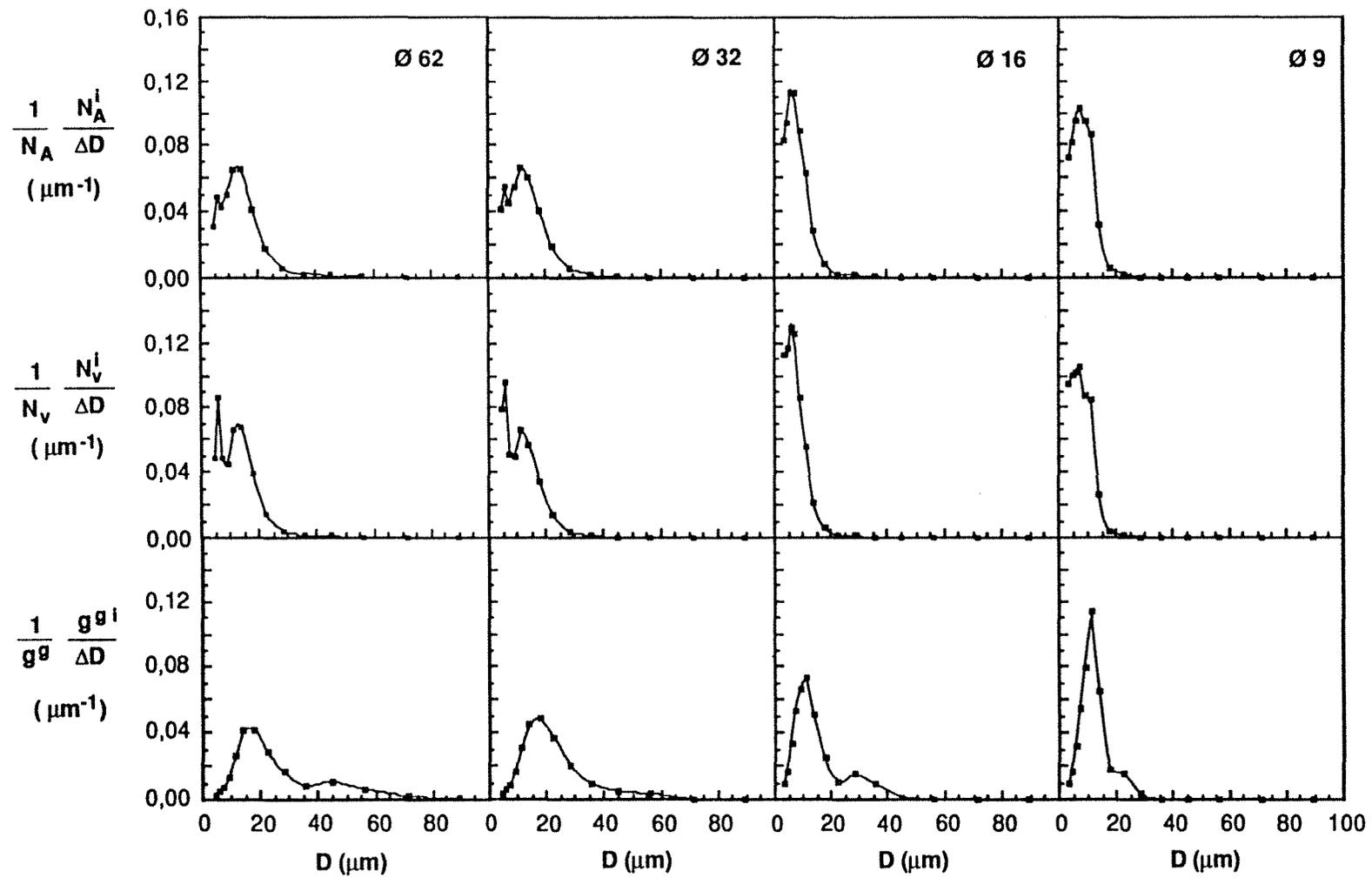
## ANNEXE F

### DISTRIBUTIONS EN TAILLE DES NODULES DE GRAPHITE

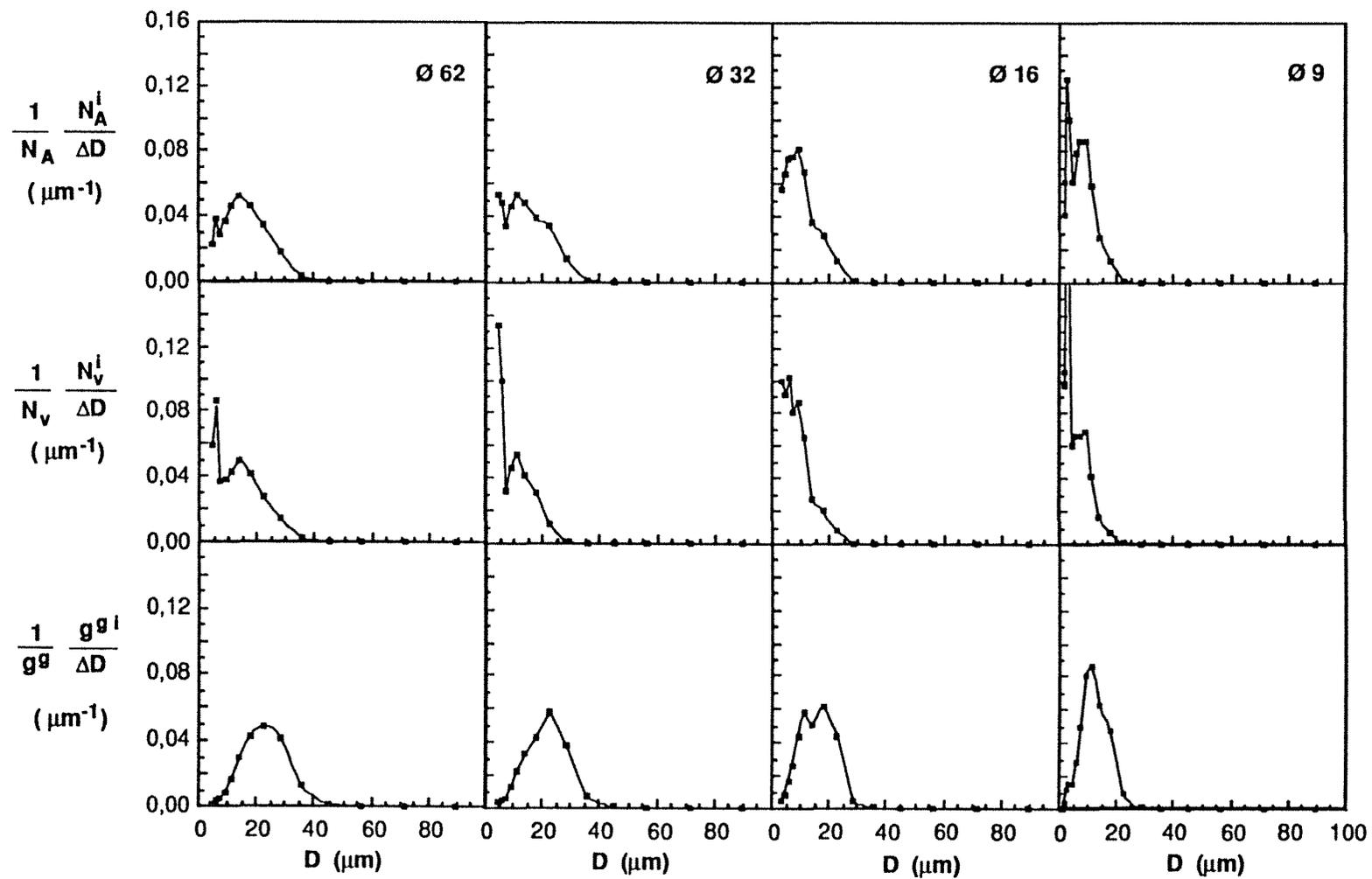
Distributions normalisées de  $N_A$ ,  $N_V$ , et  $g^g$ . Les particules sont rapportées à l'intervalle de diamètres des classes de Saltykov. Les valeurs des paramètres qui correspondent à chaque classe de Saltykov sont notées  $N_A^i$ ,  $N_V^i$ ,  $g^{gi}$ .



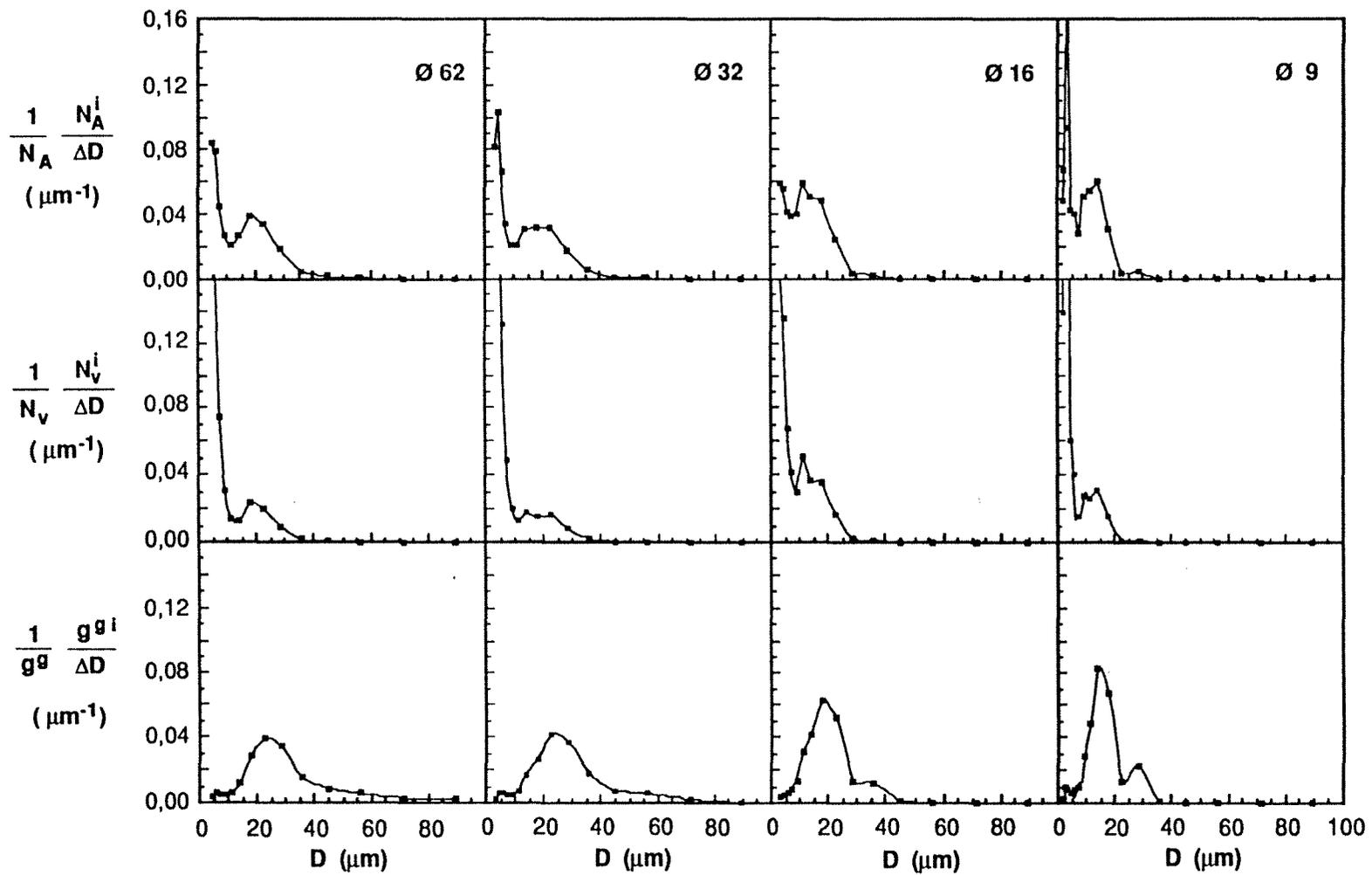
Plèce 2A (Inoculée)



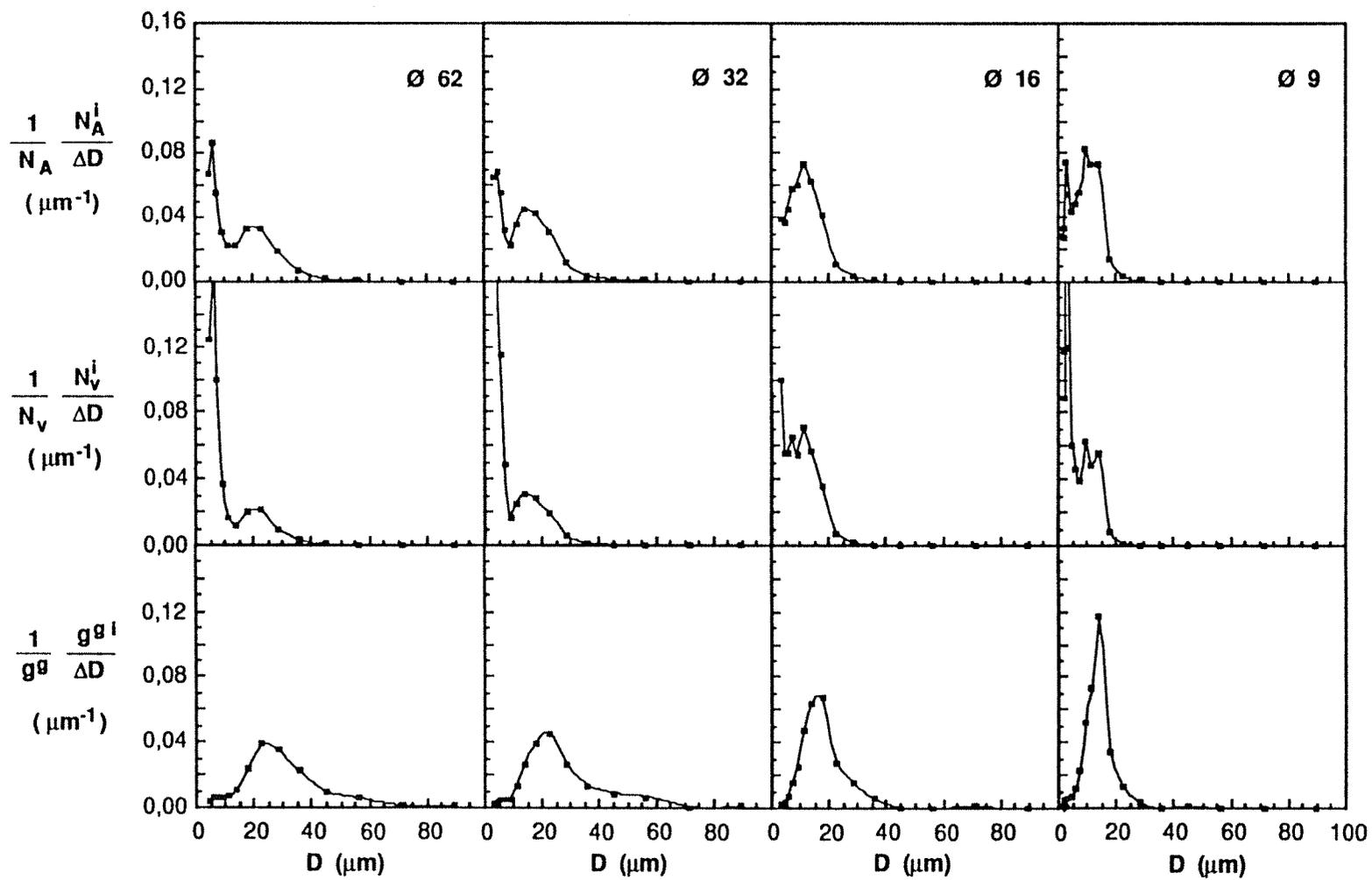
Plèce 2B (Inoculée)



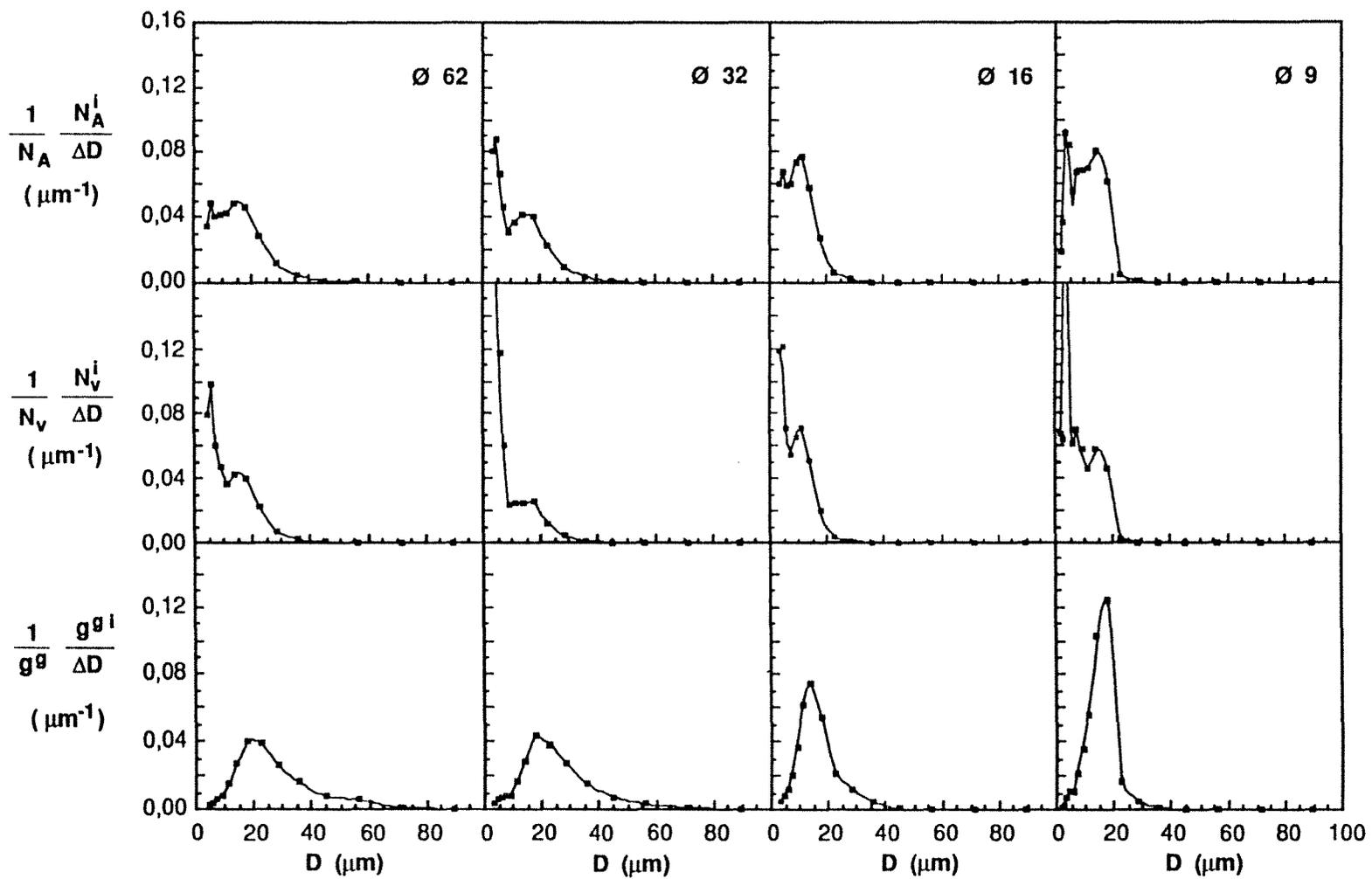
Plèce 3B (Inoculée)



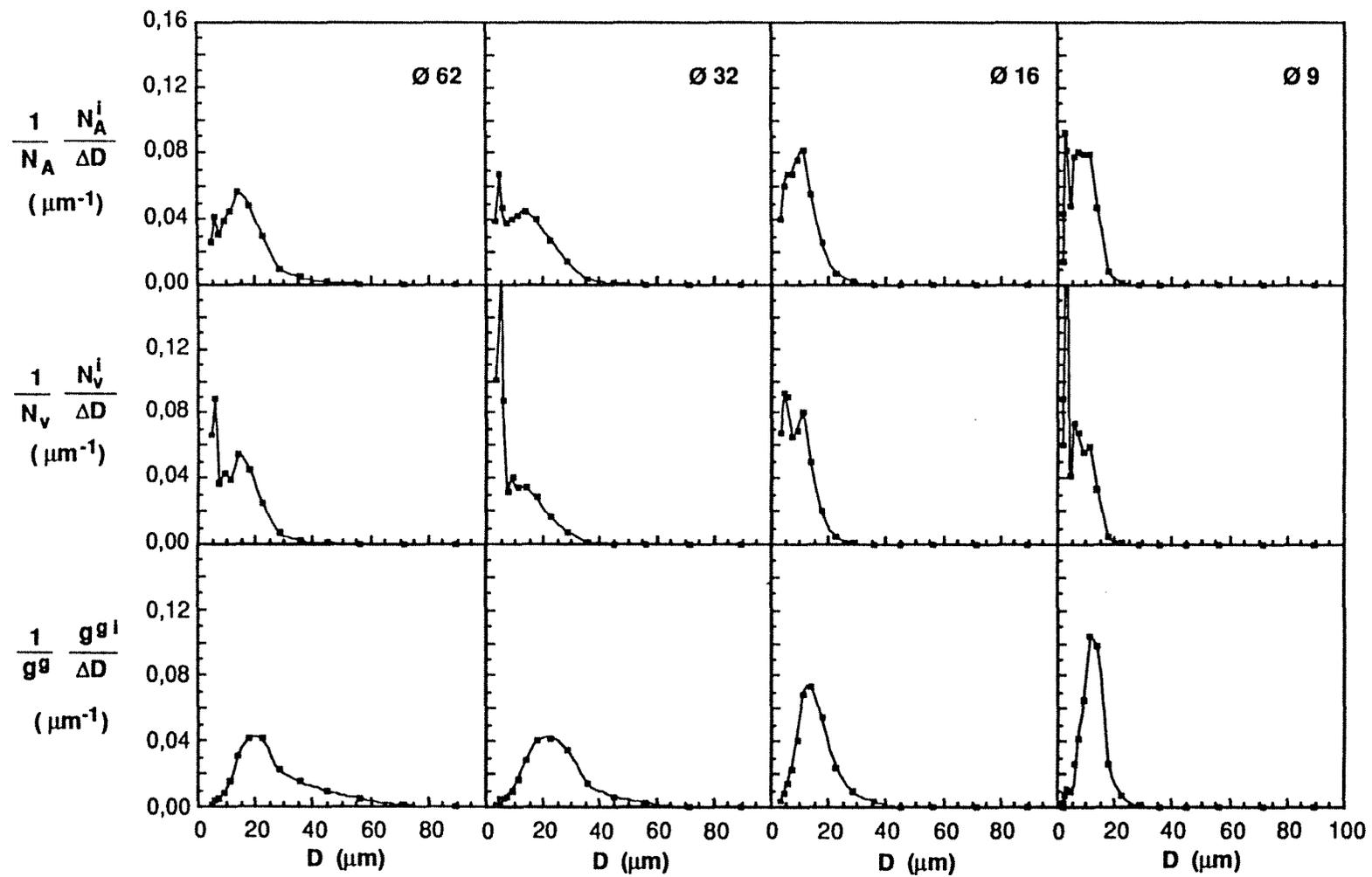
Plèce 4A (Inoculée)



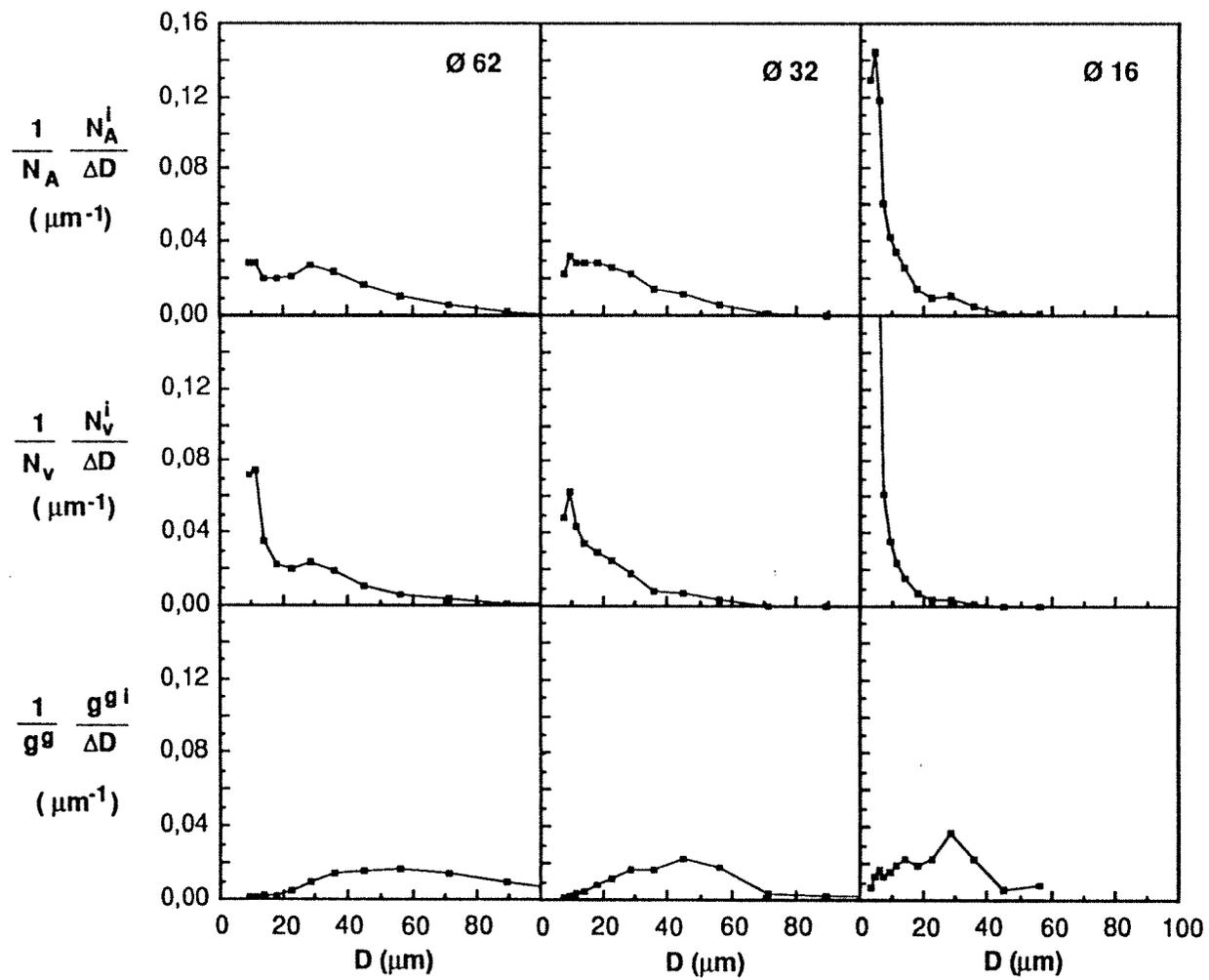
Plèce 4B (Inoculée)



Plèce 7A (Inoculée)



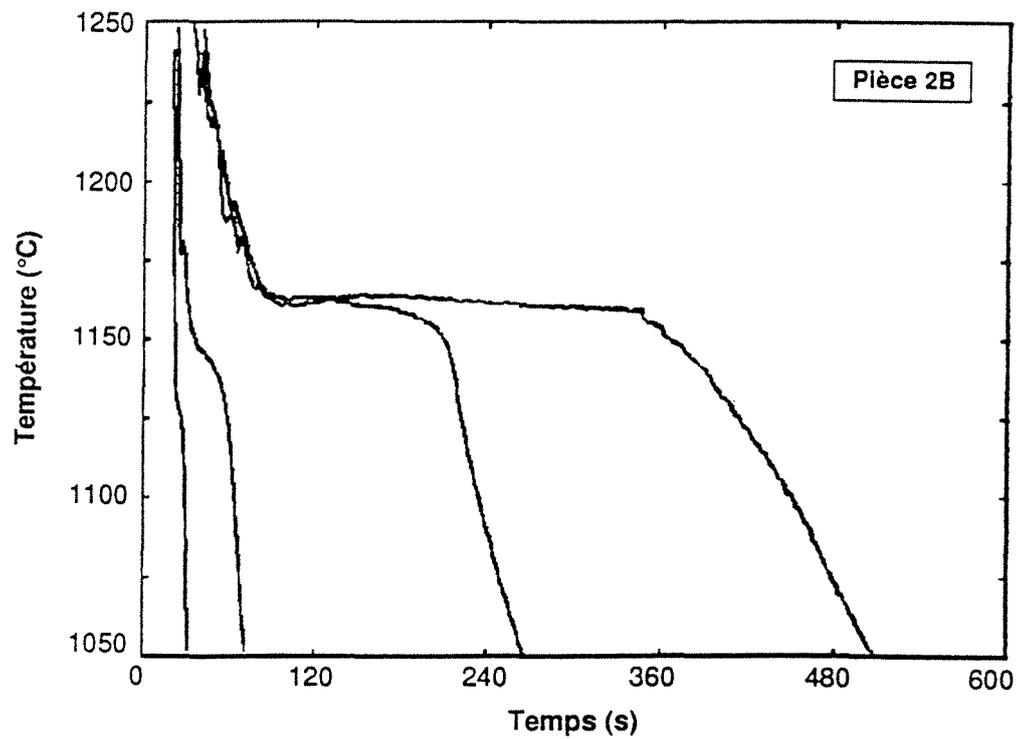
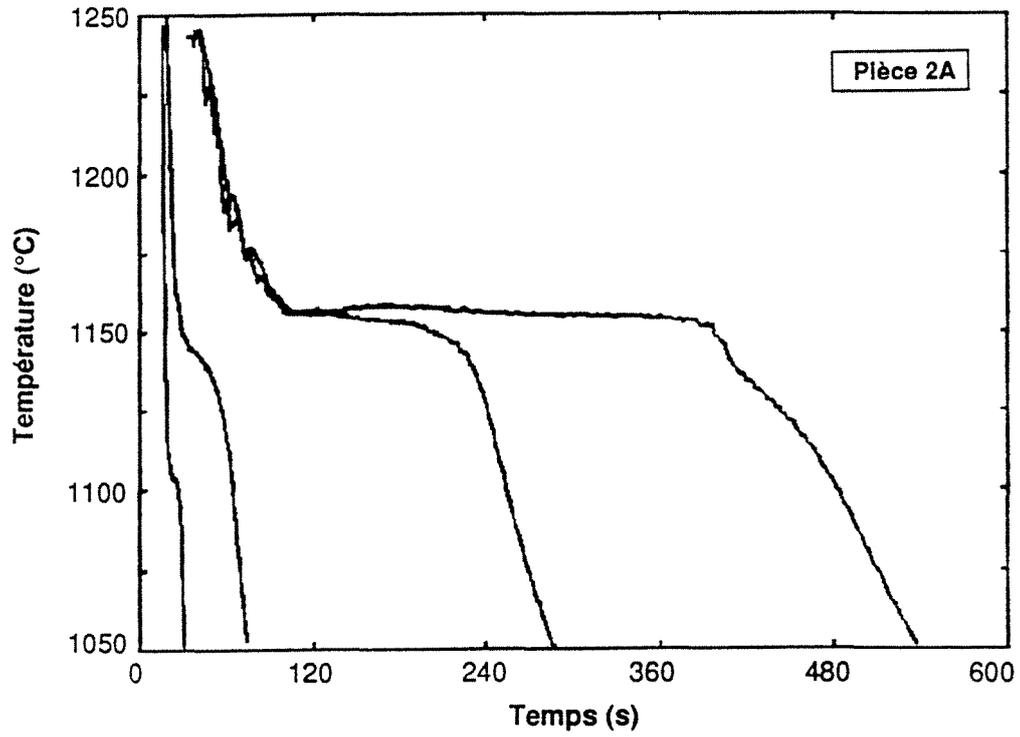
Plèce 7B (Inoculée)

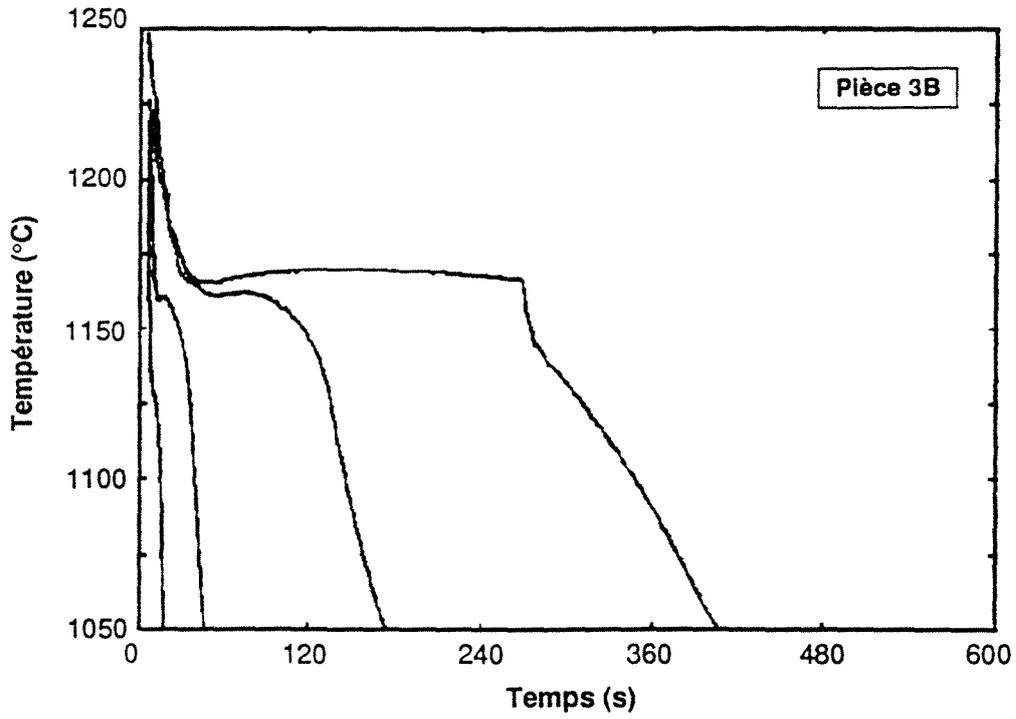
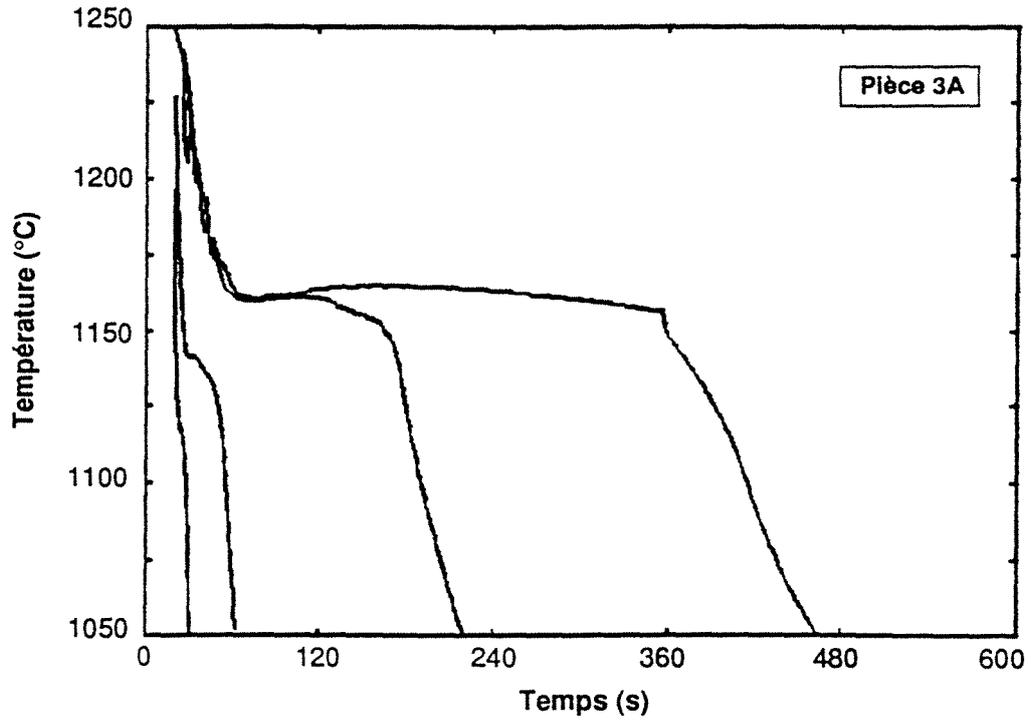


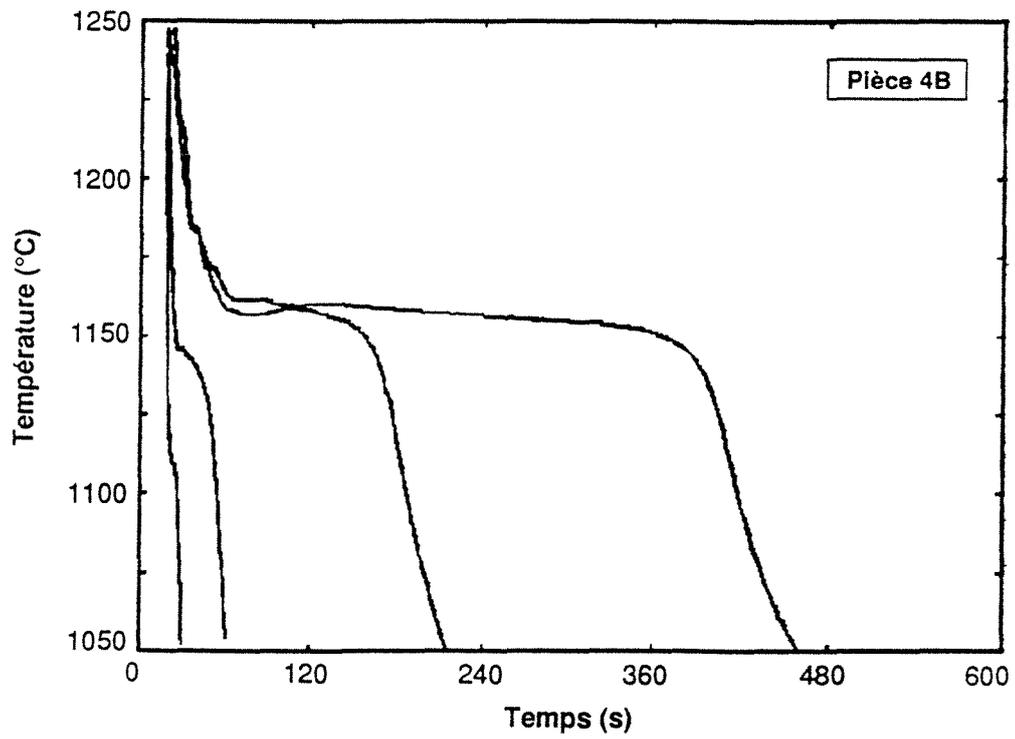
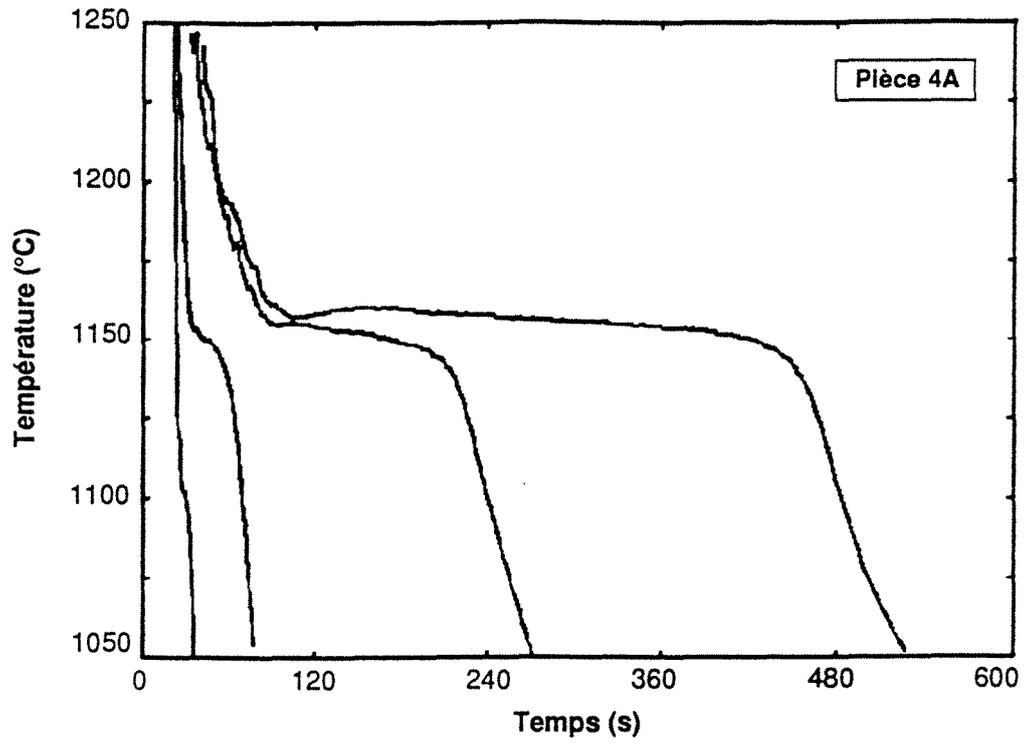
Plèce 8A ( non Inoculée)

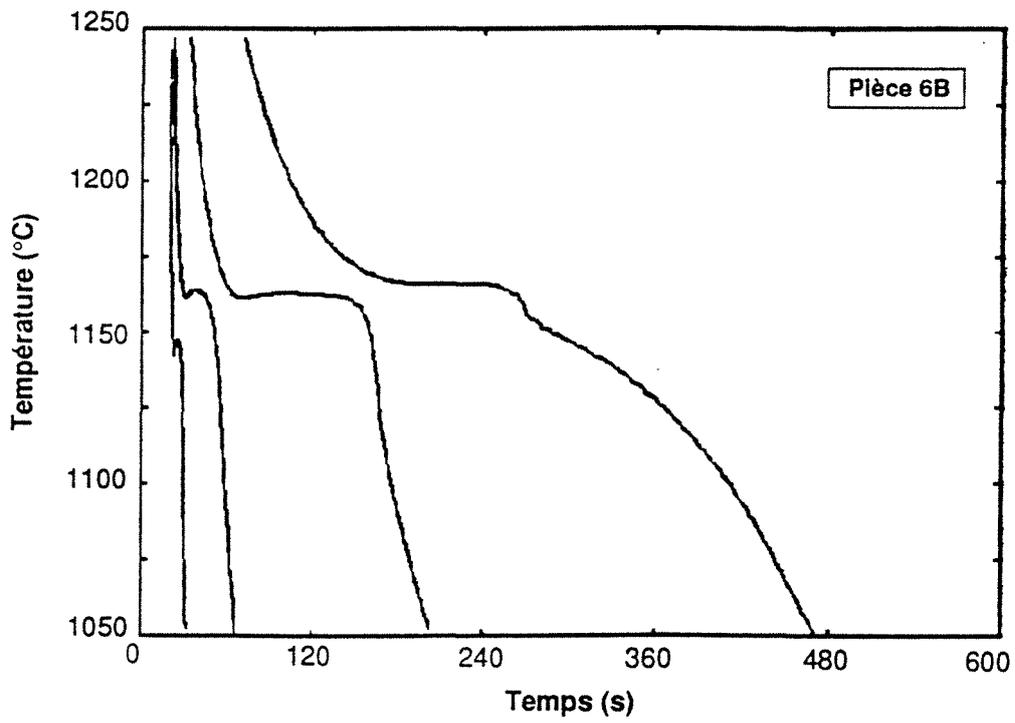
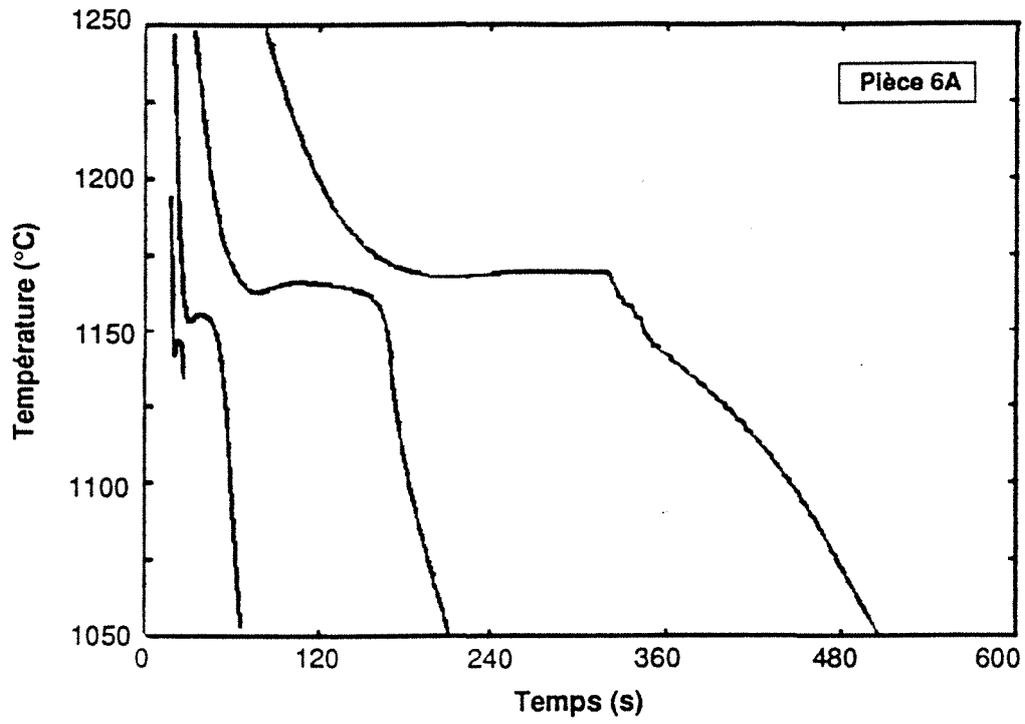
# ANNEXE G

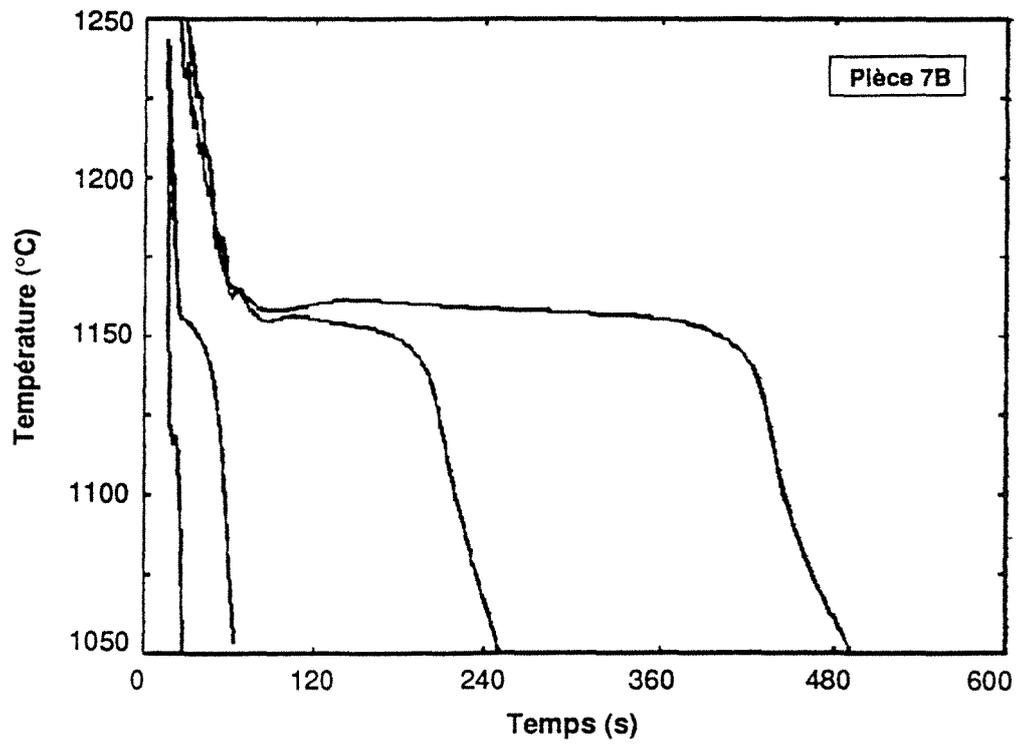
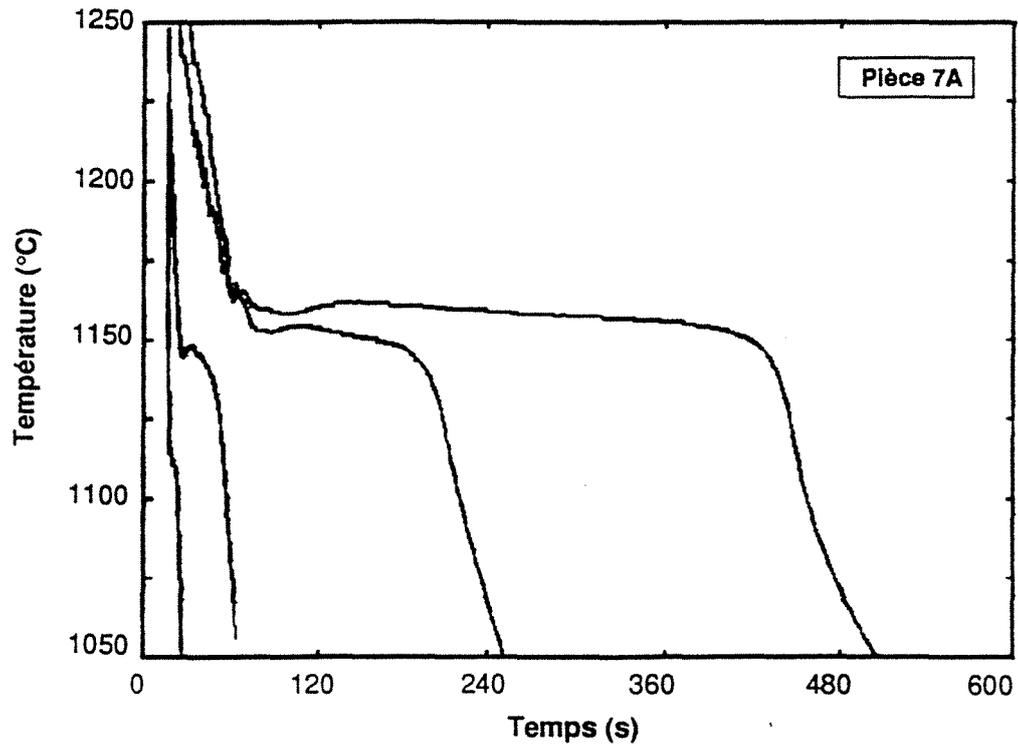
## COURBES DE REFROIDISSEMENT

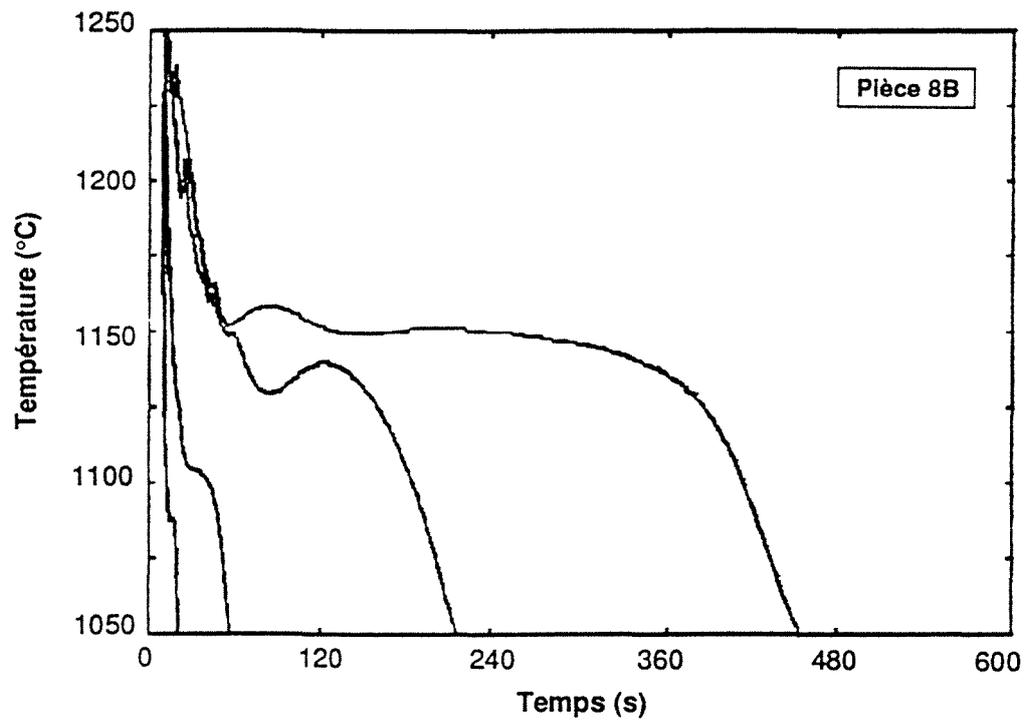
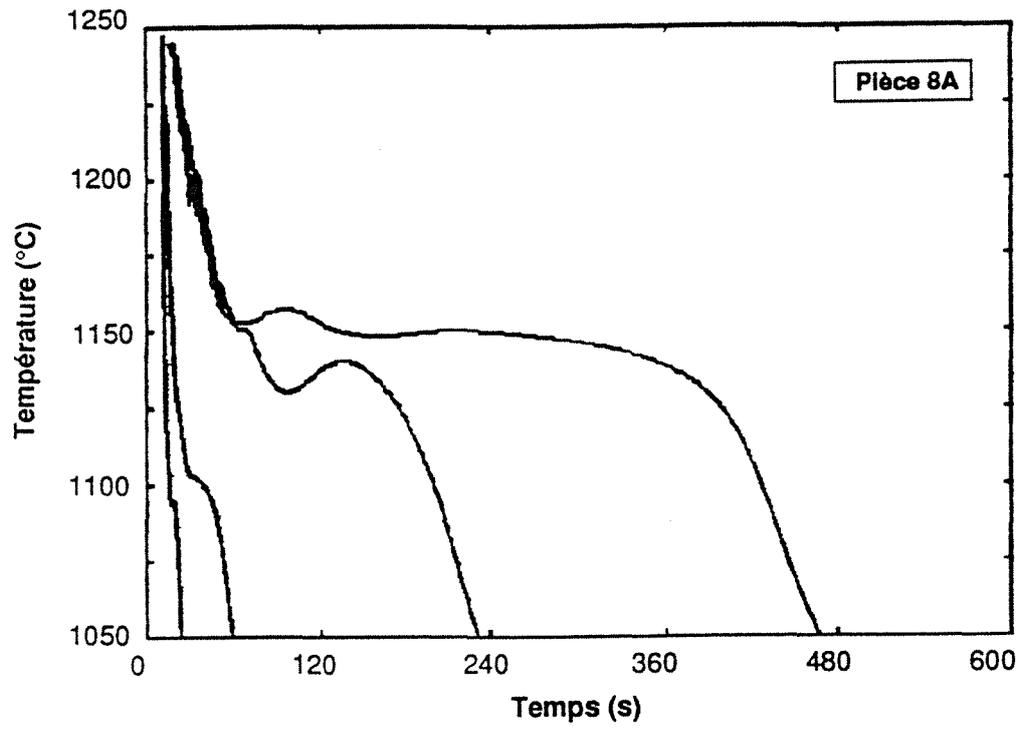












# ANNEXE H

## BILAN THERMIQUE

En régime thermique unidimensionnel, en l'absence de source de chaleur, l'équation de Fick s'écrit :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{K}{\rho C_p} \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad \text{H.1}$$

où l'on considère que la masse volumique et la capacité calorifique sont indépendantes de la température. Pour un milieu semi-infini, c'est-à-dire un milieu où l'on peut considérer que :

$$T = T_o \text{ quand } x = \infty \text{ pour tout } t > 0 \quad \text{H.2}$$

une des solutions de l'équation H.1 est de la forme :

$$T = A + B \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}\right) \quad \text{H.3}$$

où :

$$\alpha = \frac{K}{\rho C_p} \quad \text{H.4}$$

En considérant respectivement comme condition initiale et condition à la limite :

$$\begin{aligned} T &= T_o & x > 0 & \quad t = 0 \\ T &= T_m & x = 0 & \quad t > 0 \end{aligned} \quad \text{H.5}$$

et en tenant compte de ce que :

$$\operatorname{erfc}(\infty) = 0 \text{ et } \operatorname{erfc}(0) = 1 \quad \text{H.6}$$

alors on trouve que le profil de température dans un milieu semi-infini s'écrit :

$$T = T_o + (T_m - T_o) \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}\right) \quad \text{H.7}$$

Par dérivation on obtient :

$$\frac{\partial T}{\partial x} = -\frac{(T_m - T_o)}{\sqrt{\pi \alpha t}} \exp\left(-\frac{x^2}{4\alpha t}\right) \quad \text{H.8}$$

dont on tire le flux de chaleur à l'interface métal/moule ( $x=0$ ) :

$$\Phi_{x=0} = \frac{K(T_m - T_o)}{\sqrt{\pi \alpha t}} \quad \text{H.9}$$

Le débit de chaleur à travers l'interface moule-métal de surface S s'écrit finalement :

$$\dot{q} = S \cdot \Phi_{x=0} = S \cdot (T_m - T_o) \cdot \left(\frac{\Delta^{mo}}{t}\right)^{1/2} \quad \text{H.10}$$

où :  $\Delta^{mo} = K^{mo} \cdot \rho^{mo} \cdot C_p^{mo} / \pi$

# ANNEXE I

## GERMINATION HETEROGENE SUR DES SUBSTRATS SPHERIQUES

La germination hétérogène sur un substrat sphérique a été étudiée par Flecher [88] en introduisant les mêmes hypothèses que celles employées dans le cas de supports plans de taille infinie : substrat non déformable et absence de différence entre la quantité d'interface solide-liquide disparue et celle solide-substrat créée lors de l'adhésion de l'embryon sur le support. Cet auteur a considéré le cas de la condensation, de la sublimation et de la solidification de l'eau. Cette approche est appliquée ici dans le cas de la germination du graphite dans les fontes. A la différence du développement réalisé par Flecher, celui que l'on présente ici permet le calcul de l'évolution de l'énergie de Gibbs de formation des embryons,  $\Delta G_r$ , en fonction de leur rayon de courbure, ce qui permet de mieux illustrer l'effet de taille du substrat sur la germination hétérogène.

L'expression de  $\Delta G_r$  comprend deux termes :

$$\Delta G_r = \Delta G_v + \Delta G_\sigma \quad (1.1)$$

Le premier terme,  $\Delta G_v$ , représente la variation d'enthalpie libre, telle qu'on la détermine sur des systèmes macroscopiques, associée à la transformation d'un volume de phase mère en phase produit. Le deuxième terme,  $\Delta G_\sigma$ , exprime l'enthalpie libre de formation de l'interface entre la phase mère et le germe, il doit tenir compte du gain d'enthalpie dû au remplacement d'une partie de cette interface par une interface germe-substrat.

La valeur de  $\Delta G_v$  s'exprime par la relation :

$$\Delta G_v = V_e \cdot \Delta G_T \quad (J) \quad (1.2)$$

où  $V_e$  représente le volume de l'embryon sur le substrat,  $\Delta G_T$  la variation de l'enthalpie libre volumique de formation de l'embryon (sans prendre en compte l'énergie interfaciale). Dans le cas de la précipitation du graphite depuis le métal liquide, la valeur de  $\Delta G_T$  peut être exprimée en fonction de la surfusion,  $\Delta T_l$ , du métal par rapport au liquidus du graphite [56]:

$$\Delta G_T = -4528302 \cdot \Delta T_l \quad (J \cdot m^{-3}) \quad (1.3)$$

Le terme  $\Delta G_\sigma$  a pour expression :

$$\Delta G_\sigma = \sigma_{le} S_{le} + (\sigma_{es} S_{es} - \sigma_{le} S_{es}) \quad (J) \quad (1.4)$$

où  $S_{xz}$  représente la quantité d'interface entre les phases x et z et  $\sigma_{xz}$  l'énergie interfaciale par unité de surface. Les indices x et z représentent les diverses phases : l pour le liquide, e pour l'embryon, et s pour le substrat ( voir figure I.1). L'équilibre des composantes horizontales des tensions interfaciales implique que :

$$\sigma_{ls} = \sigma_{es} - \sigma_{le} \cos \theta \quad (J \cdot m^{-2}) \quad (1.5)$$

En introduisant l'équation 1.4 dans l'expression 1.5 on obtient:

$$\Delta G_\sigma = \sigma_{le} (S_{le} - S_{es} \cdot \cos \theta) \quad (J) \quad (1.6)$$

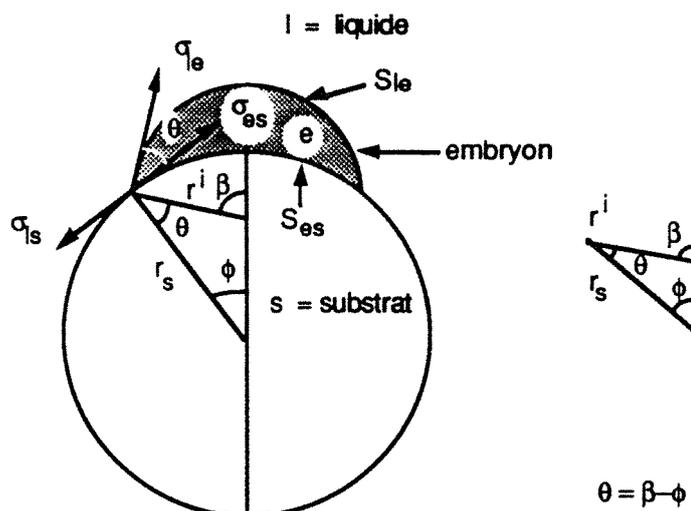


Figure I.1 Schéma de la germination hétérogène d'un embryon "e" sur un substrat sphérique "s". L'angle de raccordement "θ" est caractéristique pour les substrats d'une même composition chimique.

Pour le calcul de la valeur des deux termes constituant  $\Delta G_r$ ,  $\Delta G_v$  et  $\Delta G_\sigma$ , on a considéré le cas d'un embryon sur un substrat sphérique indéformable. Ce substrat est schématisé sur la figure I.1, qui montre un particule sphérique de rayon  $r_s$  servant de support à un embryon de rayon  $r_i$ . Le volume de celui-ci correspond à celui d'une calotte sphérique:

$$V_e = \frac{\pi}{3} \cdot (r_i)^3 (2 - 3\cos\beta + \cos^3\beta) - \frac{\pi}{3} \cdot (r_s)^3 (2 - 3\cos\phi + \cos^3\phi) \quad 1.7$$

Les valeurs de  $S_{1e}$  de  $S_{es}$  peuvent être également exprimées pour cette configuration géométrique :

$$S_{1e} = 2 \pi (r_i)^2 \cdot (1 - \cos\beta) \quad 1.8$$

$$S_{es} = 2 \pi \cdot (r_s)^2 \cdot (1 - \cos\phi)$$

Les paramètres  $\phi$  et  $\beta$  sont fonction de  $r_s$ ,  $r_i$  et  $\theta$  ; les angles  $\phi$ ,  $\beta$  et  $\theta$  liés entre eux par l'égalité :

$$\theta = \beta - \phi \quad 1.9$$

On a par ailleurs :

$$r_i \cdot \sin \beta = r_s \cdot \sin \phi \quad 1.10$$

De ces deux dernières équations on tire :

$$\sin \phi = \left[ \left( \frac{r_s - \cos\theta}{r_i} \right)^2 + 1 \right]^{-1/2} \quad 1.11$$

A l'aide de cet ensemble d'équations on a calculé le changement d'enthalpie libre,  $\Delta G_r$ , en fonction du rayon,  $r_i$ , de la calotte sphérique formée par les embryons ou germes. On a également déterminé en fonction de la surfusion le rayon minimal à partir duquel un substrat peut permettre la germination d'un nodule de graphite.

Les courbes  $\Delta G_r - r_i$  sont calculées en utilisant des valeurs fixes de  $\theta$  et  $r_s$ . De l'équation I.11 on obtient pour un couple de valeurs  $\theta$  et  $r_s$  la valeur de  $\phi$  en fonction de  $r_i$ . La valeur de  $\beta$  qui correspond à chaque valeur de  $\phi$  est calculée avec l'équation I.9. A l'aide des valeurs  $\theta$ ,  $r_s$  et  $r_i$  et celles de  $\phi$  et  $\beta$  calculées on obtient, avec les expressions I.7 et I.8, les valeurs de  $V_e$ ,  $S_{le}$ ,  $S_{es}$ . Enfin, en utilisant ces dernières dans les équations I.6 et I.2 on obtient la valeur de  $\Delta G_r$  qui correspond à la formation d'une calotte sphérique embryon ou germe de rayon de courbure  $r_i$ .

La cinétique de la germination hétérogène s'exprime par [96] :

$$I = 10^{39} \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G_{r^*}}{kT}\right) \quad (\text{m}^{-3}\text{s}^{-1}) \quad \text{I.12}$$

Lorsque on considère  $I = 1 \text{ m}^{-3}\text{s}^{-1}$ , et que l'on prend  $T$  égale à 1427 K, on obtient:

$$\Delta G_{r^*} = 1,77 \cdot 10^{-18} \quad (\text{J}) \quad \text{I.13}$$

valeur qui représente l'énergie critique nécessaire pour une germination hétérogène appréciable à la température de 1427 K. Autrement dit, pour qu'un embryon puisse devenir germe sur un substrat, il suffit que la valeur de  $\Delta G_r$  soit égale ou plus petite que  $\Delta G_{r^*}$ .

D'après la théorie classique de germination, le rayon minimal nécessaire pour qu'un embryon puisse devenir germe est donnée par l'expression :

$$r^* = \frac{2 \sigma_{le}}{\Delta G_T} \quad \text{I.14}$$

ou encore pour la précipitation du graphite dans le métal liquide [56] :

$$r^* = \frac{6,625 \cdot 10^{-7}}{\Delta T_I} \quad (\text{m}) \quad \text{I.15}$$

Ces relations sont valables pour la germination homogène et hétérogène.

Le calcul du rayon minimal nécessaire pour qu'un substrat puisse servir comme support à la germination du graphite à une surfusion donnée a été fait à l'aide des équations utilisées pour le calcul de  $\Delta G_r - r_i$  et les expressions I.12 et I.15. Pour ce faire, on a calculé à l'aide de l'égalité I.11 les valeurs de  $\phi$  qui correspondent à des valeurs données de  $\theta$ ,  $r_i$  et  $r_s$ . Pour ces calculs on a choisi  $\theta = 5^\circ, 10^\circ$  et  $20^\circ$ . La valeur de  $r_i$  est choisie égale à la valeur  $r^*$  calculée avec I.15 pour un surfusion  $\Delta T_I$  donnée. Le paramètre  $r_s$  prend une valeur initiale relativement importante ( $\approx 10 \mu\text{m}$ ). A l'aide de ces valeurs de  $\theta$ ,  $r_i$  et  $r_s$  et la procédure précédemment décrite pour le calcul de  $\Delta G_r - r_i$  on calcule la valeur de  $\Delta G_r$  due à la formation d'une calotte de rayon de courbure critique sur un substrat de taille  $r_s$ . Cette valeur de  $\Delta G_r$  est comparée à la valeur de  $\Delta G_{r^*}$  obtenue à partir de l'équation I.12. Si la valeur de  $\Delta G_r$  est plus importante que  $\Delta G_{r^*}$ , on calcule la valeur de  $\Delta G_r$  qui correspondrait à un substrat de taille plus petite à  $r_s$  ( $r_s - \Delta r_s$ ). Ces calculs se poursuivent jusqu'à ce que  $\Delta G_r < \Delta G_{r^*}$ . La taille de substrat qui correspond à ce calcul et la taille de substrat du calcul précédant sont utilisées pour déterminer la taille pour laquelle  $\Delta G_r \approx \Delta G_{r^*}$ . Cela est fait par un tri par dichotomie lequel est stoppé lorsque  $\Delta G_r$  diffère moins de 0,01 % de la valeur de  $\Delta G_{r^*}$ .

## ANNEXE J

### CROISSANCE DE SUBSTRATS

Comme on l'a vu au chapitre II, les substrats qui servent de supports à la germination des nodules de graphite sont composés par des oxydes et/ou des sulfures des éléments tels que Ca, Mg, Al, Sr..., la composition précise de ces substrats étant fonction du traitement métallurgique subi par le métal liquide et du type d'inoculant employé. Afin de déterminer l'ordre de grandeur de la croissance des substrats au cours de la solidification, on a considéré des substrats constitués par des oxydes: CaO, MgO et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Dans ce cas, la teneur possible moyenne d'oxygène est comprise entre 29% à 47.1%, puisque le pourcentage pondéral d'oxygène dans le CaO, le MgO et le Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est respectivement de 28,6%, de 39,7% , et de 47,1%. Par la suite, on considère des substrats avec une teneur moyenne d'oxygène de 40%.

En supposant que la solubilité de l'oxygène dans le solide est nulle, que la teneur initiale dans le métal liquide en oxygène,  $W^{o°}$ , est celle qui correspond à l'équilibre avec les substrats, et que cette valeur de  $W^{o°}$  reste constante durant la solidification, on peut écrire à l'aide d'un bilan de matière pour un volume fermé :

$$g^s \cdot W^{o°} \cdot \rho^l = \frac{4\pi}{3} N_v \cdot (R_{ox}^3 - R_{ox}^{i3}) \cdot W_{ox}^o \cdot \rho^{ox} \quad J.1$$

avec:

|            |   |
|------------|---|
| $\rho^l$   | masse volumique du métal liquide          |
| $g^s$      | fraction du solide                        |
| $N_v$      | nombre de substrats dans le métal liquide |
| $R_{ox}$   | rayon actuel des substrats                |
| $R_{ox}^i$ | rayon initial des substrats               |
| $W_{ox}^o$ | teneur en oxygène dans les substrats.     |

Les valeurs numériques utilisées dans l'équation J.1 sont :

$$\begin{aligned} W^{o°} &= 1 \text{ ppm} \\ \rho^l &= 6,8 \cdot 10^3 \text{ kg m}^{-3} \\ N_v &= 2 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-3} \end{aligned}$$

Pour  $\rho^{CaO}$ ,  $\rho^{Al_2O_3}$  et  $\rho^{MgO}$  Goldsmith et al. [97] donnent respectivement : 3500 kg·m<sup>-3</sup>, 4000 kg·m<sup>-3</sup> et 3770 kg·m<sup>-3</sup>, et donc on peut considérer que  $\rho^{ox} \sim 3500 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ . Avec ces données on obtient les valeurs de  $R_{ox}$  reportées dans le tableau ci-après en fonction de  $g^s$ , cela pour différentes valeurs de  $R_{ox}^i$  :

| $g^s$ | $R_{ox}^i$    | $R_{ox}$       |
|-------|---------------|----------------|
| 0,1   | 0,015 $\mu m$ | 0,0835 $\mu m$ |
| 0,1   | 0,020 $\mu m$ | 0,0838 $\mu m$ |
| 0,1   | 0,047 $\mu m$ | 0,0881 $\mu m$ |
| 0,1   | 0,100 $\mu m$ | 0,116 $\mu m$  |
| 0,1   | 0,500 $\mu m$ | 0,504 $\mu m$  |
| 0,5   | 0,015 $\mu m$ | 0,143 $\mu m$  |
| 0,5   | 0,020 $\mu m$ | 0,143 $\mu m$  |
| 0,5   | 0,047 $\mu m$ | 0,144 $\mu m$  |
| 0,5   | 0,100 $\mu m$ | 0,157 $\mu m$  |
| 0,5   | 0,500 $\mu m$ | 0,501 $\mu m$  |

**AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE  
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

-----

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

**Monsieur RAPPAZ Michel, Professeur, E.P.F.L. Lausanne (Suisse),  
Monsieur LACAZE Jacques, Chargé de Recherche, Ecole des Mines Nancy/INPL.**

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

**Monsieur CASTRO ROMAN Manuel de Jésus**

à soutenir devant l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE, une thèse intitulée :

**"Etude expérimentale et modélisation de la solidification des pièces coulées en fonte à graphite sphéroïdal : influence de la vitesse de refroidissement et de l'inoculation"**

en vue de l'obtention du titre de :

**DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

Spécialité : **"SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX"**

Fait à Vandoeuvre le, 26 Novembre 1991

Le Président de l'I.N.P.

M. GANTOIS



2, avenue de la Forêt de Haye - B.P. 3 - 54501 VANDŒUVRE CEDEX

Téléphone : 83. 59. 59. 59 - Télex : 961 715 F - Télécopie : 83. 59. 59. 55







## RESUME

La présente étude porte sur l'influence de la vitesse de refroidissement et du taux d'inoculation sur la structure de solidification des fontes à graphite sphéroïdal. Des modèles de simulation numérique de la solidification sont proposés.

Des pièces comportant 5 cylindres de diamètres différents, instrumentées à l'aide de thermocouples, ont été coulées. Les courbes de refroidissement ont été dépouillées par analyse thermique directe et dérivée. La structure des cylindres a été caractérisée par analyse d'images : on a ainsi déterminé la densité surfacique de nodules, leur densité volumique, le taux de graphite et celui de cémentite. Des corrélations entre ces paramètres ont été établies et chiffrées, de même que des corrélations entre les caractéristiques des courbes de refroidissement et les paramètres structuraux des pièces. L'ensemble des corrélations expérimentales obtenues représente un moyen empirique pour décrire l'effet du taux d'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur la structure de solidification des fontes.

Les différents aspects de la simulation numérique et la confrontation entre les résultats des calculs et les données expérimentales sont ensuite successivement abordés. La cinétique de solidification est décrite par un modèle qui comporte des lois de germination et de croissance des sphères eutectiques (nodule de graphite plus coquille d'austénite). On présente enfin un modèle amélioré qui considère le dépôt d'austénite hors des sphères eutectiques.

La confrontation simulation-expérience montre que le type de modélisation examiné permet de décrire l'effet de l'inoculation et de la vitesse de refroidissement sur la structure des pièces coulées. Cette approche peut aider à la rationalisation des connaissances empiriques que l'on a de ces phénomènes en fonderie.

### MOTS CLES :

ANALYSE THERMIQUE  
FONTE DUCTILE  
SOLIDIFICATION  
INOCULATION

TRAITEMENT DE L'IMAGE  
MODELE MATHEMATIQUE  
SIMULATION  
REFROIDISSEMENT