

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI
COMME EXIGENCE PARTIELLE
DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR PATRICIA DÉRY

ÉTUDE DE LA CROISSANCE DES GRAINS À L'AIDE
D'UN APPAREIL DE MESURE ÉLECTRIQUE

AOÛT 2001



Mise en garde/Advice

Afin de rendre accessible au plus grand nombre le résultat des travaux de recherche menés par ses étudiants gradués et dans l'esprit des règles qui régissent le dépôt et la diffusion des mémoires et thèses produits dans cette Institution, **l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** est fière de rendre accessible une version complète et gratuite de cette œuvre.

Motivated by a desire to make the results of its graduate students' research accessible to all, and in accordance with the rules governing the acceptance and diffusion of dissertations and theses in this Institution, the **Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** is proud to make a complete version of this work available at no cost to the reader.

L'auteur conserve néanmoins la propriété du droit d'auteur qui protège ce mémoire ou cette thèse. Ni le mémoire ou la thèse ni des extraits substantiels de ceux-ci ne peuvent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

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

Résumé

Les deux premières étapes de la solidification sont la germination et la croissance des grains. C'est à ce stade que l'aluminium commence à prendre la forme de petites particules solides dans le métal liquide. Les conditions de formation des particules solides à ces étapes ont une grande influence sur la microstructure finale du métal. C'est la raison pour laquelle, il est important de développer une technique permettant d'observer l'évolution du nombre de particules et de leur taille, aussi bien expérimentalement, pour affiner le modèle théorique de la solidification, que pratiquement, en permettant d'observer en usine la cinétique de la solidification en corrélation avec les paramètres réels. Ces mesures se faisant à l'aide du LIMCA™ (liquid metal cleanless analyser) qui par le passé a démontré sa capacité à détecter les grains solides dès leur formation. Il est donc intéressant d'étudier les possibilités d'utilisation de cette technique de mesure in-situ.

Ce projet se divise en trois phases. Premièrement, l'étude de l'effet de la taille de l'orifice sur les mesures. Cette étude se fait avec différents diamètres d'orifice pour permettre d'optimiser la taille de l'orifice et d'obtenir les meilleurs résultats. Les expériences ont démontré que l'orifice de 500µm était adéquat puisqu'il présentait la même distribution de taille que la théorie de la solidification équiaxe.

La seconde partie de l'étude concerne l'évaluation de la meilleure technique pour l'acquisition des données. Deux façons s'offrent à nous ; l'acquisition ponctuelle, c'est-à-dire la prise d'une seule mesure par expérience et l'acquisition continue, qui se décrit comme étant une circulation du métal sans arrêt entre chaque mesure. Les avantages et les inconvénients de chaque méthode ont été apportés pour finalement affirmer que la technique d'acquisition en continue permet de descendre à une température bien plus basse que l'autre méthode et offre des résultats plus près de la théorie.

La dernière phase de ce projet consiste à vérifier la concordance des résultats obtenue avec le LIMCA™ avec une autre méthode. La technique utilisée est la métallographie de métal solidifié rapidement. La comparaison des résultats de métal solidifié à différentes températures montre que les grains ont tendance à s'agglomérer. Ainsi, les mesures de tailles des particules obtenues lors des acquisitions sont plus grosses que les particules réelles.

La technique de mesure de grain à l'aide du LIMCA™, malgré certains inconvénients, reste une méthode intéressante pour connaître la croissance des grains équiaxes lors de solidification. En approfondissant les phénomènes thermiques et électriques régissant l'orifice, cette technique de mesure pourrait devenir un outil fort utile pour l'étude de la germination et de la croissance des grains dans un métal.

Remerciements

Je tiens à remercier ma directrice de Mme Mirhiban Pekguleryuz, ainsi que M. Michel Bouchard pour leur apport lors du développement de mon projet. De plus, je voudrais souligner l'aide technique importante apportée par le technicien, M. Gilles Lemire. Je voudrais également remercier le CRDA pour leur expertise et leur aide matérielle, spécialement M. Andris Innus. Enfin, un gros merci à Denis Lahaie pour son support moral et son aide précieuse.

Table des matières

Chapitre 1 : introduction	9
1. Problématique	9
1.1 Importance de la germination	9
1.2 Difficultés des mesures	11
2. Objectif	12
Chapitre 2 : Revue de la littérature	15
2.1 Introduction	15
2.2 Thermodynamique de la solidification	16
2.2.1 La température de solidification	16
2.2.2 Chaleur latente	17
2.2.3 Le diagramme de phase	18
2.3 Germination	21
2.3.1 La surfusion	21
2.3.2 Thermodynamique avec énergie de surfaces	22
2.3.3 Germination hétérogène	25
2.3.4 Germination homogène	31
2.4 La croissance des grains	36
2.4.1 La surfusion constitutionnelle	36
2.4.2 structure de solidification	37
2.4.3 Directions cristallographiques préférentielles	40
2.4.4 Modèle pour taux de croissance des dendrites	41
2.5 Mesure par résistance électrique	42
2.5.1 Équation de Maxwell	43
2.5.2 Méthode d'intégration	46
2.5.3 Méthode LIMCA TM	48
2.5.4 Comparaison des différentes méthodes	51
Chapitre 3 : Procédure expérimentale	54
3.1 L'alliage	54
3.2 Description du LIMCA TM	55
3.3 Modification sur le LIMCA TM	62
3.4 Procédure expérimentale	63
3.5 Métallographie	67

Chapitre 4 :Résultats	68
4.1 Détermination expérimentale du liquidus et du solidus	68
4.2 Perturbations des courbes de refroidissement	72
4.3 Influence de la taille de l'orifice	83
4.4 Résultats en continu	88
4.5 Résultats ponctuels	95
4.6 métallographie	97
Chapitre 5 : Discussion	102
5.1 Introduction	102
5.2 L'analyse du liquidus et du solidus	102
5.3 Perturbations des courbes de refroidissement	104
5.4 Influence du diamètre de l'orifice	106
5.5 Analyse des résultats en continu	109
5.6 Résultats ponctuels	112
5.7 Métallographie	113
5.8 Synthèse	113
Chapitre 6 : Conclusion	117
6.1 Le diamètre de l'orifice	117
6.2 Les techniques d'acquisition	119
6.3 Méthode comparatives	120
6.4 Synthèse	121
Bibliographie	123

Liste des figures

Figures

2.1 Méthode de fabrication d'un diagramme de phase	19
2.2 Diagramme de phase aluminium-silicium	20
2.3 Courbe de refroidissement	21
2.4 Diagramme d'énergie	23
2.5 Variation de ΔG en fonction du temps	28
2.6 Rayon critique	29
2.7 Distribution de Boltzmann	31
2.8 Angle de contact	32
2.9 Comparaison entre germination homogène et hétérogène	35
2.10 Description schématique des types d'interface	36
2.11 Processus de solidification	38
2.12 Zone de solidification	39
2.13 Dendrites	41
2.14 Distribution de la température dans une dendrite	42
2.15 Modélisation de la variation de voltage créée par une particule non-conductrice	52
2.16 Modélisation de la variation de voltage créée par une particule conductrice	53
3.1 Schéma du système électrique	56
3.2 Schéma du fonctionnement du LIMCA™	58
3.3 Schéma du calibreur	60
3.4 Photo de l'oscilloscope	62
4.1 Courbe de refroidissement lente	69
4.2 Courbe de refroidissement rapide	70
4.3 Courbe de refroidissement	71
4.4 Courbe de refroidissement ayant subit une perturbation par le tube	73
4.5 Courbe de refroidissement ayant subit une perturbation par le tube et la circulation du métal	74
4.6 Courbe de refroidissement pour acquisition ponctuelle	75
4.7 Courbe de refroidissement pour acquisition continu	78
4.8 Courbe de refroidissement agrandi de la fig.4.10	79
4.9 Courbe de refroidissement pour tube de borosilicate	80
4.10 Courbe de refroidissement pour tube aluminosilicate	81
4.11 Courbe de refroidissement agrandi de la fig.4.10	82
4.12 Taille des particules en fonction du diamètre de l'orifice pour une acquisition ponctuelle	86
4.13 Distribution normalisée en fonction du diamètre de l'orifice	87
4.14 Distribution normalisée en fonction du diamètre de l'orifice	88

4.15 Concentration des particules en fonction du niveau de solidification	90
4.16 Distribution des particules en fonction de leur taille	91
4.17 Distribution des particules en fonction de leur taille	92
4.18 La taille moyenne des particules pour une acquisition ponctuelle	96
4.19 Taille des grains mesurés par métallographie	98
4.20 Métallographie à 640°C	99
4.21 Métallographie à 637°C	99
4.22 Métallographie à 635°C	100
4.23 Métallographie à 634°C	100
4.24 Métallographie à 633°C	101
4.25 Métallographie à 630°C	101
5.1 Résumé de la taille des particules en fonction du mode d'acquisition	115
5.2 Résumé de la concentration des particules en fonction du mode d'acquisition	116

Liste des tableaux

Tableau	page
3.1 Composition de l'alliage	55
3.2 Données théoriques et expérimentales du calibrage des impulsions	61
3.3 Description des plages pour la mesure des particules	65
4.1 transformation des valeurs de taille	84
4.2 Valeur de la taille moyenne des particules en fonction du diamètre de l'orifice	85
4.3 Données pour la mesure en continu	89
4.4 Taille des grains en fonction de la température	97

Chapitre 1

Introduction

1. Problématique

Depuis plusieurs années, les chercheurs s'interrogent sur les mécanismes de solidification des métaux et des alliages. Un grand nombre d'expériences ont mené à des théories bien établies, mais certaines lacunes existent encore. L'une des déficiences de ces théories est causée par la difficulté à acquérir des mesures expérimentales. Ainsi, la caractérisation de la formation et la croissance des particules solides lors de la solidification nécessite le développement d'une nouvelle méthode expérimentale de mesure in-situ.

1.1 *Importance de la germination*

L'étude de la germination est d'une importance capitale pour la compréhension du phénomène de la solidification, puisque la germination a une influence sur la structure finale du métal solidifié. En effet, chaque grain grossit à partir d'un germe (particule solide) unique et le nombre de germes qui se forment et grossissent détermine la taille finale des grains. Ce processus est tellement important que lors de la coulée de pièces d'aluminium en usine, des affineurs de grains sont ajoutés au métal pour mieux contrôler le phénomène de la germination. L'affineur de grains le plus utilisé pour l'aluminium est le diborure de titane (TiB_2). Chaque particule de TiB_2 constitue le site privilégié de la

formation d'un germe. Ainsi, plus la concentration de particules de diborure de titane est grande, plus il y a formation de germes, et plus la taille finale des grains sera petite. Ce phénomène s'explique par le fait que les grains grossissent aussi longtemps qu'il existe du métal liquide à solidifier. Ainsi, dès que deux grains entrent en contact, leur croissance dans la direction de contact cesse. Donc plus il existe de particules solides plus la probabilité qu'ils se rejoignent en un court laps de temps est grande. Ceci limite leur taille et influence les propriétés de la pièce coulée.

La germination a donc une influence sur la microstructure finale de l'échantillon. Ainsi, la connaissance du comportement de la création et de la croissance des germes nous informe également sur les propriétés mécaniques du métal solidifié. L'augmentation du rapport entre le nombre d'atomes aux joints de grains et le nombre total d'atomes aura une influence sur plusieurs propriétés; Par exemple, les propriétés mécaniques (ductilité, résistance, etc.) du métal et le comportement du métal vis-à-vis la corrosion. C'est pourquoi une bonne compréhension du processus de la germination est essentiel, car comme il a été déjà mentionné, elle exerce une grande influence sur plusieurs propriétés du métal après la solidification.

1.2 *Difficultés des mesures*

La première question à se poser est de savoir s'il est possible de mesurer les grains solides lors du développement de la solidification dans le métal. Quelques méthodes ont été élaborées pour permettre l'approfondissement des connaissances sur la germination et

la croissance des grains. Par exemple, des modèles d'eau, l'atomisation et la résistance électrique. [12-22]

Il existe des limites expérimentales en regard de la mesure des germes qui sont généralement trop petits pour être caractérisés avec précision. Le problème le plus considérable se situe dans l'obtention de données. Le processus de solidification est tellement sensible que la moindre perturbation peut faire une différence énorme dans les résultats recueillis. Ainsi, la plupart des connaissances acquises sur le processus de la solidification proviennent de modèles théoriques qui permettent d'évaluer la vitesse de germination et des mesures expérimentales après la solidification du métal.

Lors de la solidification, il est important de différencier entre deux phénomènes. Tout d'abord, la germination, qui consiste en la formation de très fines particules solides. Par la suite, le processus de la croissance des grains qui chevauche la germination. En effet, on peut observer les deux mécanismes simultanément dans un volume de métal durant la solidification. Pour cette raison, on ne peut définir une limite entre les deux processus.

Un autre obstacle à la mesure des germes lors du processus de la germination est l'échelle à laquelle les expériences sont effectuées. Pour les germes ayant un diamètre de moins d'un micron, il est difficile de faire des mesures dimensionnelles. Durant leur solidification, la seule façon de les percevoir est d'utiliser un microscope, ce qui augmente les risques d'erreur, dus à l'augmentation des manipulations. De plus, les

particules à évaluer sont immergées dans le métal liquide, ce qui diminue l'accessibilité des germes pour estimer leur taille. Une autre difficulté reliée à l'analyse dimensionnelle des germes est due à la nature dynamique des particules : l'instabilité du système rend l'acquisition des mesures plus compliquée.

La possibilité d'avoir des impuretés dans le métal servant à l'étude peut influencer les résultats obtenus. Il est donc très important d'utiliser un métal d'une assez grande pureté pour éviter les erreurs de lecture. En effet, des sites préférentiels peuvent être créés par ces impuretés lors de la germination et faire varier le taux de germination hétérogène.

2. Objectifs

Dans ce projet, la méthode utilisée pour mesurer les germes lors de la solidification est fondée sur la différence entre les résistances électriques des états de la matière. Plusieurs expériences ont été exécutées pour tester la faisabilité de la technique à l'aide d'un alliage d'aluminium-silicium, plusieurs concentrations ont été testées afin de déterminer l'alliage le plus propice aux expériences [21]. La méthode est basée sur la conversion des variations électriques mesurées en valeur de diamètre pour les particules. Une grande partie de la difficulté du projet réside dans le fait que la conversion doit se faire en respectant la taille réelle de la particule.

La difficulté d'obtenir des mesures quantitatives sur le comportement du métal lors de la solidification est un problème important en métallurgie. Cette étude pourrait donc s'avérer essentielle pour le développement de la théorie sur la solidification, puisque la

mesure des grains solides nous informe sur l'évolution du processus de germination. L'étude se fera à l'aide du LIMCA, un appareil qui fonctionne selon le principe de la variation de la résistivité et qui mesure le nombre de particules solides dans un milieu liquide circulant à travers un orifice de taille contrôlée.

L'étude de la germination à l'aide du LIMCA se fera en trois phases distinctes, mais essentielles pour s'assurer de la véracité des résultats obtenus à l'aide de cette méthode.

La première phase consistera à optimiser les mesures en ajustant le diamètre de l'orifice du tube servant aux expériences. La variation de la taille de l'orifice permet d'optimiser les mesures pour obtenir la plus grande plage de valeur de diamètre ou grosseurs possibles. Cette phase permettra de déterminer quelle grandeur d'orifice sera prise pour les autres phases du projet.

La seconde phase du projet sera le calibrage de l'appareil. En effet, il est nécessaire de vérifier si les données acquises par le LIMCA correspondent à la valeur réelle de la taille du grain dans le métal.

La troisième et dernière phase du projet servira à vérifier l'effet de la circulation du métal sur la formation et la croissance des grains. Les mesures pourront être acquises de deux façons : l'une consistera à prendre les mesures de diamètre de grains successivement sans arrêt entre chaque mesure. La seconde nécessitera plus de manipulations expérimentales puisqu'une seule acquisition de la taille des particules solides présentes

sera prise avec l'utilisation d'un seul tube. La comparaison des résultats acquis avec les deux méthodes permettra de mettre en relief l'effet de la circulation du métal sur le processus de germination et de la croissance des grains.

Chapitre 2.

Revue de la littérature

2.1 Introduction

La solidification est définie comme étant le passage de la phase liquide à la phase solide. Dans les alliages métalliques, ce changement de phase produit des modifications importantes sur les propriétés mécaniques, physiques et chimiques. [11,25] L'étude de ces transformations de phase dans les métaux se poursuit depuis plusieurs décennies afin d'améliorer la compréhension des principes de solidification. [15]

Le phénomène de la germination et de la croissance des germes sont assez bien connus aujourd’hui, mais certains aspects restent encore obscurs. [15] En effet, dû à la difficulté d’observer ces phénomènes, les modèles de germination et de croissance des métaux sont souvent validés par un examen post-mortem de l’alliage métallique, et par la mesure des caractéristiques de la microstructure lorsque complètement solidifiée. Il n’y a donc pas de mesure à effectuer à des stades intermédiaires de la solidification. Pour cette raison, la mesure *in situ* de la taille des particules durant la solidification pourrait fournir des renseignements d’une grande utilité pour une meilleure compréhension du processus de solidification. [15]

Dans les prochaines sections, la thermodynamique de solidification, ainsi que les processus de germination homogène et hétérogène seront décrit. Le phénomène de croissance des germes sera également exposé. Et finalement, la description des techniques de mesure de la

taille des particules à l'aide de l'enregistrement des variations de résistance électrique sera expliquée.

2.2 Thermodynamique de la solidification

2.2.1 La température de solidification

La transition de l'état liquide à l'état solide pour un métal pur est particulière car elle se produit toujours à la même température et celle-ci est unique pour une pression atmosphérique donnée. La preuve de cette affirmation se décrit à partir de la règle des phases ou règle de Gibbs qui stipule que

Équation 2.1

$$P + f = C + 2$$

où P est le nombre de phases en équilibre thermodynamique, f est le degré de liberté et C est le nombre de composantes. Ainsi, si un équilibre énergétique est établi entre la phase solide et la phase liquide et que la pression est fixée, le degré de liberté sera égal à zéro pour un système formé d'un seul constituant. Donc, la température de solidification d'un métal pur à pression constante est invariable. Cette température est une caractéristique importante pour un métal pur et on la nomme température de solidification. À la température de solidification, le liquide est plus désordonné que le solide et possède ainsi une entropie plus élevée que celle du solide ordonné. Il y a aussi un dégagement de chaleur lorsque le métal passe de la phase liquide à la phase solide. Ce dégagement de chaleur est appelé chaleur latente de fusion et est noté L . [23].

À la température d'équilibre liquide-solide, on a :

$$\Delta G_t = \Delta H_t - T\Delta S_t = 0$$

où t pour la transformation et T est la température en kelvin.

2.2.2 Chaleur latente

On peut établir une relation entre la chaleur latente et la température de solidification à l'aide des principes thermodynamiques. La température de solidification est définie comme la température à laquelle les énergies libres des deux phases sont égales. Cela implique donc qu'à la température de solidification, le solide et le liquide ont la même énergie disponible pour effectuer un travail externe. L'équilibre entre les phases solide et liquide peut être exprimé de la façon suivante;

Équation 2.2

$$G_L = G_s$$

G_L étant l'énergie libre de Gibbs du liquide et G_s étant l'énergie libre de Gibbs du solide.

On sait que l'énergie libre de Gibbs se définit par

Équation 2.3

$$G = H - TS$$

où H est l'enthalpie, S l'entropie et T la température.

En substituant l'équation 2.3 dans l'équation 2.2, on obtient à la température de l'équilibre

Équation 2.4

$$H_L - T_E S_L = H_s - T_E S_s$$

où L en indice signifie sous forme liquide et S en indice signifie sous forme solide. T_E représente la température d'équilibre.

Par définition, à la température T_E , la valeur de la chaleur latente est égale à

Équation 2.5

$$H_L - H_S = L$$

alors,

Équation 2.6

$$L = T_E \Delta S$$

ou ,dans le cas de l'aluminium pur :

Équation 2.7

$$\Delta S = \frac{L}{T_E}$$

Il est possible de calculer pour l'aluminium une valeur de ΔS égale à 0.62 lors de la solidification de l'aluminium, puisque sa valeur de chaleur latente de fusion est 397 J/g [I] et sa température de solidification est égale à 660°C. Par conséquent, la valeur du changement d'entropie, lorsqu'un liquide se transforme en solide, peut être obtenue par le rapport de la chaleur latente sur la température de solidification. [4,11,15,23,25]

2.2.3 Le diagramme de phase

Il est approprié de connaître le fonctionnement et la signification du diagramme de phase pour prévoir certaines caractéristiques du métal allié. Dans un système binaire, c'est-à-dire lorsque le système comprend deux types d'éléments, c'est la représentation des limites d'existence d'une structure particulière d'un diagramme dont un axe représente la température et l'autre la composition du système. Le diagramme de phase, ou quelquefois appelé le diagramme

d'équilibre, est une carte qui donne la ou les phases en équilibre pour n'importe quelle combinaison de température et de composition. Pour obtenir les renseignements voulus, il suffit de suivre les courbes qui déterminent les limites des différentes phases. [4,15]

Le diagramme de phase permet de voir comment l'équilibre entre deux phases est affecté par la température. Le diagramme de phase est construit à l'aide de la thermodynamique qui prédit quelle phase aura le plus de chance d'apparaître à une certaine température. La phase ayant la plus basse énergie libre existera [4]. En effet, pour un système eutectique simple, il est possible de dessiner un diagramme de phase en observant l'énergie libre de chacune des phases, comme le représente la figure 2.1. [23]

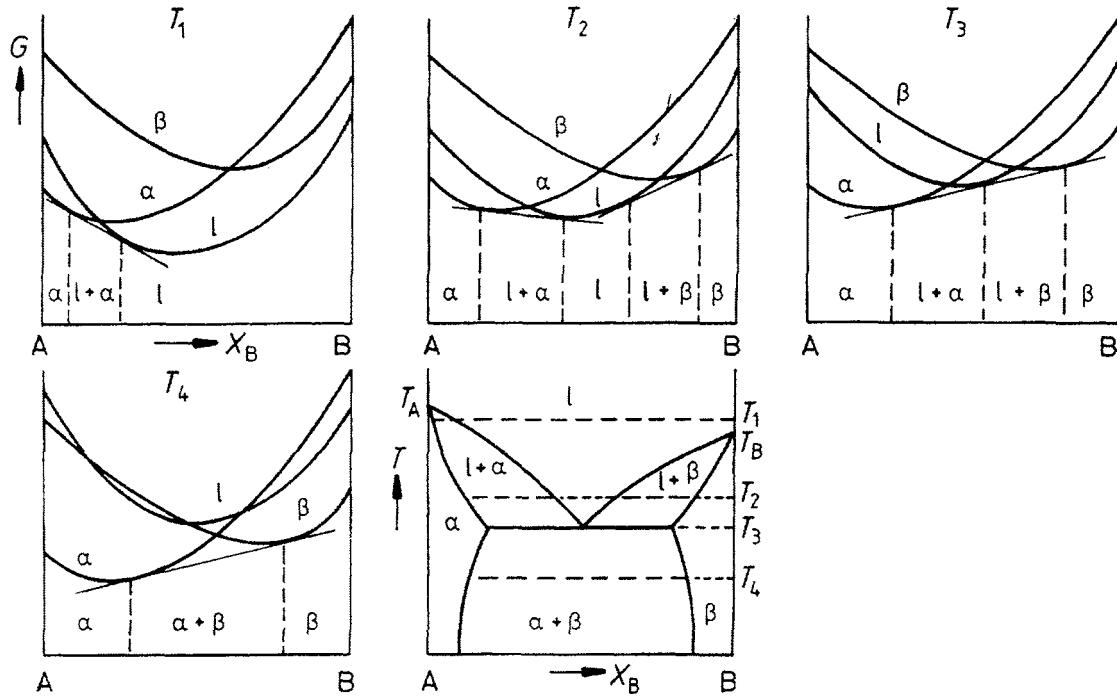


Figure 2.1 Méthode de construction d'un diagramme de phases à l'aide de courbe d'énergie libre de chacune des phases.

Dans tous les diagrammes binaires, les domaines à une phase sont séparés par des domaines à deux phases, sauf en certains points où les deux phases en équilibre ont la même composition. Ces points ne peuvent correspondre qu'à des substances pures ou à des composés, à moins que les limites de phase ne soient horizontales. La figure 2.2 représente le diagramme de phase du système aluminium-silicium. Au point E, la phase liquide est en équilibre avec deux phases solides. Le point E se nomme point eutectique. [4,15]

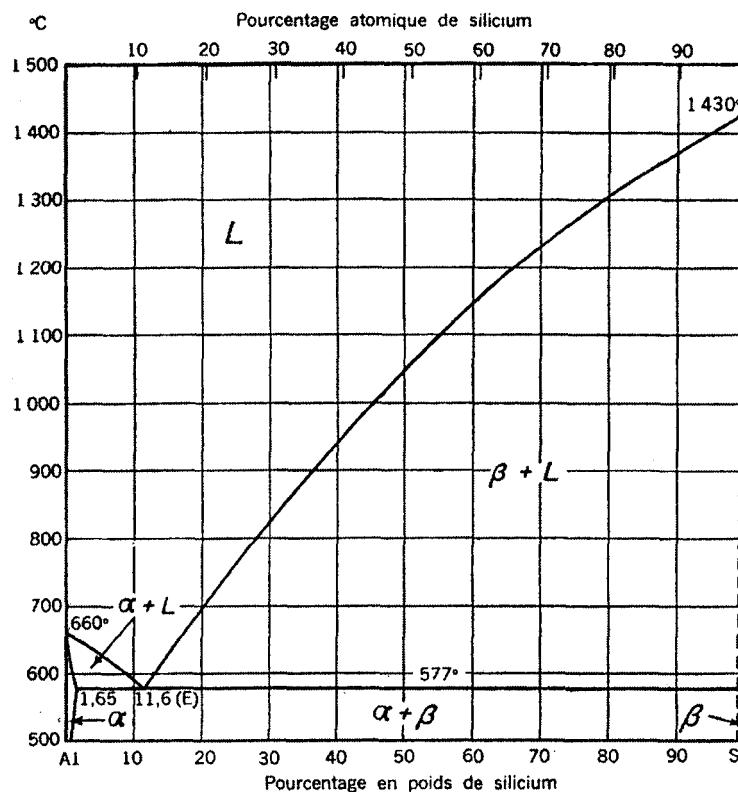


Figure 2.2 Diagramme de phases du système binaire aluminium-silicium [19]

La courbe de refroidissement du diagramme de phase d'un métal pur prendra la forme de la figure 2.3. Pour un alliage il sera possible de déterminer la valeur de la température du liquidus à partir de la courbe de refroidissement en déterminant la température du changement de pente et en déterminant également la température du solidus représentée par le second changement de pente. [4,15]

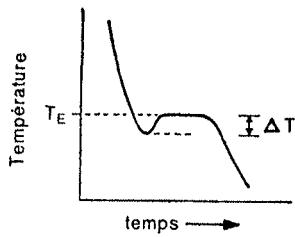


Figure 2.3 Courbe de refroidissement de différents métaux présentant la surfusion.

2.3 Germination

2.3.1 La surfusion

Il est important de décrire le phénomène de surfusion pour comprendre les mécanismes de germination qui seront décrits plus tard. Lorsqu'un liquide est dit en surfusion, cela implique que la solidification débute à une température inférieure à celle admise comme température de solidification. Donc, pendant que la température du liquide est inférieure à la température d'équilibre, on dit du liquide qu'il est en surfusion. Lorsque la solidification débute, la température du liquide qui ne s'est pas transformé en solide augmente rapidement pour atteindre la température de solidification. Cette hausse de température est causée par la chaleur latente

dégagée au cours de la transformation de phase d'un volume donné de liquide. La figure 2.3 illustre la solidification avec surfusion et élévation brusque de température jusqu'à ce que la température d'équilibre thermodynamique soit atteinte. [25]

Il peut arriver quelquefois qu'il n'y ait pas de surfusion du tout lors de la solidification d'un métal. La présence ou l'absence du phénomène de surfusion est directement lié à celui de la germination. La base théorique de la germination sera expliquée plus en détail à la prochaine section.

2.3.2 Énergies libres et énergies interfaciales

La germination est définie comme étant la formation d'une phase distincte à l'intérieur d'un volume donné, séparée de ce qui l'entoure par une limite, ou une interface bien définie. Dans le cas de la solidification, la germination implique la formation d'une petite particule cristalline entourée de métal liquide. Pour comprendre quand et comment la germination se produit, il faut inclure l'effet de l'interface qui est créée dans l'équilibre thermodynamique des phases. Dépendant des surfaces considérées, il existe deux types de germination, la germination homogène et la germination hétérogène. Les mécanismes de ces deux types de germination seront détaillés dans les section 2.3.3 et 2.3.4. En général, il est beaucoup plus facile d'amorcer le phénomène de germination que de le faire progresser [15]. Pour cette raison, il y a une multitude de germes qui disparaîtront avant d'avoir eu le temps de croître. [4,25]

La figure 2.4 représente la variation de l'énergie libre en fonction de la température pour un métal pur. Il sera utilisé pour décrire le fonctionnement de la germination. [25]

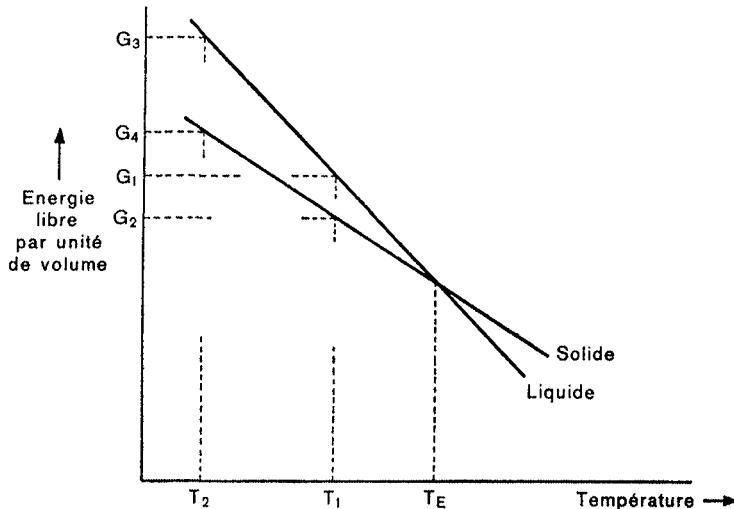


Figure 2.4 Diagramme de l'énergie libre en fonction de la température pour un métal pur

Avec l'aide de la thermodynamique, il est possible d'étudier la formation des grains, ou germination. Selon la règle des phases, basée sur la notion d'égalité des potentiels chimique à l'équilibre, il existe, dans le cas d'un métal pur un seul point d'équilibre, c'est-à-dire qu'il existe une température unique où le métal peut être à la fois sous la forme solide et sous la forme liquide dans un même système. Cela s'explique par le fait qu'à cette température, l'énergie libre est égale pour les deux phases, donc aucune des deux phases n'est favorisée. Le même phénomène se produit entre la phase liquide et la phase gazeuse, lorsque la température est beaucoup plus élevée. [4,25]

Cette température particulière est appelée température d'équilibre (T_E). Elle est également nommée température de solidification lors du passage de la phase liquide à la phase solide ou, inversement, température de fusion lors du passage de la phase solide à la phase liquide. Ainsi, lorsque la température du système est inférieure à la température d'équilibre, comme le précise la figure 2.4, c'est la phase solide qui est la plus stable. Les atomes auront tendance à prendre l'état pour lequel l'énergie est la plus basse et se présenteront donc sous la forme solide. De même, lorsque la température du système est supérieure à T_E , c'est la phase liquide qui est la plus stable. Théoriquement, lorsque la température est inférieure à la température de fusion, le métal devrait toujours être solide, car il y a une diminution de l'énergie libre associée à la transformation liquide → solide. Ceci est dû au principe de thermodynamique de minimisation de l'énergie libre. [4,25]

Lorsque la température devient inférieure à la température d'équilibre, la phase qui est la plus stable est la phase solide. Cependant, le phénomène de surfusion a été démontré expérimentalement [25]. Donc, le changement de phase ne se produit pas instantanément lorsque la température descend sous le point d'équilibre. La raison en est que l'énergie libre s'applique au système tout entier, incluant toutes les surfaces présentes dans un volume donné. Alors, durant le rassemblement d'un groupe d'atomes pour former une petite particule solide (ou germe, ou encore noyau potentiel), la surface qui sépare le noyau solide du milieu environnant liquide contribue à l'augmentation de l'énergie libre totale associée au germe. Par contre, le germe restera et augmentera en volume seulement si l'énergie libre est plus faible que celle du liquide environnant. [4,25]

2.3.3 Germination homogène

La germination homogène apparaît de façon aléatoire dans un système. Pour ce type de germination, il est nécessaire que le métal soit isotrope à très petite échelle. En prenant, par exemple, un métal liquide qui est en surfusion à la température T dans un récipient, il est possible de suivre son évolution. Lors de la formation d'un germe, il y aura diminution de l'énergie libre volumique, c'est-à-dire l'énergie libre par unité de volume. Il est plus simple d'expliquer cette affirmation à l'aide du diagramme de la figure 2.4 qui présente la différence d'énergie entre G_1 et G_2 qui est symbolisé par ΔG_v et égale

Équation 2.8

$$\Delta G_v = (G_1 - G_2) * 4/3 * \pi * R^3$$

soit la différence d'énergie libre entre la phase liquide G_1 et la phase solide G_2 multipliée par le volume d'un germe sphérique de rayon R . Si, à ce stade, on néglige l'énergie libre interfaciale, on peut exprimer la différence d'énergie libre entre les deux phases à l'aide de l'équation 2.3 et 2.5

Équation 2.9

$$(G_1 - G_2) = (G_L - G_s) = (H_l - H_s) * T(S_l - S_s) = L - T\Delta S_{fusion}$$

En utilisant l'équation 2.8 et l'équation 2.9, il est possible d'obtenir :

Équation 2.10

$$\Delta G_v = (G_L - G_s) \frac{4}{3} \pi * R^3 = -\frac{L}{T_E} \Delta T \frac{4}{3} \pi * R^3$$

où $\Delta T = T - T_E$ représente la surfusion et T_E est la température de solidification.

Lors de la formation d'une particule, il y a également formation d'une interface solide/liquide. Cette interface possède une énergie et fait varier l'énergie libre du système de façon significative. Cette énergie est représentée par ΔG_s , soit l'énergie libre interfaciale. Le calcul de l'énergie libre interfaciale créée par une sphère solide dans un milieu liquide pour une sphère de rayon R est égale à $4\pi*R^2*\gamma$, où γ désigne l'énergie libre interfaciale spécifique par unité de surface. Avant de continuer, il est intéressant de noter que puisqu'il y a formation d'une particule, il est possible d'affirmer que la moitié des atomes de l'interface appartiennent au solide, et l'autre moitié au liquide. Ainsi, l'énergie interfaciale par atome devrait être approximativement la moitié de la chaleur latente de fusion. En réalité, cette hypothèse est une approximation correcte pour simuler la présence de l'interface, puisque les limites entre la phase solide et la phase liquide sont plus complexes et plus floues que celles utilisées pour les calculs.

[4,15,23,25]

Après avoir calculé la variation des énergies libres présentent lors de la formation d'une particule solide, le calcul de la variation totale de l'énergie libre due à la création de cette particule devient simple. Il suffit simplement d'additionner l'énergie libre volumique et l'énergie libre interfaciale, de la façon suivante;

Équation 2.11

$$\Delta G = \Delta G_s + \Delta G_V = 4\pi * R^2 \gamma - L \frac{\Delta T}{T_E} \frac{4}{3} \pi * R^3$$

Lorsque la particule est grosse, l'énergie libre de l'interface devient négligeable, comparativement à l'énergie libre volumique, puisqu'elle représente une faible fraction de l'énergie libre totale. mais ce n'est pas le cas lorsque la particule est très petite. De même, il serait surprenant que les atomes situés à la surface d'un très petit cristal aient une énergie supérieure à celle des atomes situés à la surface d'un gros cristal parce qu'une plus grande proportion d'entre eux occupent les arêtes et les sommets du cristal. L'énergie d'activation moyenne pour la capture des atomes par de petits cristaux est donc plus grande et la transformation inverse, soit de la phase solide vers la phase liquide est plus petite, comparée à un cristal de forte taille. Ceci implique que la température d'équilibre, à laquelle le taux d'arrivée d'atomes à l'interface est égal au taux de départ, est plus basse pour un petit cristal que pour un gros. [4,15,25]

La figure 2.5 présente la courbe décrite à l'équation 2.11, en fonction du rayon du germe. On constate que ΔG passe par un maximum. Cette valeur peut être calculée avec l'aide de la dérivée première que l'on égalise à zéro pour trouver le rayon R correspondant.

Équation 2.12

$$\Delta G_{MAX} = -L \frac{\Delta T}{T_E} \frac{4}{3} \pi r^{*3} + 4\pi r^{*2} \gamma$$

où

Équation 2.13

$$r^* = \frac{2\gamma T_E}{L \Delta T}$$

r^* étant le rayon critique de la particule. Par exemple, si la particule qui se forme est telle que son rayon R est plus grand que r^* , cela implique une diminution de ΔG_{TOTAL} provoquée par toute

augmentation du rayon R du germe. Par contre, si la nouvelle particule possède un rayon qui est inférieur à r^* , on obtient une augmentation du ΔG_{TOTAL} avec le grossissement de la particule, ce qui implique que le germe est énergiquement instable. Donc, toutes les particules de taille supérieure à r^* survivront et croîtront, alors que les particules ayant un rayon inférieur au rayon critique auront tendance à diminuer et à disparaître, en raison de l'instabilité associé à leur énergie libre totale. [4,11,15,23,25]

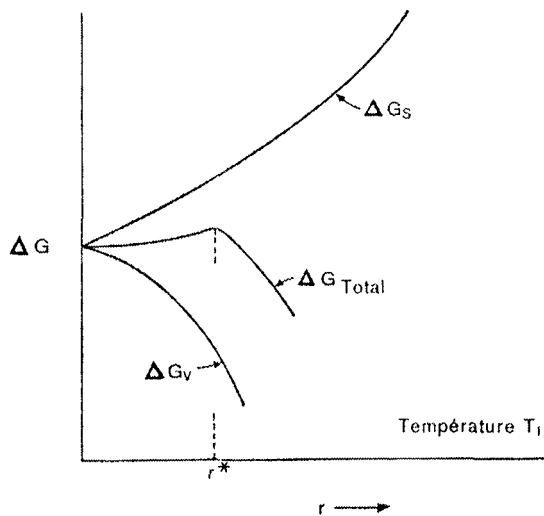


Figure 2.5 Variation de ΔG en fonction du temps

La valeur du rayon critique théorique de l'aluminium peut être calculée à partir de données théoriques. Puisque γ_{SL} , qui est l'énergie libre interfaciale entre la phase solide et la phase liquide, est à peu près égale à $93 \times 10^{-3} \text{ J/m}^2$ [18], et que la chaleur latente de fusion est à peu près égale à $1.07 \times 10^9 \text{ J/m}^3$ [2], le graphique de la figure 2.6 représente la valeur du rayon critique en fonction de la température.

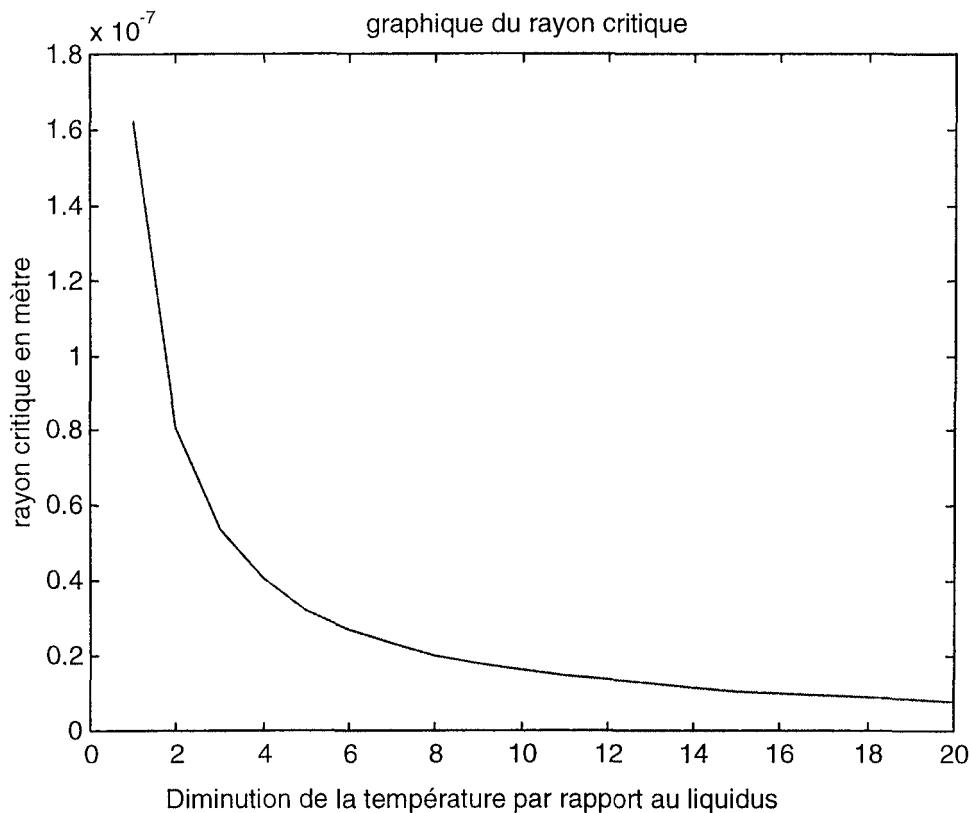


Figure 2.6 graphique du rayon critique en fonction de la variation de la température par rapport à la température du liquidus

Nous pouvons également modéliser la distribution des tailles, c'est-à-dire le nombre d'embryons par unité de volume en fonction de leur taille. L'équation suivante est la distribution de Boltzmann :

Équation 2.14

$$n_r = n_o e^{\frac{\Delta G_r}{kT}}$$

où n_0 est le nombre total d'atome dans le système, n_r est le nombre d'embryons de rayon r par unité de volume, k est la constante de Boltzmann (1.38×10^{-23} J / K) et ΔG_r est l'excès d'énergie libre associée à l'embryon et T est la température où la distribution de Boltzmann doit être effectuée (figure 2.7). [15,23]

Il est possible également de déterminer la vitesse de germination représentée par I , c'est-à-dire de déterminer le nombre de germes stables qui apparaîtront en fonction du volume et par unité de temps dans des conditions d'équilibre. Le taux de germination peut être dérivé de la distribution de Boltzmann qui représente le nombre d'embryons par unité de volume, à une température donnée.

Équation 2.15

$$I = f_o * c_o * e^{\frac{-A}{(\Delta T)^2}}$$

où

Équation 2.16

$$A = \frac{16\pi * \gamma_{SL}^3 * T_e^2}{3 * L^2 * k * T}$$

Dans cette équation, on définit f_o comme étant une fonction complexe qui dépend de la fréquence de vibration. Sa valeur est à peu près constante et de l'ordre de $10^{11} \text{ m}^5 * \text{sec/kg}$. C_o est la densité atomique de volume dans le liquide et est habituellement environ égale à 10^{29} atomes/ m^3 ; γ_{SL} est l'énergie libre interfaciale entre la phase solide et la phase liquide sa valeur

pour l'aluminium est d'approximativement $93 \cdot 10^{-3} \text{ J/m}^2$; L représente la chaleur latente, pour l'aluminium il est égal à environ $397 \cdot 10^3 \text{ J/kg}$. [15,23]

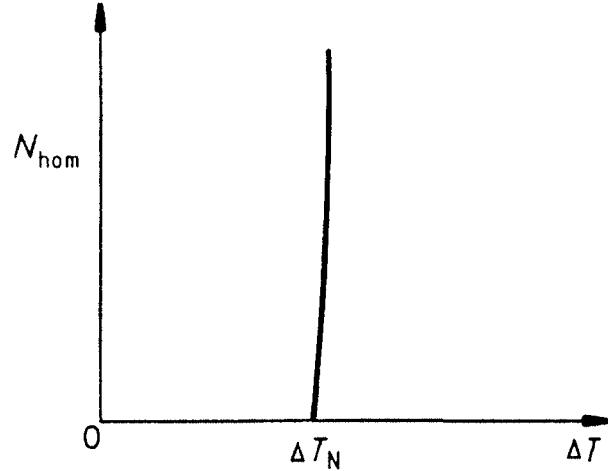


Figure 2.7 Distribution de Boltzmann

ΔT_N représente la température de surfusion critique pour la germination homogène où la vitesse de germination augmentera de façon exponentielle. Cette température est celle où la solidification aura le plus de chance de débuter.

2.3.4 Germination hétérogène

En pratique la germination homogène est rarement effective lors de la solidification d'un métal. La germination hétérogène existe lorsqu'il y a une imperfection dans le système. Ce défaut devient un site préférentiel pour la germination. La présence d'une imperfection crée une région de haute énergie, ce qui facilite la création d'un germe. Lorsque la germination se produit

sur une substance solide, par exemple le moule ou des impuretés insolubles dans le métal, la germination est du type hétérogène. Il est indispensable que l'agent étranger soit mouillé par le métal liquide pour initier ce mécanisme de germination. Pour mesurer la facilité qu'a un métal à se prêter à la mouillabilité, la technique de l'angle de contact est utilisée afin de caractériser la tension superficielle du métal. De plus, il est important que l'angle de contact entre la matière étrangère et le métal soit petit, ce qui signifie que le liquide se solidifie rapidement au contact de la substance étrangère. Quand des surfaces étrangères ont l'effet de diminuer l'énergie libre totale d'un germe pour une taille donnée, comparé au mécanisme homogène, la germination hétérogène sera énergiquement favorable. La condition nécessaire pour la prédominance du mécanisme hétérogène est que la tension superficielle entre le solide et le moule (γ_{SM}) soit plus petite que la tension superficielle entre le solide et le liquide. (voir figure 2.8) [15,23]

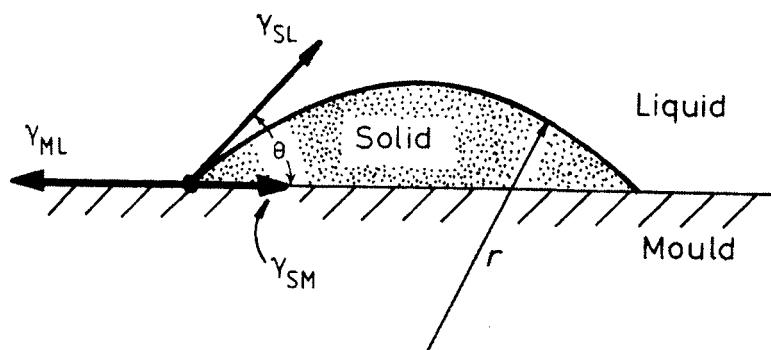


Figure 2.8 Paramètres pour le calcul d'un angle de contact

L'équation d'équilibre pour la tension superficielle dans le cas d'un germe solide formant un angle de contact avec le bord du moule parfaitement lisse est représenté comme suit :

Équation 2.17

$$\gamma_{ML} = \gamma_{SM} + \gamma_{SL} \cos \theta$$

ou encore,

Équation 2.18

$$\cos \theta = \frac{(\gamma_{ML} - \gamma_{SM})}{\gamma_{SL}}$$

où γ_{ML} est la tension superficielle entre le moule et le liquide, γ_{SM} la tension entre le solide et le moule et γ_{SL} , la tension entre le solide et le liquide.

La formation d'un embryon sur une surface hétérogène sera associée à un excès d'énergie libre donnée par l'équation suivante :

Équation 2.19

$$\Delta G_{het} = -V_s \Delta G_V + A_{SL} \gamma_{SL} + A_{SM} \gamma_{SM} - A_{SM} \gamma_{ML}$$

où V_s est le volume de la partie du métal solidifié sur la paroi, A_{SL} est l'aire de l'interface solide/liquide, A_{SM} est l'aire de l'interface solide/moule et ΔG_V est l'énergie libre volumique associée au métal solide. Cette équation est composée avec la contribution des trois énergies interfaciales. Le deuxième et le troisième terme de l'équation sont dus à la création de l'interface lors de la germination. Le dernier terme est dû à la destruction de l'interface moule/liquide sur l'aire du métal solide qui vient de se former. [15,23]

Il est possible, également, d'écrire l'équation en fonction du rayon et de l'angle de contact.

Équation 2.20

$$\Delta G_{het} = \left\{ -\frac{4}{3}\pi * r^3 * \Delta G_v + 4\pi * r^2 * \gamma_{SL} \right\} S(\theta)$$

où

Équation 2.21

$$S(\theta) = (2 + \cos \theta) * (1 - \cos \theta)^2 / 4$$

En dérivant, le résultat devient,

Équation 2.22

$$r^* = \frac{2\gamma_{SL}}{\Delta G_v}$$

et

Équation 2.23

$$\Delta G^* = \frac{16\pi * \gamma_{SL}^3}{3\Delta G_v^2} * S(\theta)$$

La comparaison entre la germination homogène et la germination hétérogène est illustrée à la figure 2.9; les variations d'énergie libre associés à ces deux modes de germination peuvent être exprimées par la relation suivante : [15,23]

Équation 2.24

$$\Delta G_{het}^* = S(\theta)^* \Delta G_{hom}^*$$

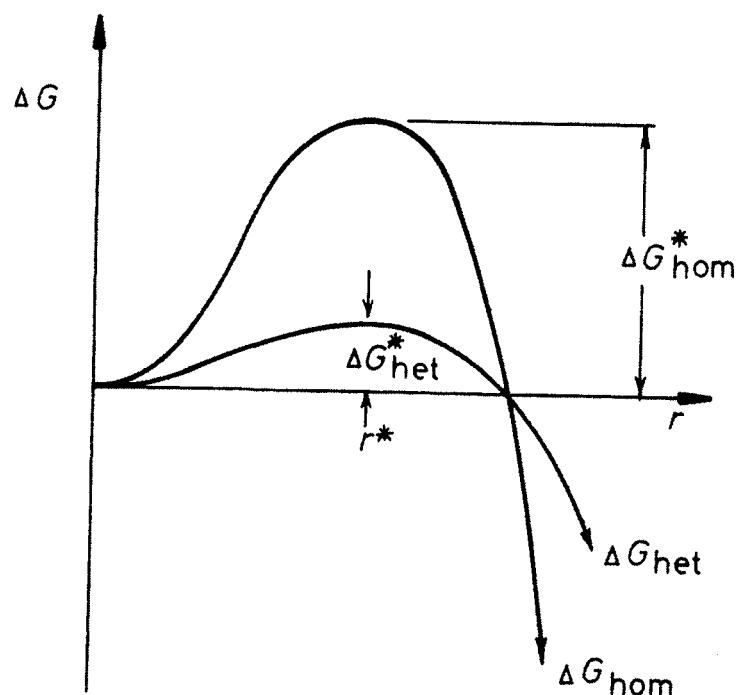


Figure 2.9 Comparaison entre l'énergie libre de la germination homogène et la germination hétérogène

La différence entre l'énergie libre de la germination homogène et l'énergie libre de la germination hétérogène se trouve dans l'ajout du terme θ , ce qui implique que la germination hétérogène possède une plus petite valeur d'énergie libre. Ainsi, la germination hétérogène a plus de chances de se produire que la germination homogène dans les mêmes conditions. Pour cette raison, la germination hétérogène est généralement le plus souvent observée, mais le rayon critique reste le même pour les deux types de germination.

2.4 La croissance des grains

2.4.1 Surfusion constitutionnelle

Le phénomène de croissance des grains s'explique par la migration des atomes de la phase liquide vers la phase solide. Le mode de croissance d'un grain est défini par le type d'interface solide / liquide. Il existe deux différentes structures atomiques pour créer la surface entre la phase liquide et la phase solide. L'interface solide / liquide appelée douce ou plate met à contribution une seule couche d'atomes faisant la démarcation entre les deux phases. L'interface solide / liquide appelée rugueuse ou à interface diffuse représente, quant à elle, un interface où la transition est composé de plusieurs couches d'atomes. [8,23]

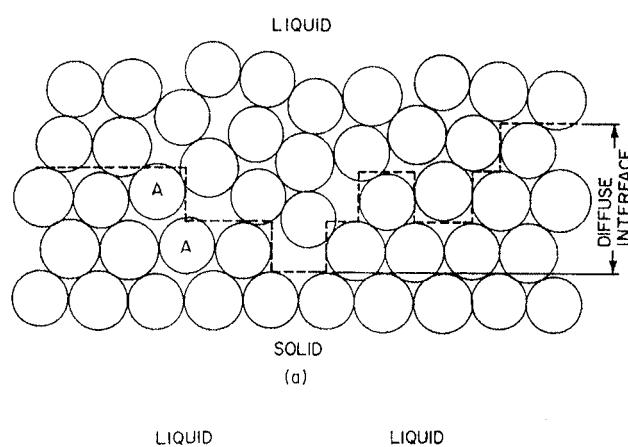


Figure 2.10 Description schématique des deux types d'interface a) empilement atomique sur une interface diffuse. b) interface diffuse. c) interface lisse

Dû à la différence dans la structure atomique des deux types d'interfaces, la croissance du grain peut prendre deux voies différentes. L'interface diffuse impliquera un processus de croissance continue alors que l'interface plate provoquera un processus de croissance latérale. Le processus de croissance des germes est expliqué dans la section suivante. [8,17,23]

Dû à la migration des atomes, la particularité du processus de croissance continue signifie que les atomes de la phase liquide peuvent être acceptés à tous les sites à la surface du grain solide. Dans ce cas, aucune direction de croissance en particulier n'est privilégiée. La croissance latérale, par contre, est créée par la présence de sites préférentiels pour les atomes se liant à la surface solide, ce qui formera une direction privilégiée pour la croissance du grain.

2.4.2 Structure de solidification

Lorsqu'un métal ou un alliage est coulé dans un moule avec lequel il n'est pas susceptible de réagir et que sa température est de beaucoup inférieure à la température d'équilibre, ou de solidification, le métal en contact avec le moule est très rapidement refroidi au-dessous de la température du liquidus. Dans ce cas, la surfusion est suffisante pour la germination d'un grand nombre de cristaux qui croissent ensuite dans le liquide environnant, sous forme de dendrites. Sur les parois du moule se crée un squelette de cristaux dendritiques dont la croissance augmente la température, en raison à la température latente libérée. Au fur et à mesure que la chaleur est évacuée, le squelette dendritique se garnit d'une masse solide et continue de croître dans des directions privilégiées. Ces cristaux sont habituellement petits et orientés au hasard. Ils constituent ce que l'on appelle la zone de trempe (ou chill zone) de la structure.

Le remplissage des espaces interdendritiques par la croissance d'une masse polycristalline continue fait apparaître une surfusion structurale lorsque le liquide s'y prête. Alors, les cristaux continuent de croître sous forme de dendrites. Plus l'axe de croissance dendritique est proche de la perpendiculaire à la paroi du moule (donc, aux isothermes), plus la

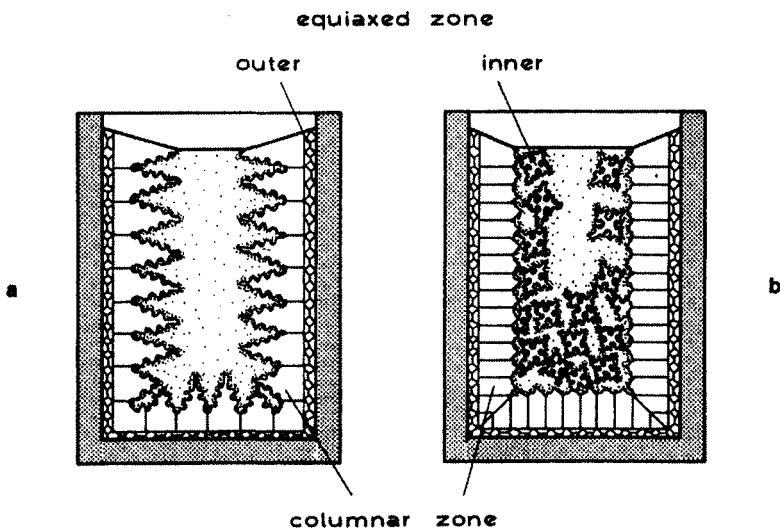


Figure 2.11 Représentation du processus de la solidification de métal sur les parois d'un moule.

surfusion nécessaire à la croissance est faible. Dans le solide formé, les cristaux dont l'axe dendritique est perpendiculaire aux isothermes vont s'élargir aux dépends des autres. Ceci est démontré à la figure 2.11, où plusieurs cristaux disparaissent peu à peu. Le nombre de cristaux diminue donc progressivement, leur taille augmente et la dispersion de leurs orientations est de plus en plus faible. L'explication du fait que les cristaux de la zone basaltique (columnar zone) ont leur axe de croissance dendritique perpendiculaire à la croissance du moule est donnée par le mécanisme de croissance sélective.

L'évolution du phénomène est limitée par la germination de nouveau cristaux dans le liquide restant. Cette germination se produit lorsque la surfusion structurale atteint une certaine valeur, variable suivant l'efficacité des catalyseurs de germination. Les nouveaux cristaux se développent d'abord en un squelette dendritique, et l'espace libre entre les cristaux se remplit ensuite par la progression d'une interface continue. Ces cristaux de forme équiaxe sont orientés au hasard : la zone se nomme zone équiaxe (ou central zone) et elle n'apparaît pas dans les métaux purs.

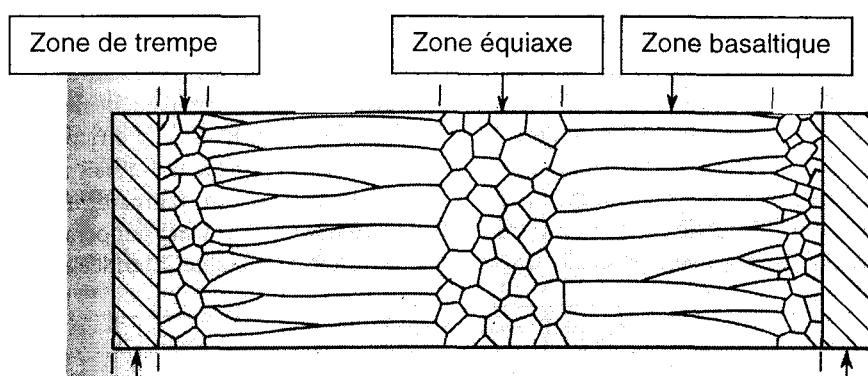


Figure 2.12 Représentation des différents types de zone se créant lors de la solidification

2.4.3 Directions cristallographiques préférentielles

Lorsqu'une protubérance apparaît par hasard sur l'interface, cette partie aura tendance à croître plus vite dans le liquide si son extrémité est dans une région où la surfusion est importante. Ainsi la chaleur latente qui se dégage va diminuer l'importance de la surfusion au niveau de l'interface principale.

Les protubérances, lors de la croissance latérale, se développent sous forme de pointes puisque la croissance du grain se développe dans une direction privilégiée. Cette direction suit la direction du flux de chaleur. Il est possible de faire une analogie avec une branche (qui devient un tronc) sur laquelle se développent de nouvelles branches. Cette structure ramifiée (figure 2.13) s'appelle dendrite. L'une des caractéristiques de ces dendrites est qu'elles croissent selon des directions cristallographiques bien déterminées. Lors de la croissance des cristaux, le gradient de température a été inversé pour donner naissance à une croissance dendritique, et le liquide a été décanté pour faire apparaître les dendrites qui en résultent. En dépit du fait que l'écoulement de chaleur est identique dans les cristaux, les orientations sont différentes. Dans chaque cas, les dendrites sont orientées dans la direction de l'arête du cube pour le cristal correspondant. Pour l'aluminium, l'axe privilégié est [001]. [4,11,15,23,25]

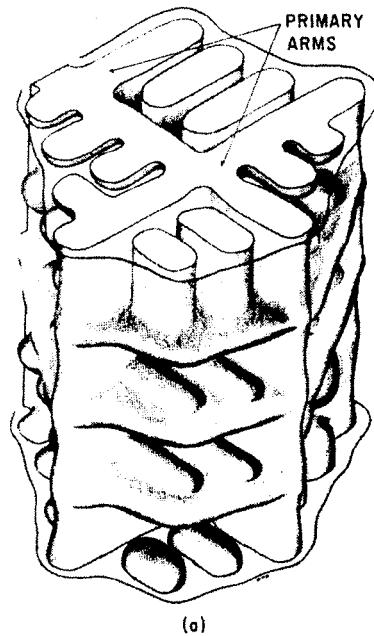


Figure 2.13 Représentation schématique de dendrites

2.4.4 Modèle pour taux de croissance des dendrites

Il est possible de déterminer la vitesse V de croissance de la pointe des dendrites en fonction de la différence entre la température de l'interface et la température de surfusion,

Équation 2.25

$$V \cong \frac{K_L}{L} * \frac{\Delta T}{r}$$

Où ΔT est $T - T_{\text{surfusion}}$, L est la chaleur latente de fusion, K est la conductivité thermique du liquide et r est le rayon de l'extrémité de la dendrite. La figure 2.14 représente la distribution des températures à l'extrémité de la dendrite. [23]

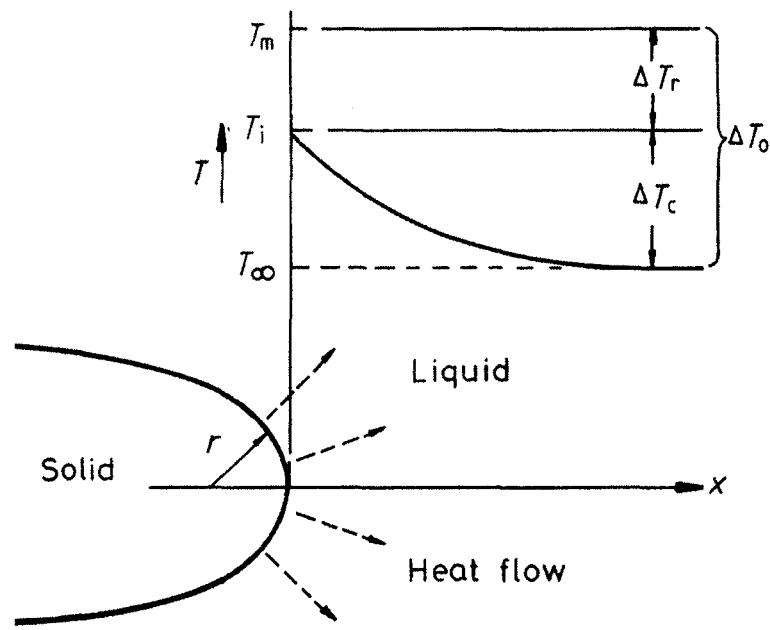


Figure 2.14 Variation de la température à l'extrémité d'une dendrite

2.5 Mesure par résistance électrique

La mesure de la taille des particules par la résistance électrique nécessite l'étude de la corrélation entre la résistance électrique créée par la particule et la taille de cette même particule. Cette section comprend la description de trois techniques de mesure, débutant avec une équation théorique idéale décrite à partir de la théorie de Maxwell. Ensuite, un facteur de correction est ajouté à l'aide de la méthode d'intégration. Finalement, une équation contenant un facteur faisant intervenir la perturbation créée par les lignes de champ est présentée.

2.5.1 Équation de Maxwell

Maxwell a conçu une équation permettant de mesurer la conductivité équivalente lorsqu'une particule de petite dimension est à l'intérieur d'un milieu liquide de conductivité différente. Ainsi, selon Maxwell [16], la conductivité équivalente est décrite par l'équation suivante :

Équation 2.26

$$\sigma_{équivalent} = \sigma_L \left(\frac{\sigma_s + 2\sigma_L - 2f(\sigma_L - \sigma_s)}{\sigma_s + 2\sigma_L + f(\sigma_L - \sigma_s)} \right)$$

où σ_L et σ_s sont respectivement la conductivité électrique du milieu liquide et celle du milieu solide. f représente la fraction de l'élément mesuré, composé de la phase solide (équation 2.28).

Puisque la résistivité ($\rho_i=1/\sigma_i$), l'équation 2.26 devient :

Équation 2.27

$$\rho_{équivalent} = \rho_L \left(\frac{\rho_L + 2\rho_s + f(\rho_s - \rho_L)}{\rho_L + 2\rho_s - 2f(\rho_s - \rho_L)} \right)$$

Pour la fraction solide, le calcul est décrit à l'équation 2.28. La fraction solide est définie comme étant le rapport du volume de la particule solide sur le volume total de l'orifice :

Équation 2.28

$$f = \frac{volume\ de\ la\ particule}{volume\ de\ l'orifice} = \frac{\frac{4}{3}\pi\left(\frac{d}{2}\right)^3}{\pi\left(\frac{D}{2}\right)^2 d} = \frac{2d^3}{3D^2L}$$

Ainsi, en substituant l'équation 2.28 dans l'équation 2.27, on obtient :

Équation 2.29

$$\rho_{equivalent} = \rho_L \left(\frac{\rho_L + 2\rho_s + \frac{2d^3}{3D^2L}(\rho_s - \rho_L)}{\rho_L + 2\rho_s - \frac{4d^3}{3D^2L}(\rho_s - \rho_L)} \right)$$

Pour connaître la variation de la résistance en fonction du diamètre de la particule, il suffit de soustraire la valeur de la résistance de l'orifice avec une particule à la valeur de la résistance dans l'orifice sans particule.

Alors, la variation de résistance devient :

Équation 2.30

$$\Delta R = \frac{4\rho_L L}{\pi D^2} \left[1 - \frac{k + 2 + \frac{2d^3}{3D^2L}(1-k)}{k + 2 - \frac{4d^3}{3D^2L}(1-k)} \right]$$

où k représente ρ_L/ρ_s . Ainsi, lorsque la particule est conductrice, on a $k>1$; dans le cas où la particule est non-conductrice k devient égale à zéro, ce qui donne

Équation 2.31

$$\Delta R_{non-conductrice} = \frac{4\rho_L L}{\pi D^2} \left[1 - \frac{2 + \frac{2d^3}{3D^2L}}{2 - \frac{4d^3}{3D^2L}} \right]$$

Par conséquent, il est possible de tracer sur un graphique l'équation 2.31 représentant une particule non-conductrice. Comme le représente la figure 2.15, la valeur de D utilisée est 300 μm et la résistivité de l'aluminium liquide et de l'aluminium solide sont respectivement 1E-7 $\Omega*\text{m}$ et 2.5E-7 $\Omega*\text{m}$.

Il est possible de faire des calculs semblables pour une particule conductrice, comme à la figure 2.16 en utilisant l'équation 2.30 avec une valeur de k égale à 2.5 et en utilisant les mêmes variables que pour la courbe de Maxwell décrivant une particule non-conductrice. Les résultats de tels calculs sont présentés à la figure 2.16.

Il est possible d'obtenir une approximation de l'équation de Maxwell, sous la forme d'une série : [5]

Équation 2.32

$$\rho_{équivalent} = \rho \left(1 + \frac{3}{2} f + \dots \right)$$

Le problème avec les équations de Maxwell est qu'elles considèrent le cas d'une petite particule dans un milieu liquide infini. Cette situation idéale ne reflète pas la réalité. Pour cette raison, un facteur de correction doit être ajouté. [16]

2.5.2 Méthode d'intégration

La méthode d'intégration utilise des tranches du cylindre contenant une particule à l'intérieur et en additionnant toutes ces tranches. Ainsi, la résistance créée par l'orifice sans la présence de particule est

Équation 2.33

$$\partial R_0 = \frac{\rho_L \partial x}{A}$$

où ρ_L représente la résistivité du milieu liquide, δx est une coupe infinitésimale dans la direction axiale de l'orifice cylindrique et A est l'aire totale de la section.

Ainsi, lorsqu'une particule est ajoutée dans l'orifice la résistance globale devient deux résistances en parallèle, soit la section contenant la particule plus la section composée du milieu liquide restant.

Équation 2.34

$$\partial R = \left(\frac{1}{\partial R_s} + \frac{1}{\partial R_L} \right)^{-1} = \left(\frac{a}{\rho_L \partial x} + \frac{A-a}{\rho_s \partial x} \right)^{-1}$$

où a est l'aire de la section de la particule et ρ_s est la résistivité de la particule solide. On peut exprimer les résistivités relatives du liquide et du solide par le rapport $k = \rho_L/\rho_s$. Lorsque la particule est non-conductrice, $k=0$, et lorsque la particule est conductrice, $k>1$.

Ainsi, en intégrant l'équation 2.34, on obtient :

Équation 2.35

$$\Delta R = \frac{4\rho_L}{\pi D} \left[-\frac{d}{D} - \frac{(k-1)^{-1}}{2\sqrt{(k-1)^{-1} + \left(\frac{d}{D}\right)^2}} \ln \left(\frac{\sqrt{(k-1)^{-1} + \left(\frac{d}{D}\right)^2} + \left(\frac{d}{D}\right)}{\sqrt{(k-1)^{-1} + \left(\frac{d}{D}\right)^2} - \left(\frac{d}{D}\right)} \right) \right]$$

Pour une particule non-conductrice, la valeur de la résistance prend la forme de l'équation 2.36, représentant l'équation 2.35, mais en attribuant à k la valeur 0. [1, 24]

Équation 2.36

$$\Delta R = \frac{-4\rho_L}{\pi D} \left[-\frac{d}{D} + \frac{\sin^{-1}\left(\frac{d}{D}\right)}{\sqrt{1-\left(\frac{d}{D}\right)^2}} \right]$$

La variation du voltage en fonction de la taille des particules non conductrices est présentée à la figure 2.15. Ce cas est particulier, car $D=300\mu\text{m}$ et le courant qui reste constant dans l'orifice est de 60 Ampères. La figure 2.16 illustre le cas où la particule est plus conductrice que le liquide ($k=2.5$).

L'équation 2.35, qui décrit la variation du voltage en fonction de la taille de la particule, ne prend pas en considération les perturbations créées par les lignes de champ. Il est donc utile d'ajouter un autre facteur de correction.

2.5.3 Méthode LIMCA

Lorsqu'une particule circule à l'intérieur d'un orifice et que l'on mesure le voltage entre les deux extrémités, la variation de ce voltage sera représenté par l'équation suivante :

Équation 2.37

$$\Delta V = \frac{4 \rho d^3 I}{\pi D^4}$$

où ΔV est la variation du voltage mesurée, ρ est la résistivité électrique (pour l'aluminium sa valeur est de $25*10^8 \Omega\bullet m$), d est le diamètre de la particule, D est le diamètre de l'orifice et finalement I est le courant appliqué entre les deux électrodes. Il est possible d'en faire la démonstration à partir d'une relation proposée par Maxwell pour déterminer la résistivité équivalente. [5]

Équation 2.38

$$\rho_{équivalent} = \rho \left(1 + \frac{3}{2} f + \dots \right)$$

où f est la fraction du volume occupé par la sphère. Pour un cylindre de longueur L et de diamètre D rempli d'un fluide conducteur, la résistance est égale à :

Équation 2.39

$$R_1 = \frac{\rho L}{A} = \frac{4\rho L}{\pi D^2}$$

Lorsqu'une sphère de diamètre d est introduite dans le cylindre, la valeur de f devient :

Équation 2.40

$$f = \frac{V_{sphère}}{V_{cylindre}} = \frac{2d^3}{3D^2L}$$

En substituant l'équation 2.38 dans 2.40 et 2.39, la résistance du cylindre avec une particule non-conductrice à l'intérieur devient :

Équation 2.41

$$R_2 = \frac{4\rho L}{\pi D^2} \left(1 + \frac{d^3}{D^2 L} + \dots \right)$$

En soustrayant l'équation 2.39 de 2.41, l'équation pour la variation de résistance devient :

Équation 2.42

$$\Delta R = \frac{4\rho d^3}{\pi D^4} + \dots$$

Puisque $\Delta V = R * I$, l'équation devient

Équation 2.43

$$\Delta V = \frac{4 \rho d^3 I}{\pi D^4} + \dots$$

En comparant les résultats de cette équation avec les résultats expérimentaux (voir référence 6), il devient évident qu'il faut ajouter un facteur de correction qui prend la forme de l'équation 2.44. [6,10] :

Équation 2.44

$$f\left(\frac{d}{D}\right) = \left[1 - 0.8\left(\frac{d}{D}\right)^3\right]^{-1}$$

Ainsi pour une particule non-conductrice l'équation utilisé est la suivante :

Équation 2.45

$$\Delta R = \frac{4\rho d^3}{\pi D^4} * \left[1 - \frac{0.8d^3}{D^3}\right]^{-1}$$

Pour une particule conductrice il est nécessaire d'ajouter un autre facteur de correction développé par Deblois et Bean. [D] Ce facteur de correction, faisant intervenir le rapport des résistivité des deux milieux représenté par k , est décrit à l'équation 2.46. Aucune justification physique n'a été donnée pour cette correction.

Équation 2.46

$$\Delta R = \frac{4\rho d^3}{\pi D^4} * \left[1 - \frac{0.8d^3}{D^3} \right]^{-1} * \left[\frac{2-2k}{2+k} \right]$$

La conductivité de l'aluminium est évaluée, en théorie, à $1*10^{-7} \Omega*m$, lorsqu'il est à l'état solide. À l'état liquide, sa conductivité chute jusqu'à $2.5*10^{-7} \Omega*m$. La différence de conductivité entre l'aluminium solide et l'aluminium liquide est relativement faible, comparé à celle entre l'aluminium liquide et certaines inclusions non conductrice, comme certains oxydes.

[I, F]

De façon théorique, il est possible de développer plusieurs équations qui nous permettent de calculer le diamètre d'une particule conductrices ou conductrice en fonction de la variation du voltage qu'elle peut provoquer. À partir d'un élément de résistance créé par une particule, il est possible de former une équation régissant le voltage en fonction du diamètre de la particule, comme celle décrite aux sections précédentes.

2.5.4 Comparaison des différentes méthodes

La figure 2.15 représente les courbes exprimant la taille des particules non conductrices en fonction de la variation du voltage. Ces courbes ont été obtenues à l'aide des équations 2.31, 2.36 et 2.45; un courant de 60 ampères a été utilisé dans les calculs permettant de traduire les

variations de résistance en voltage. Le diamètre de l'orifice du tube a également été fixé à 300 μm .

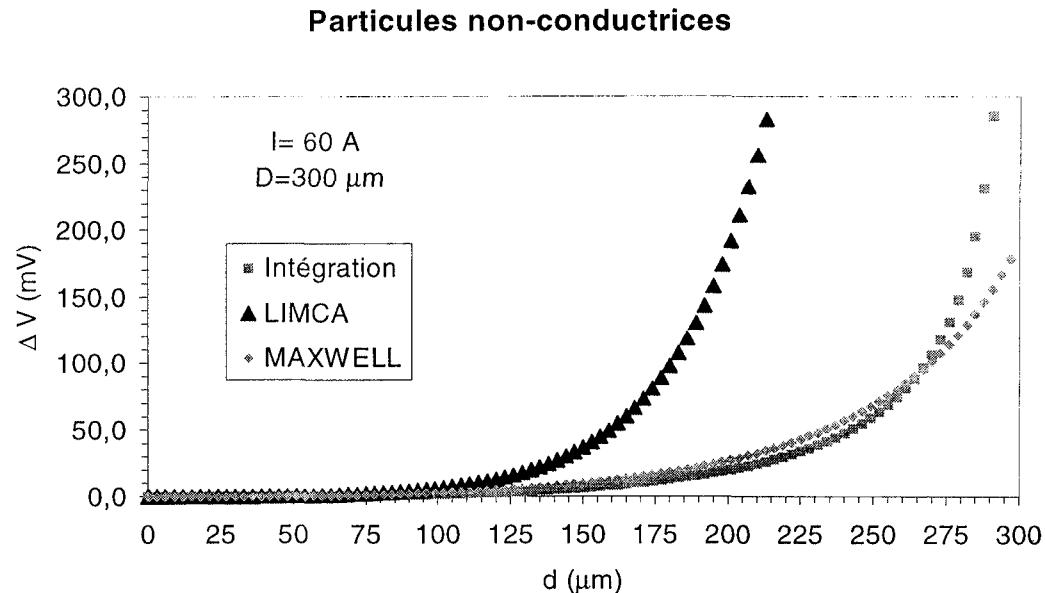


Figure 2.15 Modélisation de la variation de voltage créée par une particule non-conductrices suivant les trois méthodes de calcul; Maxwell, la méthode d'intégration et la méthode utilisé pour le LIMCA.

La figure 2.16, quant à elle, représente les courbes des tailles des particules en fonction de la variation du voltage. Dans ce cas, on a utilisé les équations 2.30, 2.35 et 2.46 pour tracer les courbes. On a également utilisé les mêmes paramètres que précédemment pour le courant et le diamètre de l'orifice.

Particules conductrices

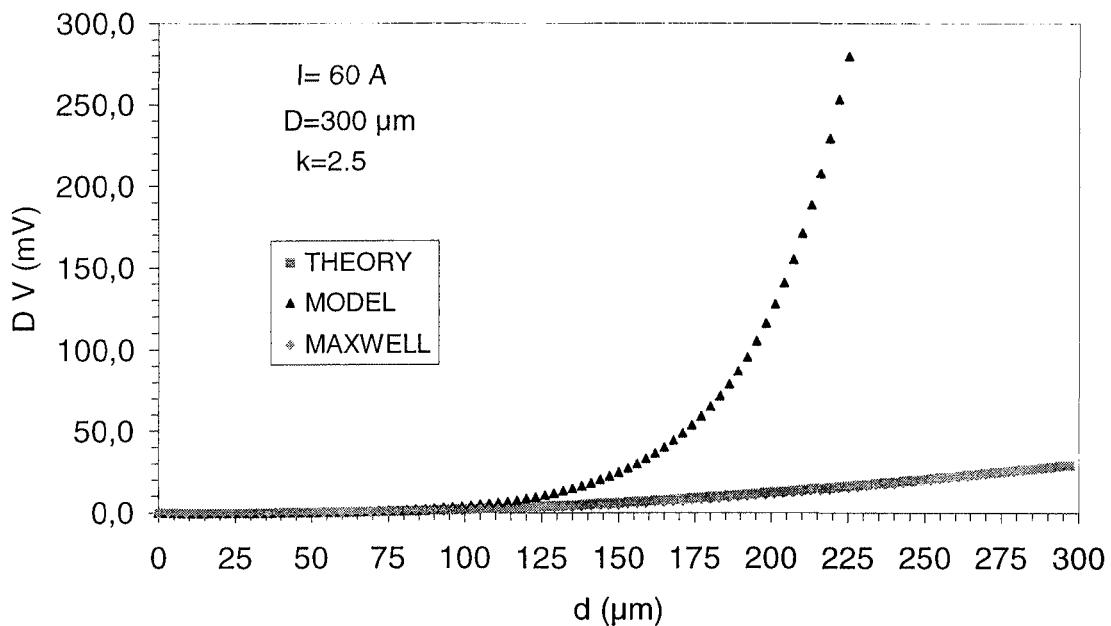


Figure 2.16 Modélisation de la variation de voltage créé par une particule conductrice suivant les trois méthodes de calculs; Maxwell, la méthode d'intégration et la méthode utilisé pour le LIMCA.

Chapitre 3

Procédure expérimentale

3.1 **L'alliage**

L'alliage utilisé pour ce projet est l'aluminium-4 %poids silicium. Le silicium, à cette concentration hypoeutectique, est utilisé pour ses effets sur l'aluminium [21]. À l'état liquide, il rend l'aluminium plus fluide, lui conférant ainsi une excellente coulabilité. Pour le projet, cette qualité du métal est un facteur important dû à la nécessité de faire circuler le métal dans un orifice de petite taille. De plus, le silicium est l'élément d'alliage le plus utilisé pour les alliages de fonderie à base d'aluminium (casting alloys).

La fabrication de l'alliage se fait à l'intérieur d'un creuset. Le mélange s'effectue avec 16 kg d'aluminium et 680g de silicium. L'aluminium utilisé pour la fabrication de l'alliage possède une pureté de 99.5%. Il est important lors de la fusion que les métaux soient bien homogénéisés en mélangeant l'élément d'alliage à l'aide d'une louche. Une seule série de lingots a été nécessaire pour réaliser les expériences de ce projet, ce qui a limité les variations de composition d'un essai à l'autre. L'analyse chimique de l'alliage, obtenue par fusion dans un creuset, est présentée au tableau 3.1.

Tableau 3.1. Composition de l'alliage aluminium-silicium

Élément	Fe	Si	Ti	Ga	V	Al
Pourcentage ($\pm 0.01\%$)	0.06	3.89	0.003	0.009	0.004	Bal.

La température du liquidus pour l'alliage d'aluminium-4 %poids silicium, déterminée à partir d'un diagramme de phases (comme à la figure 2.2), est de $634 \pm 1^\circ\text{C}$. De la même façon, il est possible de déterminer la valeur de la température du solidus, qui est la même que l'eutectique, soit $577 \pm 1^\circ\text{C}$.

3.2 **Description du LIMCATM**

L'utilisation du LIMCA a débuté vers 1982, mais la première installation en industrie ne s'est produite qu'en 1986. La technique du LIMCA est basée sur le principe de la variation de la résistance électrique. Elle est utilisée pour mesurer les particules ayant une conductivité différente de celle du métal dans lequel on les retrouve. On les appelle inclusions si elles sont de constitution différente du métal en présence, et germe si ce sont des particules produites par la solidification du métal en traitement. Le métal liquide, à caractériser, passe dans un orifice ayant un pourtour isolé électriquement. L'appareil possède une tête qui a deux électrodes, l'une étant située à l'intérieur d'un tube d'essai en verre (borosilicate) et l'autre à l'extérieur du même tube. On appliqua un potentiel entre les deux électrodes de 6 volts qui est produit par une batterie. Le tube d'essai, possédant un petit orifice dont la taille varie de 150 à 500 μm sur le côté inférieur, est immergé dans le métal liquide. Par application d'un cycle de pression positif et négatif, un volume de métal de 10ml, avec une précision de 2ml, circule par l'orifice du tube à une

fréquence constante (environ une minute pour faire un cycle complet). Les particules plus ou moins conductrices qui passent dans l'orifice font varier le voltage aux bornes des deux électrodes. Ces variations sont amplifiées, comptées et classifiées selon leurs amplitudes. Ces valeurs permettent de caractériser l'échantillon en terme du nombre approximatif de particules (exprimé en K/kg, soit par exemple mille inclusions par kilogramme) et de la distribution de taille de ces mêmes particules. Le système d'acquisition est expliqué plus en détail dans les paragraphes du chapitre 3. Les acquisitions prises avec le LIMCA doivent être analysées. L'ordinateur intégré dans le LIMCA accumule les différences de voltage créées lors du passage du métal dans l'orifice. Les données sont par la suite transmises à un logiciel qui classe ces dernières, par région délimitée, par des valeurs de taille.

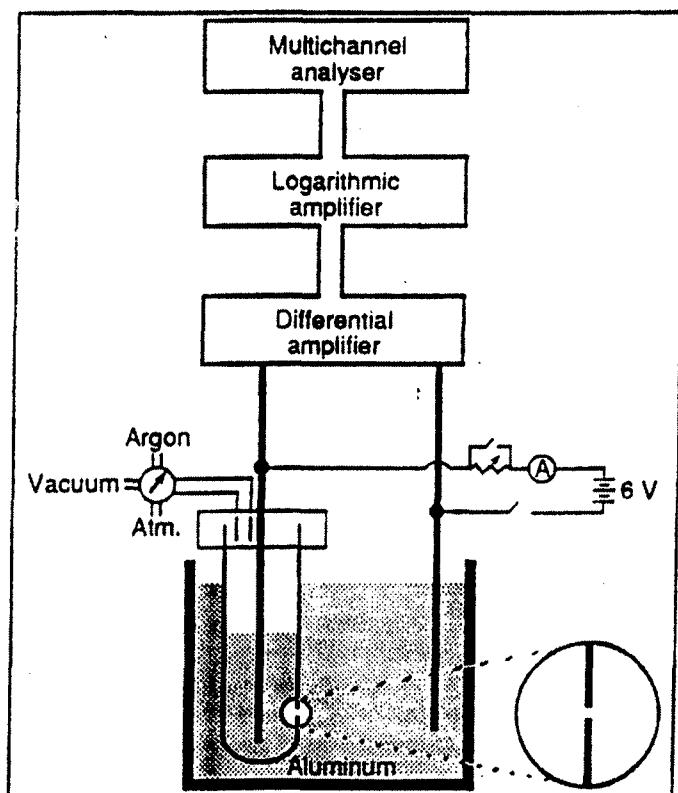


Figure 3.1. Schéma du système électrique du LIMCA.

La variation du voltage ΔV due au passage de la particule dans l'orifice subit plusieurs transformations avant d'être analysée. Le signal créé par la particule est de l'ordre du millivolt. Ainsi, le bloc amplificateur différentiel amplifie mille fois le signal pour avoir une meilleure résolution. Conséquemment, le bruit de fond est augmenté. Par la suite, le signal est transféré au deuxième bloc où l'amplification logarithmique s'effectue. La transformation est décrite par la relation suivante :[3]

Équation 3.1

$$V_{\text{logarithmique}} = 3.333 * \text{LOG}(V_{\text{in}} * 1000) + 6.666$$

où v_{in} est le voltage mesuré entre les deux électrodes et amplifié et $V_{\text{logarithmique}}$ est le voltage analysé par le LIMCA™

Le signal est finalement multiplié par 32 avant d'être envoyé à l'ordinateur qui classe les données en les plaçant dans la plage ou la mémoire appropriée. La figure 3.2 montre de façon schématique les interrelations entre les différentes composantes du LIMCA et les appareils utilisés lors des expériences.

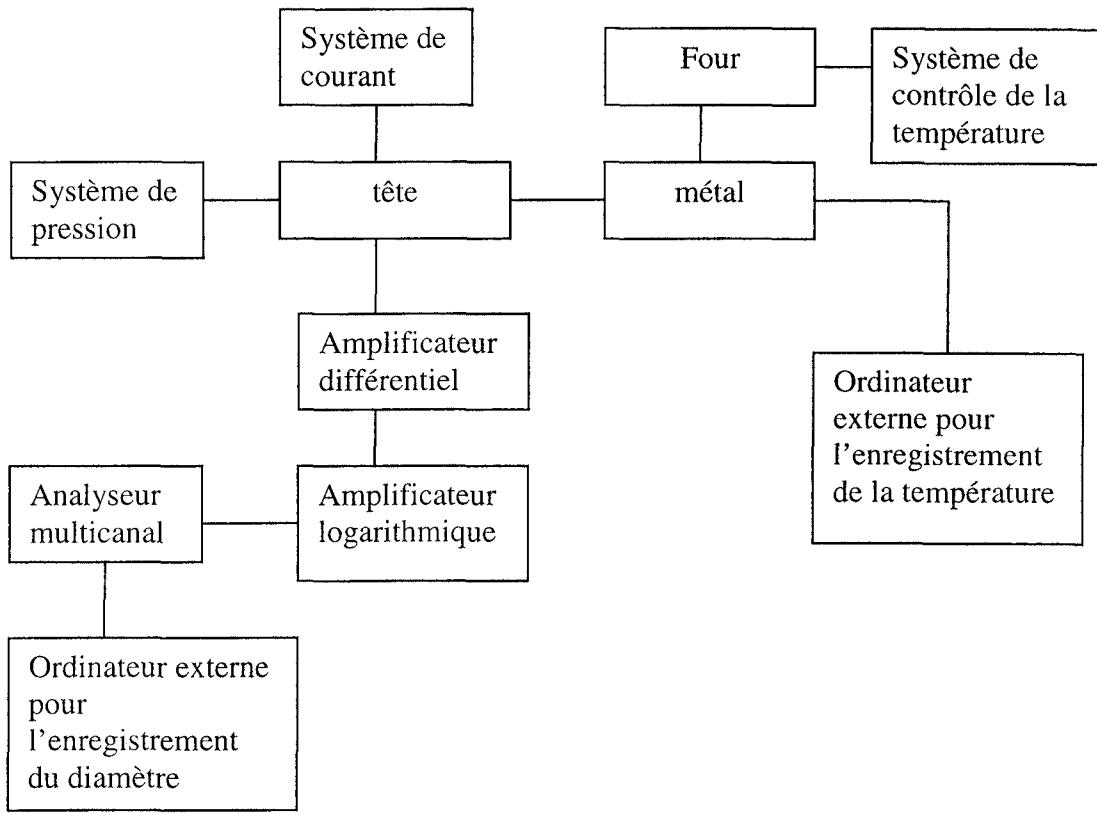


Figure 3.2 Schéma de fonctionnement du LIMCA™ et de son environnement.

L'alliage expérimental est fondu dans un four ayant son propre système de contrôle de température. La température du métal est enregistrée par un ordinateur externe à l'aide d'un thermocouple de type K (thermocouple constitué de chromel-alumel ayant une précision au températures utilisées de $\pm 0.75\%$) qui est directement implanté dans le métal. En plus, deux thermocouples sont placées près de l'orifice à l'intérieur et à l'extérieur du tube. Une autre mesure de température est acquise par la tête du LIMCA™. Comme le montre la figure 3.1, la tête du LIMCA™ possède un système de pression et un système d'application de courant

électrique nécessaire à la prise de mesure. La valeur du courant est de 60 Ampère. Le signal mesuré par le LIMCA doit subir une transformation pour permettre d'obtenir la taille des particules qui a circulé dans l'orifice du tube.

L'amplitude du signal est insérée dans l'équation décrite au chapitre 2, équation 2.43, pour en déduire le diamètre de la particule :

Équation 3.2

$$d = \sqrt[3]{\frac{\Delta V * \pi * D^4}{4 \rho * I}}$$

où d est le diamètre de la particule, ΔV est la variation de voltage mesuré par le LIMCA lors du passage de la particule dans l'orifice, D est le diamètre de l'orifice, ρ est la résistivité du métal liquide environnant la particule, et finalement, I est le courant appliqué entre les deux électrodes.

La valeur du signal, après avoir été classé par l'analyseur multicanaux, possède une incertitude de ± 2 Volts. Pour cette raison, il est important de bien calibrer l'analyseur multicanaux pour diminuer le plus possible les erreurs de lecture. Le calibrage électrique s'effectue à l'aide d'un calibreur qui est mis en contact avec les deux électrodes et qui produit des impulsions électriques de voltages connus.

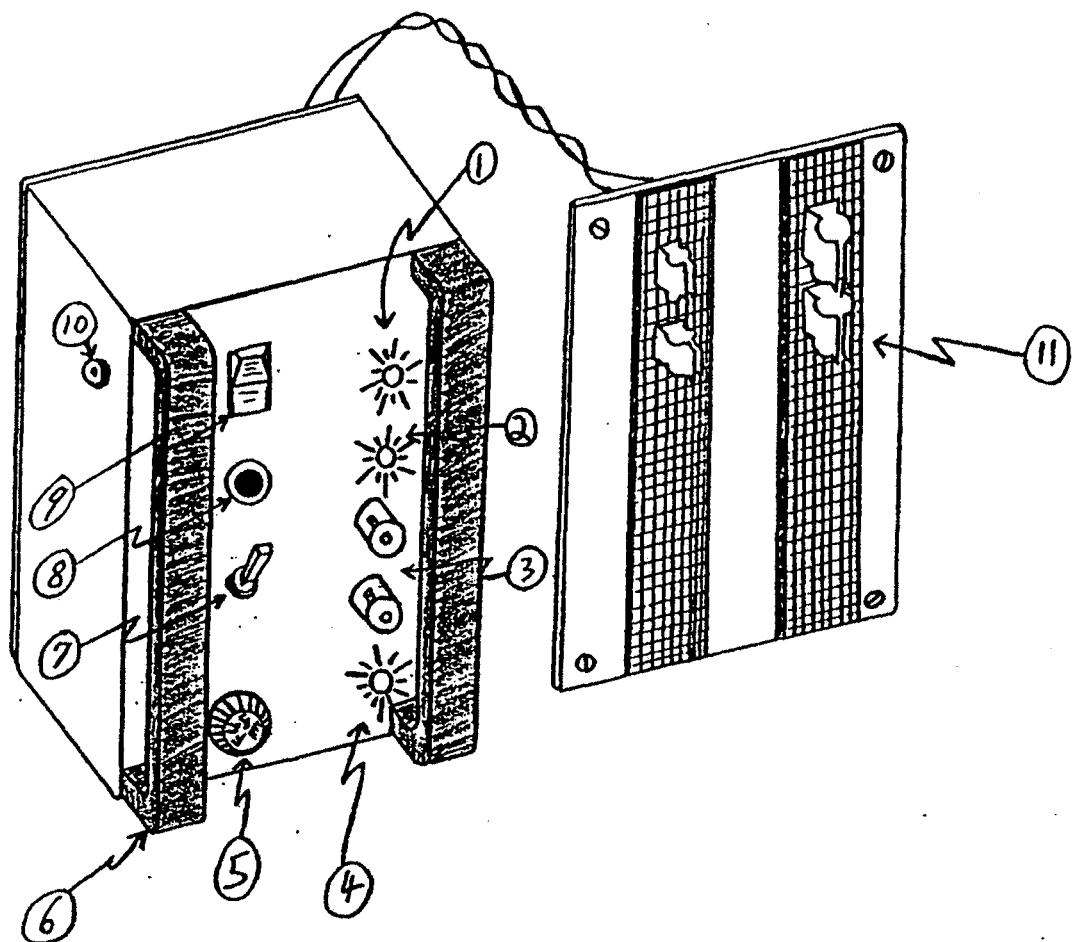


Figure 3.3 Schéma du calibreur du LIMCA.

Le tableau 3.2 présente les valeurs de voltage expédiées par le calibreur et les valeurs obtenues lors de la lecture par le LIMCA.

	R0 μm	R1 μm	R2 μm	R3 μm	R4 μm	R5 μm	R6 μm	R7 μm	R8 μm	R9 μm
Valeur théorique	2.8	5.3	5.4	5.4	0	5.4	0	5.4	16.2	37.8
Valeur calibrage	5.2	5.1	5.4	5.4	0	5.4	0	5.4	16.2	37.5

Tableau 3.2. Valeur des données théoriques et expérimentales du calibrage des impulsions électriques mesurées par le LIMCA.

La précision sur le courant circulant entre les deux électrodes est de ± 1 ampère. Cette valeur est utilisée directement par le LIMCA pour calculer la taille de la particule (voir équation 3.2). De plus, il est important de connaître l'incertitude sur la pression qui est de ± 0.2 psi. Cette valeur donne un indice sur la vitesse d'écoulement du métal liquide qui circule dans l'orifice.

La précision doit être également vérifiée pour la température mesurée par les thermocouples liés à la tête; cette précision est de ± 0.7 °C pour des valeurs prises entre 0°C et 1370°C. La précision pour le thermocouple au centre du creuset est de ± 2 °C. Les valeurs de température sont utiles puisqu'elles indiquent à quelle étape de la solidification du métal les mesures sont acquises.

Le LIMCA ne détecte pas les germes lors de leur formation; il faut attendre qu'ils aient atteint un rayon de 10μm pour être détectables. Le seuil de détection de l'appareil ne peut repérer

une particule inférieure à cette dimension. Cette limite est due à l'interférence créée par les bruits électriques autour et par l'appareil.

3.3 *modification sur le LIMCA*

Pour la mesure des particules conductrices, il a été nécessaire de faire quelques modifications sur le LIMCA. La plus importante a consisté à inverser la polarité des électrodes pour transformer les variations positives de voltage en variations négatives afin de permettre à l'instrumentation du LIMCA de mesurer les particules conductrices. La variation de voltage mesurée par le LIMCA est représentée par une trace sur un oscilloscope, tel que montré à la figure 3.4.

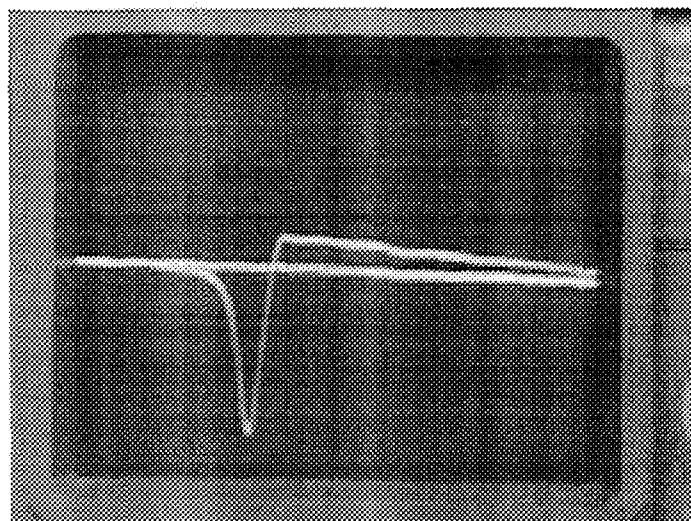


Figure 3.4 pic créé par la différence de résistance électrique entre l'aluminium solide et liquide mesurée à l'aide du LIMCA.

3.4 procédures expérimentales

L'expérience commence lorsque la température du métal est équilibrée à 680°C. Avant de l'immerger dans le métal liquide, il est important de faire chauffer le tube du LIMCA, afin d'éviter de le fracturer par choc thermique. Lorsque la température du tube a atteint 650°C, le tube doit être abaissé pour permettre à la partie inférieur d'être en contact avec le métal liquide. Le fond du tube est toujours positionné à la même profondeur dans le métal. Dès que la température a atteint 640°C, le tube est immergé dans le métal et les acquisitions commencent. L'aspiration du métal est fait à l'aide d'une pression négative. Le métal est par la suite expulsé du tube par une force exercée par une pression positive créée à l'aide d'argon comprimé. Il faut s'assurer que les deux électrodes sont en contact avec l'aluminium pour permettre à l'appareil de faire un conditionnement, c'est-à-dire une augmentation rapide et importante du courant circulant entre les électrodes, ce qui permet d'augmenter la mouillabilité entre le verre et le métal, et également de mettre sous forme liquide le métal qui a pu se solidifier au contact du verre composant le tube.

Deux procédures d'acquisition de données ont été utilisées pour ce projet : une expérience à acquisition ponctuelle et une expérience à acquisition continue.

La première procédure, l'expérience à acquisition ponctuelle, a un déroulement assez simple. La température du métal est ajustée à la valeur désirée. Lorsque cette température est atteinte, l'acquisition est prise, après avoir conditionné l'appareil, selon les détails donnés précédemment. Finalement, une fois l'acquisition de données terminée, le tube est vidé de son métal. Le transfert des résultats est ensuite effectué vers un autre ordinateur permettant

l'affichage et la manipulation des données sur un tableur. Ainsi, une seule série de mesures est prise par expérience.

La seconde procédure expérimentale est dénommée l'acquisition continue. Le début des acquisitions se fait à une température, pour le métal, oscillant autour de 641°C. Le liquidus qui est la ligne délimitant, sur le diagramme de phase, le début de la formation de la phase solide est d'une valeur de $634 \pm 1^\circ\text{C}$. Ainsi, les premières mesures permettront de voir apparaître des particules lors de la solidification du métal.

Par la suite, les acquisitions sont séquentielles pendant la chute de température du métal. L'appareil est conditionné entre chaque acquisition. L'expérience est poursuivie jusqu'à ce que la mesure devienne impossible, dû au blocage de l'orifice du LIMCA par du métal devenu trop visqueux. À ce moment, le tube a été retiré du métal et les données ont été transférées à un autre ordinateur.

Les données obtenues par le LIMCA sont classées par plage de taille de particules. Le tableau 3.3 donne les valeurs des limites de chaque régions. Ainsi, 9 régions ont été créées pour permettre la classification des particules mesurées.

Les températures lues par les thermocouples sont enregistrées par le système d'acquisition de température et il est facile d'utiliser ces résultats en les transférant par exemple sur un tableau.

Région	Début (μm)	Fin (μm)
R0	0	15
R1	15	20
R2	20	30
R3	30	40
R4	40	50
R5	50	60
R6	60	70
R7	70	80
R8	80	100
R9	15	300

Tableau 3.3 Description des plages pour la mesures des particules acquises à l'aide du LIMCA.

Deux systèmes d'acquisition ont été utilisés dans le cadre de ce projet. Le premier, utilisé au tout début, est le « Strawberry tree ». Le second ,utilisé beaucoup plus, est Labview.

L'avantage du système « Strawberry tree » est de nous informer à la fois du temps écoulé et des températures captées par les thermocouples. Cette lecture se fait sur l'écran de l'ordinateur. Il est également possible d'y faire apparaître un graphique, dessiné en direct, représentant les différentes températures en fonction du temps. Par contre, il existe un inconvénient de taille relié à l'emploi de ce système, puisqu'il est impossible d'obtenir les données des thermocouples lorsque le four est en fonction dû à une interférence électrique. Ainsi, lorsque le métal est chauffé, l'augmentation graduelle de la température est inobservable.

Le système Labview, le système d'acquisition de température le plus fréquemment utilisé pour ce projet, permet d'obtenir des renseignements sur la température même lorsque le four est en fonction. Pour cette raison, le choix s'est fixé sur ce système plus polyvalent. Un léger inconvénient s'ajoute à ce système puisqu'il ne permet pas la lecture à l'écran de la valeur du temps écoulé depuis le début de l'expérience, ce qui a empêché de tracer le graphique de la température en fonction du temps à l'écran et qui ne permet pas de suivre la solidification du métal en simultané.

Avec ce système, l'acquisition des températures se fait à une fréquence de 1 Hz. Le système mesure 20 valeurs et en calcule la moyenne, ce qui permet d'acquérir une courbe de température beaucoup plus stable comparativement à l'autre système.

Les tubes , pour ces expériences, sont composés de borosilicate. Le borosilicate est un matériau résistant à la chaleur et est un très bon isolant électrique, ce qui lui confère les qualités

requises pour cet emploi. Le diamètre de l'orifice des tubes peut varier, mais ceux utilisés dans ce projet avaient une taille de $300\mu\text{m}$ et de $500 +/- 5 \mu\text{m}$.

Pour certaines expériences, des tubes d'aluminosilicate ont été utilisés. L'avantage de ces tubes est que leur mouillabilité avec l'aluminium liquide est supérieure. Par contre, un inconvénient de taille rencontré avec les tubes d'aluminosilicate est qu'ils sont très fragiles aux chocs thermiques et leur coût est grandement supérieur à celui du tube de borosilicate.

3.5 **Métallographie**

Afin de valider la technique du LIMCA, il est indispensable d'effectuer une mesure indépendante de la taille des grains d'aluminium. Pour cette raison, des échantillons métallographiques sont préparés dans ce projet. La technique consiste, en premier lieu, à faire solidifier rapidement le métal à l'aide d'un appareil nommé « ragon ». Ce dernier est un appareil qui sert à aspirer le métal dans une tige de verre et à le faire solidifier immédiatement en le plongeant dans l'eau froide.

Une coupe verticale est effectuée sur la tige refroidie et un polissage est réalisé sur la pièce. Une attaque chimique au HF 0.5% est exécutée pour faire apparaître les grains. Une attaque électrolytique est effectuée également sur une pièce de métal solidifié sur « ragon » pour permettre une meilleure vision des grains.

Chapitre 4

Résultats

Dans ce chapitre, les résultats de plusieurs expériences seront décrits, ainsi que certains tests relatifs à la caractérisation de l'alliage d'aluminium-4%pondéral de silicium. Dans les deux prochaines sections de ce chapitre, les courbes de refroidissement et de réchauffement dans différentes conditions ayant subit des perturbations causées par les mesures de la taille des grains seront rapportées. Ces courbes permettront de préciser les conditions expérimentales dans lesquelles les mesures ont été prises. Les résultats obtenus sur la taille des grains, mesurés à l'aide d'un orifice de diamètre donné du tube du LIMCA™ feront l'objet de graphiques et ce, en fonction du type de mesures prise, soit en continu et ponctuelles. Finalement, des résultats d'observations métallographiques seront présentés avec les photos des grains obtenus à différentes températures.

4.1 Détermination expérimentale du liquidus et du solidus

La première étape pour caractériser l'alliage est d'utiliser la courbe de refroidissement et de fusion pour obtenir la valeur du liquidus et du solidus. La solidification de l'alliage d'aluminium-4%pondéral de silicium a été réalisée à deux taux de refroidissement distincts, dépendant de l'ouverture laissée sur le couvercle du four. Le premier taux de refroidissement pouvant être qualifié de solidification lente a une vitesse moyenne de solidification de $1.5 \pm 0.1^\circ\text{C}/\text{min}$. L'erreur sur la vitesse de refroidissement

est déterminée à partir des incertitudes sur les valeurs utilisées pour le calcul de la pente. Pour déterminer la vitesse de solidification, il faut calculer la valeur de la pente de la courbe. De plus, à partir de la courbe de refroidissement, il est possible de déterminer la valeur de la température du liquidus. Pour ce faire, il est nécessaire de prendre la valeur de la température du plateau atteint par la courbe. Ce plateau correspond à l'émission de chaleur latente qui signale le début de la solidification telle que décrit à la section 2.2. À la figure 4.1, une représentation typique d'une courbe de refroidissement est présentée.

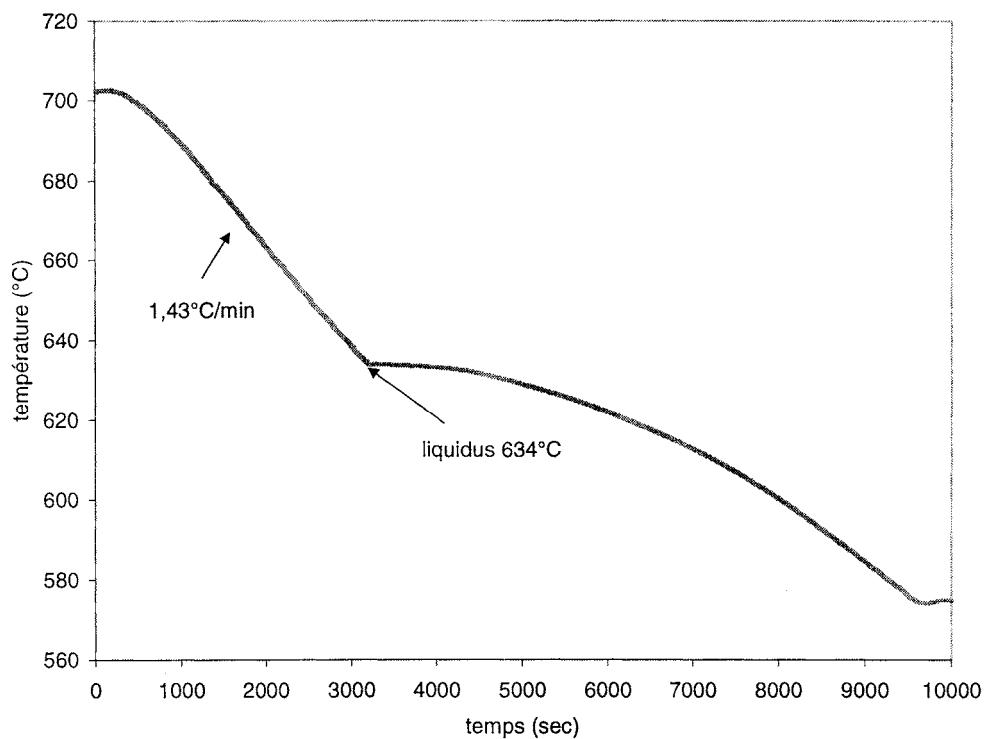


Figure 4.1. Courbe de refroidissement lente de l'alliage d'aluminium-4%pondéral de silicium.

À partir de cette courbe, il est possible de déduire le liquidus qui se situe à $634 \pm 2^\circ\text{C}$. L'erreur sur la mesure du liquidus est déterminée à partir des variations de la courbe. La

valeur du liquidus déduite expérimentalement correspond à la température qui a été fixée à partir du diagramme de phase, c'est-à-dire de $634 \pm 1^\circ\text{C}$ (voir section 3.1).

Le second type de courbe de refroidissement qui est qualifié d'un peu plus rapide a une vitesse de refroidissement d'une valeur moyenne de $1.8 \pm 0.1^\circ\text{C}/\text{min}$. Cette expérience s'est produite en enlevant certaine plaques de réfractaire au-dessus du four. Une courbe de refroidissement typique pour cette condition est représentée à la figure 4.2.

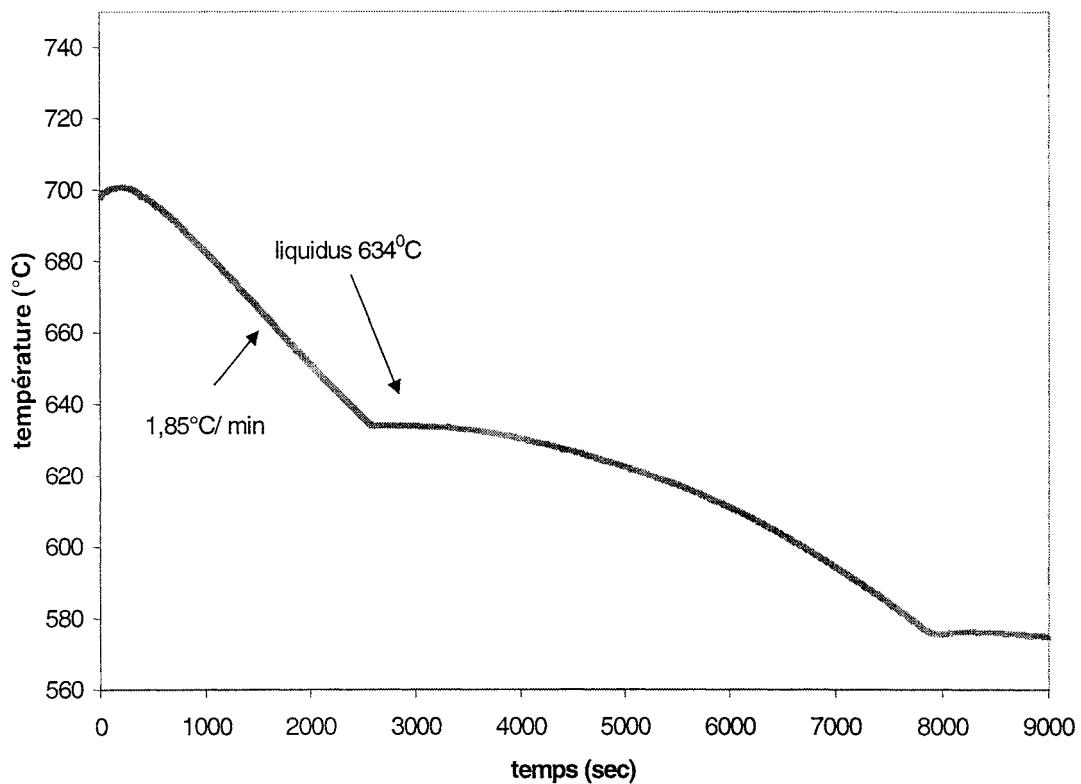


Figure 4.2. Courbe de refroidissement rapide de l'alliage aluminium-4% pondéral de silicium.

Cette courbe de refroidissement indique une valeur de $634 \pm 2^\circ\text{C}$ pour la température du liquidus. La différence entre la vitesse de refroidissement pour une courbe lente et celle d'une courbe un peu plus rapide représente une variation de $0.4^\circ\text{C}/\text{min}$. Cette expérience avait pour but de vérifier l'effet possible de la vitesse de refroidissement sur la température du liquidus. Ainsi, à l'intérieur de la plage des taux de refroidissement rapportés, aucune influence sur la température du liquidus n'a été observée.

Pour obtenir la valeur du solidus, la courbe de réchauffement de l'alliage est utilisée. L'apparition du premier plateau, sur cette courbe, signale l'émission de chaleur latente due au passage de phase solide à la phase liquide. La figure 4.3 présente une courbe de fusion typique pour l'alliage d'aluminium-4% pondéral de silicium.

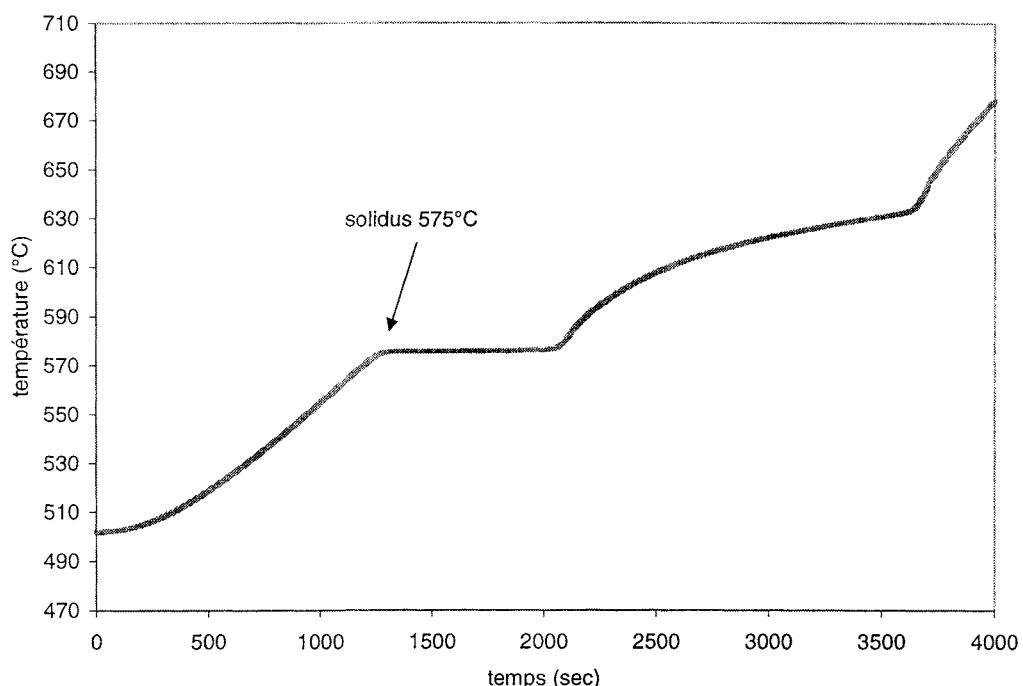


Figure 4.3 courbe de réchauffement de l'alliage d'aluminium-4% pondéral de silicium.

À partir de cette courbe, la valeur du solidus est établie expérimentalement à $575 \pm 2^\circ\text{C}$. La vitesse de réchauffement de l'aluminium-4%pondéral de silicium, correspondant à la figure 4.3 était de $4.6 \pm 0.1^\circ\text{C}/\text{min}$. La différence entre la vitesse de refroidissement et la vitesse de réchauffement rapportée est causée par le manque de contrôle sur les appareils calorifiques qui ne permettaient pas un bon contrôle sur les taux de réchauffement et de refroidissement. Une température constante est appliquée au métal par les éléments électriques d'un four produisant une vitesse invariable. La température théorique du solidus, établi à partir du diagramme de phase, est égale à la température de l'eutectique, c'est-à-dire $577 \pm 1^\circ\text{C}$ (voir section 3.1). Ainsi la température du solidus mesurée expérimentalement correspond à la température théorique à l'intérieur de son incertitude.

4.2 Perturbations des courbes de refroidissement

Une chose importante à préciser dans le cas des courbes de refroidissement est leur sensibilité à tout facteur d'influence. Ainsi le simple fait d'enlever l'oxyde sur la surface de l'alliage crée une perturbation sur la courbe de refroidissement et peut même faire varier le taux de refroidissement pour la durée de l'essai. Ainsi, il faut rester attentif aux valeurs obtenues à partir de la courbe et toujours garder en mémoire que l'influence extérieure peut causer des perturbations non négligeables sur la courbe.

La courbe de refroidissement présentée à la figure 4.4 illustre l'effet de la descente du tube dans l'alliage en fusion. Pendant ce test, il n'y avait aucune circulation de métal par l'orifice. Le but de cette expérience était de vérifier l'influence de l'ajout d'un tube à la température de la pièce dans le métal en fusion et ce, à partir de la courbe de refroidissement.

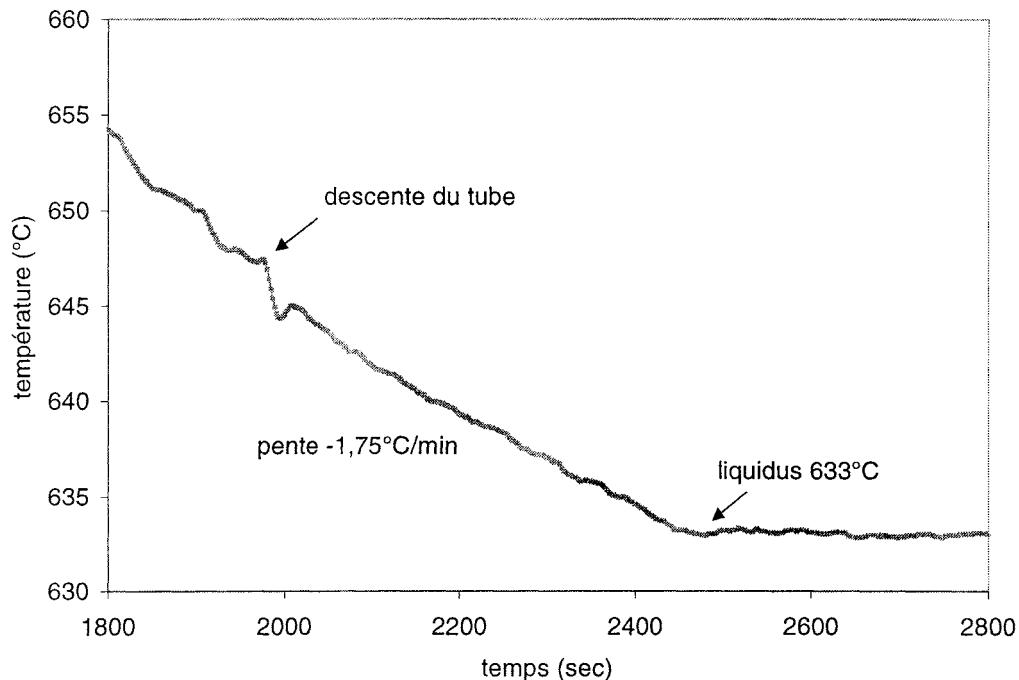


Figure 4.4. courbe de refroidissement de l'alliage-4% pondéral de silicium ayant subit une perturbation par le tube.

La courbe indique que l'introduction du tube, lorsque le métal est à $647 \pm 2^{\circ}\text{C}$, provoque peu après une chute de température d'autour de 5°C . La valeur du liquidus

demeure inchangée par rapport aux expériences précédentes. Cette valeur était de $633 \pm 2^\circ\text{C}$. Ainsi, la descente du tube n'affecte pas la valeur de la température du liquidus.

Une autre courbe de refroidissement peut être tracée pour illustrer l'effet de la circulation du métal par l'orifice du tube. La figure 4.5 présente une courbe de refroidissement avec la circulation du métal par l'orifice à une température de 640°C , mais sans courant entre les électrodes.

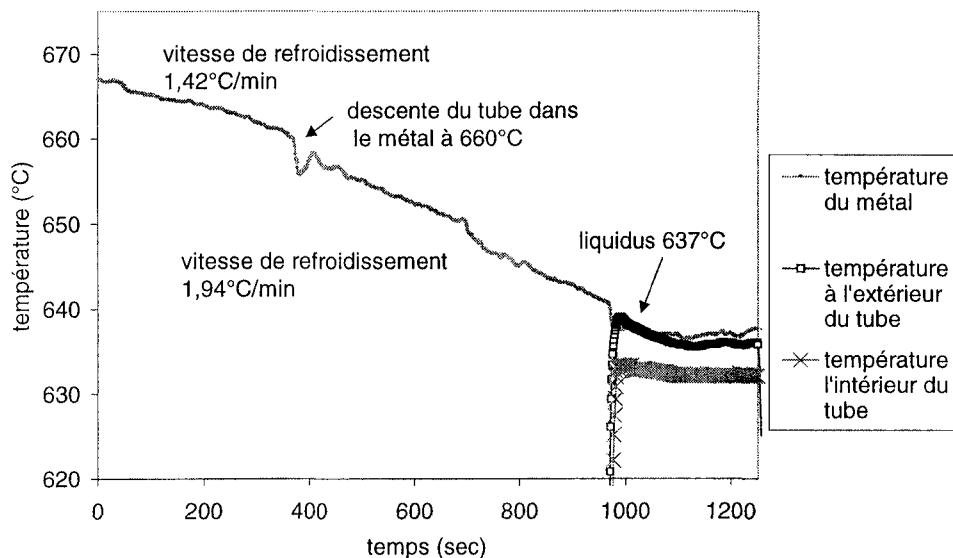


Figure 4.5. Courbe de refroidissement de l'alliage d'aluminium-4% pondéral de silicium ayant subit une perturbation par le tube et de la circulation du métal à une température de $640^\circ\text{C} \pm 2$.

La valeur du liquidus sur cette courbe est égale à $637^{\circ}\text{C} \pm 4$ et la vitesse de refroidissement augmente après la descente du tube, dû au drainage de chaleur qu'effectue le tube. La température à l'extérieur du tube paraît perturbée à l'acquisition dû au premier contact que le thermocouple fait avec le métal en fusion. Le thermocouple à l'intérieur du tube présente une température inférieure d'environ 5°C par rapport à celle au centre du creuset, dû à la perte de chaleur lors du passage du métal par l'orifice.

À la figure 4.6, la courbe de refroidissement d'une expérience ayant subit une acquisition à $680 \pm 2^{\circ}\text{C}$ (une température de 40°C supérieur au liquidus théorique) et une seconde acquisition de donnée à $637 \pm 2^{\circ}\text{C}$ sont présentées.

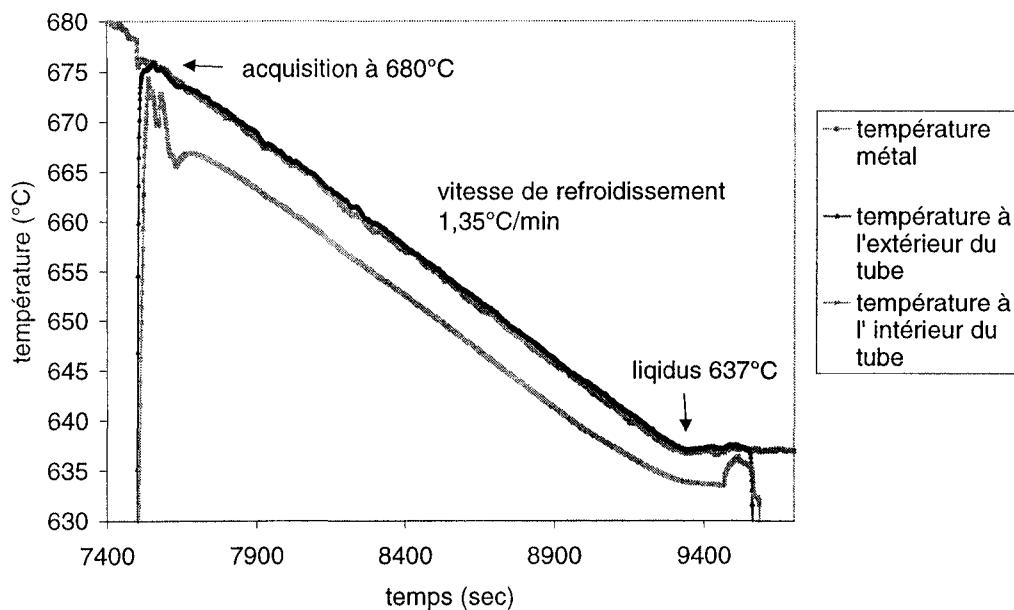


Figure 4.6. Courbe de refroidissement de l'aluminium-4% pondéral de silicium ayant subit une perturbation par le tube et par une acquisition ponctuelle à la température de $637^{\circ}\text{C} \pm 2$.

Un élément frappant lors de l'observation du graphique 4.6 est que lors de l'acquisition, qui se produit après le début du liquidus, la température à l'intérieur du tube augmente. Cette hausse de température d'environ 3°C est créée par le passage du courant à l'intérieur de l'orifice. Cette hausse de température a une influence sur la formation et la croissance des grains lorsque l'acquisition est prise durant la solidification. (voir section 3.2)

Le graphique 4.7 démontre l'effet des acquisitions en continu sur la courbe de refroidissement de l'alliage. Le graphique 4.8 démontre que lors des trois acquisitions il se produit une hausse de la température de l'alliage à l'intérieur du tube. Cette hausse créée par la circulation du courant dans l'orifice comme il est décrit au paragraphe précédent. Il se produit également une baisse de la température du métal à l'extérieur du tube et de la température du métal au centre du creuset lors de l'acquisition. Cette baisse est due au drainage de la chaleur par le tube, comme c'était le cas lors du refroidissement présenté par le graphique 4.4. Entre chaque acquisition, la courbe de température reprend une forme stable.

Lors de l'expérience décrite à la figure 4.6, l'acquisition fut prise 140 secondes après que le liquidus fut atteint. La vitesse de refroidissement après la descente du tube et de la première acquisition était de $1.35 \pm 0.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Cette vitesse correspond à celle obtenue lorsqu'il n'y a pas de perturbation. Ceci indique que lorsque la descente du tube se fait à une température grandement supérieure à la température du liquidus, le métal retrouve un certain équilibre autour du liquidus. Le graphique 4.6 contient trois courbes, toutes indépendantes les unes des autres, et représentant la température à différents endroits dans le système. La première courbe représente la température du métal au milieu du creuset, la seconde courbe représente la température à l'extérieur du tube à approximativement 1mm de l'orifice et la troisième à l'entrée de l'orifice. Cette dernière représente la température à l'intérieur du tube à environ 1mm de l'orifice.

Les figures 4.7 et 4.8 présentent des courbes de refroidissement de l'alliage aluminium-4% pondéral de silicium avec la prise de trois acquisitions de données séparées de plusieurs secondes. La courbe de la figure 4.7 montre l'évolution de la température du métal depuis le début de l'expérience jusqu'à la fin de la troisième acquisition de données. Les courbes de la figure 4.8 montrent les variations de température lors des acquisitions de données, en agrandissant la partie de la courbe correspondant au domaine des température concerné.

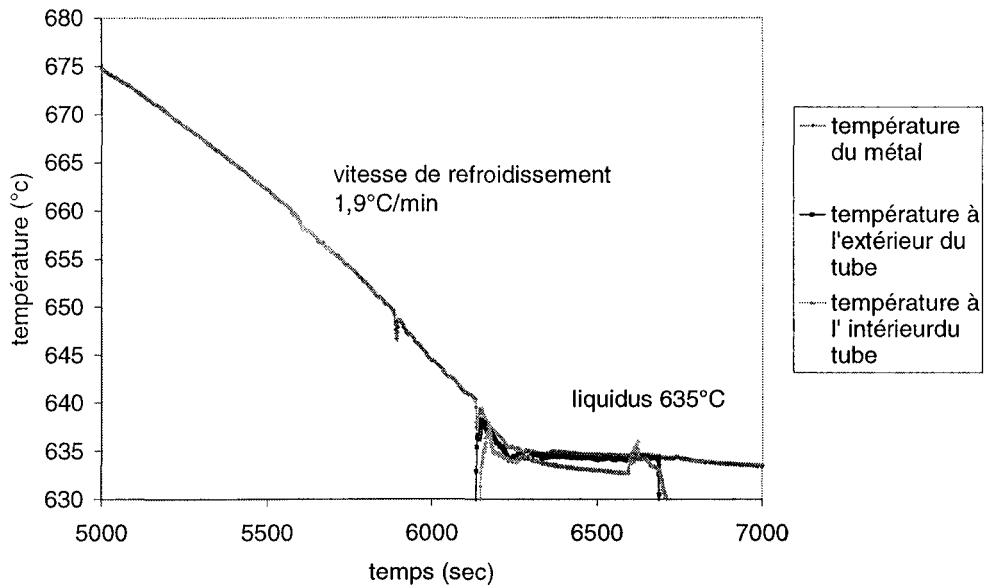


Figure 4.7. Courbe de refroidissement de l'alliage d'aluminium-4% pondéral de silicium ayant subi une perturbation par le tube et par des acquisitions à la température de 640°C, 635°C et 634°C.

Pour l'expérience correspondant à la figure 4.7, la descente du tube s'est effectuée à 660°C et la température du liquidus pour cette expérience a été évaluée à $635 \pm 4^\circ\text{C}$. La lecture de cette température a été difficile à évaluer, dû à la perturbation créée par la descente du tube, comme le démontre la figure 4.8.

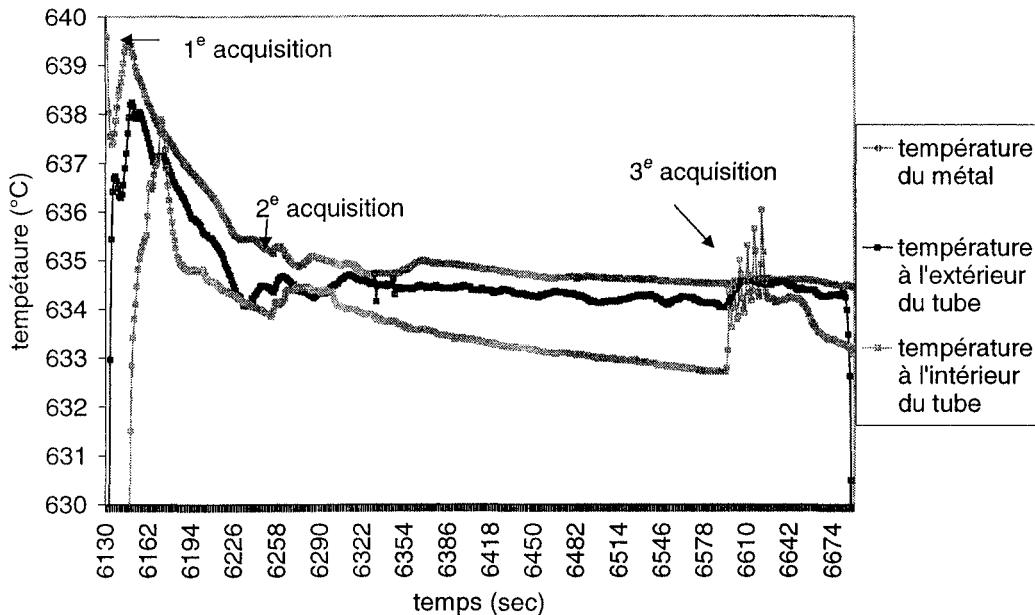


Figure 4.8. Courbes de refroidissement constituant l agrandissement d une partie de la figure 4.8 représentant les acquisition en continu à la température de $640^{\circ}\text{C} \pm 2$, $635^{\circ}\text{C} \pm 2$ et $634^{\circ}\text{C} \pm 2$.

Le graphique de la figure 4.8 contient trois courbes représentant des mesures de température à différents endroits dans le montage expérimental, tel que décrit à la section 3.2. Le premier thermocouple est situé dans le métal pour obtenir une valeur moyenne de la température de ce dernier, le second thermocouple est situé à l'extérieur du tube près de l'orifice et le troisième thermocouple est placé à l'intérieur du tube à 1mm de l'orifice.

Les courbes de la figure 4.9 montrent l'évolution de la température dans l'appareil de mesure lors d'une expérience où les acquisitions de données sont prises de façon continue, tel que décrit à la section 3.4. Ce type d'acquisition de données est appelé acquisition en continu.

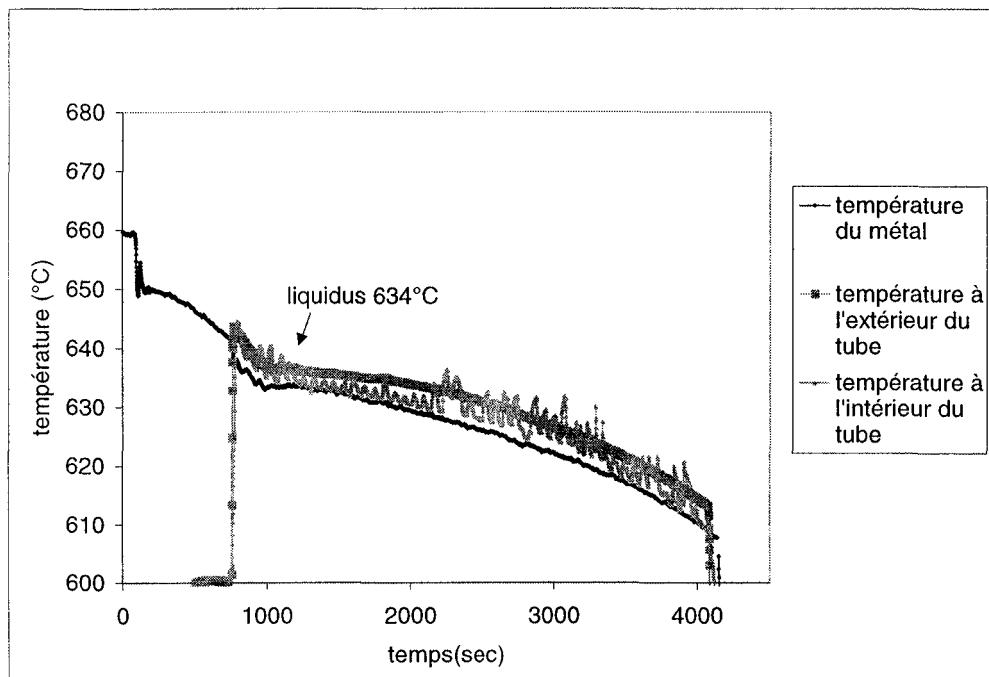


Figure 4.9. Courbe de refroidissement de l'aluminium-4% pondéral de silicium ayant subit une perturbation par le tube de borosilicate et par plusieurs acquisitions en continu.

Le graphique 4.9 contient les données des trois thermocouples dont le positionnement a été décrit précédemment. La valeur du liquidus pour cette expérience est de $634 \pm 3^\circ\text{C}$. Lors de cette expérience, 80 acquisitions de données ont été prises pendant 53 minutes. Le tube utilisé était composé de borosilicate. L'effet des acquisitions en continu sur la solidification du métal est lié à la présence de courant. En effet, le courant, créant de la chaleur lors de son passage dans l'orifice, fait augmenter la

température à l'intérieur du tube. Ce phénomène explique pourquoi la température du thermocouple intérieur fluctue suivant la fréquence d'acquisition.

À la figure 4.10, la courbe de refroidissement d'une expérience similaire à celle représentée par la figure 4.9 est présentée, en prenant les acquisitions de données de façon continue mais en utilisant un tube d'aluminosilicate. La valeur de la température du liquidus pour cette expérience se situe au voisinage de $636 \pm 2^\circ\text{C}$.

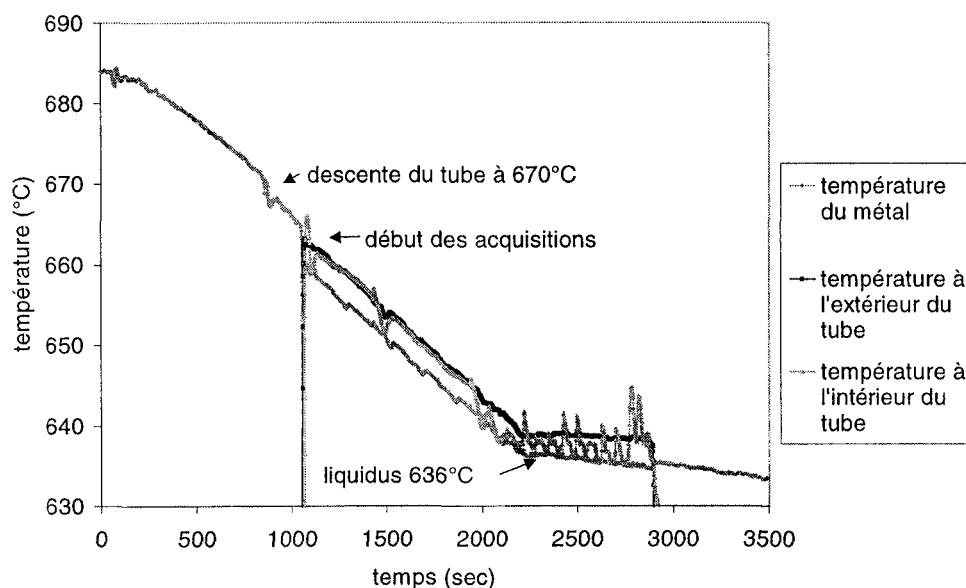


Figure 4.10. Courbe de refroidissement de l'aluminium-4% pondéral de silicium ayant subit une perturbation par le tube d'aluminosilicate et par plusieurs acquisitions en continu.

Le matériau qui constitue le tube peut avoir une influence sur l'acquisition des données. Ainsi, les conductivités thermique et électrique du matériau utilisé peuvent créer une variation sur les taux de refroidissement. La plus grande déduction qu'il est possible

de tirer en comparant la figure 4.9 et 4.10 est que la perturbation sur le taux moyen de refroidissement, lors de la descente du tube, est beaucoup moindre dans le cas du tube en aluminosilicate que celui engendré par le tube composé de borosilicate. Cette affirmation est confirmée par les valeurs de l'incertitude sur la température du liquidus. Pour l'expérience avec le tube en borosilicate, la valeur de la précision est de $\pm 3^{\circ}\text{C}$ alors que pour le tube d'aluminosilicate, la précision est de $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

Un agrandissement du graphique précédent est présenté à la figure 4.11, afin de mettre en évidence les variations de températures du métal lors des acquisitions de données.

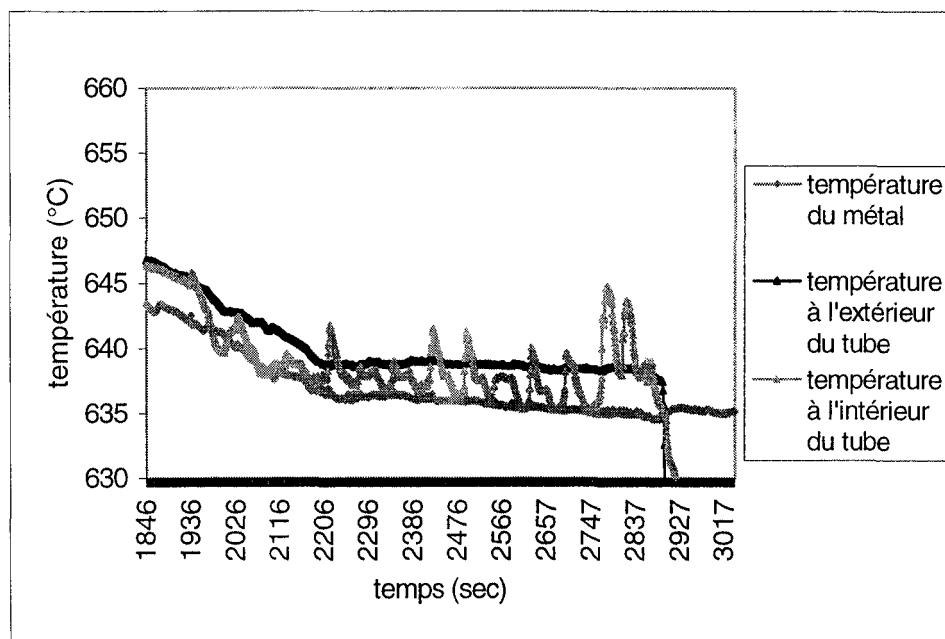


Figure 4.11. Courbe de refroidissement constituant l agrandissement d'une partie de la figure 4.11 représentant des acquisitions en continu.

Le graphique 4.11 montre bien l'effet de la prise de données sur la température du métal. Durant les acquisitions, la température interne du tube augmente en moyenne de 5°C. Cette hausse de température est due à la présence du courant dans l'orifice du tube qui crée une chaleur. La température du métal à l'extérieur du tube reste constante, même lors des acquisitions, à une valeur avoisinant 3°C au-dessus de la température du métal au centre du creuset.

4.3 Influence de la taille de l'orifice

Le concept de mesure du LIMCATM est celui de la zone de mesure électrique (electrical sensing zone ou ESZ). Appliqué à la solidification, le LIMCATM mesure des impulsions de voltage due au passage d'une ou de plusieurs particules solides à travers un orifice qui représente la zone de mesure électrique. Le LIMCATM transforme ces variations de voltage en taille de particules non-conductrices à l'aide de l'équation décrite à la section 2.5.3. Ainsi, en appliquant une conversion sur les mesures acquises, il est possible d'obtenir la valeur de la taille d'une particule. Les résultats transformés par le LIMCATM ont été pris sous forme de variation de voltage et convertis en taille pour des particules conductrices utilisant l'équation 2.45. Le tableau 4.1 présente le développement de ces étapes de transformation arithmétique et les erreurs entre les deux analyses.

Tableau 4.1. Cheminement des transformations arithmétiques des valeurs de taille obtenues pour des particules non-conductrices en valeur de taille pour des particules conductrices.

plage	valeur du diamètre (m)				valeur de "d" après facteur de correction				différence (%)	
	particule n-conductrice		variation de voltage		particule conductrice				min	max
	min	max	min	max	min	max				
R1	1,5E-05	2,0E-05	7,96E-06	1,9E-05	1,7E-05	2,3E-05	-12,9	-12,9		
R2	2,0E-05	3,0E-05	1,89E-05	6,4E-05	2,3E-05	3,4E-05	-12,9	-12,9		
R3	3,0E-05	4,0E-05	6,37E-05	0,00015	3,4E-05	4,6E-05	-12,9	-12,9		
R4	4,0E-05	5,0E-05	0,000151	0,00029	4,6E-05	5,7E-05	-12,9	-12,8		
R5	5,0E-05	6,0E-05	0,000295	0,00051	5,7E-05	6,9E-05	-12,8	-12,7		
R6	6,0E-05	7,0E-05	0,000509	0,00081	6,9E-05	8,0E-05	-12,7	-12,5		
R7	7,0E-05	8,0E-05	0,000809	0,00121	8,0E-05	9,1E-05	-12,5	-12,3		
R8	8,0E-05	1,0E-04	0,001207	0,00236	9,1E-05	1,1E-04	-12,3	-11,7		
R9	1,5E-05	3,0E-04	7,96E-06	0,06367	1,7E-05	2,6E-04	-12,9	13,4		
R10	1,0E-04	3,0E-04	0,002358	0,06367	1,1E-04	2,6E-04	-11,7	13,4		

d

La conversion du voltage pour une particule conductrice représente une différence d'environ 12% supérieure à la valeur de la taille d'une particule non-conductrice. De plus, cette correction semble constante pour la plage de diamètre qui a été évaluée.

En utilisant la méthode de conversion détaillée ci-haut, les résultats obtenus lors des mesures électriques à l'aide d'orifice ayant des diamètres de 500 μm et 300 μm , sont présentés au tableau 4.2. De plus, ce tableau indique la température à laquelle les acquisitions de données ont été prises et le temps séparant l'acquisition de données avec le liquidus (temps zéro). Ainsi lorsque le temps est négatif, cela signifie que l'acquisition fut prise avant l'atteinte de la température du liquidus, et lorsque ce temps est positif, l'acquisition a été prise après l'atteinte de la température du liquidus de l'alliage.

Tableau 4.2. Valeur de la taille moyenne des particules en fonction du diamètre de l'orifice et du temps écoulé par rapport au liquidus.

No expérience	Température d'acquisition mesuré au centre du creuset (°C)	Diamètre nominal de l'orifice (µm)	Température approximative du liquidus (°C)	Taille moyenne des particules (± 4 µm)	Temps écoulé (sec)
A18	641	500	640	63	-179
A20	641	500	634	53	-284
A23	641	500	633	47	-220
A29	640	500	636	59	-185
A38	640	500	638	33	-113
A17	639	500	636	87	-189
A24	639	500	634	80	-279
A25	638	500	636	75	-111
A36	638	500	636	45	-136
<hr/>					
A48	640	300	634	26	-169
A53	640	300	638	21	-90
A56	640	300	635	24	-232
A57	640	300	634	24	-----
A52	639	300	637	24	-199
A58	639	300	634	22	-180
A59	638	300	635	26	-175
A67	638	300	638	24	921
A61	637	300	634	23	-177
A62	637	300	637	29	155
A63	637	300	637	28	184
A64	637	300	638	39	576
A66	637	300	637	32	643
A68	637	300	637	25	895
A69	637	300	637	20	293

Les résultats des expériences du tableau 4.2 ont été amassés à des températures variant de $641 \pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'à $637 \pm 2^\circ\text{C}$. En-dessous de cette température le métal devient trop visqueux pour circuler efficacement à travers l'orifice du tube. La valeur moyenne

pour le liquidus est de $636 \pm 2^\circ\text{C}$ pour les expériences à acquisition ponctuelle. Le taux de refroidissement moyen pour le même type d'expérience fut de $1.5 \pm 0.1^\circ\text{C} / \text{min}$.

La figure 4.12 présente de façon graphique la répartition de la taille moyenne des particules en fonction du temps écoulé depuis le début de la solidification, telle que définie auparavant, et ce pour des orifices mesurant respectivement 300 et $500\mu\text{m}$.

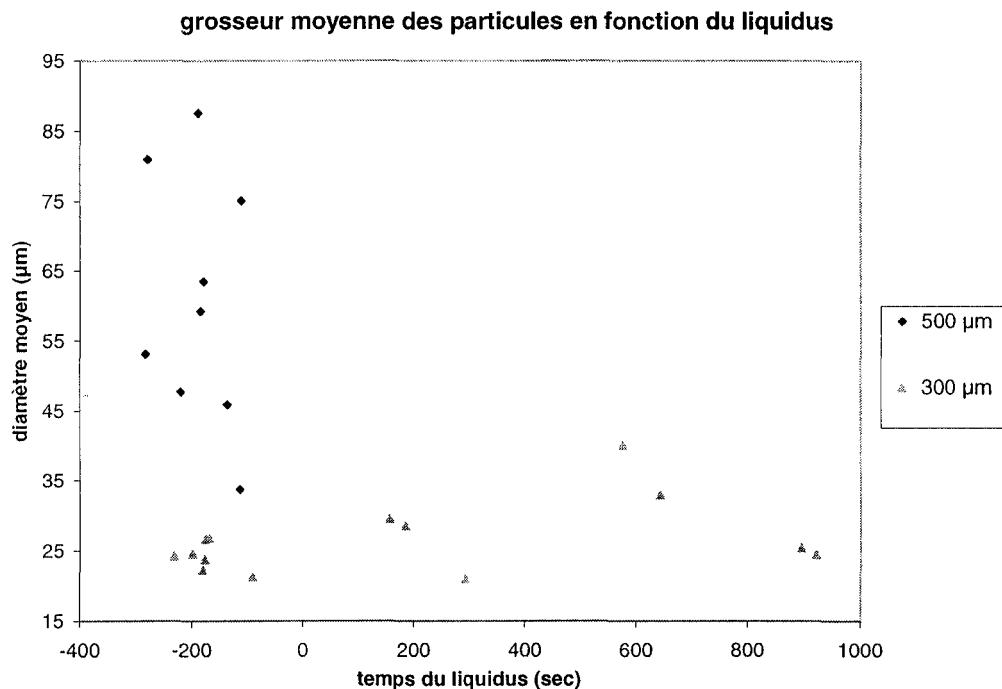


Figure 4.12. Représentation de la taille moyenne des particules en fonction du temps par rapport au liquidus pour une acquisition ponctuelle. Les mesures ont été réalisés avec des orifices mesurant respectivement 300 et $500\mu\text{m}$.

Pour les expériences où l'acquisition a été effectuée à 640°C et 638°C , une comparaison de distribution de taille mesurée avec les deux diamètres d'orifice étudiés

est présentée aux figures 4.13 et 4.14. L'axe des abscisses représente chacune des plages délimitant la taille des particules et l'axe des ordonnées représente la concentration normalisée des particules. L'important dans ces résultats est de comparer les distributions de particules en fonction de l'orifice du tube.

Pour le graphique de la figure 4.13 prenant la forme d'un histogramme, les valeurs de concentration à 640°C pour les deux tailles d'orifice sont normalisées par rapport à la concentration maximale, de sorte que les valeurs puissent être comparées sur une même échelle.

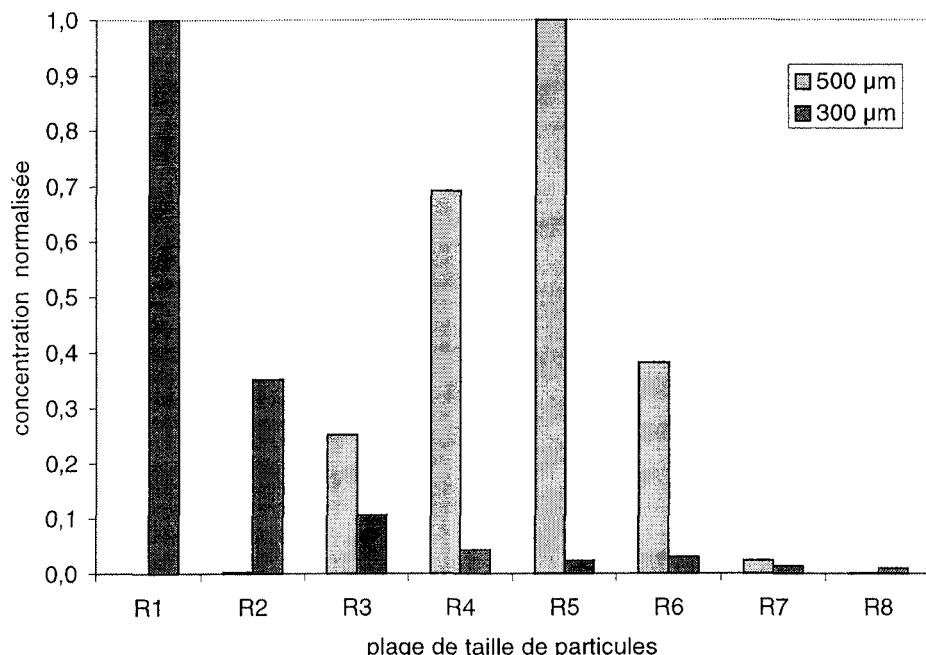


Figure 4.13. Distribution normalisée de la taille des particules en fonction du diamètre de l'orifice du tube à $640 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

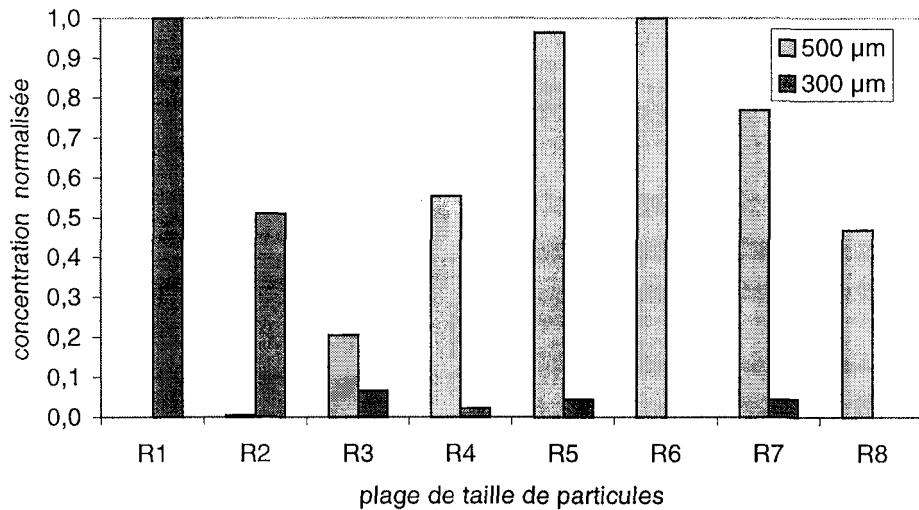


Figure 4.14. Distribution de la taille des particules en fonction du diamètre de l'orifice du tube à $638 \pm 2^\circ\text{C}$. (voir plage de taille de particules au tableau 3.3)

La graphique de la figure 4.14 représente la distribution des particules en fonction de leur taille à $638^\circ\text{C} \pm 2$ et selon deux types d'orifices, soit des diamètres de 300μm et 500μm. La concentration pour les orifice de 500μm et de 300μm sont normalisées afin d'être sur la même échelle.

4.4 Résultats en continu

D'autres expériences ont été effectuées pour mesurer la taille des particules d'aluminium en continu. Le tableau 4.3 démontre la concentration de particules

mesurées en fonction de la température à laquelle l'acquisition de données fut prise.

Tableau 4.3. Description des données obtenues au cours d'une expérience en mesure continue.

Température (°C)	Concentration (10^3 particules/kg)
638.4	339
637.9	0.22
637.4	0.0773
637.4	0.263
636.9	0.287
636.8	0.469
636.4	0.577
636	0.144
635.9	0.555
635.6	0.336
635.2	0.237
634.8	0.142
634.5	0.162
634.1	6.5
633.8	1.8
633.4	252
633.2	0.862
632.9	1.17
632.5	2.17
632	236
631.7	148
631.4	1300

Le graphique de la figure 4.15 représente les résultats d'une expérience utilisant la méthode d'acquisition en continu, avec des courbes de refroidissement qui permettent de se situer dans le processus de solidification. Ainsi, le graphique de la figure 4.15 démontre la présence de particules dans le métal. Les fortes variations de concentrations de particules sont dues à l'incertitude des mesures causée par le bruit. À la température du liquidus, aux alentours de 634°C, le

nombre de particules augmente. Ceci est causé par le début de la solidification et la croissance d'un nombre grandissant de grains qui sont détecté par le système de mesure électrique.

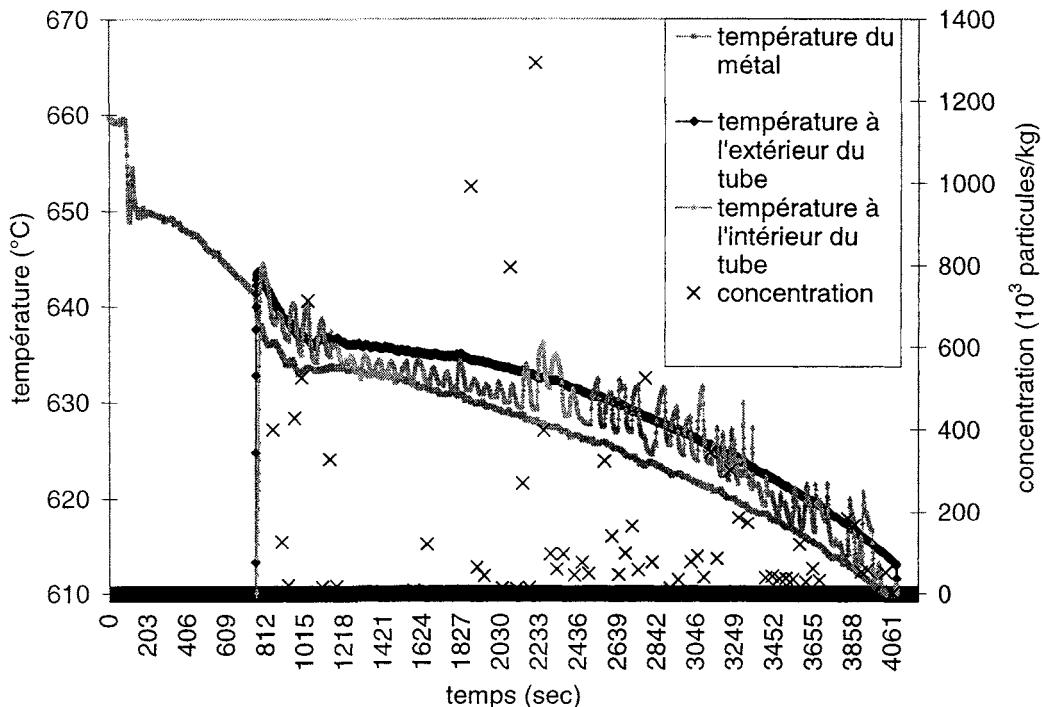
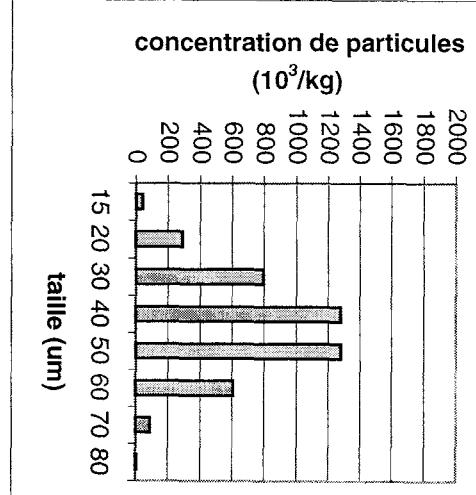


Figure 4.15. Concentration des particules en fonction du niveau de solidification pour une acquisition en continu.

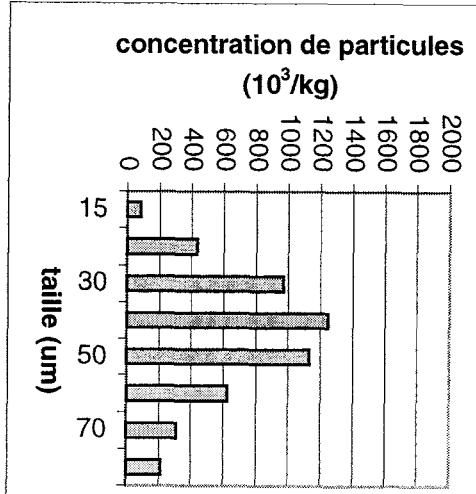
À ce stade-ci, il y a lieu d'examiner la distribution des tailles des particules obtenues à des températures du métal se situant entre 630°C et 636°C, soit près de la température du liquidus de l'alliage. Parmi les 81 mesures enregistrées, les 4 résultats les plus représentatifs sont présentés à la figure 4.16.

acquisition 636°C



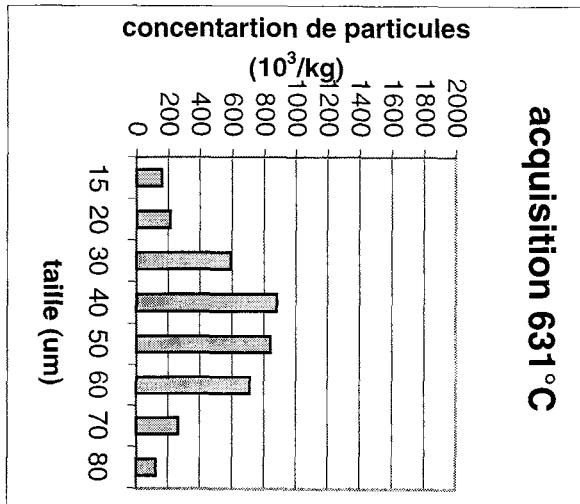
a)

acquisition 632°C



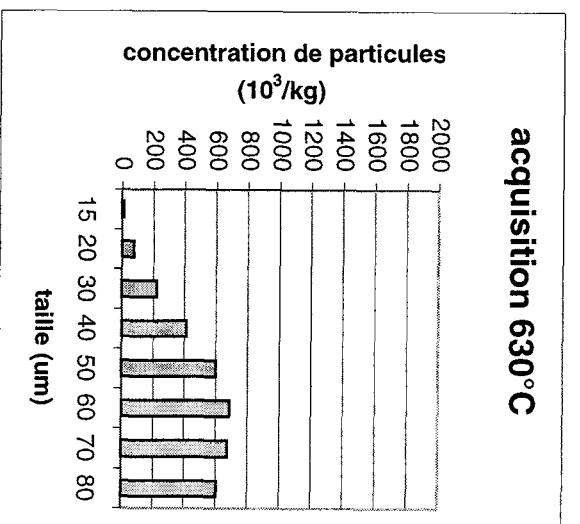
b)

acquisition 631°C



c)

acquisition 630°C



d)

Figure 4.16. Distribution des tailles de particules en fonction de la taille des particules. A)
à $636^\circ\text{C} \pm 2$ b) à $632^\circ\text{C} \pm 2$ c) à $631^\circ\text{C} \pm 2$ d) à $630^\circ\text{C} \pm 2$.

La concentration des particules est décrite en utilisant la même échelle. Ceci permet la comparaison entre chaque mesure. Le liquidus de cette expérience se situe à une température de 634°C et le diamètre de l'orifice du tube utilisé est de 300µm. La figure 4.16 montre l'évolution du métal au début de sa solidification. La concentration des particules augmente lorsque la température diminue, créant une distribution normale pour les différentes plages de diamètre des particules. Une autre observation permise par la figure 4.16 est que l'écart-type de la distribution augmente lorsque la température diminue.

Pour cette dernière expérience, la description détaillé des résultats est présentée à la figure 4.17. Les résultats sont classés selon les plages de diamètre des particules, pour chacune des températures d'acquisition comprises dans l'intervalle 650°C et 634°C.

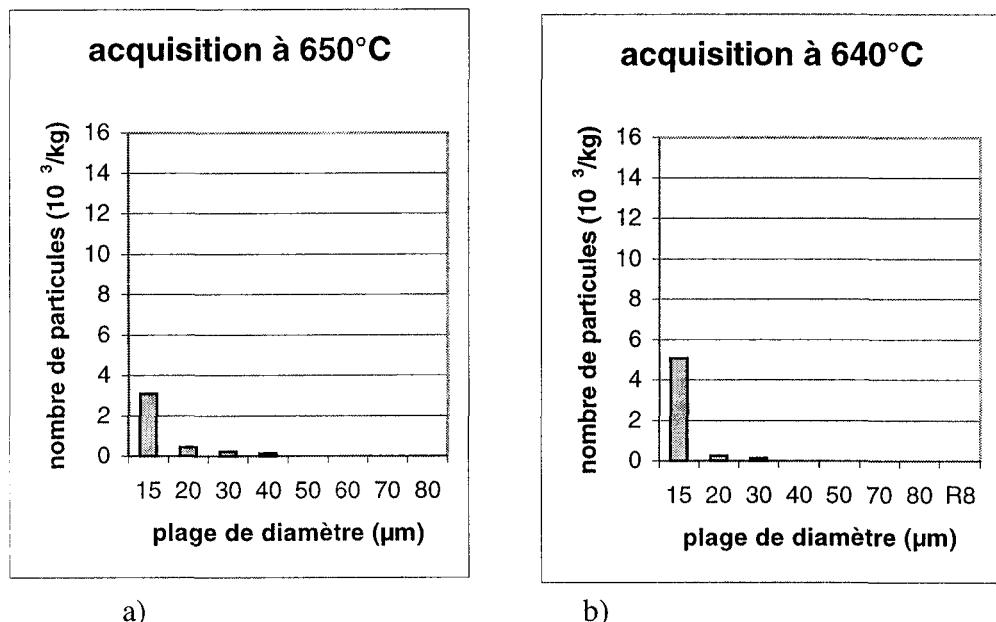
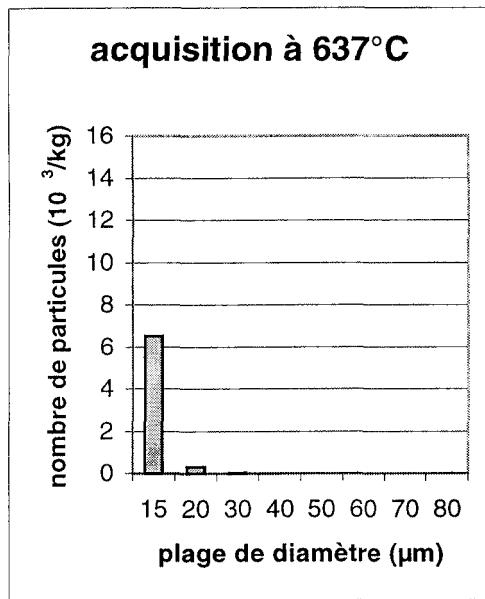
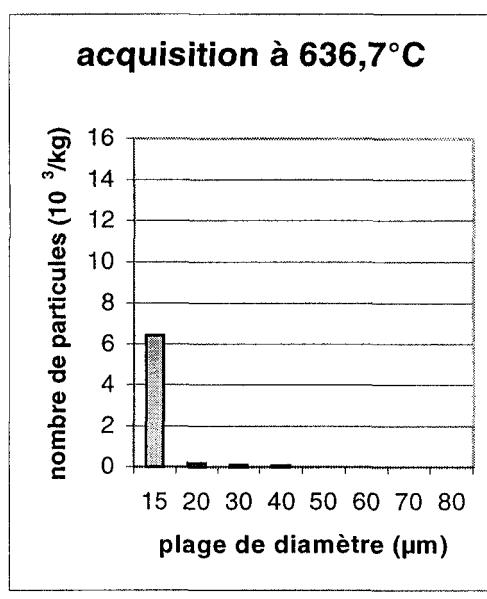


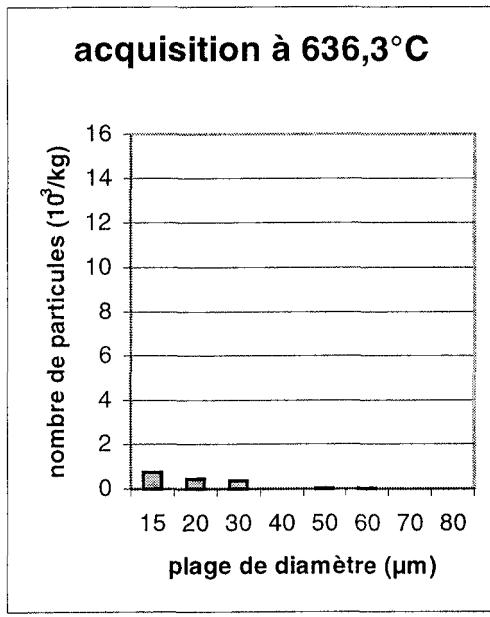
Figure 4.17. Distribution à l'aide d'histogramme de la concentration des particules en fonction de la taille des particules : a) à 650°C ± 2 b) à 640°C ± 2



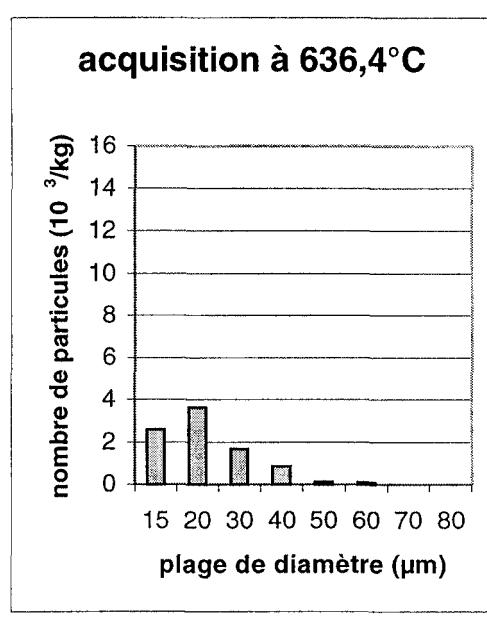
c)



d)

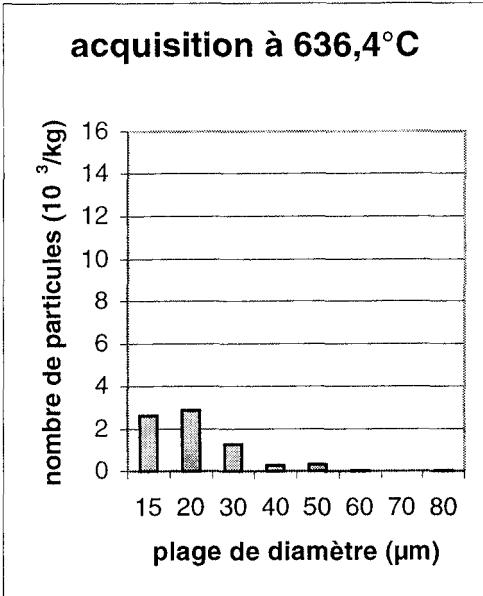


e)

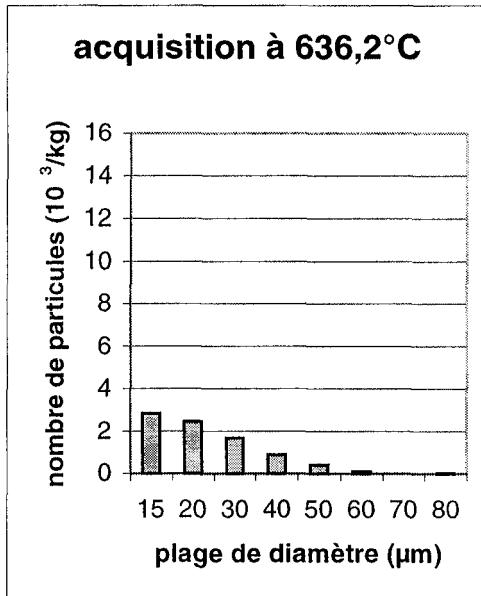


f)

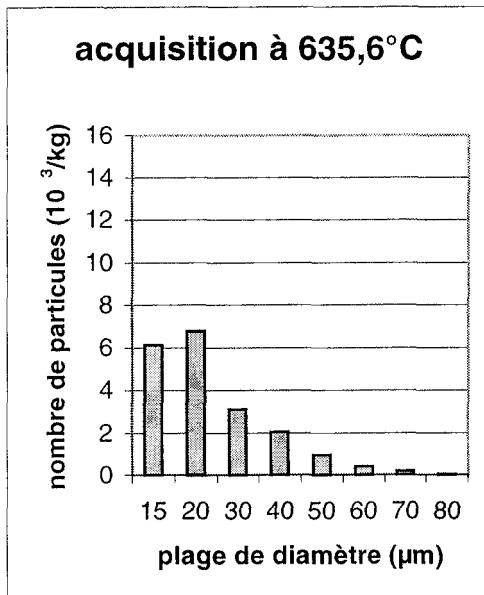
Figure 4.17.(suite) Distribution à l'aide d'histogramme de la concentration des particules en fonction de la taille des particules : c) à 637°C ± 2 d) à 636.6°C ± 2 e) à 636.3° ± 2 C f) à 636.4°C ± 2



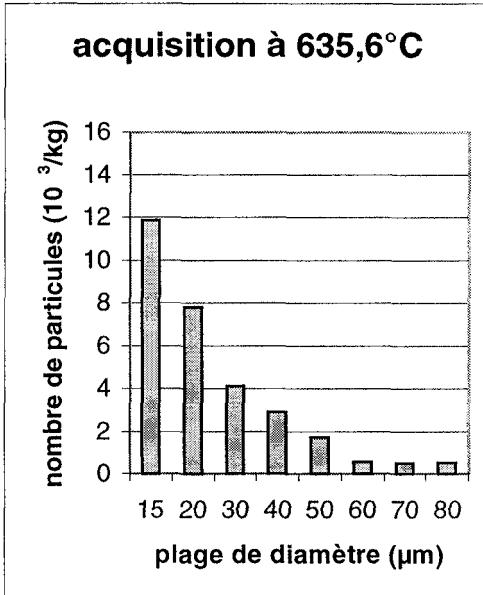
g)



h)



i)



j)

Figure 4.17.(suite) Distribution à l'aide d'histogramme de la concentration des particules en fonction de la taille des particules : g) à 636.4°C ± 2 h) à 636.2°C ± 2 i) à 635.6° ± 2 C j) à 635.6°C ± 2

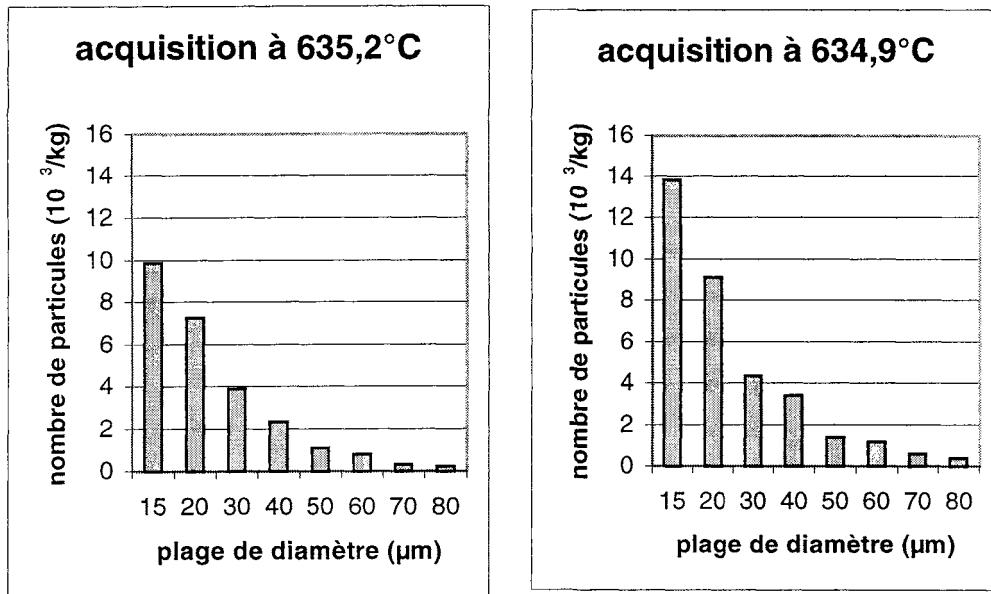


Figure 4.17 (suite)Distribution à l'aide d'histogramme de la concentration des particules en fonction de la taille des particules : k) $635.2^\circ\text{C} \pm 2$ l) $634.9^\circ\text{C} \pm 2$.

D'après nos mesures, au cours de la dernière expérience, le liquidus se situe à la température de $638^\circ\text{C} \pm 2$. Le diamètre de l'orifice du tube était de $300\mu\text{m}$.

4.5 Résultats ponctuels

Des mesures de la taille des particules furent aussi amassées de façon ponctuelle. Cette technique d'acquisition est décrite à la section 3.4. Le graphique de la figure 4.18 indique la taille moyenne des particules en fonction de la température. Ces expériences ont été effectuées de façon ponctuelle.

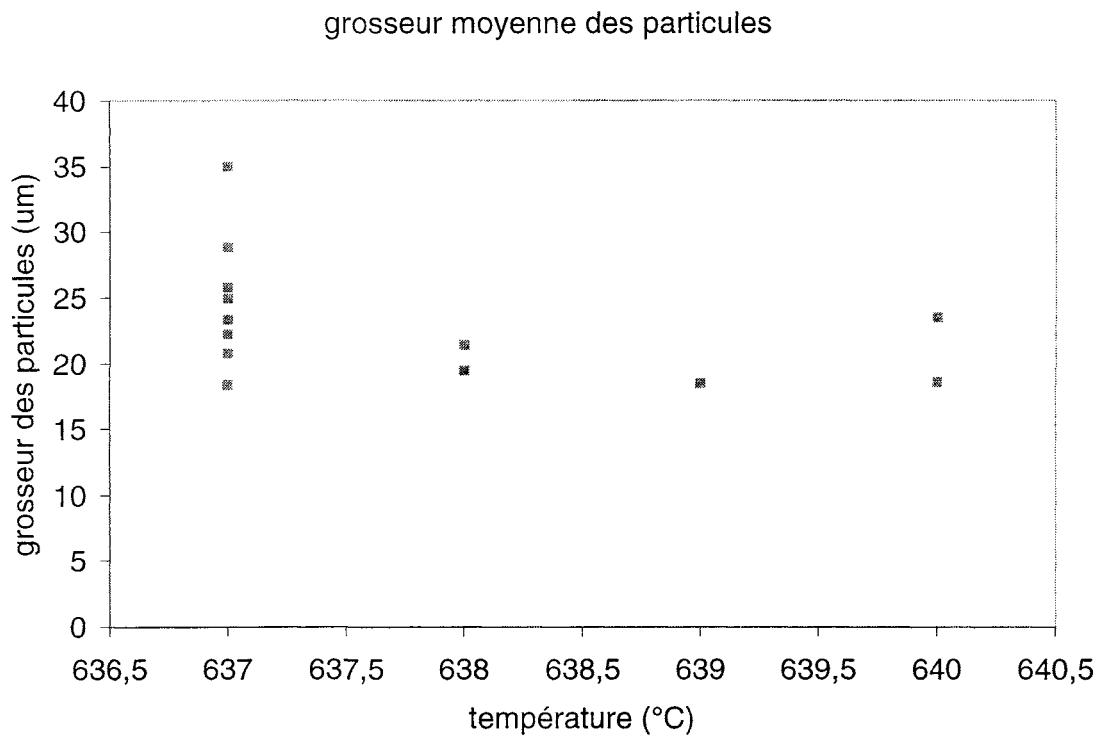


Figure 4.18. Représentation graphique de la taille moyenne des particules en fonction de la température pour des acquisition ponctuelles.

À la diminution de la température sous le liquidus sont associés des grains de plus grosses tailles, tel que l'indiquent les résultats présentés à la figure 4.18. Dès l'atteinte de la température près de la température du liquidus, les grains continuent d'augmenter en taille, mais en restant sur le plateau de la courbe de refroidissement représentant la température du liquidus. La prise de données à une température inférieure était impossible à réaliser en raison de la grande viscosité du métal à cette température.

4.3 Métallographie

La méthode d'échantillonnage du métal solidifié est décrite à la section 3.5. Elle permet de comparer les résultats acquis à l'aide du LIMCA avec ceux obtenus par métallographie à l'aide du logiciel d'analyse d'image.

Tableau 4.4. Résultats de la taille des grains en fonction de la température.

Température (°C)	Diamètre moyen des grains (μm)
637	138,9
637	109,7
636	112
635	125,7
634	112,6
633	209,8
632,5	195,3
632	246,5
631	199
630	368
629	239
628	231

Lors de la métallographie des échantillons pris à différentes températures, la mesure de la grosseur des grains a été effectuée. Dans le tableau 4.3, il est possible de voir les résultats obtenus. Ces résultats sont décrits sous forme de points représentant le diamètre moyen des particules en fonction de la température.

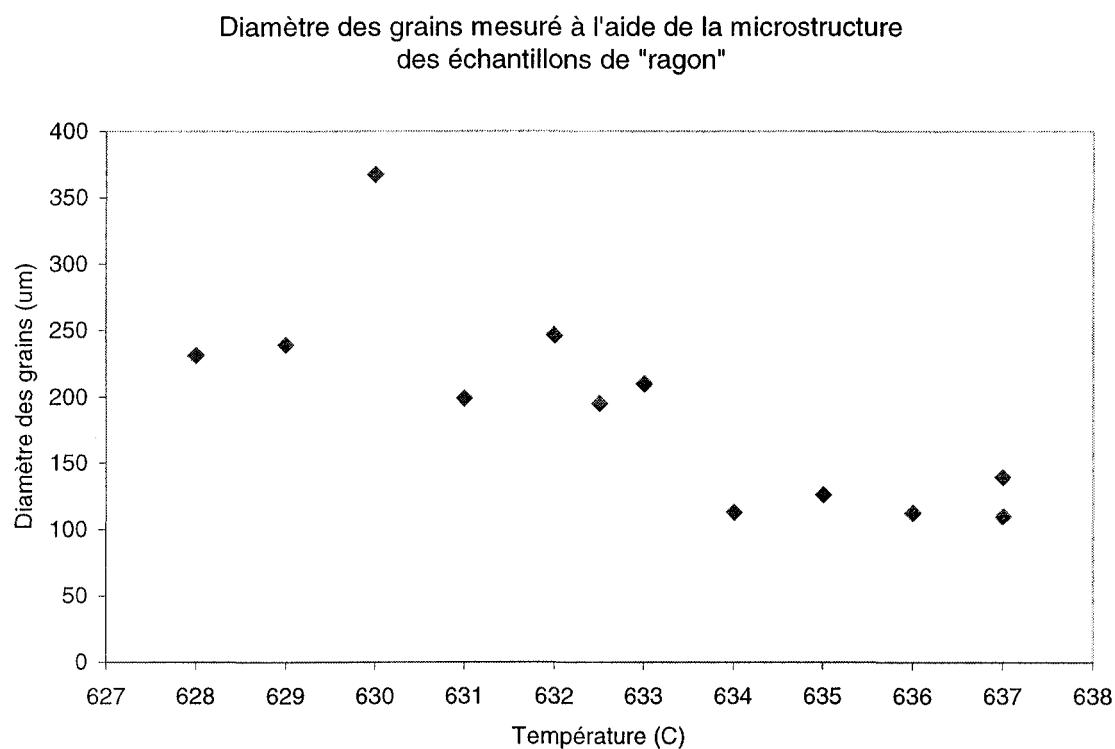
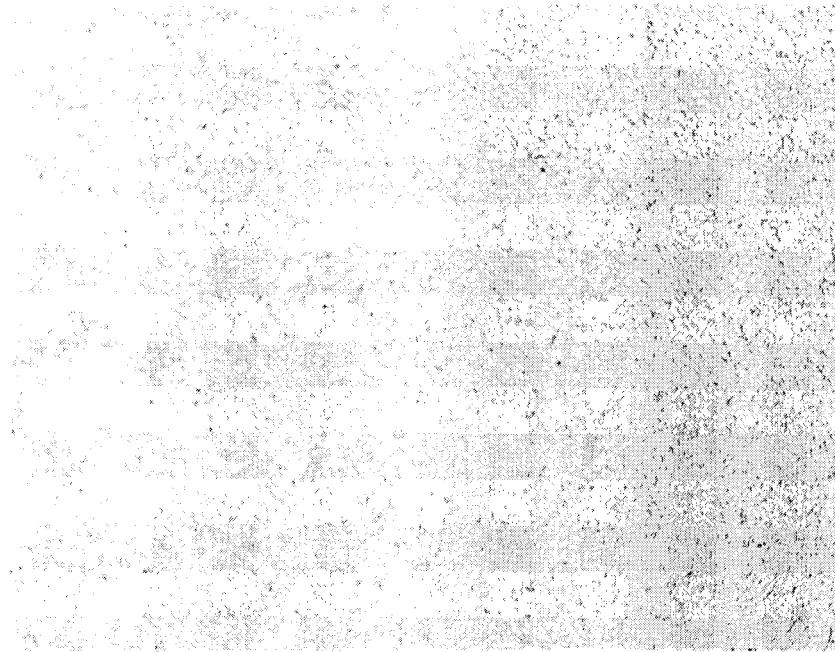


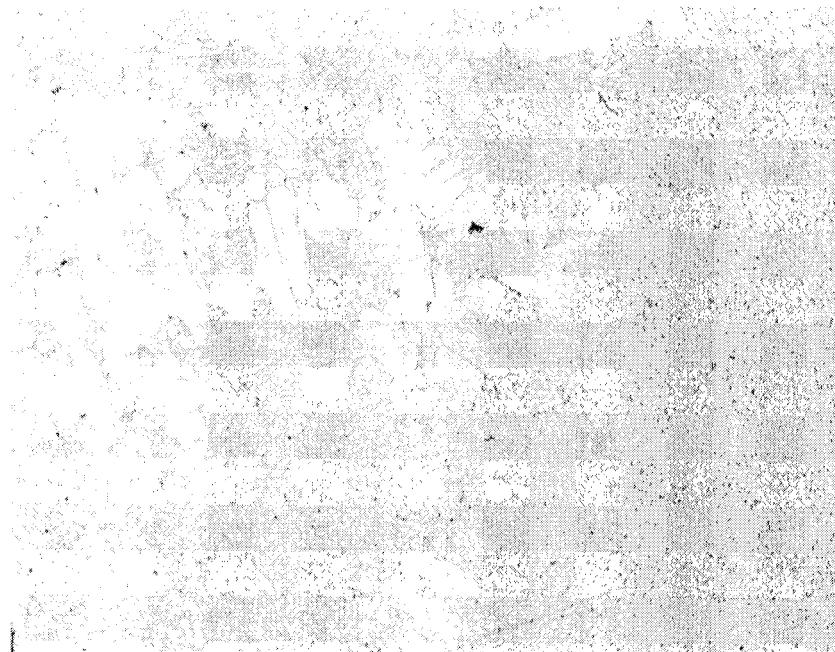
Figure 4.19. Représentation de la taille des grains mesurée à l'aide du microscope en fonction de la température.

Tel qu'anticipé, on constate sur le graphique de la figure 4.19 que le diamètre des grains augmente lorsque la température diminue.

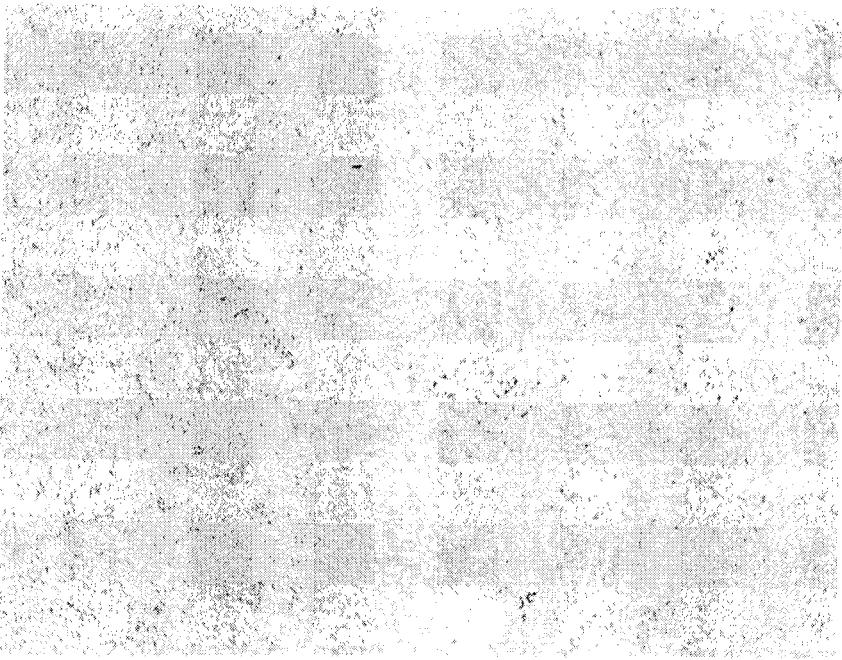
La métallographie effectuée sur le métal solidifié est présentée aux figures 4.20 à 4.25. La taille des grains des différentes métallographies croît avec la diminution de température. Une autre observation importante est que les grains sont sous forme d'amas.



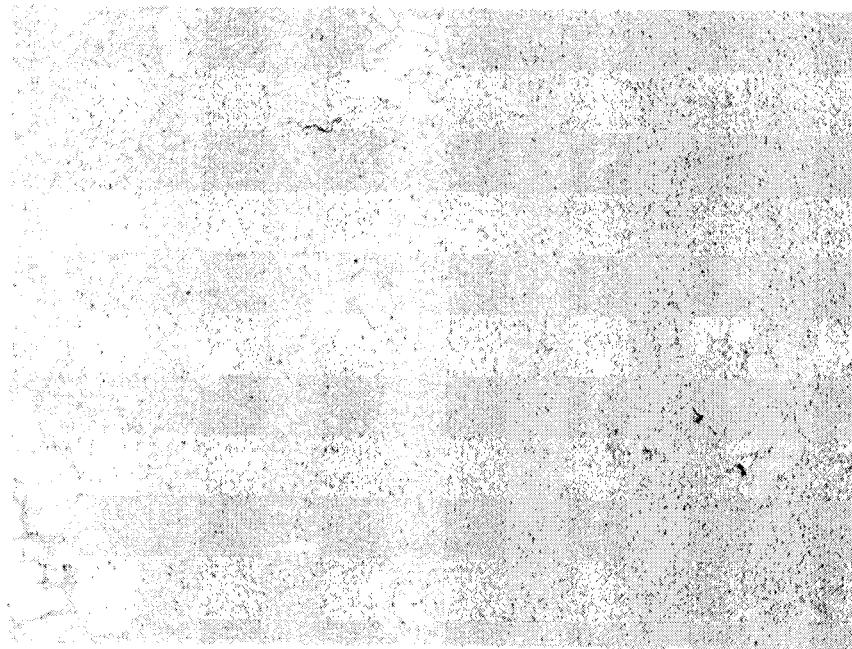
4.20. métallographie du métal solidifié à 640°C



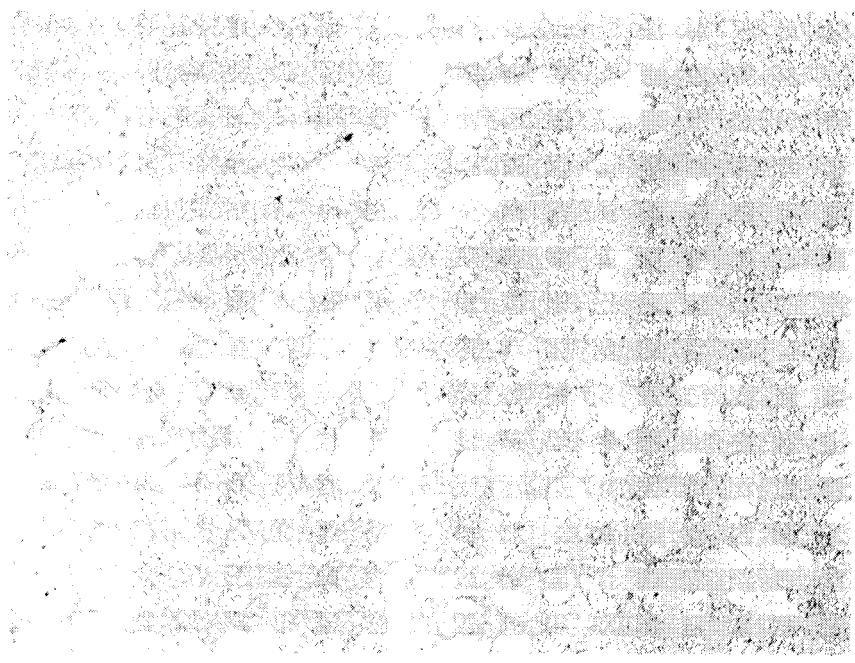
4.21. métallographie du métal solidifié à 637°C



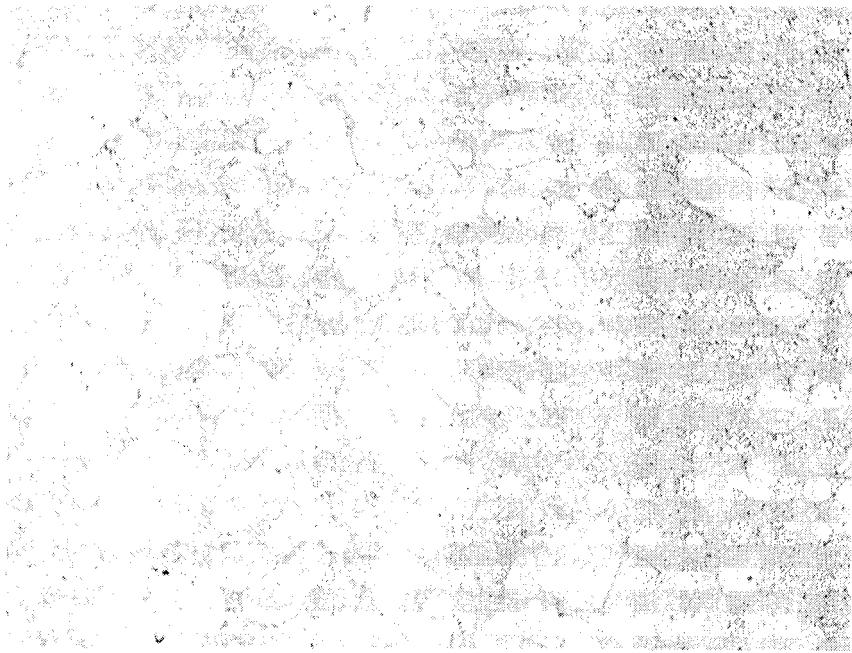
4.22. métallographie du métal solidifié à 635°C



4.23. métallographie du métal solidifié à 634°C



4.24. métallographie du métal solidifié à 633°C



4.25. métallographie du métal solidifié à 630°C

Chapitre 5

Discussion

5.1 Introduction

Dans ce chapitre, les résultats seront examinés afin d'évaluer la méthode de mesure de zone électrique (ESZ method) dans le cadre de l'évaluation in-situ du processus de solidification des alliages d'aluminium. Il sera ainsi possible de vérifier la précision de la technique de mesure de grains à l'aide de la variation de la résistance électrique, en l'occurrence à l'aide du LIMCATM. Les résultats obtenus à l'aide de différentes techniques et différents équipements seront évalués afin de déterminer les meilleures conditions de mesure. Premièrement, les résultats du liquidus et du solidus seront discutés en comparaison avec les valeurs déterminées à partir du diagramme de phases. Ensuite, les perturbations dues aux mesures seront évaluées ainsi que leur impact sur la précision. Il y aura également une discussion en regard de l'influence de la taille de l'orifice sur les résultats. S'ensuivra un examen des résultats en mode continu et en mode ponctuel. Une autre section considérera les conséquences des résultats métallographiques. Et finalement, une dernière section fera la synthèse des observations expérimentales et des aspects théoriques importants pour l'évaluation de la méthode de mesure de la zone électrique pour des particules conductrices.

5.2 L'analyse du liquidus et du solidus

Il est possible de déterminer le liquidus théorique à partir du diagramme de phases (voir figure 2.2.3), pour la composition expérimentale rapportée à la section 3.1.

L'aluminium-4% pondéral de silicium donne une température de liquidus de 634°C. À partir du graphique 4.1, il est également possible de mesurer expérimentalement la température du liquidus à l'aide de la courbe de refroidissement qui est qualifié de lente. La valeur de la température du liquidus à partir de cette courbe est de $634 \pm 2^\circ\text{C}$. Ce résultat est déterminé à l'aide de la moyenne de trois courbes de refroidissement lent. Le graphique 4.2 montre une courbe de refroidissement pouvant être qualifiée de rapide donnant une valeur de température du liquidus égale à $634 \pm 2^\circ\text{C}$. Ainsi, il est possible d'affirmer que les valeurs théoriques et expérimentales de la température du liquidus sont identiques, soit la température de 634°C, et que pour la plage du taux de refroidissement observé, la température du liquidus ne varie pas de manière observable. Puisque la mesure expérimentale du liquidus est égale à la valeur théorique nous pouvons affirmer que notre alliage répond à une caractéristique de la composition établie de 4% Si. La température du liquidus permet de connaître la température où débute la solidification, donc la formation de germes. Ainsi, en dessous de 634°C, le LIMCATM devrait, idéalement, commencer à mesurer des particules d'aluminium solide.

Pour la température du solidus, le même processus utilisé pour la température du liquidus s'applique. À partir de la courbe de réchauffement, telle que présentée à la figure 4.3, il est possible de mesurer la valeur de la température du solidus qui est de $575 \pm 2^\circ\text{C}$. Sur le diagramme de phases de l'aluminium-4%pondéral de silicium, la température du solidus correspond à la température de l'eutectique qui est de $577 \pm 1^\circ\text{C}$. Ainsi, il existe une différence de 0.3% sur la valeur expérimentale et théorique, mais cet écart est

compris dans l'incertitude de la mesure. De même que pour la température du liquidus, la température du solidus mesuré expérimentalement correspond à la température lue sur le diagramme de phases. Ainsi, la solidification se termine à la température de 577°C. Entre ces deux extrêmes de températures nous pourrons étudier le phénomène de solidification.

5.3 Perturbations des courbes de refroidissement

Deux perturbations importantes peuvent être produites lors des acquisitions. La première est due à la différence de température entre le tube et le métal liquide, ce qui crée une variation du taux de refroidissement du métal. La seconde est due à la circulation du métal et du courant par l'orifice du tube lors des acquisitions, ce qui crée une hausse de température dans et autour de l'orifice.

La figure 4.4 montre l'effet de la descente du tube sur le taux de refroidissement de l'alliage. Dès la descente du tube, une perturbation qui fait diminuer la température de façon brusque se fait sentir. Environ 200 secondes après la descente du tube l'alliage revient à un taux de refroidissement plus constant mais ayant une valeur de 17% plus rapide que celui présent avant la descente du tube. Ainsi le métal entourant l'orifice reprend une température uniforme avec le reste du métal ambiant. Alors, il est possible d'affirmer que la présence du tube dans le métal crée une source de refroidissement additionnelle.

L'observation de la courbe de refroidissement nous indique que la présence du tube cause une perturbation sur la température du métal au pourtour de l'orifice. La plus importante perturbation se fait lors de la descente du tube qui doit par la suite atteindre l'équilibre thermique avec le métal. La baisse de température causée par le tube peut avoir pour effet de débuter la solidification autour du tube avant que la température du métal environnant n'atteindre la température du liquidus. Cet effet est plus important quand la température de descente du tube est trop près (environ 10°C) de la température du liquidus. L'apparition de germes solides, créés par ce phénomène avant l'atteinte de la température du liquidus, risque d'être mesuré lors d'une acquisition avant cette mesure et de fausser les données. Pour cette raison, il a été établi que la descente du tube se ferait 40°C au-dessus de la température du liquidus pour permettre au tube d'atteindre l'équilibre thermique, par conduction de chaleur, avec le métal et d'obtenir une courbe de refroidissement stable avant le début de l'acquisition. Ainsi, les germes produits par la perturbation thermique causée par le tube disparaîtront avant la première acquisition.

L'effet de la circulation du métal par l'orifice du tube sur le taux de refroidissement et sur la température du liquidus peut être observé à la figure 4.5. Lors de la descente du tube, une chute brutale de la température est mesurée. Par la suite, la température reste constante à $637 \pm 2^\circ\text{C}$. Cette température est légèrement supérieure à la température du liquidus théorique. Ainsi, des germes apparaîtront avant l'atteinte de la température du liquidus théorique.

Par contre, l'effet d'une acquisition à une température de 40°C supérieure au liquidus est observé à la figure 4.6. Le taux de refroidissement prend la valeur de $1.35 \pm 2^\circ\text{C}/\text{min}$, ce qui correspond aux limites de l'incertitude entourant la valeur obtenue sur les courbes de refroidissement où aucune perturbation n'a été créée. Ainsi, pour contrecarrer la perturbation du taux de refroidissement causé par l'acquisition, la première acquisition a été faite à environ 35°C au-dessus du liquidus.

À partir du graphique 4.6, les résultats de température sont représentés par trois courbes correspondant aux trois thermocouples positionnés à différents endroits dans le montage expérimental décrit à la section 3.2. Ces thermocouples indiquent les perturbations causées par la circulation du courant et du métal dans l'orifice. L'augmentation de 5°C lors des acquisitions crée une zone où les germes auront tendance à diminuer de taille. Mais cette diminution de la taille du germe ne détruira la particule qu'en partie, dû à la grande vitesse de passage du métal dans l'orifice.

5.4 Influence du diamètre de l'orifice

Lors des expériences, le diamètre d'orifice fut varié pour permettre l'analyse de son influence sur les mesures. Deux éléments importants sont apparus. Le premier est relatif à la taille des germes mesurés par le LIMCATM. Le second porte sur la distribution des tailles des germes analysés.

Des mesures de taille des particules conductrices ont été effectuées en utilisant des orifices ayant respectivement des diamètres de 300 et 500 μm . Au tableau 4.2, les

résultats de plusieurs expériences utilisant ces deux tailles d'orifice sont présentés. La taille moyenne des particules en général est supérieure pour l'orifice de diamètre de 500 μm pour une même température. Une représentation graphique est présentée à la figure 4.13.

La première observation que l'on peut faire est que l'orifice de diamètre de 500 μm laisse circuler des particules beaucoup plus grosses que l'orifice de diamètre de 300 μm , comme le montrent les résultats figurant au tableau 4.2. La seconde observation est que l'orifice de diamètre de 500 μm présente des valeurs moins précises, car pour un même temps de liquidus, il est possible de retrouver des particules de taille moyenne variant de 25, 35,45 ou même 75 μm . Cette variation est probablement dû au fait que l'orifice bloqué ne laisse pas circuler les particules des grandes tailles par rapport à l'orifice sans obstacle qui permet le passage des grosses particules. Ainsi, dépendant de l'obstruction de l'orifice, les résultats varient. Après un certain temps sous le liquidus, les particules mesurées ont des valeurs diminuant de façon évidente, ce qui est dû au fait que l'orifice du tube se bloque par la présence de métal solide s'accrochant aux parois de l'orifice et empêchant les particules de grande taille de passer. Ainsi, l'appareil ne perçoit que les petites particules ou même, à la limite, pas de particules du tout. Il est quand même possible d'affirmer que le LIMCATM permet de voir la croissance des grains après l'apparition du liquidus jusqu'à une température où le métal devient trop visqueux pour circuler par l'orifice ou que ce dernier se bloque. De plus, ces résultats donnent de l'information sur le seuil de détection de l'appareil et ses limites, notamment lorsque les particules ne peuvent plus circuler à travers l'orifice. Ainsi, il est nécessaire de faire un

compromis pour la taille de l'orifice; d'un côté, il y a la possibilité d'avoir une bonne précision avec l'orifice de $300\mu\text{m}$ et d'un autre côté, l'orifice de $500\mu\text{m}$ permet de prendre des mesures sur une plus grande plage de température dû au fait qu'il sera bloqué moins rapidement. Par conséquent, le choix du diamètre d'orifice doit se faire judicieusement.

Les résultats de tailles de grains obtenus pour l'orifice de diamètre de $300\mu\text{m}$ présente un aspect qui était prévu par la théorie qui suggère que les grains solides mesurés après la température du liquidus doivent se former et croître. Les figures 4.13 et 4.14 présentent la distribution selon des plages de taille des particules solides mesurées et selon le diamètre des orifices. La première chose se rapporte au nombre de particules qui circulent par les orifices. L'orifice de diamètre de $500\mu\text{m}$ mesure beaucoup plus de particules que l'orifice de diamètre de $300\mu\text{m}$, soit un facteur 10, pour un volume équivalent (cette affirmation n'est pas représentée sur la figure puisque les valeurs ont été normalisées pour permettre l'utilisation de la même échelle). La raison de cette différence est, en partie, que l'orifice de diamètre de $500\mu\text{m}$ laisse circuler beaucoup de particules malgré le fait qu'il commence à être bloqué par le métal solidifié sur les parois de l'orifice, puisque l'aire d'entré est plus grande. L'aire de l'orifice était de plus de 50% supérieur, ce qui laisse circuler plus de particules. Ainsi l'orifice de $500\mu\text{m}$ détecte plus de particules et de plus grande taille que l'orifice de $300\mu\text{m}$.

Un autre élément d'importance est la distribution des particules. Les données pour l'orifice de diamètre de $300\mu\text{m}$ prennent la forme d'une exponentielle, alors que pour le

diamètre de 500 μm , la distribution prend la forme d'une distribution normale centrée autour de l'intervalle 5(de 50 à 60 μm) pour la température de 640°C et de l'intervalle 6 (de 60 à 70 μm) pour la température de 638°C. Ainsi, une autre chose que l'on peut tirer de ces graphiques est sur la croissance des particules en fonction de la température. Le déplacement du centre de la distribution normale vers la droite et une augmentation de l'écart-type indique une croissance des grains lorsque la température diminue; ce résultats était d'ailleurs anticipé. Et le fait que la concentration des particules de la région 8 (de 80 à 100 μm) augmente de 50% lors du passage de la température de 640°C à 638°C pour l'orifice d'un diamètre de 500 μm est aussi en accord avec la théorie. Il est également plausible à ce moment d'affirmer que le meilleur orifice pour répondre aux exigences de la détermination de la présence des grains solides et de leur croissance dépend du type d'information désiré et de la température à laquelle s'effectuent les expériences. L'orifice de diamètre de 300 μm permet d'être plus précis sur la taille des particules. Par contre, l'orifice de 500 μm nous permet de mesurer des particules de taille supérieure et d'obtenir une distribution normale de la taille des particules.

5.5 Analyse des résultats en continu

Les résultats en continu présentés à la figure 4.15 montrent une augmentation de la concentration des grains aux températures inférieures à celle du liquidus. Par contre, il est évident qu'après un certain temps l'orifice finit invariablement par se bloquer, comme à la température de 633.2°C, et ne permet qu'à des particules de petite taille de circuler par l'orifice. Ceci diminuera la concentration de particules mesurée à ce moment. Il est

manifeste que la circulation de courant par l'orifice crée un réchauffement lorsque les particules sont mesurées. La courbe de refroidissement du thermocouple à l'intérieur du tube le démontre bien. Cependant, le phénomène de croissance des particules reste toujours présent malgré l'augmentation de température. Par conséquent, les mesures prises représentent la forme générale d'une croissance de particules, jusqu'à l'atteinte d'un maximum. Après ce point optimum, l'orifice commence à se bloquer et crée ainsi une diminution de la concentration des particules mesurées.

Un autre élément important causé par le réchauffement du métal lors de l'acquisition implique une diminution de la taille des particules. Quant à l'utilisation première du LIMCATM, qui était de mesurer la taille des inclusions non-conductrices le problème ne se posait pas puisqu'une variation de 5°C ne change pas la taille de ces inclusions.

Ainsi, il est possible d'affirmer que la présence du courant dans l'orifice fait augmenter la température du métal, jusqu'à faire fondre ou diminuer la taille de certaines particules. Cependant, cette technique permet tout de même de détecter la présence de particules de métal solide et leur évolution lors de la solidification.

Les mesures prises à l'aide de la technique d'acquisition en continu permet de descendre à des températures bien inférieures à la température du liquidus, jusqu'à 610°C. Ceci donne un avantage incontestable sur l'acquisition ponctuelle. L'explication de ce phénomène est que chaque acquisition crée une certaine quantité de chaleur à

l'intérieur de l'orifice produite par le courant y circulant. Ainsi, la chaleur permet au métal lié aux parois de l'orifice de se détacher entièrement ou partiellement, ce qui permet la poursuite des acquisitions. De plus, chaque acquisition favorise la circulation de métal par l'orifice, ceci laisse supposer que le métal lié aux parois de l'orifice se détacherait par la force de cette circulation ou simplement par le réchauffement causé par le fort courant électrique.

Les graphiques de la figure 4.16 présentent l'évolution des particules en fonction de la variation de la température. Il est manifeste que la diminution de la température crée une évolution dans la forme des histogrammes. Le centre de cette représentation normale se déplace vers la droite ce qui signifie que l'augmentation de la taille des particules a lieu. De plus, l'augmentation de la concentration des particules dans la région 8 (de 80 à $100\mu\text{m}$), soit $90\mu\text{m}$ en moyenne, est un autre indice qu'il y a croissance des particules lors de la diminution de la température.

Les distributions représentées à la figure 4.17 nous amènent à la même conclusion que la figure précédente. Cependant, la distribution prend plutôt la forme d'une exponentielle. La croissance des particules en fonction de la température y est manifeste. Une constatation importante est faite au niveau de la forme des distributions en fonction du diamètre de l'orifice. La théorie de solidification équiaxe prévoit que l'évolution de la taille des germes devrait prendre la forme d'une distribution normale, comme l'exprime les données obtenues avec l'orifice de $500\mu\text{m}$ qui nous permettent de voir tout l'éventail des germes existants. Par contre, l'orifice de $300\mu\text{m}$ ne permet pas au grosses particules

de passer en grand nombre. Ainsi seulement les plus petites particules passe en grande quantité.

4.6 Résultats ponctuels

Le graphique de la figure 4.18, présente un accroissement de la taille des grains en fonction de la diminution de la température. Ainsi, suivant toujours la prédiction faite par la théorie, la technique d'acquisition de donnée de façon ponctuelle donne les résultats attendus puisque la tendance mesurée pour l'évolution de la taille des grains démontre une augmentation de leur taille lorsque la température diminue.

L'un des inconvénients de la technique d'acquisition ponctuelle se trouve dans sa limitation des mesures lorsque la température du métal est basse, c'est-à-dire inférieure à la température du liquidus. Ainsi, cette méthode ne permet pas de connaître l'état des particules (leur taille) à des températures basses. Ce phénomène est dû au fait qu'à ces températures, l'orifice se bloque avant l'acquisition et que les deux électrodes deviennent en contact par le lien du métal.

4.7 métallographie

Les mesures métallographiques nous démontrent que le nombre et la taille des grains augmentent lorsque la température diminue, ce qui correspond aux données prises par le LIMCATM dans les expériences des sections précédentes. Une observation importante faite lors de la métallographie des grains, présente des regroupements de germes, ce qui laisse supposer que le LIMCATM aurait mesuré durant les expériences précédentes non seulement des particules mais également des amas de germes.

4.8 Synthèse

Cette section nous permettra de revenir sur les éléments importants que nous avons notés dans les paragraphes précédents. Ceci permettra d'évaluer la méthode de mesure de la zone électrique (ESZ method) pour la mesure in-situ du processus de germination et de croissance durant la solidification des alliages d'aluminium.

La première constatation concerne la façon de descendre le tube permettant l'acquisition. Pour éviter des perturbations dans le métal causé par le tube, il est important de descendre le tube à une température d'au moins 40°C supérieure à celle du

liquidus. Ainsi, les perturbations causées par la différence de température entre le tube et le métal peuvent être évitées en permettant à l'échange thermique de se faire.

La seconde constatation faites lors de ces expériences se situe au niveau de la dimension de l'orifice du tube. L'orifice de 500 μ m présente des avantages puisqu'il bloque à des températures inférieures à celles de l'orifice de 300 μ m. Ce qui nous permet d'analyser la solidification du métal plus longtemps. De plus, la distribution obtenue prend la forme d'une courbe normale, ce qui correspond bien à la théorie de la solidification équiaxe.

La comparaison entre les deux techniques d'acquisition est présentée à la figure 5.1. Celle-ci démontre que la taille des particules ne varie pas beaucoup d'une technique à l'autre avant que la température du liquidus soit atteinte.

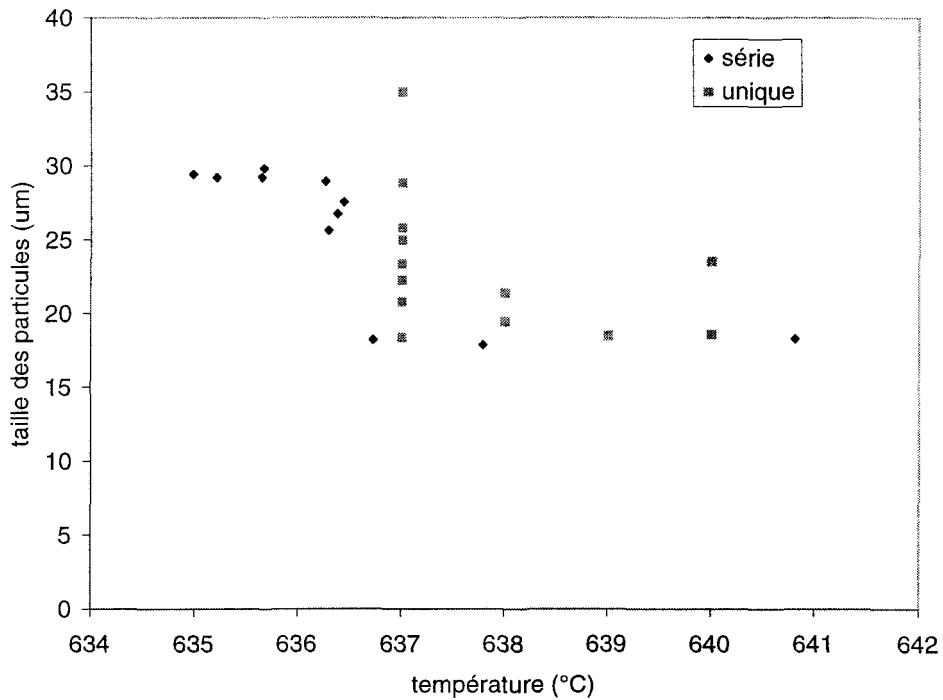


Figure 5.1. Représentation graphique de la taille moyenne des particules en fonction de la température pour des acquisitions ponctuelles et des acquisitions en continu.

Le graphique de la figure 5.2 montre l'évolution de la concentration de particules en fonction de la température. Ce phénomène est plus évident avec la technique de l'acquisition en continu par rapport à l'acquisition ponctuelle. La raison de cette action est expliquée au paragraphe précédent, Ainsi, la présence du courant dans l'orifice joue un grand rôle pour l'analyse des données. On peut affirmer qu'au niveau de la concentration, la différence entre les deux techniques est plus évidente. L'acquisition en série permet à une moins grande quantité de particules de passer, ce qui confirme l'analyse faite précédemment à l'effet que l'acquisition ponctuelle bloque l'orifice beaucoup plus rapidement que l'acquisition en continu.

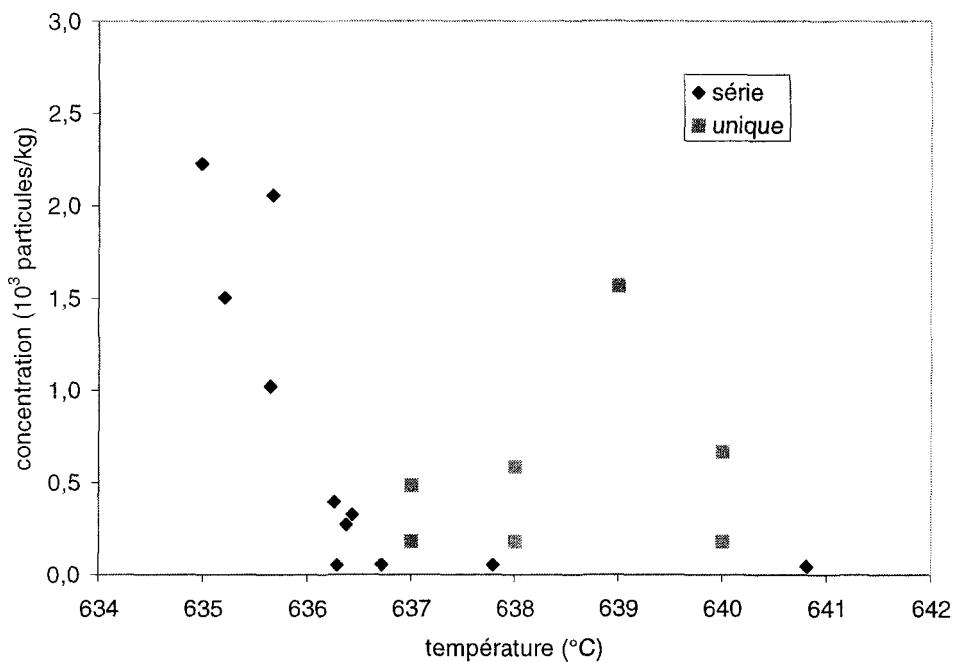


Figure 5.2 Représentation graphique de la concentration des particules en fonction de la température pour des acquisitions ponctuelles et des acquisitions en continu.

Chapitre 6

Conclusion

À l'intérieur de ce dernier chapitre, un retour au but s'impose pour vérifier son accomplissement au cours des différentes expériences de ce projet. De plus, une récapitulation des points importants de ce projet pour des mesures de grains par la technique de zone électrique (ESZ), en l'occurrence le LIMCA, sera effectuée. Une description des limites de l'appareil étudié sera également faite et permettra de décrire les études futures pouvant être effectuées afin de favoriser le développement de cette technique de mesure in-situ.

6.1. Le diamètre de l'orifice

Le premier but de ce projet était de déterminer le meilleur diamètre de l'orifice pour la mesure de la taille des particules solides, ainsi que l'effet de la taille de l'orifice sur ces mesures.

La première constatation importante se situe au niveau de la précision des mesures. L'orifice de $300\mu\text{m}$ présente une plus grande répétabilité des mesures que l'orifice de $500\mu\text{m}$. Ce phénomène est dû au fait que l'orifice de $500\mu\text{m}$ laisse toujours circuler un peu de métal même s'il est bloqué, alors que l'orifice de $300\mu\text{m}$ n'en laisse plus circuler lorsqu'il se bouche. Ainsi cet inconvénient de répétabilité peut être évité en s'assurant qu'il n'y a pas d'obstacle dans l'orifice.

La seconde constatation, et la plus importante, concernant l'effet de la taille de l'orifice sur les mesures, est le type de distribution créée par les différents intervalles de taille des particules en fonction de leur concentration. Pour l'orifice de $300\mu\text{m}$, on voit apparaître une distribution sous la forme d'exponentielle, alors que pour l'orifice de $500\mu\text{m}$ les tailles mesurées s'approchent d'une distribution normale. Selon la théorie de solidification équiaxe, la distribution des particules devrait avoir la forme d'une distribution normale. Ainsi, l'orifice de $500\mu\text{m}$ permet de s'approcher de façon réaliste de la théorie.

Finalement, la dernière constatation pour cette partie du projet indique que la concentration mesurée par l'orifice de $500\mu\text{m}$ représente une valeur dix fois plus grande que dans le cas de l'orifice de $300\mu\text{m}$, ce qui permet d'avoir une meilleure représentativité de la taille des particules d'aluminium solides dans le métal.

Donc, l'orifice de $500\mu\text{m}$ représente le diamètre optimum parmi les deux tailles d'orifice étudiées, dû à la concentration de particules qu'il permet de mesurer ainsi qu'à la forme de distribution qu'il représente, celle-ci répondant à la théorie de solidification équiaxe, soit la distribution normale. De plus, la concentration de particules mesurées est de beaucoup supérieure à celle de l'orifice de $300\mu\text{m}$.

6.2 Les techniques d'acquisition

Le second but de ce projet était de mettre en évidence la technique d'acquisition permettant d'avoir les meilleurs résultats. La première technique consistait à prendre des acquisitions sans arrêt en laissant refroidir le métal tranquillement. La seconde technique d'acquisition consistait à prendre une seule acquisition lorsque le métal a atteint la température désirée.

Le premier élément identifié est le fait que les acquisitions uniques ne permettent pas de descendre à des températures légèrement inférieures à la température du liquidus. Alors que la technique d'acquisition continue permet de prendre des mesures jusqu'à 20°C sous la température du liquidus.

Un second élément important se situe au niveau des résultats. Chaque technique démontre que lors du refroidissement du métal, il y a augmentation de la concentration des particules et, en plus, augmentation du nombre de particules de grandes tailles. De plus, dès l'atteinte de la température du liquidus, on voit apparaître une augmentation des particules, comparativement au plateau, créée par le bruit électrique extérieur qui se situe avant la température du liquidus.

Un autre fait important consiste à la création de chaleur par le courant électrique dans l'orifice lors des acquisitions. Cette chaleur crée une augmentation de température mesurée par les deux thermocouples situées à l'intérieur et à l'extérieur de l'orifice. Cette

variation est d'environ 5°C. Mais cette variation de température fait disparaître qu'une partie de la particule due à la vitesse à laquelle la particule circule par l'orifice.

Un autre élément qui a attiré notre attention est l'obstruction de l'orifice. Pour la méthode d'acquisition unique, dès l'atteinte de la température du liquidus, l'orifice se bloque. Pour la méthode d'acquisition continue, on s'aperçoit que la taille des particules augmente avec la diminution de température jusqu'à une certaine température, où l'on constate que la concentration des particules diminue, dû à l'obstruction de l'orifice. Ce phénomène est un problème majeur dans la bonne réussite de ces expériences.

Donc, la meilleure méthode d'acquisition pour les particules solides est la méthode d'acquisition continu, puisqu'elle permet de descendre à des températures bien inférieures à la température du liquidus et que l'orifice s'obstrue beaucoup moins que lors d'acquisition de courte durée. Enfin, il ne faut pas oublier que la particule diminue de taille dû à la génération de chaleur par le fort courant électrique dans l'orifice.

6.3 Méthode comparative

La dernière partie de ce projet avait pour but de vérifier l'exactitude des résultats à l'aide d'une autre méthode de mesure. La technique utilisée fut la métallographie. À l'aide d'un appareil qui aspire, le métal est plongé dans de l'eau froide pour permettre une solidification rapide. Ainsi, les grains déjà solidifiés sont gros et entourés de petits venant tout juste de se solidifier.

La plus importante constatation est que les grains sont regroupés ensemble, ce qui permet de dire que ce sont les amas de grains qui bloquent en partie ou en entier l'orifice du tube lors des mesures.

Une autre constatation se situe au niveau de la croissance des grains. Avant la température du liquidus nous mesurons un plateau et dès l'atteinte de la température du liquidus les grains commencent à croître.

Donc, cette partie du projet a permis d'avoir une idée qualitative de l'évolution des grains en début de solidification. Une étude plus approfondie pourrait permettre d'avoir une analyse quantitative des résultats.

6.4 synthèse

Le plus important problème se situe au niveau de l'obstruction de l'orifice du tube. Ainsi, une méthode permettant d'éviter la création de germination hétérogène sur les parois du tubes donnerait des résultats plus précis sur l'évolution des particules solides.

En conclusion, nous pouvons affirmer que les buts de ce projet ont été atteints. Nous avons déterminé l'orifice optimum à utiliser pour la mesure des particules solides à l'aide du LIMCATM, soit l'orifice de 500µm, ainsi que la méthode la plus efficace pour

l'acquisition des données, soit l'acquisition en continu. De plus nous avons évalué la technique à l'aide de la métallographie qui nous donne des résultats concordant avec nos données. Cette méthode a montré qu'il était possible de mesurer la taille des particules *in-situ*. Cependant, il ne faut pas oublier que les résultats sont comparatifs. La technique de mesure des particules d'aluminium solide à l'aide du LIMCA™ s'est avérée prometteuse et pourrait permettre d'approfondir la théorie de la solidification de l'aluminium et de ses alliages.

Bibliographie

- 1- Allen,T., Particule size mesurement, powder tecchnology series, third edition, 1981, 678 page.
- 2- American society for metal, Aluminium, properties, physical metallurgy and phase diagrams, édité par Kent R. Von Horn, 425 pages.
- 3- Bomem inc., Calibration manual version 1.0, 1988, 43 pages.
- 4- Chalmer, B., Metallurgie physique, Dunod, 1963, 430 pages.
- 5- Deblois, R.W., Bean C.P.,Counting and sizing of submicron particles by resistive pulse technique, the review of scientific instrument, volume 41, numéro 7, page 909.
- 6- Deblois, R.W., Bean C.P.,Electrokinetic measurement whit submicron particles and pores by resistive pulse technique, journal of colloid and interface science, volume 61, numéro 2, 1977
- 7- Fleming, Merton, solidification processing, Mc Graw-Hill serie, 1974, 430 pages.
- 8- Gruzleki, Closset, The traitemet of liquid aluminium-silicium alloys, the american fondrymen's society inc., 1990, 248 pages.
- 9- Guthrie, Doutre, On-line measurement of inclusions in liquid melts, C.I.M. 1985
- 10- Kurz, W., Fondamental of solidification, trans tech publications, 1986, 242 pages.
- 11- Lacmann, Herden, Mayer, Kinetics of nucleation and cristal growth, chem. Eng. Technology 22, 1999, page 279-289.
- 12- Lloyd, P.J., Respond of electrical sensing zone method to non-spherical particles.
- 13- Martin, J.P., On-line cleanless determination in molten alumimium alloys using the LIMCA II analyser, light metal 1994, page 915.
- 14- Mason, La cinétiuqe des changements de phase dans les métaux, 1968, 247 pages.
- 15- Maxwell, J.C., A treatise on electricity and magnetism, dover publication, 1954, 493 pages.
- 16- Minkoff, I., Solidification and cast structure, Jonh Wiley and sons, 1986, 227 pages.
- 17- Mondolfo, Aluminium alloys, structure and properties, butter worth, 971 pages.

- 18- Murray, Mc alister, Bulletin of alloys phase diagramms, volume 5 (1) ASM international, materials park, ohio.
- 19- Pedneau, N., Equiaxed-grain size analysis in the mushy zone during the solidification via in-situ method based on the electrical sensing zone principle, scripta materialia, vol.37, numéro 7, p.903.
- 20- Pekguleryuz, Pedneau, In-situ method for investigation of equiaxed-grain growth in hypoeutectic and hypereutectic Al-Si alloys, Scripta materialia, volume 38, no. 10 1998, page 1533.
- 21- Perepezko, Uttormark, Undercolling and nucleation during solidification, ISIJ international volume 35, no.6, 1995, page 580-588.
- 22- Porter, Easterling, Phase transformation in metals and alloys, 1981, 446 pages.
- 23- Smythe, W.R., Flow around a sphere in a circular tube, the physics by fluides. Volume 4, numéro 6, june 1961.
- 24- Winegord, Introduction à la solidification des métaux, Donod, 103 pages.