



HAL
open science

Développement d'une nouvelle technique d'élaboration de mousses d'acier par fonderie et caractérisation mécanique

Jonathan Dairon

► **To cite this version:**

Jonathan Dairon. Développement d'une nouvelle technique d'élaboration de mousses d'acier par fonderie et caractérisation mécanique. Matériaux. Ecole Centrale de Lille, 2008. Français. NNT: . tel-00694478

HAL Id: tel-00694478

<https://theses.hal.science/tel-00694478>

Submitted on 4 May 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre : 90

ECOLE CENTRALE DE LILLE

THESE

présentée en vue d'obtenir le grade de

DOCTEUR

en

Spécialité : Mécanique

par

Jonathan DAIRON

DOCTORAT DELIVRE PAR L'ECOLE CENTRALE DE LILLE

Titre de la thèse :

« Développement d'une nouvelle technique d'élaboration de mousses d'acier par fonderie et caractérisation mécanique »

Soutenue le 10 décembre 2008 devant le Jury d'examen :

Président du jury : M. Alex Rémy, Professeur et Directeur du Centre de Paris, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers

Rapporteur : M. Jean-Bernard Guillot, Professeur, Ecole Centrale Paris

Rapporteur : M. Yves Bienvenu, Professeur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris

Membre : M. Guiny, Directeur des Relations avec la Profession, C.T.I.F.

Membre : M. Jean-Charles Tissier, Maître de conférences, Ecole Centrale de Lille

Membre : M. David Balloy, Maître de conférences, Ecole Centrale de Lille

Directeur de Thèse : M. Gérard Degallaix, Professeur, Ecole Centrale de Lille

Thèse préparée au Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107)
Ecole Doctorale SPI 072 Lille Nord-de-France

Résumé

Les mousses métalliques sont des matériaux intéressants pour fabriquer des absorbeurs d'énergie et des panneaux de faible masse travaillant en flexion. Jusque là, l'aluminium a principalement été employé : sa masse volumique réduite et ses performances mécaniques assez élevées ont fait de lui le candidat idéal pour créer des structures rigides et légères pouvant absorber de grandes quantités d'énergie.

Cette thèse étudie la possibilité d'employer de l'acier pour produire des mousses métalliques. L'objectif a été de tirer parti du faible coût et/ou des performances mécaniques très élevées de ce métal pour fabriquer des mousses rivalisant avec les mousses d'aluminium.

Pour fabriquer des mousses d'acier, deux types de techniques ont été testés dans le cadre de cette thèse : le moussage d'un métal liquide et l'infiltration d'une préforme. Le premier consiste à former une mousse liquide qui est ensuite solidifiée. Pour cela, nous nous sommes attachés à introduire du gaz dans l'acier et à créer les conditions pour que la mousse formée soit stable. Le second consiste à couler le métal dans un réseau de porosités ayant la forme d'une mousse. Pour mettre en œuvre ce procédé, nous avons mis au point une nouvelle technique de fabrication de préformes. Nous avons également étudié les paramètres conditionnant ses possibilités en termes de taille de pièce.

Finalement, les performances des mousses d'acier fabriquées par infiltration ont été évaluées, via des essais de compression uniaxiale, pour les comparer à celles des mousses d'aluminium. Une première modélisation numérique de la mousse d'acier a aussi été effectuée, pour en apprécier la pertinence à prévoir le comportement de ce matériau.

Abstract

Metal foams are interesting materials for manufacturing energy absorbers and bending working panels. So far, aluminium has almost been the only metal to be employed: its weak density and fairly high mechanical performances have made of it the perfect candidate to make stiff and light structures able to absorb huge quantities of energy.

This thesis deals with the opportunity to use steel in metal foam production. The aim was to take advantage of the low cost and/or of the high mechanical performances of this metal to compete with aluminium in metal foam manufacture.

To produce steel foams, two kinds of processes have been tested during this thesis: liquid metal foaming and preform infiltration. The first consists in making liquid foam which solidifies after. In this goal, we worked on gas introduction in the metal and on the conditions of stability of the foam. The former consists in casting metal into a porous network of which the shape is that of foam. For this process, we developed a new technique for making preforms. We also studied parameters which could affect its possibilities as for parts size.

At last, performances of steel foams which were manufactured by infiltration process were evaluated through compression tests, in order to compare them with aluminium foams. A first numerical modelling work was done as well to appreciate its relevancy in predicting the behaviour of this material.

Remerciements

Mes premiers remerciements vont à l'ensemble des personnes avec qui j'ai travaillé durant cette thèse, tant celles de l'Ecole Centrale de Lille que du Centre Technique des Industries de la Fonderie (C.T.I.F.).

De même, je remercie Monsieur Rémy, directeur du centre de Paris des Arts-et-Métiers, d'avoir accepté d'être le président du jury de cette thèse. Je remercie également Monsieur Bienvenu, professeur à l'Ecole des Mines de Paris, et Monsieur Guillot, professeur à l'Ecole Centrale Paris et à l'Ecole Supérieure de Fonderie et de Forge, qui m'ont honoré en étant les rapporteurs de cette thèse.

Parmi tous les membres de l'Ecole Centrale de Lille, j'adresse en particulier mes remerciements à Gérard Degallaix, qui a accepté d'être mon directeur de thèse. Ses conseils et son optimisme ont grandement participé à conserver la dynamique dans laquelle s'est inscrite cette thèse.

Je remercie aussi profondément Jean-Charles Tissier, qui a su encadrer cette thèse et avec qui j'ai beaucoup appris sur la fonderie en général et sur l'élaboration des métaux en particulier. Je tiens à le remercier de sa gentillesse et de sa disponibilité. Il a toujours su être présent à mes côtés, tant au niveau scientifique qu'humain.

Je remercie également David Balloy. Non pas pour m'avoir accueilli dans son bureau mais, lui aussi, pour ses qualités humaines et scientifiques. Il a su m'épauler durant cette thèse, toujours prêt à discuter sur les difficultés rencontrées et à enfile la tenue de fondeur pour partir vers de nouvelles expériences. Merci David, je te souhaite tout le succès que tu mérites pour ton H.D.R.

Je tiens à remercier Bruno Haubreux, technicien à l'Ecole Centrale de Lille, sans qui il n'y aurait pu avoir autant de réalisations expérimentales durant cette thèse. Bruno, toujours prêt à se lancer dans les expériences les plus saugrenues, surtout s'il y a un risque que ça explose !

Je remercie aussi tous les membres l'équipe de mécanique et matériaux de l'Ecole Centrale de Lille, permanents, doctorants ou autres ainsi que ceux du Laboratoire de Mécanique de Lille. Les discussions avec eux ont souvent été bénéfiques pour mes travaux et les moments passés ont été forts agréables et resteront gravés dans ma mémoire. En particulier, je remercie Djimédo Kondo pour son travail de relecture.

J'adresse également mes remerciements à l'ensemble des employés de C.T.I.F., ceux présents comme ceux qui, depuis, n'en font plus partie. Je pense en particulier à Stéphanie Dorlencourt, ma tutrice au niveau de C.T.I.F. Ses conseils et son suivi m'ont beaucoup apporté. Je la remercie aussi pour ses qualités humaines et lui adresse tous mes vœux de réussite pour la suite.

J'adresse mes remerciements à Monsieur Guiny, directeur des Relations avec la Profession à C.T.I.F, qui a accepté de faire partie du jury. Je remercie aussi plus généralement l'ensemble de la direction de C.T.I.F. qui a choisi de me faire confiance et de me permettre de continuer dans cette entreprise après ma thèse. Plus particulièrement, je remercie Clotilde

Macke, sous la direction de laquelle je vais désormais travailler, de m'avoir accordé le temps nécessaire pour finir de rédiger ce manuscrit.

Enfin, mes derniers remerciements, et pas les moindres, vont à ma famille et à Judith, ma petite amie. Je pense en particulier à mes parents, car il va de soi que, sans eux, sans leur soutien, je ne serais pas arrivé où j'en suis actuellement. Et à Judith, qui a toujours su m'encourager et me supporter, en toutes circonstances, depuis trois ans.

« L'homme par son langage ordonne l'univers et, quand les concepts en jeu ne créent plus l'ordre, il change ses concepts pour d'autres créant ainsi un ordre plus général. Tel est le seul mais véritable progrès scientifique. Et je sais bien que je renoncerai bientôt à mon ensemble de notions conceptuelles, qu'elles deviendront toutes fausses, au titre où le profane entend ce mot. Mais peu m'importe à moi qui ne prétends qu'ordonner le monde de plus en plus et trouver dans ce but le meilleur langage « actuel » ».

Antoine de Saint-Exupéry, Carnets

Table des matières

Résumé / Abstract	iii
Remerciements	v
Introduction générale	xiii
I. Bibliographie	1
I.1. Les métaux cellulaires et leurs procédés d'obtention	1
I.1.1. Classification des métaux cellulaires	1
I.1.2. Classification des procédés d'obtention de matériaux cellulaires métalliques	3
I.2. Production de mousses métalliques par introduction de gaz dans un liquide	5
I.2.1. Théorie du moussage des métaux	5
I.2.2. Moussage d'un liquide obtenu par voie de fonderie	16
I.2.3. Moussage à l'état liquide de poudres compactées	27
I.3. Production de mousses par dégagement gazeux au moment de la solidification : les gasars	31
I.3.1. Le principe	31
I.3.2. Description des techniques	32
I.4. Production de mousses par infiltration	35
I.4.1. Infiltration d'une préforme	35
I.4.2. Infiltration d'un réseau obtenu par moulage d'un modèle perdu	38
I.5. Conclusion sur la bibliographie	40
II. Stratégie de mise en œuvre	41
II.1. Contexte technico-économique : quelle place pour les mousses d'acier ?	41
II.2. Moyens d'évaluer la réalisation de l'objectif : les critères d'acceptabilité	42
II.2.1. Définition de critères d'acceptabilité	42
II.2.2. Expression des indices de performance	43
II.2.3. Indices de performance des mousses d'aluminium	54
II.3. Moyens expérimentaux	60
II.3.1. Fours de fusion	60
II.3.2. Matériel de moulage	62
II.3.3. Moyens d'investigation et matériel de mesure	64
II.4. Démarche scientifique : un cheminement logique guidé par la potentialité des procédés	66
II.4.1. Les voies accessibles à la fonderie	66
II.4.2. Les essais de moussage de métaux à l'état liquide obtenus par voie de fonderie	66
II.4.3. Les essais d'infiltration	67
II.4.4. Récapitulatif des voies explorées dans le cadre de la thèse	68
II.5. Conclusions sur la stratégie suivie : une démarche pragmatique	69

III. Moussage d'un métal liquide	71
III.1. Choix des agents stabilisants	71
III.1.1. Discussion sur les propriétés de mouillabilité des agents stabilisants potentiels	71
III.1.2. Liste des agents stabilisants potentiels et choix de ceux testés dans le cadre de la thèse	72
III.1.3. Association agents moussants / agents stabilisants	74
III.2. Essais de moussage au moyen d'un bouchon poreux	75
III.2.1. Origine de l'idée	75
III.2.2. Four avec bouchon poreux	75
III.2.3. Four avec canne d'insufflation munie d'un bouchon poreux	77
III.3. Essais de moussage employant des carbonates	79
III.3.1. Essais de moussage utilisant des carbonates et des oxydes	79
III.3.2. Considérations séparées sur l'emploi de carbonates et d'oxydes pour réaliser des mousses d'acier	81
III.3.3. Conclusions sur l'emploi de carbonates et d'oxydes pour fabriquer des mousses d'acier	82
III.4. Essais de moussage employant des hydrures	82
III.4.1. Rappel de l'origine	82
III.4.2. Premiers essais suivant les exemples détaillés dans le brevet	83
III.4.3. Modification des paramètres expérimentaux	85
III.4.4. Amélioration du mode d'introduction	89
III.4.5. Essais sur des aciers et étude de l'explosibilité	90
III.4.6. Conclusion sur les essais employant l'hydrure de zirconium	97
IV. Infiltration d'une préforme	99
IV.1. Infiltration d'un réseau de billes	100
IV.1.1. Mise en œuvre expérimentale	100
IV.1.2. Résultats expérimentaux	104
IV.1.3. Conclusion sur l'emploi de précurseurs sphériques en sel ou en verre	108
IV.2. Infiltration d'une préforme constituée par l'empilement de plaques	108
IV.2.1. Description de la nouvelle préforme	109
IV.2.2. Mise en œuvre expérimentale	112
IV.2.3. Morphologie de la mousse	115
IV.2.4. Conclusion sur l'infiltration d'une préforme constituée par l'empilement de plaques	118
IV.3. Eléments de maîtrise du procédé d'infiltration d'une préforme constituée par l'empilement de plaques	118
IV.3.1. Choix du sable de moulage pour réaliser la préforme	119
IV.3.2. Direction de remplissage	122
IV.3.3. Distance de remplissage	128
IV.4. Conclusion sur l'infiltration de préformes pour réaliser des mousses d'acier	142

V. Caractérisation et modélisation du comportement en compression uniaxiale	143
V.1. Caractérisation	143
V.1.1. Réalisation des éprouvettes	144
V.1.2. Caractérisation physique des éprouvettes	146
V.1.3. Protocole expérimental	149
V.1.4. Résultats expérimentaux	152
V.1.5. Indices de performance	158
V.1.6. Conclusion sur les performances des mousses d'acier	161
V.2. Modélisation numérique	162
V.2.1. Présentation du modèle numérique	162
V.2.2. Résultats de la simulation	171
V.3. Conclusion sur l'emploi des mousses d'acier	176
VI. Conclusion générale et perspectives	177
Références bibliographiques	183
Annexes	195
Annexe 1 : Equation du drainage dans les mousses	195
Annexe 2 : Expression du travail des efforts intérieurs et démonstration du théorème de l'énergie cinétique pour un solide déformable	199
Annexe 3 : Expression de l'énergie cinétique absorbée lors d'un choc	203
Annexe 4 : Réalisation de creusets pour le four ATYS TM	207
Annexe 5 : Récapitulatif des essais de moussage employant de l'hydrure de zirconium	210
Annexe 6 : Réalisation de la forme de cellule de base d'une plaque	213
Annexe 7 : Etablissement de la loi de solidification de Chvorinov	219
Annexe 8 : Calcul du nombre de Reynolds moyen lors du remplissage de la préforme en silice et ESIKOL TF [®]	224

Introduction générale

La réduction de la consommation énergétique, le gain en masse et l'amélioration de la sécurité figurent actuellement parmi les principaux défis auxquels se confronte le monde de la technique. Sous des pressions environnementales croissantes et une réglementation sécuritaire de plus en plus stricte, ces aspects deviennent incontournables, notamment dans le domaine du transport, et soutiennent l'émergence de nouveaux matériaux. Parmi eux, figurent les mousses métalliques dont l'étude, menée d'abord dans les années 50 à 70 puis à nouveau depuis le début des années 90, a montré leur capacité à répondre à certains de ces besoins : ces matériaux peuvent en effet absorber de grandes quantités d'énergie sans engendrer de décélération brutale et résistent à des efforts de flexion importants alors que leur masse est réduite.

Par ailleurs, outre ces applications structurales, l'emploi de mousses métalliques peut être envisagé pour viser de nombreuses applications fonctionnelles grâce à la combinaison exceptionnelle de leur nature métallique et de leur structure. Cette structure, qui peut différer d'une mousse à l'autre, se caractérise principalement par la connectivité de ses cavités, appelées pores. Si les pores sont isolés les uns des autres, la structure est dite à pores fermés. S'ils sont communicants, elle est dite à pores ouverts. Selon la nature de ces pores, les applications fonctionnelles sont différentes.

Ainsi, les mousses métalliques sont ou pourraient être employées dans la fabrication de :

- crash-boxes, c'est-à-dire des éléments absorbant une grande quantité d'énergie tout en conservant un niveau de décélération du véhicule contrôlé, lors d'un accident (mousses à pores ouverts ou fermés) ;
- poutres sandwiches (mousses à pores ouverts ou fermés) ;
- isolateurs sonores (mousses à pores fermés) ;
- échangeurs calorifiques et/ou électrochimiques (mousses à pores ouverts) ;
- filtres (mousses à pores ouverts) ;
- ...

Ces applications peuvent être combinées, ce qui fait des mousses métalliques des matériaux multifonctionnels ([BAN2001a]).

Les mousses métalliques arrivent aujourd'hui au stade du développement industriel ou préindustriel. Les plus courantes sont en aluminium ou en nickel. En effet, le premier est un métal particulièrement léger et performant du point de vue mécanique, ce qui fait de lui le candidat idéal pour viser les applications structurales que nous avons précédemment mentionnées ([BAN2001a], [BAN2005]). Le second a des propriétés électrochimiques très particulières et son conditionnement sous forme de mousse lui a permis de tirer le meilleur parti de ces propriétés pour s'imposer dans la fabrication de piles et surtout d'accumulateurs de téléphones portables ([INCO2008], [DIL2004]).

Le présent travail de thèse s'intéresse à la fabrication de mousses métalliques en acier, une possibilité qui, jusque là, n'a été que très peu explorée. Non sans raisons : l'acier a une densité bien supérieure à l'aluminium et, généralement, sa propriété électrochimique la plus notable est celle de rouiller ! De plus, il est bien plus difficile à mettre en forme que la plupart des métaux usuels, principalement à cause de sa température de fusion élevée.

Mais alors, quel intérêt y-a-t'il à fabriquer des mousses en acier ? La réponse réside dans le coût de ce métal, généralement beaucoup plus faible que celui des alliages d'aluminium, et/ou dans ses performances mécaniques, qui peuvent atteindre des niveaux bien plus élevés. D'ailleurs, pour de nombreuses applications, ce niveau de performances plus élevé permet de faire appel à des volumes de matière moindres que dans le cas des alliages d'aluminium, ce qui compense en grande partie le désavantage de l'acier sur son concurrent en termes de masse.

Il existe donc certainement une réelle place pour l'acier dans la fabrication de mousses métalliques employées dans des applications structurales, de par son coût et ses performances. C'est pourquoi le Centre Technique des Industries de la Fonderie (C.T.I.F.) et l'Ecole Centrale de Lille (E.C. Lille) se sont associés*, au travers de cette thèse, dans le but d'étudier la possibilité de fabriquer des mousses d'acier, d'évaluer le niveau de performance de ces produits et de juger de leur intérêt.

Le travail effectué durant cette thèse est présenté dans ce mémoire. Celui-ci s'articule autour de cinq chapitres distincts :

- le chapitre 1, bibliographique, fait un état de l'art des techniques actuelles pour fabriquer des mousses métalliques par des voies accessibles à la fonderie, c'est-à-dire pour lesquelles le métal est à l'état liquide. Le but de ce chapitre est de faire ressortir les paramètres qui conditionnent l'obtention d'une mousse métallique en s'appuyant sur l'expérience dans le domaine, principalement issue des études sur les mousses d'aluminium ;
- le chapitre 2 présente la démarche scientifique qui a été suivie pour traiter le sujet. En premier lieu, le contexte technico-économique dans lequel se situe le sujet de thèse est rappelé. Il est montré comment ont été fixés, en se référant à ce contexte, les objectifs devant être atteints par les mousses d'acier pour que leur emploi présente un intérêt. Puis les moyens qui ont été à notre disposition afin d'atteindre ces objectifs sont présentés. Enfin, le choix des pistes explorées, issu de la prise en compte des objectifs et des moyens, est justifié ;
- le chapitre 3 présente les travaux expérimentaux qui ont été réalisés afin d'étudier la possibilité de former une mousse en introduisant du gaz dans un acier. Ces essais se distinguent par la manière d'introduire le gaz : au moyen d'un bouchon poreux ou au moyen de poudres dont la décomposition produit un dégagement gazeux ;
- le chapitre 4 détaille les travaux expérimentaux et les considérations théoriques en lien avec l'infiltration d'un réseau de porosités pour produire une mousse. Il présente notamment une nouvelle technique qui a été mise au point ainsi qu'un travail de mécanique des fluides visant à décrire le processus d'infiltration d'une préforme par un métal liquide ;
- le chapitre 5 expose un travail de caractérisation mécanique et de modélisation du comportement de la mousse fabriquée au moyen de la nouvelle technique d'infiltration. Il montre comment ont été quantifiées les performances de la mousse d'acier pour ensuite les comparer à celles des mousses d'aluminium. Il présente aussi les calculs qui ont été effectués en employant la méthode des éléments finis pour proposer une première modélisation du comportement de cette mousse en compression uniaxiale.

* Cette thèse a bénéficié d'un financement de l'A.N.R.T. (Association Nationale de la Recherche Technique) via un contrat CIFRE (n° 20050187).

I. Bibliographie

De nombreux procédés existent pour produire des mousses métalliques, mais peu concernent les aciers. Ce chapitre bibliographique en fait l'état de l'art, toutes métallurgies confondues. Le but est d'apporter les éléments permettant de comprendre le fonctionnement de ces procédés afin de les adapter à la fabrication de mousses d'acier.

Dans un premier temps, une vision globale du domaine des métaux cellulaires, dans lequel s'inscrivent les mousses métalliques, est proposée. Ensuite, les techniques propres aux mousses métalliques et accessibles à la fonderie (c'est-à-dire celles qui emploient un métal liquide) sont plus particulièrement détaillées. Celles-ci ont été regroupées selon les principes physiques auxquels elles font appel :

- moussage par introduction de gaz dans un liquide,
- solidification d'un métal produisant un dégagement gazeux,
- infiltration d'un réseau poreux par un métal liquide.

Une partie est consacrée à chacun de ces types de techniques. Chacune d'elles présente les aspects théoriques en lien avec ces techniques puis en détaille les mises en œuvre.

1.1. Les métaux cellulaires et leurs procédés d'obtention

1.1.1. Classification des métaux cellulaires

Les métaux cellulaires, caractérisés par la distribution à l'échelle mésoscopique de zones cavitaires en leur sein, présentent une grande variété de structures qui diffèrent selon les procédés de mise en œuvre. Pour distinguer les spécificités propres à chacune, il est nécessaire d'employer un vocabulaire qui leur est adapté. Dans ce qui suit, nous proposons quelques définitions de termes spécifiques au domaine des métaux cellulaires.

Métal cellulaire (ou matériau cellulaire métallique) : corps métallique solide dans lequel il existe des cavités.

Structure périodique : structure dans laquelle l'ordonnement de la matière peut être décrit par duplication d'un motif élémentaire.

Structure stochastique : structure dans laquelle la répartition de la matière est aléatoire et continue. Cette répartition peut néanmoins être décrite de façon statistique.

Métal poreux : métal cellulaire stochastique dont les cavités sont globalement sphériques, isolées les unes des autres et représentent en général moins de 70% du volume du matériau.

Mousse syntactique : métal cellulaire stochastique dont les cavités sont sphériques et interconnectées entre elles (cf. photo 1, Figure I-1).

Eponge métallique : métal cellulaire stochastique dont les cavités sont interconnectées entre elles et dans lequel le métal se répartit sous forme de ligaments (cf. photo 2, Figure I-1).

Mousse métallique : stricto-sensu, métal cellulaire provenant de la solidification d'une mousse métallique liquide, c'est-à-dire d'un mélange liquide-gaz métastable. Les produits obtenus de

cette manière présentent des cavités isolées les unes des autres, globalement polyédriques et séparées par des cloisons fines, appelées films (cf. photo 3, Figure I-1). L'utilisation du terme « mousse métallique » a été étendue pour désigner aussi les éponges métalliques et les mousses syntactiques dont les structures présentent des similitudes (cf. § I.2.1.1).

La Figure I-1 présente trois métaux cellulaires stochastiques différents : une mousse syntactique, une éponge métallique et une mousse métallique (au sens strict du terme).



Photo 1 : Mousse syntactique [Réf. perso.] *

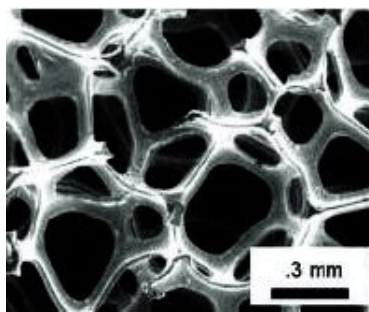


Photo 2 : Eponge métallique [WAD2002]

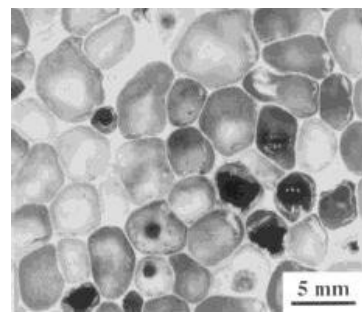


Photo 3 : Mousse métallique [MIY2000]

Figure I-1 - Différents types de métaux cellulaires stochastiques.

Nid-d'abeilles : métal cellulaire dont la structure, souvent périodique, se définit dans un plan (cf. Figure I-2).

Treillis métallique (ou LBM : Lattice Block Material) : métal cellulaire fait de poutres interconnectées entre elles qui forment un réseau, le plus souvent périodique, dans lequel l'agencement de la matière est déterministe (cf. Figure I-2).

Pore : cavité dans une mousse, une mousse syntactique, une éponge ou un métal poreux.

Pores ouverts : pores lorsqu'ils communiquent les uns avec les autres. Les éponges métalliques sont à pores ouverts.

Pores fermés : pores lorsqu'ils sont isolés les uns des autres. Les mousses métalliques (au sens strict du terme) sont à pores fermés.

Pores semi-ouverts : pores communiquant entre eux par des orifices de dimension très inférieure à leur taille moyenne. Les mousses syntactiques sont à pores semi-ouverts.

Taux de porosité : rapport (exprimé en %) entre le volume occupé par les pores au sein d'un métal cellulaire et le volume total occupé par ce matériau.

Masse volumique apparente : rapport entre la masse d'un matériau cellulaire et le volume global qu'il occupe. Par exemple, la masse volumique apparente ρ^* d'un acier cellulaire ayant un taux de porosité de 70% est :

$$\rho^* = \frac{m_{\text{Acier}}}{V_{\text{total}}} = \frac{\rho_{\text{Acier}} \cdot V_{\text{Acier}}}{V_{\text{total}}} = \frac{\rho_{\text{Acier}} \cdot (1 - 0,7) \cdot V_{\text{Total}}}{V_{\text{total}}} = (1 - 0,7) \cdot 7\,800 = 2\,340 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$$

* Référence personnelle. Document (photo, tableau...) réalisé pour les besoins de ce chapitre bibliographique et ne provenant pas de la littérature.

Densité relative : rapport entre la masse volumique apparente du matériau cellulaire et celle du métal qui le compose. Par exemple, la densité relative d'un acier cellulaire à 70% de porosité en volume est :

$$\rho_{rel} = \frac{2\,340}{7\,800} = 0,3$$

La Figure I-2 offre une vision globale de l'ensemble des métaux cellulaires. Elle les classe selon leur structure, en employant les termes définis ci-avant.

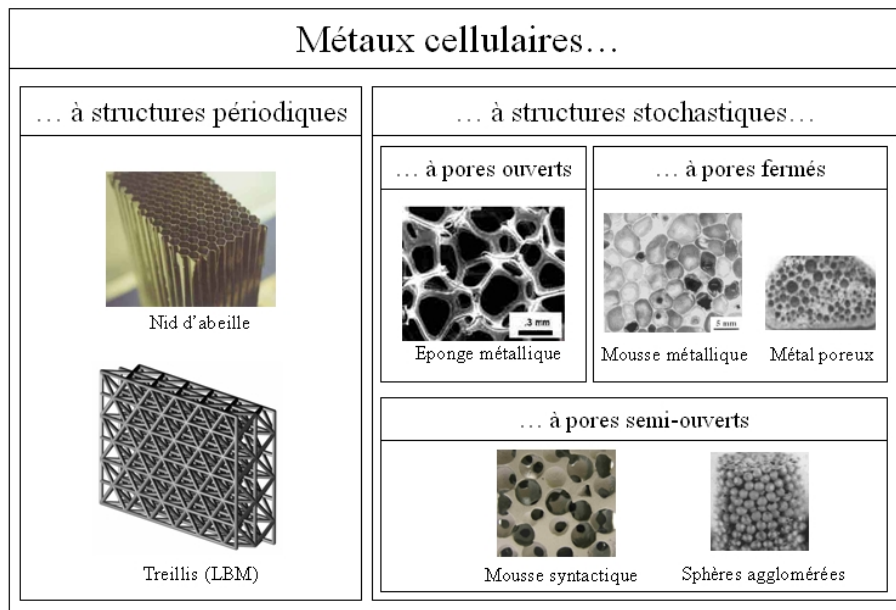


Figure I-2 - Différents métaux cellulaires existants, classés suivant leur structure. [Réf. Perso.] construite à partir de [BAN2001a], [WAD2002], [MIY2000], [KOB2002] et [FED].

1.1.2. Classification des procédés d'obtention de matériaux cellulaires métalliques

Pour fabriquer des métaux cellulaires, de nombreux procédés ont été et continuent d'être développés. Chacun d'entre eux apporte une solution souvent unique à la fabrication de structures particulières. Ces procédés présentent cependant des ressemblances au niveau :

- de l'état de la matière à laquelle ils font appel (solide, liquide, vapeur, ion) ;
- des principes physiques auxquels ils sont soumis (phénomènes physiques dans les mousses, mécanique des fluides, thermique...) ;
- des moyens de production qu'ils utilisent (installations de fonderie, de compactage de poudres...).

La Figure I-3 classe les différents procédés de fabrication de métaux cellulaires par état initial de la matière. La fonderie se caractérisant par la mise en forme de métaux liquides, les procédés employant cet état de la matière lui sont particulièrement adaptés. Ces derniers sont regroupés en trois catégories, qui se distinguent par les principes physiques qui les régissent : moussage de métaux liquides (en vert sur la Figure I-3), infiltration d'un réseau de porosités (en orange) et mise à profit du dégagement gazeux intervenant lors de la solidification de certains métaux (« gasar »). Ces procédés seront particulièrement étudiés dans ce chapitre bibliographique. Une partie sera consacrée à chacun d'eux : la partie I.2 abordera les procédés de moussage d'un métal liquide, la partie I.3 sera relative aux procédés de solidification pour laquelle un dégagement gazeux se produit et la partie I.4 détaillera les procédés d'infiltration.

Par ailleurs, comme il sera vu par la suite, certains procédés de fabrication de mousses emploient les métaux en poudres mais réalisent le moussage en portant la matière à l'état liquide (cf. § I.2.3). Par conséquent, ces procédés présentent de fortes similitudes avec ceux de moussage d'un métal liquide (c'est pourquoi ils sont indiqués en vert sur la Figure I-3). Bien qu'ils ne puissent être directement adaptés à la fonderie, ils peuvent néanmoins inspirer des solutions et seront par conséquent détaillés dans ce chapitre, dans la partie relative au moussage des métaux liquides (§ I.2). A cet effet, la classification que nous proposons dans la Figure I-4 est préférable car elle regroupe les procédés selon les principales lois physiques qui les régissent. Elle met donc en évidence que le moussage de poudres compactées et celui d'un liquide sont similaires.

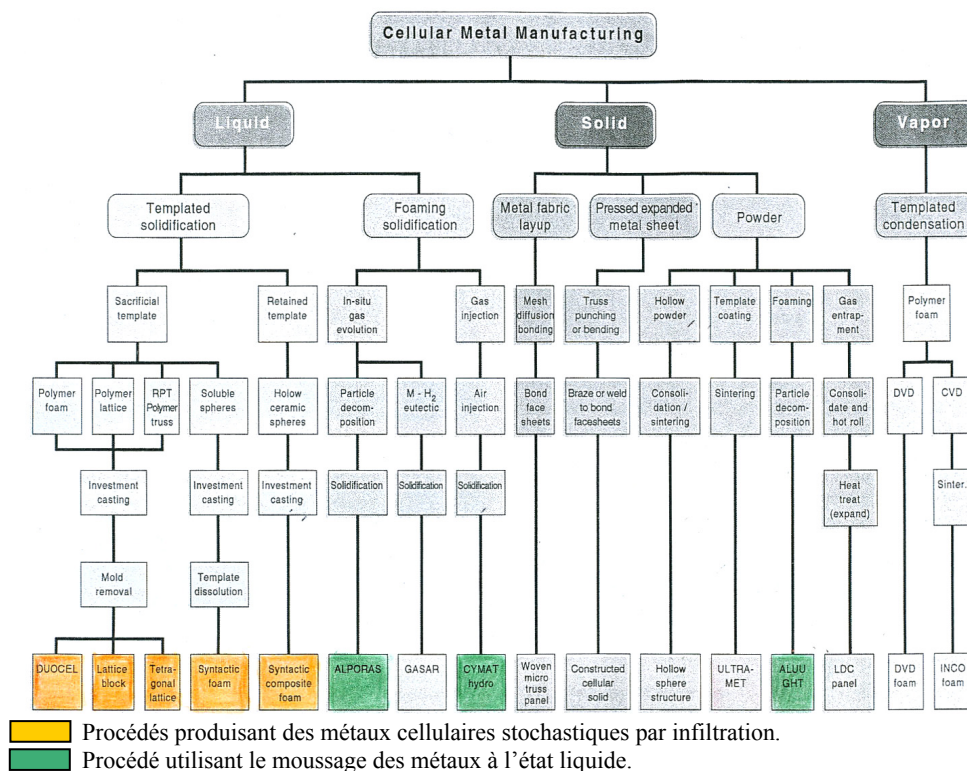


Figure I-3 – Classification des procédés d'obtention de métaux cellulaires [WAD2002].

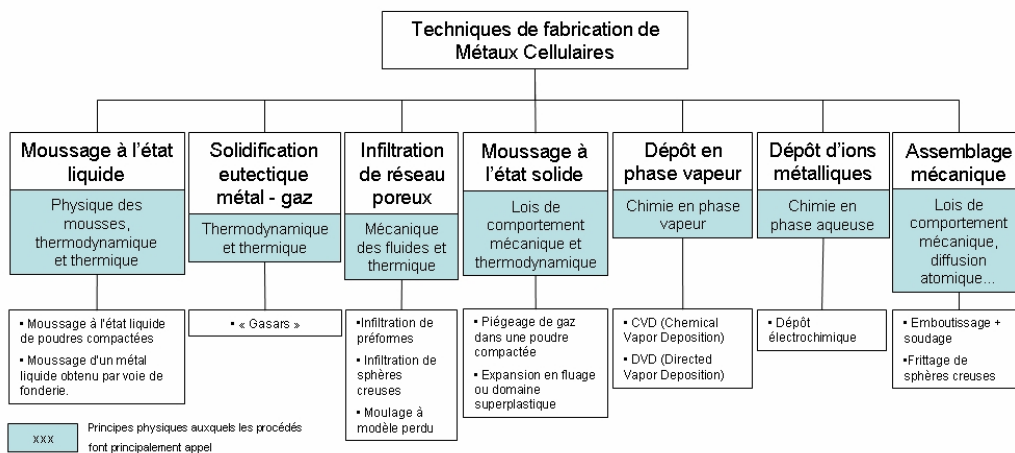


Figure I-4 - Classification des procédés selon les principes physiques auxquels ils font appel [Réf. perso].

1.2. Production de mousses métalliques par introduction de gaz dans un liquide

Evidente d'un point de vue conceptuel, la réalisation de mousses par introduction de gaz dans un métal est néanmoins soumise à des conditions d'équilibres physico-chimiques complexes. Cette partie se propose de les aborder pour comprendre ce qui régit l'existence des mousses métalliques liquides. Ensuite, elle détaillera les procédés qui se basent sur le moussage des métaux à l'état liquide, en considérant d'abord ceux où le métal est initialement liquide puis ceux où il est d'abord sous forme de poudre compactées avant d'être fondu.

1.2.1. Théorie du moussage des métaux

L'ouvrage de Weaire et Hutzler ([WEI1999]) fait référence dans le domaine de la physique des mousses (liquides) de toute nature. Il servira de base à la présentation, que nous faisons dans cette section 1.2.1, des éléments théoriques relatifs à la production de mousses métalliques par moussage d'un liquide. Seules les contributions d'autres auteurs seront précisées par des renvois bibliographiques dans cette section.

Une mousse (liquide) est une dispersion métastable d'une phase gazeuse, représentant plus de 74% du volume total, au sein d'une phase liquide, sous forme de cellules globalement polyédriques. Elle ne peut exister que si :

- il y a création de bulles de gaz dans le liquide ;
- un mécanisme stabilise la dispersion. Dans le cas des mousses métalliques, cette stabilisation est assurée par la présence de particules solides qui empêchent les cellules de gaz de coalescer, c'est-à-dire de se regrouper entre elles.

Par ailleurs, au cours de son existence, la mousse « vieillit » :

- les forces de gravité et de capillarité tendent à drainer le liquide vers la partie inférieure de la mousse et à affiner les parois (films) de ses cellules. Ce phénomène, nommé drainage, altère l'homogénéité de la répartition en densité relative des mousses ;
- la diffusion des gaz entre cellules occasionne le grossissement des plus importantes et le rétrécissement des plus petites. Ce phénomène, appelé mûrissement d'Ostwald, affecte l'homogénéité en termes de taille de cellules des mousses.

Ces processus, qui altèrent peu à peu l'homogénéité de la répartition initiale entre gaz et liquide, associés à la temporalité de la stabilisation, finissent par provoquer l'effondrement de la mousse. Si le liquide est un métal, le refroidissement doit intervenir le plus rapidement possible pour conserver, à l'état solide, la mousse et son homogénéité.

Dans ce qui suit, la structure des mousses, induite par des lois d'équilibre physique, est présentée (§ 1.2.1.1). Une attention particulière lui est apportée en raison de son importance dans la définition de la solution finale développée dans cette thèse. Puis les possibilités de créer des bulles dans un métal pour donner naissance à une mousse sont abordées (§ 1.2.1.2). Ensuite, le drainage, la coalescence et leurs conséquences sont détaillés (§ 1.2.1.3 et 1.2.1.4). Même s'il s'agit de phénomènes intervenant après formation de la mousse, leur présentation aide à la compréhension des mécanismes de stabilisation. Enfin, les conditions de stabilisation d'une mousse par des particules sont présentées (§ 1.2.1.5).

I.2.1.1. Structure d'une mousse

Géométrie locale des mousses.

En 1873, à l'issue d'observations expérimentales, le physicien Joseph Plateau énonce des lois éponymes relatives à la structure des mousses. Elles s'appliquent à toute mousse de faible fraction volumique de liquide (< 3%) et régissent leur géométrie locale :

- Loi 1 : Les films liquides d'une mousse s'entrecroisent trois par trois selon un angle de 120° . Leur intersection s'appelle un bord de Plateau. Cette loi est la conséquence de la minimisation locale de l'énergie de surface (qui impose la topologie) et de l'équilibre des forces de capillarité au niveau des bords de Plateau (qui impose l'angle) ;
- Loi 2 : Les bords de Plateau se croisent, quatre à quatre, en des sommets. Cette loi, démontrée seulement en 1976 par Jean Taylor, découle de considérations topologiques et de conditions de stabilité.

Il découle de ces deux lois que l'angle entre des bords de Plateau qui s'entrecroisent est égal à $\cos^{-1}(-1/3)$, soit $109,47^\circ$.

La Figure I-5 illustre ces règles géométriques en représentant l'intersection de quatre bords de Plateau dans une mousse à faible proportion de liquide (moins de 3% de liquide).

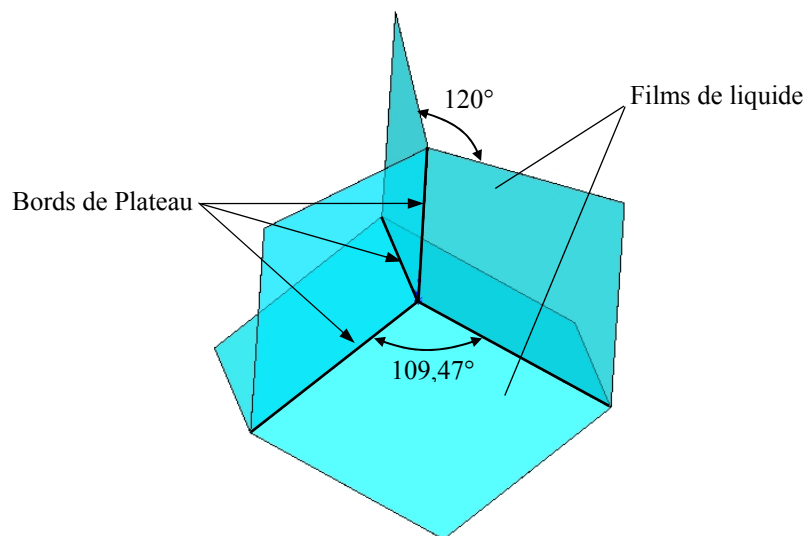


Figure I-5 - Géométrie d'un croisement de 4 bords de Plateau dans une mousse à faible proportion de liquide (< 3%). [Réf. Perso.] inspirée de [WEI1999].

Pour des fractions de liquide plus importantes (> 3%), les intersections de plus de trois films peuvent être énergétiquement stables. Mais la géométrie locale la plus courante reste celle définie par les lois de Plateau.

A cela s'ajoute que, quelle que soit la fraction de liquide, les bords de Plateau raccordent progressivement les films constituant les parois des cellules : le plan tangent à l'extrémité d'un bord de Plateau est tangent au film de liquide raccordé (cf. Figure I-6). Cette géométrie est dictée par l'équilibre des pressions aux interfaces liquide-gaz et suit la loi de

Laplace. Cette loi relie, de manière locale, la courbure du bord de Plateau à la pression régnant dans le liquide qu'il contient et à la pression des cellules de gaz le jouxtant. En notant r_{PB} et R_{PB} ($R_{PB} > r_{PB}$) les rayons de courbures d'un élément de surface d'un bord de Plateau en un point donné, la loi de Laplace s'écrit :

$$P_{BP} = P_{gaz\ 1} - \gamma \cdot \left(\frac{1}{r_{PB1}} + \frac{1}{R_{PB1}} \right) = P_{gaz\ 2} - \gamma \cdot \left(\frac{1}{r_{PB2}} + \frac{1}{R_{PB2}} \right) = P_{gaz\ 3} - \gamma \cdot \left(\frac{1}{r_{PB3}} + \frac{1}{R_{PB3}} \right) \quad (E\ I.1)$$

où P_{BP} est la pression du liquide dans le Bord de Plateau,
 $P_{gaz\ x}$ est la pression de gaz dans la cellule x jouxtant le bord de Plateau ($x = 1, 2$ ou 3),
 $r_{PB\ x}$ est le plus petit des rayons de courbure du bord de Plateau entre les 2 films de liquide de la cellule x s'y rencontrant,
 $R_{PB\ x}$ est le plus grand des rayons de courbure,
 γ est la tension superficielle du liquide.

Or, les bords de Plateau sont très longilignes (comme il peut être vu sur la Figure I-6), si bien que $R_{BP} \gg r_{BP}$. L'équation (E I.1) peut alors être simplifiée pour donner :

$$P_{BP} = P_{gaz\ 1} - \frac{\gamma}{r_{PB1}} = P_{gaz\ 2} - \frac{\gamma}{r_{PB2}} = P_{gaz\ 3} - \frac{\gamma}{r_{PB3}} \quad (E\ I.2)$$

La Figure I-6 illustre la géométrie d'un bord de Plateau pour des pressions de gaz quelconques dans les cellules qui lui sont environnantes ($P_{gaz\ 1} > P_{gaz\ 2} > P_{gaz\ 3}$). Elle fait notamment apparaître les rayons de courbure des raccords entre films au niveau d'un bord de Plateau.

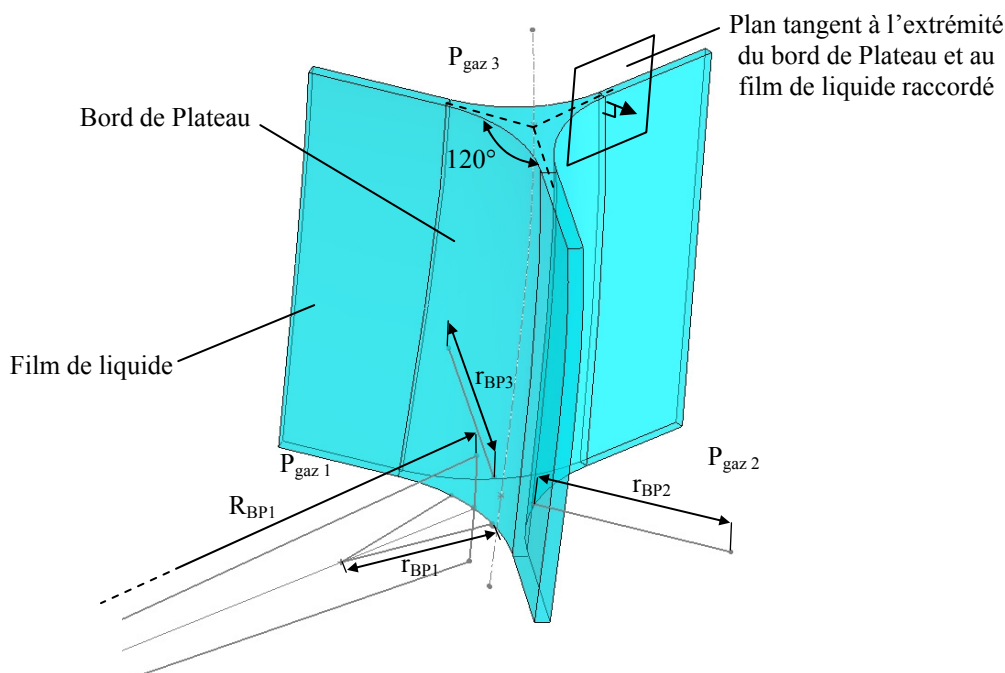


Figure I-6 - Vue d'un bord de Plateau faisant un raccord progressif entre les films de liquide dans une mousse à faible fraction de liquide [Réf. perso.].

Géométries globales

Les structures vérifiant les lois d'équilibre local sont nombreuses mais certaines sont plus intéressantes que d'autres de par leur relative homogénéité (gage de propriétés mécaniques intéressantes) et leur capacité à être stabilisées (nécessaire pour être reproductibles et pérennes). L'appellation « mousse monodispersée ordonnée » désigne la mousse idéale qui vérifierait les lois de Plateau tout en ayant :

- des cellules de volume identique,
- une structure périodique et stable (qui minimise l'énergie de surface totale).

Elle représenterait la mousse la plus homogène et la plus stable qui puisse exister.

En 1887, Lord Kelvin proposa comme solution au problème une mousse dont les cellules, appelées cellules de Kelvin, sont toutes identiques. Ces dernières se définissent comme des tétrakaïdécaèdres* dont les faces hexagonales et les arêtes sont légèrement courbes de telle manière à respecter les lois de Plateau. La Figure I-7 représente un tétrakaïdécaèdre, une cellule de Kelvin (qui lui est proche) et un empilement cubique centré de cellules de Kelvin.

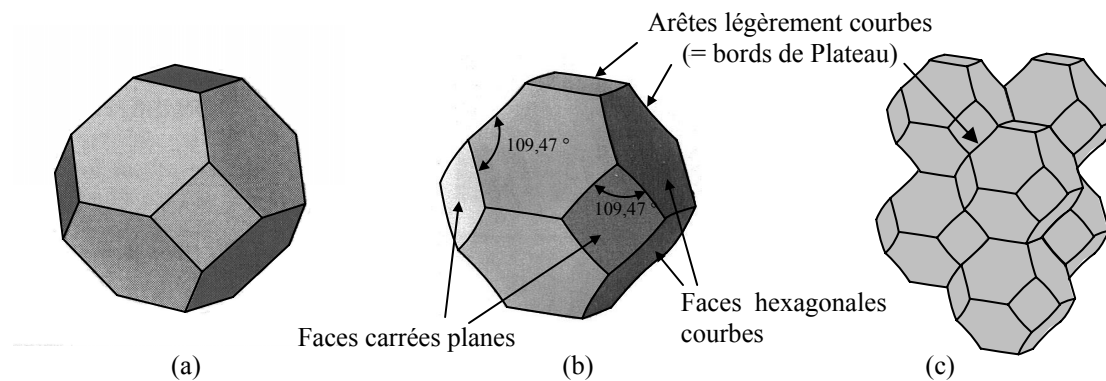


Figure I-7 - (a) Tétrakaïdécaèdre [WEI1999], (b) cellule de Kelvin [WEI1999] et (c) empilement cubique centré de cellules de Kelvin [Réf. Perso.].

L'empilement cubique centré de cellules de Kelvin crée une structure homogène et périodique. Son énergie de surface est très faible mais il n'a jamais pu être démontré qu'elle constituait un minimum. Et pour cause, en 1994, Weaire et Phelan ont proposé une structure périodique dont l'énergie de surface est légèrement moindre de... 0,3%. Mais cette fois-ci, le réseau de mousse n'est pas obtenu par la répétition dans l'espace d'une seule cellule mais d'un groupement de 4 polyèdres différents (de 12 et 14 faces).

En résumé, la mousse monodispersée ordonnée n'a pas encore été déterminée. D'ailleurs, rien ne peut garantir son existence. Dans ce contexte, la structure de Kelvin, faite d'un empilement de cellules du même nom, constitue un modèle de mousse proche de l'idéal dont la description est simple. Sa géométrie, en respectant les lois de Plateau, est parfaitement représentative de celle des mousses (liquides). Elle est aussi représentative de la structure des mousses solides et des éponges car le plus souvent la solidification conserve cette structure ou si ce n'est le cas, fait seulement disparaître les films et garde les bords de Plateau (d'où la similitude du comportement des mousses et des éponges ainsi que leur confusion). Comme il sera vu ultérieurement (§ IV.2), la structure de Kelvin revêt une importance primordiale dans les travaux menés dans le cadre de cette thèse.

* Polyèdre à 14 faces (8 faces hexagonales et 6 carrées) dont les arêtes sont de même longueur.

1.2.1.2. Introduction de gaz pour former des mousses métalliques

Bien qu'il ne soit pas suffisant d'introduire du gaz dans un liquide pour former une mousse, cette opération est néanmoins cruciale. Pour les mousses métalliques, l'introduction de gaz dans le métal liquide peut se faire par deux moyens :

- l'insufflation directe de gaz au moyen d'une lance, de capillaires...
- l'introduction d'un produit sous forme de poudre, appelé agent moussant, dont la décomposition forme un gaz.

Insufflation de gaz

L'insufflation d'un gaz consiste à injecter un composé directement à l'état gazeux dans le métal. L'opération n'est pas aisée car elle doit assurer que les bulles formées soient relativement fines et que leur taille soit quasi-identique. Les dispositifs employés pour répondre à ces exigences sont :

- la lance vibrant et injectant du gaz ([BAN2000], [BAN2001a]), pour laquelle la vibration permet probablement d'aider au départ des bulles avant qu'elles ne soient trop grosses,
- la lance munie de pâles tournantes ([BAN2000], [BAN2001a]), lesquelles servent certainement à « découper » les bulles expulsées par la lance et à homogénéiser leur répartition,
- le réseau de capillaires, dont la géométrie permet de contrôler la taille des bulles et d'interdire à celles-ci de coalescer avant de se détacher desdits capillaires ([FLA2002]).

La nature du gaz semble aussi revêtir une certaine importance. Notamment, les gaz oxydants (O_2 , air...) favorisent la stabilisation des bulles ([BAB2003], [BAB2004], [LEI2002]). Il peut aussi être pensé que les gaz insolubles (Ar...) limitent le processus d'altération de l'homogénéité en taille de cellules (mûrissement d'Ostwald, cf. § I.2.1.4).

En résumé, l'insufflation de gaz nécessite des moyens expérimentaux complexes dont la mise au point découle de l'expérience. Ce type d'introduction est de ce fait difficile à maîtriser. D'ailleurs, comme il sera vu par la suite, les procédés de ce type sont apparus près de 30 ans après la quasi-totalité des autres procédés de moussage.

Introduction d'agents moussants

Un agent moussant est un composé sous forme de poudre qui relâche un gaz lorsqu'il est introduit dans un métal liquide. Il s'agit typiquement d'un produit dont la décomposition (qui libère un gaz) se fait à une température inférieure ou égale à celle du bain de métal dans lequel il est introduit. Pour les mousses d'aluminium ([BAN2001a]), les agents les plus employés sont l'hydrure de titane (TiH_2) et l'hydrure de zirconium (ZrH_2). Quelques développements ont aussi eu lieu avec le carbonate de calcium ($CaCO_3$) ([GER2002], [GER2003]).

Dans les procédés de moussage à l'état liquide de poudres compactées (où le métal est initialement sous forme d'une poudre qui est ensuite portée à l'état liquide, cf. § I.2.3), la température de décomposition de l'agent moussant doit être choisie de telle façon qu'elle corresponde à peu près à celle du liquidus du métal. Ceci répond à des exigences qui sont spécifiques à la mise en œuvre de ce type de procédés ([ZEP2003]). Concernant le moussage de métal liquide obtenu par voie de fonderie, il est seulement précisé que l'agent moussant ne

doit pas se décomposer à une température trop supérieure au liquidus du métal ([CHU2000]). Ceci doit en effet permettre de limiter les processus d'altération de la mousse, qui sont favorisés par le temps de maintien à l'état liquide et la température (cf. § I.2.1.3 et § I.2.1.4). Dans la pratique, les agents moussants employés pour ces deux types de procédés sont les mêmes.

Très peu de composés chimiques semblent convenir pour servir d'agent moussant. Alors que la liste des produits se décomposant en dessous de 650°C est longue, le nombre d'agents moussants réellement utilisés pour produire des mousses d'aluminium se limite à trois. Ceci traduit certainement une utilisation basée sur l'expérience. De ce fait, si l'emploi d'un agent moussant semble plus facile à maîtriser que l'insufflation de gaz, son choix n'en est pas pour autant aisé. Ce choix semble d'autant plus difficile que les exigences concernant les agents moussants ne sont pas clairement définies. C'est pour cela que le choix doit se faire, si possible, en s'appuyant sur l'existant.

1.2.1.3. Drainage dans les mousses

Le drainage est un phénomène qui intervient une fois la mousse formée et qui détériore progressivement l'homogénéité de la répartition spatiale du liquide. Il consiste en un écoulement de liquide au sein de la mousse sous l'effet de la gravité et des forces de capillarité. Il intervient pour une part entre les films de liquide et les bords de Plateau et d'autre part au sein des bords de Plateau. En plus de l'ouvrage de référence sur les mousses ([WEI1999]), il est intéressant de se reporter aux articles [COX2001], [GER2001a], [GER2001b], [GER2004] et [KOE1998] pour comprendre les causes et conséquences du drainage.

Pour faire apparaître clairement la phénoménologie du drainage et simplifier le raisonnement, il faut considérer un bord de Plateau entouré de trois cellules de gaz dont la pression est identique. Dans ce cas, les films sont plans et les rayons de courbure (r_{BP}) au niveau d'un bord de Plateau sont égaux. La Figure I-8 schématise trois films de liquide se croisant au niveau d'un bord de Plateau en prenant en compte ces hypothèses. Elle fait apparaître les écoulements de liquide relatifs au phénomène de drainage.

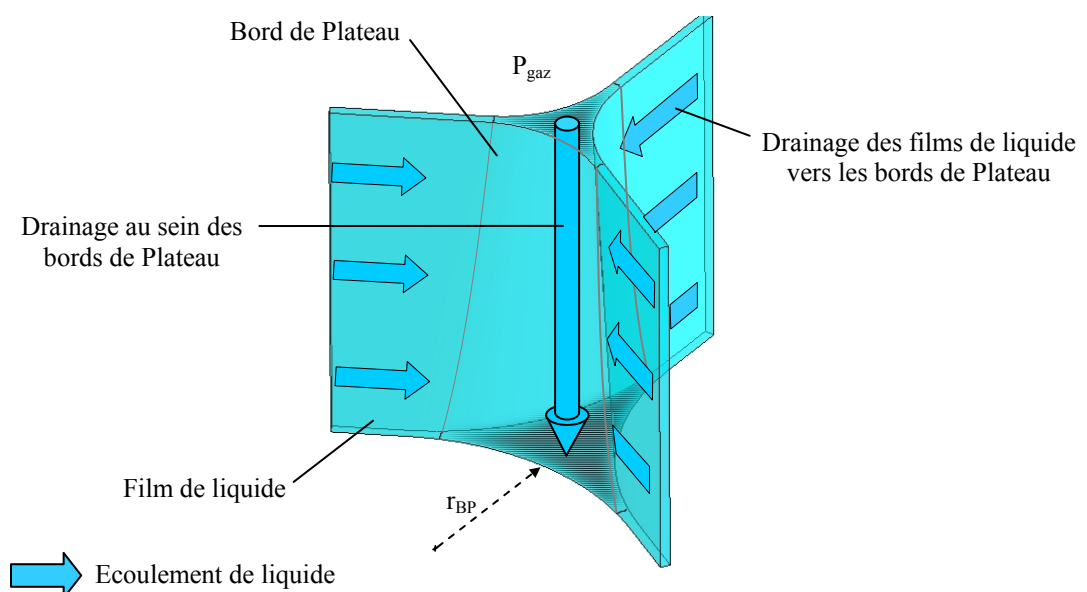


Figure I-8 – Drainage se produisant au niveau d'un bord de Plateau [Réf. Perso.].

Drainage entre films de liquide et bords de Plateau.

Le drainage entre films de liquide et bords de Plateau résulte d'une différence de pression qui existe entre eux. En effet, le liquide dans les bords de Plateau est à une pression inférieure à celui contenu dans les films de liquide, puisque :

- l'interface entre le liquide d'un bord de Plateau et une cellule de gaz est courbe. Ceci révèle qu'il existe une différence de pression entre ce gaz et ce liquide, comme l'indique l'équation (E I.1). En prenant en compte l'hypothèse d'égalité des pressions dans les cellules de gaz, il résulte :

$$P_{BP} = P_{gaz} - \frac{\gamma}{r_{BP}} \quad (E I.3)$$

où P_{gaz} est la pression de gaz (identique) dans les 3 cellules entourant un bord de Plateau,
 r_{BP} est le rayon de raccord entre films de liquide au niveau d'un bord de Plateau.

- les films de liquide sont plans (ou dans la réalité très légèrement courbes si la pression des cellules de gaz n'est pas identique). De ce fait, leurs rayons de courbure sont infinis et la loi de Laplace indique que :

$$P_{film} = P_{gaz} \quad (E I.4)$$

où P_{film} est la pression du liquide contenu dans les films.

Cet aspect du drainage est cependant rarement pris en compte ([WEI1999], [COX2001], [KOE1998]). En effet, l'essentiel du liquide d'une mousse est souvent contenu au niveau des bords de Plateau et la contribution des films reste marginale.

Gergely et al. ont tout de même tenté de considérer cet aspect du drainage dans les mousses métalliques ([GER2001a], [GER2001b]). Mais les résultats qu'ils obtiennent ne sont pas cohérents avec la réalité, notamment en ce qui concerne l'épaisseur de film, largement moins importante dans la modélisation que celle donnée par les observations ([GER2004]). Pour tenter d'y remédier, les auteurs ont proposé de considérer que l'écoulement cesse lorsque l'épaisseur de film arrive à une taille critique ([GER2004]). Mais l'échéance est très rapidement atteinte, ce qui fait que la prise en compte de cet aspect du drainage n'a pas de conséquences si ce n'est par le fait que les films retiennent une part non négligeable de liquide (qui n'est pas impliqué dans le processus global de drainage) et que la géométrie des bords de Plateau est légèrement affectée.

En résumé, l'hypothèse d'une phase liquide entièrement contenue dans les bords de Plateau ne nuit pas à la description du phénomène de drainage, qui a lieu essentiellement à leur niveau. Cependant, elle en modifie l'ampleur ([BRU2005]).

Drainage au sein des bords de Plateau.

Le deuxième aspect du drainage, prépondérant dans le processus de détérioration de l'homogénéité de la répartition du liquide, intervient à l'intérieur des bords de Plateau. Si besoin en est, le lecteur est invité à se reporter à l'annexe 1 pour le détail des équations relatives à ce phénomène.

La Figure I-9 représente un élément de bord de Plateau de longueur ds , faisant un angle θ avec la verticale z . Sa section débitante A_{BP} dépend de la distance s (abscisse curviligne) à laquelle elle se situe le long du bord de Plateau. Cet élément est soumis à un effort volumique f résultant de deux forces :

- la force de capillarité f_γ . Elle découle de l'évolution du rayon de raccord entre films (r_{BP}) le long d'un bord de Plateau. En effet, d'après l'équation (E I.3), si ce rayon diffère entre deux points d'un bord de Plateau, il apparaît une différence de pression. Celle-ci exerce une force f_γ qui est donnée par :

$$\vec{f}_\gamma = -\frac{\partial P_{BP}}{\partial s} \vec{s} = \gamma \cdot \frac{\partial}{\partial s} \left[\frac{1}{r_{BP}} \right] \vec{s} \quad (E I.5)$$

- la force de gravité f_p . Le fluide a une masse volumique non nulle ρ , il est donc pesant. Cette force est exprimée par :

$$\vec{f}_p = \rho \cdot g \vec{z} \quad (E I.6)$$

La force f est à l'origine d'un écoulement à l'intérieur des bords de Plateau, qui draine le liquide de la partie supérieure de la mousse vers sa partie inférieure. Ceci crée un gradient de densité relative dans la mousse.

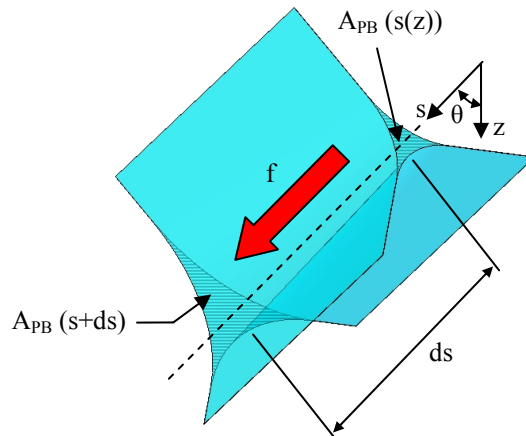


Figure I-9 - Élément de bord de Plateau dans lequel existe un gradient de pression dP_{BP} [Réf. Perso.].

Comparaison du drainage dans les mousses d'aluminium et de fer.

Le processus de drainage se caractérise par des constantes caractéristiques de temps (t_0) et de hauteur verticale (z_0) qui dépendent de la nature du liquide. Ces grandeurs caractéristiques sont données par les relations :

$$t_0 = \frac{147 \cdot \mu}{\left(\sqrt{3} - \frac{\pi}{2} \right) \cdot \sqrt{\gamma \cdot \rho \cdot g}} \quad (E I.7)$$

$$z_0 = \left(\sqrt{3} - \frac{\pi}{2} \right) \cdot \sqrt{\frac{\gamma}{\rho \cdot g}} \quad (E I.8)$$

Le Tableau I-1 donne à titre de comparaison les longueurs caractéristiques de drainage calculées à partir des propriétés thermo-physiques (densité ρ , viscosité μ et tension superficielle γ) de l'aluminium et du fer purs pour des surchauffes de 25°C et 50°C. Ces données ont été obtenues par extrapolation de valeurs recueillies dans [LUC1984a], [LUC1984b] et [EUS1999].

	Température	Densité ρ	Viscosité μ	Tension superficielle γ	Temps caractéristique t_0	Longueur caractéristique z_0
Al	685°C	2361 kg.m ⁻³	1,18.10 ⁻³ Pa.s	0,863 N.m ⁻¹	7,6 ms	984 μ m
	710°C	2355 kg.m ⁻³	1,13.10 ⁻³ Pa.s	0,860 N.m ⁻¹	7,3 ms	984 μ m
Fe	1561°C	7009 kg.m ⁻³	4,85.10 ⁻³ Pa.s	1,840 N.m ⁻¹	12,4 ms	834 μ m
	1586°C	6993 kg.m ⁻³	4,67.10 ⁻³ Pa.s	1,831 N.m ⁻¹	12,0 ms	833 μ m

Tableau I-1 - Propriétés thermo-physiques de l'aluminium et du fer purs pour des surchauffes de 25°C et 50°C (données calculées à partir de [LUC1984a], [LUC1984b] et [EUS1999]).

Les longueurs caractéristiques du phénomène de drainage sont très proches pour les mousses d'aluminium et de fer (15% d'écart). Par contre, le temps caractéristique est beaucoup plus long pour les mousses en fer que pour celles en aluminium. Ceci indique que, malgré leur densité plus importante, les mousses de fer seront certainement moins sensibles au drainage que celles d'aluminium. Il sera donc certainement possible d'obtenir des produits beaucoup plus homogènes. Ces résultats restent néanmoins à relativiser car les particules destinées à la stabilisation de la mousse (cf. § I.2.1.5) modifient profondément la viscosité apparente des métaux ([BRU2005]).

En résumé, le drainage dans les mousses métalliques, phénomène qui en affecte l'homogénéité en densité, intervient principalement au niveau des bords de Plateau. Les mousses ferreuses (encore inexistantes) devraient être moins enclines à être affectées par ce phénomène que celles en alliage d'aluminium.

1.2.1.4. Mûrissement d'Ostwald dans les mousses

Le mûrissement d'Ostwald est le processus de grossissement des cellules de gaz les plus grandes au détriment des plus petites. Il amplifie l'inhomogénéité des tailles de cellules pour finalement aboutir à la diminution de leur nombre.

De description complexe, ce phénomène trouve son origine dans la diffusion des gaz. En effet, sans entrer dans les détails, une cellule de faible taille a globalement des rayons de courbure plus petits que ceux d'une grande cellule. De ce fait, d'après la loi de Laplace (équation (E I.1)), si ces deux cellules jouxtent un même bord de Plateau, la pression de gaz dans la petite est supérieure à celle dans la grande. Le gaz diffuse alors de la petite cellule vers la grande, ce qui fait diminuer la taille et la courbure de la première et augmenter celles de la seconde. Contrairement au drainage, ce phénomène n'est pas susceptible d'atteindre un équilibre.

Il n'a pas été trouvé d'éléments bibliographiques pertinents décrivant la phénoménologie de ce processus pour les mousses métalliques. Il est seulement pris en compte dans l'approche numérique proposée par [KOR2008].

1.2.1.5. Stabilisation des mousses métalliques

Mécanisme de stabilisation

La majorité des procédés de moussage de métaux fait intervenir des particules solides qui permettent d'empêcher ou de retarder la rupture des films de liquide séparant les cellules de gaz (phénomène de coalescence). Il est impossible d'obtenir une mousse métallique stable sans ces particules. Cependant, leur mode d'action sur la stabilité du produit est encore en discussion ([GER2000], [BAB2005], [BAN2006], [HAI2006]). D'ailleurs, il n'est pas certain que les processus en jeu soient les mêmes dans toutes les mousses ([BAB2005]).

Les mécanismes de stabilisation les plus cités sont expliqués par deux phénomènes :

- l'augmentation de la viscosité apparente du liquide entraînée par la présence de particules. Le drainage, considéré dans ce cas comme étant le processus qui mène à la rupture des films de liquide, serait considérablement réduit par la présence des particules. En effet, celles-ci, maintenues immobiles par rapport aux films grâce à la force découlant de leur mouillabilité (la force interfaciale, [KAP2004]), ralentiraient l'écoulement du liquide. La Figure I-10 (a) représente ce mécanisme de stabilisation. Notamment, elle représente l'action qu'auraient les particules sur l'écoulement du liquide au sein des bords de Plateau ainsi que la réduction du drainage qui s'en suivrait.
- la modification de la courbure locale de la surface des films de liquide induite par la présence de particules. L'ondulation de cette surface donnerait lieu à une dépression du liquide dans les films (d'après l'équation E I.1). Cette dépression pourrait empêcher la coalescence, soit en générant des forces répulsives locales qui tendent à s'opposer au rapprochement des cellules ([KOR2005], [KOR2008]), soit en limitant le drainage depuis les films vers les bords de Plateau ([IP1999]). La Figure I-10 (b) représente des particules au niveau d'un film de liquide dans une mousse métallique et l'action qu'elles induiraient sur la courbure de la surface de ce dernier. Elle fait aussi apparaître la force répulsive qui serait induite par la courbure de la surface du film.

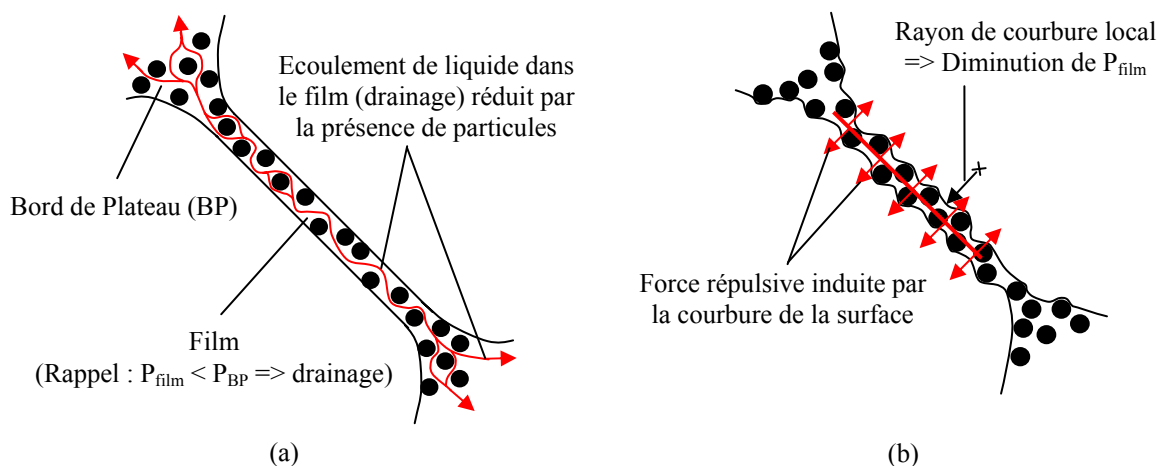


Figure I-10 – Mécanismes de stabilisation potentiels induits par la présence de particules solides, schématisés sur des vues en coupe d'un film de liquide séparant deux cellules gazeuses [Réf. Perso.] :

- (a) Stabilisation par augmentation de la viscosité apparente du liquide,
(b) Stabilisation par modification de la courbure locale des films de liquide.

Critères de stabilisation

Si l'action des particules solides n'est pas forcément bien comprise, il est clair qu'elles assurent leur rôle lorsqu'elles sont en mesure de se placer à l'interface gaz-métal. Cette condition est directement liée à la mouillabilité des particules par le métal ([KAP2004], [BAN2006]). Pour mémoire, cette propriété se mesure par l'angle de contact θ que fait une goutte de liquide posée sur un solide, dans des conditions gazeuses données :

- si cet angle θ est inférieur à 90° , le solide est dit mouillé et le liquide a tendance à s'y étaler,
- si cet angle θ fait plus de 90° , le solide est dit non-mouillé et le liquide tend à rester sous une forme sphérique.

La Figure I-11 présente quatre cas de mouillabilité, dont deux où le solide est mouillé et deux où il ne l'est pas. L'angle de contact θ est représenté.

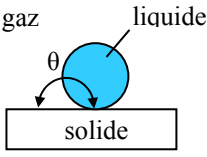
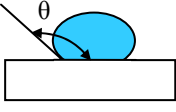
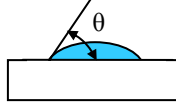

			
Solide parfaitement non-mouillé ($\theta = 180^\circ$)	Solide non-mouillé ($90^\circ < \theta < 180^\circ$)	Solide mouillé ($0^\circ < \theta < 90^\circ$)	Solide parfaitement mouillé ($\theta = 0^\circ$)

Figure I-11 - Angles de contact d'une goutte de liquide sur un solide dans différents cas de mouillabilité [Réf. Perso.].

Kaptay ([KAP2004]) montre de façon théorique que l'angle de contact d'une goutte de liquide sur un solide doit être préférentiellement compris entre 40° à 90° pour que des particules d'un tel solide puissent stabiliser une mousse. Ip et al. ([IP1999]) concluent, toujours de façon théorique, que si cet angle est supérieur à 90° , la particule est préjudiciable à la stabilité de la mousse. De plus, les expériences de moussage d'« eau sale », dans lesquelles une mousse aqueuse n'est pas stabilisée par des tensio-actifs (savon) mais par des particules solides, aboutissent à des conclusions similaires : l'angle de contact doit être compris entre 60° et 90° ([BAB2005]). Enfin, ces considérations théoriques et expérimentales sont confortées par le fait que les particules solides ajoutées pour fabriquer des mousses d'aluminium (SiC , Al_2O_3 , MgO , TiB_2) sont mouillées par ce métal ([SAV1997]).

Pour espérer stabiliser une mousse, il est donc impératif d'introduire des particules qui peuvent être partiellement mouillées par le métal. Intuitivement, cette condition traduit le fait que pour se situer à l'interface liquide-gaz, une particule doit être suffisamment mouillée par le liquide pour ne pas en être rejetée, mais pas trop pour rester solidaire de l'interface.

Par ailleurs, la taille des particules et les quantités introduites sont elles aussi importantes puisqu'une trop grande taille de particules ou une trop faible quantité ne permettent pas de stabiliser une mousse. Les deux aspects sont d'ailleurs liés puisque plus les particules sont fines, moins la proportion à introduire est importante ([BAB2005]). La Figure I-12 répertorie, pour quelques mousses d'aluminium, les quantités de particules introduites en fonction de leur taille.

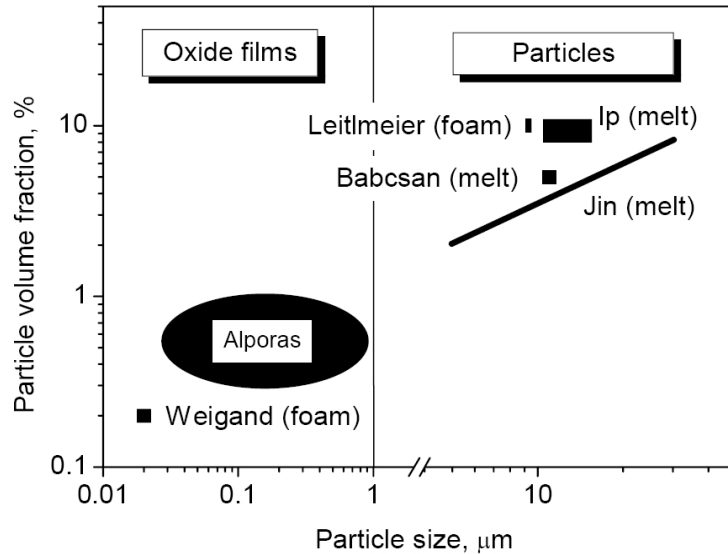


Figure I-12 - Volume de particules minimal à introduire dans l'aluminium pour obtenir une mousse métallique stable [BAB2005].

Enfin, il pourra être noté que de nombreux paramètres favorisent la stabilisation des mousses, tels :

- la nature du gaz employé pour réaliser les porosités ([BAB2003], [BAB2004], [LEI2002]). Un gaz oxydant sera bénéfique à la stabilisation de la mousse ;
- la distance parcourue par une bulle de gaz dans le métal liquide dans les procédés à insufflation de gaz ([LEI2002]). Une bulle parcourant une longue distance dans le liquide pourra récolter plus de particules ;
- la pression extérieure ([GAR2005]). Une forte pression extérieure diminue la coalescence des cellules de gaz ;
- ...

Pour conclure, le mécanisme permettant de garantir la stabilité des mousses métalliques n'est pas connu. Cependant, quelle que soit leur action, les particules stabilisantes doivent se situer à l'interface liquide-métal, et doivent pour cela respecter des conditions dont celle de mouillabilité, qui est essentielle.

1.2.2. Moussage d'un liquide obtenu par voie de fonderie

Le moussage d'un alliage liquide est l'application directe de la théorie du moussage des métaux à l'état liquide présentée ci-avant, puisque la quasi-totalité des techniques utilisées s'appuie sur l'introduction de particules et de gaz pour former une mousse. C'est la voie de fabrication de mousses métalliques la plus anciennement explorée. Les recherches des années 50 à 70 sur le sujet, que nous présenterons en premier, ont fixé les bases des techniques actuelles que nous détaillerons ensuite.

1.2.2.1. Procédés historiques

Le Tableau I-2 reprend, quand cela est possible, les appellations commerciales des produits, les fabricants et les métallurgies en relation avec les procédés historiques, qui seront abordés dans cette section.

Procédés historiques						
Appellations des procédés	-					
Fabricants	Lor Corporation (devenu Ethyl Corporation) (USA)	Dow Chemicals (USA)	Standard Oil (USA)	American Can (USA)	General Motor (USA)	The United States Steel Corporation (USA)
Laboratoires de développement						
Métallurgies concernées	Aluminium et Magnésium					Acier

Tableau I-2 - Fiche signalétique des procédés historiques

Le premier brevet détaillant une technique de moussage direct fut déposé en 1943 par Sosnick (et publié en 1948, [SOS1948]). Le procédé qu'il propose alors utilise l'évaporation du mercure dans une matrice d'aluminium pour créer des porosités. La recherche sur le moussage de l'aluminium connaît dès lors un véritablement engouement, surtout dans les années 50 à 70 ([BAN2002], [BEN2002]), et vise les mêmes applications que celles ambitionnées aujourd'hui (absorption d'énergie, minimisation du poids). De nombreux brevets voient le jour mais la plupart, comme celui de Sosnick, n'ont pas d'aboutissants industriels possibles.

En 1951, Elliott ([ELL1956]), de la société Lor Corporation, introduit entre 5 et 15% en poids d'hydrure de titane (TiH_2) ou de zirconium (ZrH_2) dans des alliages d'aluminium et de magnésium à l'état liquide afin d'y relâcher du dihydrogène (H_2). Il obtient alors des métaux contenant jusqu'à 75% de porosités et note qu'une partie de l'agent moussant a donné naissance à des particules de titane solides (constituant certainement les particules stabilisantes). Ce procédé est la base de nombreuses voies de fabrication utilisées aujourd'hui qui emploient des agents moussants.

Lor Corporation dépose alors de nombreux brevets visant à améliorer l'introduction des hydrures ou encore l'état de surface de ses mousses. De même, Dow Chemicals, Standard Oil, American Can et General Motors entrent dans la course et participent aux recherches. Rapidement, il est noté que l'introduction de particules non-métalliques (par exemple des oxydes) permet d'obtenir une mousse beaucoup plus stable ([BEN2002]). Là encore, les bases des techniques actuelles sont jetées.

Dans cette course à l'innovation, un brevet, déposé par Albright et Chilcott ([ALB1967]) de la United States Steel Corporation, peut retenir l'attention puisqu'il détaille tout particulièrement l'obtention de mousses en alliages ferreux. Le procédé présenté s'appuie sur l'ajout simultané dans le bain de métal d'un agent moussant (en l'occurrence ZrH_2 ou TiH_2) et d'un composé « promoteur de mousse » (en poudre ou en agglomérats). Ce dernier, selon l'auteur, doit être soluble dans le métal que l'on veut faire mousser et avoir une température de fusion supérieure à celui-ci d'au moins 150°F (84°C), et préférentiellement de 1000°F (555°C). Les composés répondant à ces critères sont le molybdène, le tungstène, le ferrotungstène et certains carbures métalliques (de chrome, vanadium et tungstène), comme le montrent les essais de moussage listés dans le Tableau I-3. Les expériences répertoriées utilisent entre 1,7% et 3,85% d'agent moussant et de « promoteur de mousse » pour aboutir à des taux de porosité aux alentours de 50%.

Il est fort vraisemblable que cette condition de solubilité du « promoteur de mousse » réponde en fait à un problème de mouillabilité. En effet, Keene ([SLA1995]) rapporte que la mouillabilité d'un carbure est inversement proportionnelle à sa stabilité et Eustathopoulos et al. ([EUS1980]) confirment que la miscibilité entre un métal solide et un métal liquide améliore la mouillabilité du premier par le second.

Gas-Former	Foam-Promoter	Product
Zirconium Hydride.....	Molybdenum.....	Foam,
Do.....	Tungsten Carbide.....	Do,
Do.....	Vanadium Carbide.....	Do,
Do.....	Copper.....	No Foam ;
Do.....	Manganese.....	Do,
Do.....	Iron.....	Do,
Do.....	Nickel.....	Do,
Do.....	Tungsten.....	Foam
Titanium Hydride.....	...do.....	Do,
Zirconium Hydride.....	Ferrotungsten (80% W).....	Do,
Do.....	Aluminium oxide.....	No Foam,
Do.....	Silica.....	Do,
Do.....	Cobalt-Molybdate alumina.....	Do
Do.....	Tungsten-nickel sulfide.....	Do,
Do.....	Tungsten sulfide.....	Do
Do.....	Chromia-alumina.....	Do
Do.....	Chromium carbide.....	Foam.

Tableau I-3 - Essais de moussage listés dans le cadre du brevet de Albright [ALB1967].

De nombreux brevets ont été déposés jusqu'au milieu des années 70 mais le sujet tombe en désuétude, l'époque n'étant pas propice à l'allègement des structures, à l'économie d'énergie ou bien encore à la sécurité routière. Il faudra attendre le milieu des années 80 pour que les recherches sur les mousses métalliques reprennent ([BEN2002]).

1.2.2.2. Procédés utilisant des agents moussants (Alporas®)

Le Tableau I-4 récapitule les appellations commerciales des produits, les noms de fabricants, les laboratoires de développement et les métallurgies en relation avec les procédés de moussage faisant appel à des agents moussants, qui seront abordés dans cette section.

Procédés employant des agents moussants		
Appellations des procédés	Alporas®	-
Fabricants	Shinko Wire Co. Ltd. (Japon)	-
Laboratoires de développement		University of Science & Technology of Beijing (Chine)
Métallurgies concernées	Al + 2% Ca + 1% Ti	Alliages d'aluminium

Tableau I-4 - Fiche signalétique des procédés utilisant des agents moussants dans un métal liquide.

C'est au Japon que l'engouement pour les mousses métalliques a repris en premier. En effet, la société nipponne Shinko Wire Co. a mis au point un procédé de moussage de l'aluminium et produit depuis 1986 une mousse commercialisée sous le nom « Alporas® ». Ce procédé, ainsi que ceux qui lui sont semblables, sont décrits dans [MIY2000], [CHU2000], [BAN1998a], [BAN2000a], [BAN2001a], [BAN2005] et [KOR2000].

Le procédé se décompose en plusieurs étapes, illustrées par la Figure I-13 :

- traitement du bain au calcium. L'introduction de cet élément (entre 1% à 3% en masse) permet de former in situ des inclusions micrométriques (films d'oxyde et intermétalliques) nécessaires à la stabilisation de la mousse ;
- introduction d'hydrure de titane (TiH_2 , à hauteur de 1,6% en masse) dans le bain métallique. Le bain, placé dans une enceinte chauffante et confinée, est ensuite maintenu à une température de $680^{\circ}C$ pour permettre à l'hydrure de se décomposer et créer des porosités. La pression de l'enceinte est ajustée pour piloter la croissance des bulles au sein de l'aluminium et en définir la taille.
- refroidissement de la mousse qui s'est formée. Le bloc ainsi obtenu mesure $2050 \times 650 \times 450 \text{ mm}^3$;
- découpage. Il permet d'obtenir des plaques de 5 à 250 mm d'épaisseur.

Ce processus prend environ 15 minutes par bloc

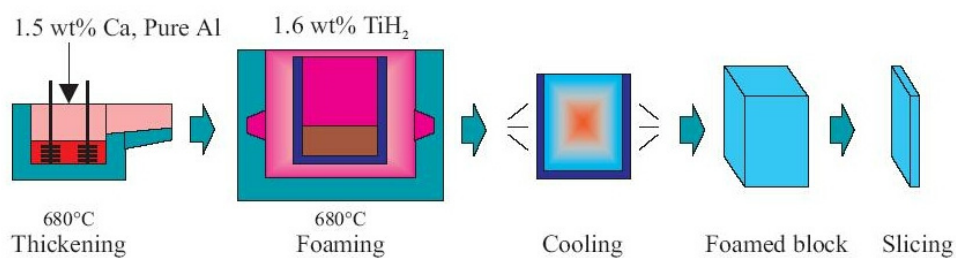


Figure I-13 - Etapes de fabrication du procédé Alporas® [MIY2000].

La Figure I-14 présente un exemple de mousse élaborée selon le procédé Alporas®. Ce type de produit a une taille moyenne de pores allant de 2 à 10 mm pour une densité relative comprise entre 0,07 et 0,2 (contrôlées par les paramètres d'élaboration). La répartition en taille de pores est assez homogène mais il existe un léger gradient de densité, la plus faible étant atteinte dans la partie supérieure d'un bloc, en son milieu. C'est ce qu'illustre le diagramme de répartition en densité de la Figure I-15.

Les mousses Alporas® comptent cependant parmi les plus homogènes des mousses métalliques disponibles sur le marché et possèdent un comportement mécanique des plus intéressants (qui est reproductible et qui permet d'absorber efficacement de l'énergie). Mais le procédé ne s'applique qu'à un nombre très restreint d'alliages et son coût d'exploitation est relativement élevé à cause de l'emploi d'hydrure de titane (qui est cher, environ 50 € / kg).

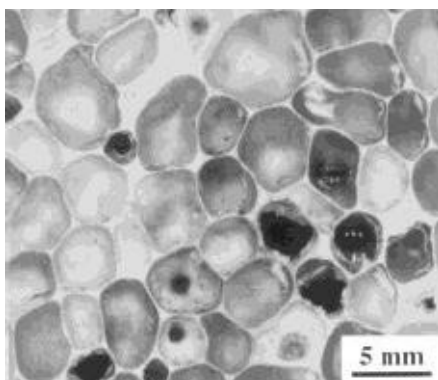


Figure I-14 - Macrographie d'une mousse Alporas® [MIY2000].

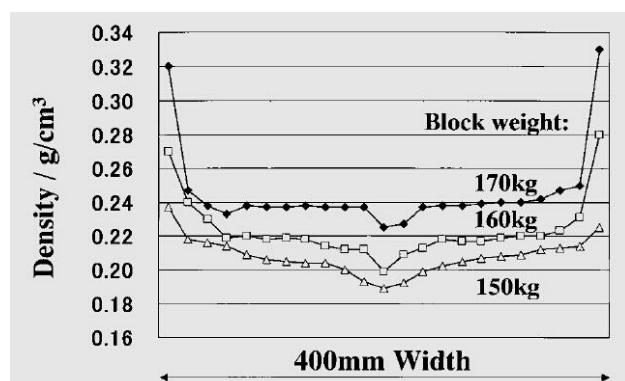


Figure I-15 – Evolution de la masse volumique apparente dans la largeur d'un bloc de mousse Alporas® en fonction de la distance à la surface [MIY2000].

1.2.2.3. Procédés employant l'insufflation de gaz (SAF[®] (Cymat) et Metcomb[®])

Le Tableau I-5 détaille les appellations commerciales des produits, les fabricants, les laboratoires de développement et les métallurgies en lien avec les procédés par insufflation de gaz, qui seront détaillés dans cette section.

Procédés par insufflation de gaz			
Appellations des procédés	SAF [®] (Stabilized Aluminium Foam)		Metcomb [®]
Fabricants	Cymat (Canada)		Hütte Klein-Reichenbach GmbH (Autriche)
Laboratoires de développement	Alcan (Canada)	Norsk Hydro (Norvège)	LeichtmetallKompetenzzentrum Ranshofen GmbH (LKR) (Autriche)
Métallurgies concernées	Alliages d'aluminium		

Tableau I-5 - Fiche signalétique des procédés par insufflation de gaz dans un métal liquide.

L'idée qui paraît la plus simple pour faire mousser un liquide, ici un métal, est de souffler du gaz dans ce dernier. Cette voie est en réalité délicate à mettre en œuvre. Elle n'a été développée et réalisée qu'en 1991 par le canadien Alcan et en 1992 par le norvégien Norsk Hydro, tous deux via des procédés continus identiques, décrits dans [CYM], [GER2000], [BAN1998a], [BAN2000a], [BAN2001a], [BAN2005], [BAB2005] et [KOR2000]. Ceux-ci, schématisés dans la Figure I-16, se basent sur les étapes suivantes, qui se font de façon continue :

- Introduction, dans de l'aluminium liquide, de particules céramiques solides (10 à 20% en masse) dont la taille moyenne va de 5 à 20 µm. Le plus souvent, ce sont des particules de carbure de silicium (SiC), mais le procédé semble aussi fonctionner avec de l'alumine (Al₂O₃), de la magnésie (MgO), du borure de titane (TiB₂) ou encore de la zircone (ZrO₂). Le problème de leur insertion (mouillabilité, distribution homogène, agglomération...) est le même que celui rencontré dans les MMCs (Metal Matrix Composites) et fait appel à des techniques de mélange sophistiquées ;
- insufflation de gaz au moyen d'une buse vibrante ou d'une lance rotative de manière à produire de fines bulles distribuées uniformément dans le métal. La taille des pores et le taux de porosité du métal sont contrôlés lors de cette phase en adaptant le débit de gaz et la vitesse de rotation de la lance (ou la fréquence de vibration de la buse) ;
- récupération de la mousse en haut du bain par un tapis de convoyage sur lequel la mousse se solidifie ;
- compression de la mousse semi-liquide au moyen de rouleaux ou d'un second convoyeur. Cette étape permet d'ajuster la hauteur de la mousse extraite tout en conservant une peau lisse en surface, ce qui ne serait pas le cas s'il devait y avoir un découpage ultérieur. Une brame de mousse est alors obtenue ;
- découpage de la brame. Cette étape (éventuelle) permet d'ajuster le matériau aux dimensions désirées.

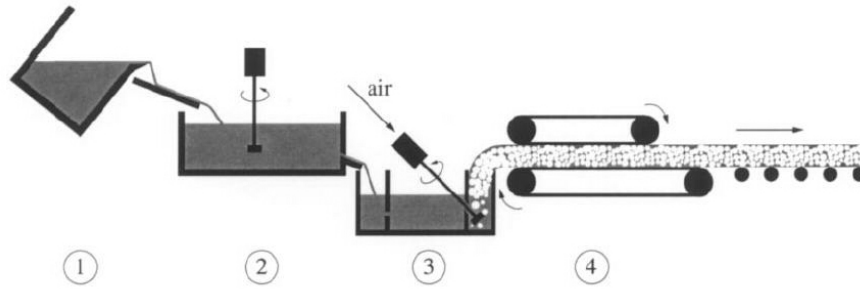


Figure I-16 - Procédé continu de fabrication de SAF[®] développé par Alcan [GER2000].

Depuis 1998, la société canadienne Cymat détient les droits exclusifs d'exploitation de l'invention. En 2001, elle était en mesure de produire aux alentours de 1000 kg de mousse par heure (ce qui fait de celle-ci la mousse métallique la plus produite au Monde). L'appellation commerciale de ces mousses est SAF[®] (Stabilised Aluminium Foams) mais le produit est plus connu par le nom de l'entreprise que par sa dénomination propre.

Les mousses Cymat présentent entre 80 et 98% de porosités (masse volumique apparente de $0,069 \text{ g.cm}^{-3}$ à $0,54 \text{ g.cm}^{-3}$) pour une taille moyenne de pores allant de 3 à 25 mm. Les dimensions standards des brames Cymat sont de 2,44 m x 1,22 m, pour une épaisseur allant de 12,5 mm à 100 mm. La Figure I-17 présente deux brames de mousse Cymat avec des tailles moyennes de pores différentes.

Les très faibles densités et coûts de fabrication des mousses Cymat font d'elles un matériau très attrayant. Cependant, elles présentent de forts gradients de densité et de tailles de pores (comme le montre la Figure I-18). De plus, les opérations de récupération et de compression se font sur un matériau qui n'est pas encore totalement solidifié, si bien que les forces de cisaillement qu'elles induisent entraînent une obliquité des pores et donc une anisotropie géométrique et mécanique.

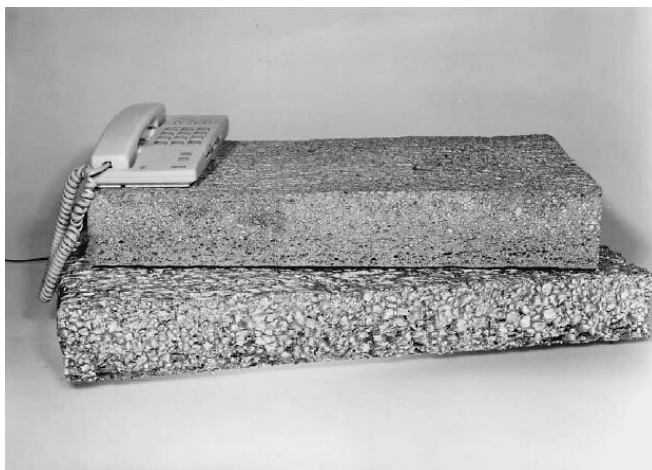


Figure I-17 - Brames de mousse Cymat [BAN2001a].

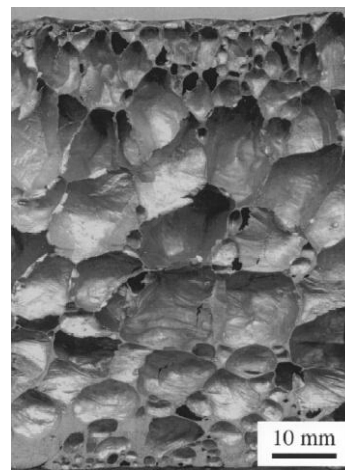


Figure I-18 – Coupe latérale d'une brame de mousse Cymat [GER2000].

Enfin, la présence de particules céramiques en grand nombre confère aux mousses Cymat une usinabilité très médiocre, d'autant plus pénalisante que le produit est semi-fini. Pour y remédier, Cymat a décliné son procédé pour proposer le remplissage de tubes en acier

ou en aluminium par injection basse pression de la mousse encore liquide extraite du bain. Les densités relatives atteintes sont dans ce cas comprises entre 0,15 et 0,3.

En 2002, les autrichiens du LKR (LeichtmetallKompetenzzentrum Ranshofen GmbH) et de Hütte Klein-Reichenback GmbH ont développé un procédé de moussage de l'aluminium qui s'apparente à celui exploité par Cymat. Il se base aussi sur l'insufflation de bulles de gaz dans un alliage d'aluminium liquide dans lequel des particules céramiques (SiC ou Al_2O_3) ont préalablement été introduites. Il se différencie du procédé Cymat par le fait que le métal n'est pas récupéré par un convoyeur mais par un moule dont la température est régulée de manière à autoriser son remplissage tout en assurant une solidification assez rapide. Cette technique, décrite dans [LEI2002], permet de réaliser des mousses aux formes complexes et aux dimensions précises. La Figure I-19 schématise l'installation employée pour mettre en œuvre le procédé.

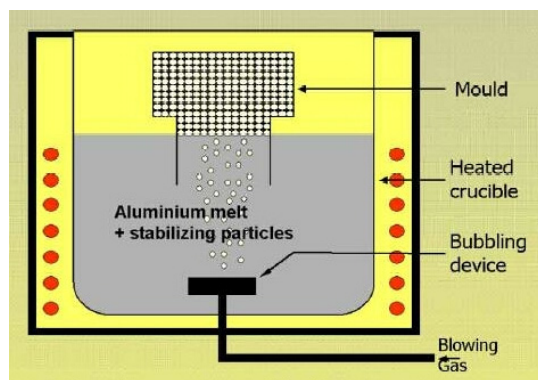


Figure I-19 - Schéma de l'installation permettant de réaliser des mousses du type Metcomb[®] [LEI2002].



Figure I-20 - Échantillons de mousse Metcomb[®] avec des tailles de pores différentes [LEI2002].

Dans cette installation, la géométrie du dispositif de bullage ([FLA2002]) joue un rôle primordial dans l'obtention d'une mousse avec des tailles de pores homogènes. Le réglage précis du débit et de la pression de gaz permet de contrôler la taille et le taux de formation des bulles. L'utilisation d'un gaz oxydant (oxygène, air) plutôt que d'un gaz neutre (azote) améliore la stabilité de la mousse en créant un film d'oxyde entourant chaque bulle et englobant les particules stabilisantes.

Les mousses obtenues sont connues sous l'appellation Metcomb[®]. Elles constituent certainement les mousses les plus homogènes actuellement disponibles. Leur densité et taille moyenne de pores semblent être du même ordre de grandeur que celles des mousses Cymat ([BAN2005]).

1.2.2.4. Procédés basés sur la fabrication d'un précurseur (FORMGRIP / FOAMCARP / Foamcast)

Le Tableau I-6 reprend les données relatives aux procédés basés sur la fabrication d'un précurseur, abordés dans cette section (appellations commerciales des produits, fabricants, laboratoires de développement et métallurgies).

Procédés basés sur la fabrication d'un précurseur			
Appellations des procédés	FOAMGRIP	FOAMCARP	Foamcast
Fabricants	Cymat (Canada)	-	-
Laboratoires de développement	University of Cambridge (Royaume-Uni)		IFAM (Allemagne)
Métallurgies concernées	Alliages d'aluminium		Alliages d'aluminium

Tableau I-6 - Fiche signalétique des procédés basés sur la fabrication d'un précurseur.

Développé par l'Université de Cambridge à la fin des années 90, le procédé FORMGRIP (acronyme de « Foaming Of Reinforced Metals by Gas Release In Precursors ») est à mi-chemin entre les procédés du type Cymat/Metcomb[®] et Alporas[®]. En effet, il fait appel à l'introduction de particules du type SiC et d'un agent moussant (TiH₂). Sa particularité provient du fait que le processus de moussage est interrompu immédiatement après avoir introduit les particules stabilisantes et l'agent moussant afin d'obtenir un précurseur massif. Le procédé FORMGRIP est décrit dans [GER2000], [CYM] et [BAN2005].

Le procédé est exploité depuis 2001 par Cymat ([CYM]). Il se décompose en 4 étapes distinctes, schématisées sur la Figure I-21. Les trois premières étapes se font à la suite les unes des autres tandis que la dernière est différée. Ces étapes sont :

- le mélange des particules de carbure de silicium (d'une taille moyenne de 13 µm) dans le bain d'aluminium (à hauteur de 10% en volume), tout comme dans les procédés du type Cymat/Metcomb[®]. Les règles pour assurer un mélange homogène restent les mêmes que celles rencontrées dans la production des SAF[®], donc des MMCs ;
- l'introduction et le mélange de poudre d'hydrure de titane passivée (1,5% en poids) dans le métal qui a, lors de cette étape, une température dépassant de quelques degrés son liquidus. La passivation du TiH₂, qui consiste à le recouvrir d'une couche de rutile (TiO₂), permet de différer sa décomposition qui serait quasi immédiate lors de son introduction dans l'aluminium liquide. Elle est obtenue par traitement thermique sous balayage d'air ([GER2002], [FRE2002]). Ainsi, il est possible de brasser le métal et l'agent moussant suffisamment longtemps pour obtenir une dispersion homogène sans qu'il ne se produise de moussage trop important ;
- le refroidissement très rapide du métal afin d'interdire la décomposition de l'hydrure. Il est alors obtenu un précurseur qui contient aux alentours de 15% de porosités ;
- la « cuisson » du précurseur. Le précurseur est porté à une température supérieure au liquidus du métal pendant quelques minutes et forme ainsi une mousse. L'ajustage de la durée et de la température de cette cuisson permet d'atteindre le taux de porosité et la taille des pores voulus.

Les mousses réalisées selon le procédé FORMGRIP semblent bénéficier d'une relativement bonne homogénéité, comme le montre la Figure I-22, avec une taille moyenne de pore de quelques millimètres et une porosité aux alentours de 80% ([GER2002]).

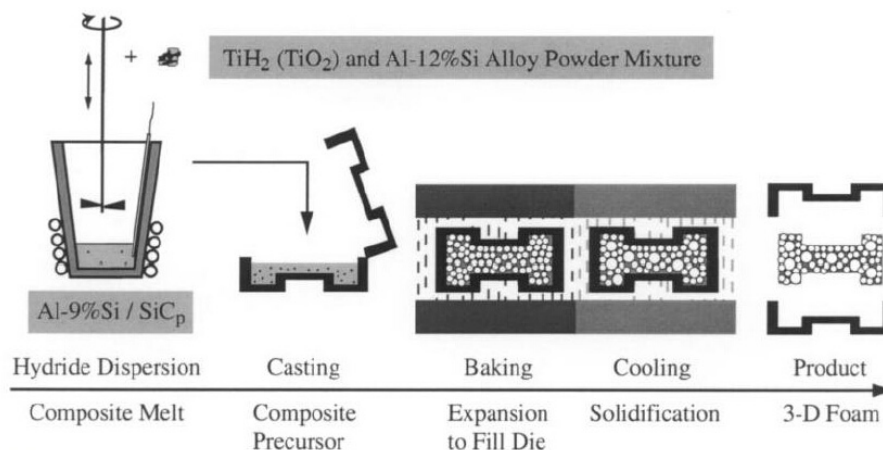


Figure I-21 - Etapes de fabrication du procédé FORMGRIP [GER2000].

La première variante de ce procédé, lorsque la géométrie des pièces le permet, est d'extruder le précurseur ([FRE2002]) pour :

- casser la pellicule d'oxyde protégeant les particules d'agent moussant. Le but est d'accélérer la décomposition de TiH_2 lors de l'étape de cuisson, laquelle peut alors avoir une durée plus réduite. Ceci laisse moins de temps aux phénomènes de drainage et de coalescence pour altérer l'homogénéité de la mousse ;
- refermer les pores dont il n'a pu être évité la création. Ceci permet de ne pas avoir de bulles trop grosses dès le début de l'étape de cuisson et, par conséquent, augmente l'homogénéité de la mousse obtenue.

La seconde variante révolutionne pour sa part le procédé, qui par la même occasion change de nom. Baptisé FOAMCARP, comme « Foaming Of Aluminium MMCs by the Chalk-Aluminium Reaction in Precursors » (chalk = craie), il se distingue du procédé FORMGRIP par l'emploi de carbonate de calcium ($CaCO_3$), autrement dit de simple calcaire, à la place d'hydruure de titane (TiH_2).

Outre l'intérêt économique majeur lié au faible coût du carbonate de calcium, l'intérêt pratique est aussi très important ([GER2002], [GER2003]) :

- la mousse est plus stable. Cela proviendrait du fait que le gaz carbonique (CO_2) dégagé par la décomposition du carbonate de calcium se ferait en partie réduire par l'aluminium à l'interface bulle / métal. Cette réaction formerait des oxydes (Al_2O_3 et MgO , $MgAl_2O_4$ s'il y a du Mg) qui recouvriraient l'intérieur des bulles sous forme d'un film et participeraient à la stabilisation ;
- les tailles de pores sont plus petites (0,7 mm en moyenne) que dans le cas de l'utilisation de TiH_2 (cf. Figure I-22 et Figure I-23) ;
- la température de décomposition du carbonate de calcium est tout juste plus élevée que celle du liquidus des alliages d'aluminium. Il est donc possible, sans risque de décomposition prématurée, de l'introduire et de le mélanger à l'aluminium sans traitement préalable.

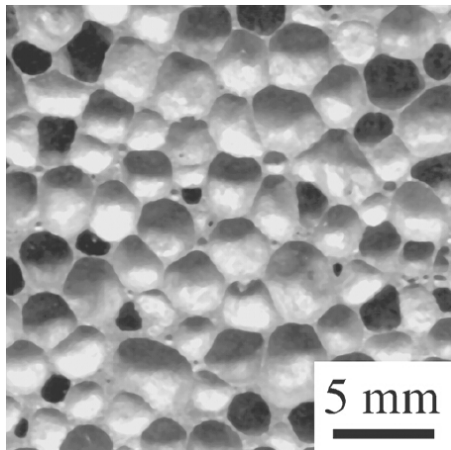


Figure I-22 – Mousse FORMGRIP [GER2002].

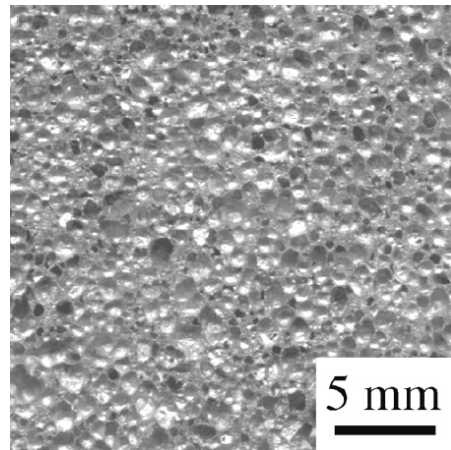


Figure I-23 - Mousse FOAMCARP [GER2002].

Enfin, il peut être cité le procédé Foamcast ([BAN1998b]), breveté en 1998 par Banhart et al., qui proposent d'employer un précurseur dont la cuisson donne une mousse. Ce précurseur est fabriqué au moyen d'une machine de coulée sous pression avec laquelle il est possible d'introduire les particules stabilisantes et l'agent moussant (TiH_2) dans le métal. Cette installation ressemble à celle du procédé Bühler, présentée au § I.2.2.4. La rapidité du processus de fabrication du précurseur (de 5 à 15 s) permet d'éviter le moussage. La taille des pores est de l'ordre de 1 à 2 mm, et la mousse a une masse volumique apparente de l'ordre de $0,7 \text{ g.cm}^{-3}$ (soit une densité relative de 0,26). Il semble néanmoins que ce mode de fabrication ne soit plus étudié à l'heure actuelle.

1.2.2.5. Procédés sans particules stabilisantes

Le Tableau I-7 fait un récapitulatif des appellations commerciales des produits, des fabricants, des laboratoires de développement et des métallurgies, qui sont en relation avec les procédés ne faisant pas appel à des particules stabilisantes.

Procédés sans particules stabilisantes		
Appellations des procédés	Combal®	Integral foam
Fabricants	Bühler (Suisse)	-
Laboratoires de développement		University of Erlangen-Nuremberg (Allemagne)
Métallurgies concernées	Alliages d'aluminium	Alliages de Mg thixotropes (AZ 91, AM 60) Alliage d'aluminium (AlSi9Cu3)

Tableau I-7 - Fiche signalétique des procédés sans particules stabilisantes

En 2003, la société suisse Bühler présente un procédé de fabrication de mousses d'aluminium utilisant une de ses machines de moulage haute pression ([KNO2004]). La technique fait appel, en tant qu'agent moussant, à l'hydrure de magnésium (MgH_2), dont la température de décomposition se situe aux alentours de 300°C (ce qui implique qu'il se décompose beaucoup plus vite que TiH_2 au contact du métal). Ce procédé, contrairement à tous les autres présentés jusque là, ne fait intervenir aucune particule stabilisante introduite ou formée in situ. En fait, la mousse obtenue n'est pas stable mais la rapidité du processus ($\sim 250 \text{ ms}$, [WIE2008]) permet de la solidifier tandis que l'agent moussant crée encore un dégagement gazeux.

La Figure I-24 schématise l'installation de moussage Bühler. Elle montre comment l'agent moussant est progressivement introduit dans l'aluminium liquide tandis que ce dernier remplit le moule dans lequel va se former la mousse. Pour laisser la mousse s'expanser, le moule peut être rempli seulement partiellement ([KOR2004]) ou bien avoir des parois mobiles ([WIE2008]). La Figure I-25 fait quant à elle apparaître une photographie de l'installation globale Bühler permettant de mettre en œuvre la technique.

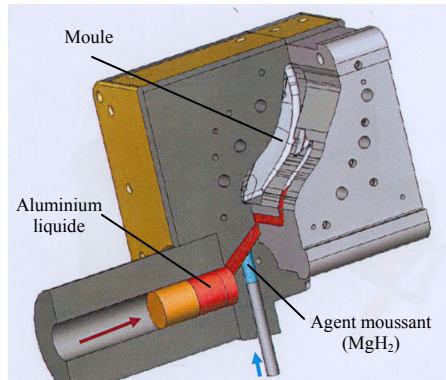


Figure I-24 – Schéma de l'installation de moussage Bühler au cours de l'injection de l'agent moussant dans l'aluminium liquide remplissant le moule [KNO2004].

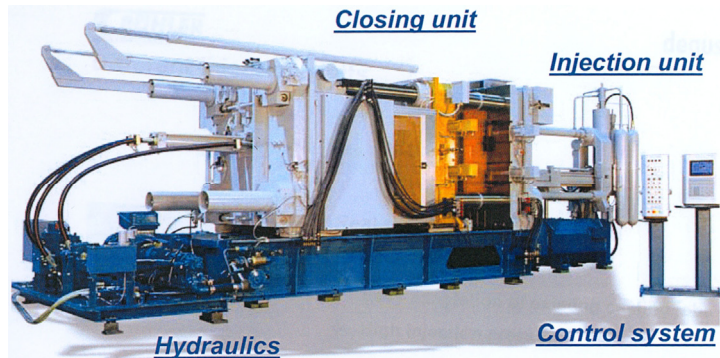


Figure I-25 - Machine de coulée sous pression Bühler servant à la fabrication de la mousse Combal® [KNO2004].

Appelées Combal®, ces mousses ont des densités apparentes inférieures à $0,90 \text{ g.cm}^{-3}$ (soit une densité relative inférieure à 0,33) et présentent une peau compacte de très bel aspect (cf. Figure I-26). En revanche, leur homogénéité ne semble pas être très bonne, comme le montre la Figure I-27.



Figure I-26 – Pièce en mousse Combal® [KNO2004].



Figure I-27 - Micrographie de la mousse Combal® (échelle non précisée) [KNO2004].

Le laboratoire de métallurgie de l'université d'Erlangen-Nuremberg (Allemagne) développe un procédé similaire, notamment pour fabriquer des mousses de magnésium [KOR2004]. Dans ce cas, ce sont des alliages thixotropes qui sont employés ; ces derniers étant caractérisés par le fait que leur solidification se fait sous forme de globules, ce qui permet de les employer à l'état semi-liquide. Ces globules, qui peuvent être vus sur la Figure I-28 au niveau d'une porosité, pourraient aider à la stabilité de la mousse, à l'image des particules stabilisantes ([KOR2004]) mais leur rôle n'est pas certain ([BAN2006]).

La Figure I-29 présente l'aspect général de la mousse de magnésium obtenue, dont l'homogénéité n'est visiblement pas bonne. La taille moyenne des pores est de l'ordre de 0,5 mm et sa porosité à cœur ne dépasse pas 70%.

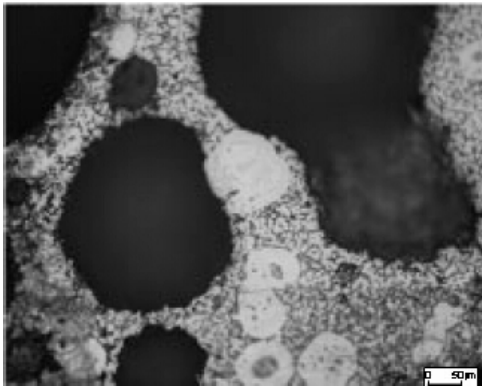
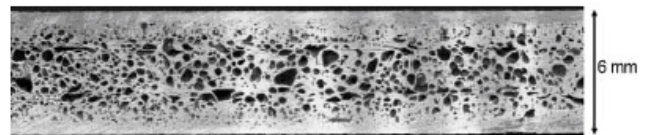


Figure I-28 – Micrographie d'une mousse de magnésium thixotrope montrant la présence de globules, issus de la solidification de cet alliage, au niveau des porosités [KOR2004].



Mg integral foam: Dense skin and cellular core (AM60, < 2 wt. % MgH₂).

Figure I-29 – Mousse de magnésium [KOR2004].

1.2.3. Moussage à l'état liquide de poudres compactées

Le Tableau I-8 fait la synthèse des appellations commerciales des produits, des fabricants, des laboratoires de développement et des métallurgies, qui sont en lien avec les procédés de moussage employant des métaux à l'état de poudre, détaillés dans cette section.

Procédés de moussage à l'état liquide de poudres métalliques					
Appellations des procédés	Alulight®	-	Foaminal®	AFS (Aluminium Foam Sandwich)	
Fabricants	Ranshoffen (= Mepura) (Aut.)	-	-	Karmann Ghia (All.)	Alm GmbH (All.)
Laboratoires de développement	Slovak Academy of Sciences (SLK)	University of Southern California (USA)	IFAM (All.)	IFAM (All.)	
Métallurgies concernées	Al	Acier	Al, Cu, Zn, Au, Si, Sn, Acier	Al	Al

Tableau I-8 – Fiche signalétique des procédés de moussage via métallurgie des poudres.

La technique de moussage à l'état liquide de poudres compactées présente de nombreuses similitudes avec celles de moussage par introduction d'un agent moussant dans un métal liquide obtenu par voie de fonderie. Les principes physiques (stabilisation, dégagement gazeux, drainage, coalescence...) restent les mêmes et les produits employés sont souvent analogues. Cette technique est détaillée dans [SIM2000], [YOU2004], [SCH2004], [BAN2000b], [BAN1998a], [BAN2000a], [BAN2001a] et [BAN2005]. Même si elle n'est pas directement applicable au domaine de la fonderie, elle peut largement inspirer des solutions et constitue une alternative sérieuse. C'est pourquoi il a été décidé de la présenter.

La fabrication de mousses métalliques par cette technique compte cinq étapes, schématisées sur la Figure I-30 :

- mélange, de façon homogène, d'une poudre de métal avec un agent moussant (en poudre ou en granulés) ;
- compactage par compression uniaxiale ou isostatique (à chaud ou à froid), par extrusion ou par roulage pour obtenir un précurseur. Celui-ci doit avoir une porosité la plus faible possible pour que le gaz ne puisse pas s'en échapper lors de l'étape de moussage ;
- mise en forme du précurseur (découpage, emboutissage...) ;
- chauffage à une température proche du point de fusion de la matrice métallique (soit entre le liquidus et le solidus, soit légèrement au-dessus du liquidus) pour que l'agent moussant se décompose et fasse mousser le métal ;
- refroidissement rapide pour figer le métal à l'état de mousse.

Cette technique a été développée, pour l'aluminium, par la Slovak Academy of Sciences, sous le nom Alulight[®], et par l'IFAM, sous l'appellation Foaminal[®]. Tout comme dans les procédés de moussage d'un liquide obtenu par voie de fonderie, l'agent moussant couramment employé est l'hydrure de titane (TiH₂), mélangé à hauteur de 0,6% en poids. L'hydrure de zirconium (ZrH₂) peut aussi être utilisé.

Même si ce procédé ne comporte pas d'étape de formation ou d'introduction de particules, la stabilité de la mousse est tout de même assurée par la présence d'une phase solide dispersée. Celle-ci est constituée de films d'oxyde d'une dizaine de nanomètres, à l'origine situés au niveau de la surface de chaque grain de la poudre métallique ([KOR2005], [BAN2006]).

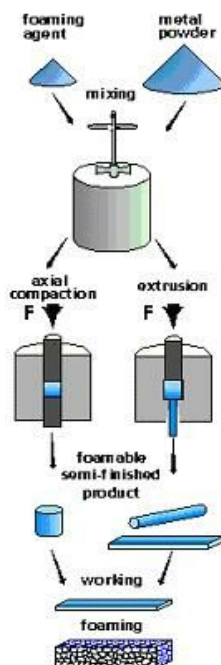


Figure I-30 - Etapes des procédés de moussage Foaminal[®] et Alulight[®] [BAN2000b].

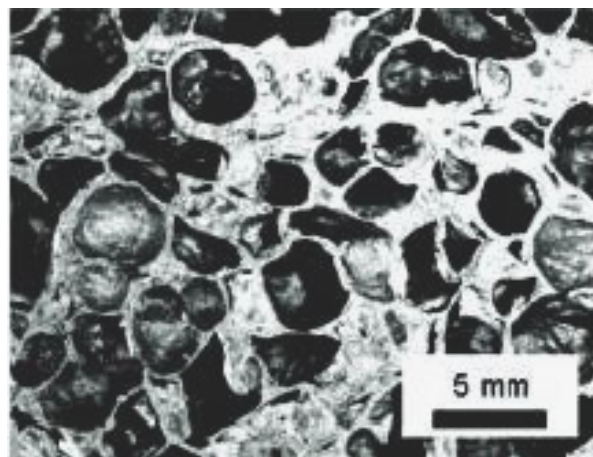


Figure I-31 – Macrographie d'une mousse Alulight[®] [WAD2002].

Les produits obtenus par ce procédé, dont un est visible sur la Figure I-31, ont des densités apparentes comprises entre 0,3 et 0,7 g.cm⁻³, pour des tailles de pores comprises entre 2 et 10 mm ([BAN2005]).

L'étain, le zinc, le laiton, l'or et bien d'autres métaux ont été portés à l'état de mousse par ce procédé, en choisissant à chaque fois un agent moussant adapté. Une version a d'ailleurs été proposée pour réaliser des mousses d'acier par les chercheurs de l'University of Southern California ([PAR2000]) et de l'IFAM ([KRE2004]). Les premiers ont utilisé entre 0,2% et 0,4% en masse de carbonate de strontium (SrCO₃) ou de carbonate de magnésium (MgCO₃) comme agent moussant, en raison de leurs températures de décomposition respectives de 1290°C et 1310°C, c'est à dire entre le liquidus et le solidus de la plupart des aciers fortement alliés et des fontes. Les seconds ont quant à eux utilisé entre 0,25% et 0,5% de SrCO₃ (dont ils reportent la température de décomposition à 960°C) en tant qu'agent moussant ainsi que du FeO (dont la réduction par le carbone dégage du monoxyde de carbone (CO)).

Pour les deux études, la présence de poudre de carbone (entre 0,7% et 3%) s'est avérée nécessaire pour obtenir une mousse. D'après Kremer et al. ([KRE2004]), celui-ci pourrait avoir un rôle d'agent moussant complémentaire (en initiant un dégagement de CO/CO₂).

Park et Nutt ([PAR2000]) obtiennent des matériaux dont les densités relatives sont comprises entre 0,38 et 0,64. Ils notent que la structure est plus régulière et les pores plus sphériques lorsque MgCO₃ est utilisé plutôt que SrCO₃, comme le montre la Figure I-32. Kremer et al. ([KRE2004]) obtiennent des mousses comprenant entre 50% et 60% de porosités, avec des pores assez globulaires, comme il peut être vu sur la Figure I-33. Ces résultats restent cependant médiocres, les matériaux fabriqués s'apparentant plus à des métaux poreux qu'à des mousses.

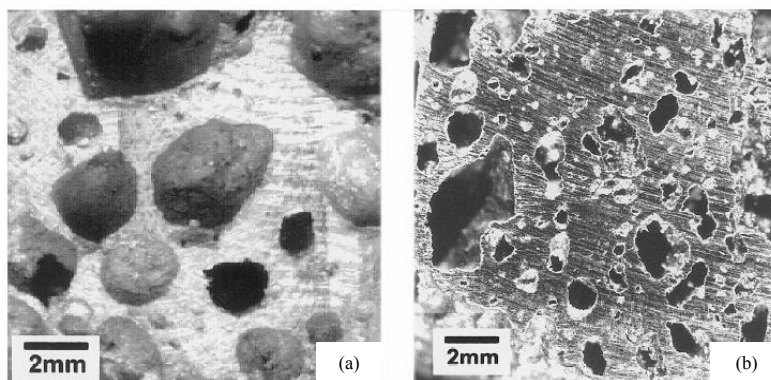


Figure I-32 - Mousses d'acier élaborées par métallurgie des poudres à l'University of Southern California en employant deux agents moussants différents : (a) MgCO₃, (b) SrCO₃ [PAR2000].



Figure I-33 - Mousse d'acier développée par l'IFAM, introduite dans un tube en acier (50% de porosités) [KRE2004].

Une des applications du procédé de moussage par métallurgie des poudres est la réalisation de tôles sandwichs ([BAN2001b], [SEE2004], [BAN2000a] [BAN2001a]), dans lesquelles une mousse se situe entre deux tôles de métal, de même nature qu'elle ou non. Une technique intéressante a été développée pour produire de telles tôles avec un cœur en mousse d'aluminium. Elle consiste à préparer un précurseur de manière semblable à ce qui se fait

pour les mousses Foaminal[®] ou Alporas[®] et à insérer ce précurseur entre deux tôles métalliques. Le tout est ensuite découpé, embouti et finalement chauffé pour faire apparaître la mousse entre les deux tôles. La Figure I-34 schématise les différentes étapes de fabrication d'une tôle sandwich de ce type, qui est visible sur la Figure I-35 et qui se nomme AFS[®] (Aluminium Foam Sandwich). C'est le seul procédé de moussage de métaux qui a pour l'instant été utilisé pour la production de pièces automobiles en (petite) série (par Karmann Ghia pour la Mercedes SLK décapotable).

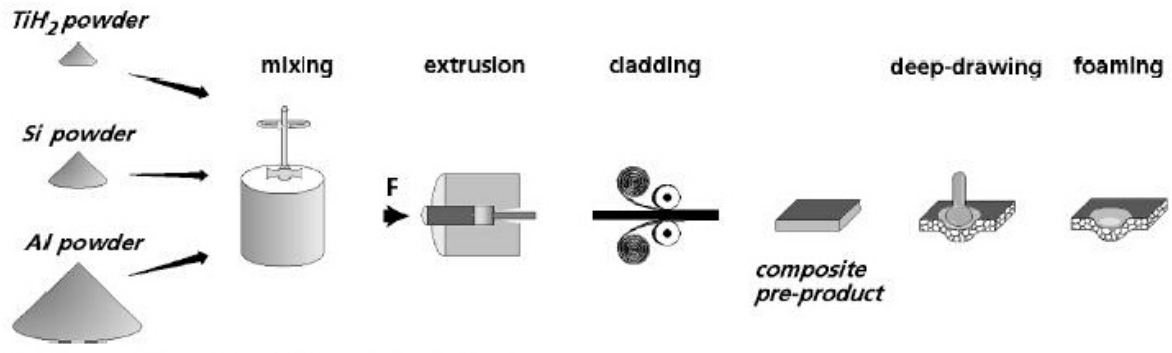


Figure I-34 - Procédé AFS [BAN2001b].

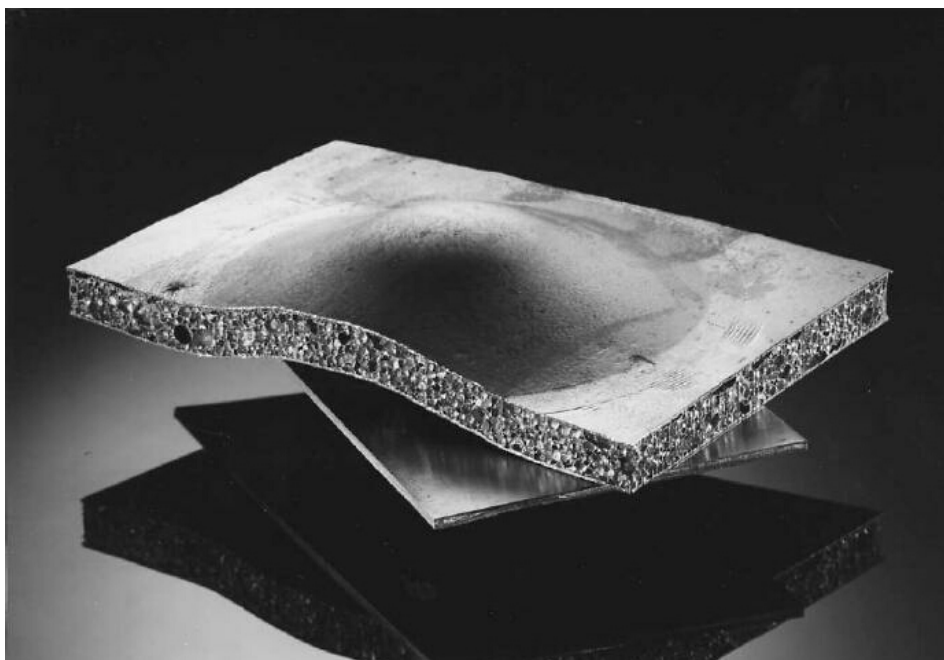


Figure I-35 - Tôle sandwich développée par l'IFAM [BAN2001a].

I.3. Production de mousses par dégagement gazeux au moment de la solidification : les gasars.

I.3.1. Le principe

Signifiant en russe « renforcé au gaz » (le procédé ayant été inventé par l'ukrainien Shapavalov, [SHA1993]), les « gasars » sont des matériaux poreux dont la fabrication se base sur la plus importante solubilité de certains gaz dans un métal lorsque celui-ci est liquide plutôt que solide. Par exemple, la Figure I-36 montre la solubilité de l'azote et de l'hydrogène dans le fer pur en fonction de la température (et de l'état de la matière). Il apparaît clairement une différence de solubilité à la solidification (1536°C). Au moment où le métal se solidifie, il apparaît alors un dégagement gazeux, qui est mis à profit pour former des porosités.

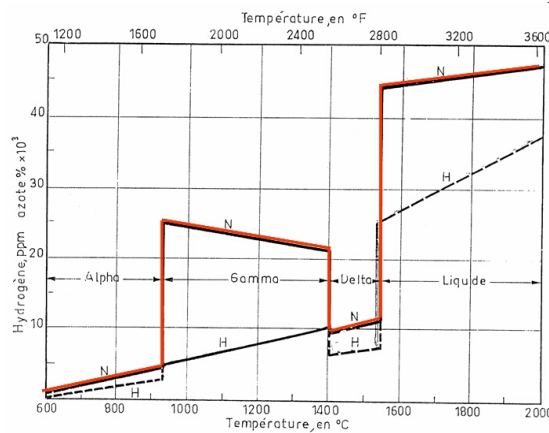


Figure I-36 - Solubilité de l'azote et de l'hydrogène dans le fer pur, pour une phase gazeuse composée de chacun de ces gaz à une pression de 1 atmosphère [BAS1961], [VOL1963].

Le pilotage de la solidification doit assurer l'emprisonnement au niveau du solide des bulles qui se forment et ne pas les laisser partir dans le liquide. Ceci ne peut être réalisé que par une solidification dirigée (extraction de chaleur au niveau d'une seule face, les autres faces étant isothermes). Il en résulte que les pores sont cylindriques et très allongés dans le sens de la solidification.

Le Tableau I-9 résume les techniques de production de matériaux du type gasars et fait apparaître, lorsque c'est possible, les fabricants, les laboratoires de développement et les métallurgies concernées. Ces techniques seront détaillées dans les deux sections qui suivent.

Gasars			
Appellations des procédés	« gasar » par solidification unidirectionnelle		« gasar » par fusion d'une zone en continu
Fabricants	-		-
Laboratoires de développement	Academy of Ukraine (Ukraine) MER Corporation (USA)	Osaka University (Japon)	
Métallurgies concernées	Ni, Cu, Fe, Mg, Al, Ti, Co	Cu, Mg, Ag (inox, Fe)	inox, acier au carbone

Tableau I-9 - Fiche signalétique des techniques de fabrication de gasars.

1.3.2. Description des techniques

1.3.2.1. Technique de solidification unidirectionnelle d'un liquide

Les premiers gasars ont été obtenus par une technique de moulage ([SHA1993], [SHA2004], [HYU2002], [NAK2004], [BAN2001a]), illustrée par la Figure I-37 : un métal liquide est transféré dans un moule isotherme dont la base est refroidie, sous atmosphère gazeuse contrôlée (contrôle de la pression totale et de la pression partielle du gaz soluble). Les pores apparaissent au niveau du front de solidification. La Figure I-38 représente les plans de deux installations permettant de réaliser des gasars et en révèle la complexité.

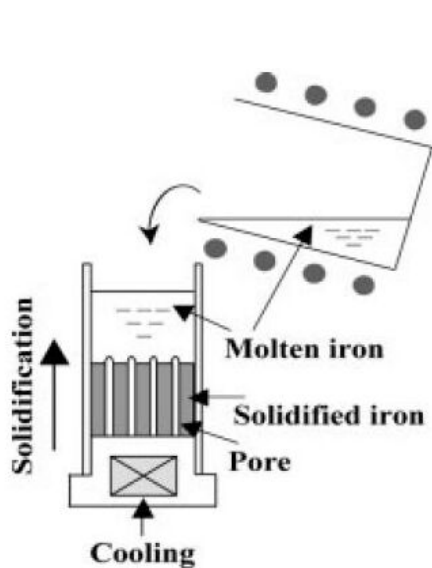
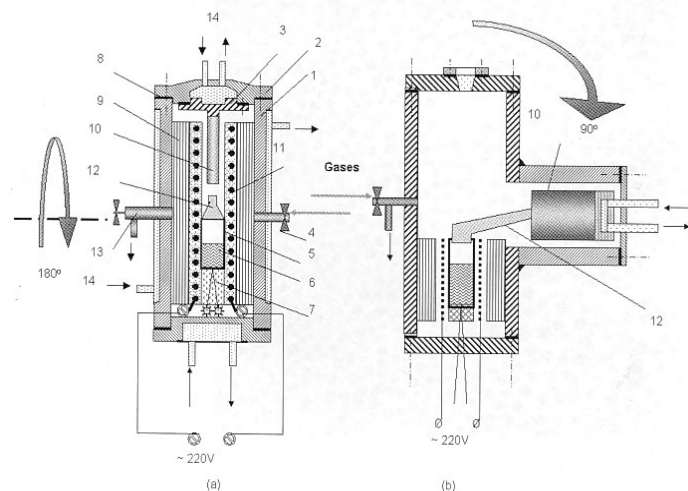


Figure I-37 - Principe de fabrication des gasars [HYU2002].



Hermetic chambers (schematic) for gasar syntheses: (a) pouring after rotation on 180 °, (b) - pouring after rotation on 90 °
 1 - body; 2 - top; 3 - water-cooled bottom, 4 - gas-pressure line, 5 - alumina crucible, 6 - melt, 7 - thermocouple, 8 - gas hermetic seal, 9 - metal sheets, 10 - mould, 11 - molybdenum heating element, 12 - funnels, 13 - vacuum pumping line, 14 - water line.

Figure I-38 - Plans de deux installations pour fabriquer des gasars [SHA2004].

La fabrication de gasars via une technique de solidification dirigée en moule est particulièrement adaptée aux métaux à forte conductivité thermique, comme le cuivre (cf. Figure I-39), l'aluminium ou le magnésium. En effet, pour ces métaux, le transfert de chaleur peut être maintenu constant et les conditions de solidification sont identiques quelle que soit la distance entre le front de solidification et la face refroidissante. La taille des pores est ainsi constante. Le diamètre moyen des pores obtenus va de 10 µm à 1 mm et le taux de porosité peut atteindre 65%.

La technique a également été employée sur les inox ([NAK2004]). Elle ne leur est toutefois pas adaptée car leur nature réfractaire induit un ralentissement de l'avancée du front de solidification ainsi que la modification des conditions de solidification. Ceci implique que la taille des pores est de plus en plus large au fur et à mesure qu'ils sont éloignés de la plaque refroidissante. La Figure I-40 présente un gasar ainsi obtenu.

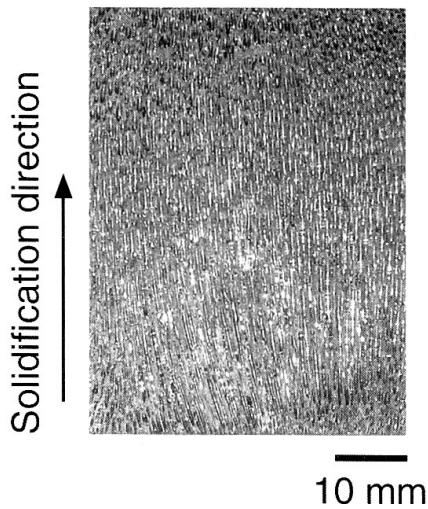


Figure I-39 - Macrographie d'un gasar en cuivre obtenu par moulage [NAK2004].

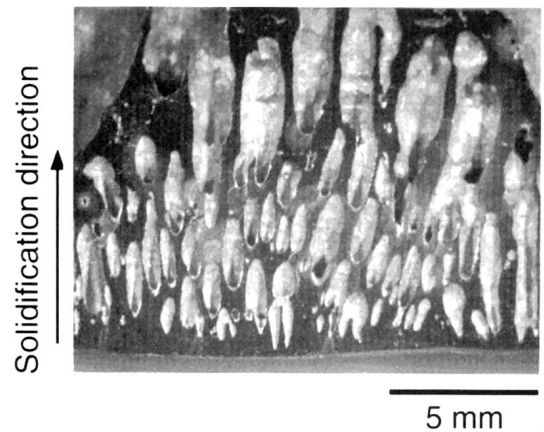


Figure I-40 -Macrographie d'un gasar en acier inoxydable obtenu par moulage [NAK2004].

1.3.2.2. Technique de fusion en continu d'une zone

Afin de s'affranchir des difficultés liées aux transferts thermiques, rencontrées pour certains métaux en exploitant la technique de moulage, les japonais de l'université d'Osaka ont développé un procédé de production de gasars en continu ([NAK2004], [IKE2005], [KUJ2006]). Celui-ci utilise la fusion puis le refroidissement partiels, sur une longueur de 5 à 10 mm, de barres en métal de diamètre 10 mm. L'atmosphère gazeuse est à nouveau contrôlée et les principes physiques de développement des pores restent les mêmes que dans la technique de moulage. L'installation est schématisée dans la Figure I-41.

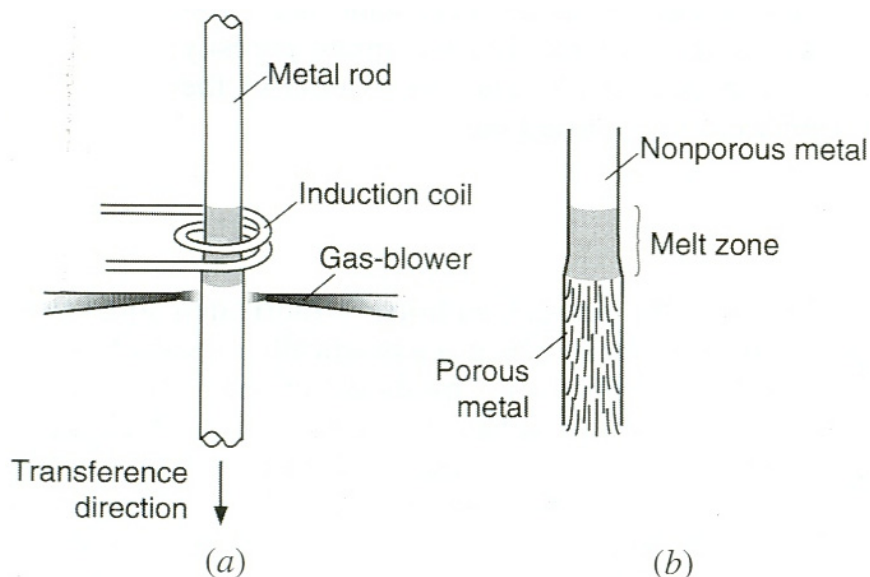


Figure I-41 - Principe de fabrication de gasars en continu [NAK2004] :
 (a) Schéma de l'installation de production de gasars,
 (b) Barre métallique pour obtenir un gasar (en haut : avant fusion partielle, en bas : après fusion partielle sous atmosphère gazeuse).

Le procédé a été particulièrement étudié pour les aciers inoxydables ([NAK2004], [IKE2005]) et les aciers au carbone ([KUJ2006]). Dans le premier cas, le taux de porosité peut atteindre 60%, avec des diamètres de pores allant de 270 μm à 550 μm , alors que dans le second cas, il n'excède pas 50%, pour des tailles de pores variant entre 500 μm et 700 μm .

La vitesse d'avancement de la barre, de quelques micromètres par seconde, permet de contrôler la taille des pores tandis que la pression partielle d'hydrogène gouverne le taux de porosités. Une vitesse d'avancement élevée induit une diminution de la taille moyenne des pores alors qu'une augmentation de la pression partielle du gaz dissous (à pression totale constante) augmente le taux de porosités.

Les pores sont distribués de façon assez homogène dans la barre métallique ainsi produite. Mais leur orientation suit la direction du front de solidification, issue de la combinaison entre le refroidissement en surface et le refroidissement longitudinal. Par conséquent, les pores situés près de la surface, les plus soumis au refroidissement latéral, sont inclinés par rapport à la direction de la barre, comme le montre la Figure I-42.

En raison de la complexité du procédé, de la forte anisotropie du matériau et du manque de flexibilité quant aux formes qui peuvent être obtenues, le développement de ce type de fabrication est resté au niveau de la recherche.

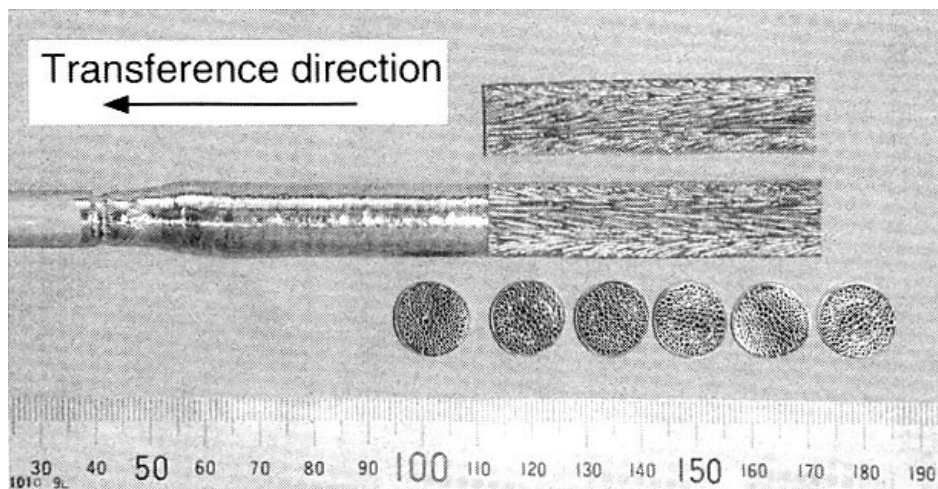


Figure I-42 - Macrographies transversales et axiales d'un gasar en acier inoxydable [NAK2004].

I.4. Production de mousses par infiltration

L'infiltration est une technique dans laquelle un métal est coulé dans un réseau de porosités dont la forme est globalement celle d'une mousse. Ce réseau est obtenu par moulage. Ce sont les techniques d'obtention de mousses les plus proches de la fonderie conventionnelle. Il peut être distingué deux sous-divisions de ces procédés, dont la différenciation provient de la façon de réaliser le moulage :

- l'infiltration de préformes ou de sphères creuses, aboutissant à des mousses aux pores semi-ouverts dites syntactiques,
- l'infiltration d'un moule à modèle perdu, donnant des mousses avec des pores ouverts (les éponges métalliques).

Ces techniques, présentées dans leur globalité dans [CON2006], [COL2004] et [BAN2001a], sont détaillées dans ce qui suit.

I.4.1. Infiltration d'une préforme

Le Tableau I-10 résume l'ensemble des données (appellations des procédés, fabricants, laboratoires de développement et métallurgies) relatives aux procédés d'infiltration d'une préforme, qui seront détaillés dans cette section.

Procédés d'infiltration d'une préforme					
Appellations des procédés	gießprozesse	-	-	-	-
Fabricants					
Laboratoires de développement	ACCESS (Allemagne)	C.T.I.F. (France)	Tsing Hua University (Taïwan)	IFAM (Allemagne)	Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (Suisse)
Métallurgies concernées	Fonte, Al, Mg, Ni, Cu, Pb, Sn	Al	Al	Al, Mg, Zn	Al

Tableau I-10 – Fiche signalétique des techniques de fabrication de mousses syntactiques par infiltration de préformes ou de sphères creuses.

Dans les procédés d'infiltration d'une préforme, des granules ou des billes, dénommées « précurseurs », sont introduites dans le moule d'une pièce que l'on souhaite cellulaire. Leur empilement, en vrac, crée ce qui est appelé la « préforme ». N'occupant pas tout l'espace, ces précurseurs forment un réseau de porosités qui va ensuite être infiltré par le métal pour en prendre la forme. Une fois la pièce solidifiée, les précurseurs en sont extraits pour obtenir un matériau cellulaire. Ces étapes sont résumées sur la Figure I-43.

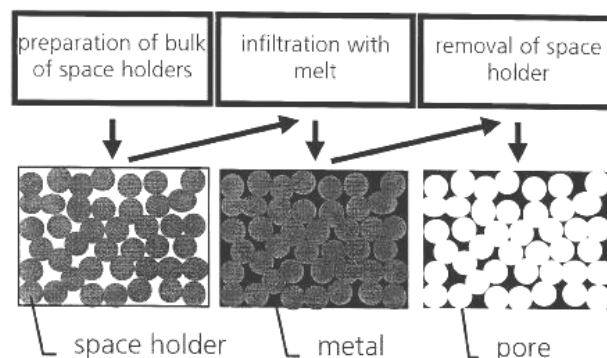


Figure I-43 – Etapes du procédé d'infiltration de préformes [BAN2001a].

Les précurseurs doivent être constitués d'un matériau inerte ou peu réactif avec le métal liquide et avoir un point de fusion supérieur à celui-ci afin de conserver leur forme durant l'infiltration. Ils doivent aussi pouvoir être extraits après coulée pour laisser place à des porosités. Kuchek ([KUC1966]), qui développa cette technique en 1961 pour fabriquer des mousses en alliage d'aluminium - magnésium, utilisa des sels (halogénures de métal ou de terre alcaline, borate de métal alcalin) pour réaliser les précurseurs. Ces matériaux ont des points de fusion plus élevés que les métaux qui y sont infiltrés et surtout leur élimination est facilement réalisée par dissolution dans l'eau ou dans un solvant organique.

En 1997, Zwissler ([ZWI1998], [GRO1999]), de la société ACCESS, améliore le procédé en proposant l'utilisation de précurseurs économiques constitués de particules, minérales ou céramiques (sable de quartz, mullite...), agglomérées au moyen d'un liant (cf. Figure I-44). A la suite de l'infiltration, les précurseurs sont remis à l'état de particules grâce à la détérioration du liant par la chaleur du métal. Ceci rend alors possible leur extraction du matériau fabriqué. Cette extraction se fait facilement puisque les pores issus du réseau de précurseurs communiquent entre eux par des ouvertures dont le diamètre représente environ 10% de celui des cavités. Le procédé est applicable à un grand nombre de métaux, puisque la fonte et les alliages d'aluminium, de magnésium, de nickel, de cuivre, de plomb et d'étain peuvent être mis en forme de cette manière.

La fabrication des billes se fait en continu au moyen d'un simple tambour de bouletage comme il peut être vu sur la Figure I-45. L'inclinaison du plateau ainsi que sa vitesse de rotation suffisent pour contrôler la taille des précurseurs. Une fois cuits pour augmenter leurs caractéristiques mécaniques, les précurseurs sont introduits dans le moule. La réalisation de cette étape sous vibration améliore l'homogénéité du remplissage.

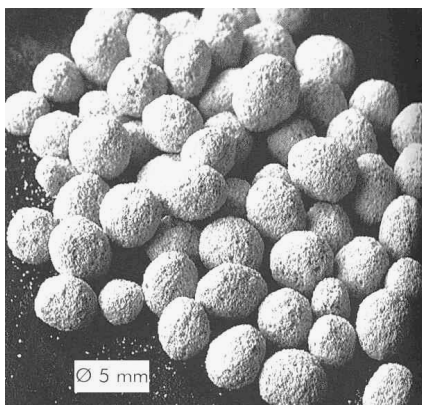


Figure I-44 - Billes de particules agglomérées utilisées dans le procédé ACCESS [GRO1999].



Figure I-45 - Machine de bouletage utilisée pour fabriquer des billes [GRO1999].

Les procédés d'infiltration d'une préforme sont limités par les pertes thermiques du métal au contact des précurseurs, qui peuvent mener à la solidification de ce dernier avant remplissage complet des interstices. Ceci est d'autant plus vrai que les pores sont de petite dimension (puisque les surfaces de contact métal-précurseurs sont plus importantes). Pour remédier à ce problème, il peut être fait appel à la préchauffe des précurseurs, la surchauffe de l'alliage et/ou sa coulée assistée par un système de pression ou par centrifugation.

Les mousses syntactiques qui résultent de ce type de procédés ont des porosités dites semi-ouvertes et une taille de pores parfaitement contrôlée. Dans le cas du procédé ACCESS, celle-ci va de 3 à 10 mm. Par contre, le taux de porosité ne dépasse pas 70% dans le cas (le plus courant) où tous les précurseurs sont sphériques et de même diamètre. Des exemples de pièces ou d'éprouvettes fabriquées par ce type de procédé, ainsi qu'une macrographie de la structure obtenue, sont donnés par les Figures I-46 à I-48.



Figure I-46 - Epreuve de mousse ACCESS [GRO1999].



Figure I-47 - Pièces alvéolaires de l'IFAM [BAN2001a].

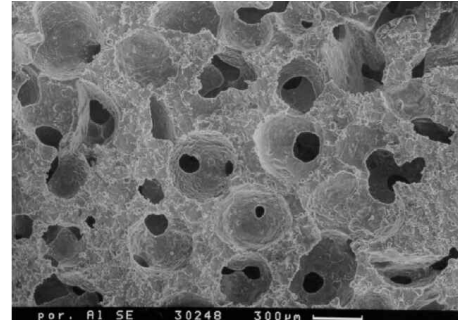


Figure I-48 - Macrographie d'une des pièces de la Figure I-47 montrant la structure de la mousse [BAN2001a].

Afin d'obtenir des taux de porosités supérieurs à 70% tout en conservant une taille de cellule unique, Chou et Song ([CHO2002]) proposent d'employer des précurseurs en céramique déformable, qui sont comprimés au moment de leur introduction dans le moule, comme il peut être vu sur la Figure I-49. Dans ce cas, il est nécessaire d'employer des ultrasons pour désagréger les précurseurs et les extraire de la pièce après infiltration de la préforme par le métal. Il est ainsi possible d'atteindre un taux de porosité de l'ordre de 90%. La Figure I-50 donne un exemple de mousse fabriquée avec de tels précurseurs. Cette dernière peut être classée parmi les mousses à pores ouverts.

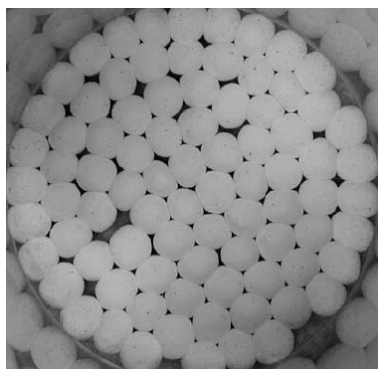


Figure I-49 - Empilement de précurseurs souples comprimés ($\text{O}_{\text{billes}} = 5 \text{ mm}$) [CHO2002].

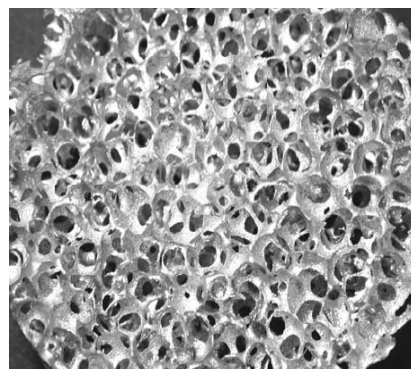


Figure I-50 - Mousse à pores ouverts obtenue à partir de précurseurs comprimés ($\text{O}_{\text{pores}} = 4 \text{ mm}$) [CHO2002].

Ma et al. ([Ma1999]) proposent l'utilisation de précurseurs brûlables, comme par exemple des billes de polystyrène agglomérées au moyen d'une résine dégradable thermiquement. L'infiltration du métal se fait alors au moyen d'une machine de moulage sous pression (460 MPa). Sa vitesse d'exécution (0,2 s) et le refroidissement rapide du métal en moule réfrigéré garantissent le remplissage des interstices de la préforme sans combustion

prématurée des précurseurs. Le taux de porosité des produits fabriqués atteint 86%, pour des tailles de cellules comprises entre 1,19 mm et 3,72 mm. Ces deux paramètres sont parfaitement contrôlables en ajustant la taille des billes de polystyrène et la quantité de résine ajoutée.

Enfin, il est à noter un procédé très similaire à l'infiltration d'une préforme. Il s'agit de celui d'infiltration de sphères creuses, qui aboutit au même type de produits. La différence entre les deux provient du fait que, pour ce dernier, les précurseurs sont des billes creuses de céramique (de diamètre 2,1 – 3,6 mm et d'une épaisseur de paroi de 100 – 200 µm) qui n'ont pas besoin d'être extraites après coulée.

1.4.2. Infiltration d'un réseau obtenu par moulage d'un modèle perdu

Le Tableau I-11 indique, lorsque cela est possible, les données relatives (appellations des procédés, fabricants, laboratoires de développement et métallurgies concernées) aux procédés d'infiltration d'un réseau obtenu par moulage d'un modèle perdu, présentés dans cette section.

Infiltration de moulage à modèle perdu						
Appellations des procédés	Duocel®	-	-	Alofoam®	-	-
Fabricants	ERG (USA)	-	MPore (All.)	Korea Metal Foams (Corée)	READE (USA)	-
Laboratoires de développement		University of Aachen (All.)	Bergakademie Freiberg (All.)	-	-	IFAM (All.)
Métallurgies concernées	Al, Cu, Mg	Al	Al, acier	Al, Ni, Cu	Al, Cu, Pb, Ni, inox, Sn, Ti, Zn	Al, acier, Zn, Pb, Ti

Tableau I-11 - Fiche signalétique des procédés d'infiltration d'un réseau obtenu par modèle perdu.

D'une façon générale, le moulage à modèle perdu est une technique permettant d'obtenir des pièces de très grande précision en fonderie. Il consiste à fabriquer le modèle d'une pièce en matériau pouvant être fondu ou brûlé, puis à créer une carapace autour de ce modèle. Ce dernier est ensuite brûlé ou liquéfié pour être évacué et laisser place à une empreinte pouvant être remplie de métal (qui a la même forme que le modèle de départ). Ce procédé est aussi employé dans le cadre de la fabrication de mousses métalliques. Dans ce cas, les étapes qui le composent, schématisées dans la Figure I-51, sont :

- la réalisation d'une mousse polymère (par exemple en polyuréthane) à porosités ouvertes (c'est-à-dire une éponge). Si besoin, l'épaisseur des filaments de cette mousse peut être augmentée par immersion dans un bain de cire ([MOU2005]) ;
- l'infiltration par de la barbotine céramique ou du plâtre des espaces libres de cette mousse ;
- le traitement thermique. Celui-ci est destiné dans un premier temps à solidifier la barbotine ou le plâtre et dans un second temps à brûler la mousse polymère (et évacuer la cire). Il en résulte un réseau de porosités qui a la forme de la mousse de départ ;
- la coulée du métal dans le réseau de porosités. Le préchauffage du moule ainsi que la coulée sous pression de l'alliage sont souvent indispensables au bon remplissage ;
- l'élimination du moule (jet d'eau pressurisé, sablage...). La difficulté consiste à conserver la structure métallique sans l'endommager.

Le matériau cellulaire obtenu, une éponge métallique, est la réplique exacte de la mousse polymère d'origine (éventuellement enduite d'une couche de cire). Sa porosité est comprise entre 80% et 97% pour une taille de pores allant d'une centaine de micromètres à quelques millimètres (densité de pores de 5 à 40 ppi, [ERG]).

La société américaine ERG propose depuis 1967 des mousses obtenues par ce procédé sous le nom de Duocel[®] (dont une macrographie est visible sur la Figure I-52), avec des possibilités de réalisation en alliages d'aluminium, de cuivre ou de magnésium. De même, les sociétés MPore, Korea MetalFoams et Reade fournissent ce type de matériaux. Le procédé est cependant très cher, même au niveau industriel.

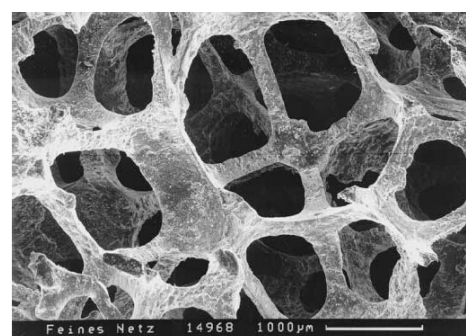
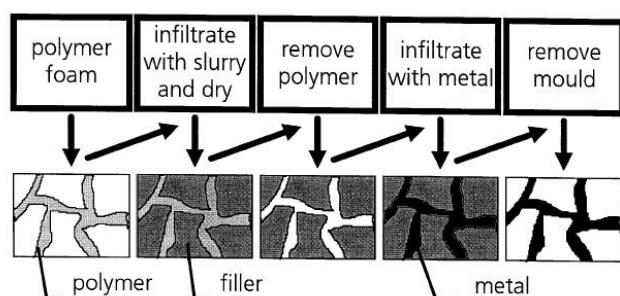


Figure I-51 - Procédé d'obtention de mousse par moulage à modèle perdu [BAN2001a].

Figure I-52 - Mousse Duocel[®] [BAN2001a].

L'application aux aciers de ce procédé a été étudiée par Moualla et al. ([MOU2005]). Elle semble toutefois peu intéressante du point de vue industriel, puisque :

- la préparation du moule fait appel à de nombreuses étapes (découpage, renforcement des liaisons du modèle par immersion dans la cire liquide puis dans des poudres plastiques, brasage d'un système d'attaque en cire, coulée de réfractaire, cuisson...),
- le processus d'extraction de la cire et de la mousse est très long et donc coûteux (3 heures à 140°C puis 10 - 16 heures à 900 - 1200°C),
- l'élimination complète du moule est difficile pour les pièces les plus épaisses et a tendance à abîmer les filaments de la mousse,
- sans surchauffe, le métal n'arrive pas à pénétrer en profondeur. Avec une surchauffe, il y pénètre mais la zone supérieure du moule, en contact prolongé avec l'acier liquide très chaud, réagit avec ce dernier.

L'infiltration de moules à modèles perdus peut aussi être employée pour obtenir un matériau cellulaire avec un modèle autre qu'une mousse polymère. Notamment, il est possible de constituer un réseau de poutrelles en cire ou en polystyrène par assemblage (par exemple par collage de poutrelles en polystyrène, [DES2001]) ou prototypage rapide ([CHI2002]). Les matériaux ainsi fabriqués sont appelés LBM's (Lattice Block Materials). Ces techniques restent néanmoins très coûteuses.

1.5. Conclusion sur la bibliographie

La recherche bibliographique a permis d'identifier les techniques de production de mousses métalliques existantes, toutes métallurgies confondues, pouvant être adaptées à la fonderie. Le but a été de répertorier et comprendre toutes ces techniques afin de les adapter à la production de mousses d'acier.

Il a ainsi été mis en lumière le fait que de nombreux procédés existent pour fabriquer des mousses métalliques, dont l'appellation regroupe les matériaux issus de la solidification de mousses liquides, les mousses syntactiques et les éponges métalliques. Ces procédés sont essentiellement dédiés à la production de mousses d'aluminium. Les principes physiques sur lesquels ils reposent sont très différents mais les matériaux qui en sont issus présentent de fortes similitudes. Notamment les mousses obtenues par moussage d'un liquide et les éponges métalliques ont des structures qui sont quasi-identiques. Le réseau cubique centré de Kelvin, introduit en 1887, est représentatif de cette structure commune.

Les procédés faisant appel à la solidification d'une mousse obtenue à l'état liquide emploient deux moyens différents pour introduire du gaz et créer des porosités :

- l'insufflation de gaz. Elle fait appel à des moyens sophistiqués, dont le contrôle est plus ou moins empirique. Les procédés de production de mousses d'aluminium basés sur ces techniques sont les plus récents, ce qui indique une certaine difficulté de maîtrise ;
- l'insertion d'agent moussant. Elle est plus simple à maîtriser mais le choix des produits chimiques pouvant se décomposer en un gaz semble fondé sur l'expérience.

Presque toutes ces techniques ont en commun que la stabilisation de la mousse est assurée par une phase solide disséminée en son sein (particules de solide introduites, films d'oxyde formés in-situ). Cette phase solide doit avoir des propriétés de mouillabilité précises avec le métal de la mousse pour constituer un élément stabilisant. Il existe néanmoins quelques procédés sans mécanisme de stabilisation, mais leur mise en œuvre est particulièrement délicate pour n'obtenir que des produits de médiocre qualité.

Les procédés basés sur le dégagement gazeux d'un métal lors de sa solidification (les gasars) sont des techniques compliquées donnant des matériaux aux porosités très allongées. Elles restent encore au stade de l'étude en laboratoire.

Enfin, les procédés d'infiltration, pour lesquels un métal est coulé dans un moule dont l'empreinte a la forme d'une mousse, sont des techniques très proches de celles rencontrées en fonderie. Parmi elles, l'infiltration d'une préforme permet de fabriquer des matériaux cellulaires aux formes complexes pour de faibles coûts. Cependant, dans sa mise en œuvre la plus courante, cette technique souffre de ne pouvoir produire des matériaux à fort taux de porosité. A l'inverse, l'infiltration d'un moule à modèle perdu ayant la forme d'une mousse permet d'obtenir des porosités importantes, mais cette technique est particulièrement coûteuse.

En conclusion, les voies qui paraissent les plus facilement explorables pour produire des mousses d'acier sont celles basées sur l'introduction d'un agent moussant dans un métal et l'infiltration d'une préforme. La réussite de la première dépendra du choix raisonné d'un agent moussant et d'une phase solide stabilisante. Le défi de la seconde sera d'obtenir des porosités importantes (d'autant plus que la masse volumique de l'acier est près de trois fois plus importante que celle de l'aluminium) avec des techniques à bas coût.

II. Stratégie de mise en œuvre

Le rôle de C.T.I.F. est de proposer aux entreprises du domaine de la fonderie des solutions qui leurs fournissent un avantage concurrentiel. Cette thèse, financée par C.T.I.F., se devait de s'inscrire dans cette optique. Son aboutissement devait être le développement d'un procédé de fabrication concurrentiel pour la production d'une mousse d'acier par les fondeurs. Ce chapitre est destiné à mettre en lumière les conséquences de cet objectif sur la démarche de recherche qui a été adoptée. A travers quatre parties, il propose tour à tour de :

- présenter le contexte technico-économique dans lequel se situe le sujet de thèse. Le but est de faire ressortir les avantages attendus de l'emploi d'acier pour fabriquer des mousses métalliques concurrentielles ;
- décliner l'objectif de compétitivité en une série de critères d'acceptabilité qui permettront de juger des performances du produit et de son aptitude à répondre à l'objectif. Ces performances sont à comparer à celles des mousses d'aluminium, principale famille de matériaux concurrente sur les applications visées (elle aussi définies dans cette partie) ;
- décrire les moyens techniques à notre disposition afin de déterminer les limites du champ de recherche ;
- expliquer la démarche scientifique, conséquence des objectifs et des moyens, en insistant sur le cheminement logique qui a été suivi tout au long de la thèse.

II.1. Contexte technico-économique : quelle place pour les mousses d'acier ?

Les mousses métalliques ne sont pas un sujet de recherche nouveau et les procédés pour en fabriquer sont nombreux, comme l'a souligné le chapitre bibliographique. Cependant, parmi toutes les réalisations existantes, très peu sont relatives à l'acier : les recherches et les développements de solutions industrielles ont majoritairement concerné les alliages d'aluminium et de nickel. En effet, le premier bénéficie d'une masse volumique faible pour des caractéristiques mécaniques satisfaisantes et, de ce fait, semble particulièrement adapté à la production d'un matériau léger pour des applications structurales ([BAN2005], [BAN2001a]). Le second a des propriétés électrochimiques spécifiques et recherchées, et son conditionnement sous forme de mousse présente un fort intérêt dans la fabrication de piles et dans les applications chimiques ([INCO2008]).

Si les aciers ne peuvent se prévaloir des propriétés chimiques du nickel, leur ratio performances mécaniques sur coût est bien supérieur à celui des alliages d'aluminium alors que ces mêmes performances, ramenées au poids, sont comparables ([ASH2005]). D'ailleurs, nombreux sont les exemples de produits industriels où l'acier remplace avantageusement le métal léger. Il est donc légitime de penser que la mousse d'acier peut concurrencer celle d'aluminium pour des utilisations structurales. Mais jusque là, et paradoxalement, l'acier ne s'est jamais positionné de façon concurrentielle dans la fabrication de mousses métalliques.

L'objectif des présents travaux de thèse a donc été de tirer parti du coût matière et/ou des performances mécaniques de l'acier pour fabriquer des mousses métalliques rivalisant avec l'existant (principalement l'aluminium) dans les applications les plus à son avantage, à savoir les applications structurales. Par conséquent, le défi a été de développer un procédé de mise en forme dont le coût d'exploitation et les conséquences métallurgiques préservent les avantages de l'acier sur l'aluminium.

II.2. Moyens d'évaluer la réalisation de l'objectif : les critères d'acceptabilité

II.2.1. Définition de critères d'acceptabilité

Le caractère industriel du sujet implique, comme indiqué précédemment, que le produit obtenu par le procédé développé dans le cadre de la thèse soit concurrentiel. C'est-à-dire que la mousse d'acier fabriquée doit se placer parmi les produits les plus intéressants sur des applications données. Ce jugement peut s'effectuer en s'appuyant sur le calcul de critères chiffrés propres aux utilisations potentielles du produit, appelés indices de performance. Ces derniers sont calculés à partir des données du matériau (module d'Young, limite d'élasticité, coût de production...) et quantifient ses performances dans le cadre d'une application précise. Pour l'évaluation des intérêts mécanique, massique et économique que peut offrir la mousse d'acier, les indices de performance se basent sur :

- le coût de production ;
- la masse volumique apparente ;
- les propriétés mécaniques.

L'aspect concurrentiel de la mousse d'acier se définit alors comme sa capacité à se situer parmi les matériaux ayant un indice de performance maximal pour une ou plusieurs utilisations structurales où les mousses métalliques excellent ([ASH2000]) : les panneaux travaillant en flexion pour un poids minimal et les absorbeurs d'énergie. La comparaison doit bien évidemment se faire vis-à-vis des mousses d'aluminium, produits actuellement les plus adaptés à ces applications. L'établissement des indices de performance sera détaillé dans la section II.2.2 tandis que les valeurs qu'ils prennent pour les mousses d'aluminium seront présentées dans la section II.2.3.

En plus de ces indices, il est à vérifier que le procédé développé est compatible avec des objectifs impératifs non quantifiables, tels que :

- l'adéquation du procédé au métier de fondeur. Le développement du procédé est à destination de l'industrie de la fonderie et se doit de lui être adapté ;
- la reproductibilité. Impossible d'envisager un procédé industriel sans garantir cette condition ;
- les possibilités de modélisation du comportement. Il est aujourd'hui impensable de vendre un produit dont on ne peut fournir une loi de comportement pertinente pour le domaine d'utilisation visé ;
- la nouveauté. C.T.I.F. est un centre de recherche sans unité de production attachée. Le dépôt de brevet constitue pour lui une opportunité d'être rémunéré de ses travaux ;
- la recyclabilité. Le développement de produits nouveaux se doit de respecter les exigences environnementales pour en assurer la viabilité à long terme.

En résumé, la mousse d'acier développée dans le cadre de la thèse doit respecter des conditions contextuelles et concurrentielles exprimées au travers de critères d'acceptabilité, qui sont :

- les maximisations d'indices de performance,
- le respect d'exigences impératives.

Si les derniers sont qualitatifs et ne nécessitent pas de développement supplémentaire, les premiers sont quantitatifs et doivent être explicités pour chaque application visée. C'est ce qui est fait dans la section II.2.2 qui suit.

II.2.2. Expression des indices de performance

Les indices de performance, rappelons-le, sont des données chiffrées permettant de comparer l'aptitude des matériaux à remplir des fonctions précises. Dans le cas des mousses métalliques, les principales applications (structurales) pouvant être visées sont l'absorption d'énergie et la fabrication de panneaux de masse minimale résistant à la flexion.

Dans cette section, nous proposons de reprendre l'établissement des indices de performance pour ces applications, afin d'en comprendre l'origine. Cette présentation, qui reprend essentiellement, sauf mention contraire, les travaux exposés dans [ASH2000] et [ASH2005], aurait pu être mise en annexes. Mais il a été préféré l'inclure à ce niveau afin de garder une certaine cohérence entre ce qui a simplement été repris de ces travaux et les améliorations que nous avons pu apporter.

II.2.2.1. Indices de performance en flexion

Considérons un panneau, représenté en Figure II-1, dont la longueur L et la largeur l sont imposées, travaillant en flexion sous l'effet d'une ou plusieurs forces linéiques f_i appliquées suivant sa largeur (une force surfacique pouvant être considérée comme une somme continue de forces linéiques). Supposons par ailleurs que ce panneau est fixé au bâti par des liaisons parallèles aux forces linéiques (appui linéique, encastrement ou linéaire annulaire). Le Tableau II-1 liste quelques cas de chargements courants qui correspondent à cette description.

Indice de performance de rigidité en flexion

Cherchons alors quels critères doivent respecter les propriétés mécaniques du matériau constituant le panneau pour que la masse m de ce dernier soit la plus faible possible pour une flèche δ donnée (distance maximale entre un point de la structure au repos et ce même point lorsque la structure est chargée). Pour effectuer le raisonnement, il sera supposé que l'épaisseur e du panneau (à déterminer) est largement inférieure à la longueur L ($e \ll L$) de telle façon que la théorie des poutres puisse s'appliquer.

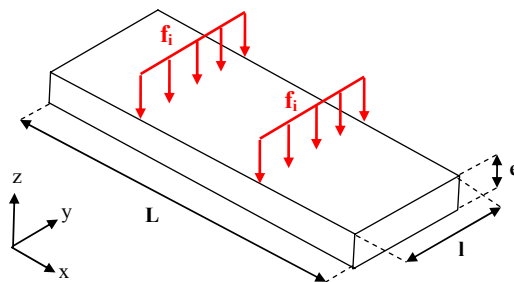


Figure II-1 - Schéma d'un élément de structure travaillant en flexion.

Quels que soient les lieux et conditions de fixation de la structure (encastrement, appui linéique, linéaire annulaire) ainsi que la localisation des forces ; et en considérant que la déformation est élastique, un calcul de structure donne toujours une expression de la flèche δ de la forme suivante :

$$\delta = \frac{12 \cdot f \cdot L^3}{C \cdot E \cdot e^3} \quad (\text{E II.1})$$

où E est le module d'Young du matériau soumis à la flexion,
 C est une constante dépendant des positions des forces et des points de fixation,
 f est la somme des forces linéiques f_i .

Le Tableau II-1 donne à titre d'exemples les expressions de la flèche δ pour quelques chargements, avec des conditions de fixation et d'application de force différentes.

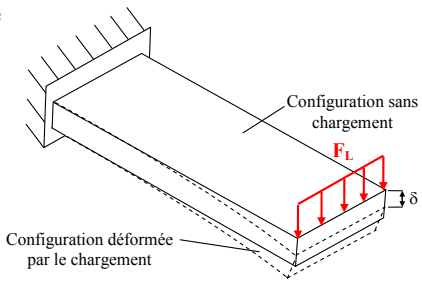
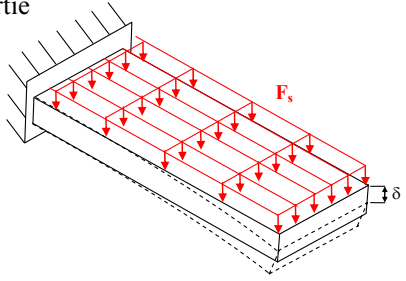
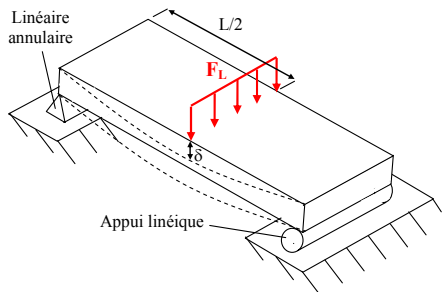
Configuration du chargement	Expression de la flèche δ
<p>Panneau encastré soumis à une force linéique F_L à son extrémité</p>  <p>Configuration sans chargement</p> <p>Configuration déformée par le chargement</p>	$\delta = \frac{12 \cdot f \cdot L^3}{3 \cdot E \cdot e^3}$ $f = F_L$
<p>Panneau encastré soumis à une force surfacique F_S uniformément répartie</p> 	$\delta = \frac{12 \cdot f \cdot L^3}{8 \cdot E \cdot e^3}$ $f = F_S \cdot L$
<p>Panneau soumis à un essai de flexion 3 points</p>  <p>Linéaire annulaire</p> <p>L/2</p> <p>Appui linéique</p>	$\delta = \frac{12 \cdot f \cdot L^3}{48 \cdot E \cdot e^3}$ $f = F_L$

Tableau II-1 - Expression de la flèche δ dans quelques cas de chargement.

La rigidité linéique R de la structure se définit comme le rapport de la force linéique sur la flèche. Elle s'exprime donc par :

$$R = \frac{f}{\delta} = \frac{C \cdot E \cdot e^3}{12 \cdot L^3} \quad (\text{E II.2})$$

δ et f étant imposées par le cahier des charges, R est elle aussi fixée. Pour atteindre cette rigidité R , l'épaisseur de matériau e nécessaire est :

$$e = \left(\frac{12 \cdot L^3 \cdot R}{C \cdot E} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{E II.3})$$

Or, la masse m de l'élément soumis à la flexion est :

$$m = \rho \cdot L \cdot l \cdot e \quad (\text{E II.4})$$

où ρ est la masse volumique du matériau.

C'est-à-dire, en combinant (E II.3) et (E II.4) :

$$m = \rho \cdot L \cdot l \cdot \left(\frac{12 \cdot L^3 \cdot R}{C \cdot E} \right)^{\frac{1}{3}} = (L^2 \cdot l) \cdot \left(\frac{12 \cdot R}{C} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{\rho}{E^{\frac{1}{3}}} \right) \quad (\text{E II.5})$$

Il vient que la masse de matériau nécessaire pour que la structure ait une rigidité R donnée est exprimée par le produit de trois termes. Le premier terme est la composante liée aux paramètres géométriques imposés du problème. Le second reflète les conditions de chargement, elles aussi imposées. Le dernier dépend uniquement du matériau.

En conclusion, pour que la masse d'un panneau soumis à un effort de flexion soit minimale tout en atteignant une rigidité voulue, il faut choisir un matériau dont le rapport $IP_1 = \frac{E^{\frac{1}{3}}}{\rho}$ est le plus grand possible. C'est ce rapport IP_1 qui est défini comme l'indice de performance de rigidité en flexion.

Indice de performance de résistance en flexion

De même, pour des conditions de chargement identiques, un calcul de structure montre que le panneau atteint localement (en peau de pièce) sa limite d'élasticité σ_e lorsque la force linéique f atteint la valeur limite f_{lim} donnée par :

$$f_{lim} = \frac{D \cdot \sigma_e \cdot e^2}{6 \cdot L} \quad (\text{E II.6})$$

où D est une constante dépendant des positions de la force et des points de fixation. Par exemple, dans les trois cas présentés dans le Tableau II-1, D vaut respectivement 1, 2 et 4.

De l'équation (E II.6), il est déduit que, pour f et L données, l'épaisseur minimale e de matériau nécessaire pour que la poutre ne se plastifie pas est :

$$e = \sqrt{\frac{12 \cdot L \cdot f}{D \cdot \sigma_e}} \quad (\text{E II.7})$$

Ce qui impose que la masse minimale m de matériau à utiliser est :

$$m = \rho \cdot L \cdot l \cdot e = \left(L^{\frac{3}{2}} \cdot l \right) \cdot \sqrt{\frac{12 \cdot f}{D}} \cdot \left(\frac{\rho}{\sqrt{\sigma_e}} \right) \quad (\text{E II.8})$$

Pour minimiser la masse du panneau, il faut choisir un matériau tel que $IP_2 = \frac{\sqrt{\sigma_e}}{\rho}$ soit maximum. C'est ce rapport qui est défini comme l'indice de performance de résistance en flexion IP_2 .

En résumé, deux indices de performance sont nécessaires pour qualifier l'aptitude d'un matériau à être utilisé en tant que panneau soumis à la flexion :

- $IP_1 = \frac{E^{\frac{1}{3}}}{\rho}$ qui caractérise la rigidité en flexion,
- $IP_2 = \frac{\sqrt{\sigma_e}}{\rho}$ qui caractérise la résistance en flexion.

II.2.2.2. Indices de performance en absorption d'énergie

Considérons un organe de sécurité (OS) devant protéger des personnes ou des biens à l'intérieur d'un habitacle en mouvement, de masse totale m (habitacle + occupants), lors d'un choc. Pour assurer cet objectif, il doit simultanément :

- limiter l'accélération à une valeur a_{\max} admissible, sans risque, par les occupants (biens ou personnes),
- dissiper l'énergie cinétique des éléments dont le mouvement a été brusquement stoppé.

Le problème est schématisé par la Figure II-2.

Les calculs justifiant les affirmations qui suivent sont explicités en annexes 2 et 3. Ils considèrent un choc sollicitant l'organe de sécurité de manière unidirectionnelle (ce qui est souvent le cas lors d'un choc).

Force de réaction et énergie cinétique dissipée

La force de réaction F de l'obstacle est celle requise pour écraser l'organe de sécurité. Par conséquent, si les occupants de l'habitacle ne peuvent pas supporter sans risque une accélération supérieure à a_{\max} , il ne faut pas que l'écrasement de l'organe de sécurité nécessite une force F supérieure à F_{\max} , définie par :

$$F_{\max} = m \cdot a_{\max} \quad (\text{E II.9})$$

Par ailleurs, l'organe de sécurité doit permettre d'absorber une quantité d'énergie cinétique ΔK la plus grande possible. Il le fait en la transformant en un travail de déformation (ou travail des forces internes), noté $\Phi_{\text{Int,OS}}$. Dans le cas d'un choc à faible vitesse ($< 100 \text{ km.h}^{-1}$, comme par exemple en crash) ce travail est aussi égal au travail de la force F (au signe près), soit :

$$\Delta K = \Phi_{\text{Int,OS}} = - \int_{L_0}^{L_f} F \, dL \quad (\text{E II.10})$$

où dL est la variation de longueur de l'organe de sécurité au cours de son écrasement,
 L_0 est la longueur initiale de l'organe de sécurité,
 L_f est la longueur de l'organe de sécurité à la fin du choc.

$\Phi_{\text{Int,OS}}$ est en fait tout simplement l'aire sous la courbe force – déplacement obtenue lors de la compression uniaxiale quasi-statique de l'organe de sécurité.

La Figure II-2 reprend les éléments caractéristiques du problème en schématisant un habitacle (muni d'un organe de sécurité) et ses occupants, de masse totale m , subissant un choc alors qu'ils avaient une vitesse initiale \vec{V}_0 . Elle fait apparaître la force globale de réaction

\vec{F} due à l'obstacle (limitée par l'organe de sécurité), l'énergie dissipée par l'organe de sécurité ainsi que l'accélération subie par les occupants (qui doit être inférieure à a_{max}).

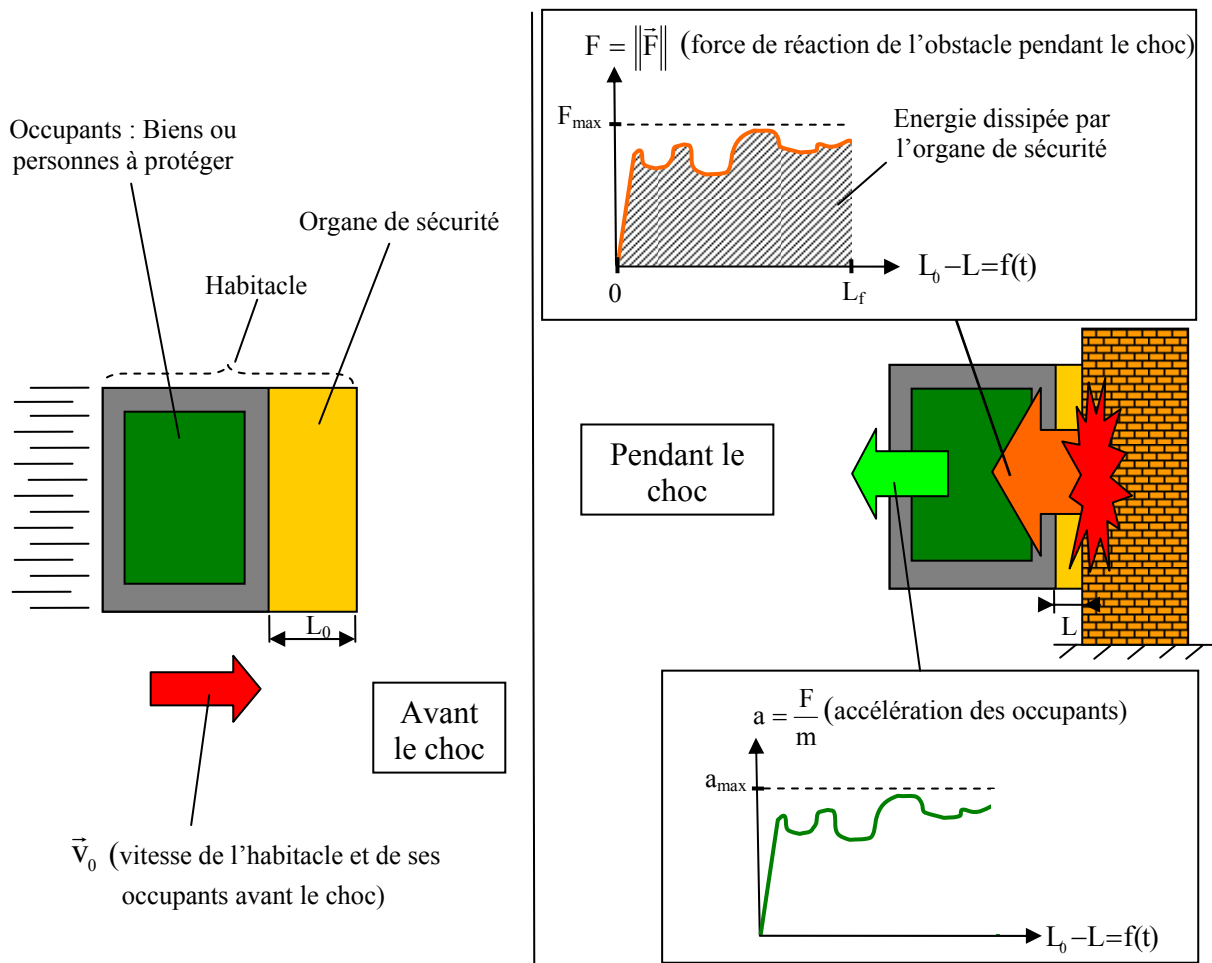


Figure II-2 – Comportement d'un habitacle muni d'un organe de sécurité avant (à gauche) et pendant un choc (à droite).

L'organe de sécurité doit être capable d'absorber le plus d'énergie possible tout en nécessitant un effort de compression inférieur ou égal à F_{max} . Autrement dit, pour une force F_{max} fixée, l'aire sous la courbe force-déplacement doit être la plus grande possible. L'optimum est atteint lorsque la compression se fait suivant une force F constante et égale à F_{max} tout au long d'importantes déformations. Nous appellerons « absorbeur d'énergie idéal » tout élément qui aurait un tel comportement. La Figure II-3 en présente la courbe force-déplacement lors d'une compression (en valeurs absolues).

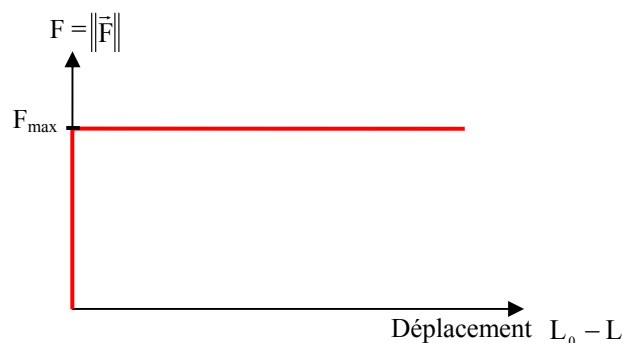


Figure II-3 - Courbe force - déplacement d'un absorbeur d'énergie idéal.

Contrainte et déformation relative apparentes

Notons S_0 la section droite initiale (perpendiculaire à l'axe de compression) d'un élément absorbeur d'énergie. Appelons alors contrainte apparente σ_{app} et déformation relative apparente e_{app} , les valeurs associées à l'écrasement et définies comme positives selon :

$$\sigma_{app} = \frac{F}{S_0} \quad (E II.11)$$

$$e_{app} = \frac{L_0 - L}{L_0} \quad (E II.12)$$

Efficacité et facteur de qualité

En reportant (E II.11) et (E II.12) dans l'expression (E II.10), l'énergie dissipée par l'organe de sécurité s'écrit :

$$\Delta K = \Phi_{Int,OS} = S_0 \cdot L_0 \cdot \int_0^{e_{appF}} \sigma_{app} \cdot de_{app} = V_0 \int_0^{e_{appF}} \sigma_{app} \cdot de_{app} \quad (E II.13)$$

où e_{appF} est la déformation relative apparente en fin de compression,
 V_0 est le volume initial de l'organe de sécurité.

Dans le cas d'un absorbeur d'énergie idéal, l'expression (E II.13) s'écrit :

$$\Phi_{Int,idéal} = V_0 \cdot \sigma_{app} \cdot e_{appF} \quad (E II.14)$$

Pour rendre compte de la qualité de l'absorption d'énergie d'un élément, des auteurs ([BAU1997], [LEH2003], [HAN1998], [OLU2000], [BEA1997]) proposent de comparer la quantité d'énergie dissipée par cet élément et celle qui aurait pu l'être par un absorbeur idéal, pour une même déformation relative apparente e_{appF} donnée et une même contrainte maximale apparente σ_{appMax} ($\sigma_{appMax} = \frac{F_{max}}{S_0}$, où F_{max} est la valeur maximale atteinte par la force F lors de la compression). Cette comparaison se fait en calculant le rapport entre ces deux énergies, appelé efficacité de l'absorbeur d'énergie, qui s'écrit :

$$\eta(e_{appF}) = \frac{\Phi_{Int,OS}}{\Phi_{Int,idéal}} = \frac{\int_0^{e_{appF}} \sigma_{app} \cdot de_{app}}{\sigma_{appMax} \cdot e_{appF}} \quad (E II.15)$$

Plus $\eta(e_{appF})$ est proche de 1, meilleure est la façon d'absorber de l'énergie jusqu'à la déformation relative apparente e_{appF} . Il reste à définir une valeur de e_{appF} qui permettrait de calculer une seule valeur de η pour comparer les efficacités des mousses entre elles.

Pour cela, notons que, lors de la compression de tout absorbeur d'énergie réel, la courbe force - déplacement (ou contrainte – déformation) présente une zone, appelée plateau, où l'effort de compression est relativement constant sur une assez grande plage de déformations. Ce plateau se termine par une augmentation souvent brutale de l'effort, due à des contacts supplémentaires de la matière avec elle-même (par exemple lorsque les parois des alvéoles d'une mousse entrent en contact). La déformation relative apparente à laquelle se produit ce phénomène est appelée déformation relative apparente de densification, notée e_{appD} .

De ce fait, e_{appD} correspond à la déformation maximale potentiellement disponible pour absorber de l'énergie à niveau de force quasi-constant. La Figure II-4 schématise une courbe de compression d'un élément absorbant d'énergie (exprimée en contrainte apparente et déformation relative apparente) et y fait apparaître la déformation relative apparente de densification, à la fin du plateau de force.

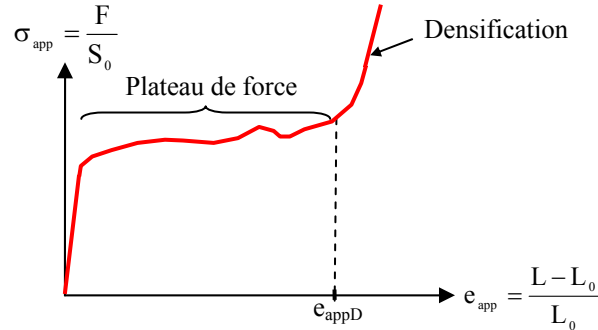


Figure II-4 - Exemple de courbe de compression (contrainte apparente / déformation relative apparente) d'un absorbeur d'énergie.

La valeur d'efficacité qui nous est apparue la plus pertinente est celle calculée pour $e_{appF} = e_{appD}$, car elle rend compte de l'ensemble du processus d'absorption d'énergie. En définitive, pour juger de la qualité d'absorption d'énergie, nous avons utilisé le facteur de qualité η , donné par :

$$\eta = \eta(e_{appD}) = \frac{\int_0^{e_{appD}} \sigma_{app} \cdot de_{app}}{\sigma_{appMax} \cdot e_{appD}} \quad (E II.16)$$

η est un pseudo-indice de performance car sa valeur est limitée (à 1 maximum). Son expression fait appel à la valeur e_{appD} , qui se définit comme la déformation relative apparente maximale disponible pour absorber de l'énergie. Si cette définition de e_{appD} est claire, sa détermination n'en est pas pour autant évidente. En effet, la limite entre le plateau de force, plus ou moins constant, et le début de la densification, pas toujours franc, se dégage peu souvent de façon flagrante. Ceci impose une méthode de détermination de e_{appD} rigoureusement définie, qui sera présentée à la fin de cette section.

Indice de performance en absorption d'énergie par unité de volume

Pour juger non plus de la qualité de l'absorption d'énergie mais de sa quantité, il est évident, à partir de la formule (E II.13) et de la définition de e_{appD} en tant que déformation disponible pour absorber de l'énergie, qu'un absorbeur d'énergie de volume initial V_0 peut dissiper une quantité d'énergie cinétique ΔK s'exprimant par :

$$\Delta K = V_0 \cdot \int_0^{e_{appD}} \sigma_{app} \cdot de_{app} \quad (E II.17)$$

Si V_0 est le volume disponible pour placer un absorbeur d'énergie, la maximisation de la quantité d'énergie qui peut être dissipée nécessite de rendre maximale l'intégrale IP_3 :

$$IP_3 = \int_0^{e_{appD}} \sigma_{app} \cdot de_{app} \quad (E II.18)$$

IP_3 est l'indice de performance en absorption d'énergie par unité de volume.

Indice de performance en absorption d'énergie par unité de masse

Il peut aussi être intéressant non plus de minimiser le volume de matériau à employer pour absorber une énergie donnée mais de minimiser sa masse (comme par exemple dans le domaine du transport où la masse est synonyme de consommation supplémentaire). Prenons dans ce cas une quantité d'énergie cinétique ΔK à dissiper. D'après (E II.17), le volume V_0 de l'absorbeur d'énergie doit être :

$$V_0 = \frac{\Delta K}{\int_0^{\epsilon_{appD}} \sigma_{app} \cdot d\epsilon_{app}} \quad (\text{E II.19})$$

Or, ce volume a une masse m donnée par :

$$m = \rho \cdot V_0 = \rho \cdot \frac{\Delta K}{\int_0^{\epsilon_{appD}} \sigma_{app} \cdot d\epsilon_{app}} \quad (\text{E II.20})$$

La minimisation de la masse passe donc par la maximisation de l'intégrale IP_4 :

$$IP_4 = \frac{\int_0^{\epsilon_{appD}} \sigma_{app} \cdot d\epsilon_{app}}{\rho} \quad (\text{E II.21})$$

IP_4 est l'indice de performance en absorption d'énergie par unité de masse.

Indice de performance en absorption d'énergie par unité de prix

Enfin, dans la où le prix est un facteur prépondérant, il peut être défini IP_5 , l'indice de performance en absorption d'énergie par unité de prix. De façon analogue à l'établissement de IP_4 , on montre que cet indice s'écrit :

$$IP_5 = \frac{\int_0^{\epsilon_{appD}} \sigma_{app} \cdot d\epsilon_{app}}{C_V} \quad (\text{E II.22})$$

où C_V est le prix par unité de volume de mousse. Il s'agit du prix pour fabriquer 1 m^3 de mousse en prenant en compte le coût des matières employées, l'amortissement des équipements, la consommation d'énergie, le temps de fabrication...

Pour calculer le prix volumique C_V d'une mousse, le coût de production pris en compte ne doit pas être celui constaté lors de la phase de développement mais celui qui serait atteint dans le cadre d'une production industrielle. Or, cette dernière doit être adaptée aux investissements et aux débouchés possibles (certains procédés nécessitent un investissement lourd et donc des quantités à produire importantes alors que d'autres sont amortis beaucoup plus rapidement mais ont un coût de fabrication unitaire qui diminue peu avec le nombre de pièces). Ceci rend la comparaison du prix entre mousses difficile et il faut se contenter d'ordres de grandeur.

Méthodes de détermination de la déformation relative apparente de densification

Comme nous venons de le voir, les définitions des indices de performance et du facteur de qualité nécessitent toutes de déterminer la déformation apparente de densification e_{appD} . La littérature offre à cet effet quelques méthodes empiriques, illustrées en Figure II-5 sur l'exemple d'une courbe de compression d'un absorbeur d'énergie.

Certains auteurs ([AND1999], [OLU2000], [KRI2007]) proposent de considérer que e_{appD} est atteinte lorsque la contrainte apparente σ_{app} atteint k fois la valeur de la contrainte de plateau σ_{appP} , elle-même devant être définie. La plupart du temps, σ_{appP} correspond à la contrainte pour une déformation apparente arbitrairement fixée ou à la moyenne des contraintes sur une plage de déformation précise.

D'autres auteurs ([BEA1997], [PAU2000], [NIE2000]) approximent la courbe réelle du comportement en compression de la mousse par deux droites (une pour modéliser le plateau de contrainte, l'autre pour la densification). Ils désignent alors comme e_{appD} la valeur prise par e_{app} à l'intersection de ces deux droites.

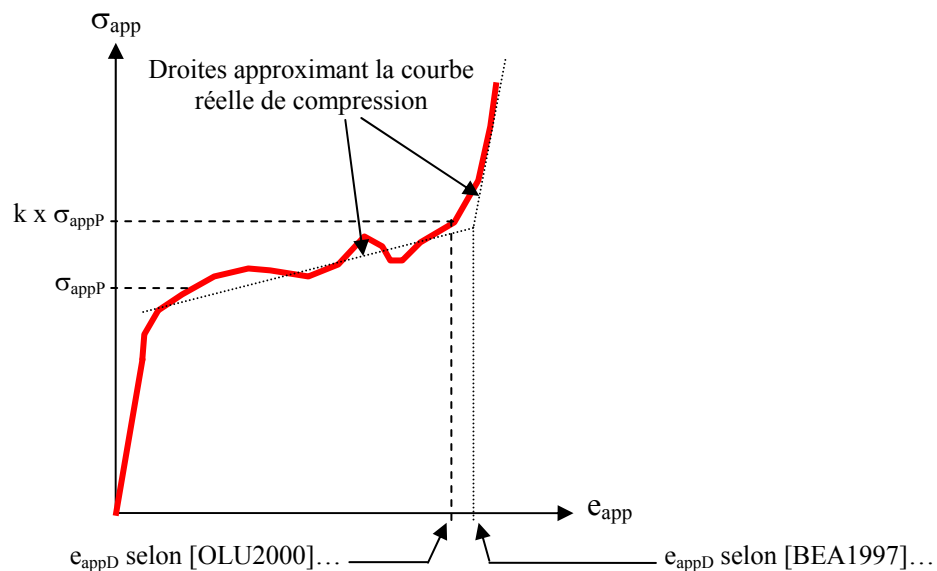


Figure II-5 – Exemple de courbe de compression d'un absorbeur d'énergie et illustration des méthodes de détermination de la déformation relative apparente de densification (e_{appD}) trouvées dans la littérature.

Ces définitions empiriques permettent à leurs auteurs de retrouver les valeurs de e_{appD} intuitivement pressenties à l'observation des courbes qu'ils étudient. Mais à chaque fois, elles ne sont adaptées qu'à certains types d'absorbeurs d'énergie. C'est pourquoi, pour une majorité d'auteurs, la valeur prise pour e_{appD} est déterminée de façon intuitive et ne répond à aucune définition précise (en particulier dans [ASH2000]).

Nouvelle méthode de détermination de e_{appD}

Nous avons donc jugé nécessaire de proposer une nouvelle méthode de détermination de e_{appD} , plus universelle et traduisant ce qui est souvent pressenti de façon intuitive. Pour expliquer notre démarche, nous partirons de la même la courbe de contrainte – déformation

relative apparentes que celle présentée en Figure II-5. Par souci de clarté pour expliquer la nouvelle méthode proposée, cette courbe est reproduite, en rouge, sur la Figure II-6.

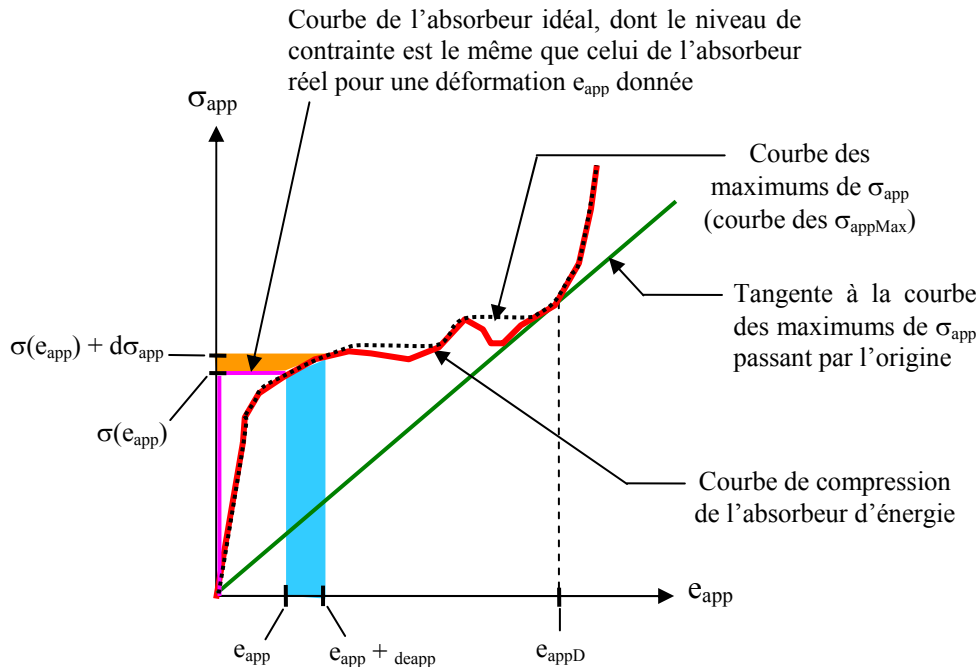


Figure II-6 – Exemple de courbe de compression d'un absorbeur d'énergie et illustration de la nouvelle méthode de détermination de la déformation relative apparente de densification (e_{appD}) .

De par sa définition, e_{appD} est la valeur prise par e_{app} au-delà de laquelle il n'est plus intéressant d'absorber de l'énergie. C'est-à-dire que toute déformation qui se produit au-delà de e_{appD} entraîne une augmentation de l'énergie absorbée qui est minime vis-à-vis de l'augmentation de contrainte induite. Mais il est difficile de confronter une énergie avec une contrainte. Nous proposons à la place de comparer l'énergie supplémentaire réellement absorbée avec celle mise à disposition par l'augmentation de contrainte (énergie qu'un absorbeur idéal aurait captée). Cette démarche est expliquée dans ce qui suit.

Considérons la compression de la mousse jusqu'à une déformation apparente e_{app} quelconque. La contrainte apparente correspondant à cette déformation est notée $\sigma(e_{app})$. Toute déformation supplémentaire de_{app} est à l'origine d'une variation de contrainte apparente $d\sigma_{app}$ (positive ou négative) et d'une absorption d'énergie additionnelle $\delta\Phi_{Int,OS}$. Cette énergie additionnelle est représentée, sur la Figure II-6, par l'aire bleue. Deux cas peuvent se présenter :

- l'incrément de déformation de_{app} entraîne une variation positive de contrainte $d\sigma_{app}$ et se fait alors que $\sigma(e_{app})$ valait σ_{appMax} , la contrainte apparente maximale obtenue depuis le début de la compression jusqu'à la déformation e_{app} . Dans ce cas, σ_{appMax} , dont l'évolution est représentée par la courbe en pointillés de la Figure II-6, augmente.
- l'incrément de déformation de_{app} entraîne une variation négative de contrainte $d\sigma_{app}$ et/ou $\sigma(e_{app})$ n'était pas égal à σ_{appMax} . Dans ce cas, σ_{appMax} reste constant.

Dans le premier cas, la variation de déformation de_{app} , ainsi que la variation de contrainte $d\sigma_{app}$ qu'elle induit, occasionnent une augmentation de l'énergie $\delta\Phi_{Int, idéal}$ que l'absorbeur idéal aurait su extraire. Cette énergie correspond à la somme de l'aire bleue et de l'aire orange sur la Figure II-6. L'aire orange représente donc une énergie disponible, induite par l'augmentation de la contrainte, que l'absorbeur réel ne réussit pas à capter.

Dans le second cas (non représenté sur la Figure II-6), il n'y a pas d'aire orange. Il n'y a donc pas d'énergie supplémentaire mise à disposition par la variation de contrainte.

La compression de l'absorbeur est intéressante tant que l'énergie qu'il collecte est supérieure à celle imputable à son augmentation de contrainte. Autrement dit, e_{appD} est atteinte si, pour tout e_{app} supérieure à cette valeur, une déformation supplémentaire de_{app} implique que l'aire bleue est systématiquement inférieure à l'aire orange. C'est-à-dire que e_{appD} est la plus grande des valeurs de e_{app} pour laquelle l'aire bleue et l'aire orange sont identiques.

L'aire bleue, qui représente l'énergie absorbée par le travail élémentaire de déformation, et l'aire orange, qui représente l'énergie non absorbée induite par l'augmentation de contrainte, sont données par :

$$dA_{Bleue} = \delta\Phi_{Int, OS} = \sigma_{app} \cdot de_{app} \quad (E II.23)$$

$$dA_{Orange} = e_{app} \cdot d\sigma_{app} \quad \text{si } \sigma_{app} = \sigma_{appMax} \quad \text{et } d\sigma_{app} \geq 0, \quad (E II.24)$$

$$dA_{Orange} = 0 \quad \text{sinon}$$

La déformation relative apparente de densification (e_{appD}) est alors la valeur de la déformation relative apparente au-delà de laquelle l'inégalité $dA_{Orange} \geq dA_{Bleue}$ est « tout le temps » vérifiée, c'est-à-dire que :

$$\frac{d\sigma_{app}}{de_{app}} \geq \frac{\sigma_{appMax}}{e_{app}} \quad (E II.25)$$

Le premier terme de cette inégalité correspond à la pente de la tangente à la courbe de comportement en compression de l'absorbeur d'énergie réel au point de coordonnées $(e_{app}, \sigma_{appMax})$. Le second correspond à la pente de la droite passant par ce même point et par l'origine.

Pratiquement, cela signifie que la détermination de e_{appD} selon le critère retenu peut se faire tout simplement en traçant la tangente à la courbe des σ_{appMax} qui passe par l'origine (en vert sur la Figure II-6), et en lisant l'abscisse du point de tangence.

Récapitulatif concernant la performance des matériaux en absorption d'énergie

En résumé, trois indices de performance et un pseudo-indice qualifient l'aptitude d'un matériau à être employé comme absorbeur d'énergie, selon l'objectif visé :

- $\eta = \frac{\int_0^{e_{appD}} \sigma_{app} \cdot de_{app}}{\sigma_{appMax} \cdot e_{appD}}$ qui définit la qualité de l'absorption d'énergie,
- $IP_3 = \int_0^{e_{appD}} \sigma_{app} \cdot de_{app}$ qui quantifie l'énergie absorbable par unité de volume,
- $IP_4 = \frac{\int_0^{e_{appD}} \sigma_{app} \cdot de_{app}}{\rho}$ qui quantifie l'énergie absorbable par unité de masse,
- $IP_5 = \frac{\int_0^{e_{appD}} \sigma_{app} \cdot de_{app}}{C_v}$ qui quantifie l'énergie absorbable par unité de prix.

Ces indices se définissent par rapport à la contrainte apparente de densification e_{appD} dont une méthode de détermination applicable à tous les absorbeurs d'énergie a été proposée.

II.2.3. Indices de performance des mousses d'aluminium

Les mousses d'aluminium (déjà existantes) sont, rappelons-le, les concurrentes directes des mousses d'acier développées dans le cadre de la thèse. En effet, les applications où elles sont censées exceller sont les mêmes. C'est pourquoi, dans l'optique de situer les mousses d'acier par rapport aux mousses d'aluminium, il se doit d'être dressé l'état des lieux des performances de ces dernières. C'est ce qui est proposé dans ce qui suit, au travers de diagrammes classant les principales mousses d'aluminium existantes selon leurs indices de performance. Sauf indication contraire, les données proviennent de l'ouvrage de référence sur l'emploi et sur les propriétés des mousses métalliques : [ASH2000].

II.2.3.1. Indices de performance en flexion

Comme précisé auparavant, deux indices de performance définissent l'aptitude d'un matériau à être utilisé pour réaliser des panneaux travaillant en flexion :

- $IP_1 = \frac{E^{\frac{1}{3}}}{\rho}$ qui caractérise la rigidité en flexion,
- $IP_2 = \frac{\sqrt{\sigma_e}}{\rho}$ qui caractérise la résistance en flexion.

La Figure II-7 situe les principales mousses d'aluminium existantes quant à ces deux indices, en indiquant entre parenthèses leurs densités apparentes (en $Mg.m^{-3}$). Les mousses les plus adaptées à la réalisation de panneaux travaillant en flexion sont celles qui maximisent simultanément les deux indices de performance, c'est-à-dire celles situées en haut à droite du diagramme.

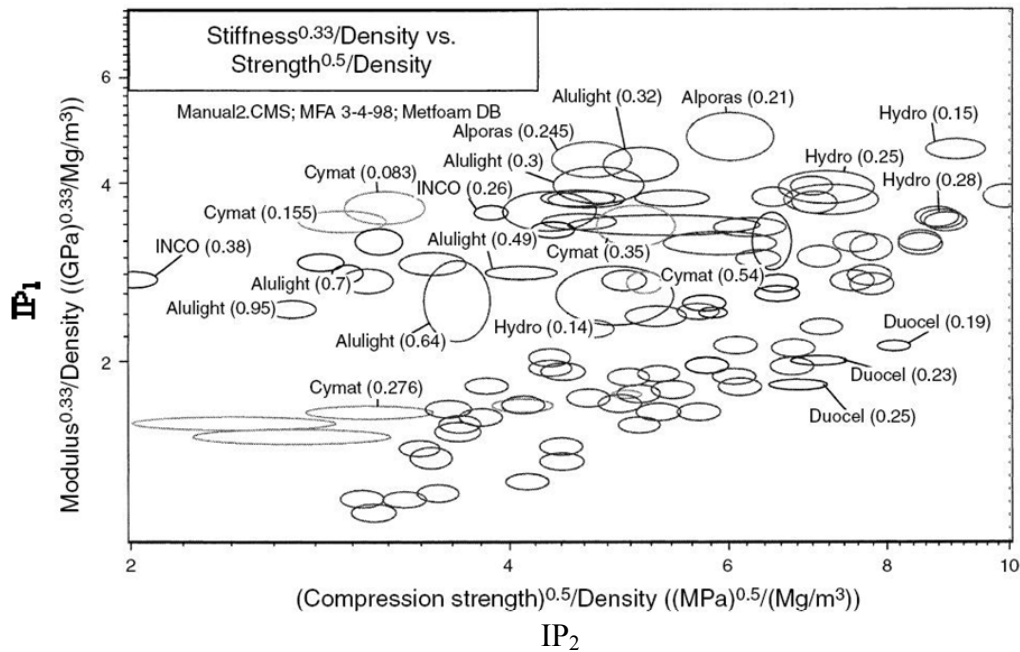


Figure II-7 - Diagramme de performance des mousses d'aluminium relatif à la réalisation de panneaux travaillant en flexion ([ASH2000]).

Les mousses d'aluminium ont un indice IP₁ compris entre 1 et 5 GPa^{1/3}.Mg⁻¹.m⁻³ et un indice IP₂ compris entre 2 et 10 MPa^{1/2}.Mg⁻¹.m⁻³. La mousse d'acier doit se situer entre ces bornes pour être concurrentielle dans le cadre d'une utilisation en tant que panneau travaillant en flexion.

II.2.3.2. Indices de performance en absorption d'énergie

Données présentes dans les diagrammes de performance en absorption d'énergie

Nous avons précédemment vu que trois indices de performance (IP₃, IP₄ et IP₅) qualifient l'aptitude des mousses à être employées en tant qu'absorbant d'énergie ; chacun étant relatif à un objectif particulier (volume minimal, masse minimale ou prix minimal). Par ailleurs, le pseudo-indice η reflète la qualité de l'absorption d'énergie, qui doit se faire sous forme d'un plateau de force. N'étant pas une quantité, ce pseudo-indice n'intervient pas directement dans les diagrammes de performance. Par contre, il constitue une condition nécessaire à respecter pour utiliser les mousses métalliques. Il sera abordé ultérieurement.

D'autre part, la contrainte apparente nécessaire pour écraser une mousse est déterminante dans son choix pour une utilisation en tant qu'absorbant d'énergie. En effet, pour un volume dédié à une absorption d'énergie donnée, c'est elle qui va fixer l'accélération subie par les occupants d'un habitacle en cas de choc (cf. équation (E II.9) page 46). Pour un absorbant idéal, cette contrainte serait constante quelle que soit la déformation. Mais parce que dans le cas réel cette constance n'est pas forcément avérée, il est pris, à titre d'ordre de grandeur, la contrainte apparente obtenue pour une déformation relative apparente de 25%. Cette valeur, certes arbitraire, permet de se situer assurément dans la zone de plateau de contrainte, quelle que soit la mousse considérée.

Il en résulte que pour chaque objectif poursuivi (volume, masse ou prix minimal pour une énergie absorbée donnée), il doit être construit un diagramme faisant apparaître l'indice de performance qui lui est relatif (IP₃ à IP₅) ainsi que la contrainte apparente à l'écrasement (c'est ce qui est fait dans les Figures II-8 à II-10, que nous détaillerons ultérieurement).

Discussion sur la détermination de e_{appD}

Les calculs des indices ou pseudo-indice de performance font intervenir la déformation apparente de densification e_{appD} dont la détermination n'est pas explicite, en particulier dans l'ouvrage qui nous sert de référence ([ASH2000]). Pour rationaliser cette détermination, nous avons défini une nouvelle méthode (cf. § II.2.2.2). Nous nous proposons ici de mesurer l'impact de l'utilisation de cette méthode sur le calcul de l'énergie absorbée ainsi que sur celui des indices de performance. Pour ce faire, la méthode a été employée sur des courbes trouvées dans la littérature. Les valeurs de e_{appD} ainsi déterminées ont été comparées avec celles données dans [ASH2000]. Le Tableau II-2 (page suivante) reprend l'ensemble de ces données comparatives.

La lecture de ce tableau fait clairement apparaître que les valeurs de e_{appD} indiquées par Ashby ([ASH2000]) surévaluent notablement celles trouvées par la technique que nous avons mise au point (jusqu'à 60% de plus). En fait, il semble que la valeur de e_{appD} reportée dans [ASH2000] n'indique pas la déformation disponible pour l'absorption d'énergie mais celle pour laquelle il existe une asymptote verticale de contrainte apparente. Par conséquent, les indices de performance calculés par Ashby sont très certainement surévalués.

Diagrammes de performance en absorption d'énergie

Comme nous venons de la voir, les diagrammes tirés de [ASH2000], présentés dans les Figures II-8 à II-10, ont été vraisemblablement établis à partir de données surévaluant les indices de performance. Cependant, pour être construits, ils ont nécessité un nombre considérable de données qu'il n'est pas aisé d'obtenir (coût de production, résultats d'essais mécaniques...). C'est pour cela qu'ils sont ci-après présentés car ils permettent d'indiquer des ordres de grandeur.

Néanmoins, lorsque cela est possible, les valeurs d'indice de performance, calculées par nous-mêmes pour des mousses sur lesquelles des données étaient disponibles (dans les références indiquées au Tableau II-2), sont reportées sur ces diagrammes. Elles mettent en lumière quelques différences entre les performances indiquées dans [ASH2000] et celles réelles (elles-mêmes pouvant différer selon la provenance des courbes ayant servi à calculer les indices).

Ces différences restent raisonnables, tout au moins en ce qui concerne les diagrammes en absorption d'énergie volumique et massique (Figures II-8 et II-9), les seuls pour lesquels il a été possible de reprendre le calcul des indices de performance. En effet, il n'a pas été possible de récupérer de données sur le coût de production pour vérifier les valeurs prises par l'indice IP_5 . Mais tout porte à penser que les ordres de grandeur indiqués pour cet indice sont eux aussi cohérents (car IP_5 peut être calculé à partir de IP_3 et du coût volumique ou de IP_4 et du coût massique ; et l'ordre de grandeur des indices IP_3 et IP_4 semble correct).

En conséquence, les diagrammes de performance en absorption d'énergie proposés par les Figures II-8 à II-10 peuvent globalement servir de référence pour situer les mousses d'acier développées par rapport à celles en aluminium. Mais il convient de se rappeler que les performances réellement mesurées et celles reportées par [ASH2000] diffèrent légèrement, surtout au niveau de l'indice IP_4 (Figure II-9). C'est pour cela que des lignes en pointillés ont été tracées sur les Figures II-8 et II-9 afin d'indiquer la tendance générale la plus probable de l'évolution des indices de performance en fonction de la contrainte de compression à 25% de déformation. Pour être compétitives, les mousses d'acier doivent se situer près ou au-dessus de ces lignes.

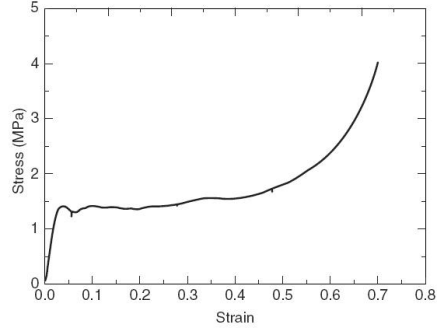
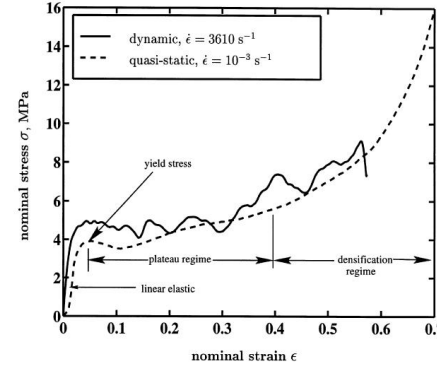
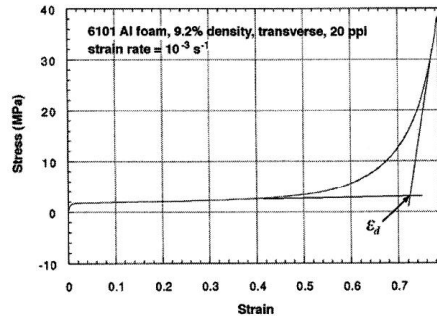
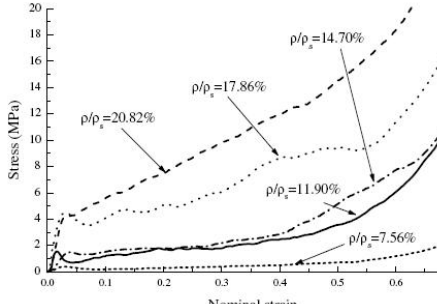
Appellation de la mousse	Exemple de courbe de compression ([source])	Masse volumique apparente du produit	ϵ_{appD} indiquée par [ASH2000]	ϵ_{appD} calculée à partir de la courbe de compression ([source dont provient la courbe])
Alporas	 <p>Mousse Alporas 200 kg.m⁻³ ([ASH2000])</p>	200 kg.m ⁻³	0,82	0,48 ([ASH2000], [AND1999])
		Comprise entre 200 – 250 kg.m ⁻³		0,46 ([PAU2000])
		250 kg.m ⁻³	0,7	0,54 ([ASH2000])
Alulight	 <p>Mousse Alulight 500 kg.m⁻³ ([DES2000])</p>	300 kg.m ⁻³	0,8	
		Comprise entre 260 et 470 kg.m ⁻³		0,48([AND1999])
		500 kg.m ⁻³		0,43 ([DES2000])
Duocel	 <p>Mousse Duocel 240 kg.m⁻³ ([NIE2000])</p>	160 kg.m ⁻³	0,9	
		170 kg.m ⁻³		0,52 ([ZHO2004])
		205 kg.m ⁻³		0,51 ([KRI2007])
		220 kg.m ⁻³		0,45 ([AND1999])
		240 kg.m ⁻³		0,64 ([NIE2000])
		250 kg.m ⁻³	0,8	
Cymat	 <p>Mousses Cymat de différentes densités ([RUA2007])</p>	70 kg.m ⁻³	0,9	
		230 kg.m ⁻³		0,55 ([RUA2007])
		350 kg.m ⁻³		0,57 – 0,62 selon direction ([ASH2000])
				0,53 ([RUA2007])
		560 kg.m ⁻³	0,6	0,45 ([RUA2007])

Tableau II-2 – Valeurs de la déformation de densification indiquées dans [ASH2000] et calculées à partir de courbes de compression provenant de la littérature en utilisant la technique de détermination développée dans le cadre de la thèse, exposée dans le paragraphe II.2.2.2.

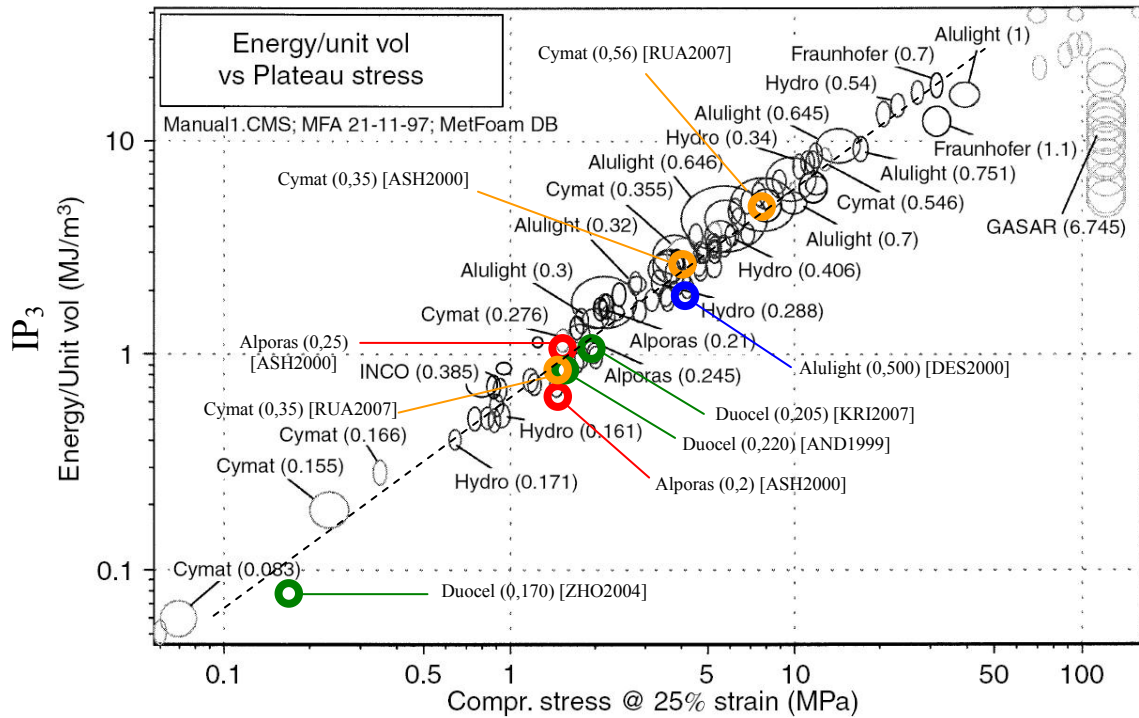


Figure II-8 - Energie absorbée par unité de volume (IP_3) et contrainte nominale à 25% d'écrasement de différentes mousses d'aluminium [ASH2000].

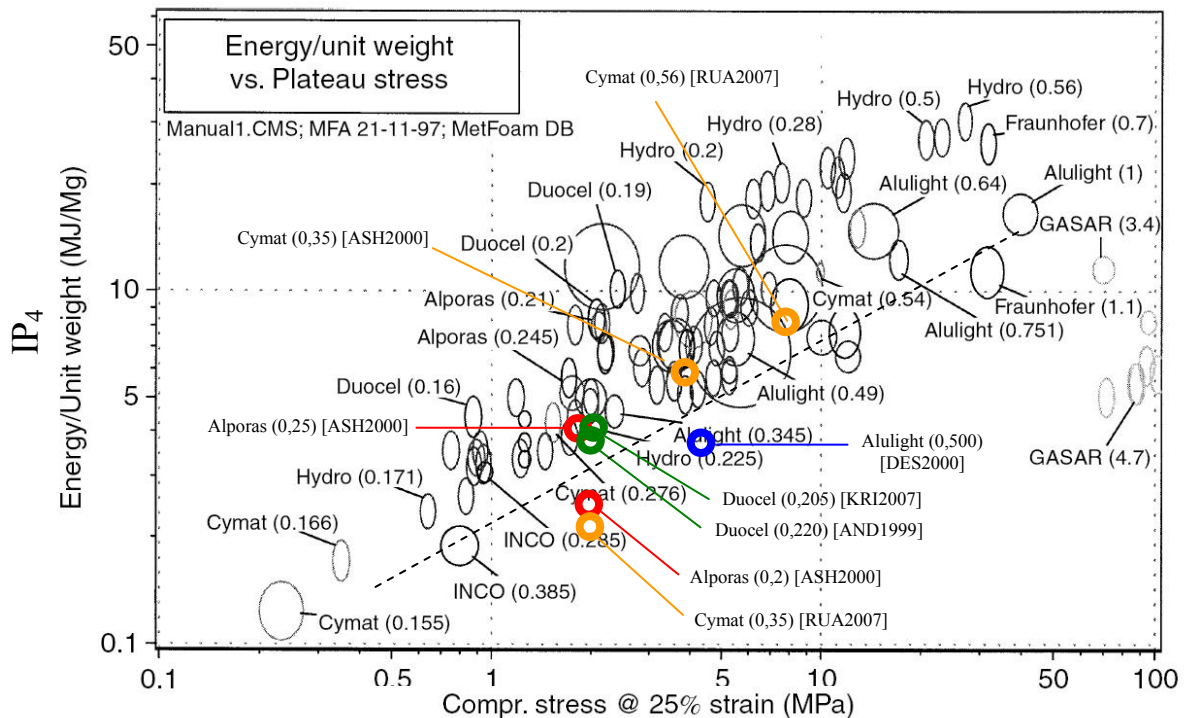


Figure II-9 - Energie absorbée par unité de masse (IP_4) et contrainte nominale à 25% d'écrasement de différentes mousses d'aluminium [ASH2000].

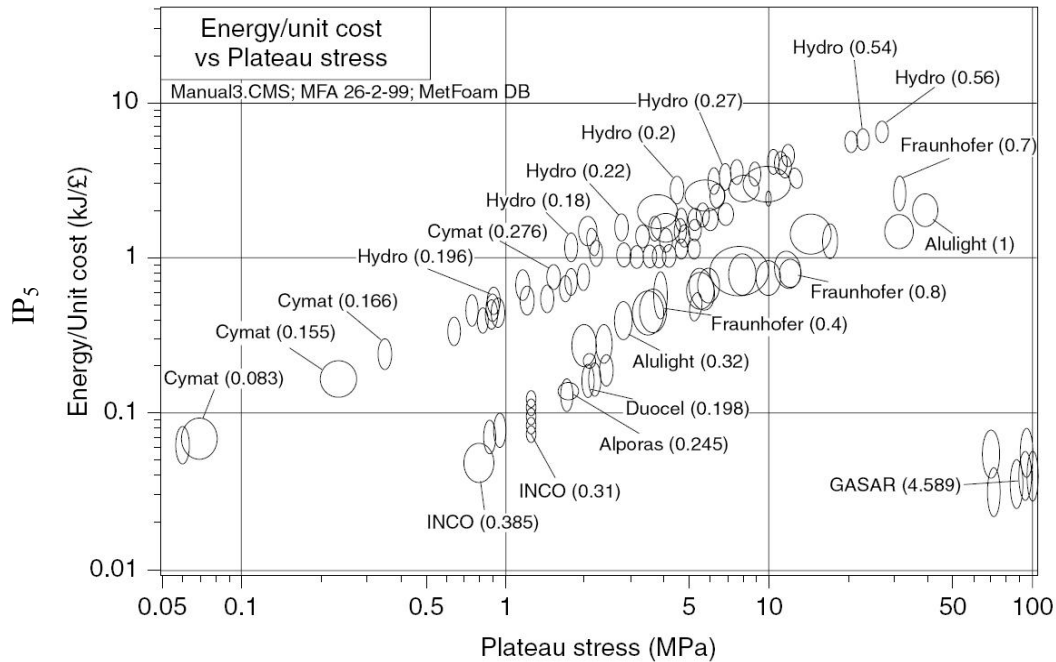


Figure II-10 - Energie absorbée par unité de prix (IP₅) et contrainte nominale à 25% d'écrasement de différentes mousses d'aluminium [ASH2000].

Facteur de qualité

Enfin, en ce qui concerne le facteur de qualité, Ashby ([ASH2000]) n'y fait pas référence. Par conséquent, lorsque cela a été possible, nous l'avons calculé à partir de données provenant de la littérature (références identiques à celles mentionnées dans le Tableau II-2), en utilisant cette fois-ci la définition de e_{appD} mise au point dans la section II.2.2.2. Ces valeurs sont reportées dans le Tableau II-3. Elles peuvent être très différentes pour une même mousse car les courbes de compression sont variables pour certains produits, même pour des densités identiques, ce qui traduit un manque de reproductibilité.

Nom de la mousse	Fourchette de valeurs du facteur de qualité η
Alporas [®]	0,7 – 0,8
Alulight [®]	0,7 – 0,8
Duocel [®]	0,8 – 0,9
Cymat [®]	0,6 – 0,8

Tableau II-3 – Facteur de qualité de quelques mousses commerciales.

Les facteurs de qualité des mousses d'aluminium sont globalement assez élevés, surtout pour les mousses à pores ouverts (Duocel[®]). Avec la définition de e_{appD} implicitement employée dans [ASH2000], ils auraient été beaucoup plus faibles car, en contrepartie, l'énergie absorbée considérée a été plus élevée. Ceci met en évidence la difficile limite à fixer entre qualité et quantité de l'énergie absorbée.

La méthode mise au point pour déterminer e_{appD} fixe assez bien cette limite car elle permet de considérer une énergie absorbée réellement exploitable ainsi que d'étager de façon satisfaisante les valeurs prises par le facteur de qualité. En effet, il est à retenir qu'un matériau dont la déformation est linéaire, aurait un facteur de qualité de 0,5 alors qu'il n'est pas à proprement parler adapté à l'absorption d'énergie. L'étalement du facteur de qualité sur la plage 0,5 - 1 permet de bien dissocier les mousses entre elles quant à leur qualité d'absorption d'énergie. Ceci est le cas puisque le facteur de qualité va de 0,6 à 0,9.

II.3. Moyens expérimentaux

Le principal objectif du travail de thèse a été, rappelons-le, de proposer une technique de fabrication de mousses d'acier qui puisse être mise en œuvre sans difficulté notable par des fondeurs. Dans cette optique, l'emploi de moyens expérimentaux qui se rapprochent le plus possible d'installations industrielles existantes est un gage de réussite. En effet, dans un tel cas, les réponses apportées au problème sont directement applicables aux moyens de production de la filière. Mais, d'un autre côté, lorsque les expériences sont nombreuses, il est souvent plus facile (et moins coûteux !) de les mettre en œuvre à une échelle réduite.

Cette partie dresse le bilan des moyens expérimentaux à notre disposition pour parvenir à l'objectif fixé et révèle en quoi leurs capacités permettent de passer progressivement de l'échelle du laboratoire à l'échelle industrielle.

II.3.1. Fours de fusion

La technique de production de mousses d'acier a dû s'insérer dans le contexte de la fonderie, ce qui a rendu cruciale la production initiale d'un alliage fondu. L'Ecole Centrale de Lille et C.T.I.F. comptent à cet effet bon nombre de fours à induction capables de fondre de l'acier. Ceux-ci, classés par ordre croissant de contenance maximale, sont :

- le four ATYSTM, d'une capacité allant jusqu'à 1 litre de métal (EC Lille),
- le four INDUCTOTHERMTM VIP25 de 4 litres (C.T.I.F.),
- le four CELESTM pouvant fondre 5 litres d'acier et jusqu'à 7 litres de fonte (EC Lille),
- le four INDUCTOTERMTM MF1 de 25 litres (C.T.I.F.),
- le four INDUCTOTERMTM MF2 de 55 litres (C.T.I.F.).

Four ATYSTM

Le four ATYSTM, dont une photographie est visible sur la Figure II-11, est un prototype développé par les sociétés ATYS Consulting Group et ID Partner. Il a été prêté à l'Ecole Centrale de Lille afin d'être testé en conditions expérimentales. Sa puissance est de 12 kW, pour une fréquence de 30 kHz. Il est composé d'une carte de commande, d'un boîtier de puissance, d'une adaptation d'impédance et d'une bobine en cuivre. Cette dernière, dont le diamètre, la hauteur et le nombre de spires sont adaptables aux besoins, est fabriquée à partir d'un tuyau de cuivre de diamètre extérieur 8 ou 10 mm (épaisseur 1 mm). Elle est ensuite habillée pour réaliser un creuset de fusion adapté aux essais envisagés. Le four ATYSTM est très modulable et permet de réaliser rapidement et facilement des montages expérimentaux sur de petites quantités de métal. Ce four est idéal pour procéder à des essais de principe et tester de nouvelles voies.

Deux configurations de bobine, schématisées dans la Figure II-12, ont été employées lors de nos essais. Elles se décrivent comme il suit :

- la bobine est noyée dans un bloc de béton réfractaire (Superbéton[®] 170-01 de CalderysTM) pour former un creuset. Ce dernier est enduit de pisé alumineux (Insétag 60[®] de SASTM) damé et fritté. Cette configuration permet de réaliser un creuset de 0,5 à 1 litre ;
- la bobine est enduite de « superbéton » pour être protégée et prévenir des risques d'électrocution, de court-circuit et de surchauffe de la bobine. Des creusets en argile-graphite du type Morgan ThermicsTM Salamander[®] A1 (150 ml) ou A2 (250 ml) sont placés au milieu de la bobine.

La fabrication des bobines et la réalisation de creusets ont été assurées par nos soins à partir d'un nombre et d'un écartement des spires conseillés par ATYS Consulting Group. La procédure de fabrication est détaillée dans l'annexe 4.

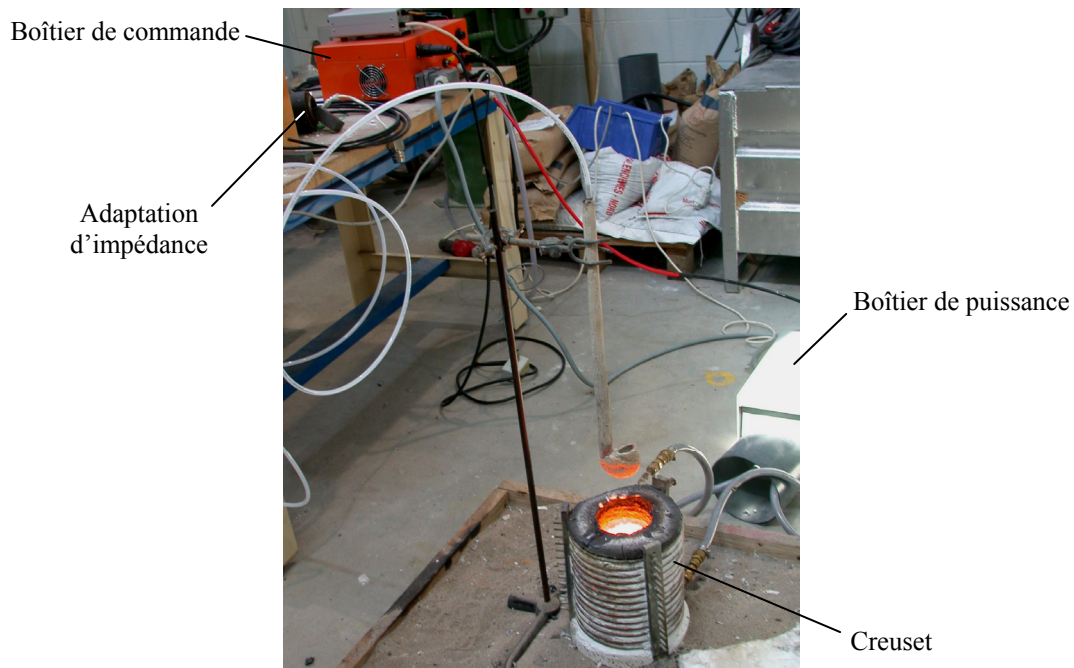


Figure II-11 - Photographie du four ATYS™ en fonctionnement.

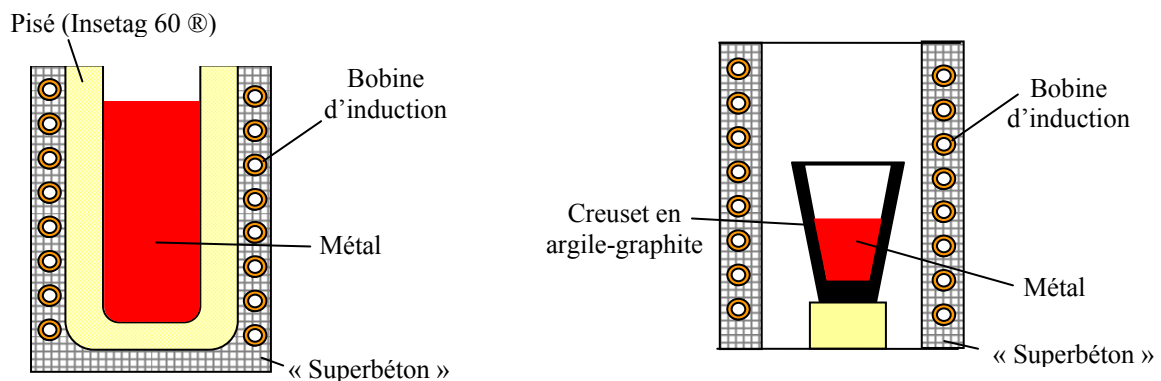


Figure II-12 - Schémas des deux principales configurations de bobine du four ATYS™.

Four Celes™ de l'Ecole Centrale de Lille

Le four CELES™ de l'Ecole Centrale de Lille, dont une photographie est donnée en Figure II-13, a une puissance de 60 kW pour une fréquence de 3000 à 4000 Hz, ce qui lui permet de fondre de 20 à 35 kg d'acier. Composé d'une enceinte de 2 m³ en trois parties dont deux amovibles, il autorise la fusion et la coulée de métal aussi bien à l'atmosphère que sous une pression réduite pouvant atteindre 10⁻⁴ mbar. Le métal peut être coulé soit directement depuis le creuset de fusion vers le moule, soit après transfert au moyen d'une poche. Dans le premier cas, cette coulée est effectuée à l'air ou sous vide, pour des moules faisant jusqu'à 500 mm de côté. Dans le second cas, un chauffe-poche à gaz d'une puissance de 60 kW permet de préchauffer la poche jusqu'à une température de 1100°C avant de prélever le métal et de le couler dans un moule de dimension quelconque.

Le système de pompage, composé d'une pompe à palettes et d'un compresseur Roots, peut extraire plus de 100 m³ d'air par heure (à P = 1 bar). Il permet d'atteindre en quelques minutes une pression de 1 mbar dans l'enceinte lorsqu'elle est fermée. Il peut aussi être déconnecté du four et monté sur toute autre installation nécessitant le vide.

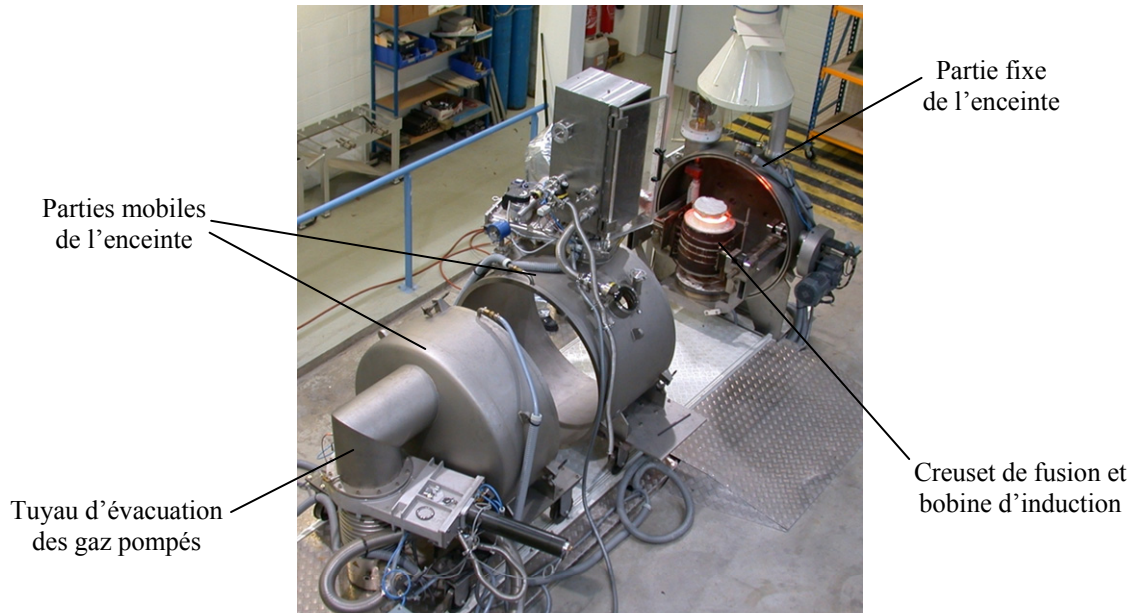


Figure II-13 - Photographie du four à induction CELES™ de l'Ecole Centrale de Lille et de son enceinte pouvant être mise sous vide.

La capacité relativement grande du four CELES™, ses possibilités et sa modularité le rendent particulièrement adapté pour mener des expériences proches de conditions industrielles tout en ayant la souplesse d'utilisation d'une installation de laboratoire. C'est l'outil parfait pour relier des essais de principe à des solutions industrialisables.

Autres fours mis à disposition

Le four INDUCTOTHERM™ VIP25, de puissance 125 kW et de contenance équivalente au four CELES™, présente beaucoup moins de possibilités (pas de vide, bobine de faible diamètre ne permettant pas le prélèvement d'échantillons...) que ce dernier, même s'il dispose d'une puissance supérieure. Il n'a été utilisé que pour une série d'essais.

Les fours INDUCTOTHERM™ MF1 et MF2 de C.T.I.F. ont tous deux une puissance de 250 kW. Ils permettent de produire de petites séries de pièces et sont parfaitement représentatifs d'installations industrielles. Mais, en raison de leur localisation (à C.T.I.F., à Sèvres) et des faibles quantités de métal devant être mises en œuvre pour la plupart des essais, ils ont été respectivement peu et pas été employés lors de la thèse.

II.3.2. Matériel de moulage

La fonderie d'acier fait largement appel au sable aggloméré pour réaliser des moules dans lesquels le métal est coulé. Pour ce faire, le sable est enduit d'une ou plusieurs résines dont la polymérisation permet de lier les grains entre eux. Afin de réaliser cette opération, l'emploi de malaxeurs est nécessaire.

C.T.I.F. possède deux malaxeurs continus à vis débitant jusqu'à 22,5 litres de sable (soit 36 kg de silice) par minute. Un de ces malaxeurs est visible sur la photographie de la

Figure II-14. La ou les résines sont injectées à l'extrémité d'un carter à l'intérieur duquel tourne une vis d'Archimède. Le mouvement de rotation de cette dernière mélange le sable et l'enrobe de résine de façon homogène. Son mouvement de translation conduit le sable vers la sortie où il peut alors être employé pour la réalisation de moules. Ces malaxeurs permettent de réaliser rapidement des moules, surtout lorsqu'ils sont de taille importante.

L'Ecole Centrale de Lille dispose d'un malaxeur discontinu MIXTENSIF™ de type KSU 50 (visible en Figure II-15), qui peut enrober entre 10 et 30 litres de sable (soit 50 kg de silice). C.T.I.F. possède également un équipement similaire. Ce malaxeur est muni de palettes en rotation qui permettent de mélanger le sable à la (les) résine(s) et éventuellement à un catalyseur. Le sable est extrait du malaxeur une fois enrobé.

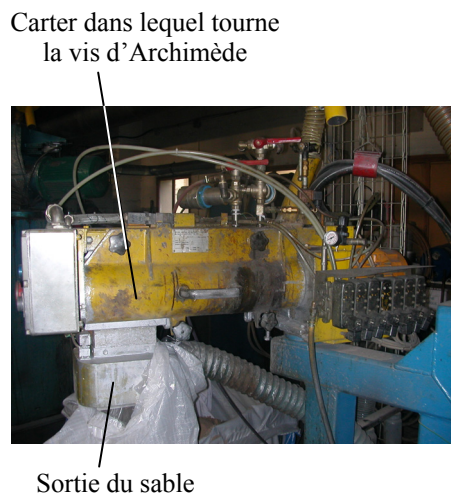


Figure II-14 - Malaxeur à vis continu.

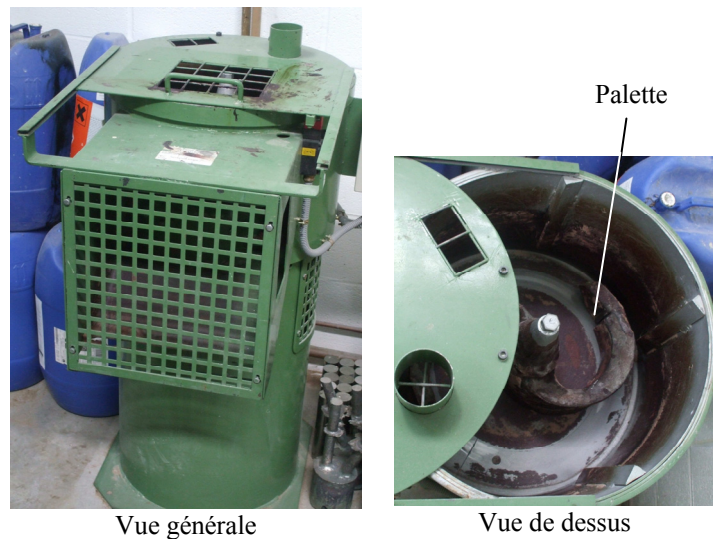


Figure II-15 – Malaxeur à palettes discontinu.

Pour réaliser des moules, le sable enrobé doit ensuite être compacté. Cette opération peut se faire manuellement par damage ou automatiquement par vibration ou encore par injection. Ce dernier cas implique l'utilisation de machines de noyautage.

C.T.I.F. possède deux machines de noyautage pour réaliser des pièces en sable (appelées « noyaux ») constituant des éléments de moule. Ces machines procèdent en injectant et en compactant, sous une pression d'air (de 0 à 6 bars), du sable préalablement enrobé de résine, dans une boîte à noyaux (moule pour sable laissant s'échapper l'air). Ces machines sont les suivantes :

- Röperwerk H16, qui sert à réaliser des noyaux faisant jusqu'à 16 litres de sable. Elle est également munie d'un dispositif permettant de faire circuler un gaz à travers le sable après son injection. Ceci est employé dans le cas (fréquent) où le gaz est un catalyseur pour la polymérisation de la résine. Mais le sable n'ayant après enrobage qu'une période limitée d'utilisation et la réserve de la machine devant être remplie au moins au tiers, cet équipement est réservé à la production de noyaux de plus de 0,5 litres.
- H2,5. D'une capacité de 2,5 litres, elle est idéale pour produire des noyaux de faible taille (quelques dizaines de centilitres). Elle ne peut pas réaliser de gazage. Si cette opération est nécessaire, l'installation de la Röperwerk H16 peut être mise à profit.

La Figure II-16 présente des photographies de ces deux équipements.



Figure II-16 - Machines de noyautage H2,5 (à gauche) et Röperwerk H16 (à droite)

Enfin, l'Ecole Centrale de Lille tout comme C.T.I.F. possèdent les équipements nécessaires à la réalisation manuelle de moules : châssis, fouloirs...

Tous ces équipements ont été employés pour réaliser des moules ou des noyaux. Les moules ont été majoritairement réalisés selon le procédé Alphasel[®] (résine = phénolate alcalin ; catalyseur = ester) et les noyaux selon le procédé dite de « boîte froide » type Ashland[™] (résine = polyuréthane ; catalyseur = amine + CO₂).

II.3.3. Moyens d'investigation et matériel de mesure

Les moyens d'investigation et de mesure sont indispensables pour juger les réalisations ou conduire les essais. A cet effet, nous avons employé :

- un microscope électronique à balayage (M.E.B),
- des outils de suivi de fusion.

Microscope Electronique à Balayage (M.E.B.).

Afin d'observer la matière à l'échelle microscopique (observation d'échantillons de mousse par exemple), nous avons employé le M.E.B. de l'Ecole Centrale de Lille. Une photographie de cet appareil, un Hitachi S-3600/N, est visible en Figure II-17. Ce M.E.B. est équipé de deux dispositifs d'analyse de la composition de la matière : l'E.D.S. (Energy Dispersive Spectrometry) et le W.D.S. (Wavelength Dispersive Spectrometry). Pour des raisons de rapidité et de maîtrise, il a seulement été fait appel à l'E.D.S. lors de nos investigations.

Outils de mesure de la température et de l'activité en oxygène d'un acier

Pour mesurer la température du métal en fusion, nous avons employé une canne Positherm[®] d'Heraeus Electro-nite[™]. Cet équipement possède des embouts jetables constitués d'un thermocouple et d'une gaine en carton.

Lorsque besoin en a été, l'activité thermodynamique de l'oxygène dans un métal a été mesurée en employant la sonde Celox[®] d'Heraeus Electro-nite[™]. Cet équipement possède lui aussi des embouts jetables. L'activité en oxygène est déterminée en mesurant la force électromotrice qu'il existe entre les deux électrodes de la sonde, l'une étant l'électrode de référence, l'autre étant constituée par le bain de métal.

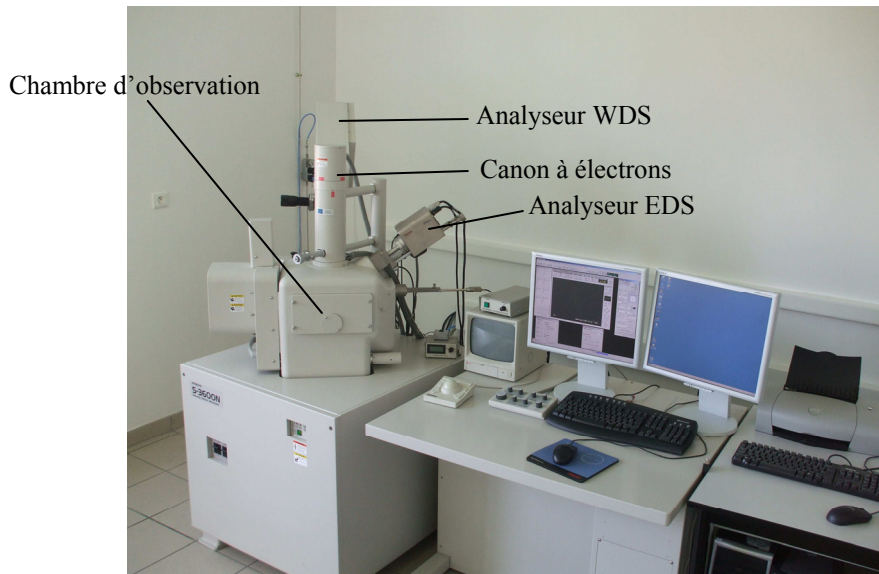


Figure II-17 – M.E.B. Hitachi S-3600/N de l'Ecole Centrale de Lille et ses instruments d'analyse.

Analyse thermique

Un analyseur thermique Quick-Cup[®] d'Heraeus Electro-nite[™] a été employé pour déterminer, lorsque cela a été nécessaire, la composition en carbone et en silicium d'une fonte ainsi que ses températures de solidus et de liquidus. Ces données sont issues de l'interprétation de la courbe de refroidissement du métal lorsqu'il est coulé dans un godet muni d'un thermocouple. Une photographie de cet équipement est visible en Figure II-18.

Godet, équipé d'un thermocouple, pour couler le métal dont l'évolution de la température est suivie

Boitier (programmable) interprétant l'évolution de la température en termes de composition chimique

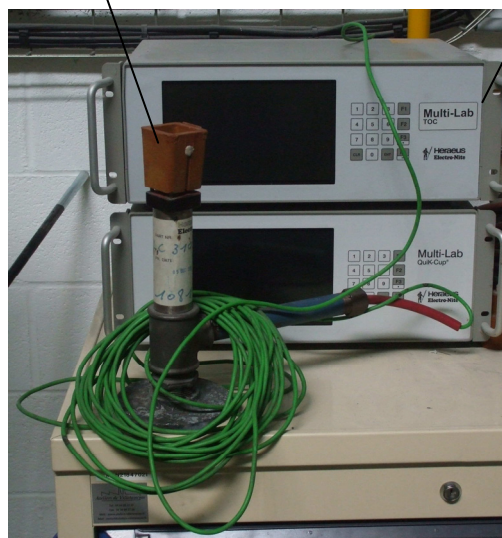


Figure II-18 - Dispositif d'analyse thermique.

II.4. Démarche scientifique : un cheminement logique guidé par la potentialité des procédés

Si les moyens expérimentaux se sont présentés comme propices à l'aboutissement d'un procédé accessible à la fonderie, une des difficultés a consisté à déterminer les voies accessibles à cette filière. Les possibilités de mise en œuvre étant nombreuses, un choix a dû être fait pour ne tester que celles dont les chances de réussite étaient les plus grandes. Dans cette partie, nous présentons et justifions les choix qui ont été réalisés.

II.4.1. Les voies accessibles à la fonderie

La recherche bibliographique (chapitre I) a montré que de nombreuses solutions sont envisageables pour réaliser des mousses métalliques à partir d'un métal liquide, état de la matière propre au domaine de la fonderie. Rappelons qu'elles se classent selon trois grandes familles de techniques :

- le moussage par introduction de gaz dans un liquide,
- l'infiltration d'une préforme extractible,
- la solidification contrôlée d'alliages dont la le passage de l'état liquide à l'état solide produit un dégagement gazeux (les « gasars »).

Si les deux premières familles de techniques peuvent demander le développement d'outils ou d'aménagements pour être mises en œuvre à partir des installations habituelles des fondeurs, la troisième nécessite assurément un équipement spécifique très lourd. De plus, elle ne semble pas adaptée aux aciers et à la fabrication de produits aux formes complexes, ce à quoi répond pourtant traditionnellement la fonderie.

Par conséquent, le moussage direct de métaux et l'infiltration d'une préforme ont été les deux seules voies envisagées pour développer un procédé de fabrication de mousses d'acier par fonderie. Mais la multitude des possibilités de mises en œuvre dans ces deux domaines ont imposé de cibler les pistes à explorer. Dans les deux sections qui suivent (II.4.2 et II.4.3), nous précisons ce qui a motivé ces choix.

II.4.2. Les essais de moussage de métaux à l'état liquide obtenus par voie de fonderie

Comme l'a montré la bibliographie, tout procédé de moussage d'un métal liquide nécessite un moyen de former des bulles dans ce métal. Pour cela, deux possibilités sont offertes : l'insufflation de gaz et l'insertion d'un agent moussant (produit dont la décomposition est à l'origine d'un dégagement gazeux). Nous avons fait un choix entre ces deux possibilités en fonction des chances de réussite des différentes mises en œuvre possibles ainsi que des moyens à notre disposition. Ceci nous a amenés à privilégier l'emploi d'un agent moussant plutôt que l'insufflation de gaz.

En effet, les procédés d'insufflation de gaz recourent à des moyens spécifiques, souvent brevetés, qui ont nécessité des temps et des moyens de développement importants, peu envisageables à l'échelle d'une thèse. De plus, leur mise en œuvre est assez éloignée des techniques habituelles de fonderie, promettant de rendre difficile leur transfert à la filière. Parmi ces procédés, seule l'introduction de gaz par un bouchon poreux a été envisagée dans le cadre de la thèse car l'utilisation de ce dispositif, facilement adaptable aux moyens à notre disposition, ne semble jamais avoir été considérée au préalable pour fabriquer des mousses métalliques.

Bien qu'elles requièrent des moyens de mise en œuvre souvent plus réduits, les techniques d'insertion d'un agent moussant nécessitent toutefois un choix de produit qui n'est pas évident et qui semble lui aussi découler de l'expérience (cf. § I.2.1.2). Pour choisir un agent moussant offrant à la technique développée le plus de chances de réussite, il est donc préférable de se reporter à ce qui se fait déjà. Nous avons donc envisagé l'emploi des quelques agents moussants déjà employés dans la fabrication de mousses d'acier. Ceux-ci sont :

- le carbonate de strontium (SrCO_3) et le carbonate de magnésium (MgCO_3). Leur utilisation s'est certes faite dans le cadre d'un procédé de moussage à l'état liquide de poudres (cf. § I.2.3, [PAR2000]) mais, comme le souligne l'étude bibliographique, les agents moussants employés dans les procédés de ce type sont souvent les mêmes que ceux employés dans les procédés de moussage d'un métal liquide obtenu par voie de fonderie (tout au moins pour les mousses d'aluminium) ;
- l'hydrure de titane (TiH_2) et l'hydrure de zirconium (ZrH_2). Ces composés sont ceux cités dans le brevet d'Albright et Chilcott ([ALB1967]), tombé dans le domaine public. Ce brevet constitue le seul antécédent répertorié dans la fabrication de mousses d'alliage ferreux par moussage d'un métal liquide obtenu par voie de fonderie.

L'emploi d'un bouchon poreux, l'utilisation de carbonates ainsi que celle d'hydrure ont donc constitué les trois principales voies de recherche pour obtenir une mousse d'acier par moussage d'un liquide. Les essais que nous avons mis au point afin d'en tester l'usage constituent l'objet du chapitre III.

II.4.3. Les essais d'infiltration

Rappelons que les procédés de fabrication de mousses par infiltration reposent sur le remplissage d'un réseau de cavités par un métal liquide. Les techniques de moulage pour obtenir ce réseau s'appuient :

- soit sur l'empilement de granulats ou de billes, appelés précurseurs,
- soit sur l'emploi d'une mousse polymère servant de modèle perdu.

La première technique, dite d'infiltration d'une préforme, est économiquement préférable à la seconde. De plus, elle permet de réaliser des échantillons de taille plus importante, ce qui constitue un avantage substantiel pour viser des applications structurales. C'est pourquoi elle a été la seule à être envisagée dans le cadre de cette thèse.

Les mises en œuvre de cette technique sont, pour l'aluminium, relativement proches les unes des autres (empilement de billes de même diamètre ou de diamètres différents, empilement de granulats, billes compressibles). Nous avons donc, dans un premier temps, tout simplement adapté une de ces mises en œuvre pour fabriquer des mousses d'acier.

Une telle mise en œuvre ne permettant pas d'apporter à la mousse d'acier l'avance concurrentielle recherchée vis-à-vis des mousses d'aluminium, nos recherches se sont ensuite orientées vers la définition d'une nouvelle préforme.

Ces démarches sont abordées dans le chapitre IV.

II.4.4. Récapitulatif des voies explorées dans le cadre de la thèse

En résumé, les procédés accessibles à la fonderie sont le moussage des métaux à l'état liquide et l'infiltration d'une préforme. Chacun de ces domaines offrant de nombreux choix, nous avons ciblé les pistes à explorer.

Ces pistes sont résumées par la Figure II-19. Cette figure distingue les procédés de moussage d'un liquide, qui seront abordés dans le chapitre III, et ceux d'infiltration d'une préforme, qui seront détaillés dans le chapitre IV.

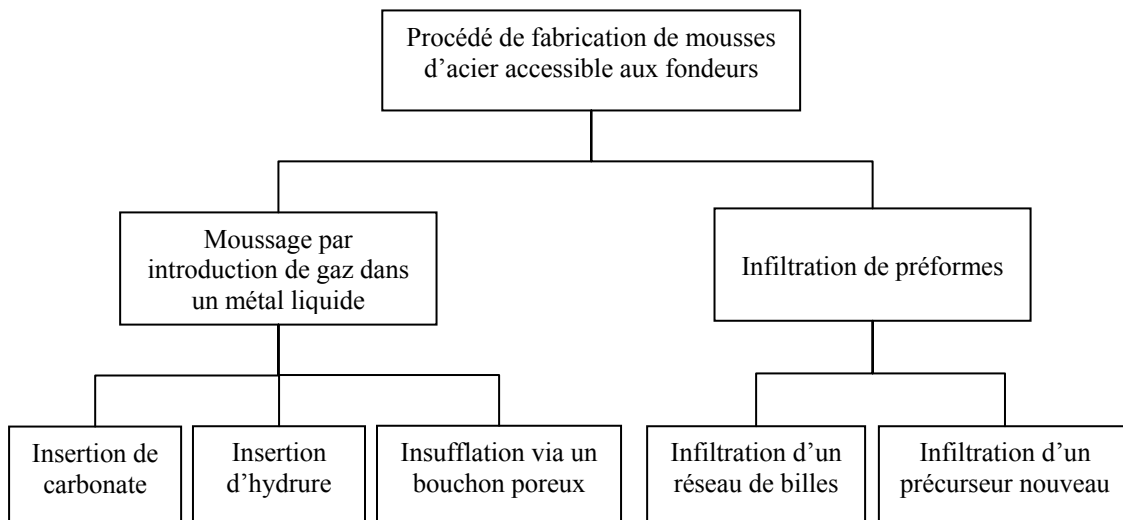


Figure II-19 - Résumé des essais menés au cours de la thèse en vue de l'obtention d'un procédé de fabrication de mousses d'acier accessible aux fondeurs.

II.5. Conclusions sur la stratégie suivie : une démarche pragmatique

Le contexte technico-économique dans lequel s'est inscrite la thèse a défini des objectifs concurrentiels auxquels la mousse d'acier devait répondre. Ceux-ci sont exprimés au travers de critères d'acceptabilité, qui sont :

- l'adéquation du procédé au métier de fondeur,
- la reproductibilité du procédé de fabrication et des performances du produit,
- les possibilités de modélisation du comportement,
- la nouveauté,
- la recyclabilité,
- la maximisation d'indices de performance, qui sont des outils de comparaison quantitatifs pour des applications précises. Afin de comparer les mousses d'acier à celles d'aluminium (leurs principales concurrentes), les indices que nous avons retenus sont relatifs au travail en flexion et l'absorption d'énergie, domaines où ces matériaux excellent. Plusieurs cartographies de ces indices ont été dressées pour évaluer les performances des mousses d'aluminium et ainsi situer le niveau de performances devant être atteint par les mousses d'acier.

Pour répondre à ces exigences, nous avons disposé de moyens expérimentaux représentatifs des équipements des fondeurs, mais disposant de la flexibilité des installations de laboratoire. Ceci nous a offert un contexte favorable pour proposer un procédé facilement transférable au domaine de la fonderie.

Au regard des objectifs, des équipements et de la potentialité des procédés, nos recherches ont pu être ciblées. Celles-ci se sont concentrées sur le moussage d'un liquide et l'infiltration d'une préforme. Pour chacun de ces deux domaines, les essais à mener ayant le plus de chances d'aboutir ont été déterminés. Ces essais seront présentés dans le chapitre III (pour le moussage d'un liquide) et dans le chapitre IV (pour l'infiltration d'une préforme).

La lecture de ces chapitres doit se faire en gardant à l'esprit que le but poursuivi a été de proposer une technique de fabrication de mousses d'acier accessible aux fondeurs et potentiellement concurrentielle. De ce fait, la démarche s'est voulue pragmatique et la poursuite dans une voie ou l'autre s'est faite en fonction :

- des résultats issus des différents essais et de leur comparaison relative,
- des possibilités d'amélioration pressenties à la suite des expérimentations,
- de la potentialité d'atteindre les objectifs compétitifs fixés.

C'est notamment pour cela que les aspects phénoménologiques relatifs aux techniques de fabrication testées n'ont été étudiés que lorsque cela était susceptible de pouvoir fournir des résultats tangibles à la hauteur des difficultés impliquées. Cet aspect de notre démarche explique de nombreux choix faits quant à la poursuite ou l'arrêt des investigations dans certaines des voies explorées.

III. Moussage d'un métal liquide

L'obtention d'une mousse par introduction de gaz dans un métal liquide est apparue, au fil des chapitres I et II, comme une solution envisageable pour obtenir des mousses d'acier par voie de fonderie. Pour tester ce type de technique, trois solutions d'insertion de gaz ont été retenues en fonction de leur potentiel de réussite :

- l'insufflation de gaz via un bouchon poreux,
- l'emploi de carbonates en tant qu'agents moussants,
- l'emploi d'hydrures en tant qu'agents moussants.

Ce chapitre présente les travaux qui ont été réalisés pour tester chacune de ces voies, à travers trois parties distinctes. Celles-ci font suite à une première partie qui détaille les choix des agents stabilisants employés pour réaliser ces techniques, sans lesquels aucune mousse stable ne peut être obtenue.

III.1. Choix des agents stabilisants

Comme le montre la bibliographie, la quasi-totalité des procédés d'obtention de mousses par introduction de gaz dans un métal liquide nécessitent la présence de particules dans ce dernier. Celles-ci, appelées agent stabilisant, sont destinées à stabiliser la mousse et doivent pour cela répondre à des critères de mouillabilité précis. Les rares procédés ne faisant pas appel à ces particules emploient des moyens spécifiques et complexes qui ne sont pas applicables aux aciers (la coulée d'acier en moule permanent n'est pas développée). Cette partie III.1 vise à dresser la liste des produits dont les propriétés de mouillabilité permettent de penser qu'ils sont en mesure de stabiliser une mousse d'acier.

III.1.1. Discussion sur les propriétés de mouillabilité des agents stabilisants potentiels

Les agents stabilisants intervenant dans les procédés de moussage de métaux sont des films d'oxyde ou des particules solides (oxydes ou de carbures), comme il a été vu dans la bibliographie. Si leur action n'est pas forcément comprise, il est clair qu'ils assurent leur rôle lorsqu'ils sont en mesure de se placer à l'interface gaz-métal. Cette condition est réalisée lorsque l'angle de mouillage d'une goutte de métal placée sur un substrat d'agent stabilisant est inférieur à 90° et préférentiellement supérieur à 40° (voire plus, cf. § I.2.1.5).

Plusieurs difficultés surviennent pour déterminer si un substrat est en mesure de répondre à cette exigence. La première provient du fait que le mouillage dépend aussi des compositions du métal et de l'atmosphère. C'est pour cela que, pour un substrat donné, il est intéressant d'avoir plusieurs mesures de mouillabilité faisant intervenir des compositions d'alliages et d'atmosphère différentes afin de dégager une tendance générale. La seconde difficulté est liée au fait que l'angle de mouillage peut varier au cours du temps, jusqu'à un point d'équilibre. En effet, l'adhésion entre un métal et un substrat dépend de trois forces de liaison dont l'établissement n'est pas instantané ([SLA1995]) :

- les forces d'interactions électroniques du type Van Der Waals entre le métal et le substrat,
- l'adsorption (fixation sur le solide de molécules appartenant au liquide),
- les réactions chimiques.

Pour s'affranchir de ces variations dynamiques, les angles de mouillage sont généralement donnés une fois l'équilibre atteint. Mais la durée au bout de laquelle cet équilibre s'établit varie selon le couple métal/substrat considéré et peut parfois être longue (> 1 h), bien supérieure au temps pendant lequel l'agent stabilisant joue son rôle. De plus, lorsqu'il y a réaction chimique, un transfert de matière s'établit entre le solide et le liquide si bien que l'angle de mouillage à l'équilibre est celui entre le substrat et le métal de composition finale et non celui de composition initiale. C'est par exemple le cas pour le fer déposé sur du carbure de silicium (SiC), où le silicium représente jusqu'à 48% de la composition du métal à l'équilibre ([SLA1995]). Il peut dans ce cas être supposé que l'angle de contact entre le métal à son état initial et le substrat a été certainement bien différent.

Cependant, il est à noter que, de façon quasi-systématique, la variation de l'angle de contact avec le temps est décroissante ([GEI1972]). Par conséquent, il est pour ainsi dire certain que si l'angle de contact à l'équilibre d'une goutte d'acier sur un substrat est supérieur à 90°, il lui aura été aussi supérieur auparavant et le substrat ne peut alors en aucun cas être employé comme agent stabilisant. Par contre, si l'angle de mouillage d'une goutte d'acier sur un substrat est inférieur à 40° à l'équilibre, il peut avoir pris des valeurs supérieures avant d'atteindre cet équilibre. Dans ce cas, si le temps d'établissement du mouillage est suffisamment long (ce qui est rarement précisé), le substrat peut potentiellement stabiliser une mousse d'acier. Il en résulte que les éventuels agents stabilisants sont ceux qui ont un angle de contact à l'équilibre avec l'acier compris entre 0° et 90°.

III.1.2. Liste des agents stabilisants potentiels et choix de ceux testés dans le cadre de la thèse

Une vaste recherche dans la littérature a été entreprise afin d'identifier les substrats sur lesquels certains aciers (de composition courante) ont un angle de mouillage à l'équilibre inférieur à 90°. Les données les concernant sont peu nombreuses car ils n'ont presque aucune application possible (MMC's et mousses métalliques seulement). Le Tableau III-1 répertorie ces substrats. Pour chacun d'eux, il précise la nature du métal, les conditions opératoires (nature de l'atmosphère et température de l'essai) lorsque c'est possible ainsi que la référence dont est (sont) tirée(s) la (les) mesure(s). Le but est de dégager une tendance générale des propriétés de mouillage de ces composés.

A la lecture de ce tableau, il peut être constaté que :

- peu d'oxydes peuvent être mouillés par des aciers (angle de contact inférieur à 90°). Seuls les oxydes à base de chrome (Cr_2O_3 et FeCr_2O_4) et le dioxyde de titane (TiO_2) semblent avoir cette propriété (ceci n'est pas certain pour Cr_2O_3) ;
- les carbures sont plus à même d'avoir les propriétés de mouillage recherchées même si l'angle de contact à l'équilibre est en général très faible (< 40°) ;
- le tungstène et le molybdène sont, semble-t-il, assez facilement mouillables par l'acier ;
- tous les produits permettant d'obtenir une mousse de métal ferreux indiqués par le brevet d'Albright et Chilcott (cf. §I.2.2.1, [ALB1967]) ont de bonnes propriétés de mouillabilité par l'acier, ce qui est très certainement en lien avec leur action de « promoteur de mousse » décrite dans leur brevet.

Par ailleurs, il est clair que la nature du gaz et la composition de l'acier ont un rôle capital dans le processus de mouillage, lui-même conditionnant l'obtention d'une mousse. Il

Substrat	Composition de l'acier	Température	Atmosphère	Référence	Angle de contact
Cr ₂ O ₃	Fe	-	-	[RAI1995]	88° (±10°)
	Fer ARMCO	1600°C	-		97°
	Acier H52-3 (~ 0,3% C, ~ 0,5% Si, ~ 1,6% Mn)	1600°C	-	[MUU1984]	103°
	Fe	1600°C	Ar	[GEI1972]	88°
	Fe	1550°C	-	[ZHO1994]	88°
	Fe	1535°C	Ar		88°
	Fe + 0,5%Si + 0,8%Cr + 0,4%C	1550°C	-	[SLA1995]	110°
FeCr ₂ O ₄ chromite	Acier à 0,1%C	-	-	[STE2001]	90°
	Acier à 0,27%C	-	-		86°
	Acier à 0,76%C	-	-		93°
	Acier haut Mn (13,23% Mn)	-	-		59°
TiO ₂	Fer ARMCO	1600°C	-	[MUU1984]	81°
	Acier H52-3	1600°C	-		88°
	Fe	1550°C	H ₂	[SLA1995]	84°
	Fe	1550°C	He	[GEI1972]	0°
	Fe	1550°C	Vide		72°
C	Fe	1550°C	H ₂	[SLA1995]	37°
	Fe	1550°C	He		51°
	Fe	1550°C	Vide		0° à 51° selon auteur
	Fe + 3,77% C	1550°C	Vide		50°
SiC	Fe	1600°C	Ar	[SLA1995]	24° à 84° selon réseau cristallin et auteur
TiC	Fonte	1550°C	Vide	[SLA1995]	82°
	Fe + 2,24%Ni + 0,07%C	1490°C	Vide		38°
	Fe + 12,3%Ni + 0,10%C	1490°C	Vide		54°
	Fe + 30%Ni + 0,09%C	1490°C	Vide		11°
	Fe + 7,85%Cr + 0,06%C	1490°C	Vide		30°
	Fe + 28,5%Cr + 0,06%C	1490°C	Vide		36°
	Fe + 1,23%Si + 0,19%C	1490°C	Vide		36°
	Fe + 5,4%Si + 0,16%C	1490°C	Vide	0°	
	Fe	1490°C	Vide	[RAM1965]	28°
50%TiC + 50%WC	Fe + 12 ppm O	1480°C	Vide	[SLA1995]	32°
	Fe + 12 ppm O	1550°C	Vide		13° à 29°
WC	Fe	1490°C	Vide	[RAM1965]	0°
ZrC	Fe	1490°C	Vide	[RAM1965]	45°
HfC	Fe	1490°C	Vide	[RAM1965]	45°
VC	Fe	1490°C	Vide	[RAM1965]	20°
NbC	Fe	1490°C	Vide	[RAM1965]	25°
TaC	Fe	1490°C	Vide	[RAM1965]	23°
Cr ₃ C ₂	Fe	1490°C	Vide	[RAM1965]	0°
Mo ₂ C	Fe	1490°C	Vide	[RAM1965]	0°
TiN	Fe + 41 ppm C + 130 ppm Si + 0,13%Mn + 0,03%Al + 0,07%Ti + 22 ppm N	1550°C	-	[AMA2001]	110°
	Fe + 0,08%C + 0,344%Si + 1,40%Mn + 0,03%Al + 20 ppm Ti + 32 ppm N	1550°C	-		40°
	Fe	1550°C	Vide	[SLA1995]	93°
	Fe	1550°C	NH ₃		132°
	Acier Kh18N10T (<0,12%C, 17 - 19%Cr, 9 -11%Ni, 1- 2%Mn, <0,8%Si, < 0,8%Ti)	1600°C	Ar	[EGO1987]	90°
W	Acier Kh18N10T	1600°C	Ar	[EGO1987]	0°
Mo	Acier Kh18N10T	1600°C	Ar	[EGO1987]	20°

Tableau III-1 - Angles de mouillage de quelques aciers avec différents substrats.

était donc attendu que les conditions de réussite d'un moussage seraient très pointues. Ceci nous a obligés à :

- nous placer, lors des essais de moussage, dans les conditions expérimentales les plus proches possibles de celles dans lesquelles les mesures d'angle ont été faites (nature du gaz, composition du métal...);
- privilégier, si possible, les produits engagés dans un processus de moussage qui a déjà été constaté. C'est ainsi qu'il est apparu intéressant d'employer du molybdène (Mo), du tungstène (W), du carbure de tungstène (WC), du carbure de vanadium (VC) ou du carbure de chrome (Cr_2C_3) (comme dans [ALB1967]).

A la suite de ces remarques, il aurait pu être tentant de privilégier les carbures aux oxydes. Cependant, les oxydes (communs) sont généralement beaucoup moins chers que les carbures. Leur emploi en tant qu'agent stabilisant est donc économiquement intéressant.

En résumé, les agents stabilisants potentiels testés dans le cadre de la thèse ont été :

- des oxydes choisis parmi Cr_2O_3 , FeCr_2O_4 et TiO_2 ,
- des carbures ou des métaux réfractaires choisis parmi Mo, W, WC, VC ou Cr_2C_3 .

III.1.3. Association agents moussants / agents stabilisants

Pour rappel, trois voies ont été envisagées pour introduire du gaz dans un acier afin de former une mousse. Deux font appel à des agents moussants et une à l'insufflation de gaz au moyen d'un bouchon poreux. Pour cette dernière, comme nous le verrons, il s'est avéré nécessaire de maîtriser, dans un premier temps, la taille et le taux de formation des bulles dans l'acier. Cette étape semblant être plus facile à maîtriser sans la présence de particules stabilisantes, nous n'avons pas fait appel à ces dernières lors des premiers essais.

Par contre, pour les essais mettant en œuvre des agents moussants, nous avons jugé nécessaire d'employer un agent stabilisant dès les premiers essais. En effet, il était attendu que le dégagement gazeux issu de la décomposition des agents moussants, dont la durée d'action est assurément plus courte que celle de l'insufflation, serait plus facilement décelable si la mousse était stabilisée. Il a donc été nécessaire de choisir, en amont, les couples agent moussant / agent stabilisant à employer dans les premiers essais. Ces choix ont été faits très simplement.

Le brevet d'Albright et Chilcott ([ALB1967]) propose des couples agent moussant / agent stabilisant (nommé « promoteur de mousse ») qui semblent fournir des mousses d'alliages ferreux. Il est paru logique de tester directement cette solution, tombée dans le domaine public, afin d'obtenir un point de départ pour étudier et améliorer la formation des mousses à partir de l'état liquide. Les hydrures et les carbures ont donc été associés dans une série d'essais de faisabilité.

A contrario, les carbonates en tant qu'agents moussants et les oxydes en tant qu'agents stabilisants ne sont pas cités comme solutions directes pour faire mousser un métal liquide obtenu par voie de fonderie. Mais les premiers sont moins chers que les hydrures (4-5 €/kg au lieu d'environ 50 €/kg) et les seconds sont moins onéreux que les carbures (< 20 €/kg au lieu de 40 €/kg, pour des densités moindres, ce qui fait que le prix au volume est encore plus intéressant). Ces produits ont donc été testés simultanément dans une série d'essais de faisabilité d'une solution « économique ».

Ces deux couples d'agents moussants / agents stabilisants, qui auraient pu être associés différemment si besoin était, ont été la base des essais de moussage d'un métal ferreux liquide au moyen d'agents moussants. Ceux-ci seront présentés dans les parties III.3 et III.4, à la suite des essais de moussage au moyen d'un bouchon poreux (§ III.2). Les mises en œuvre de ces essais ont été les plus simples possibles afin de tester le plus grand nombre de pistes et de proposer des solutions facilement transférables au domaine de la fonderie.

III.2. Essais de moussage au moyen d'un bouchon poreux

III.2.1. Origine de l'idée

L'idée la plus simple pour créer des bulles dans un liquide est d'y souffler un gaz. Pourtant, lorsque le liquide est un métal, cette opération nécessite d'employer des dispositifs spécifiques (cf. § I.2.1.2). Ceux-ci sont brevetés et leur maîtrise, qui semble découler de l'expérience, n'est pas aisée. Par conséquent, il était a priori difficile de mener nos recherches dans cette direction.

Cependant, parmi toutes les techniques (complexes) citées dans la littérature, il est à noter que l'emploi d'un bouchon en céramique poreuse au travers duquel circule un gaz n'est pas évoqué. Pourtant, il s'agit d'un dispositif qui est très répandu dans la sidérurgie pour injecter des bulles dans les aciers. Certes, dans ce cas, le but est non pas de former une mousse mais de capter les inclusions non-métalliques et les faire remonter en surface ; mais a priori rien ne contre-indique son utilisation dans le cadre des besoins de la thèse. Il a donc été décidé de tester ce moyen d'introduction de gaz.

Comme pour tout procédé de moussage, les contrôles de la taille des bulles et de leur taux de formation constituaient les deux principales étapes de la maîtrise de l'emploi du bouchon poreux. La présence de particules stabilisantes n'a pas été jugée nécessaire puisque l'appréciation de la formation des bulles pouvait se faire (dans un premier temps) plus facilement par contrôle visuel, en observant les bulles venant crever la surface, que sur produit fini. En effet, dans ce dernier cas, la taille et la répartition des porosités auraient aussi dépendu de la détérioration de la mousse par des phénomènes annexes (drainage, coalescence, murissement d'Ostwald). C'est pourquoi des tests préliminaires ont été menés sans agent stabilisant pour évaluer la possibilité de créer des bulles dans l'acier au moyen d'un bouchon poreux. Ces tests, comme nous le verrons dans les sections III.2.2 et III.2.3 qui les détaillent, n'ont pas été concluants, laissant présager une longue période pour maîtriser le moussage au moyen d'un bouchon poreux, ce qui a mené à son abandon. Néanmoins, il semble intéressant de détailler les travaux qui ont été menés dans ce sens afin de répertorier les difficultés rencontrées dans l'hypothèse de recherches ultérieures pour maîtriser ce procédé.

III.2.2. Four avec bouchon poreux

Le premier essai employant un bouchon poreux a mis en œuvre un four muni de ce dispositif en fond de creuset.

Le bouchon a été réalisé à partir d'un bouchon poreux conique standard ($\varnothing_{\min} = 100$ mm, $\varnothing_{\max} = 150$ mm, $h = 150$ mm) fourni par la société Trabucatto S.R.L. Celui-ci, visible sur la photographie de la Figure III-1, est constitué d'une céramique poreuse d'oxyde de chrome, entourée par une coque en acier inoxydable austénitique. Le schéma de la Figure III-2 (a) représente ces éléments sur une vue en coupe. Ce type d'équipement est généralement inséré au fond de poches pouvant contenir plusieurs tonnes de métal, si bien que la coque en acier ne provoque pas de pertes thermiques notables. Dans le cas de nos essais, la

faible quantité d'acier liquide (1 litre) a obligé à découper et enlever une bande dans la partie supérieure de la coque en acier pour éviter qu'elle ne soit en contact avec le métal en fusion et ne provoque une fuite calorifique inacceptable.

La fragilité de la céramique n'ayant pas permis la découpe de la bande d'acier directement sur le bouchon, c'est l'adaptation présentée en Figure III-2 (b) qui a été retenue : la céramique a été extraite de son enveloppe métallique (ce qui l'a un peu détériorée), diminuée de diamètre par limage, puis replacée dans l'enveloppe découpée séparément. Du « superbéton » (Superbéton 170-01[®] de Caldéry's) a été ajouté pour colmater le contour du bouchon et servir de joint.

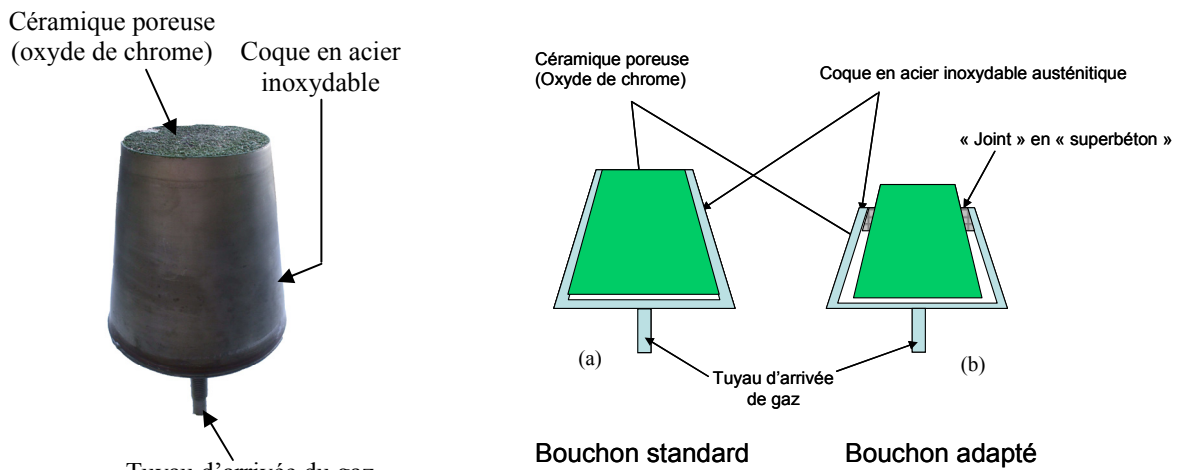


Figure III-1 – Bouchon poreux standard de la société Trabuccatto SRL.

Figure III-2 – Schémas (vues en coupe) du bouchon poreux standard fourni par la société Trabuccatto (a) et de son adaptation dans le cadre des travaux de thèse (b).

Le bouchon ainsi réalisé a été placé dans une bobine, dont le nombre et l'écartement des spires ont été calculés par ATYS Consulting Group. Cette bobine a été réalisée par nos soins. Le tout a ensuite été noyé dans du « superbéton », lui-même recouvert de pisé (Insétag 60[®]) pour réaliser un creuset de 1 litre, comme le montre le schéma de la Figure III-3, qui représente aussi le système de basculement du creuset.

Cette configuration de four faisant appel à un pisé, une étape de frittage a été nécessaire avant toute utilisation (cf. annexe 4 sur la réalisation de creusets). Cette étape a fait appel, comme le recommande le fournisseur, à un cycle thermique de quelques heures consistant à chauffer des barreaux de fonte, à les porter progressivement à fusion et à les maintenir liquides pendant au moins une heure. C'est à ce niveau que des difficultés ont été rencontrées puisque le métal, une fois devenu liquide, s'est infiltré dans les pores du bouchon, formant un mélange vitreux avec ce dernier.

Certes, le métal s'est infiltré lors de l'étape de frittage du pisé, ce qui pourrait, a priori, remettre en cause l'emploi d'un tel produit. Mais cette infiltration aurait tout à fait pu se produire lors d'une fusion en vue de réaliser des essais de moussage, quelle que soit la façon dont aurait été réalisé le creuset. C'est le problème d'infiltration de métal dans le bouchon qui devait être résolu.

Une solution aurait pu être de souffler un gaz au travers du bouchon tout pendant que le métal serait liquide. Mais les pertes thermiques liées au bouchon, encore très importantes malgré l'enlèvement d'une partie de sa coque métallique, ont déjà considérablement ralenti la fusion de la charge de fonte. L'insufflation de gaz aurait très certainement interdit la fusion du métal puisqu'elle aurait refroidi un liquide peinant déjà à être chauffé.

La solution du creuset muni d'un bouchon poreux a donc été jugée inadaptée à l'étude. Certes, quelques améliorations auraient pu être apportées d'un point de vue thermique en réduisant la taille du bouchon poreux par exemple, mais le problème de l'infiltration ne pouvait pas être résolu simplement. Ceci nous a amenés à envisager une autre alternative.

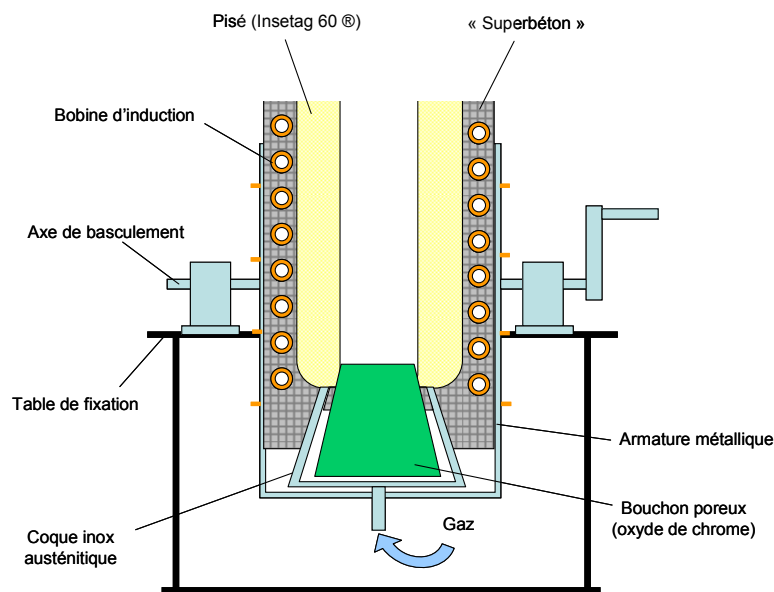


Figure III-3 – Schéma du four ATYS™ muni d'un bouchon poreux.

III.2.3. Four avec canne d'insufflation munie d'un bouchon poreux

Le bouchon poreux ne pouvant rester longtemps en présence de métal liquide, il a été décidé de réaliser un four avec un simple creuset de fusion, dans lequel une canne résistante à la température et insufflant du gaz serait introduite une fois le métal liquéfié. La Figure III-4 montre le schéma de cette installation ainsi qu'une photographie.

Le creuset a été réalisé de manière similaire à celui précédemment détaillé. Il est constitué d'une enveloppe en « superbéton » et d'une coque en pisé fritté. Cette configuration de four est en fait celle schématisée sur la Figure II-12, à gauche, page 61.

Un régulateur de débit (Oméga FMA – 2607A) a été installé entre la bouteille de gaz et la canne d'insufflation pour déterminer le débit de gaz le mieux adapté au bullage. Le choix de son calibre ($0 - 10 \text{ l.min}^{-1}$ CNTP) a été fait à partir du retour d'expérience sur les essais de moussage de l'aluminium effectués par Y. Gaillard à C.T.I.F. en 2004. Quant à la nature du gaz, l'argon a semblé être, dans un premier temps, le mieux adapté de par sa neutralité et son insolubilité dans l'acier.

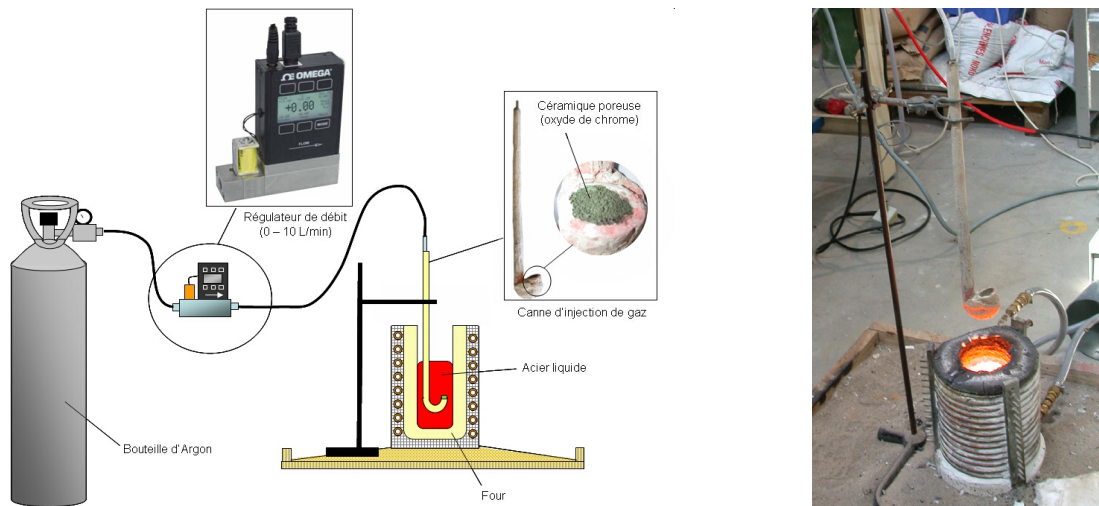


Figure III-4 –Schéma (à gauche) et photographie (à droite) du montage employant un creuset dans lequel est insérée une canne d’insufflation munie d’un bouchon poreux.

La canne d’insufflation, dont une photographie et un schéma en coupe sont donnés en Figure III-5, a été réalisée à partir d’un tube en acier inoxydable au bout duquel a été placé un cylindre de céramique poreuse, réalisé par « carottage » dans un bouchon poreux. Le tout a été recouvert de Réfracol 6T® (de la société Réfracol Dupont & C^{ie}), une céramique à base d’alumine, dont l’application se fait sous une forme pâteuse et le durcissement par évaporation de sa base aqueuse. Cette dernière opération a été réalisée en plaçant plusieurs fois la canne dans une poche préchauffée au brûleur à gaz afin d’éliminer toute humidité résiduelle.

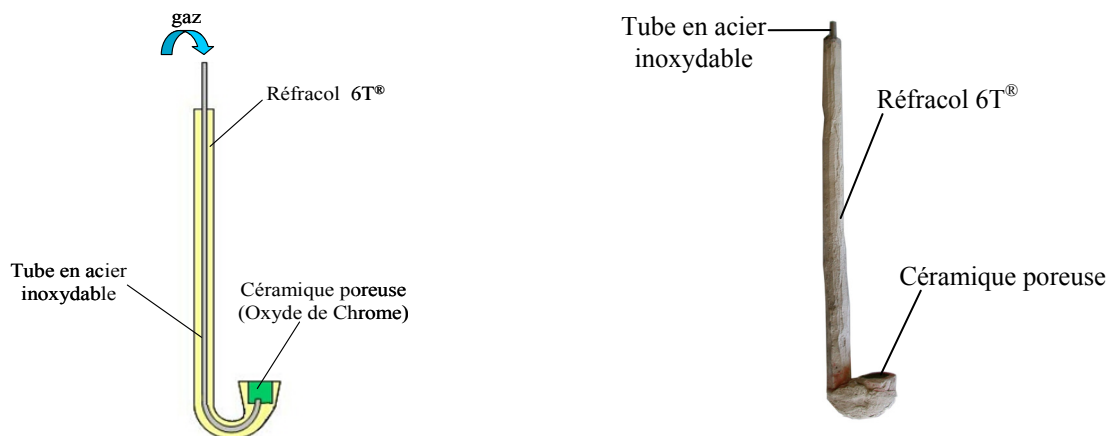


Figure III-5 – Schéma (à gauche) et photographie (à droite) de la canne d’insufflation de gaz.

Un dégagement gazeux a pu être réalisé avec ce dispositif, avec un débit de gaz de 5 l/min. Mais le bain de métal s’est très vite refroidi pour finalement se figer de par les températures moindres du gaz et de la canne, pourtant préalablement préchauffée.

Bien plus que mettre en défaut la configuration adoptée, cet essai a révélé la très faible marge de manœuvre pour fabriquer une mousse d’acier par insufflation de gaz dans une quantité réduite de liquide. Le travail sur des quantités de métal plus importantes aurait sans doute permis de s’affranchir de ces inconvénients induits par les phénomènes thermiques. Mais un tel travail était difficilement envisageable, à ce stade de développement, de par les coûts que cela aurait engendré vis-à-vis de la faible assurance de résultat. L’emploi d’un bouchon poreux pour injecter du gaz, quel qu’en soit la mise en œuvre, a donc été abandonné.

III.3. Essais de moussage employant des carbonates

Comme il a été précédemment évoqué, les carbonates de strontium (SrCO_3) et de magnésium (MgCO_3) ainsi que les oxydes à base de titane ou de chrome (Cr_2O_3 , FeCr_2O_4 et TiO_2) étaient susceptibles de constituer une solution « économique » pour produire des mousses d'acier. Nous présentons, dans la section III.3.1, le résultat de ces essais qui ont fait appel à différentes combinaisons de ces produits. Puis, dans la section III.3.2, nous abordons les études, menées séparément, sur l'emploi de carbonates et d'oxydes en tant qu'agents moussants et agents stabilisants. Enfin, nous concluons, dans la section III.3.3, sur l'intérêt de ces produits pour réaliser des mousses d'acier.

III.3.1. Essais de moussage utilisant des carbonates et des oxydes

III.3.1.1. Détermination des quantités de poudres à tester

L'oxyde de chrome (Cr_2O_3) ainsi que celui de titane (TiO_2) sont des produits employés dans la fabrication de céramiques pour leur donner des couleurs. Les carbonates de strontium (SrCO_3) ou de magnésium (MgCO_3) sont, eux, employés dans la fabrication d'émaux. L'utilisation de ces produits dans un secteur grand public a permis de se les procurer à faible coût. Ils ont été achetés à la société Ceradel-Richoux. La chromite (FeCr_2O_4) n'a pas été trouvée, en granulométrie fine, pour un coût digne d'une solution « économique ».

Les granulométries des poudres ainsi achetées n'étaient pas exactement connues. Mais leurs fiches techniques assuraient que toutes les particules avaient des tailles inférieures à $45\ \mu\text{m}$, ce qui a constitué une information suffisante pour en considérer l'usage.

En effet, d'après la Figure I-12 (page 16), une poudre constituée de particules inférieures à $45\ \mu\text{m}$ est tout à fait apte à stabiliser une mousse si elle est un agent stabilisant. La non-connaissance de la granulométrie exacte des oxydes interdit seulement de déterminer, a priori, quelle quantité de poudre est nécessaire à la stabilisation. Cette quantité n'excède néanmoins pas 10 – 15% du volume de métal, toujours d'après la Figure I-12. C'est pourquoi il a été décidé d'introduire différentes proportions d'oxydes, comprises entre 1% et 12% en volume, pour tester la possibilité de stabiliser la mousse.

S'agissant des agents moussants, la taille des particules a semblé tout à fait adaptée. En effet, $45\ \mu\text{m}$ est l'ordre de grandeur de la taille des particules des agents moussants utilisés pour l'aluminium ($\approx 25 - 40\ \mu\text{m}$, [GER2002], [FRE2002]). Et si, dans les faits, la taille de particules a été inférieure à $45\ \mu\text{m}$, cela n'a pu qu'améliorer la répartition des porosités et éventuellement accélérer le processus de moussage (d'après les conclusions de [GER2003]).

Pour connaître l'ordre de grandeur des quantités d'agent moussant à introduire dans le métal pour espérer un moussage, nous avons mené une réflexion assez simple. D'une part, nous nous sommes intéressés à la différence de dosage d'agent moussant entre les cas où celui-ci est employé pour produire des mousses d'aluminium par métallurgie des poudres et les cas où une voie de fonderie est adoptée. D'autre part, nous avons considéré le volume de gaz dégagé par l'hydrure de zirconium (ZrH_2), le produit employé dans les essais détaillés dans la partie III.4, et calculé la masse de SrCO_3 et de MgCO_3 qu'il serait nécessaire d'introduire pour aboutir au même dégagement gazeux. Ces réflexions sont présentées dans ce qui suit.

Différence de consommation entre métallurgie des poudres et voie de fonderie

La bibliographie (chapitre I) fait apparaître que, dans le cas d'une technique de moussage de poudres compactées, la quantité d'hydrure de titane (TiH_2) qu'il est nécessaire d'introduire pour obtenir une mousse d'aluminium correspond à 0,6% de la masse de métal (cf. § I.2.3). Lorsque ce même agent moussant est employé dans une technique de moussage par voie de fonderie, la quantité nécessaire passe à 1,5 – 1,6% de la masse de métal (cf. § I.2.2.1 et I.2.2.4). La quantité d'agent moussant est donc multipliée par 2,5 environ.

La quantité de SrCO_3 ou de MgCO_3 employée pour réaliser des mousses d'acier à partir de poudres compactées tourne aux alentours de 0,2 à 0,5% de la masse de métal (cf. § I.2.3). S'il existe le même rapport de consommation que dans le cas des mousses d'aluminium, la quantité d'agent moussant nécessaire au moussage par voie de fonderie devrait se situer aux alentours de 0,5 – 1% en masse.

Identité des volumes de gaz issus de la décomposition des carbonates et de ZrH_2

Une mole d'hydrure de zirconium (ZrH_2) pèse 93,23 g et sa décomposition produit une mole de gaz (H_2). Les masses molaires de SrCO_3 et MgCO_3 valent respectivement 147,63 $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ et 84,32 $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$. La décomposition d'une mole de ces produits fournit elle aussi une mole de gaz (CO_2). Par conséquent, pour produire la même quantité de gaz qu'une masse de ZrH_2 donnée, il faut une masse de SrCO_3 qui lui est 58% supérieure et une masse de MgCO_3 qui lui est 9,5% inférieure.

ZrH_2 est employé à raison de 3,85% en masse dans le brevet d'Albright et Chilcott ([ALB1967]) ainsi que dans les essais qui seront présentés dans la partie III.4. Pour fournir le même dégagement gazeux, le SrCO_3 doit être introduit à hauteur de 6% en masse et le MgCO_3 à hauteur de 3,5%.

Il convient de noter dès à présent que le volume occupé par les poudres pour réaliser un dégagement gazeux identique n'est absolument pas le même, comme le montre la Figure III-6. Celle-ci compare les volumes occupés par les poudres de ZrH_2 , MgCO_3 et SrCO_3 pour produire un volume de gaz identique. Cette figure fait aussi apparaître un creuset pouvant contenir 500 g de métal. D'après [ALB1967], il s'agit d'une quantité de métal pour laquelle il peut être obtenu une mousse en y ajoutant la quantité d'hydrure représentée (20 g). Il peut être facilement compris qu'il n'a pas été possible d'introduire jusqu'à 6% en masse de SrCO_3 .

Fort de ces considérations, il a été prévu de tester les agents moussants en introduisant des quantités de produit comprises entre 1% et 3% en masse environ.



Figure III-6 – De gauche à droite : 20 g de ZrH_2 , 18 g de MgCO_3 , 31,6 g de SrCO_3 et creuset pouvant contenir environ 500 g d'acier (ou de fonte) liquide.

III.3.1.2. Notes sur les essais

De nombreux essais ont été effectués afin de tester l'emploi de carbonates et d'oxydes pour réaliser des mousses d'acier. Le métal choisi pour réaliser ces essais a été un fer ARMCO, c'est-à-dire un acier très peu allié. En effet, il n'y a que pour le fer pur que nous avons précédemment identifié les propriétés de mouillabilité potentiellement intéressantes de TiO_2 et de Cr_2O_3 (cf. Tableau III-1, page 73).

S'agissant des premiers essais de moussage réalisés au cours de la thèse, il a été difficile de déterminer un mode opératoire précis. Plusieurs ont donc été testés, allant de la coulée d'acier sur des poudres situées en fond de moule jusqu'à l'introduction de poudres directement dans le four de fusion. Mais aucun n'a permis d'obtenir une mousse, même lorsqu'il a été fait appel à un mode opératoire semblable à celui mis en œuvre pour tester l'emploi d'hydrure. Pourtant, pour ce dernier, cela s'est traduit par un succès (cf. § III.4).

Ces essais infructueux ne seront pas présentés dans ce mémoire car il serait inutile, en plus d'être fastidieux, de les détailler : chacun a fait appel à un mode opératoire « unique » et aucun n'a produit de résultat tangible. Surtout, l'impossibilité de former une mousse est très certainement une conséquence des produits employés plutôt que des modes opératoires testés. C'est en tout cas ce que révèlent les essais détaillés dans la section III.3.2, qui ont été menés à la suite de ces premiers essais, pour observer individuellement le comportement des oxydes et des carbonates en présence de métal liquide.

III.3.2. Considérations séparées sur l'emploi de carbonates et d'oxydes pour réaliser des mousses d'acier

III.3.2.1. Présentation du test

Comme nous venons de le voir, aucune mousse d'acier n'a pu être fabriquée en faisant appel à des carbonates et des oxydes. Nous avons donc cherché à savoir si cela était une conséquence d'une mauvaise stabilisation par les oxydes ou bien d'un souci au niveau du dégagement gazeux des carbonates. Pour y répondre, nous avons réalisé un test très simple.

Pour chacun des produits à tester, l'expérience a consisté à fondre une charge de 25 kg de fer ARMCO au four INDUCTOTHERMTM VIP25 (cf. § II.3.1) puis à y mélanger de la poudre d'oxyde ou de carbonate afin d'en observer le comportement. La grande contenance en métal du four devant prévenir tout problème de perte de température lié à l'introduction d'éléments. Les conclusions tirées de ces essais sont présentées dans la section III.3.2.2 pour les carbonates et dans la section III.3.2.3 pour les oxydes.

III.3.2.2. Conclusion sur l'emploi de carbonates comme agents moussants

Quelle que soit la nature du carbonate, son mélange avec le bain de fer ARMCO a abouti au même résultat : la poudre est rapidement remontée à la surface pour s'y décomposer. Même le brassage en continu du bain, au moyen d'une tige en silice, n'a pas permis de maintenir ces poudres dans le fer liquide. En fait, il est apparu que les carbonates n'étaient pas mouillés par le fer, ce qui pourrait expliquer leur difficulté d'insertion.

L'emploi des carbonates en tant qu'agent moussant est donc apparu comme compromis. Pour pouvoir encore en considérer l'utilisation, il faudrait améliorer l'insertion des poudres, en réalisant par exemple un traitement de surface afin de les rendre plus mouillantes... mais il s'agit de travaux compliqués vis-à-vis de la faible assurance de résultat.

III.3.2.3. Conclusion sur l'emploi d'oxydes comme agents stabilisants

Il a été très difficile de mélanger l'oxyde de chrome (Cr_2O_3) au bain d'acier puisqu'il est lui aussi remonté à la surface au fur à mesure qu'il a été mélangé. Par ailleurs, visuellement, il est apparu que cette poudre ne se laissait pas non plus mouiller par le métal. Cr_2O_3 n'a pas les propriétés de mouillabilité recherchées, tout au moins avec les aciers très faiblement alliés. A titre de remarque, cette non-mouillabilité pouvait être soupçonnée de par les mesures d'angle de contact rapportées par certains auteurs (cf. Tableau III-1, page 73). En plus de ces soucis d'insertion, les poudres ont eu tendance à s'agglomérer pour venir former une croûte au dessus du bain.

Pour continuer d'envisager l'emploi d'oxyde de chrome, il aurait fallu trouver une composition d'acier permettant de le mouiller... mais les mesures d'angles de contact peuvent s'avérer très longues et coûteuses.

Il a par contre été beaucoup plus facile de mélanger le dioxyde de titane (TiO_2) au bain de fer. Cette poudre a montré une meilleure aptitude à être mouillée, comme il était recherché. Cependant, elle s'est peu à peu liquéfiée. Il est très probable que le dioxyde de titane ait formé un oxyde mixte avec les oxydes issus de l'oxydation du fer ARMCO. Mais quelle que soit la raison de cette liquéfaction, il est évident que le dioxyde de titane n'est pas adapté à la production de mousses d'acier. Ou alors, il faudrait prendre des précautions quant à l'oxydation du bain... ce qui aurait nécessité des installations très spécifiques.

III.3.3. Conclusions sur l'emploi de carbonates et d'oxydes pour fabriquer des mousses d'acier

Pour conclure, il n'a pas été possible de réaliser des mousses d'acier au moyen de carbonates et d'oxydes. Cette impossibilité résulte de l'inaptitude des oxydes à stabiliser la mousse et de l'inefficacité des carbonates à créer un dégagement gazeux au sein du métal.

L'emploi de ces produits, même considérés séparément, est ainsi compromis. Ou alors il faudrait faire des efforts de développement très importants sans savoir s'ils aboutiront, au final, à des résultats tangibles. Nous avons donc abandonné cette voie. Cet abandon a aussi été motivé par le fait que les essais faisant appel à des hydrures et des poudres de carbures ou de métaux, commencés en parallèle, offraient des résultats plus probants.

III.4. Essais de moussage employant des hydrures

III.4.1. Rappel de l'origine

Albright et Chilcott ont déposé en 1964 un brevet sur l'obtention de mousses en alliages ferreux ([ALB1967]). Le procédé présenté s'appuie sur l'ajout simultané, dans un bain de métal, d'un hydrure (en l'occurrence ZrH_2 ou TiH_2) et d'un composé « promoteur de mousse ». En se référant aux propriétés de mouillabilité de ces derniers, indiquées dans le Tableau III-1 (cf. §III.1.2), il peut facilement être avancé que ces « promoteurs » sont en fait des agents stabilisants, ce qui crédibilise d'autant plus les travaux détaillés dans ce brevet.

Les conditions de moussage d'un acier sont extrêmement difficiles à cerner, comme il a pu être constaté au travers des essais avec les carbonates. Le brevet, en indiquant des paramètres permettant d'y aboutir, est apparu comme une porte d'entrée pour obtenir une première mousse et en comprendre la formation, même si les produits qui y sont indiqués sont relativement coûteux (350 €/kg pour ZrH_2 , 45 €/kg pour W, 67 €/kg pour WC par exemple).

Notre démarche a consisté, dans un premier temps, à coller au plus près des conditions de moussage explicitées par le brevet, en particulier de celles détaillées dans sa section « exemples ». Ces exemples ne présentent toutefois que des essais réalisés sur de la fonte. C'est pourquoi les premiers travaux de moussage employant des hydrures, présentés dans la section III.4.2, ont fait appel à ce métal ; le but poursuivi étant de progressivement transférer les résultats obtenus à l'acier.

Les conditions opératoires définies par le brevet sont censées aboutir à des mousses dont la porosité n'excède pas 50%, bien en deçà de l'objectif poursuivi (l'appellation mousse est d'ailleurs à remettre en cause pour un tel taux de porosité). Il était donc prévu une phase d'optimisation des paramètres de moussage. Cette étape, comme nous le verrons, est apparue d'autant plus importante que les premiers essais n'ont pas été concluants. Elle s'est divisée en deux parties : l'une se focalisant sur la modification des quantités de produit employées pour obtenir un moussage de qualité (cf. § III.4.3), l'autre sur l'efficacité de l'introduction des produits (cf. § III.4.4). Après avoir présenté ces travaux, nous détaillerons les essais de moussage sur l'acier, définis à partir des résultats obtenus sur la fonte (cf. § III.4.5).

III.4.2. Premiers essais suivant les exemples détaillés dans le brevet

III.4.2.1. Détermination des quantités de poudres devant être employées et de leurs granulométries

Les essais reportés dans le brevet font état de quantités d'agent moussant et de particules stabilisantes comprises entre 1,7% et 3,85% en masse. En particulier, un exemple détaille le moussage de 520 g de fonte en y ajoutant 20 g d'hydrure de zirconium et 20 g de tungstène en poudre. Ce sont ces quantités qui ont été employées pour réaliser les premiers essais de moussage. Cependant, comme aucune granulométrie de poudres n'est précisée dans ce brevet, le choix de celles-ci s'est avéré assez difficile.

La poudre d'hydrure de zirconium a été achetée auprès de Chemetall GmbH. La taille moyenne des particules de cette poudre (grade S) est de 2,6 μm , ce qui est très inférieur à la taille moyenne des particules d'hydrure de titane utilisées pour produire des mousses d'aluminium ($\approx 40\mu\text{m}$, [GER2002], [FRE2002]). Mais, d'une part, une si fine granulométrie d'agent moussant ne peut qu'améliorer la répartition des porosités, comme il a déjà été mentionné (§ III.3.1.1.). Et d'autre part, aucune poudre de granulométrie supérieure n'a pu être obtenue.

La poudre de tungstène a été achetée à la société Eurotungstène. Celle-ci propose des produits dont la taille moyenne des particules va de 1,25 μm à quelques dixièmes de millimètre. Le choix étant large, nous avons tenté de retrouver quelle taille de particule devait correspondre à la quantité utilisée dans le brevet au moyen des considérations simples exposées ci-après.

L'exemple détaillé dans le brevet fait état de l'emploi de 3,85% en masse de poudre de tungstène. Cette quantité correspond à environ 1,4% du volume de métal, s'il est considéré que la masse volumique du tungstène vaut 19 350 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ([LID1994]). En étendant le champ d'application de la Figure I-12 (page 16) aux mousses d'acier, il a été déduit qu'une telle quantité de poudre était capable de stabiliser une mousse si les particules avaient une taille de l'ordre de 1 μm . Les premiers essais ont donc employé les deux poudres de plus fine granulométrie pouvant être obtenues : la poudre AW1106, de granulométrie moyenne 1,25 μm et la poudre AW2110, de granulométrie moyenne 1,5 μm .

III.4.2.2. Déroulement des essais

Les essais se sont déroulés en plusieurs temps afin d'acquérir une certaine maîtrise opératoire, notamment à cause de l'hydrure, un produit potentiellement explosif. Pour effectuer tous ces essais, une charge de 25 kg de fonte a été fondue au four CelesTM (cf. § II.3.1). Des creusets en argile-graphite Salamander[®] A1 (150 ml) ont été employés pour prélever environ 500 g de métal à chaque essai.

Dans un premier temps, il a été introduit des quantités croissantes d'hydrure (de 5 à 20 g) dans des creusets contenant environ 500 g de fonte. Ces essais ont été menés avec un métal à différentes températures, allant de 1446°C à 1570°C (températures mesurées en four). Certains creusets ont été préchauffés au chauffe-poche, d'autres non. Deux méthodes pour mélanger le métal et l'hydrure ont été testées : l'une consistant à couler le métal sur de l'hydrure préalablement placé au fond d'un creuset ; l'autre consistant à verser l'hydrure sur le métal contenu dans un creuset et à mélanger le tout au moyen d'une tige en silice.

Ces premiers essais ont montré que l'hydrure pouvait avoir une réaction explosive. Celle-ci est plutôt intervenue lorsque la température a été élevée (métal chaud, creuset préchauffé). Elle a aussi été favorisée par la première méthode de mélange. Dans les cas où il n'y a pas eu d'explosion, un bullage (rapide) a pu être observé au niveau du métal dans le creuset. Mais, comme attendu, aucune mousse n'a été formée car aucun agent stabilisant n'avait été introduit. Les coupes d'échantillons solidifiés n'ont fait apparaître qu'un métal massif éventuellement parsemé de porosités individuelles, comme le montre la Figure III-7.

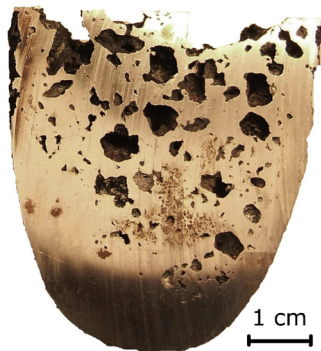


Figure III-7 – Échantillon obtenu lors des essais préliminaires.

Ensuite, des essais employant 20 g d'hydrure et 20 g de poudre de tungstène (comme dans le brevet), introduits et mélangés simultanément dans un creuset contenant du métal, ont été menés. Les deux granulométries de poudre de tungstène ont été testées.

Ici encore, aucune mousse n'a été obtenue, si ce n'est de nouveau quelques porosités individuelles dans des blocs massifs. Par contre, il a pu être noté la présence de poudres violet-vert, vert pomme et jaune-orangé (en dégradé) aux bords du creuset. Après analyse au M.E.B., il a été identifié que ces poudres étaient des oxydes de tungstène. Le dosage des éléments, rendu difficile en raison de la non-conductivité électrique des oxydes, n'a pas permis de déterminer la composition exacte de ce(s) composé(s). Mais une recherche dans le Handbook de Physique et Chimie ([LID1994]) a permis de les identifier. Il s'agit vraisemblablement de W_2O_5 (ou W_4O_{11}) dont la couleur est bleu-violet et de WO_3 dont la couleur est jaune-orangé. La couleur vert pomme doit certainement correspondre à un degré d'oxydation intermédiaire du tungstène.

Le tungstène est donc sensible à l'oxydation lorsqu'il est porté à haute température. Ceci est d'ailleurs confirmé par [LID1994]. L'oxygène attaquant le tungstène se situe très vraisemblablement dans l'atmosphère car un essai de coulée sur de la poudre de tungstène en fond de creuset a montré que celui-ci ne s'oxydait pas.

Ces deux constats (pas de mousse, oxydation du tungstène) ont, d'une part, conduit à considérer des proportions de produits différentes pour espérer voir se former une mousse. D'autre part, ils ont conduit à améliorer la technique d'introduction de la poudre, notamment celle de tungstène, pour qu'elle ne s'oxyde pas. Les essais relatifs à ces deux objectifs sont présentés dans les sections III.4.3 et III.4.4.

III.4.3. Modification des paramètres expérimentaux

III.4.3.1. Présentation des essais

Les premiers essais de moussage, qui ont respecté les conditions opératoires indiquées par [ALB1967], n'ont pas permis d'obtenir une mousse, comme nous venons de le voir. Il a donc été décidé de faire varier les paramètres expérimentaux afin de voir si une mousse pouvait malgré tout être produite en employant de l'hydrure et un « agent promoteur » (agent stabilisant) comme indiqué dans le brevet. L'hydrure permettant assurément de produire le dégagement gazeux souhaité, la recherche de conditions permettant le moussage a essentiellement porté sur l'agent stabilisant. Notamment, il a été pris en compte :

- la nature de l'agent stabilisant (tungstène, molybdène ou carbure de tungstène)
- la quantité d'agent introduite,
- la granulométrie de la poudre (pour le tungstène),
- la température du métal.

La majorité des expériences a été réalisée en employant le four ATYSTM dans sa configuration permettant de faire fondre le métal directement dans un creuset Salmander[®] A1 (cf. schéma de droite de la Figure II-12, § II.3.1, p.61). Ceci a permis d'avoir un creuset à la même température que le métal et a abouti à une meilleure maîtrise de celle-ci. Quelques autres expériences n'ont pas fait appel à cette configuration et ont employé, comme les essais préliminaires, le four CelesTM.

L'introduction des poudres dans le métal s'est faite en versant l'hydrure et l'agent stabilisant sur le métal contenu dans un creuset et en mélangeant au moyen d'une tige en silice. Le métal employé a été de la fonte afin de ne pas faire varier trop de paramètres par rapport à ceux indiqués dans le brevet.

Il serait fastidieux et inutile de présenter dans le détail la quarantaine d'expériences qui ont été menées. Nous nous contenterons de présenter les conclusions qui ont pu être tirées de ce travail. C'est ce qui est proposé dans la section III.4.3.2 qui suit. Néanmoins, il est possible de se référer à l'annexe 5 qui fait la synthèse de la quasi-totalité des essais qui ont été réalisés.

III.4.3.2. Résultats des essais

Le résultat le plus notable de cette série d'essais est qu'il a été possible d'obtenir des mousses de fonte. La Figure III-8 présente un exemple de mousse parmi les plus abouties. Celle-ci a été obtenue en ajoutant 18,5% (en masse) de tungstène (poudre AW2110) et 3% d'hydrure à un bain de fonte initialement à 1473°C. Le tout a été coulé, immédiatement après mélange, dans un moule en sable afin de figer la mousse.



Figure III-8 - Mousse de fonte : vue générale (à gauche) et zoom sur la structure (à droite).

Outre l'obtention d'échantillons de mousse acceptables, les essais ont permis de cerner quelques paramètres de fabrication de mousses de fonte par moussage direct :

- la qualité du moussage (taux de porosité, finesse des pores) dépend de la granulométrie de la poudre d'agent stabilisant (tout au moins pour le tungstène). Une granulométrie trop fine (poudre AW1106) ne permet pas de bien mélanger la poudre au métal car le phénomène d'oxydation est trop important. Aucune mousse n'a pu être obtenue avec une telle poudre. A l'inverse, en employant une granulométrie trop grossière (poudre AW2123, de taille moyenne de particules 4,5 μm) il est plus difficile d'obtenir une mousse où les porosités sont fines et bien réparties. Ceci est certainement la conséquence de la dégradation plus rapide des mousses (coalescence, drainage) généralement observée lorsque les particules sont plus grosses. L'emploi de poudre AW2110 (taille moyenne des particules de 1,5 μm) a constitué la meilleure alternative ;
- les meilleurs résultats ont été obtenus pour un ajout de tungstène (AW2110) correspondant à 18,5% de la masse totale du bain, soit près de 5 fois plus que ce qui est indiqué dans le brevet. Même si les pertes par oxydation ont été non négligeables, un tel écart n'a pas pu être justifié. En pesant les poudres dispersées autour du creuset et en considérant qu'il s'agissait de WO_3 ou de W_2O_5 , ces pertes ont été estimées à 15% environ de la masse de tungstène introduite ;
- l'emploi de poudre de molybdène (taille moyenne de particule de 2,5 – 3,5 μm , achetée à H.C. Stark), ou de carbure de tungstène (taille moyenne de particule : 1,5 μm , réf. Eurotungstène CW5200) permet également d'obtenir un moussage. Celui-ci est d'ailleurs beaucoup plus important avec du carbure de tungstène qu'avec du tungstène. Ces deux produits semblent être moins sujets à l'oxydation que le tungstène. Cependant, pour eux, il n'a pas été effectué d'essais complémentaires pour optimiser quantité et granulométrie à adopter, les travaux s'orientant alors déjà vers l'application aux aciers ;
- la température du métal joue un rôle important. L'expansion de la mousse est faible si le bain est trop « froid » (terme à pondérer en fonction des quantités de poudres introduites qui ont tendance à refroidir le métal). Si le bain est trop chaud, la mousse retombe avant d'être solidifiée. Une explosion peut aussi intervenir lorsque la température du bain est élevée ;
- le refroidissement de la mousse doit être rapide car celle-ci se dégrade très vite. Cependant, s'il est trop rapide, la structure de la mousse devient orientée. C'est ce qui s'est passé lorsque la mousse a été coulée dans un tube en acier, comme le montre la Figure III-9.



Figure III-9 - Mousse de fonte solidifiée dans un tube en acier.

Afin de s'assurer du rôle du tungstène dans le processus de stabilisation, quelques observations au M.E.B. ont été effectuées. Celles-ci ont montré que le tungstène était essentiellement présent autour des bulles sous deux formes : des particules solides et un eutectique, présentés respectivement en Figures III-10 et III-11. La première figure montre des particules solides observées au niveau de la paroi d'une bulle. L'analyse E.D.S. montre qu'une partie de ces particules est du tungstène, l'autre est à base de zirconium (certainement le produit restant de la décomposition de l'hydruure). La seconde figure montre quelques clichés de l'eutectique sur une coupe de la mousse.

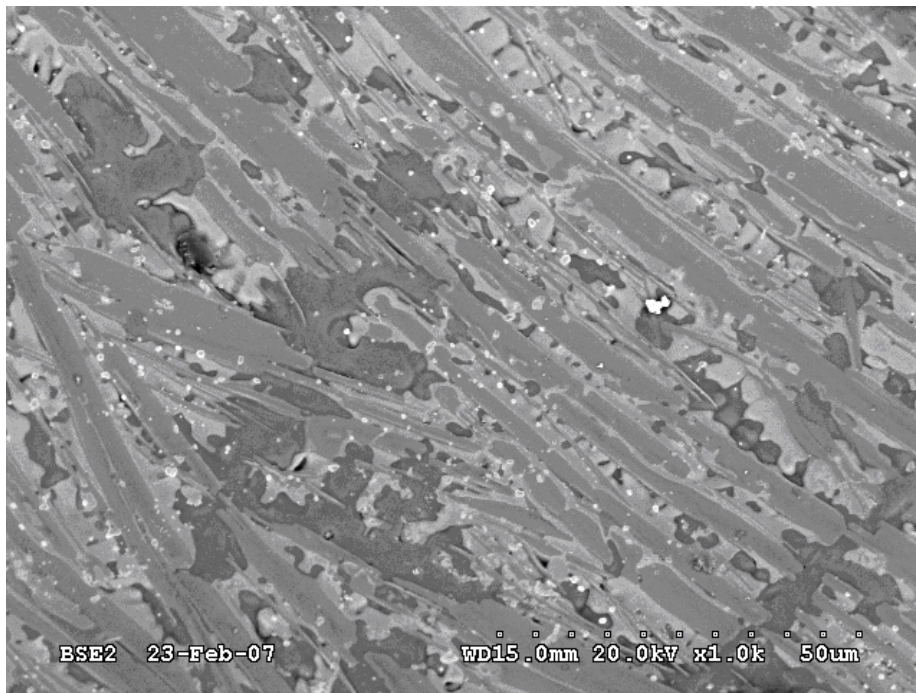


Figure III-10 - Particules solides (en blanc) au niveau de la paroi d'une bulle. Image en électrons rétrodiffusés.

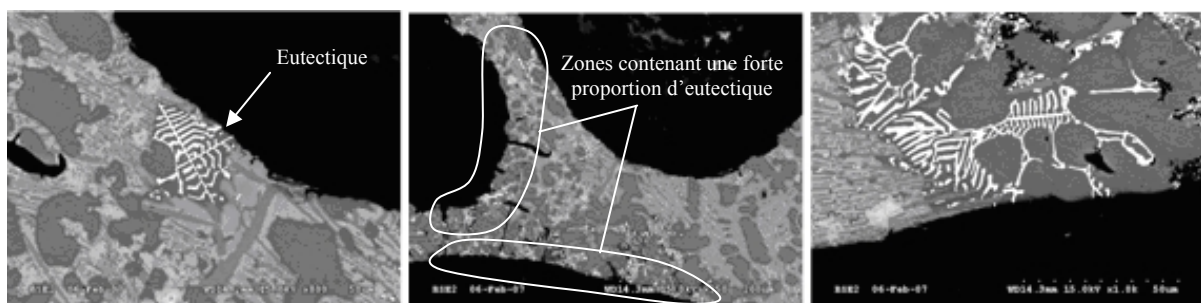


Figure III-11 –Eutectiques observés sur des coupes de mousse, au bord de porosités. Image en électrons rétrodiffusés.

La composition de la phase blanche de l'eutectique a été déterminée au moyen de l'E.D.S. La Figure III-12 montre un exemple de quantification ainsi réalisée et fait apparaître le spectre obtenu. Il a été trouvé que cette phase était composée pour un tiers de tungstène et pour deux tiers de fer* en termes de composition atomique. L'autre phase de l'eutectique, qui lui est accolée (et repérée par le rectangle 2 de la Figure III-12), est quant à elle quasi-exclusivement composée de fer. Un tel eutectique a déjà été rencontré par Taran et al. ([TAR1972]). D'après eux, cet eutectique est un carbure du type $(Fe,W)_x C$ et de l'austénite, ce qui concorde avec nos mesures.

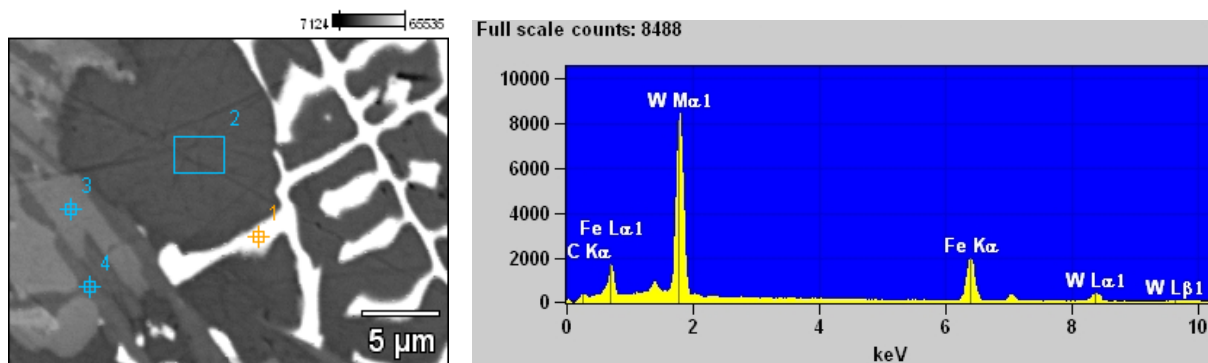


Figure III-12 – Eutectique (à gauche) et spectre de l'analyse E.D.S. (à droite) au niveau du point 1.

Le tungstène présent sous la forme de cet eutectique n'a certainement pas eu de rôle stabilisateur puisqu'il résulte de la solidification d'un liquide. Cependant, sa localisation, principalement au bord des porosités, atteste de la présence de tungstène à ce niveau. Cette observation, couplée au fait que des particules de tungstène ont été retrouvées au niveau de la paroi, confirme que le tungstène est bien un agent stabilisant. Par ailleurs, la présence d'eutectique permet d'avancer une explication à la faible efficacité du tungstène en tant qu'agent stabilisant. En effet, cet eutectique résulte de la solidification du métal liquide, ce qui met en lumière le fait qu'une fraction de tungstène se dissout dans ce métal.

En résumé, il a été possible de produire des mousses de fonte par une technique de moussage à l'état liquide. Le tungstène, le molybdène ainsi que le carbure de tungstène peuvent constituer les agents stabilisants de cette mousse, comme il pouvait être prévu à la lecture du brevet d'Albright et Chilcott ([ALB1967]). Ce rôle d'agent stabilisant a d'ailleurs été confirmé, pour le tungstène, par des observations au M.E.B. Mais les proportions d'agent stabilisant à employer sont bien supérieures à celles mentionnées dans le brevet, ce qui rend la technique peu attractive d'un point de vue coût.

Une partie de l'excès de consommation d'agent stabilisant peut s'expliquer par les pertes par oxydation. C'est pourquoi le mode d'introduction a été travaillé, comme il sera vu dans la section III.4.4. Mais il manque encore beaucoup d'explications pour justifier l'écart entre la quantité d'agent stabilisant nécessaire pour obtenir une mousse de fonte et celle mentionnée dans le brevet. La dissolution du tungstène ne peut pas expliquer cet écart car ce phénomène est certainement aussi intervenu pour Chilcott et Albright.

* Pour cette détermination de composition, le carbone, dont la présence n'a été avérée qu'en faible quantité, n'a pas été quantifié car son origine est toujours incertaine. En effet, celui-ci peut provenir de la vaporisation d'huile de la pompe à diffusion d'huile du M.E.B. ou bien provenir du produit de nettoyage de l'échantillon (de l'alcool par exemple).

Nous n'avons pas cherché à comprendre tous les mécanismes physico-chimiques pouvant expliquer cette surconsommation d'agent stabilisant. Il en est de même s'agissant des explosions qui ont pu intervenir. Il n'a pas non plus été cherché à améliorer la qualité de la mousse de fonte car notre objectif principal était de transférer les résultats obtenus à l'acier, dans l'optique de pallier les difficultés rencontrées directement avec ce métal. Cette adaptation à l'acier sera développée dans la section III.4.5.

III.4.4. Amélioration du mode d'introduction

Lors de l'introduction de la poudre de tungstène dans la fonte, des pertes par oxydation de cet élément sont intervenues. Par ailleurs, le mode de mélange des poudres précédemment présenté est assez « artisanal » et peut difficilement être adapté à la réalisation de pièces complexes. C'est pourquoi, en parallèle de l'étude sur l'adaptation aux aciers du procédé de moussage (cf. § III.4.5), un travail sur l'efficacité de l'introduction des poudres dans la fonte a été entrepris. Celui-ci a consisté à élaborer une technique d'introduction des poudres, présentée dans cette section.

III.4.4.1. Présentation du dispositif d'introduction des poudres

La Figure III-13 présente le schéma et la photographie du dispositif développé pour introduire les poudres dans le métal. Ce dispositif est composé d'un bassin de coulée réalisé au moyen d'un manchon isotherme afin de limiter le refroidissement du métal. Ce bassin est initialement obturé par une quenouille en sable, poteyée au zircon pour qu'elle résiste à la température. Une fois le bassin rempli, la quenouille est retirée de son siège pour laisser couler le métal.

La quenouille est munie, en son centre, d'un tube. Une tige, d'un côté en acier, de l'autre en papier rempli des poudres à introduire, est placée à l'intérieur de ce tube. Au moment où la quenouille libère le passage de métal, la tige est progressivement enfoncée. Ainsi, le papier qui brûle au contact du métal libère les poudres dans celui-ci, sans contact avec l'atmosphère.

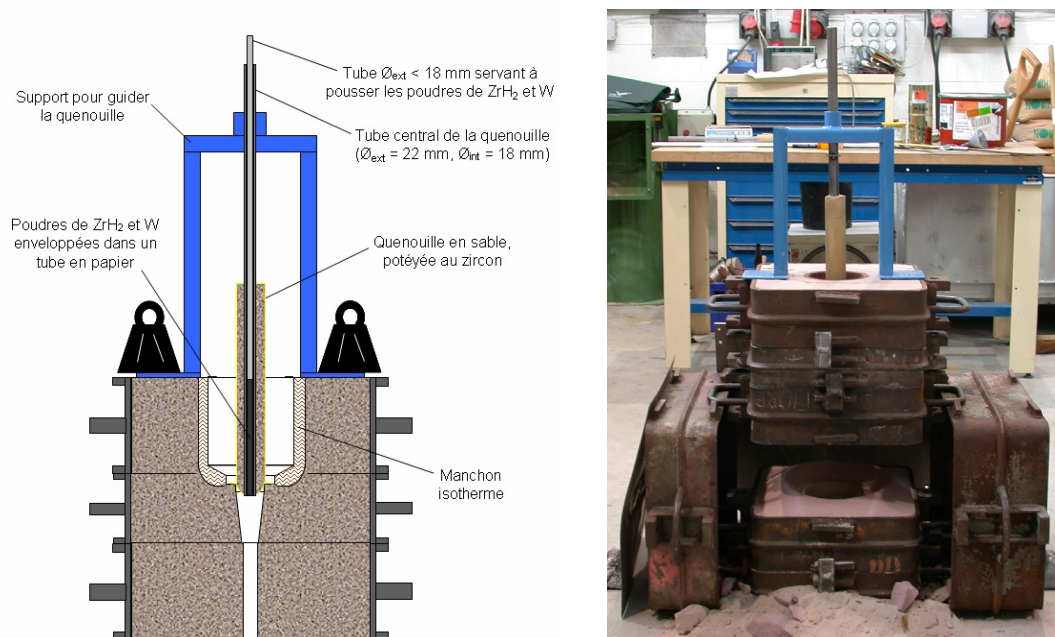


Figure III-13 – Schéma (à gauche) et photographie (à droite) du montage expérimental permettant d'introduire progressivement les poudres d'agent moussant et d'agent stabilisant dans le métal liquide.

III.4.4.2. Résultats des essais

Le dispositif développé permet d'introduire une quantité limitée de poudres dans le métal. S'il est tenté d'en introduire trop, la turbulence de l'écoulement ne suffit pas à réaliser le mélange. Ceci a été le cas même lorsque la turbulence de l'écoulement a été « travaillée » grâce à un serpentin à la sortie du dispositif d'introduction des poudres. Au final, il n'a été possible que d'introduire au maximum 1/5^{ème} de la quantité de poudre nécessaire pour réaliser le moussage. Aucune mousse n'a de ce fait été obtenue. De plus, le contact brutal entre le métal et la poudre a systématiquement conduit à une explosion, dont l'ampleur a été variable.

Le dispositif serait donc plus adapté à l'introduction de poudres non réactives en quantités limitées. La quantité importante de poudres exigée par le procédé nécessite le recours à des moyens de mélange intensif que la seule turbulence d'un écoulement ne peut pas égaler. Seul un brassage mécanique (ou électromagnétique !) pourrait convenir. Mais ce type d'équipement nécessiterait un investissement très important. Il a donc été décidé que l'adaptation du procédé au moussage des aciers devait d'abord être maîtrisée avant de reconsidérer l'efficacité de l'introduction des poudres.

III.4.5. Essais sur des aciers et étude de l'explosibilité

III.4.5.1. Premiers essais sur des aciers inoxydables

Les premiers essais de moussage d'acier ont été réalisés en employant des aciers inoxydables dans lesquels ont été introduits de l'hydrure et du tungstène dans les mêmes proportions que dans les fontes. Ce choix de métal s'est justifié par le fait que l'hydrure de zirconium semblait être enclin à exploser lorsque la température du métal était trop élevée. Les aciers inoxydables, pour lesquels l'état liquide est obtenu à une température relativement basse en comparaison des autres nuances d'acier, semblaient donc être adaptés.

Tous ces essais se sont traduits par des explosions extrêmement violentes ou par une absence totale de moussage. Dans tous ces cas, en plus de l'oxyde de tungstène, il a été retrouvé une importante quantité de poudre blanchâtre et/ou brillante. Après analyse au M.E.B., il s'est avéré que cette poudre contenait du zirconium et de l'oxygène. Le dosage par l'E.D.S. indique qu'en termes de composition atomique cette poudre est formée d'un tiers de zirconium et de deux tiers d'oxygène. La Figure III-14 présente un exemple de dosage de la poudre par E.D.S. Même si le dosage des oxydes est toujours incertain (problème de chargement électronique de l'oxyde lié au manque de conductivité électrique), il y a de fortes chances que cette poudre soit du ZrO_2 , le seul oxyde de zirconium qui existe ([LID1994]).

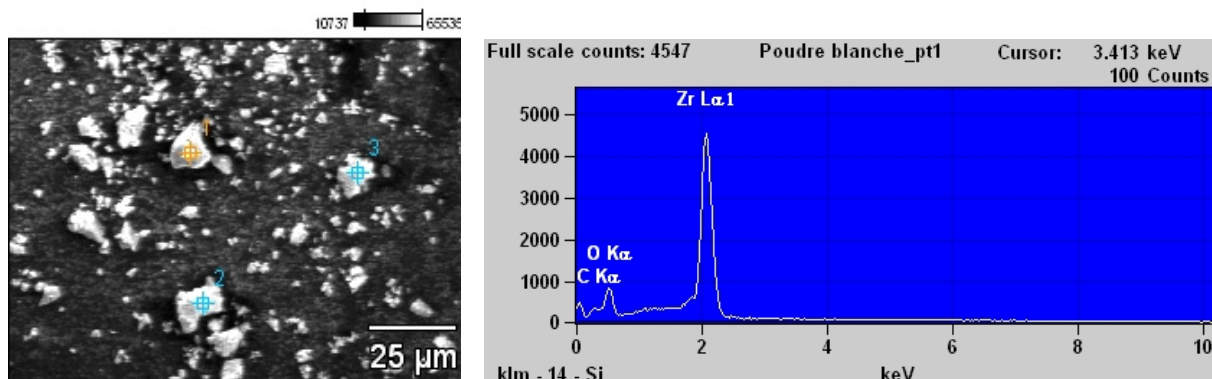


Figure III-14 –Photographie au M.E.B. de la poudre blanche retrouvée (à gauche) et dosage de cette poudre au moyen de la sonde E.D.S., au niveau du point 1 repéré sur la photographie (à droite).

Ce premier résultat a montré que le phénomène d'explosion, qui semblait pouvoir être évité dans le cas des fontes en ayant une température de bain relativement basse, empêche l'application du procédé aux aciers... tout au moins aux aciers inoxydables. Pour y remédier, nous avons suivi deux pistes. La première, présentée dans la section III.4.5.2 a consisté à essayer de trouver l'origine de cette explosion pour pouvoir prendre les dispositions nécessaires. La seconde piste a consisté à effectuer des essais de moussage sur une fonte de plus en plus appauvrie en carbone. L'obtention d'une mousse avec ce type de métal ayant déjà été réussie, le but a alors été d'en transférer progressivement la maîtrise vers les aciers.

III.4.5.2. Etude de l'explosibilité de l'hydrure de zirconium

Les apparitions de l'explosion ont été soudaines. Ce phénomène n'intervient pas de façon progressive : il y a une explosion ou il n'y en a pas. Il semble donc peu probable que cette explosion soit le résultat d'une cinétique de décomposition de l'hydrure qui serait accélérée, même si elle intervient principalement lorsque le métal a une température élevée. La soudaineté de l'évènement nous a amenés à penser que cette explosion était la conséquence d'une réaction qui dans certains cas peut avoir lieu et dans d'autres non.

Par ailleurs, nous avons remarqué que les explosions étaient plus fréquentes à la fin d'une série d'essais lorsque celle-ci consistait à fondre une charge de fonte au four CelesTM et à prélever du métal au moyen de creusets. Le maintien prolongé du métal à l'état liquide semblait donc jouer un rôle.

Enfin, pour les essais sur de l'acier inoxydable, il y a eu une importante production d'oxyde de zirconium, comme nous l'avons déjà signalé.

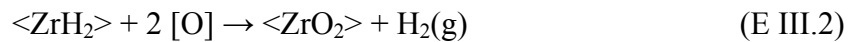
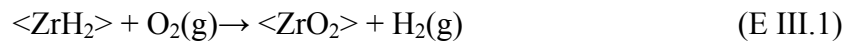
Tous ces constats nous ont fait penser que l'oxygène pouvait jouer un rôle. En effet, l'implication de cet élément pouvait apporter quelques explications :

- dans le cas de la fonte, l'explosion est intervenue pour des températures plutôt élevées. Or, la solubilité de l'oxygène dans les fontes augmente avec la température ([GHO1975]) ;
- laisser le bain de fonte liquide pendant un certain temps revient à laisser s'oxyder les éléments les plus oxydables (Si, C...). La disparition de ces éléments décale les équilibres thermodynamiques de leurs réactions d'oxydation, si bien que le taux d'oxygène dissous augmente ;
- les aciers, surtout les aciers inoxydables, ont des taux d'oxygène dissous importants. Par exemple, dans un acier à 26% de chrome, l'activité de l'oxygène peut atteindre quelques centaines de ppm ([DAI2005]), ce qui est conséquent comparé à celle dans les fontes qui dépasse rarement les 40 ppm ([GHO1975]). La plus forte présence d'oxygène dans les aciers pourrait expliquer la violence de l'explosion.

Considérations thermodynamiques

Supposant l'oxygène responsable de l'explosion de l'hydrure de zirconium, nous avons cherché à savoir s'il existait une réaction d'oxydation de ce composé qui pourrait intervenir dans certains cas et pas dans d'autres. Nous avons donc considéré toutes les réactions possibles d'oxydation de l'hydrure de zirconium : celle de son atome de zirconium et celle de ses atomes d'hydrogène.

Deux réactions d'oxydation du zirconium contenu dans ZrH_2 peuvent avoir lieu selon la provenance de l'oxygène (atmosphérique ou dissous) :



où $\langle \rangle$ indique que l'élément est solide,
 $[]$ indique que l'élément est dissous dans l'acier,
 (g) indique que l'élément est gazeux.

Le logiciel de thermochimie HSC attribue à la réaction chimique (E III.1) l'énergie libre suivante :

$$\Delta_r G_1^0 = -920462 + 46,1 \cdot T \quad (\text{en } J \cdot \text{mol}^{-1})$$

Il peut être vérifié que cette énergie est proche de celle calculée à partir des données disponibles dans [WAN1995] et [GHO2001] (le premier article donne une expression de l'énergie libre de la réaction $\langle ZrH_2 \rangle \rightarrow \langle Zr \rangle + H_2(g)$ tandis que les annexes du second permettent de calculer, entre autres, l'énergie libre de la réaction $\langle Zr \rangle + O_2(g) \rightarrow \langle ZrO_2 \rangle$).

La pression partielle d'oxygène P_{O_2} au-dessus de laquelle cette réaction a lieu est alors donnée par :

$$P_{O_2} = \frac{P_{H_2} \cdot a_{ZrO_2}}{a_{ZrH_2} \cdot \exp\left(-\frac{\Delta_r G_1^0}{RT}\right)}$$

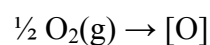
où a est une activité thermodynamique,
 P_x est la pression partielle du gaz x dans la phase gazeuse (s'il y en a une).

Comme ZrO_2 et ZrH_2 sont solides ($a_{\text{solide}} = 1$) et que le milieu est ouvert ($P_{\text{tot}} = 1 \text{ bar}$), il en résulte que :

$$P_{O_2} \leq \frac{1}{\exp\left(-\frac{\Delta_r G_1^0}{RT}\right)}$$

Pour toute température inférieure à 1650°C , $P_{O_2} \leq 2,55 \cdot 10^{-23} \text{ bar}$. La réaction peut donc avoir lieu, quelle que soit la température. Ce n'est donc pas cette réaction qui est à l'origine de l'explosion (sauf si sa cinétique, qui n'est pas connue, varie brutalement. Mais ceci est très peu probable).

La réaction (E III.2) est la combinaison de la réaction (E III.1) et de la dissolution de l'oxygène dans le fer, c'est-à-dire la réaction :



D'après Perrot et Foct ([PER2003]), l'énergie libre de cette réaction de dissolution d'oxygène vaut :

$$\Delta_r G_{\text{ox}}^0 = -111530 - 6,81 \cdot T \text{ (en J.mol}^{-1}\text{)}$$

Il en résulte que l'énergie libre de la réaction (E III.2) est :

$$\Delta_r G_2^0 = -697402 + 59,72 \cdot T \text{ (en J.mol}^{-1}\text{)}$$

L'activité en oxygène du bain d'acier à partir de laquelle la réaction (E III.2) se produit est donnée par :

$$a_o = \sqrt{\frac{P_{\text{H}_2} \cdot a_{\text{ZrO}_2}}{a_{\text{ZrH}_2} \cdot K_1}} = \sqrt{\frac{P_{\text{H}_2}}{\exp\left(-\frac{\Delta_r G_2^0}{RT}\right)}} \leq \sqrt{\frac{1}{\exp\left(-\frac{\Delta_r G_2^0}{RT}\right)}}$$

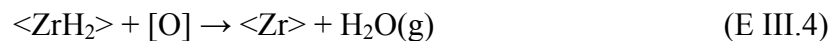
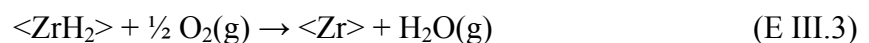
Pour toute température inférieure à 1650°C, $a_o \leq 1,23 \cdot 10^{-8} \%$ soit $1,23 \cdot 10^{-4}$ ppm.

Encore une fois, cette activité est atteinte dans toutes les nuances d'acier et de fonte. Ce n'est donc pas cette réaction qui peut provoquer l'explosion.

Les calculs de thermodynamique montrent que les réactions (E III.1) et (E III.2) peuvent avoir lieu dans les conditions de production usuelles des métaux. Elles expliquent la présence d'oxydes de zirconium à la fin de certains essais. Le fait que la présence de cet oxyde de zirconium n'ait pas été forcément constatée avec la fonte n'est pas incohérent. En effet, la plus forte activité en oxygène dans les aciers permet une production d'oxyde plus conséquente que dans le cas de la fonte, ce qui en a certainement facilité l'observation.

L'oxydation du zirconium contenu dans l'hydrure de zirconium ne semble pas pouvoir provoquer d'explosion. Nous nous sommes donc intéressés à l'oxydation de l'hydrogène contenu dans ce composé.

Tout comme le zirconium, l'hydrogène peut être oxydé soit par l'oxygène de l'atmosphère, soit par l'oxygène dissous dans le métal. Ces réactions d'oxydation s'écrivent :



D'après le logiciel HSC, nous avons :

$$\Delta_r G_3^0 = -90246 - 72,94 \cdot T \text{ (en J.mol}^{-1}\text{)}$$

En menant un raisonnement identique à celui mené pour la réaction (E III.1), on montre que la pression d'oxygène nécessaire pour que la réaction (E III.3) ait lieu est $P_{\text{O}_2} \leq 3,00 \cdot 10^{-13}$ bar.

Cette pression en oxygène est très largement dépassée pour une élaboration à l'air libre et la réaction peut toujours avoir lieu (c'est sa cinétique qui détermine l'ampleur de sa participation). Elle n'est donc pas à l'origine de l'explosion.

Comme pour la réaction (E III.2), la réaction (E III.4) est la combinaison de la réaction (E III.3) et de la dissolution de l'oxygène dans l'acier ou la fonte. L'énergie libre de (E III.4) est donc :

$$\Delta_r G_4^0 = 21284 - 66,13 \cdot T \text{ (en J.mol}^{-1}\text{)}$$

L'activité en oxygène à partir de laquelle cette réaction a lieu est exprimée par :

$$a_o = \frac{P_{H_2O} \cdot a_{<Zr>}}{a_{<ZrH_2>} \cdot \exp\left(\frac{-21284 + 66,129 \cdot T}{8,3145 \cdot T}\right)} \leq \frac{1}{\exp\left(\frac{-21284 + 66,129 \cdot T}{8,3145 \cdot T}\right)}$$

Les valeurs d'activité en oxygène à partir desquelles la réaction (E III.4) peut avoir lieu sont répertoriées dans le Tableau III-2 (en prenant $P_{H_2O} = 1$ bar). Pour une température donnée, la réaction peut avoir lieu lorsque l'activité en oxygène du bain est supérieure à celle indiquée dans le tableau. Bien entendu, ces valeurs sont des estimations. Cependant, l'ordre de grandeur est certainement bon.

Température	a_o
1350°C	17,0 ppm
1400°C	16,2 ppm
1450°C	15,5 ppm
1500°C	14,9 ppm
1550°C	14,3 ppm
1600°C	13,8 ppm
1650°C	13,3 ppm

Tableau III-2 – Activités en oxygène à partir desquelles la réaction (E III.4) peut avoir lieu.

Selon leur température et leur composition, les fontes peuvent avoir des activités en oxygène inférieures ou supérieures aux valeurs rencontrées dans le Tableau III-2 ([GHO1975]). Les aciers dépassent ces valeurs s'ils ne sont pas calmés ([AYM1996]). De plus, il est bien connu que l'oxydation de l'hydrogène gazeux est explosive. Il est donc apparu probable que la réaction (E III.4) soit à l'origine de l'explosion de l'hydrure lors de certaines expériences.

Nous avons voulu vérifier le rôle de l'oxygène au travers d'une campagne d'essais sur de la fonte. Deux fusions au four CelesTM ont eu lieu. Les essais ont consisté à :

- mesurer la température et l'activité en oxygène du bain au moyen d'une sonde à oxygène Celox[®] d'Heraeus-ElectroniteTM ;
- prélever, tout de suite après, 500 g de métal environ au moyen d'un creuset Salamander[®] A1 précédemment préchauffé au chauffe-poche ;
- introduire et mélanger 20 g d'hydrure de zirconium ;
- observer la réaction du bain (explosion ou non).

Pour la plupart des essais, le bain n'a pas subi de désoxydation. L'activité de l'oxygène a donc été une conséquence des variations de température et de l'oxydation des éléments dans le temps. Seuls quelques essais ont eu lieu après désoxydation du bain à l'aluminium. Les résultats de ces essais sont synthétisés dans la Figure III-15. Cette figure donne, pour chacun des essais, la température et l'activité en oxygène du bain juste avant prélèvement du métal. Par un code couleur, elle indique s'il y a eu explosion ou non (vert s'il

n'y a pas eu d'explosion et rouge s'il y en a eu une). Elle fait aussi apparaître si le bain avait été précédemment désoxydé à l'aluminium (essais repérés par un point noir).

La Figure III-15 montre clairement qu'il n'a pas été possible d'associer la réaction explosive à la présence d'oxygène. Pire, cette réaction a été encore plus violente lorsque le bain avait été précédemment désoxydé à l'aluminium. La question a alors été de savoir si l'apparition de l'explosion sur un métal désoxydé prouvait que l'oxygène ne joue pas de rôle dans l'explosion ou bien que la présence d'aluminium peut être à l'origine d'une réaction supplémentaire (explosive) avec l'hydrure.

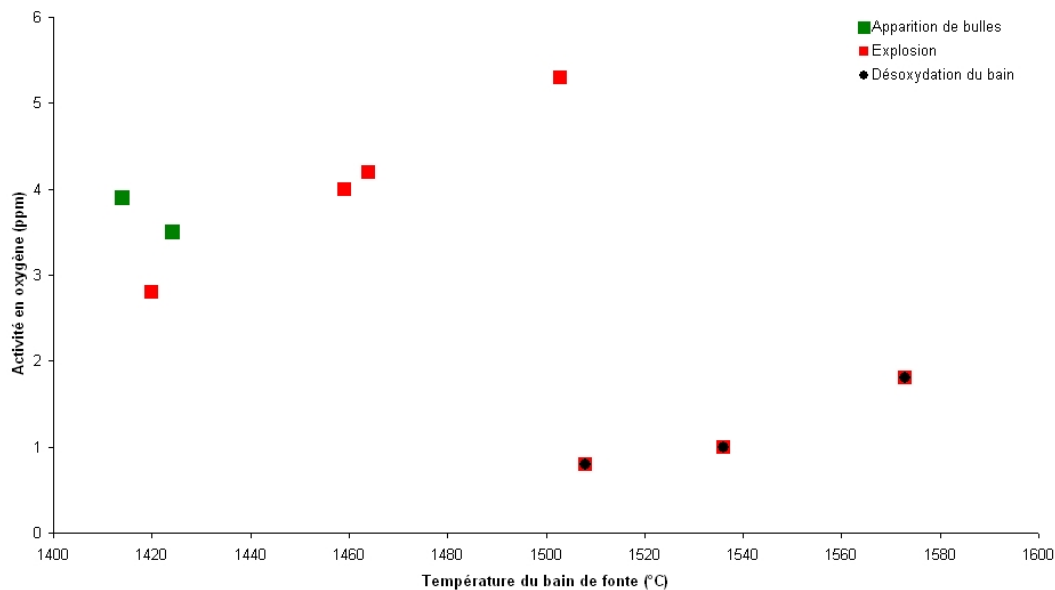


Figure III-15 – Comportement de l'hydrure lors de son introduction dans la fonte en fonction de la température et de l'activité en oxygène du métal.

En résumé, à la suite d'observations, nous avons suspecté l'oxygène dissous dans le métal (fonte ou acier) d'être à l'origine du comportement explosif parfois observé de l'hydrure de zirconium. Une simple considération thermodynamique a permis de confirmer qu'il pouvait exister une réaction susceptible de provoquer cette explosion. Mais l'expérience ne confirme pas les hypothèses que nous avons faites.

Il aurait pu être entrepris de rechercher d'autres hypothèses pouvant expliquer l'explosion de l'hydrure et de les vérifier. Mais ceci promettait de représenter un travail considérable, dont l'issue aurait peut-être été de prouver qu'il n'est pas possible d'employer l'hydrure pour faire mousser les aciers. Or, notre objectif était de proposer une technique de fabrication viable permettant de produire des échantillons de qualité. Nous ne pouvions donc pas nous permettre d'étudier plus en profondeur l'explosibilité de l'hydrure.

III.4.5.3. Moussage d'une fonte de plus en plus appauvrie en carbone

Les essais de moussage faisant appel à de la fonte, dans laquelle de l'hydrure de zirconium et du tungstène ont été ajoutés, ont abouti à des résultats plutôt encourageants. Pourtant les essais sur l'acier inoxydable, présentés dans la section III.4.5.1, montrent que l'application de cette technique aux aciers ne pouvait se faire directement.

Le principe des essais présentés dans cette section a été de réaliser des mousses avec de la fonte contenant de moins en moins de carbone, qui à terme est un acier.

Principe des essais

Une charge de fonte contenant environ 3,5% de carbone en masse a été fondue au four Celes™. Environ 600 g de métal ont été prélevés au moyen de creusets Salamander A1® puis des poudres de tungstène et d'hydrure y ont été ajoutées. Une fois que les paramètres pour obtenir un bon moussage (température du métal, quantité de poudres de tungstène) ont été identifiés, le bain de fonte a alors été partiellement décarburé.

Une nouvelle série d'essais de moussage a suivi. Les conditions pour obtenir un bon moussage ont été recherchées, avec comme point de départ les conditions de moussage identifiées à partir des essais ayant eu lieu sur la fonte plus riche en carbone. Une fois les paramètres de moussage identifiés pour la nouvelle composition du métal, le bain a été à nouveau décarburé et ainsi de suite.

Les teneurs en carbone et en silicium du bain, ainsi que sa température de liquidus, ont été déterminés par analyse thermique avant chaque essai. L'ajustement en composition s'est fait par ajout d'éléments ou augmentation de la température du bain pour qu'il s'oxyde.

Résultat des essais

L'ensemble des résultats issus de cette série d'expériences est donné dans le Tableau III-3. Celui-ci précise le comportement du métal qui a été observé pour chacun des essais. Il indique aussi les données fournies par l'analyse thermique, la température du métal au moment de son prélèvement ainsi que la quantité de poudre de tungstène (AW2110) qui a été introduite. Au cours de ces essais, la quantité d'hydrure, elle, n'a pas varié et a été de 20 g.

Série d'essais	% C	% Si	T _{liquidus}	T _{four}	Quantité de poudres de W	Comportement du bain
Fonte à 3,5% de carbone	3,42%	1,80%	1191°C	1478°C	80 g	Très bon moussage
Fonte à 3% de carbone	3,12%	1,78%	1226°C	1492°C	70 g	Moussage médiocre
	3,15%	1,78%	1224°C	1491°C	140 g	Pas de moussage
	3,00%	1,77%	1241°C	1456°C	140 g	Moussage médiocre
	3,26%	1,80%	1210°C	1485°C	80 g	Moussage acceptable
Fonte à 2,5% de carbone	2,55%	1,85%	1292°C	1496°C	80 g	Explosion
	2,55%	1,85%	1292°C	1481°C	80 g	Moussage médiocre
	2,34%	2%	1311°C	1487°C	100 g	Moussage acceptable
« Fonte » à 2% de carbone	≈ 2,1%*	≈ 2%*	1439°C	1511°C	100 g	Moussage très médiocre. Difficulté d'insertion des poudres.
	< 2,1%**	≈ 2%**	1439°C	1578°C	100 g	Explosion
	< 2,1%**	≈ 2%**	1439°C	1601°C	100 g	Difficulté d'insertion des poudres. Aucune réaction (ni moussage, ni explosion)
	< 2,1%**	≈ 2%**	1439°C	1662°C	100 g	Idem

* Composition déterminée à partir de la courbe de refroidissement fournie par un thermocouple plongé dans un creuset de métal en cours de solidification (l'analyseur thermique ne permettait pas de déterminer une telle composition, hors de son champ de mesure).

** Les thermocouples ne résistant pas à la chaleur pendant un temps suffisant, il n'a pas été possible de déterminer la composition de la fonte au moyen de l'analyse thermique pour ces trois essais.

Tableau III-3 – Réaction du métal lors de l'introduction de poudres selon la quantité de poudres introduites, la composition du métal et sa température.

Les essais montrent que le tungstène est de plus en plus difficile à insérer dans la fonte au fur et à mesure que sa teneur en carbone diminue. Il est de moins en moins mouillé par le métal. Peut-être pourrait-on associer ce phénomène à la présence de plus en plus importante d'oxygène dissous qui aurait tendance à oxyder la surface des particules de poudre et à en modifier la mouillabilité. Mais, pour résoudre ce problème, quel remède apporter puisque la désoxydation à l'aluminium semble favoriser la réaction explosive que peut avoir l'hydrure (cf. § III.4.5.2) ?

De plus, la qualité du moussage semble être d'autant plus médiocre que la teneur en carbone est basse. Pour une « fonte » à 2% en carbone (l'appellation est abusive), l'hydrure a semblé ne plus pouvoir provoquer de dégagement gazeux. Cette observation est proche de celle déjà faite par d'autres chercheurs travaillant sur les mousses obtenues à partir de poudres métalliques compactées. En effet, dans le cas de celles-ci, il n'a pas été possible d'obtenir de mousse pour un métal dont la teneur en carbone était inférieure à 0,7% (cf. § I.2.3). Mais dans ce cas, l'agent moussant était bien différent de celui employé dans nos essais. Il y a peut-être un phénomène commun à ces deux types de techniques qui pourrait expliquer l'impossibilité de créer une mousse lorsque la teneur en carbone est trop basse. Mais celui-ci n'a pas été identifié.

III.4.6. Conclusion sur les essais employant l'hydrure de zirconium

En résumé, des essais de moussage de métaux ferreux liquides ont été réalisés en faisant appel à de l'hydrure de zirconium et à des métaux ou carbures en poudre. Ils ont montré qu'il était ainsi possible de former une mousse métallique. Mais celle-ci n'a pu être obtenue que lorsque le métal était de la fonte. Les essais de moussage d'un acier se sont rapidement heurtés à des problèmes de faisabilité qu'il conviendrait de résoudre à travers de nombreuses études (mouillabilité du tungstène, conditions d'explosion de ZrH_2 , implication du carbone dans le processus de moussage). Mais ces études risquent d'être chères et très gourmandes en temps.

Le but de la thèse étant d'aboutir à un procédé applicable rapidement au niveau industriel, les difficultés à surmonter pour adapter cette technique de moussage aux aciers sont apparues disproportionnées en comparaison des chances d'obtention d'une mousse compétitive face à celles en aluminium. En effet, la qualité du produit, même en fonte, reste toute relative comparée aux mousses d'aluminium (elle est cependant satisfaisante comparée à ce qui a pu être fait en acier par métallurgie des poudres, cf. § I.2.3). Notamment, l'homogénéité de la répartition des porosités peut encore largement être améliorée. De plus, après avoir surmonté les difficultés précédemment évoquées, une étude visant à optimiser la mousse aurait aussi été nécessaire.

Toutes ces considérations, combinées au fait que les produits employés sont extrêmement coûteux et ne permettent pas de tirer profit du faible coût matière des aciers, ont amené à abandonner le moussage au moyen d'hydrures, mettant ainsi un terme, d'une façon plus générale, aux études de « moussage d'un métal liquide ». Cette voie a été abandonnée au profit d'une autre voie, beaucoup plus prometteuse : l'infiltration de préformes, dont l'étude constitue l'objet du prochain chapitre.

IV. Infiltration d'une préforme

Les techniques d'infiltration consistent à faire pénétrer un métal liquide dans un réseau de porosités dont la forme est globalement celle d'une mousse, comme il a été détaillé dans la bibliographie (cf. § I.4). Une fois solidifié, ce métal a alors la morphologie d'une mousse à porosités ouvertes ou semi-ouvertes.

Les techniques d'infiltration se distinguent principalement par le mode de réalisation du réseau poreux. A ce titre, rappelons qu'il existe deux familles de techniques :

- celles d'infiltration d'une préforme, où le réseau de porosités est constitué par l'empilement (en vrac) de billes ou de granulats, appelés précurseurs. Elles permettent de réaliser des matériaux poreux à relativement faible coût ;
- celles d'infiltration d'un moule à modèle perdu, où une mousse en polymère est recouverte de barbotine qui est ensuite solidifiée. Le réseau de porosités est alors obtenu après évacuation de cette mousse par brûlage. Ces techniques sont très coûteuses mais permettent d'obtenir des mousses de faible densité relative.

Pour des raisons de coût et de taille d'échantillons réalisables, nous avons choisi de privilégier l'étude des techniques appartenant à la première de ces deux familles (cf. § II.4.3). Pour réaliser des mousses d'aluminium, ces techniques emploient principalement du chlorure de sodium (sel de table) ou du sable aggloméré pour réaliser les précurseurs, qui sont généralement des billes. Concernant ces matériaux, il peut être noté que :

- l'emploi de sel est assez courant car il offre une facilité d'extraction par dissolution. Cependant, il n'a jamais été considéré pour mettre en forme des aciers ;
- l'utilisation de sable aggloméré, par contre, a déjà été employée pour mettre en forme des métaux ferreux par infiltration... mais elle est protégée par un brevet ([ZWI1998]).

Fort de ces considérations, il a été décidé, dans un premier temps, de tester l'usage du sel pour réaliser une préforme et fabriquer des mousses d'acier. Un autre matériau pour réaliser la préforme, présentant nombre d'avantages, a aussi été testé : le verre. Les essais relatifs à l'emploi de ces préformes seront abordés dans la première partie de ce chapitre.

Par ailleurs, il peut être constaté que les travaux menés sur les procédés d'infiltration d'une préforme ont essentiellement porté sur la nature des matériaux utilisés pour réaliser les précurseurs, qui sont toujours des billes ou des granulats. Or, l'empilement en vrac de ces derniers pour réaliser un réseau de porosités aboutit généralement à des mousses métalliques dont les densités relatives sont importantes (cf. § I.4.1.1). Il n'est donc pas sûr qu'une telle forme soit avantageuse pour l'acier, qui est largement plus dense que l'aluminium. C'est pourquoi nous avons proposé une nouvelle morphologie de préforme pour aboutir à des mousses dont la densité apparente est réduite. Cet emploi de nouvelles formes permet par ailleurs de faire appel à des matériaux dont l'usage nous est interdit par des brevets lorsque la préforme est constituée de billes ou de granulats. Nous pensons en particulier au sable de moulage, dont l'emploi par les fondeurs serait aisé. La présentation de cette nouvelle préforme, que nous avons inventée, constituera la seconde partie de ce chapitre. Dans cette dernière, nous détaillerons aussi les principaux modes opératoires mis en œuvre et analyserons la qualité de réalisation de nos mousses.

Enfin, une troisième partie détaillera quelques éléments de maîtrise de ce nouveau procédé mis au point ainsi que de celle des techniques d'infiltration en général. Notamment, il sera abordé les questions de propriétés thermiques des matériaux de moulage, de direction de remplissage et de distance d'alimentation en métal.

IV.1. Infiltration d'un réseau de billes

Comme nous venons de l'évoquer, l'usage de chlorure de sodium en tant que précurseur constitue la première voie que nous avons considérée pour fabriquer des mousses d'acier par infiltration. Nous avons aussi voulu envisager l'emploi d'un autre matériau pour réaliser les billes. Celui de sable aggloméré étant protégé par un brevet, notre choix s'est porté sur le verre. En effet, ce matériau présente de nombreux avantages :

- il n'est cité dans aucun procédé existant ;
- il est produit en grande quantité sous forme de billes (donc il est peu coûteux),
- il est thermiquement isolant. De ce fait, il extraira moins de calories au métal liquide, permettant à ce dernier de remplir des longueurs de pièce importantes avant de se solidifier. Ceci permet d'envisager, entre autres, de fabriquer des pièces épaisses et de limiter la taille du système de remplissage ;
- il se « liquéfie » (le verre n'a pas véritablement de point de fusion) aux alentours de 1000°C (observation que nous avons faite à partir de tests non détaillés dans cette thèse), ce qui permet d'en prévoir l'extraction par traitement thermique. Ceci peut cependant constituer un inconvénient quant à la conservation de sa forme lors de la coulée de métal au travers du réseau constitué. Mais il est compté sur la rapidité du processus d'infiltration pour ne pas rencontrer ce type de problème. D'ailleurs, sur ce point, c'est aussi ce qui est attendu du sel, dont la température de fusion est de 801°C ([LID1994]).

Nous présentons dans cette partie les essais ayant eu pour objet la mise en œuvre de préformes constituées de billes de sel ou de verre. Nous détaillerons dans un premier temps le protocole expérimental. Sa description particulièrement exhaustive permettra d'aborder de nombreux aspects propres à l'infiltration de préformes. Puis nous analyserons les résultats de ces expériences.

IV.1.1. Mise en œuvre expérimentale

IV.1.1.1. Protocole expérimental

Les essais d'infiltration d'une préforme constituée de billes ont consisté à :

- réaliser un moule proposant une empreinte de pièce parallélépipédique,
- introduire les précurseurs (billes) dans cette empreinte,
- couler du métal liquide dans le moule,
- évacuer les précurseurs par dissolution ou traitement thermique selon la nature du précurseur.

Le schéma d'un des moules ayant servi à ces essais, réalisés en sable de silice aggloméré (procédé PENTEX), est donné par la Figure IV-1. Il est constitué d'une attaque de coulée qui débouche au niveau du haut de l'empreinte contenant les précurseurs, de manière à ce que la coulée se fasse en chute. Une telle configuration permet de profiter d'un métal particulièrement chaud, qui n'a perdu qu'une quantité de chaleur limitée dans le système d'attaque.

Il est à noter que le moule est muni d'un évent, dont le rôle est de permettre l'évacuation des gaz qu'il contient initialement (de l'air) et de ceux issus de la décomposition thermique du liant du sable de moulage, afin qu'ils ne bloquent pas l'arrivée de métal. Cette évacuation vient en complément de celle déjà autorisée par la perméabilité du sable. Enfin, un filtre en céramique a été placé en haut de l'empreinte pour maintenir en position les billes au cours de la coulée pour qu'elles ne remontent pas dans l'attaque de par leur densité plus faible que celle de l'acier.

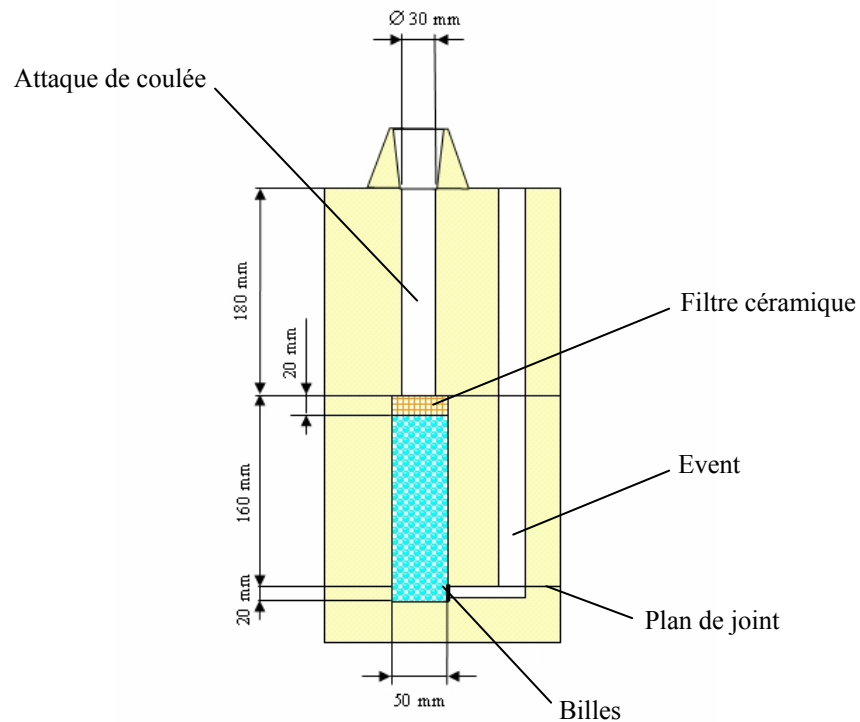


Figure IV-1 - Schéma du moule dans lequel les précurseurs en sel ou en verre ont été introduits.

IV.1.1.2. Description des préformes

Les préformes qui ont été employées sont en sel ou en verre. Dans le deuxième cas, elles ont éventuellement été enduites d'une couche de zircon pour en améliorer la tenue thermique.

Les billes en sel, fabriquées par C.T.I.F., ont un diamètre de 10 mm. Celles en verre, fournies par la société Mineralex, ont des diamètres de 5 et 10 mm.

Le Tableau IV-1 résume les différents précurseurs testés lors de nos essais.

Nature du précurseur	Diamètre du précurseur (mm)	Enduit appliqué sur le précurseur
Sel	10	Aucun
Verre	5	Aucun
		Zircon
	10	Aucun
		Zircon

Tableau IV-1 - Liste des précurseurs (billes) employés lors de nos essais d'infiltration.

IV.1.1.3. Choix de la nature du métal

La composition de l'acier a été déterminée afin que la nuance élaborée ait des propriétés adaptées à la fabrication de mousses par infiltration d'une préforme. Celles-ci sont :

- une bonne coulabilité, c'est-à-dire une bonne disposition à remplir une empreinte. Cette propriété indique la propension du métal à s'infiltrer sur de longues distances et/ou de faibles épaisseurs, même si cela ne dépend pas uniquement de lui ([LES1989], [CAM2003]) ;
- une température de liquidus suffisamment basse pour limiter les transferts thermiques et la dégradation de la préforme ;
- la non-réactivité avec les précurseurs. Dans notre cas, il doit avoir une oxydabilité réduite pour éviter la corrosion par le sel.

Pour respecter ces exigences, le choix d'un acier inoxydable austénitique a semblé adapté. En effet, Aymard et Léger ([AYM1996]) indiquent que la coulabilité de ces aciers, dont un exemple est le Z2CN17-12-M (désignation selon l'ancienne norme NF A32-056), est excellente en comparaison de celles des autres aciers ; ceci se vérifiant même pour de faibles surchauffes (écart entre la température du métal liquide et son liquidus). C'est ce que montrent les courbes de la Figure IV-2, qui donnent une appréciation de la coulabilité de quelques métaux, en fonction de leur surchauffe en entrée de moule, au moyen de l'indice de coulabilité C. Ce dernier est évalué à partir du remplissage de l'éprouvette C.T.I.F-Olivier dont une photographie est donnée par la Figure IV-3. L'indice de coulabilité du métal vaut 1 lorsque l'éprouvette est totalement remplie et décroît au fur et à mesure que les barreaux les plus fins n'ont pas été alimentés.

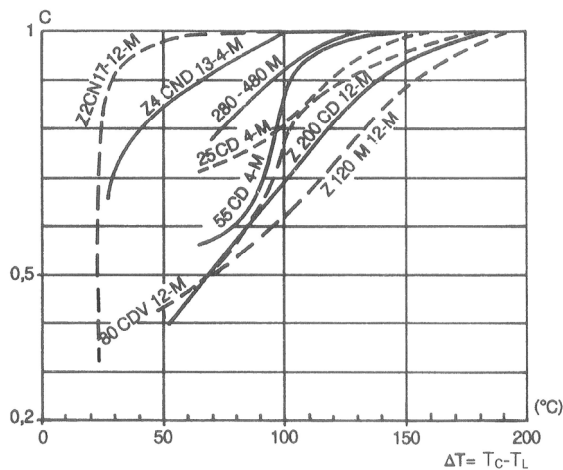


Figure IV-2 - Indice de coulabilité de différents métaux en fonction des températures de surchauffe à la coulée [AYM1996].



Figure IV-3 - Eprouvette C.T.I.F-Olivier [AYM1996].

De plus, le liquidus des aciers inoxydables austénitiques est assez bas par rapport aux autres aciers. Il se situe aux alentours de 1450°C, comme il est possible de le déterminer à partir des compositions types des aciers inoxydables austénitiques, dont quelques uns sont

reportées dans le Tableau IV-2, et de l'expression permettant de calculer la température de liquidus T_{liquidus} des aciers contenant entre 15 et 25% de chrome ([AYM1996]) :

$$T_{\text{liquidus}} (\text{°C}) = 1513 - 80 \cdot \%C - 14 \cdot \%Si - 4 \cdot \%Mn - 3,7 \cdot \%Ni - 1,2 \cdot \%Mo \quad (\text{E IV.1})$$

où %X est le pourcentage massique de l'élément X dans la constitution de l'acier

Désignation (norme européenne 10283)	Correspondances approximatives			Fourchette de composition (en % massique)								
	Ancienne norme française NF A32-056	ASTM	AISI	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Fe
GX5CrNi19-10	Z6CN18.10-M	CF - 8	304	0 0,07	0 1,5	0 1,5	0 0,04	0 0,03	18,0 20,0	0 0	8 11	bal.
GX2CrNi19-11	Z2CN18.10-M	CF - 3	304L	0 0,03	0 1,5	0 2,0	0 0,035	0 0,025	18,0 20,0	0 0	9 12	bal.
GX5CRNiMo19-11-2	Z6CN18.12-M	CF - 8M	316	0 0,07	0 1,5	0 1,5	0 0,04	0 0,03	18,0 20,0	2,0 2,5	9 12	bal.

Tableau IV-2 - Désignations et compositions de quelques aciers inoxydables austénitiques courants ([AYM1996]).

Enfin, comme son nom l'indique, l'acier inoxydable résiste assez bien à la corrosion.

L'acier employé pour ces essais d'infiltration a une composition du type AISI 316.

IV.1.1.4. Températures de coulée

Comme il a été précédemment évoqué, les températures de liquéfaction du sel ou du verre sont inférieures à celle de coulée du métal ; la rapidité de l'infiltration devant faire que ceci ne soit pas réhibitoire. A ce titre, une faible température de coulée, c'est-à-dire une surchauffe peu importante, est à privilégier.

Cependant, plus la surchauffe est conséquente, plus il faut extraire de calories au métal avant qu'il ne se solidifie et plus il est en mesure de remplir le réseau de porosités. En bref, sa coulabilité augmente.

Fort de ces considérations aboutissant à des exigences contradictoires, il a été décidé d'effectuer, pour chaque précurseur testé, un essai où le métal serait surchauffé d'environ 60°C et un essai où il le serait de 110°C. Les conditions expérimentales ne permettant pas de respecter exactement ces réquisitions, les températures ont été suivies approximativement. Une mesure en poche a été faite juste avant chaque coulée pour connaître la température exacte du métal et la comparer à celle visée.

IV.1.1.5. Extraction des préformes et préparations post-essais

Une fois les éprouvettes réalisées, elles ont été décochées (extraites de leur moule) et le système d'attaque a été découpé. Elles ont alors été sablées pour les débarrasser du sable collé sur leur peau.

Ensuite, les préformes ont été extraites. Dans le cas des précurseurs en sel, ceci a été effectué par dissolution dans de l'eau. Dans le cas des précurseurs en verre, les pièces ont été placées dans un four à 1150°C pendant deux heures de telle façon que le verre puisse s'écouler. Cette étape ne constitue pas un handicap économique dans le cas des aciers inoxydables, puisque ces derniers doivent obligatoirement subir un traitement thermique (l'hypertrempe) à cette température ([AYM1996]).

IV.1.1.6. Résumé des conditions expérimentales

En résumé, pour tester l'infiltration d'une préforme faite de précurseurs sphériques, nous avons prévu de prendre en considération :

- la nature du précurseur (sel ou verre),
- la taille du précurseur (pour les précurseurs en verre uniquement),
- l'effet du recouvrement du précurseur par une couche de zircon (pour les précurseurs en verre uniquement),
- la température de coulée.

Ces données sont résumées dans le Tableau IV-3. Les températures de coulée sont celles qui ont été mesurées avant chaque remplissage de moule. Il peut ainsi être remarqué qu'elle est trop élevée pour l'essai 3Bis.

Nom de l'essai	Nature du précurseur	Diamètre du précurseur (mm)	Enduit appliqué sur précurseur	Température de coulée	Surchauffe (calculée en considérant un liquidus de 1453°C)
1 1 Bis	Sel	10	Aucun	1555°C 1511°C	102°C 58°C
2 2 Bis	Verre	5	Aucun	1563°C 1516°C	110°C 63°C
3 3 Bis			Zircon	1575°C 1552°C	122°C 99°C
4 4 Bis		10	Aucun	1562°C 1518°C	109°C 65°C
5 5 Bis			Zircon	1567°C 1523°C	114°C 70°C

Tableau IV-3 - Conditions expérimentales relatives aux essais d'infiltration d'une préforme faite de billes.

IV.1.2. Résultats expérimentaux

IV.1.2.1. Longueurs de remplissage

L'infiltration des préformes s'est soldée différemment selon les cas envisagés, avec des réseaux plus ou moins remplis par le métal. Nous avons décrit cet aspect au moyen de deux paramètres :





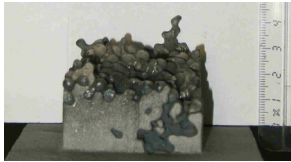
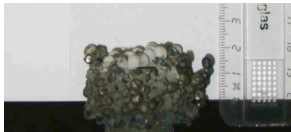
- la distance moyenne de remplissage. C'est la distance entre l'entrée du réseau (juste après le filtre) et le niveau moyen où s'est arrêté le métal. Cette mesure, qui est approximative, correspond à la distance parcourue par le « front » de métal en considérant que ce dernier est plan ;
- la distance d'alimentation sans défaut. C'est la distance entre l'entrée du réseau et le lieu d'apparition du premier défaut de malvenue (non-remplissage local). Elle correspond à la longueur qui peut être infiltrée pour obtenir une pièce « saine ».

Ces paramètres sont illustrés sur le schéma de la Figure IV-4 (page 107). Ils sont indiqués, pour chaque éprouvette, dans le Tableau IV-4. Celui-ci indique aussi comment s'est comporté le précurseur, notamment s'il a résisté thermiquement, et donne une photo des éprouvettes après sablage mais avant extraction des préformes.

Au regard de ce tableau, il est clair que, du point de vue du remplissage, l'emploi de sel est délicat puisqu'il conserve difficilement sa forme, même lorsque le métal est peu surchauffé. Il en est de même pour les précurseurs en verre de 5 mm qui se déforment

rapidement jusqu'à bloquer le passage du métal. Les billes de 10 mm, par contre, se comportent bien à ce niveau et gardent globalement leur forme. Il est possible d'obtenir des longueurs de remplissage importantes, d'autant plus que la surchauffe est conséquente.

Enfin, le recouvrement des billes par une couche de zircon améliore nettement les distances de remplissage.

Eprouvette	Distance moyenne de remplissage	Distance d'alimentation sans défaut	Notes sur le comportement des précurseurs	Photographie de l'éprouvette
1	80 mm	70 mm	Les billes de sel se sont fortement déformées	
1 Bis	100 mm	90 mm	Les billes de sel se sont peu déformées.	
2	25 mm	20 mm	Les billes de verre se sont suffisamment déformées pour empêcher le passage du métal.	
2 Bis	15 mm	10 mm	"	
3	0 mm	0 mm	"	
3 Bis	0 mm	0 mm	"	



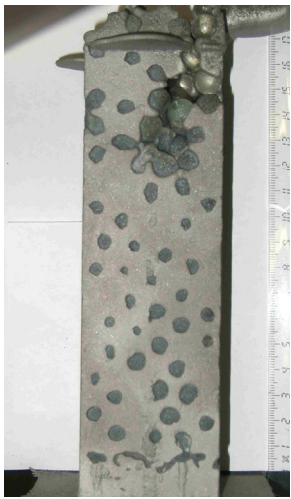
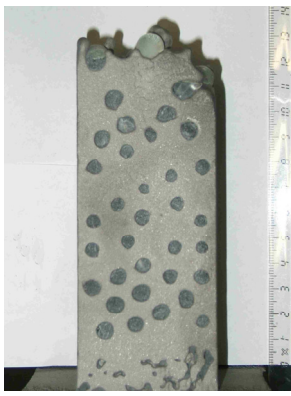
4	75 mm	65 mm	Les billes se sont légèrement déformées.	
4 Bis	65 mm	60 mm	Les billes ont gardé leur forme.	
5	> 160 mm	110 mm	Les billes se sont légèrement déformées.	
5 Bis	115 mm	100 mm	Les billes ont gardé leur forme.	

Tableau IV-4 – Résultat des essais d'infiltration reportant la distance moyenne de remplissage, la distance d'alimentation sans défaut et le comportement des précurseurs.

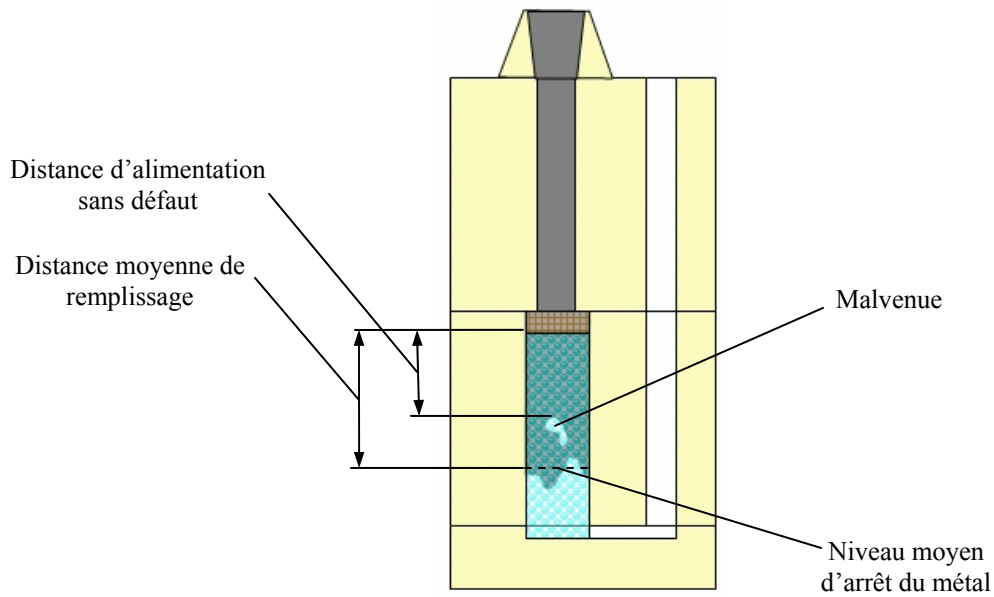


Figure IV-4 - Illustration des paramètres retenus pour caractériser l'infiltration.

IV.1.2.2. Extraction des préformes

L'extraction des préformes a été effectuée sur les éprouvettes pour lesquelles le remplissage a été correct (1 Bis, 4, 4 Bis, 5 et 5 Bis). Les précurseurs en sel ont été extraits par dissolution dans l'eau ; ceux en verre, l'ont été par traitement thermique.

Le bilan est mitigé puisqu'il a été possible d'extraire les préformes mais l'opération a eu comme conséquence :

- de faire oxyder le métal dans le cas des précurseurs en sel,
- de laisser une pellicule de verre à l'intérieur des cavités pour les autres.

Les Figures IV-5 et IV-6 présentent deux clichés où ces phénomènes apparaissent.



Figure IV-5 - Epreuve 1Bis après dissolution du sel.

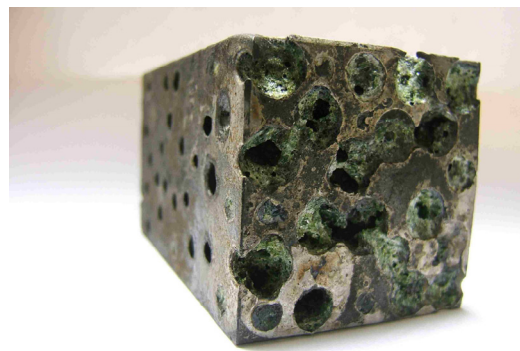


Figure IV-6 - Epreuve 5 après traitement thermique.

Une étape de sablage a néanmoins permis de faire disparaître la corrosion ou le verre qui ne s'était pas écoulé... tout au moins en surface, comme le montrent par exemple les photographies de l'éprouvette 5Bis sur la Figure IV-7.

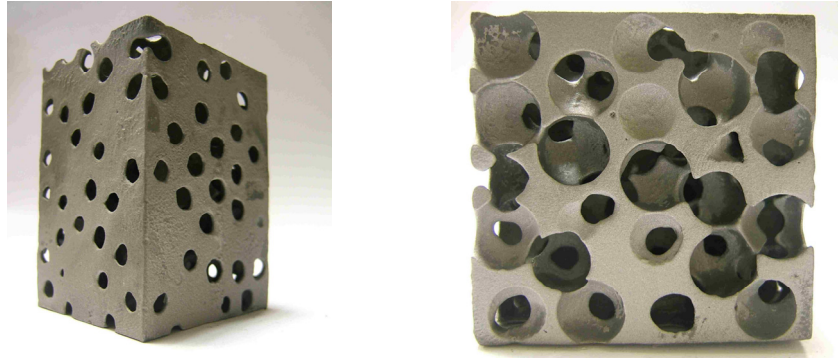


Figure IV-7 - Eprouvette 5Bis après traitement thermique et sablage, vue selon deux directions (vue générale et vue du dessus).

IV.1.3. Conclusion sur l'emploi de précurseurs sphériques en sel ou en verre

Les employant des précurseurs sphériques en sel ou en verre montrent qu'il est possible d'obtenir des mousses d'acier par des techniques y ayant recours. Cependant, l'obtention d'un produit de qualité est difficile en raison de la tenue thermique limitée de ces matériaux. De plus, leur extraction ne se fait pas sans encombre.

Ces inconvénients, combinés au fait que le réseau de porosités reste celui d'un empilement de billes, c'est-à-dire que la densité relative du matériau est élevée, aboutissent à la conclusion que l'infiltration de billes en sel ou en verre n'est pas pertinente pour l'acier. Ceci est d'autant plus vrai que le procédé d'infiltration de précurseurs en sable aggloméré, qui peut servir de référence pour les métaux ferreux pour ce type de mise en œuvre, ne présente pas les inconvénients évoqués.

Pour tenir compte de ces considérations, les recherches sur l'infiltration d'une préforme ont été réorientées sur la définition d'une nouvelle morphologie de réseau, plus adaptée aux aciers et ne se basant pas sur l'usage de précurseurs. Ceci devait nous permettre non seulement de proposer une mousse dont la densité relative serait réduite pour compenser le désavantage de l'acier sur l'aluminium quant à sa masse, mais aussi d'acquérir une liberté sur le choix des matériaux pour réaliser la préforme. Dans la partie qui suit, nous présentons les travaux relatifs à l'infiltration de la nouvelle préforme que nous avons inventée.

IV.2. Infiltration d'une préforme constituée par l'empilement de plaques

L'infiltration d'une préforme constituée par l'empilement de billes semble difficilement envisageable pour proposer une technique de fabrication de mousses d'acier viable, comme les essais de la partie IV.1 l'ont montré. C'est pourquoi un travail sur la morphologie de la préforme a été mené pour en réduire la porosité et aboutir à des mousses de faible densité relative. Ce travail est exposé dans cette partie.

Tout d'abord, la nouvelle préforme sera présentée. Il en sera fait la description, qui souligne toute l'originalité de la démarche. Puis la mise en œuvre expérimentale sera abordée. Enfin, la morphologie de la mousse sera étudiée ; et notamment, il sera détaillé les principaux défauts rencontrés, dont la maîtrise constitue une voie d'amélioration de notre procédé.

IV.2.1. Description de la nouvelle préforme

IV.2.1.1. Principe

L'empilement cubique centré de solides de Kelvin constitue un modèle de mousse qui pourrait être qualifiée de « parfaite », comme le souligne le chapitre bibliographique (cf. § I.2.1.1). Notre travail a consisté à proposer une morphologie de préforme dont l'infiltration permet d'obtenir une mousse d'acier à pores ouverts ayant cette structure. Pour cela, nous avons défini une forme générique de plaques dont l'empilement constitue un réseau de porosités ayant la morphologie de la structure de Kelvin. Dans ce qui suit, nous décrivons de façon conceptuelle comment ces plaques ont été construites.

Tout d'abord, imaginons une cellule de Kelvin, représentée sur la Figure IV-8 (a). Puis réalisons un chanfrein ou un congé sur chacune de ses arêtes pour aboutir à un solide du type de celui apparaissant sur la Figure IV-8 (b). Assemblons alors dans un même plan plusieurs exemplaires de ce solide, en les collant face contre face, pour obtenir une plaque, comme montré sur la Figure IV-8 (c). Il apparaît alors que l'empilement de plusieurs plaques, schématisé sur la Figure IV-8 (d), constitue la préforme recherchée.

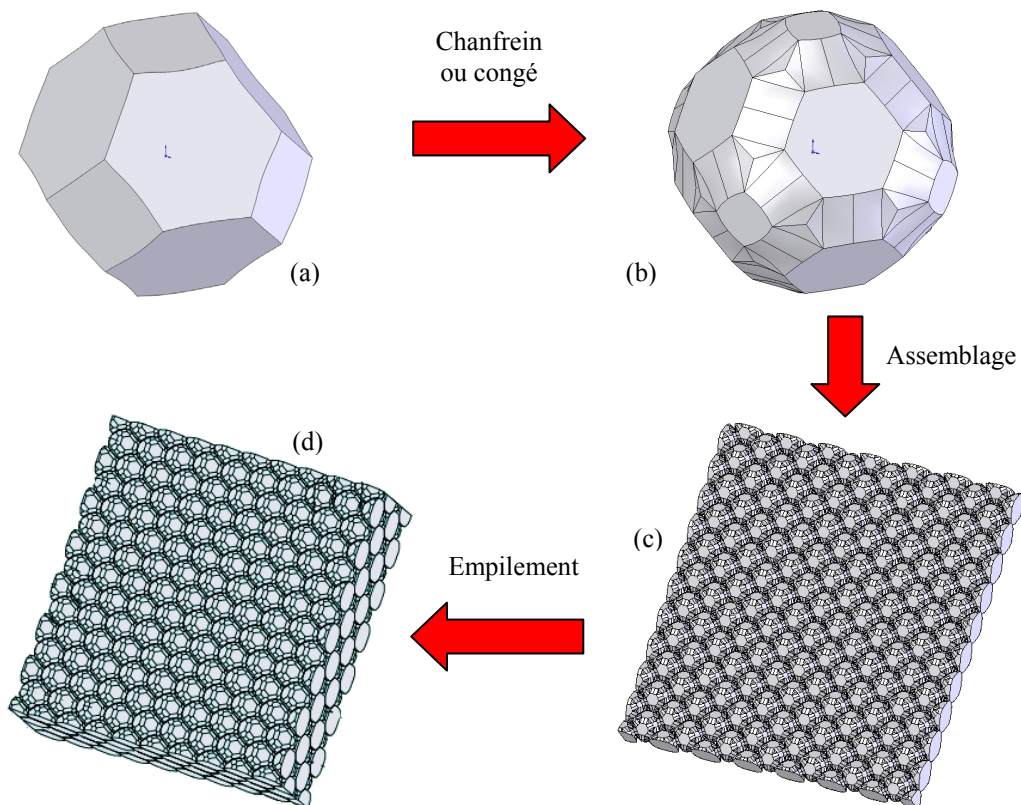


Figure IV-8 – Construction conceptuelle de plaques servant à réaliser une préforme à partir d'un solide de Kelvin : (a) Cellule de Kelvin, (b) Cellule de Kelvin dont les arêtes ont été chanfreinées, (c) Plaque formée par l'assemblage de cellules de Kelvin dont les arêtes ont été chanfreinées, (d) Préforme obtenue par l'empilement de plusieurs plaques.

Ce mode de réalisation de plaques reste bien évidemment conceptuel. En réalité, chaque plaque est fabriquée en une seule étape, ce qui constitue tout l'intérêt de cette

technique désormais protégée par un dépôt de brevet. Nous reviendrons sur la réalisation pratique de ces plaques ultérieurement (cf. § IV.2.2.1).

De telles plaques présentent deux principaux intérêts pour l'utilisation que nous en avons voulu en faire :

- leur empilement remplit complètement l'espace à l'exception des chanfreins ou congés au niveau des arêtes, comme le montre la coupe de la Figure IV-9. Ceci implique qu'en employant cet empilement en tant que préforme, le réseau de porosités et, a fortiori, la mousse métallique fabriquée par infiltration auront la morphologie du réseau d'arêtes d'un empilement de cellules de Kelvin ;
- leur forme peut être réalisée par moulage, sous réserve que les congés ou chanfreins respectent des conditions de dépouille sur lesquelles nous reviendrons (cf. § IV.2.1.2). Ceci constitue un intérêt évident pour réaliser les plaques en sable aggloméré.

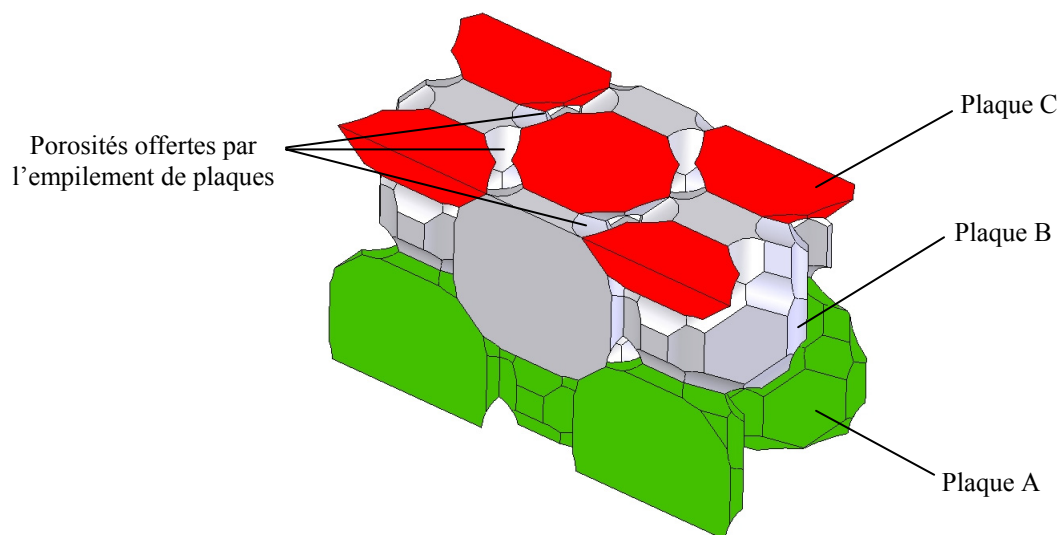


Figure IV-9 - Détail en coupe d'un empilement de plaques (A, B et C). L'empilement correspond à celui de la Figure IV-8 (d).

IV.2.1.2. Travail sur la forme de la cellule

Pour fabriquer par moulage chacune des plaques constituant la préforme, il faut qu'elles aient toutes un plan de joint de part et d'autre duquel leur forme présente de la dépouille ; cette notion s'entendant pour une direction de démoulage perpendiculaire au plan de joint. Chaque plaque étant constituée de cellules identiques, cette condition peut être ramenée à une seule de celles-ci.

La Figure IV-10 représente une cellule de base dans son positionnement relatif par rapport aux autres cellules au niveau d'une plaque. Elle fait apparaître le plan de joint de la plaque, qui ne peut en fait être que son plan de symétrie. En reportant ce dernier au niveau de la cellule de base, comme il est fait sur la Figure IV-11, la forme des congés a pu être travaillée afin qu'elle respecte les conditions de dépouille. Ceci a constitué un premier aspect de la définition de la forme de la cellule. Bien sûr, ce travail n'a pas concerné les faces en commun avec les autres cellules de la plaque puisque ces dernières n'existent pas lorsque la plaque est considérée dans son intégralité.

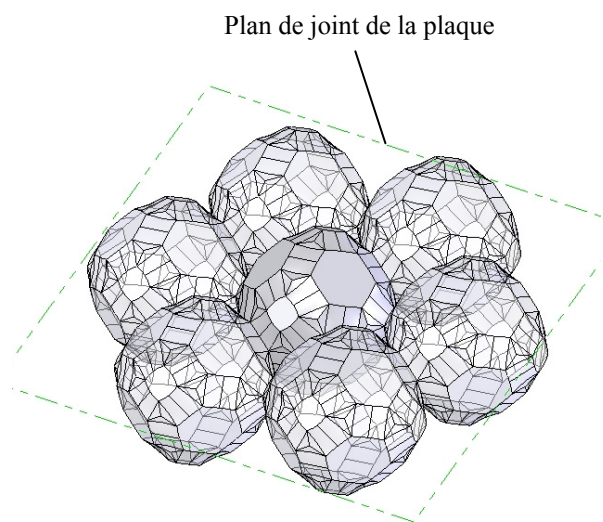


Figure IV-10 – Cellule de base d’une plaque (au centre) dans son positionnement par rapport aux autres cellules d’une plaque (en transparent).

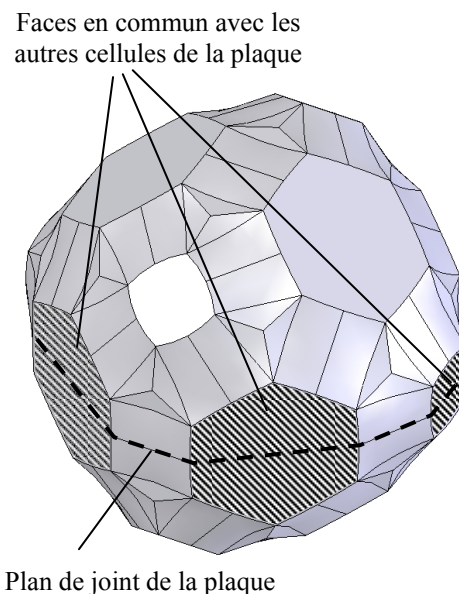


Figure IV-11 – Cellule de base d’une plaque sur laquelle le plan de joint de la plaque a été reporté.

Par ailleurs, la vitesse de refroidissement d’un métal dépend, comme nous le verrons dans la section IV.3.1.1, du rapport V/S qui existe entre son volume V et sa surface S en contact avec le moule. Plus le volume de métal est important, plus il aura d’inertie thermique et mettra du temps à se refroidir, tandis que plus la surface en contact avec le moule sera grande, plus les échanges calorifiques seront intenses et le refroidissement rapide. Or, un des problèmes majeurs des techniques d’infiltration est la solidification du métal avant remplissage complet du réseau de porosités. C’est pour cela que la forme des congés au niveau de la cellule de base a aussi été travaillée pour que le rapport V/S du réseau de porosités défini par l’empilement de plaques soit le plus grand possible pour une densité relative de mousse donnée.

Un compromis a été trouvé afin de répondre à cette double exigence. Il résulte d’un travail minutieux sur la forme des congés de la cellule de base, présenté en annexe 6.

Ce travail a conduit à ce que les plaques présentent des angles de dépouille supérieurs à 6° sur la quasi-totalité de leur surface (valeur généralement recherchée pour un bon démoulage, correspondant à une pente de 10%). A titre de comparaison, une simple réalisation de chanfreins au niveau des arêtes des cellules de base aurait abouti à de nombreuses zones de dépouille nulle.

La Figure IV-12 permet d’apprécier les améliorations apportées par notre travail sur la forme des congés. Elle indique l’angle de dépouille par rapport à la direction de démoulage (perpendiculaire au plan de joint) pour chaque point de la surface supérieure d’une cellule de base d’une plaque, selon que la forme de celle-ci ait été optimisée ou non. La couleur rouge signale un angle de dépouille nul tandis que la couleur verte indique qu’il est supérieur à 6° . Il peut ainsi être constaté que le travail de la forme a permis de diviser par 4 environ la taille des surfaces pour lesquelles la dépouille est inférieure à 6° .

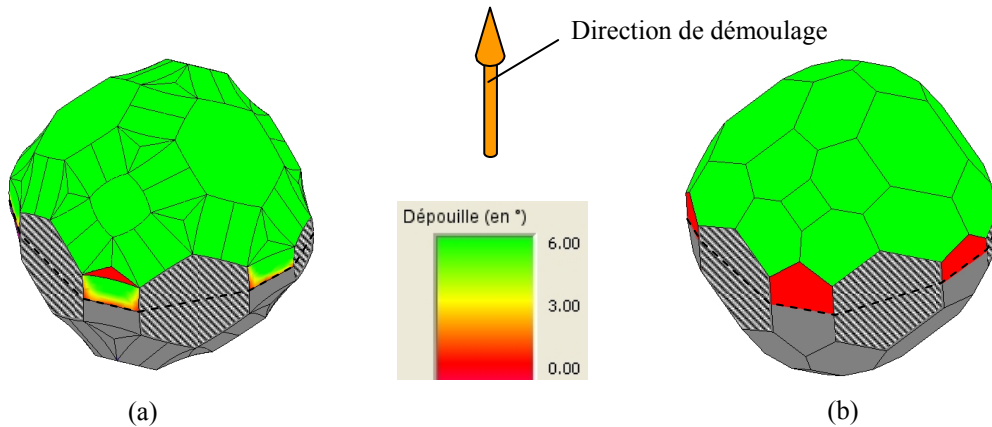


Figure IV-12 – Dépouille au niveau de la partie supérieure d’une cellule de base d’une plaque lorsque les congés sur les arêtes de celle-ci : (a) ont la forme optimisée que nous avons obtenue, (b) sont des simples chanfreins.

Enfin, le rapport V/S du réseau de porosités issu de notre démarche d’optimisation est supérieur de plus de 6% à celui d’un réseau où les arêtes auraient été simplement chanfreinées. Il aurait pu être possible de l’augmenter encore, mais ceci se serait fait au détriment de la dépouille.

IV.2.2. Mise en œuvre expérimentale

Le principe du procédé que nous proposons repose, comme nous venons de le voir, sur la fabrication de plaques qui sont ensuite empilées et infiltrées. Il reste à préciser comment, dans la pratique, ces étapes ont été réalisées. Cette section a pour objet d’y répondre en présentant la technique de moulage retenue pour réaliser les plaques et en détaillant les différents modes opératoires testés pour couler des éprouvettes.

IV.2.2.1. Réalisation de plaques

Les plaques ont été réalisées par moulage selon le procédé dit de « boîte froide » type Ashland®. Celui-ci consiste à employer du sable enrobé de résine dont la polymérisation est catalysée par un gaz (amine + dioxyde de carbone). Les étapes de fabrication d’une plaque, qui ont mis en œuvre les machines de moulage décrites dans la section II.3.2, ont consisté à :

- mélanger de la résine au sable au moyen d’un malaxeur discontinu ;
- injecter et compacter sous pression ce sable dans une boîte à noyau, détaillée dans la suite, à l’aide de la machine de noyautage H2,5 ;
- faire circuler le gaz catalyseur au travers du sable contenu par la boîte à noyau, pour polymériser la résine, en employant le dispositif de gazage de la Röperwerk H16. Bien que disposant d’un équipement d’injection de sable, cette machine n’a toutefois pas été employée pour remplir la boîte à noyau en raison de la trop grande quantité de sable à préparer vis-à-vis de celle nécessaire.

La boîte à noyau employée pour réaliser les plaques, visible sur la Figure IV-13, est composée de trois éléments : deux demi-moules reproduisant l’empreinte d’une plaque et une plaque-filtre pour laisser circuler les gaz lors du tir de sable et le gazage. Chaque demi-moule a été fabriqué en réalisant une demi-plaque en cire par prototypage rapide, en surmoulant cette dernière avec de la résine et en évacuant la cire. Leur réalisation a été confiée à la société E.P.M.F.

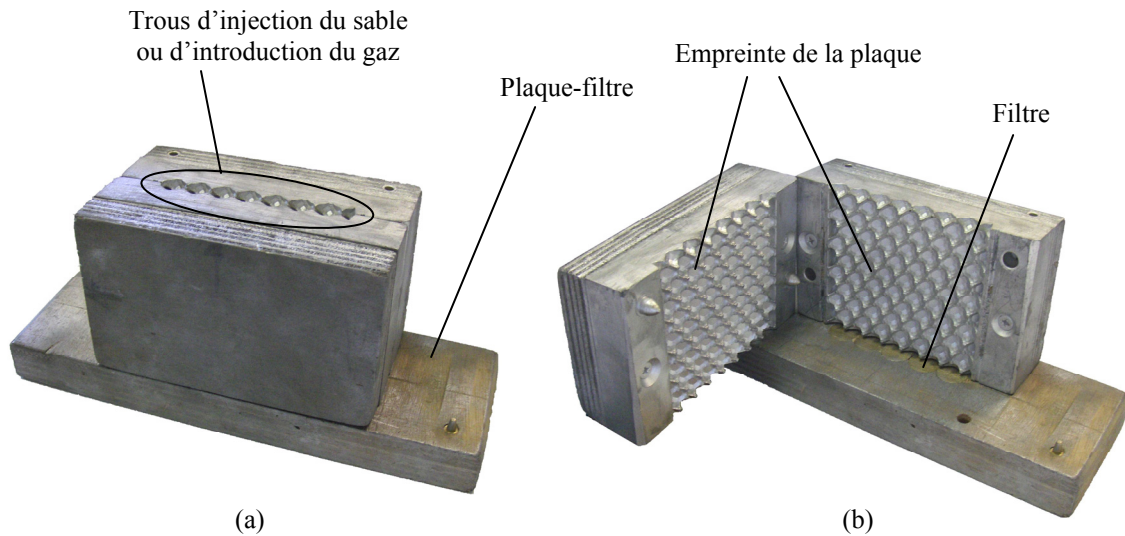


Figure IV-13 - Boîte à noyaux employée pour réaliser des plaques en sable aggloméré :
(a) en configuration de remplissage ou de gazage,
(b) ouverte.

Il a ainsi été possible, après quelques essais visant à déterminer les quantités de résine et de gaz nécessaires à une bonne tenue mécanique du sable aggloméré, de fabriquer quelques centaines de plaques d'environ $100 \times 100 \text{ mm}^2$, identiques à celle présentée sur la Figure IV-14. Le volume de chaque cellule d'une telle plaque équivaut à celui d'une sphère de diamètre 14 mm.



Figure IV-14 - Plaque en sable réalisée au moyen de la boîte à noyaux présentée en Figure IV-13.

IV.2.2.2. Modes de coulée

Plusieurs configurations de moules ont été envisagées pour infiltrer le réseau de porosités issu de l'empilement de plaques ; le but étant d'obtenir des éprouvettes globalement cubiques d'environ 100 mm de côté, correspondant à l'empilement de 11 plaques. Le métal employé, sauf mention contraire, a été un acier inoxydable austénitique (304L) pour des raisons (coulabilité et faible température de liquidus) déjà évoquées (cf. § IV.1.1.3). Le Tableau IV-5 récapitule les principales techniques de mise en œuvre qui ont été testées, pour lesquelles les moules ont été créés autour de la préforme. Il donne, pour chacune d'entre elles, un schéma, un bref descriptif et les principaux résultats qui ont été obtenus.

Mise en œuvre	Schéma du dispositif de coulée	Notes explicatives	Principaux résultats
Coulée en chute	<p>Système d'attaque Moule Bloc répartiteur de métal Event Préforme</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Le système d'attaque débouche sur une cavité (le bloc répartiteur de métal) dont le rôle est d'assurer l'alimentation en métal de l'ensemble de la surface du réseau ; - 2 évents permettent d'évacuer l'air se situant initialement dans le moule et les gaz issus de la combustion de la résine liant le sable. 	<ul style="list-style-type: none"> - Il n'a pas été possible de remplir complètement le réseau ; - L'infiltration est quasi-unidirectionnelle, ce qui offre la possibilité d'étudier et valider les paramètres influant sur le remplissage.
Coulée avec reprise	<p>Système d'attaque Event Bloc répartiteur de métal</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Le système d'attaque alimente 2 blocs répartiteurs de métal, chacun rempli par le biais d'attaques latérales ; - Le métal remplit d'abord le réseau par le bas. Puis il amène du métal chaud par le haut alors même que celui situé en bas commence à refroidir et ne peut plus alimenter le moule ; - Les évents, situés à mi-hauteur du bloc de noyaux, évacuent les gaz du moule. 	<ul style="list-style-type: none"> - Le dispositif a été efficace pour couler de la fonte (pour laquelle il a été possible d'envisager une surchauffe importante) ; - Il n'a pas été possible de remplir complètement l'empreinte avec de l'acier, (car une surchauffe trop importante provoquait des défauts au niveau de la mousse → cf. § IV.2.3.2).
Coulée sous dépression	<p>Sortie vers pompe à vide Vanne Enceinte sous vide</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Le système d'attaque débouche directement sur la préforme via un répartiteur de métal ; - L'autre extrémité de la préforme est reliée à un circuit pouvant être mis en relation avec une enceinte sous vide ; - Lors de la coulée, le moule est mis en relation avec l'enceinte sous vide au moyen d'une vanne manuelle ou électrique. Dans le dernier cas, la détection se fait au moyen d'un thermocouple placé dans le système d'attaque. 	<ul style="list-style-type: none"> - La longueur de réseau remplie de métal est plus importante que dans le cas d'une simple coulée en chute ; - Il n'a pas été possible de remplir complètement le réseau ; - Le « coup de canon » dû à la mise sous vide brutale du moule est susceptible de briser la préforme et de détériorer le dispositif d'aspiration.
Coulée en sac sous vide	<p>Sac plastique sous vide Sortie vers pompe à vide</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Le moule est identique à celui employé pour la coulée avec reprise ; - Un sac plastique étanche entoure une partie des blocs de sable constituant le moule. Il est mis sous vide avant la coulée ; - Lorsque le métal est versé, il vient percer localement le sac, et se trouve ainsi soumis à une dépression. 	<ul style="list-style-type: none"> - Il a été possible de couler des échantillons complets en acier (inox 304 L) ; - Les évents doivent être suffisamment importants pour pouvoir stocker les gaz provenant de la combustion de la résine en attendant que le sac plastique situé à leur extrémité brûle et permette de les évacuer.

Tableau IV-5 - Différentes techniques de mise en œuvre testées pour infiltrer la préforme.

Parmi toutes les techniques de mise en œuvre détaillées dans le Tableau IV-5, seule la dernière, celle de coulée en sac sous vide, a permis de réaliser des échantillons de mousse d'acier (inox 304L) de dimensions suffisantes pour effectuer des premiers essais mécaniques de compression. C'est donc celle qui a été retenue pour réaliser nos éprouvettes de compression. La Figure IV-15 en montre une réalisation.

Néanmoins, la première configuration (coulée en chute) permet de considérer l'infiltration comme unidirectionnelle et de vérifier ainsi quelques résultats issus de la considération de ce cas assez simple. Notamment, le choix du sable constituant les plaques a été déterminé en employant une telle mise en œuvre (cf. § IV.3.1.3).

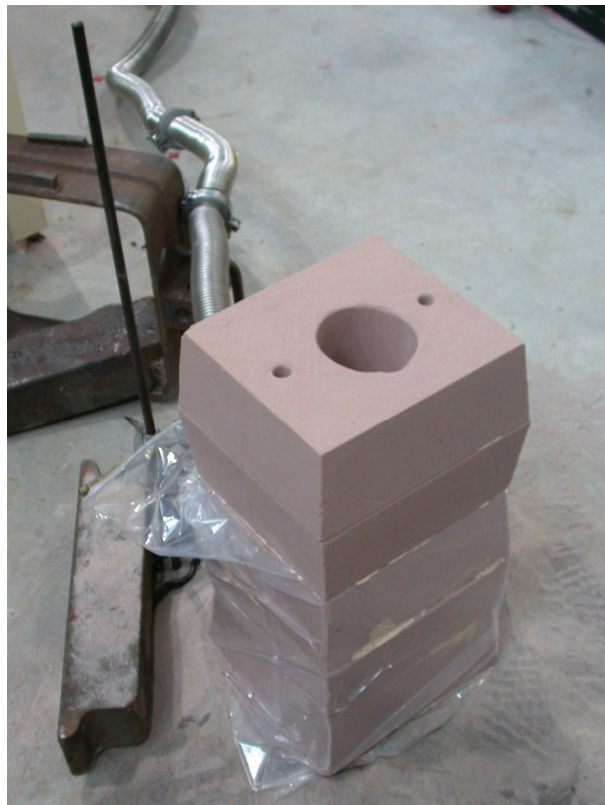


Figure IV-15 – Mise en œuvre de la solution de coulée en sac sous vide.

Enfin, notons que le débouillage (extraction du sable) s'est fait par vibration et lixiviation au nettoyeur haute-pression. La granularité retrouvée du sable de moulage après détérioration thermique de la résine a facilité les opérations, comme attendu.

IV.2.3. Morphologie de la mousse

IV.2.3.1. Morphologie générale

La morphologie générale de la mousse obtenue par notre procédé est donnée par celle du réseau de porosités infiltré, c'est-à-dire les arêtes d'un empilement cubique centré de solides de Kelvin. Cette structure est visible sur la Figure IV-16, qui représente une macrographie d'un échantillon de mousse et sur la Figure IV-17, qui est issue d'une tomographie de la cellule de base de cette mousse, réalisée par l'INSA de Lyon.

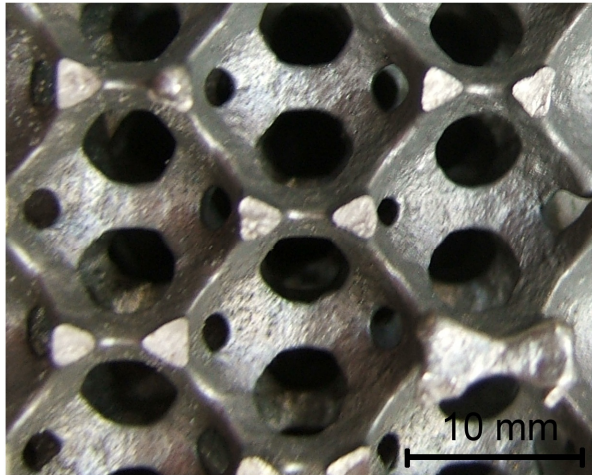


Figure IV-16 - Macrographie d'un échantillon de mousse d'acier.

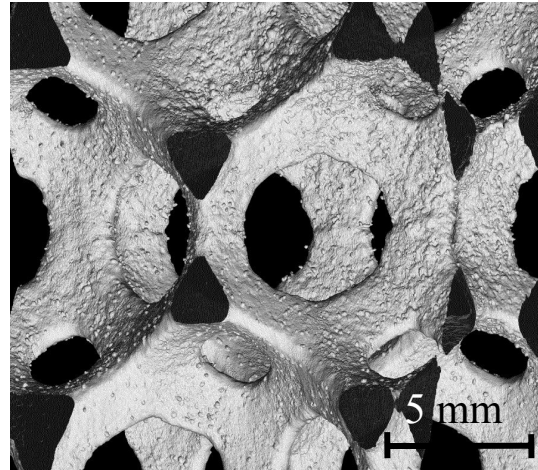


Figure IV-17 - Tomographie d'une cellule de base d'un échantillon de mousse d'acier.

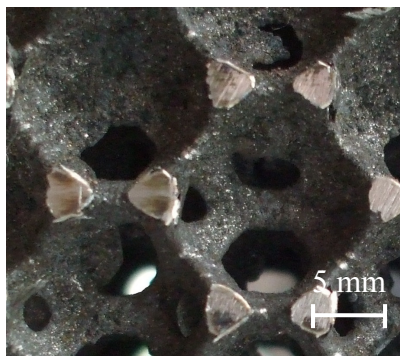
IV.2.3.2. Défaits et leur résolution

Quelques différences existent entre la structure idéalisée qui était attendue et celle de la mousse issue de l'infiltration du réseau réel. Les deux premières apparaissent assez bien sur la Figure IV-17 :

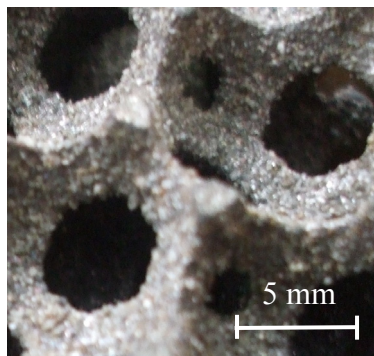
- l'aspect de surface. Le moulage en sable ne permet pas d'avoir une surface lisse et fait apparaître quelques aspérités, qui ne devraient pas avoir de conséquences majeurs sur le comportement mécanique ;
- l'arrondissement des angles. La non-mouillabilité des sables de moulage par les métaux et la forte tension superficielle de l'acier en sont à l'origine.

Au-delà de ces aspects mineurs, il existe des défauts plus importants au niveau des mousses. Ils sont au nombre de trois :

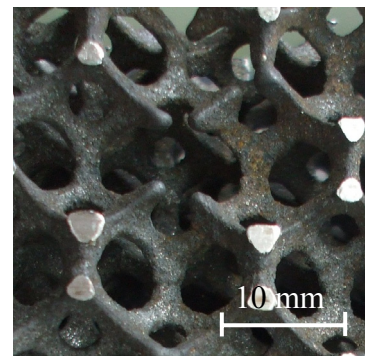
- l'infiltration de faces, dont une photographie est donnée par la Figure IV-18(a). Elle correspond au remplissage par le métal d'une surface normalement en contact entre deux plaques ;
- le grésage (cf. Figure IV-18(b)). Il est dû à une réaction du sable de moulage sous l'effet de la température ;
- la malvenue (cf. Figure IV-18(c)), c'est-à-dire un non-remplissage local du réseau.



(a) Infiltration de faces



(b) Grésage



(c) Malvenue

Figure IV-18 - Principaux défauts apparaissant au niveau des mousses d'acier.

Infiltration de faces

L'infiltration de faces se rencontre lorsque les plaques ne sont pas maintenues en contact lors de l'infiltration de la préforme par le métal. Elle apparaît d'autant plus facilement que ce dernier est chaud (car il est beaucoup plus fluide).

Elle a pour conséquence d'obstruer le passage du sable au moment du débouillage, pouvant aller jusqu'à l'interdiction de son extraction. Par ailleurs, on peut bien évidemment penser qu'un tel défaut modifie le comportement de la mousse, qui a localement une porosité fermée.

La solution employée pour limiter ce problème a été celle du serrage de la préforme. Celui-ci s'est fait au moyen de plaques métalliques maintenues par des vis, comme le montre la Figure IV-19. Au passage, il peut être remarqué sur cette photographie que la préforme est recouverte d'un film plastique. Celui-ci est destiné à empêcher le sable d'y pénétrer lorsqu'il est mis en forme pour créer l'empreinte extérieure surmoulant la préforme.

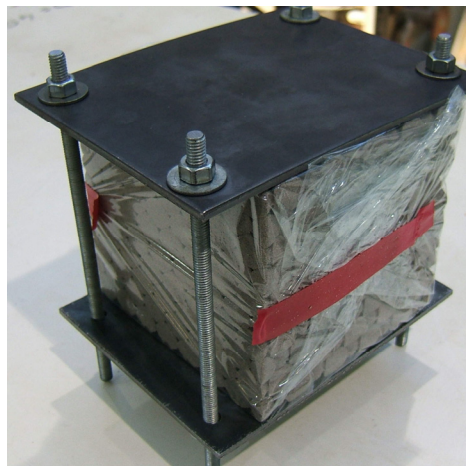


Figure IV-19 – Serrage de la préforme au moyen de plaques en acier.

Le grésage

Le grésage est la vitrification du sable de moulage sous l'effet de la température. Au niveau de la mousse, la détérioration du sable qu'il engendre a tendance à augmenter la taille des poutres du réseau (et donc sa masse volumique apparente) en plus de produire un état de surface déplorable. De plus, il nuit considérablement au débouillage car le sable se retrouve sous forme d'agglomérats solides qu'il est difficile de rendre à l'état particulaire.

Ce phénomène a été maîtrisé en choisissant un sable réfractaire, c'est-à-dire qui a une bonne résistance à la température (cf. § IV.3.1), et en limitant la surchauffe de l'acier. Cette dernière spécification explique la complexité des dispositifs de remplissage mis en œuvre. En effet, la limitation des distances de remplissage, induite par la surchauffe réduite de l'acier, a été compensée par la multitude des points d'attaque de ces dispositifs et l'utilisation d'une dépression pour assister la coulée.

La malvenue

La malvenue est un manque local de métal. Dans le cas de nos essais, il semble qu'elle soit due à une solidification prématurée de l'acier (surchauffe pas assez importante) ou à

l'emprisonnement d'une poche de gaz. Dans le premier cas, les défauts sont généralisés à l'endroit le plus éloigné du dispositif d'attaque tandis, que dans le second, ils sont beaucoup plus localisés. Ces défauts localisés pourraient aussi être une conséquence de phénomènes de capillarité. En effet, sous certaines conditions de pression, le front d'infiltration d'un liquide au sein d'un réseau de porosités peut progresser alors même que ce réseau n'est que partiellement saturé en fluide en arrière de ce front ([MIC2001]).

L'apparition de la malvenue a été réduite en travaillant sur le mode de remplissage (d'où la coulée en sac sous vide pour remplir plus rapidement avant solidification), les propriétés d'isolation du sable (cf. § IV.3.1) et le dispositif d'évents. Notamment, la taille de ces derniers, qui doit être suffisante pour emmagasiner les premiers dégagements dus à la combustion de la résine, et leur emplacement, qui ne se fait pas tout à fait le milieu du bloc de noyaux dans le cas de la coulée en sac sous vide, ont été (empiriquement) déterminés.

IV.2.4. Conclusion sur l'infiltration d'une préforme constituée par l'empilement de plaques

Une nouvelle préforme, formée par l'empilement de plaques constituées de cellules identiques, a été mise au point. Elle permet de réaliser un réseau de porosités ayant la forme de celui constitué par les arêtes d'un empilement de solides de Kelvin. Après infiltration, elle donne naissance à une mousse à pores ouverts dont la structure est « idéale ».

L'étude précise de la forme des cellules constituant les plaques a permis d'envisager la fabrication de ces dernières par moulage. Dans notre cas, c'est le procédé dit de « boîte froide », couramment rencontré en fonderie, qui a été employé. De ce fait, la technique développée est particulièrement intéressante car la fabrication de la préforme est aisée pour le fondeur et ne lui demande pas d'équipement spécifique.

Néanmoins, le procédé se heurte à l'apparition de défauts qui lui sont propres. Mais un travail sur les conditions d'infiltration a permis de réduire ces défauts de façon significative. Des améliorations dans ce domaine sont encore possibles et nécessitent d'être développées en s'appuyant sur une meilleure compréhension du processus d'infiltration. C'est pourquoi il a été décidé de l'étudier. Ceci constitue l'objet de la section IV.3 qui suit.

IV.3. Eléments de maîtrise du procédé d'infiltration d'une préforme constituée par l'empilement de plaques

La technique employée pour réaliser des mousses d'acier utilise l'infiltration d'une préforme en sable dont l'étroitesse des porosités (section débitante de 2-3 mm²) occasionne des déperditions calorifiques et des pertes de charge qui ne sont rencontrées dans aucune autre application de fonderie. De ce fait, les paramètres influençant le remplissage du réseau se doivent d'être étudiés pour connaître les limites, les possibilités et les voies d'amélioration de notre procédé.

Dans un premier temps, nous établirons des critères permettant de choisir le sable de moulage pour réaliser la préforme. Notamment, nous nous intéresserons aux phénomènes thermiques qui fixent le temps imparti au remplissage du réseau.

Ensuite, nous étudierons l'orientation du réseau afin de savoir si elle peut améliorer le remplissage. Enfin, nous étudierons le remplissage des réseaux de porosités d'une façon générale afin d'offrir des outils de dimensionnement du système d'alimentation en métal.

IV.3.1. Choix du sable de moulage pour réaliser la préforme

Le sable de moulage employé pour réaliser la préforme doit répondre à un double besoin :

- résister à la température pour ne pas subir de grésage,
- être le plus isolant possible pour permettre au métal de s'infiltrer sur d'importantes distances avant de se solidifier.

La première de ces propriétés est la réfractarité. Elle se caractérise par une température maximale d'utilisation du sable et se valide en observant la tenue thermique de ce dernier. La seconde est l'effusivité. Cette notion étant moins évidente, nous nous attacherons, dans ce qui suit, à l'introduire en rappelant la loi de refroidissement d'un métal dans un moule. Ensuite, nous établirons la liste des sables testés et en justifierons les choix. Enfin, nous présenterons l'expérience qui nous a permis de choisir le matériau de moulage le plus adapté.

IV.3.1.1. Solidification d'un alliage dans un moule isolant

Lorsqu'un métal est coulé dans un moule dont la température est inférieure à la sienne, il perd de la chaleur et cesse de couler en se solidifiant. Cette solidification est la plus rapide là où l'épaisseur de pièce est la plus fine.

Lorsque le moule est isolant, ce qui est le cas lorsqu'il est réalisé en sable, c'est le phénomène de conduction au sein de ce dernier qui pilote la solidification ([CAM2003], [VOI2002], [LES1989]). Si le métal, initialement liquide, est statique, le temps au bout duquel la section la plus fine est totalement solidifiée est alors donné par la loi de Chvorinov, couramment employée en fonderie. Cette loi, dont nous rappelons la démonstration en annexe 7 afin de bien comprendre les hypothèses qui permettent d'y aboutir, indique que le temps nécessaire à la solidification est :

$$t_s = \left(\omega \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{V_{\text{métal}}}{S} \cdot \frac{\rho_{\text{métal}} \cdot (C_{p \text{ métal}} \cdot (T_{\text{coulée}} - T_{\text{solidus}}) + L_{\text{métal}})}{\sqrt{\lambda_{\text{sable}} \cdot \rho_{\text{sable}} \cdot C_{p \text{ sable}} \cdot (T_{\text{solidus}} - T_0)}} \right)^2 \quad (\text{E IV.2})$$

- où t_s est le temps de solidification de la section de pièce la plus fine ;
 ω est un facteur de forme. Pour des poutres prismatiques, il vaut environ 0,8 ([SCI1971]) ;
 $V_{\text{métal}}$ est le volume de métal de la section la plus fine ;
 S est la surface de contact entre le moule et le métal au niveau de cette section ;
 $\rho_{\text{métal}}, \rho_{\text{sable}}$ sont les masses volumiques du métal et du sable (en $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) ;
 $C_{p \text{ métal}}, C_{p \text{ sable}}$ sont les chaleurs spécifiques du métal et du sable (en $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) ;
 λ_{sable} est la conductivité thermique du sable (en $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) ;
 $L_{\text{métal}}$ est la chaleur latente de fusion du métal (en $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$) ;
 $T_{\text{coulée}}$ est la température à laquelle est versé le métal en entrée de moule ;
 T_{solidus} est la température de solidus du métal ;
 T_0 est la température du moule avant coulée du métal (généralement la température ambiante).

Dans le cas d'un métal remplissant un moule, c'est le temps de solidification t_s qui détermine la durée durant laquelle l'écoulement peut avoir lieu. Bien sûr ce temps est affecté par le mouvement du fluide (cf. par exemple les travaux de [RAG1956], [NIE1959], [FLE1963]). Cependant, l'équation (E IV.2) donne un ordre de grandeur de t_s qui, selon le mode de solidification, est en réalité de 2 à 5 fois inférieur à la valeur calculée ([CAM2003]).

En tout état de cause, la quantité b_{sable} , appelée effusivité et donnée par l'équation (E IV.3) qui suit, caractérise la participation du sable à la solidification du métal. Cette dernière devant être la moins rapide possible pour autoriser une distance de remplissage importante, il convient de rechercher un sable dont l'effusivité est très faible.

$$b_{\text{sable}} = \sqrt{\lambda_{\text{Sable}} \cdot \rho_{\text{Sable}} \cdot C_{\text{P Sable}}} \quad (\text{E IV.3})$$

Le choix du sable a donc consisté à rechercher celui dont l'effusivité était la plus basse possible tout en présentant une réfractarité suffisante.

IV.3.1.2. Choix des sables testés

Le sable traditionnellement employé en fonderie est la silice en raison de son faible coût et de son comportement thermique relativement satisfaisant. Son emploi nous est donc apparu comme une évidence.

Par ailleurs, la fonderie d'acier fait couramment appel au zircon (ZrSiO_4) en raison de sa très grande réfractarité. Le grésage s'étant montré comme un phénomène limitant pour notre procédé, cet aspect nous est apparu important et nous a amené à considérer l'usage de ce sable, même s'il est reconnu plus conducteur de chaleur que la silice.

La Kerphalite[®] est un sable silico-alumineux qui a été étudié en tant que matériau de substitution au zircon ([BEA2007]). Il est vendu par la société Hüttenes Albertus. Il présente une bonne réfractarité et se montre plus isolant que ce dernier. Il a donc été décidé d'en tester l'emploi.

Enfin, la société Ashland propose un sable constitué de billes creuses de Kaolin (ESIKOL TF[®]) particulièrement isolant, comme l'indique le Tableau IV-6 qui compare ses propriétés thermiques à celles du sable siliceux. Son effusivité est de 4 à 6 fois inférieure au sable de silice, ce qui offre un temps de solidification du métal de 16 à 36 fois plus important (d'après (E IV.2)). Ses propriétés thermiques exceptionnelles nous ont amenés à en considérer l'utilisation même s'il semble peu réfractaire (sa température maximale d'utilisation est comprise entre 1200°C et 1600°C d'après [SHO2003] et [SHO2004]).

En plus de tester ces sables individuellement, les combinaisons de billes creuses de Kaolin avec les autres sables ont aussi été considérées dans une proportion de 50/50% en volume. Le but a été de profiter des propriétés isolantes exceptionnelles du premier et de compenser sa faible réfractarité par les seconds. Au final, nous avons donc considéré l'emploi de 7 constitutions de sable différentes : ESIKOL TF[®], silice, zircon, Kerphalite[®], silice + ESIKOL TF[®], zircon + ESIKOL TF[®], Kerphalite[®] + ESIKOL TF[®].

Matériau	Conductivité thermique λ (en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	Masse volumique ρ (en kg.m^{-3})	Chaleur spécifique C_p (en $\text{J.K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$)	Effusivité b (calculée, en $\text{J.m}^{-2}.\text{K}^{-1}.\text{s}^{-1/2}$)
Sable siliceux	0,86 ⁽¹⁾	1500 ⁽¹⁾	996 ⁽¹⁾	1133,5
Billes creuses de Kaolin (ESIKOL TF [®])	0,15 – 0,25 ⁽²⁾	400 ⁽³⁾	600 - 800 ⁽²⁾	190 – 283

⁽¹⁾ Données employées par C.T.I.F. pour ses simulations de remplissage de moule sur PAMCAST[®].

⁽²⁾ Source : [SHO2003]

⁽³⁾ Données fournisseur.

Tableau IV-6 – Propriétés thermiques du sable siliceux et des billes creuses de Kaolin (ESIKOL TF[®]).

IV.3.1.3. Expérience



L'expérience visant à déterminer le sable le plus adapté à la réalisation d'une préforme a été assez simple. Elle a consisté à infiltrer une préforme réalisée au moyen de chacun des sables par de l'acier inoxydable 304L dont la température a été pratiquement la même pour tous les essais. Celle-ci a été d'environ 1630°C (à plus ou moins 15°C près de par la difficulté de maîtrise de la température), une valeur généralement visée par les fondeurs pour réaliser des pièces minces avec ce type de métal. La coulée s'est faite en chute, selon la première technique de mise en œuvre présentée dans le Tableau IV-5 (page 114).

Pour chacun des essais, la tenue thermique du sable et la longueur de réseau infiltrée ont été observées. La première est bien évidemment représentative de la réfractarité du sable. La seconde est une conséquence de son effusivité. En effet, les conditions hydrauliques de l'infiltration étant les mêmes, seul le temps disponible avant solidification est susceptible de modifier la longueur de remplissage.

Le Tableau IV-7 reprend les résultats obtenus pour chacun des sables, en précisant leur comportement à la température ainsi que la distance moyenne de remplissage du réseau (préalablement définie au niveau la Figure IV-4, page 107) qui a été atteinte. Il présente aussi une photographie générale du réseau infiltré (sauf pour le premier essai pour lequel l'agglomérat sable-métal formé n'a présenté aucun intérêt).

La lecture de ce tableau fait apparaître de façon évidente l'effet de l'effusivité réduite des billes de Kaolin (ESIKOL TF®) sur la longueur d'infiltration. Elle souligne aussi la forte propension du zircon à prévenir le grésage. D'ailleurs, la combinaison de ces deux sables nous est apparue comme le meilleur compromis en offrant une longueur d'infiltration parmi les plus importantes (47 mm) et une bonne réfractarité. Les éprouvettes de compression ont été réalisées en employant des plaques fabriquées avec ce sable.

Enfin, remarquons qu'à l'exception du cas où la préforme est en zircon, l'infiltration au sein du réseau de porosités suit un front relativement plan. Ceci souligne le caractère quasi-unidirectionnel de l'infiltration lorsque la configuration de coulée en chute définie dans le Tableau IV-5 est employée.

Sable	Tenue à la température	Distance moyenne de remplissage	Photographie générale du réseau infiltré
ESIKOL TF®	- Fusion des premières plaques infiltrées.	? (fusion de la préforme)	-
Silice	- Grésage au niveau de la première plaque infiltrée.	30 mm	
Zircon	- Aucun grésage (très belle peau de métal).	? (remplissage local)	


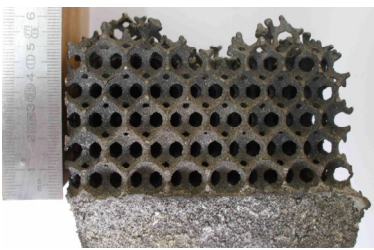
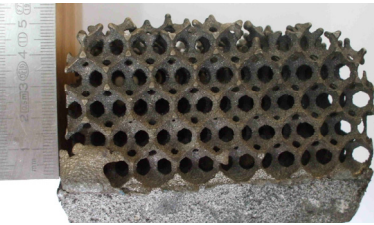

Kerphalite®	- Aucun grésage, - Déformation généralisée de la forme des cellules (« ramollissement » des plaques).	30 mm	
50% Silice + 50% ESIKOL TF®	- Grésage généralisé.	50 mm	
50% Zircon + 50% ESIKOL TF®	- Léger grésage au niveau des 2 premières plaques.	47 mm	
50% Kerphalite® + 50% ESIKOL TF®	- Grésage généralisé.	45 mm	

Tableau IV-7 – Tenue à la température et distance moyenne de remplissage de la préforme selon la nature du sable employé pour la réaliser.

IV.3.2. Direction de remplissage

La préforme, globalement cubique, comporte 6 faces en vis-à-vis. En considérant une infiltration unidirectionnelle, il existe donc 3 directions possibles pour remplir le réseau. Nous avons alors cherché à savoir s'il existait une direction pour laquelle il serait plus facile d'infiltrer le réseau. Pour cela, nous avons développé une approche hydraulique théorique de cet aspect puis avons réalisé un essai. Nous présentons ce travail dans cette section.

IV.3.2.1. Approche théorique

L'étroitesse des poutres constituant le réseau de porosités crée des pertes de charge conséquentes qui s'opposent à son infiltration. Les considérations qui suivent visent à établir la résistance hydraulique linéique du réseau pour les trois directions d'infiltration unidirectionnelle possibles afin de les comparer. Certes, cette notion s'entend normalement en régime permanent, ce qui n'est pas le cas lors d'une infiltration. Mais il peut aisément être supposé que si une direction propose le moins de pertes de charges en régime permanent, il en sera de même en régime transitoire.

Perte de charge au niveau d'une poutre du réseau de porosités

Comme il sera vu dans la section IV.3.3, l'écoulement peut être laminaire ou turbulent selon les conditions d'infiltration. Dans ce qui suit, il est proposé de calculer les pertes de charge dans ces deux cas. Pour ce faire, il est supposé que chaque poutre, de longueur L , a une résistance hydraulique identique aux autres, qui intègre les pertes linéiques et singulières. Celle-ci est notée $R_{L\text{lam}}$ si les pertes se font en régime laminaire et $R_{L\text{tur}}$ si elles sont créées par la turbulence. Par conséquent, la perte de charge induite par chaque poutre du réseau est donnée par :

$$\Delta P_L = R_{L\text{lam}} \cdot q_{vL} \text{ si le régime est laminaire} \quad (\text{E IV.4})$$

$$\Delta P_L = R_{L\text{Tur}} \cdot q_{vL}^2 \text{ si le régime est turbulent} \quad (\text{E IV.5})$$

où ΔP_L est la perte de charge au niveau d'une poutre (en Pa),
 q_{vL} est le débit volumique de métal traversant la poutre (en $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$).

La Figure IV-20 donne le schéma électrique équivalent aux relations (E IV.4) et (E IV.5). Il convient d'être prudent car la relation entre perte de charge et débit est linéaire dans le premier cas alors que dans le second elle est quadratique ($x = 1$ si les pertes sont linéaires et $x = 2$ si elles sont quadratiques).

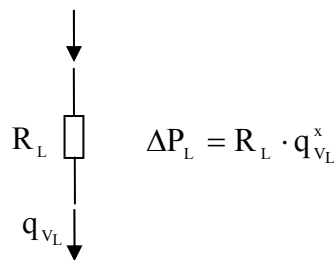


Figure IV-20 - Schéma électrique équivalent d'une poutre du réseau de porosités.

Directions d'infiltration du réseau

Le réseau de porosités, dont la Figure IV-21 donne une vision approximative, est périodique. Une maille élémentaire de cette structure peut être celle qui apparaît en rouge sur cette figure et qui est reportée sur la Figure IV-22. Cette maille est inscriptible dans un parallélogramme rectangle de dimensions $2L \times 2L \times 2\sqrt{2}L$. Pour simplifier, il est supposé, pour une orientation donnée, que l'écoulement intervient de façon identique dans toutes les mailles du réseau.

Les trois directions pour infiltrer ce réseau sont indiquées par des flèches sur la Figure IV-22. Deux d'entre elles sont équivalentes du point de vue hydraulique (les flèches bleu clair et bleu foncé). Nous comparerons donc la résistance hydraulique que présente ce réseau lorsque le métal provient des flèches vertes (cas 1) avec celle qu'il présente lorsque le flux de liquide suit les flèches bleu foncé (cas 2).

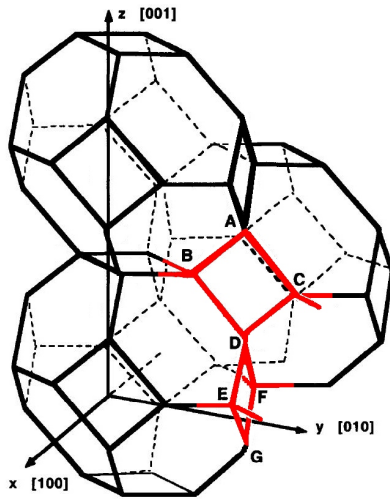


Figure IV-21 – Forme du réseau infiltré (figure inspirée de [ZHU1997]).

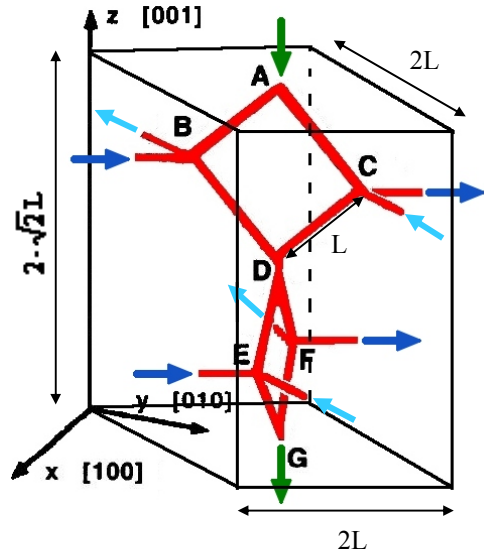


Figure IV-22 – Différentes directions d'infiltration d'une maille élémentaire du réseau de porosités.

Schémas électriques équivalents et résistances hydrauliques d'une maille

Considérons que la maille, quelle que soit son orientation, est traversée par un flux volumique de métal Q_V . Dans le cas 1, l'intégralité de ce flux arrive et repart par les flèches vertes. Dans le cas 2, chacune des flèches bleu foncé se partage la moitié de ce flux.

Les Figures IV-23 et IV-24 donnent les schémas électriques équivalents respectifs des réseaux hydrauliques que constitue la maille dans les cas 1 et 2. Elles ne représentent pas les branches du réseau orthogonales à la direction d'infiltration car l'écoulement dans celles-ci y est nul de par l'hypothèse d'identité de l'écoulement dans chacune des mailles du réseau.

Ces schémas électriques peuvent être simplifiés en employant des règles propres à chacun des régimes d'infiltration. Dans le cas d'un écoulement laminaire, celles-ci consistent en ce que :

- deux branches en série, de résistances hydrauliques respectives R_1 et R_2 , peuvent être remplacées par une seule branche dont la résistance équivalente est : $R_{\text{éq}} = R_1 + R_2$,
- deux branches en parallèle, de résistances hydrauliques respectives R_1 et R_2 , peuvent être remplacées par une seule branche de résistance équivalente $R_{\text{éq}}$ telle que : $\frac{1}{R_{\text{éq}}} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}$.

Dans le cas d'un écoulement turbulent, elles consistent en ce que :

- deux branches en série, de résistances hydrauliques respectives R_1 et R_2 , peuvent être remplacées par une seule branche dont la résistance équivalente est : $R_{\text{éq}} = R_1 + R_2$,
- deux branches en parallèle, de résistances hydrauliques respectives R_1 et R_2 , peuvent être remplacées par une seule branche de résistance équivalente $R_{\text{éq}}$ telle que : $\frac{1}{\sqrt{R_{\text{éq}}}} = \frac{1}{\sqrt{R_1}} + \frac{1}{\sqrt{R_2}}$.

Dans le cas 1, ces simplifications permettent de montrer que R_{Mlam_1} , la résistance hydraulique totale de la maille entre le point A et le point G en régime laminaire, vaut $2 \cdot R_{Llam}$. Celle relative au régime turbulent, R_{Mtur_1} , vaut R_{Ltur} entre ces mêmes points.

Pour le cas 2, il est trouvé que la résistance totale entre l'entrée et la sortie de la maille vaut R_{Llam} en régime laminaire (R_{Mlam_2}) et $\frac{3 \cdot R_L}{8}$ en régime turbulent (R_{Mtur_2}). Pour déterminer ces valeurs, il a été nécessaire de considérer d'abord séparément les deux demi-circuits de part et d'autre du point D, ce qui est possible car ils sont symétriques du point de vue hydraulique, puis de cumuler leurs effets sur le flux total.

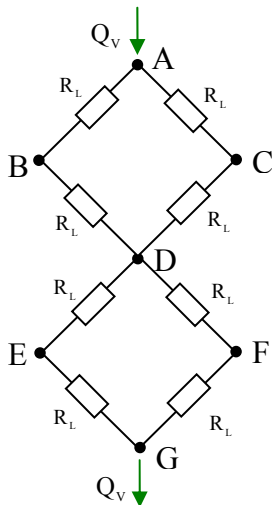


Figure IV-23 – Schéma électrique équivalent au réseau hydraulique constitué par la maille du réseau de porosités parcourue selon le cas 1.

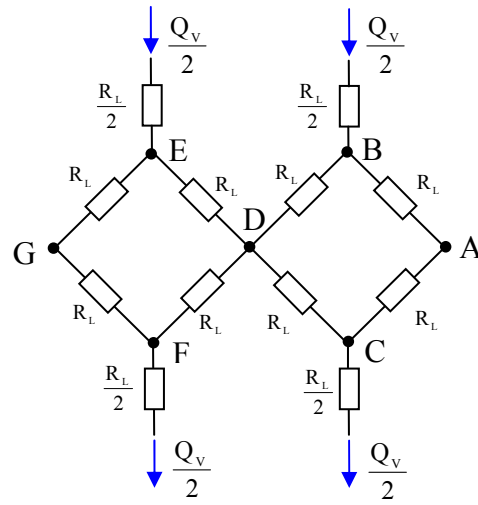


Figure IV-24 - Schéma électrique équivalent au réseau hydraulique constitué par la maille du réseau de porosités parcourue selon le cas 2.

Résistances hydrauliques du réseau

Connaissant la résistance hydraulique (en régime laminaire ou turbulent) d'une maille dans chacune des directions d'infiltration, calculons maintenant la résistance hydraulique équivalente d'un réseau complet. Celui-ci est supposé présenter une surface S perpendiculaire au sens de l'écoulement et une longueur d parallèle à ce dernier.

Le réseau de porosités est une succession de mailles mises en parallèle ou en série. Chaque maille présente une surface perpendiculaire à l'écoulement de $4 \cdot L^2$ dans le cas 1 et de $4 \cdot \sqrt{2} \cdot L^2$ dans le cas 2. Sa longueur dans le sens de l'écoulement est de $2 \cdot \sqrt{2} \cdot L$ dans le premier cas et de $2 \cdot L$ dans le second.

Notons alors x le rapport entre la surface S du réseau et la surface d'une maille et y le rapport entre la longueur d du réseau et celle d'une maille. Ces valeurs correspondent respectivement au nombre de mailles placées en parallèle pour constituer la surface du réseau et le nombre de mailles placées en série pour constituer la hauteur du réseau. Pour chacun des deux cas, nous avons :

- cas 1 : $x = \frac{S}{4 \cdot L^2}$; $y = \frac{d}{2 \cdot \sqrt{2} \cdot L}$ (E IV.6)

- cas 2 : $x = \frac{S}{4 \cdot \sqrt{2} \cdot L^2}$; $y = \frac{d}{2 \cdot L}$ (E IV.7)

Le schéma électrique équivalent à l'ensemble du réseau hydraulique est alors donné par la Figure IV-25 . En faisant appel aux simplifications sur les dérivation, il peut être déduit que la résistance hydraulique globale R_R du réseau vaut :

$$R_{Rlam} = \frac{y \cdot R_{Mlam}}{x} \text{ en régime laminaire} \quad (E IV.8)$$

$$R_{Rtur} = \frac{y \cdot R_{Mtur}}{x^2} \text{ en régime turbulent} \quad (E IV.9)$$

où R_M est la résistance hydraulique d'une maille ($R_M = R_{M1}$ ou R_{M2} selon le cas).

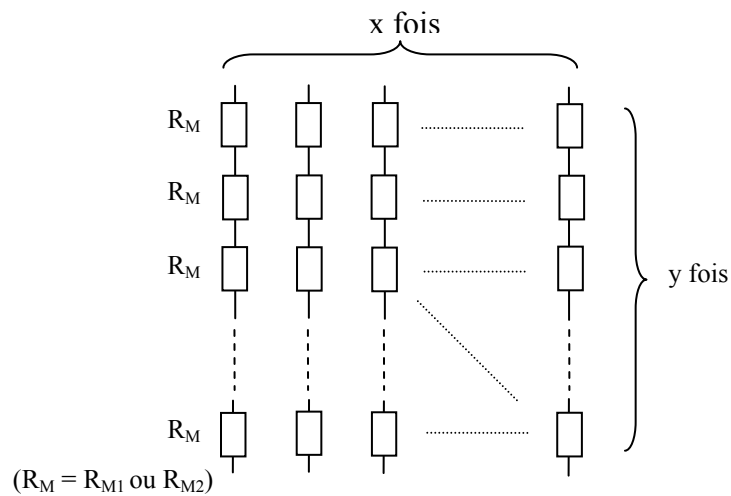


Figure IV-25 - Schéma électrique équivalent au réseau hydraulique constitué par le réseau de porosités.

Selon le cas et le régime d'écoulement, les résistances hydrauliques du réseau s'écrivent alors (en considérant les équations (E IV.6) à (E IV.9)) :

- cas 1 :

$$R_{Rlam_1} = 2 \cdot \sqrt{2} \cdot \frac{d \cdot L}{S} \cdot R_{Llam} \text{ en régime laminaire} \quad (E IV.10)$$

$$R_{Rtur_1} = 4 \cdot \sqrt{2} \cdot \frac{L^3 \cdot d}{S^2} \cdot R_{Ltur} \text{ en régime turbulent} \quad (E IV.11)$$

- cas 2 :

$$R_{Rlam_2} = 2 \cdot \sqrt{2} \cdot \frac{d \cdot L}{S} \cdot R_{Llam} \text{ en régime laminaire} \quad (E IV.12)$$

$$R_{Rtur_2} = 6 \cdot \frac{L^3 \cdot d}{S^2} \cdot R_{Ltur} \text{ en régime turbulent} \quad (E IV.13)$$

Il est alors clairement démontré que toutes les directions de remplissage possibles offrent la même résistance hydraulique si l'écoulement est laminaire. De plus, pour ce régime, les pertes interviennent essentiellement au niveau des branches et non de leurs intersections. Les branches étant toutes identiques dans le réseau, il existe donc une réelle identité des pertes en régime laminaire quelle que soit la direction de remplissage.

Lorsque l'écoulement est turbulent, il existe une très légère différence : le cas 1 présente un peu moins de pertes de charge que le cas 2 (6 % de moins). Cependant, ce résultat a été obtenu en considérant que les pertes étaient identiques dans toutes les branches, celles intervenant au niveau de leurs intersections étant réparties entre chacune d'elles. Or, ces dernières représentent certainement une part non négligeable des pertes (cf. coefficients de pertes de charge singulières dans [IDE1979] par exemple). Et même si le nombre de nœuds et la topologie du réseau les reliant sont identiques quelle que soit la direction d'infiltration, il n'est pas sûr qu'il s'y passe la même chose. De ce fait, à ce niveau, il ne peut être qu'émis l'hypothèse de pertes de charge très proches et un essai expérimental s'impose pour la vérifier.

Pour conclure, l'étude théorique du réseau de porosités considéré comme un réseau hydraulique permet de démontrer que les pertes en régime laminaire sont identiques quelle que soit la direction d'infiltration. Celles en écoulement turbulent semblent suivre cette même tendance, si bien qu'il est attendu qu'il n'existe pas de réelle direction de remplissage privilégiée. Ces résultats laissent donc présager une certaine isotropie du réseau du point de vue hydraulique.

IV.3.2.2. Détermination expérimentale

La vérification expérimentale de la faible influence du sens de remplissage a consisté à infiltrer le réseau suivant les deux directions considérées précédemment, dans des conditions de coulée proches. De nouveau, c'est le mode de remplissage en chute (cf. Tableau IV-5, page 114) qui a été retenu, avec une préforme en zircon + ESIKOL TF[®]. Les moules ont été remplis l'un juste après l'autre alors que le métal avait une température en poche de 1700°C (celui correspondant au cas 1 a été coulé avant celui correspondant au cas 2).

Il a ainsi été possible d'infiltrer le réseau sur une distance moyenne de 64 mm pour l'orientation correspondant au cas 1 et de 53 mm pour celle correspondant au cas 2. Les photographies des éprouvettes obtenues à la suite de l'essai sont représentées à la même échelle sur la Figure IV-26.

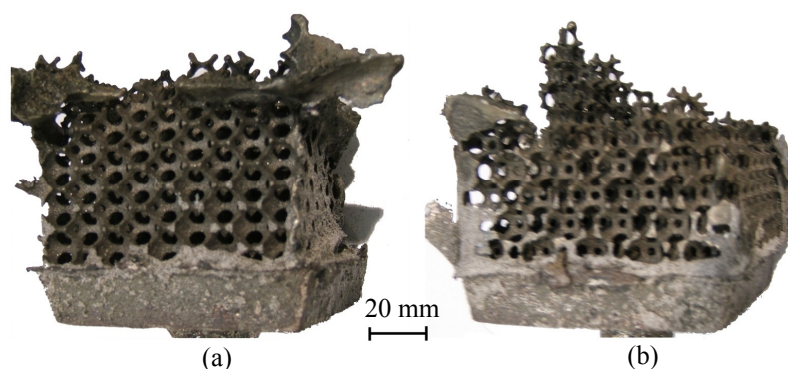


Figure IV-26 - Comparaison des distances de remplissage selon l'orientation du réseau retenue pour l'infiltration : (a) dans le cas 1, (b) dans le cas 2.

Le résultat est assez conforme aux attentes car les distances de remplissage sont sensiblement les mêmes, avec un léger avantage lorsque l'infiltration s'est faite selon l'orientation correspondant au cas 1. Mais l'écart qui existe en termes de distances de remplissage peut aussi en partie s'expliquer par le fait que la première éprouvette a été coulée à une température légèrement plus élevée. Il n'est donc pas sûr que les pertes de charge soient la principale raison à cet écart qui, de surcroît, reste faible.

En conclusion, les directions de remplissage semblent être globalement équivalentes. Par conséquent, il a été possible d'employer celle la plus pratique du point de vue mise en œuvre. Il s'agit de celle correspondant au cas 1 car c'est selon cette direction que la préforme, qui n'est pas tout à fait cubique, est la plus courte à infiltrer.

IV.3.3. Distance de remplissage

IV.3.3.1. Etablissement des équations

Le procédé que nous avons développé s'appuie, comme d'autres techniques, sur l'infiltration d'une préforme. Celle-ci, constituée d'un réseau de porosités, doit être totalement remplie de métal avant qu'il ne se solidifie. C'est le dimensionnement du système d'alimentation qui doit garantir cet objectif. Pour y parvenir, il est nécessaire de connaître l'écoulement du métal au sein de la préforme. Ceci constitue l'objet de l'étude qui suit.

Pour simplifier, l'infiltration est considérée comme unidirectionnelle. Elle se fait sous l'effet d'une différence de pression ΔP et/ou une charge métallostatique $\rho g H$ constantes dans le temps. Le métal, lui, est supposé avoir des propriétés qui ne dépendent pas de sa température. Nous discuterons de cette hypothèse forte ultérieurement. La progression du front de métal au sein du réseau de porosités, supposé plan, est décrite au moyen du paramètre $h(t)$, appelé longueur d'infiltration.

La Figure IV-27 représente le dispositif de coulée en chute, pour lequel il est supposé que l'infiltration est unidirectionnelle, et mentionne les différents paramètres évoqués conditionnant la longueur d'infiltration $h(t)$. Elle introduit par la même occasion les points auxquels nous ferons appel pour décrire le mouvement du fluide.

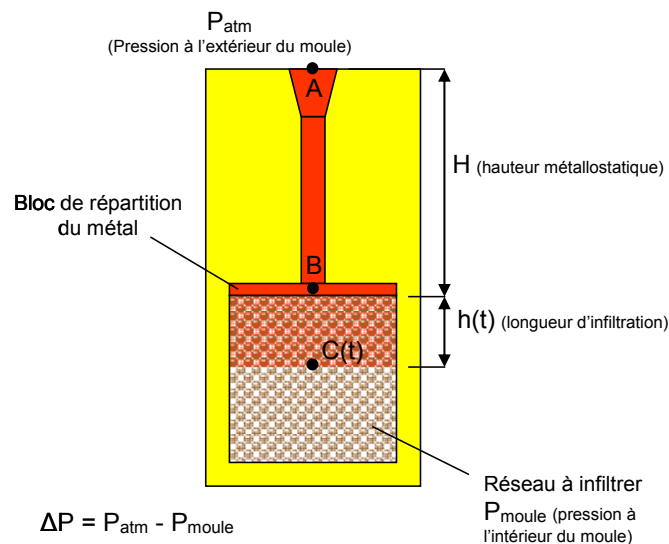


Figure IV-27 - Exemple de dispositif de remplissage, considéré comme unidirectionnel, représentant les paramètres introduits pour décrire le remplissage de la préforme.

Travaux antérieurs

Peu de travaux concernant l'infiltration d'une préforme extractible ont été trouvés : seuls Hur et Zhu ([HUR2003]) semblent en apparence s'y être intéressés. Mais ces derniers, qui font appel à une méthode numérique, obtiennent des résultats qui ne sont applicables qu'à la préforme considérée, ce qui en limite la portée.

Néanmoins, le problème a été traité dans le cadre de la fabrication de composites à matrice métallique (MMC's : Metal Matrix Composites) pour lesquels un métal doit pénétrer un lit de particules ou de fibres céramiques ([MAR1988], [MOR1989], [MAX1990], [XIA1992], [MIC2001]). Ces études, numériques ou analytiques, s'intéressent à la détermination des phénomènes régissant l'infiltration, à leurs couplages et à leurs domaines de prépondérance. Par exemple, [MOR1989] s'intéresse à la variation de la perte de charge dans le réseau due à la solidification du métal en cours de remplissage, tandis que [MIC2001] compare l'importance relative des rôles tenus par la viscosité, les phénomènes de capillarité et la déformation de la préforme.

Cependant, ces études considèrent toutes l'infiltration de particules micrométriques, ce qui conditionne la nature de l'écoulement, qui est tout le temps laminaire. Dans le cas de l'infiltration d'une préforme telle que nous l'avons développée, la taille des particules est de l'ordre de quelques millimètres et, comme le souligne [HUR2003], des phénomènes de turbulence peuvent apparaître. Par ailleurs, à l'échelle millimétrique, la contre-pression P_γ exercée par la capillarité, exprimée par la formule (E IV.14) ([EUS1999]) ci-dessous, est faible et ne joue pas de rôle significatif, ce qui n'est pas le cas pour les particules micrométriques.

$$P_\gamma = \frac{2 \cdot \gamma \cdot \cos \theta}{r_0} \quad (\text{E IV.14})$$

où θ est l'angle de contact entre le métal et le matériau constituant la préforme,
 γ est la tension superficielle du métal,
 r_0 est le diamètre des capillarités.

Par exemple, dans le cas de la préforme développée pour produire des mousses d'acier, le diamètre hydraulique moyen des porosités est de 1,6 mm (mesure effectuée sur le modèle numérique du réseau de porosités). La tension superficielle des métaux étant de l'ordre de l'unité, il peut rapidement être calculé que P_γ correspond à une charge métallostatique de quelques dizaines de millimètres. Son effet n'est donc pas négligeable mais il n'est pas prépondérant. Il est à prendre seulement à titre correctif sur la pression s'exerçant sur le fluide.

Dans ce contexte, nous avons voulu déterminer l'importance de ces phénomènes turbulents et évaluer leur rôle sur le remplissage de l'empreinte. Pour n'étudier que l'effet de ces phénomènes, nous les avons découplés des phénomènes thermiques, d'où l'hypothèse d'un fluide aux caractéristiques indépendantes de la température. Nous nous plaçons donc dans le cas d'une infiltration isotherme et considérons que le temps de solidification donné par l'équation (E IV.2) détermine l'ordre de grandeur en temps imparti à l'infiltration, comme il est couramment admis en fonderie ([VOI2002], [CAM2003]).

Cette hypothèse est tout à fait valable dans le cas d'alliages qui ont une solidification dendritique (métaux alliés avec un important intervalle de solidification), puisque :

- la viscosité des métaux courants, lorsqu'ils sont totalement liquides, dépend relativement peu de leur température dans les intervalles de surchauffe usuellement rencontrés (cf. [LUC1984b]) ;
- le métal se solidifie au niveau du front d'infiltration et reste liquide à l'arrière de celui-ci ([FLE1963], [LES1989], [CAM2003]), comme il est schématisé sur la Figure IV-28 (a). L'écoulement s'arrête brutalement lorsque le front contient une fraction de solide critique f_s (allant de 0,2 à 0,5 selon [CAM2003] et de 0,25 à 0,3 selon [FLE1963]).

Pour les métaux à solidification colonnaire (métaux purs, eutectiques ou faiblement alliés), les considérations sur la viscosité à l'état liquide sont les mêmes que celles qui précèdent, mais le mécanisme de solidification est différent, ce qui fausse l'hypothèse. En effet, pour ce type de métaux, la solidification intervient progressivement en entrée de réseau jusqu'à stopper l'écoulement à ce niveau, comme le montre la Figure IV-28 (b) ([FLE1963], [LES1989], [CAM2003]). Au fur et à mesure que la solidification s'opère, les pertes de charge sont alors progressivement augmentées, ce que ne prend pas en compte un modèle isotherme. Cependant, ces métaux bénéficient d'une coulabilité supérieure ou comparable à celle des alliages à solidification dendritique ([CAM2003], [LES1989]). De ce fait, même si les hypothèses que nous faisons sont fausses pour ces métaux, elles mèneront à une sous-évaluation de leurs possibilités de remplissage. Ces métaux seront donc assurés de pouvoir au moins remplir les distances calculées.

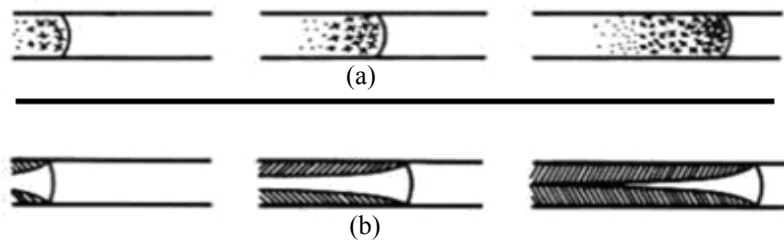


Figure IV-28 – Séquences de la solidification d'un métal en cours d'écoulement [LES1989] :
(a) dans le cas d'un métal dont la solidification est dendritique,
(b) dans le cas d'un métal dont la solidification est colonnaire.

Enfin, quel que soit le mode de solidification du métal, l'hypothèse est tout le temps valable pour décrire le début de l'infiltration car il s'agit de la période où la solidification affecte le moins l'écoulement. Or, cette période est la plus importante à décrire puisque, par sécurité, il sera toujours cherché à ce que le temps d'infiltration soit bien inférieur à celui de solidification.

Mouvement dans le réseau

Le mouvement de fluide décrit dans ce qui suit est celui se produisant lors du remplissage de la préforme que nous avons développée lorsqu'elle est infiltrée selon la direction retenue pour fabriquer les éprouvettes (cas 1 de l'étude hydraulique au § IV.3.2). La projection sur deux dimensions de ce mouvement est représentée sur la Figure IV-29. Ceci ne constitue qu'un exemple car la démarche peut être étendue aux autres directions de remplissage (cas 2) et même généralisée à n'importe quel réseau infiltré. D'ailleurs, nous donnerons, lorsque cela s'avèrera nécessaire, les clefs de cette généralisation.

En observant la Figure IV-29, il peut facilement être établi une relation entre la vitesse débitante du métal au point C(t) et la progression du front d'infiltration. Celle-ci donne :

$$v(C(t)) = \alpha \cdot \frac{dh(t)}{dt} \quad (\text{E IV.15})$$

où $v(C(t))$ est la vitesse débitante du métal au point C(t),
 α est le coefficient de proportionnalité entre vitesse du métal et progression du front d'infiltration. Il est fonction de la géométrie du réseau. Dans notre cas, il vaut $\sqrt{2}$. Il vaudrait 1,5 pour le sens d'infiltration correspondant au cas 2. Pour [MAR1988], [MAX1990] et [XIA1992], il vaut 1 car ils considèrent un faisceau de porosités rectiligne.

Une relation identique à (E IV.15) peut être obtenue pour n'importe quelle géométrie de réseau poreux, même stochastique, en faisant appel au concept de tortuosité ([HAN2005]). Par exemple, pour un empilement aléatoire de billes de taille identique (avec un taux de porosité de 0,4), il vaut 1,47 ([MOT1998]). Nous ne prendrons donc pas de valeur numérique pour α afin de conserver l'universalité de notre approche.

Par ailleurs, nous supposons que l'écoulement est irrotationnel et qu'il se fait par tranches dans les capillaires, dont la section est considérée comme constante. Le fluide est pris comme étant incompressible. De par la conservation de la masse dans les capillaires, nous avons :

$$v_{\text{capillaire}}(t) = v_{\text{capillaire}}(h(t)) = v(C(t)) = \alpha \cdot \frac{dh(t)}{dt} \quad (\text{E IV.16})$$

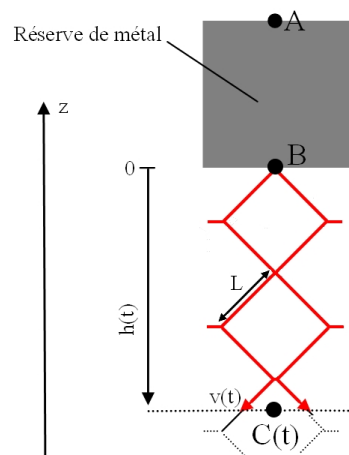


Figure IV-29 – Parcours, projeté en 2 dimensions, du fluide au travers du réseau de porosités.

Enfin, comme déjà évoqué, l'écoulement peut être laminaire ou turbulent, contrairement à toutes les études concernant l'infiltration dans les MMC's pour lesquelles la faible taille des porosités autorise à ce qu'il soit toujours considéré comme laminaire ([MAR1988], [MOR1989], [MAX1990], [XIA1992], [MIC2001]). Nous reviendrons sur cet aspect lorsque nous discuterons des pertes de charge.

Conditions initiales et conditions aux limites

Nous avons considéré que l'approche thermique permettait de définir un intervalle de temps disponible pour remplir le réseau (donné par une relation du type (E IV.2)). Celui-ci prend effet à partir du moment où le réseau commence à être infiltré puisque, avant cet instant, le rapport volume sur surface du système d'attaque est suffisamment grand pour que les pertes thermiques soient négligeables. Cet instant constituera la date $t = 0$ de l'étude du remplissage.

Par ailleurs, il peut raisonnablement être fait l'hypothèse que la section débitante offerte par le réseau de porosités est largement inférieure à celles offertes par le canal de coulée ou le bloc de répartition (dans nos essais, il existe un rapport supérieur à 10 entre les deux). La vitesse dans ces parties peut donc être considérée comme nulle ($v_A = v_B = 0$).

Enfin, il est fait l'hypothèse simplificatrice que l'augmentation de la pression métallostatique due au remplissage du réseau est négligeable devant la pression donnant lieu à

l'infiltration, c'est-à-dire : $\rho gh(t) \ll \rho gH$ et/ou ΔP . Dans le cas de l'infiltration de notre réseau de porosité, $\rho gh(t)$ à tout le temps été inférieur à $\rho gH / 5$.

Intégration de l'équation de quantité de mouvement

Partons de l'équation de quantité de mouvement le long d'une ligne de courant dont l'abscisse curviligne est décrite au moyen du paramètre s . Celle-ci, au niveau local, s'écrit :

$$\rho \cdot \frac{\partial v}{\partial t} + \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot \frac{\partial v^2}{\partial s} + \frac{\partial P}{\partial s} = -\rho \cdot g \cdot \cos(\beta) + f(v) \quad (\text{E IV.17})$$

où ρ est la masse volumique du fluide (ici le métal),
 v est la vitesse du fluide le long de la ligne de courant,
 P est la pression dans le fluide,
 β est l'angle que fait la tangente à la ligne de courant avec l'axe vertical z ,
 $f(v)$ est le terme de dissipation d'énergie (pertes de charge).

Intégrons, le long de la ligne de courant, chacun des termes de l'équation (E IV.17) entre les points A et C(t) (visibles sur les Figures IV-27 et IV-29).

En prenant successivement en compte le fait que $v_A = v_B = 0$ et que la vitesse est identique entre les points B et C(t) et vaut $v_{\text{capillaire}}$, le premier terme peut s'écrire comme il suit :

$$\begin{aligned} \int_A^{C(t)} \rho \cdot \frac{\partial v}{\partial t} \cdot ds &= \rho \cdot \int_B^{C(t)} \frac{\partial v}{\partial t} \cdot ds \\ &= \rho \cdot \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt} \cdot \int_B^{C(t)} ds \\ &= \rho \cdot \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt} \cdot \alpha \cdot h(t) \end{aligned} \quad (\text{E IV.18})$$

Cette intégration laisse admettre qu'il existe une discontinuité du champ de vitesse au point B. Dans la réalité, il existe une zone de faible taille où l'accélération convective est très importante, comme le schématise la Figure IV-30. La prise en compte de cette zone est discutée par [LEV2003] et [ZHM2000]. Pour un capillaire de section circulaire, elle aboutit à ce que l'intégration fournisse un terme supplémentaire du type :

$$C \cdot r_0 \cdot \rho \cdot \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt}$$

où C est une constante. Selon les auteurs, elle vaut entre $3/8$ et $73/60$ ([STA2003], [LEV2003]),
 r_0 est le rayon du capillaire.

Levy ([LEV2003]) conclut que ce terme supplémentaire n'a une incidence qu'au début de l'infiltration, lorsque la longueur d'infiltration est inférieure à r_0 . Dans notre cas, les capillaires ont un diamètre hydraulique de maximum 1 ou 2 mm, ce qui signifie que l'effet de ce terme peut très vite être négligé. Nous ne le prendrons pas en compte. D'ailleurs, [MAR1988], [MAX1990] et [XIA1992] n'en ont pas tenu compte pour l'infiltration des MMC's. [MOR1989] et [MIC2001] ont quant à eux négligé l'intégralité du terme donné par (E IV.18) et se sont placés, a priori, dans le cas d'un comportement asymptotique ($t \rightarrow \infty$) ([LEV2003], [ZHM2000]) sur lequel nous reviendrons lors de la résolution des équations.

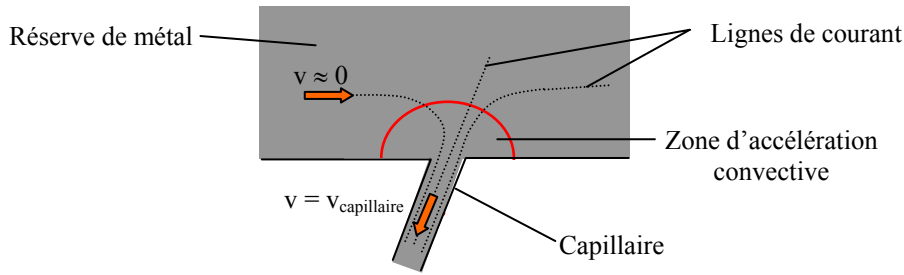


Figure IV-30 - Détail de la zone de jonction ("point B") entre le capillaire et la réserve de métal.

L'intégration des autres termes du membre de gauche de l'équation (E IV.17) est beaucoup plus aisée puisqu'il s'agit de gradients de fonctions. Il est alors obtenu :

$$\int_A^{C(t)} \left(\frac{1}{2} \cdot \rho \cdot \frac{\partial v^2}{\partial s} + \frac{\partial P}{\partial s} \right) \cdot ds = \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot v_{\text{capillaire}}^2 - \Delta P \quad (\text{E IV.19})$$

où ΔP est la différence de pression entre la pression atmosphérique et celle dans le moule : $\Delta P = P_{\text{Atm}} - P_{\text{Moule}}$. Cette donnée intègre la pression liée à la capillarité donnée par l'expression (E IV.14), qui est cependant faible.

L'intégration du terme en référence à la gravité est aussi aisée et donne :

$$- \int_A^{C(t)} \rho \cdot g \cdot \cos(\beta) \cdot ds = - \int_A^{C(t)} \rho \cdot g \cdot dz = \rho \cdot g \cdot (H + h(t)) \quad (\text{E IV.20})$$

Formulation du terme de pertes de charge

Enfin, il convient de discuter du terme de pertes de charge. De nombreux auteurs considèrent que les pertes de charge au niveau du réseau sont les mêmes que celles intervenant en régime établi ([MAR1988], [MOR1989], [MAX1990], [XIA1992], [MIC2001], [ZHM2000], [LEV2003]). L'écoulement étant supposé laminaire par tous ces auteurs, les pertes de charge sont celles d'un écoulement de Poiseuille. Elles sont données par la loi de Darcy :

$$f(v) = k' \cdot \mu \cdot h(t) \cdot u$$

où u est la vitesse superficielle du fluide*,
 k' est une constante dépendant de la géométrie du réseau,
 μ est la viscosité dynamique du fluide (en Pa.s).

* La vitesse superficielle du fluide u est définie comme le débit volumique Q traversant le réseau divisé par la surface de la préforme perpendiculaire à l'écoulement $S_{\text{Préforme}}$:

$$u = \frac{Q}{S_{\text{Préforme}}}$$

De façon évidente, il peut être montré qu'en moyenne, pour un réseau de porosités en cours d'infiltration, on a :

$$u = \phi \cdot \frac{dh}{dt} = \phi \cdot \frac{v_{\text{capillaire}}}{\alpha} \quad (\text{E IV.21})$$

où ϕ est la fraction volumique de porosités du réseau

Eventuellement, certains auteurs considèrent aussi la perte de charge induite par le rétrécissement de la veine de fluide au niveau de la jonction entre la réserve de métal et le capillaire. C'est ce que font par exemple [MAR1988] et [MAX1990]. Dans leur cas, la perte de charge totale s'écrit alors sous la forme :

$$f(v) = -k' \cdot \mu \cdot h(t) \cdot u - a \cdot \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot v_{\text{capillaire}}^2$$

où a est une constante qui, en fonction des auteurs, va de 1,24 à 1,41 ([LEV2003]).

Cependant, de telles formulations ne sont valables que si Re_{inter} , le nombre de Reynolds de l'écoulement à l'intérieur du réseau, donné par l'équation (E IV.22) qui suit, est inférieur à 1 ([HLU2006], [KOM1999]). Au-delà, l'inertie joue un rôle non négligeable dans les pertes. Elle devient même prépondérante si $Re_{\text{inter}} > 500$ ([HLU2006]).

$$Re_{\text{inter}} = \frac{\rho \cdot \frac{u}{(1-\phi)} \cdot d_p}{\mu} \quad (\text{E IV.22})$$

où d_p est le diamètre moyen des particules constituant le réseau
 ϕ est la fraction volumique de porosités du réseau

Il a été calculé (cf. Annexe 8) que le nombre de Reynolds moyen auquel se fait l'infiltration dans notre cas est supérieur à 200, ce qui indique que les phénomènes d'inertie ne peuvent pas être négligés. Nous avons donc décidé de prendre en compte ces pertes en adoptant une formulation du type Forchheimer ou Ergun ([HLU2006], [KOM1999]) à laquelle nous avons ajouté un terme de perte de charge singulière due au rétrécissement de la veine de fluide à l'entrée du réseau. Dans notre cas, le terme $f(v)$ s'écrit alors :

$$f(v) = -k \cdot \mu \cdot h(t) \cdot v_{\text{capillaire}} - a \cdot \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot v_{\text{capillaire}}^2 - \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot K \cdot h(t) \cdot v_{\text{capillaire}}^2 \quad (\text{E IV.23})$$

où $k = k' \cdot \frac{\phi}{\alpha}$,

K (en m^{-1}) est le terme équivalent à k pour les pertes de charge par turbulence.

Cette expression est normalement valable en régime permanent. Nous supposons qu'elle le reste en régime transitoire tout comme [MAR1988], [MAX1990] [MOR1989] et [MIC2001] l'ont fait avec l'expression des pertes en régime laminaire.

Pour des raisons de commodités de résolution de calcul, nous avons pris $a = 1$, une valeur légèrement en deçà de celles souvent employées (entre 1,24 et 1,41 d'après [LEV2003]). Néanmoins, cette valeur permet de rendre compte d'une perte de charge à l'entrée du réseau et de pouvoir juger, après résolution des équations, son influence sur l'écoulement.

Equation du mouvement

Au final, en injectant les expressions (E IV.18), (E IV.19), (E IV.20) et (E IV.23) dans l'équation (E IV.17), nous obtenons l'équation de déplacement du front d'infiltration :

$$\alpha \cdot \rho \cdot \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt} \cdot h(t) + \rho \cdot v_{\text{capillaire}}^2 + k \cdot \mu \cdot h(t) \cdot v_{\text{capillaire}} + \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot K \cdot h(t) \cdot v_{\text{capillaire}}^2 = \Delta P + \rho \cdot g \cdot (H + h(t)) \quad (\text{E IV.24})$$

En posant $\Delta P' = \Delta P + \rho g H$ et en prenant en compte l'hypothèse $\rho g h(t) \ll \rho g H$ et/ou ΔP , l'équation (E IV.24) se simplifie et donne :

$$\underbrace{h(t) \cdot \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt} + \frac{v_{\text{capillaire}}^2}{\alpha}}_{A'} + \underbrace{\frac{k \cdot \mu}{\rho \cdot \alpha} \cdot h(t) \cdot v_{\text{capillaire}}}_{B'} + \underbrace{\frac{1}{2 \cdot \alpha} \cdot K \cdot h(t) \cdot v_{\text{capillaire}}^2}_{C'} = \frac{\Delta P'}{\rho \cdot \alpha} \quad (\text{E IV.25})$$

Dans ce qui suit, nous allons étudier la résolution de cette équation en étudiant le « poids » relatif des termes A' , B' et C' .

IV.3.3.2. Résolution de l'équation de remplissage

L'équation (E IV.25) fait apparaître trois termes contrebalançant la pression sous laquelle l'infiltration se fait :

- A' est relatif à la mise en mouvement du fluide (son inertie),
- B' représente les pertes de charge par viscosité,
- C' représente les pertes de charge par turbulence.

Selon les conditions d'infiltration, chacun de ces termes joue un rôle plus ou moins significatif. Nous nous proposons de négliger tour à tour chacun de ces termes afin de déterminer le partage des rôles entre les deux autres. Pour cela, nous commencerons par introduire trois paramètres caractéristiques :

- $\tau_c = \frac{\rho \cdot \alpha}{k \cdot \mu}$ qui est homogène à un temps,
- $v_c = \sqrt{\frac{\Delta P'}{\rho \cdot \alpha}}$ qui est homogène à une vitesse,
- $\frac{1}{K}$ qui est homogène à une distance.

L'équation (E IV.25) peut donc s'écrire :

$$\underbrace{\frac{h(t)}{v_c^2} \cdot \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt} + \frac{1}{\alpha} \cdot \left(\frac{v_{\text{capillaire}}}{v_c} \right)^2}_{A} + \underbrace{\frac{h(t) \cdot v_{\text{capillaire}}}{\tau_c \cdot v_c^2}}_{B} + \underbrace{\frac{1}{2 \cdot \alpha} \cdot K \cdot h(t) \cdot \left(\frac{v_{\text{capillaire}}}{v_c} \right)^2}_{C} = 1 \quad (\text{E IV.26})$$

Etude de l'équation $A + B = 1$

Négligeons le terme C , pour obtenir l'équation $A + B = 1$. Celle-ci correspond à une infiltration en régime laminaire et a été résolue ([LEV2003], [XIA1992], [MAR1988]) en remarquant que :

$$\frac{d(h \cdot v_{\text{capillaire}})}{dt} = h(t) \cdot \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt} + v_{\text{capillaire}} \cdot \frac{dh}{dt} = h(t) \cdot \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt} + \frac{v_{\text{capillaire}}^2}{\alpha}$$

La solution de l'équation $A + B = 1$, obtenue par intégration sur $h \cdot v_{\text{capillaire}}(t)$, est :

$$h(t) = \sqrt{\frac{2 \cdot \tau_c \cdot v_c^2}{\alpha} \cdot \left(t - \tau_c \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_c}} \right) \right)} \quad (\text{E IV.27})$$

Il peut aisément être montré, par un développement limité et une petite étude de fonction, que :

- Si $t < 0,6 \tau_c$, alors l'équation (E IV.27) peut s'écrire :

$$K \cdot h(t) = \frac{(K \cdot \tau_c \cdot v_c)}{\sqrt{\alpha}} \cdot \left(\frac{t}{\tau_c} \right) \quad (\text{E IV.28})$$

- Si $t > 5,3 \tau_c$, alors l'équation (E IV.27) peut s'écrire :

$$K \cdot h(t) = (K \cdot \tau_c \cdot v_c) \cdot \sqrt{\frac{2}{\alpha}} \cdot \sqrt{\frac{t}{\tau_c}} \quad (\text{E IV.29})$$

Pour ces approximations, il a été considéré une erreur de 10% maximum sur $Kh(t)$. Dans un diagramme $K \cdot h(t) = f(t/\tau_c)$, ces deux courbes se rencontrent lorsque $t/\tau_c = 2$. L'équation (E IV.29) correspond à la progression du front d'infiltration décrite par [MIC2001] et [MOR1989].

Etude de l'équation $A + C = 1$

Du point de vue de la physique, négliger le terme B revient à ne pas tenir compte des pertes par viscosité et considérer que l'infiltration est turbulente. Il n'a pas été trouvé, dans la littérature, de solution à l'équation $A + C = 1$. Nous détaillerons donc la résolution que nous en avons faite.

Tout d'abord, il convient de remarquer que l'équation (E IV.16) indique qu'il existe une bijection entre $v_{\text{capillaire}}(t)$ et $h(t)$. En conséquence, il est possible d'écrire :

$$\frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt} = \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dh} \cdot \frac{dh}{dt} = \frac{dv_{\text{capillaire}}}{dh} \cdot \frac{1}{\alpha} \cdot v_{\text{capillaire}} \quad (\text{E IV.30})$$

En remarquant que $\frac{dv_{\text{capillaire}}}{dh} \cdot v_{\text{capillaire}} = \frac{1}{2} \cdot \frac{d(v_{\text{capillaire}}^2)}{dh}$, nous aboutissons alors à :

$$\frac{dv_{\text{capillaire}}}{dt} = \frac{1}{2 \cdot \alpha} \cdot \frac{d(v_{\text{capillaire}}^2)}{dh} \quad (\text{E IV.31})$$

En reportant cette expression dans l'équation $A + C = 1$, nous obtenons une équation différentielle reliant le carré de la vitesse du métal dans les capillaires à la longueur d'infiltration :

$$h \cdot \frac{d(v_{\text{capillaire}}^2)}{dh} + v_{\text{capillaire}}^2 \cdot \left(1 + \frac{1}{2} \cdot K \cdot h \right) = \alpha \cdot v_c^2 \quad (\text{E IV.32})$$

La solution exacte de cette équation, résolue à l'aide de Maple VR4, est :

$$v_{\text{capillaire}}^2 = \frac{2 \cdot \alpha \cdot v_c^2 \cdot (Kh - 1 + e^{-K \cdot h})}{(K \cdot h)^2} \quad (\text{E IV.33})$$

En reportant l'expression de $v_{\text{capillaire}}$ donnée par (E IV.16) dans (E IV.33), il est alors possible d'obtenir une équation décrivant l'évolution de h dans le temps :

$$\alpha \cdot \frac{dh}{dt} = \frac{\sqrt{2 \cdot \alpha \cdot v_c^2 \cdot (Kh - 1 + e^{-Kh})}}{K \cdot h} \quad (\text{E IV.34})$$

L'intégration de cette expression donne :

$$\int_0^t \frac{d\tau}{\alpha} = \int_0^h \frac{K \cdot y}{\sqrt{2 \cdot \alpha \cdot v_c^2 \cdot (Ky - 1 + e^{-Ky})}} \cdot dy \quad (\text{E IV.35})$$

En effectuant le changement de variable $x = K \cdot y$, l'expression (E IV.35) peut s'écrire :

$$(K \cdot v_c \cdot \tau_c) \cdot \left(\frac{t}{\tau_c} \right) = \int_0^{Kh} \sqrt{\frac{\alpha \cdot x^2}{2 \cdot (x - 1 + e^{-x})}} \cdot dx \quad (\text{E IV.36})$$

L'expression (E IV.36) est la solution exacte de l'équation différentielle $A + C = 1$, donnée de façon implicite (h n'est pas donnée directement en fonction des paramètres). Elle peut être approximée. Cela donne :

- $K \cdot h(t) = \frac{(K \cdot \tau_c \cdot v_c)}{\sqrt{\alpha}} \cdot \left(\frac{t}{\tau_c} \right)$ lorsque $K \cdot h < 1,2$ (on retrouve la solution donnée par l'équation (E IV.28),
- $K \cdot h(t) = \left(\frac{3}{2} \cdot \sqrt{\frac{2}{\alpha}} \cdot (K \cdot \tau_c \cdot v_c) \cdot \left(\frac{t}{\tau_c} \right) \right)^{\frac{2}{3}}$ lorsque $K \cdot h > 11$. (E IV.37)

Dans un diagramme $K \cdot h(t) = f(t/\tau_c)$, ces deux courbes se rencontrent lorsque $Kh = 9/2$.

Etude de l'équation $B + C = 1$

Négliger le terme A revient à ne pas tenir compte de l'énergie nécessaire pour mettre en mouvement le fluide et à se placer dans un régime semi-permanent où la différence de pression ΔP compense uniquement les pertes de charge dans le réseau. C'est en quelque sorte l'extension du cas particulier décrit par [MIC2001] et [MOR1989], qui rend compte, en plus, de la turbulence éventuelle de l'écoulement. L'équation $B + C = 1$ est simplement une équation du second degré en v . Sa solution (positive car $v_{\text{capillaire}} > 0$) est :

$$v_{\text{capillaire}} = \frac{\alpha}{K \cdot \tau_c} \cdot \left(-1 + \sqrt{1 + \frac{2 \cdot v_c^2 \cdot \tau_c^2 \cdot K^2}{\alpha \cdot K \cdot h}} \right) \quad (\text{E IV.38})$$

En procédant de la même manière que pour obtenir l'équation (E IV.35) (considération de l'expression (E IV.16), puis intégration avec changement de variable), il est possible de trouver la solution exacte (implicite) de cette équation, qui est :

$$\left(\frac{t}{\tau_c} \right) = \int_0^{Kh} \frac{dx}{-1 + \sqrt{1 + 2 \cdot \frac{v_c^2 \cdot \tau_c^2 \cdot K^2}{\alpha \cdot x}}} \quad (\text{E IV.39})$$

Là encore, l'expression peut se simplifier. Cela dépend de la valeur de $\frac{\alpha \cdot K \cdot h}{2 \cdot v_c^2 \cdot \tau_c^2 \cdot K^2}$.

Une étude de fonction (qui nécessite de faire le changement de variable $z = x/(K \cdot h)$ dans l'expression (E IV.39)) montre que si cette valeur est inférieure à 0,017, les pertes par inertie sont prépondérantes et l'expression (E IV.37) est retrouvée. Si elle est supérieure à 4,3, les pertes par viscosité sont prépondérantes et l'expression (E IV.29) est obtenue (ces seuils sont donnés pour une erreur sur $Kh(t) = f(t/\tau_c)$,

ces deux courbes asymptotiques se rencontrent lorsque $Kh = \frac{2^3}{3^2} \cdot \left(\frac{K \cdot \tau_c \cdot v_c}{\sqrt{\alpha}} \right)^2$.

Construction d'une courbe d'infiltration

En résumé, nous avons montré que la progression du front d'infiltration au sein d'une préforme dépend de la/les force(s) prépondérante(s) contrebalançant la pression. Celles-ci peuvent découler de la mise en mouvement du fluide ou de la compensation des pertes par viscosité ou turbulence.

L'étude que nous venons de présenter permet de situer dans un diagramme $K \cdot h(t) = f(t/\tau_c)$ les domaines de prépondérance de chacune de ces forces en fonction de la valeur de t/τ_c et de $K \cdot h$. Par ailleurs, les équations décrivant la progression du front d'infiltration ont été données dans chacun de ces domaines par des relations asymptotiques (équations (E IV.28), (E IV.29) et (E IV.37)) qui peuvent être reportées sur ce même diagramme ; tout comme les solutions exactes pour décrire le passage entre deux domaines d'influence (équations (E IV.27), (E IV.36) et (E IV.39)).

Fort de ces considérations, il est facile de construire très rapidement la courbe relative à la progression du front d'infiltration. Pour cela, il faut :

- se placer dans un diagramme $K \cdot h(t) = f(t/\tau_c)$;
- calculer la valeur de $\frac{\tau_c \cdot v_c \cdot K}{\sqrt{\alpha}}$;
- placer les courbes $t/\tau_c = 2$, $Kh = 9/2$ et $Kh = \frac{2^3}{3^2} \cdot \left(\frac{K \cdot \tau_c \cdot v_c}{\sqrt{\alpha}} \right)^2$ dans le diagramme. Ces courbes permettent d'instituer, selon la zone du diagramme concernée, des relations de prépondérance entre les différents termes du membre de gauche de l'équation (E IV.26) ;
- déterminer les domaines de prépondérance. Deux cas peuvent se produire selon que $\frac{2^3}{3^2} \cdot \left(\frac{K \cdot \tau_c \cdot v_c}{\sqrt{\alpha}} \right)^2$ est plus grand ou plus petit que $9/2$. La configuration des domaines de prépondérance dans ces deux cas est illustrée par la Figure IV-31. Le cas (a) correspond à $\frac{2^3}{3^2} \cdot \left(\frac{K \cdot \tau_c \cdot v_c}{\sqrt{\alpha}} \right)^2 < 9/2$ et le cas (b) correspond au cas contraire ;
- tracer, selon le domaine où l'on se trouve, les réponses asymptotiques ;
- affiner les transitions entre les domaines au moyen des équations (E IV.27), (E IV.36) ou (E IV.39).

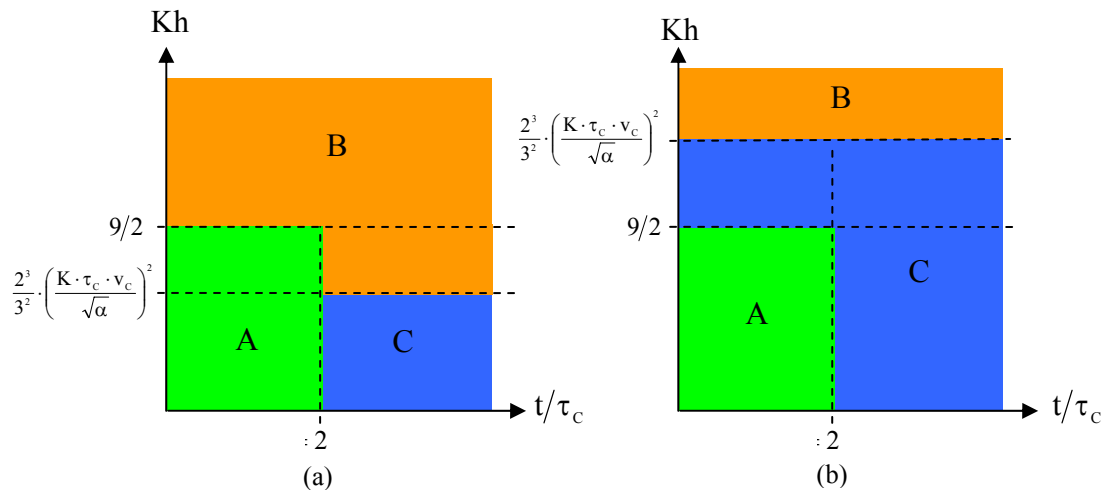


Figure IV-31 – Domaines de prépondérance des termes A, B et C de l'équation (E IV.26) dans le diagramme $Kh = f(t/\tau_c)$ dans les deux cas pouvant se présenter.

La Figure IV-32 propose, à titre d'illustration, la courbe de progression du front d'infiltration dans une préforme constituée de billes de diamètre 10 mm lorsque la pression d'infiltration est fournie par une charge métallostatique de 325 mm et que le métal est de l'aluminium à une température aux alentours de 800°C. Ce choix de données provient du fait qu'il s'agit d'une configuration pour laquelle nous possédons quelques données expérimentales provenant d'une étude préalablement menée par C.T.I.F. (pour laquelle la configuration de coulée est proche de la première détaillée dans le Tableau IV-5 page 114). D'ailleurs, la Figure IV-32 fait apparaître les points expérimentaux de cette étude, ce qui souligne la concordance de l'expérience avec le modèle que nous proposons.

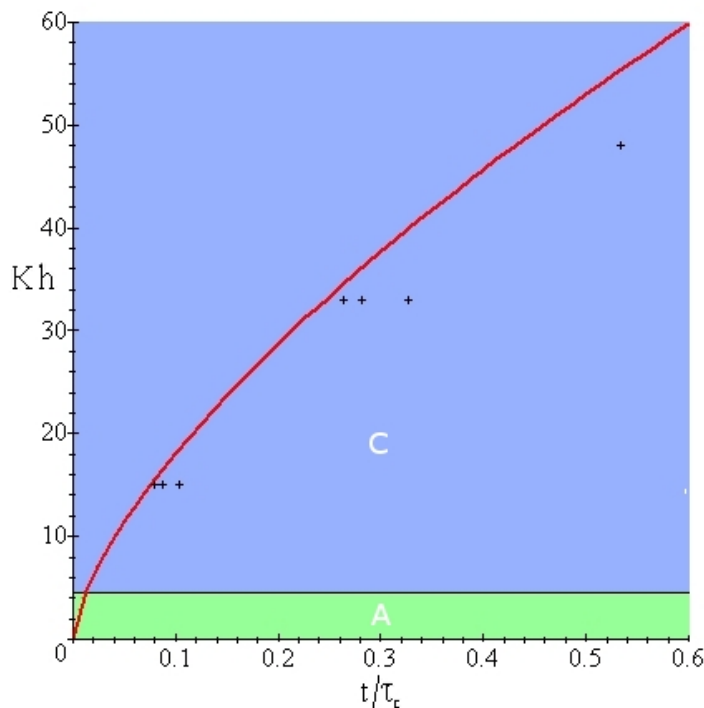


Figure IV-32 - Prédiction de la progression du front d'infiltration (courbe rouge) d'un aluminium liquide à 800°C dans une préforme constituée par un empilement de billes de diamètre 10 mm et comparaison avec les mesures expérimentales (croix noires). Les couleurs de fond de la figure représentent les domaines de prépondérance de l'équation (E IV.26).

Pour tracer cette figure, nous avons juste calculé les paramètres K et k à partir de l'équation d'Ergun, couramment employée pour évaluer la perte de charge dans les milieux granulaires ([KOM1999], [HLU2006]). Celle-ci relie la perte de charge avec le taux de porosité ϕ du milieu traversé, le diamètre d_p des particules constituant la préforme et la vitesse superficielle u :

$$\frac{f(v)}{h} = -\frac{150 \cdot \mu}{d_p^2} \cdot \frac{(1-\phi)^2}{\phi^3} \cdot u - \frac{1,75 \cdot \rho}{d_p} \cdot \frac{(1-\phi)}{\phi^3} \cdot u^2 \quad (\text{E IV.40})$$

En injectant dans (E IV.40) l'expression de la vitesse superficielle u donnée par l'équation (E IV.21), il a été possible d'identifier que :

$$K = \frac{3,5 \cdot (1-\phi)}{d_p \cdot \phi \cdot \alpha^2} \quad (\text{E IV.41})$$

$$k = \frac{150 \cdot (1-\phi)^2}{d_p^2 \cdot \phi^2 \cdot \alpha} \quad (\text{E IV.42})$$

En prenant une tortuosité α de 1,47 ([MOT1998]) et une porosité relative ϕ de 0,35 (qui correspond à une valeur moyenne pour un empilement aléatoire), il a alors été trouvé $K = 300 \text{ m}^{-1}$ et $k = 3,52 \cdot 10^6 \text{ m}^{-2}$.

Par ailleurs, la valeur de $2332 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ([LUC1984a]) a été retenue pour la densité et $0,98 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ([LUC1984b]) pour la viscosité de l'aluminium liquide à 800°C . Ceci a permis de calculer que :

- $\tau_c = 1 \text{ s}$,
- $v_c = 1,47 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$,
- $\frac{\tau_c \cdot v_c \cdot K}{\sqrt{\alpha}} = 362$.

Une valeur de $K = 360 \text{ m}^{-1}$ au lieu de 300 m^{-1} aurait permis d'obtenir une courbe plus proche des points expérimentaux. En plus d'erreurs sur les données retenues pour effectuer le calcul, cette différence est certainement une conséquence de la solidification progressive du métal, qui n'a pas été prise en compte et qui a tendance à augmenter les pertes de charge. Néanmoins, il apparaît clairement que la démarche développée permet de rendre compte de la progression du front d'infiltration à partir d'un nombre réduit de variables, sans faire intervenir de paramètre d'ajustement.

Nous ne disposons toutefois pas de données suffisantes pour pouvoir étendre l'étude de la progression du front d'infiltration à la préforme que nous avons développée. Cependant, l'application d'une démarche similaire à celle exposée ci-avant et l'emploi des expressions (E IV.41) et (E IV.42) pour estimer les pertes de charge dans le réseau montrent que l'infiltration devrait être turbulente dans la plupart des cas (avec quelques incursions possibles dans le domaine laminaire en fin d'infiltration). De même, le domaine où la mise en mouvement du fluide (terme A' de l'équation (E IV. 25)) est prépondérante devrait être très limité.

IV.3.3.3. Discussion sur la distance de remplissage

Pour résumer, l'infiltration de réseaux poreux par des métaux ne constitue pas un sujet nouveau. D'ailleurs, de nombreux auteurs s'y sont intéressés, en proposant parfois des modèles complexes permettant de tenir compte du couplage entre le mouvement du fluide et sa solidification.

Cependant, tous ces auteurs considèrent que les pertes de charge sont induites par la viscosité des métaux. Cette hypothèse correspond bien à leur domaine d'étude pour lequel les porosités sont micrométriques. Mais dans le cadre de l'infiltration de réseaux aux porosités millimétriques, comme dans le cas des mousses d'acier, cette hypothèse ne tient parfois plus.

Nous avons donc cherché à définir les domaines dans lesquels les différents modes de pertes de charge sont prépondérants. Dans la majorité des configurations où l'infiltration se fait à travers un réseau de porosités millimétriques, la chute de pression est essentiellement due à la turbulence, même si la viscosité peut encore jouer un rôle. Le passage d'un écoulement où les pertes de charge par viscosité sont prépondérantes à un mode dominé par la turbulence a des conséquences majeures.

Pour se rendre compte de ces conséquences, rappelons, dans les cas respectifs où les pertes de charge sont dues à la viscosité ou à la turbulence, quels sont les paramètres qui influent sur la longueur d'infiltration h :

- pour des pertes dues à la viscosité : $h \propto \Delta P^{1/2} \cdot t^{1/2} \cdot k^{-1/2} \cdot \mu^{-1/2}$ (E IV.43)

- pour les pertes par turbulence : $h \propto \Delta P^{1/3} \cdot t^{2/3} \cdot K^{-1/3} \cdot \rho^{-1/3}$ (E IV.44)

où \propto indique un rapport de proportionnalité.

Il apparaît clairement que l'effet de la pression est plus important dans le premier cas que dans le second. Par contre, c'est le contraire s'agissant du temps. Or, ce dernier est directement lié aux conditions thermiques selon lesquelles se fait l'infiltration. Il en découle que lorsque les pertes se font par turbulence, comme pour les mousses à porosités millimétriques, travailler sur les propriétés isolantes du moule prend une importance primordiale pour améliorer les possibilités de remplissage.

Il peut aussi être remarqué, en injectant respectivement les expressions (E IV.41) et (E IV.42) dans (E IV.43) et (E IV.44), que si les pertes de charge se font par turbulence, l'augmentation de la taille des précurseurs ou de la porosité de la préforme n'implique pas de changement important au niveau de la vitesse d'infiltration, contrairement à ce qui se passe lorsque les pertes se font par viscosité. C'est donc quasi-seulement au niveau des pertes thermiques qu'une telle modification intervient, ce qui souligne de nouveau leur importance.

Pour conclure, il peut être mentionné que le modèle que nous proposons permet de décrire assez bien les processus d'infiltration de réseaux poreux. Surtout, il met en lumière les conséquences de la taille relativement importante des porosités du réseau. Il propose une vision globale des phénomènes régissant l'écoulement et permet d'étendre le domaine d'application des travaux précédemment effectués sur l'infiltration des MMC's.

En couplant ces résultats avec le calcul d'un ordre de grandeur de temps imparti à la coulée que des formules semblables à (E IV.2) peuvent approximer (voir notamment

[FLE1963], [FLE1961] et [CHU1971]), l'approche développée permet d'évaluer les possibilités de remplissage pour les caractéristiques d'un réseau et d'un métal données. A ce niveau, l'amélioration des prévisions passe par l'élaboration de modèles semi-analytiques ou numériques couplés (mécanique des fluides / thermique) comme il a pu être fait pour les MMC's. Mais pour ces modèles, les hypothèses concernant la mécanique des fluides devront être modifiées pour prendre en compte la turbulence de l'écoulement.

IV.4. Conclusion sur l'infiltration de préformes pour réaliser des mousses d'acier

L'infiltration d'une préforme, dont la mise en œuvre est proche des procédés de fonderie conventionnels, semble particulièrement adaptée à la fabrication de mousses d'acier. Néanmoins, l'emploi d'un métal ferreux a impliqué de reconsidérer cette technique.

En effet, la coulée de métal à travers un réseau de billes, couramment employée pour réaliser des mousses d'aluminium, est difficile à mettre en œuvre avec l'acier. De plus, elle ne permet pas de compenser le handicap de ce type de métal vis-à-vis de sa masse. La définition d'une nouvelle préforme a donc été nécessaire.

Celle-ci est composée de plaques de sable empilées qui définissent un réseau de porosités ayant la forme des arêtes d'un empilement de cellules de Kelvin, une structure proche d'une mousse « idéale ». Moyennant quelques considérations sur leur forme, ces plaques peuvent facilement être fabriquées par moulage, au moyen de techniques répandues en fonderie. La constitution de la préforme est donc très facile.

Cette technique peut néanmoins se heurter à des défauts qui lui sont propres (infiltration de faces, grésage) mais ceux-ci sont facilement résolubles. Par contre, elle rencontre les limitations imposées par les pertes de charges et calorifiques importantes, propres à tous les procédés d'infiltration. Afin de parer à ces limitations, un travail sur le matériau de moulage et sur la direction d'infiltration a été initié. Celui-ci a abouti au choix d'une composition de sable adaptée et a mis en valeur l'absence de sens de remplissage privilégié.

D'autre part, un modèle a été proposé pour tenir compte de la spécificité des procédés d'infiltration de préformes aux dimensions millimétriques. Celui-ci met en valeur l'importance du choix des matériaux de moulage et évoque de façon sous-jacente celle de la coulabilité des métaux.

A ce niveau, il apparaît que l'acier est le métal le plus limité en termes de possibilités de remplissage : il a souvent une coulabilité moyenne et sa température de mise en œuvre restreint les possibilités d'emploi de matériau isolant, qui doit en plus être réfractaire. De ce fait, sa mise en œuvre apparaît comme le cas limite des possibilités du procédé développé, dont l'application peut être étendue à d'autres métallurgies...

V. Caractérisation et modélisation du comportement en compression uniaxiale

Plusieurs solutions, présentées dans les chapitres III et IV, ont été testées pour réaliser des mousses d'acier par fonderie. Celle d'infiltration d'une préforme fabriquée sous forme de plaques, totalement nouvelle, est la plus intéressante de par l'homogénéité de la structure obtenue. Elle constitue la solution pour laquelle nous avons opté.

Cette technique valide un certain nombre des critères d'acceptabilité que nous avons introduits dans la partie II.2, en respectant les exigences suivantes :

- elle est objectivement adaptée aux fondeurs car elle fait appel à des méthodes « traditionnelles » de moulage et de fusion d'un métal, bien connues de ces derniers ;
- elle offre une maîtrise des propriétés structurales du matériau (taux de porosité, taille des cellules). Celle-ci, combinée au contrôle des paramètres de fabrication, pour lesquels nous avons donné quelques éléments de maîtrise dans la partie IV.3, permet de s'assurer d'une certaine reproductibilité de la production et des propriétés des mousses fabriquées ;
- elle est nouvelle (un brevet a d'ailleurs pu être déposé) ;
- les mousses d'acier produites, uniquement constituées de métal (sans particules non-métalliques), sont intégralement recyclables ;

Ce chapitre est destiné à vérifier que la mousse d'acier développée remplit les critères d'acceptabilité qui n'ont pas encore été validés. Il se propose donc d'évaluer leurs performances mécaniques et s'intéresse à la possibilité de modéliser leur comportement mécanique. Il se divise en deux parties :

- la première présente un travail expérimental de caractérisation physique et mécanique des mousses en compression uniaxiale. Celui-ci permet d'extraire un certain nombre de données nécessaires pour le calcul des indices de performance qui seront ensuite comparés avec ceux des mousses d'aluminium ;
- la seconde présente un modèle numérique simple de la mousse d'acier ainsi que les résultats qui peuvent en être tirés. Bien que ce modèle puisse être largement amélioré, il est avant tout destiné à valider la possibilité de simuler numériquement le comportement du matériau.

V.1. Caractérisation

Afin d'établir les indices de performances relatifs à l'utilisation des mousses d'acier en tant que panneau travaillant en flexion ou qu'absorbeur d'énergie, il est nécessaire de déterminer certaines de leurs propriétés mécaniques apparentes. Celles-ci sont : le module d'Young apparent, la quantité d'énergie absorbée, la limite d'élasticité et la masse volumique apparente. Dans cette partie V.1, nous détaillons comment ces grandeurs ont été déterminées à partir d'essais de compression uniaxiale.

Tout d'abord, nous présenterons la préparation des échantillons de mousse ainsi que quelques unes de leurs caractéristiques physiques : dimensions, masse, orientation du réseau. Ensuite, le protocole expérimental et les résultats d'essais de compression uniaxiale, qui ont permis de mesurer les grandeurs recherchées, sont présentés. Enfin, les indices de

performance des mousses d'acier en flexion et en absorption d'énergie sont calculés à partir de ces données. Comparés avec ceux des mousses d'aluminium, il est alors statué sur la compétitivité du produit développé.

V.1.1. Réalisation des éprouvettes

Des échantillons de mousse ont été fabriqués en faisant appel au procédé d'infiltration d'une préforme formée de plaques de solides de Kelvin. Ces échantillons ont été réalisés en acier inoxydable austénitique 304L selon la procédure de coulée dans un moule en sable préalablement mis sous vide, détaillée dans le Tableau IV-5 de la section IV.2.2.2 (page 114). Le choix de ce métal a été fait en raison de sa bonne coulabilité, de sa faible température de solidification et de sa disponibilité.

Une fois refroidies, les pièces coulées ont été décochées (sorties du sable). Les jets de coulée (canaux de coulée et répartiteurs de métal) ainsi que les peaux de pièce ont été découpés à la scie à ruban ou à la tronçonneuse afin d'obtenir un bloc de mousse aux dimensions proches de celles de l'éprouvette finale souhaitée.

Ces blocs ont ensuite subi un traitement thermique, l'hypertrempe, destiné à remettre en solution une phase intermétallique (σ) qui apparaît au refroidissement des aciers inoxydables et qui les fragilise ([AYM1996]). Celui-ci a consisté en un chauffage à 1100°C pendant une heure puis à une trempe à l'eau dès la sortie du four. Le passage brutal de l'acier de l'une à l'autre des températures a ainsi permis d'éviter la zone de formation de la phase σ , qui se situe entre 650°C et 950 °C ([AYM1996]).

Enfin, les blocs ont été usinés et rectifiés. Cette étape, tout comme la découpe des blocs de mousse, a été faite en respectant au mieux l'orientation de la structure comme nous l'évoquerons plus en détails dans la suite.

Notons que, d'une façon générale, que ce soit au niveau du dimensionnement des pièces coulées ou des cotes d'usinage, les éprouvettes de mousse ont été fabriquées dans le but de respecter au mieux les recommandations sur leur réalisation données dans [ASH2000], l'ouvrage de référence sur les mousses métalliques, à savoir :

- l'éprouvette doit être prismatique ou cylindrique avec un rapport hauteur sur largeur supérieur à 1,5 ;
- la plus petite dimension de l'éprouvette doit mesurer au moins 7 fois la taille de cellule.

Ces recommandations sont destinées à augmenter la précision de la mesure et à limiter les effets de bord. La première a tout le temps été respectée, en réalisant des parallélépipèdes. Mais de par la difficulté de produire des échantillons de grande taille à cause de la solidification du métal en cours de remplissage, la seconde n'a pu être suivie. Comme ceci peut être à l'origine d'une sous-évaluation des performances mécaniques du matériau ([ASH2000]), nous nous sommes tout de même efforcés d'obtenir des échantillons ayant le plus grand nombre de cellules possible.

Directions de la structure

La structure du matériau fabriqué par le procédé retenu a une morphologie qui peut être assimilée à celle d'une mousse monodispersée. Elle n'est pas stochastique et, de par sa symétrie cubique, présente trois directions principales orthogonales et équivalentes. Celles-ci,

qui sont définies par les vecteurs orthogonaux aux faces carrées du solide de Kelvin, sont repérées en rouge sur le schéma d'une cellule de mousse de la Figure V-1. Ces vecteurs constituent une base orthonormée, qui sera notée $[x,y,z]$. Leurs coordonnées dans cette base sont donc respectivement $[1,0,0]$, $[0,1,0]$ et $[0,0,1]$.

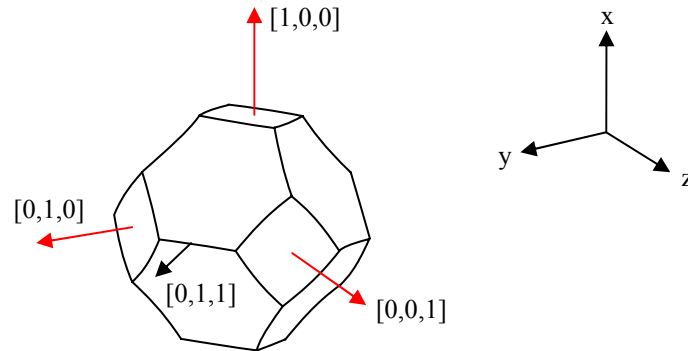


Figure V-1 - Schéma d'une cellule de mousse d'acier et directions principales de sa structure reportées au niveau de cette cellule.

Il est attendu qu'une telle structure, indubitablement orientée, présente un comportement différent suivant la direction selon laquelle elle est sollicitée (anisotropie). C'est pourquoi les tests de compression de la mousse d'acier ont été effectués suivant deux directions différentes :

- une direction principale du matériau. Celle-ci sera arbitrairement notée $[0,0,1]$ (sachant que les directions $[1,0,0]$ ou $[0,1,0]$ lui sont équivalentes) ;
- la direction $[0,1,1]$, indiquée sur la Figure V-1. Le sens d'empilement des plaques rend facile l'obtention d'un échantillon parallélépipédique d'assez grande dimension pouvant être compressé suivant cette direction. Ceci a donc permis de se rapprocher du nombre de cellules recommandé par [ASH2000]. De par la symétrie cubique du matériau, la direction $[0,1,1]$ est aussi équivalente aux directions $[1,0,1]$, $[1,1,0]$, $[1,-1,0]$...

Usinage des blocs de mousse

Les échantillons ont été préparés pour être testés suivant l'une ou l'autre de ces directions. Dans les deux cas, c'est au niveau des opérations de découpe à la scie à ruban et d'usinage que les précautions ont dû être prises.

La rectitude des coupes à la scie à ruban a été contrôlée visuellement. Etant donnée la faible précision pouvant être obtenue, une surépaisseur de 5 mm a été laissée sur toutes les faces du bloc pour récupérer le parallélisme au niveau de l'opération de fraisage qui a suivi.

La difficulté du fraisage a résidé dans la réalisation de faces de référence. En effet, les conditions de parallélisme ou de perpendicularité ont non seulement dû être respectées entre faces mais aussi entre la structure et les faces, ce qui n'est pas exigé lorsque la structure du bloc de matière ne présente pas d'orientation.

Pour ce faire, deux tiges ont été insérées dans la structure pour la traverser de part en part, comme le montre la Figure V-2 qui schématise le montage de mise en position sur la fraiseuse. Leur diamètre a été choisi pour présenter le moins de jeu possible avec la structure. Ces tiges ont ensuite été maintenues plaquées sur les faces supérieures de l'étau au moment du serrage de la pièce afin d'assurer le parallélisme, certes relatif, entre les faces et la structure. Ce montage a été utilisé pour réaliser deux faces de référence perpendiculaires.

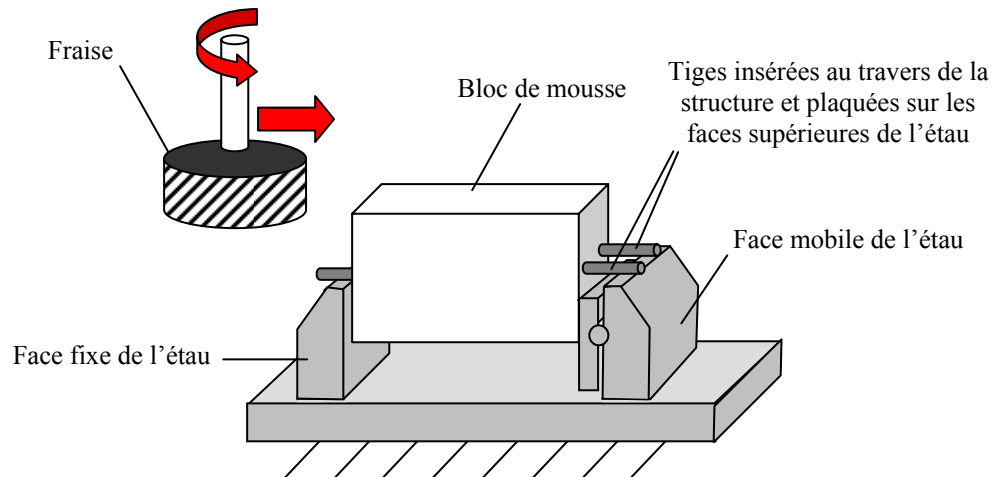


Figure V-2 - Montage pour fraisier les deux premières faces du bloc de mousse tout en respectant l'orientation de la structure.

Les quatre autres faces ont ensuite été fraisées relativement aux deux faces de référence, tout comme pour l'usinage d'un matériau massif. Toutes ont par la suite été rectifiées, ce qui a permis d'obtenir le parallélisme recherché entre faces opposées.

Le résultat de ces opérations d'usinage a été l'obtention d'éprouvettes pour lesquelles :

- l'orientation du réseau est prise en compte ;
- les faces opposées sont parallèles ;
- les faces adjacentes sont relativement perpendiculaires.

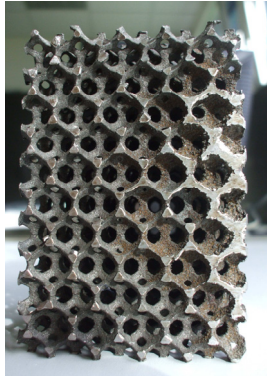
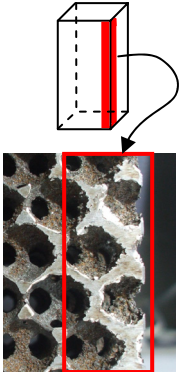
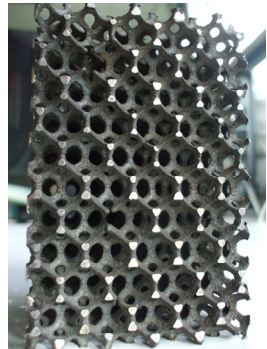
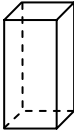
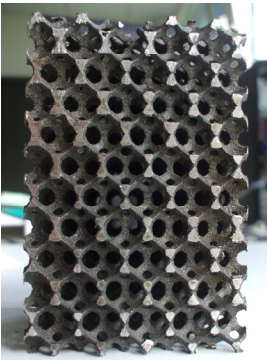
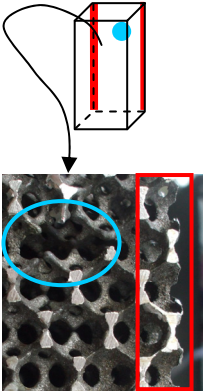
V.1.2. Caractérisation physique des éprouvettes

Sept éprouvettes ont été préparées selon le mode de réalisation qui vient d'être détaillé. Trois l'ont été pour être compressées suivant la direction $[0,1,1]$ et quatre suivant la direction principale $[0,0,1]$. Etant donné le mode d'empilement des plaques, les premières ont été de plus grandes dimensions que les secondes (cf. Tableau V-1).

Comme nous l'avons vu dans la section IV.2.3.2, quelques défauts de fabrication (grésage, infiltration de métal au niveau des faces des solides de Kelvin, malvenue) peuvent intervenir lors de la fabrication de mousses. Les défauts visibles sur chaque éprouvette ont été relevés et décrits afin de comprendre d'éventuelles différences de comportement.

Le Tableau V-1 répertorie les éprouvettes qui ont été préparées pour être compressées. Pour chacune d'elles, il indique l'orientation du réseau testée, les principaux défauts qui y ont été relevés, ses dimensions, sa masse ainsi que sa densité relative apparente, calculée à partir de

ces mesures. Il donne aussi une photographie générale de chaque éprouvette et, le cas échéant, un agrandissement du principal défaut observé.

Eprouvette	Orientation du réseau	Dimensions (mm)		Masse (g)	Masse volumique apparente (kg.m ⁻³)	Photographie générale de l'éprouvette	Principaux défauts et leur localisation sur l'éprouvette (schéma représentant l'éprouvette dans sa position sur la photographie générale)
		Section de la face d'appui	hauteur				
1	[0,1,1]	70,5 x 69	106	641,5	1249		Grésage + infiltration très importants 
2	[0,1,1]	70 x 68	107	594	1166		Aucun défaut apparent notable 
3	[0,1,1]	70 x 68	106,5	619,5	1222		Léger grésage (en rouge) et défaut de remplissage (en bleu) 

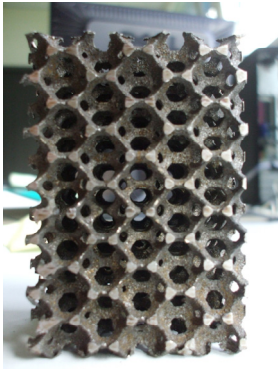
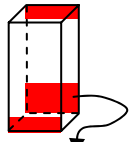
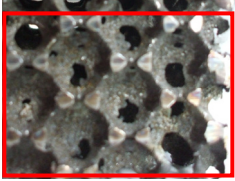
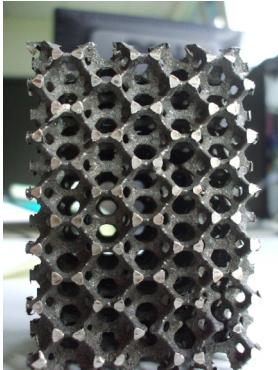
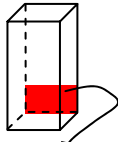
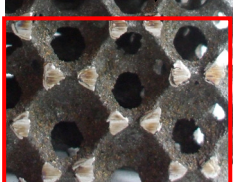
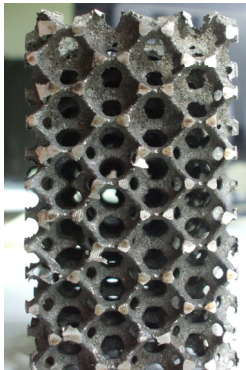
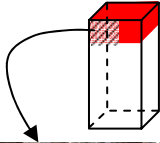
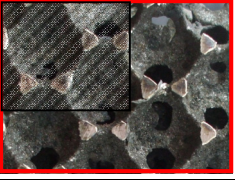
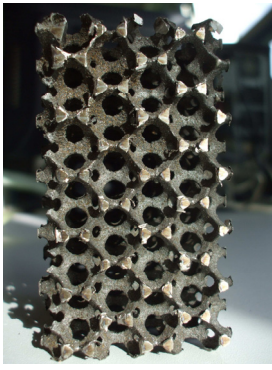
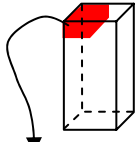
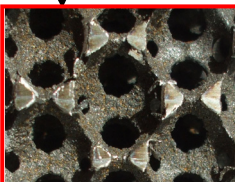
4	[0,0,1]	58,5 x 48,5	86	300	1229		<p>Infiltration importante</p>  
5	[0,0,1]	59 x 48	86,5	286	1167		<p>Légère infiltration légère + grésage moyen</p>  
6	[0,0,1]	48 x 49,5	87	254,5	1231		<p>Grésage important (en rouge) + légère infiltration (hachures)</p>  
7	[0,0,1]	48 x 60	85	281,5	1150		<p>Grésage moyen</p>  

Tableau V-1 - Caractéristiques des éprouvettes testées en compression uniaxiale.

La lecture du Tableau V-1 met en évidence la présence de nombreux défauts sur les éprouvettes. Ceux-ci, principalement du type grésage ou infiltration de faces, induisent

vraisemblablement une augmentation de la masse volumique apparente des éprouvettes. De fait, les éprouvettes présentant le plus de défauts ont les plus importantes masses volumiques apparentes. Ceci semble d'ailleurs logique puisque le grésage, comme nous l'avons précédemment évoqué, s'accompagne d'une augmentation de la taille des poutres de métal formant le réseau et l'infiltration implique la présence de métal où il ne devrait pas y en avoir.

Par ailleurs, en considérant que la masse volumique d'un acier inoxydable austénitique à température ambiante est d'environ 7900 kg.m^{-3} ([MIL2004]), il peut être déduit que la densité relative des échantillons est comprise entre 0,145 et 0,158, soit légèrement plus que la valeur visée (0,13). Ceci indique que, outre les défauts (visibles), certains phénomènes impliquent une présence de matière plus importante que prévue. Il peut en particulier être pensé à l'érosion du sable de par le passage de métal, qui pourrait augmenter la taille des canaux.

En résumé, les éprouvettes réalisées comportent un certain nombre de défauts de fabrication, qui influent sur leur masse volumique apparente. Il reste à voir si ces défauts engendrent une modification notable de leur comportement mécanique. C'est ce qui pourra être vu au travers des essais de compression, dont le protocole expérimental est décrit dans la section V.1.3 qui suit.

V.1.3. Protocole expérimental

Les données nécessaires au calcul des indices de performance des mousses d'acier en flexion et en absorption d'énergie sont toutes accessibles via des essais de compression uniaxiale, à l'exception de la masse volumique apparente, déjà déterminée (cf § V.1.2). Nous détaillons dans cette section le protocole expérimental retenu pour réaliser ces essais.

Prédimensionnement

Gibson et Ashby ([GIB1997]) ont développé une formule à laquelle il est souvent fait appel pour estimer l'ordre de grandeur de la contrainte de plateau d'une mousse. Issue d'un modèle micromécanique simpliste de poutres travaillant en plasticité (ce qui semble être le cas pour les mousses métalliques selon [GIB1997]), cette formule s'écrit :

$$\sigma_{\text{app Plateau}} = 0,23 \cdot \sigma_e \cdot \rho_{\text{rel}}^{\frac{3}{2}} \cdot \left(1 + \rho_{\text{rel}}^{\frac{1}{2}} \right) \quad (\text{E V.1})$$

où $\sigma_{\text{app Plateau}}$ est la contrainte de plateau apparente (force dans la zone de plateau divisée par l'aire, en début d'essai, de la section sur laquelle elle s'exerce),
 σ_e est la limite d'élasticité du matériau massif constituant la mousse,
 ρ_{rel} est la densité relative du matériau cellulaire.

Comme nous le verrons dans la section V.2.1.3, la limite d'élasticité de l'acier inoxydable 304L (estimée pour une déformation résiduelle de 0,2%) est d'environ 230 MPa. En considérant que la densité relative de la mousse d'acier est de 0,15, il peut être déduit de (E V.1) que le début du plateau de contrainte se situe aux alentours de 4 MPa. En multipliant cette contrainte par la plus grande des sections des échantillons réalisés ($70,5 \times 69 \text{ mm}^2$), il peut être prévu que la force d'écrasement en début de plateau est de l'ordre de 21 kN.

Fort de ces considérations, les essais de compression ont été effectués sur une presse Zwick/Roell Z250, pouvant développer jusqu'à 250 kN et l'acquisition de la force s'est faite

sur l'ensemble de la gamme 0 – 250 kN, même si ceci devait induire une perte de précision. En effet, cette gamme de travail nous a permis :

- de se prémunir des erreurs induites par l'estimation de l'ordre de grandeur,
- de s'assurer que l'augmentation importante de la contrainte observée lors de l'écroutissage du 304L (cf. § V.2.1.3) pourrait être prise en compte,
- d'obtenir une courbe de compression permettant de visualiser correctement le domaine où apparaît la densification, pour lequel le niveau de force croît rapidement.

Conditions de l'essai

Les conditions de réalisation d'un essai de compression sur une mousse métallique sont données par l'ouvrage de référence [ASH2000]. Il y est indiqué que :

- la mesure du module d'Young apparent doit se faire à partir d'un cycle de chargement - déchargement sur une mousse préalablement en compression*. Le début de ce cycle doit avoir lieu quand la contrainte atteint environ 75% de la résistance en compression σ_{comp} de la mousse. Cette dernière se définissant comme la contrainte atteinte lors du pic d'effort précédant le plateau de force, s'il y en a un, ou bien la valeur de contrainte prise à l'intersection des deux droites approximant le début de la courbe de compression (une pour la partie « élastique » et l'autre pour le palier de force). Ce propos est illustré par la Figure V-3.
- le suivi de la déformation relative apparente peut se faire au moyen d'un capteur de déplacement linéaire (LVDT : Linear Variable Differential Transformer) qui mesure la distance entre les traverses de la machine de compression ou bien d'un extensomètre fixé sur l'échantillon. Le second offre une mesure plus précise en évitant les effets de bord. L'écart sur les valeurs de modules d'Young mesurées par les deux dispositifs est de l'ordre de 5 à 10%.
- le graissage des faces de la mousse sur lesquelles s'applique la force permet de diminuer les frictions et d'en réduire les effets (significatifs) sur les mesures.

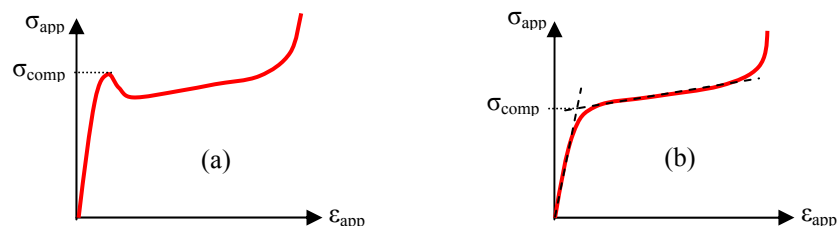


Figure V-3 - Détermination de la résistance en compression σ_{comp} de la mousse selon la courbe de réponse qu'elle présente : (a) s'il y a un pic de force, (b) s'il n'y a pas de pic de force.

* Ceci est imposé par le fait que le module d'Young apparent mesuré lors du premier chargement de la mousse est bien inférieur à celui mesuré pour des sollicitations ultérieures. L'apparition locale rapide de la plasticité sur le matériau vierge est à l'origine de cette différence de mesure ([ASH2000]).

Pour chacun des essais, les faces des plateaux appliquant la force sur la mousse ont été enduites de graisse, comme il est recommandé. Par contre, il n'a pas été envisagé d'employer un extensomètre pour les raisons suivantes :

- les échantillons comptent un nombre limité de cellules. Or, pour décrire un « comportement moyen » d'une mousse, l'extensomètre doit effectuer ses mesures sur un nombre de cellules important ;
- le calcul des indices de performance, pour lesquels les essais de compression sont menés, exige seulement d'évaluer les caractéristiques des matériaux et non de les mesurer finement ;
- sa fixation sur les échantillons de mousse se serait avérée compliquée ;
- le gain en termes de précision (5 à 10% sur la valeur du module d'Young) est négligeable comparé à la dispersion des mesures. En effet, pour les mousses d'aluminium, l'écart-type sur les mesures de module d'Young représente 5 à 30% de la valeur moyenne trouvée ([ASH2000]).

La Figure V-4 représente le dispositif d'essai de compression. Elle fait apparaître, entre autres, le capteur LVDT monté entre les plateaux de la presse. Notons, pour information, que le plateau mobile de la presse Zwick/Roell Z250 est monté sur rotule. Celle-ci peut éventuellement être bloquée, comme lors de nos essais. Dans ce cas, les plateaux doivent être mis en contact et pressés l'un contre l'autre avant essai, pour s'assurer de leur parallélisme.

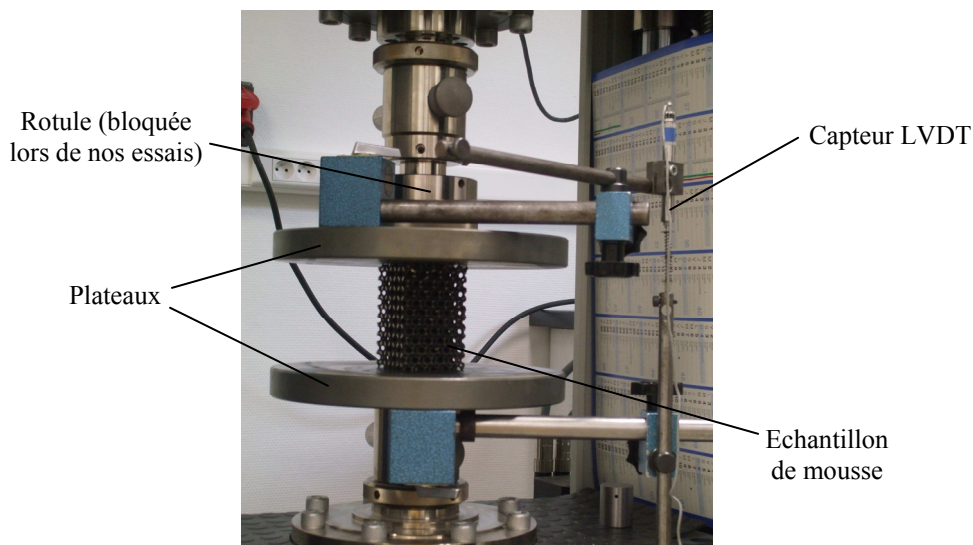


Figure V-4 - Configuration de la presse Zwick/Roell Z250 lors des essais de compression sur les mousses d'acier.

Par ailleurs, il était difficile d'envisager de mesurer le module d'Young apparent selon la méthode décrite dans [ASH2000]. Cela aurait supposé d'estimer au préalable la résistance en compression de la mousse d'acier, un matériau jusqu'alors jamais testé. De plus, étant donné les défauts de fabrication repérés sur les échantillons, aux effets inconnus sur le comportement mécanique, il était peu concevable de se référer aux résultats donnés par les premières éprouvettes pour définir le niveau de contrainte qu'atteindraient les suivantes. C'est pourquoi il a été décidé d'effectuer quelques cycles de chargement - déchargement au début de chaque essai pour mesurer le module d'Young apparent et encadrer la valeur qui aurait été obtenue en suivant les indications de [ASH2000].

Enfin, l'essai de compression se voulait quasi-statique pour ne pas faire intervenir de phénomènes dynamiques. Une recherche dans la littérature ([KRI2007], [LEH2003], [PAU2000], [DES2000], [OLU2000], [AND1999], [HAN1998]) a donc été effectuée pour définir quelle vitesse de déformation caractérisait un essai quasi-statique pour une mousse métallique. Il s'avère que tous les essais dits quasi-statiques répertoriés ont été réalisés à un taux de déformation relative allant de $3,33 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ à $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Par ailleurs, Paul et al. ([PAU2000]) montrent que l'effet de la vitesse de déformation sur la mesure de contrainte de plateau d'une mousse Alporas reste limité lorsque le taux de déformation relative est inférieur à $3,33 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Par contre, l'énergie absorbée varie de façon logarithmique (écart de +20% si le taux de déformation est multiplié par 10).

Fort de ces considérations, les essais de compression ont été pilotés en déformation en imposant une vitesse de progression de la traverse de $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ pour les échantillons 1, 2 et 3 et de $0,8 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ pour les échantillons 4, 5, 6 et 7, ce qui correspond à un taux de déformation relative d'environ $1,55 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour toutes les éprouvettes. Cette vitesse a été exceptionnellement modifiée lors de la compression de l'échantillon 2 pour en apprécier l'effet, comme il sera mentionné au moment de l'analyse de sa courbe de compression (cf. § V.1.4.1).

V.1.4. Résultats expérimentaux

V.1.4.1. Courbes de compression monotone

Les essais de compression ont été effectués sur les éprouvettes 1 à 7. Comme nous l'avons mentionné dans la section V.1.3, chacun d'eux devait consister à effectuer dans un premier temps plusieurs cycles de chargement - déchargement afin de mesurer le module d'Young apparent puis à poursuivre en comprimant l'éprouvette de manière monotone jusqu'à sa densification. C'est ce qui a été fait pour les éprouvettes 2 à 7. En ce qui concerne l'éprouvette 1, la mesure n'a pu être effectuée jusqu'à la densification à cause du pivotement, en cours d'essai, de la rotule. Celui-ci a certainement été induit par la présence d'importants défauts de grésage et d'infiltration d'un côté de l'échantillon, qui ont créé un moment de force suffisamment important pour débloquer la rotule.

Les courbes issues de ces essais sont présentées sur les Figures V-5 et V-6. Elles sont tracées en déformation relative apparente – contrainte apparente. Pour rappel, la première correspond au déplacement entre plateaux divisé par la hauteur initiale de l'éprouvette (x100 pour être exprimée en %) tandis que la seconde est la force mesurée divisée par l'aire initiale de la section sur laquelle elle s'exerce. Ces données ont été définies comme étant positives, à l'image de ce qui est couramment fait dans la littérature propre aux mousses métalliques. Ces courbes ne représentent pas les cycles de chargement - déchargement, qui seront exploités ultérieurement (cf. mesure du module d'Young apparent au § V.1.4.2). Elles correspondent donc au comportement de la mousse en déformation uniaxiale monotone.

Similitude de la réponse mécanique pour une même direction de sollicitation

Les résultats des essais concernant les éprouvettes 1, 2 et 3 sont présentés en Figure V-5 et ceux relatifs aux éprouvettes 4, 5, 6 et 7, en Figure V-6. Il est ainsi possible d'apprécier l'assez bonne répétitivité du comportement des mousses d'acier pour une même direction de sollicitation.

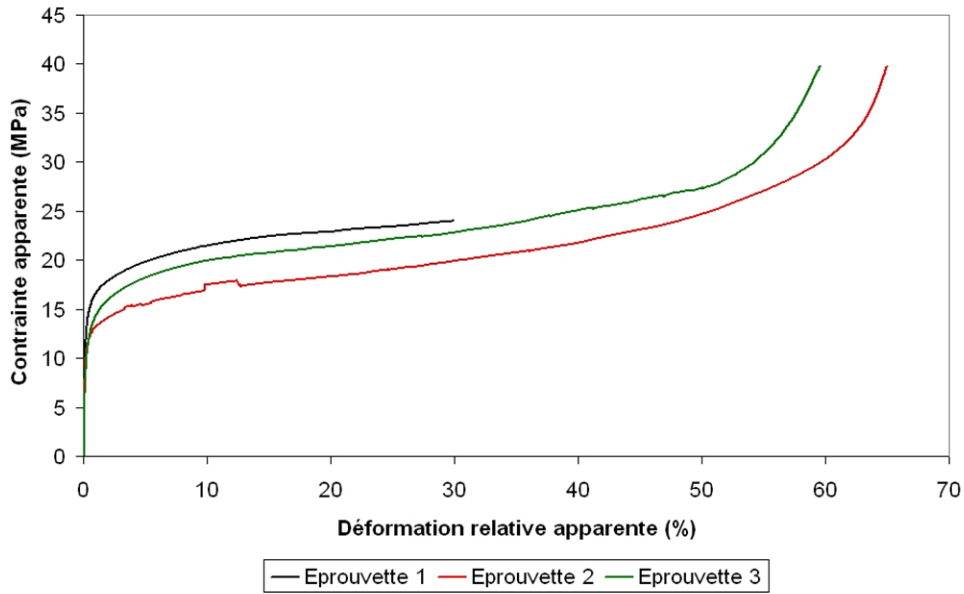


Figure V-5 - Courbes de compression des éprouvettes 1, 2 et 3, dont le réseau a été sollicité suivant la direction [0,1,1].

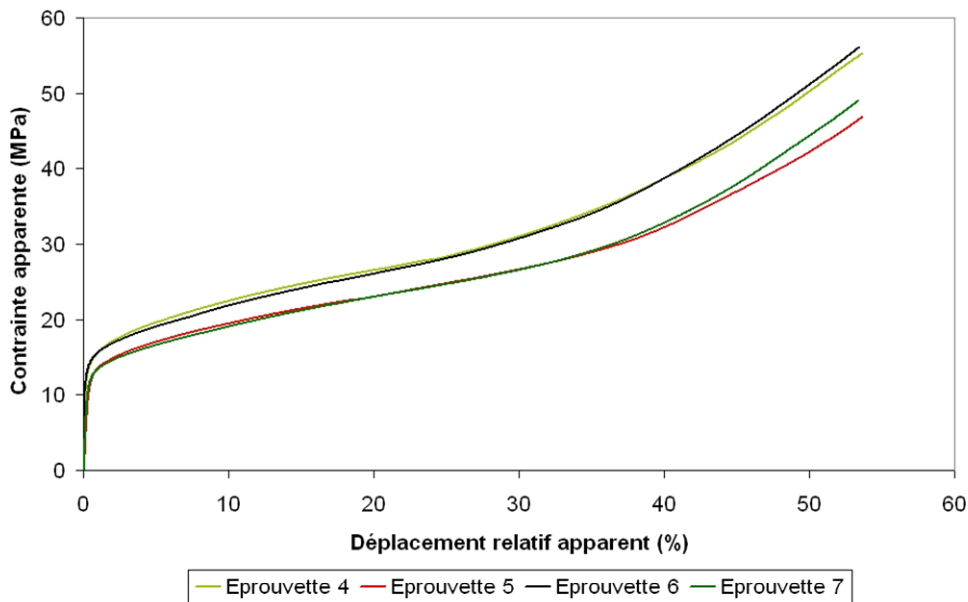


Figure V-6 - Courbes de compression des éprouvettes 4, 5, 6 et 7, dont le réseau a été sollicité suivant la direction [0,0,1].

Notons que la courbe de l'éprouvette 2, sur la Figure V-5, fait apparaître un « saut » de contrainte pour une déformation relative apparente aux environs de 10 – 15%. Celui-ci provient de la modification temporaire du taux de déformation relative apparente, que nous avons fait passer de $1,55 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à $1,55 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Il a ainsi pu être constaté qu'une élévation de la vitesse d'un facteur 10 entraîne une augmentation de la contrainte apparente de 3 à 4%, ce qui est du même ordre de grandeur que ce que rapporte [PAU2000] pour des taux de déformation inférieurs à $3,33 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Il en résulte nos résultats sont comparables à ceux de la littérature, même si les vitesses de déformation utilisées ne sont pas strictement les mêmes.

Influence de la direction de sollicitation et des défauts

D'une manière générale, la réponse en compression uniaxiale des mousses d'acier est assez reproductible puisque pour une même direction de sollicitation, l'allure général des courbes est identique et l'écart de contrainte pour une déformation donnée est inférieur à 20%. Ceci malgré les nombreux défauts relevés sur les éprouvettes. Néanmoins, les éprouvettes présentant le plus de défauts et les masses volumiques apparentes les plus grandes nécessitent logiquement une contrainte plus importante pour être écrasées.

A l'opposé, le comportement de la mousse est très sensible à la direction de la force qui lui est appliquée puisque la réponse suivant l'orientation de réseau $[0,1,1]$ est significativement différente de celle suivant l'orientation $[0,0,1]$. Dans le premier cas, le plateau de contrainte a une pente moins importante que dans le second cas et le phénomène de densification apparaît plus tardivement. Pour mettre en valeur de façon claire cette différence, la Figure V-7 fait apparaître sur un même graphique :

- une courbe représentant la réponse moyenne de la mousse d'acier lorsqu'elle est sollicitée suivant la direction $[0,1,1]$. Celle-ci a été construite en faisant la moyenne des courbes 2 et 3 ;
- une courbe relative au comportement moyen de la mousse dans la direction $[0,0,1]$, construite à partir de la moyenne des courbes 4, 5, 6 et 7.

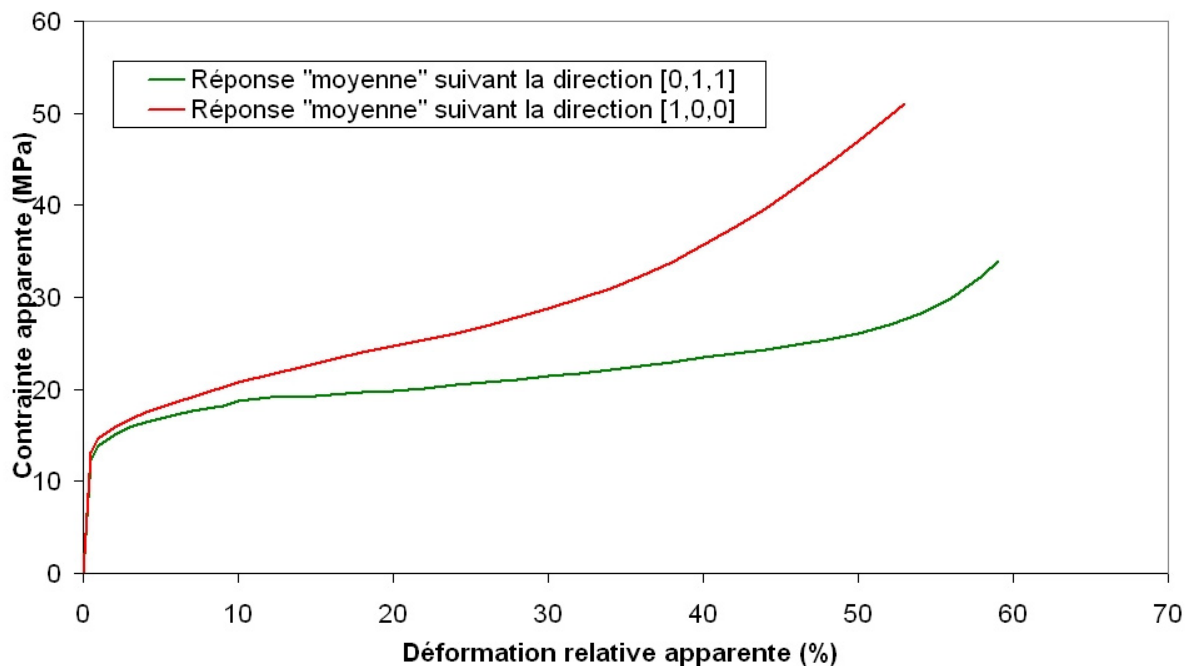


Figure V-7 – Courbes représentant la réponse « moyenne » de la mousse d'acier en fonction de la direction de sollicitation.

La différence de réponse du matériau en fonction de la direction selon laquelle il est sollicité est révélatrice d'une différence de mode de déformation, comme il peut être constaté en comparant les Figures V-8 et V-9.

En effet, lorsque la mousse d'acier a été sollicitée suivant l'orientation de réseau $[0,0,1]$, sa structure semble avoir travaillé par flexion plastique locale de ses poutrelles (cf. Figure V-8). Ce mode de déformation est couramment rencontré dans d'autres mousses

métalliques à porosités ouvertes ([GIB1997], [AND1999], [SAN2001] et [ZHOU2004]). Il intervient de façon relativement homogène dans l'ensemble de la mousse, comme le montre la Figure V-10 qui représente l'éprouvette 6 à différents stades de l'essai de compression.

Par contre, lorsque l'effort a été appliqué suivant la direction $[0,1,1]$, il s'est produit un flambement généralisé de la structure (cf. Figure V-9). Le flambement n'est pas un phénomène étranger aux mousses métalliques à porosités ouvertes puisqu'il y a parfois déjà été observé ([DIL2004], [ZHOU2004], [KRI2007]). Cependant, toutes ces observations font mention d'un flambement qui intervient individuellement au niveau des poutrelles alignées suivant la direction de sollicitation. Ici, c'est toute la structure qui a flambé, à l'image de ce qui peut se produire dans les mousses polymères ([GON2005] par exemple). Il peut aisément être pensé que l'orientation de la structure a favorisé l'apparition de ce phénomène puisqu'il existe de nombreuses poutrelles alignées selon la direction $[0,1,1]$, disposées à flamber.

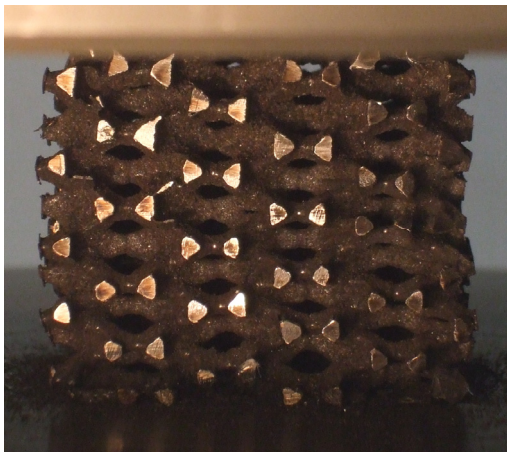


Figure V-8 - Eprouvette 6 lors de sa compression selon la direction $[0,0,1]$ (Déformation relative apparente : 45%).

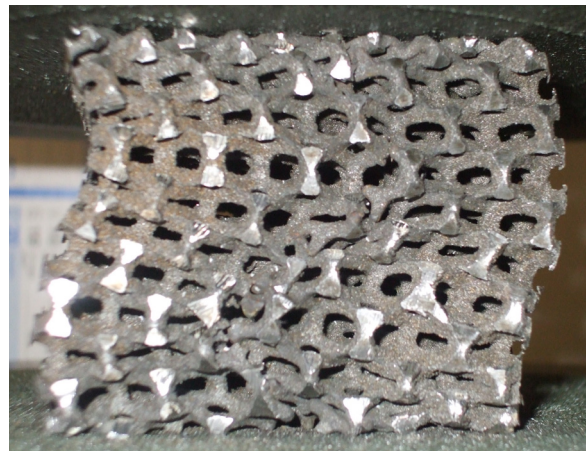


Figure V-9 – Eprouvette 3 lors de sa compression selon la direction $[0,1,1]$ (Déformation relative apparente : 42%).

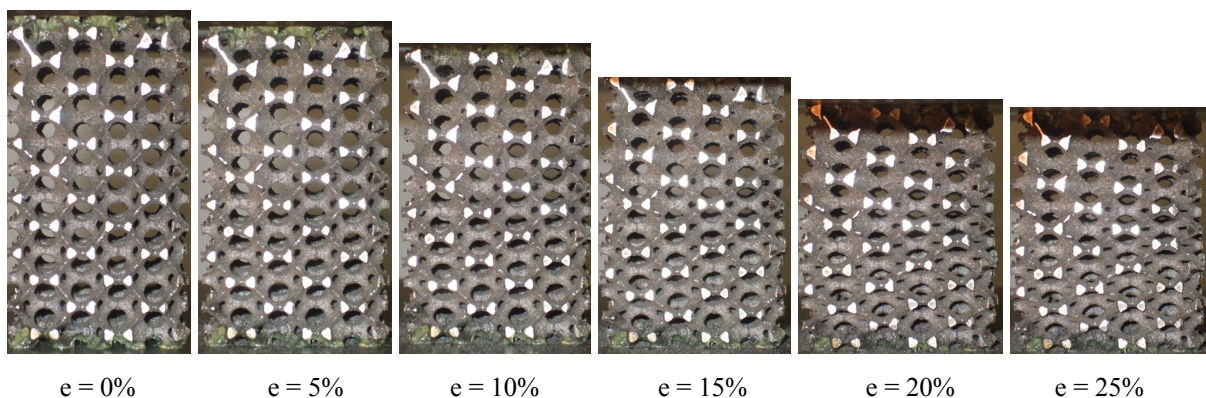


Figure V-10 - Eprouvette 6 pour différentes déformations relatives apparentes (de 0 à 25%).

Mesures effectuées à partir des courbes de compression monotone

Les courbes de compression uniaxiale, données par la Figure V-5 et la Figure V-6, ont permis (à l'exception de l'éprouvette 1) :

- d'identifier la déformation relative apparente de densification de chacune des éprouvettes en employant la méthode que nous avons proposée (cf. § II.2.2.2) ;
- de calculer la résistance en compression de la mousse, d'après la méthode explicitée dans [ASH2000] * et évoquée dans la section V.1.3. Ceci a permis, pour chaque éprouvette, d'évaluer la contrainte à laquelle auraient dû être initié le cycle de chargement - déchargement pour mesurer le module d'Young apparent et de la comparer aux contraintes à partir desquels les cycles ont réellement été initiés ;
- de quantifier l'énergie absorbée lors de la déformation de l'éprouvette. Il s'agit de l'aire située en dessous de la courbe de compression monotone jusqu'à la déformation relative apparente de densification.

L'ensemble des valeurs prises par ces données pour les différentes éprouvettes sont reportées dans le Tableau V-2.

Eprouvette	Orientation du réseau	Déformation relative apparente de densification (e_{appD})	Résistance en compression de la mousse (σ_{Comp})	75 % de la résistance en compression	Energie par unité de volume absorbée jusqu'à e_{appD}
1	[0,1,1]	-	18,9 MPa	14,2 MPa	-
2		53,4 %	14,8 MPa	11,1 MPa	10,5 MJ.m ⁻³
3		51,4 %	17,4 MPa	13,1 MPa	11,4 MJ.m ⁻³
4	[0,0,1]	40,3 %	17,4 MPa	13,1 MPa	10,8 MJ.m ⁻³
5		40,7 %	15,1 MPa	11,3 MPa	9,4 MJ.m ⁻³
6		39,9 %	16,8 MPa	12,6 MPa	10,5 MJ.m ⁻³
7		38,7 %	14,6 MPa	11 MPa	8,7 MJ.m ⁻³

Tableau V-2 – Mesures de la déformation relative apparente de densification, de la résistance en compression et de l'énergie absorbée par unité de volume, pour les éprouvettes 1 à 7.

Le Tableau V-2 fait particulièrement ressortir l'influence de l'orientation du réseau sur la déformation relative apparente de densification. Cette dernière a une valeur plus faible lorsque la mousse est sollicitée suivant sa direction [0,0,1]. Le contact entre poutrelles intervient donc plus rapidement dans ce cas que lorsque la mousse est compressée suivant la direction [0,1,1]. Le flambement semble donc aider à différer le contact entre poutrelles au cours de la compression.

Par ailleurs, les quantités d'énergie absorbées sont sensiblement identiques, malgré l'apparition précoce de la densification lorsque la compression s'effectue selon la direction [0,1,1]. En effet, ce fait est compensé par la plus importante augmentation de contrainte au cours de l'essai lorsque la compression s'effectue selon cette direction plutôt que l'autre.

* Les courbes de compression (cf. Figures V-5 et V-6) ne présentant pas de pic de force, la détermination de la résistance en compression de la mousse devait se faire en approximant chaque début de courbe par 2 droites, une représentant la partie « élastique » du début de compression et l'autre le plateau de contrainte. Mais les courbes ne présentaient pas systématiquement de zone « élastique » ni de plateau linéaires. La première droite a donc été tracée à partir des points correspondant à une déformation relative apparente comprise entre 0 et 0,1% alors que la seconde a été tracée à partir des points relatifs à une déformation comprise entre 5 et 15%. Ces bornes, quelques peu aléatoires, ont été adoptées car la linéarité de la zone « élastique » des quelques échantillons qui présentaient une telle zone était bonne pour des déformations inférieures à 0,1%. Et l'intervalle [5%-15%] offrait une bonne linéarité du palier de force pour l'ensemble des échantillons.

V.1.4.2. Cycles de chargement – déchargement initiaux

Comme il a été vu dans la section V.1.3, la mesure du module d'Young apparent n'a pas pu se faire selon les recommandations de [ASH2000]. Elle a été réalisée en effectuant plusieurs cycles de chargement - déchargement en début d'essai, comme le montrent les Figures V-11 et V-12. Le but étant d'encadrer la valeur qui aurait été atteinte si le déchargement avait eu lieu à 75% de la résistance en compression de la mousse. Cette dernière a été précédemment calculée en suivant la méthode détaillée dans [ASH2000] (cf. Tableau V-2), à partir des courbes de compression monotone des 7 échantillons de mousse.

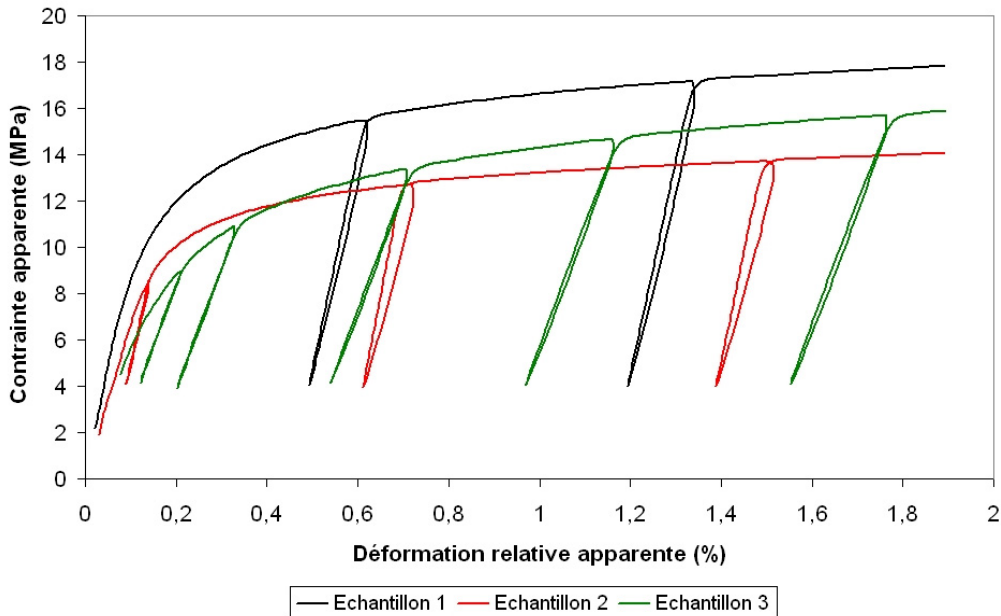


Figure V-11 - Cycles de chargement - déchargement effectués sur les éprouvettes 1 à 3 en début d'essai mécanique.

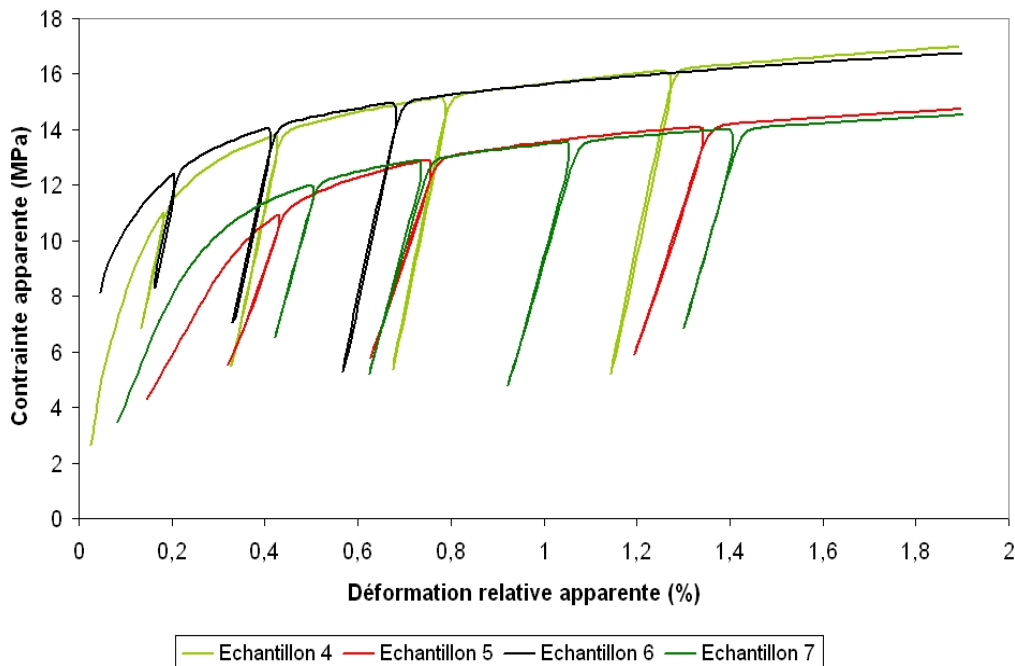


Figure V-12 - Cycles de chargement – déchargement effectués sur les éprouvettes 4 à 7 en début d'essai mécanique.

Les cycles de chargement – déchargement présentent une hystérésis assez faible, à l'exception des essais relatifs aux éprouvettes 1 et 2. Ceci pourrait être dû à une plus importante sensibilité à la vitesse de déformation lorsque la mousse est comprimée suivant la direction [0,1,1] ou bien à des défauts de planéité plus importants sur ces deux échantillons ([ZHOU2004]). Pour ces deux éprouvettes, les modules d'Young apparents ont été déterminés en traçant les droites joignant les extrémités des boucles d'hystérésis. Sinon, ces modules ont été déterminés en effectuant de simples régressions linéaires sur l'ensemble des points de mesure correspondant aux cycles de chargement – déchargement.

Le Tableau V-3 donne, pour chacune des éprouvettes, les valeurs de module d'Young ainsi calculées. Il indique aussi, entre parenthèses, la contrainte à partir de laquelle le cycle de chargement - déchargement a débuté afin de pouvoir la comparer avec les 75% de résistance en compression de la mousse. Enfin, il donne une estimation du module d'Young qui aurait été mesuré pour un cycle initié à partir de cette contrainte de compression. Cette estimation a été obtenue par régression linéaire sur les valeurs de module d'Young mesurées en fonction de la contrainte en début de cycle.

Eprouvette	75 % de la résistance en compression	Mesures du module d'Young				Estimation du module d'Young à 75 % de la résistance en compression
		Mesure 1 (Contrainte en début de cycle)	Mesure 2 (Contrainte en début de cycle)	Mesure 3 (Contrainte en début de cycle)	Mesure 4 (Contrainte en début de cycle)	
1	14,2 MPa	8,16 GPa (15,5 MPa)	8,32 GPa (17,2 MPa)	-	-	8,04 GPa
2	11,1 MPa	7,27 GPa (8,5 MPa)	7,08 GPa (12,8 MPa)	6,88 GPa (13,7 MPa)	-	7,11 GPa
3	13,1 MPa	5,32 GPa (9 MPa)	5,20 GPa (11 MPa)	5,23 GPa (13,4 MPa)	5,21 GPa (14,7 MPa)	5,22 GPa
4	13,1 MPa	7,93 GPa (11,2 MPa)	7,94 GPa (13,8 MPa)	7,99 GPa (15,2 MPa)	7,95 GPa (16,1 MPa)	7,94 GPa
5	11,3 MPa	4,53 GPa (10,9 MPa)	4,99 GPa (12,9 MPa)	5,12 GPa (14,0 MPa)	-	4,63 GPa
6	12,6 MPa	8,45 GPa (12,3 MPa)	7,94 GPa (14,0 MPa)	7,47 GPa (15,0 MPa)	-	8,37 GPa
7	11 MPa	6,13 GPa (11,9 MPa)	6,15 GPa (12,9 MPa)	5,90 GPa (13,5 MPa)	5,84 GPa (14,0 MPa)	6,32 GPa

Tableau V-3 – Modules d'Young apparents calculés pour les éprouvettes 1 à 7, pour plusieurs contraintes de début de cycle de chargement –déchargement et estimation de ce dernier s'il avait été mesuré sur un cycle débutant à 75% de la résistance en compression de la mousse.

V.1.5.Indices de performance

Rappelons que, dans la section II.2.2, nous avons introduit les indices de performance et le facteur de qualité en absorption d'énergie (η) afin d'évaluer l'aptitude des mousses d'acier à être employées en tant qu'absorbants d'énergie ou que panneaux travaillant en flexion. Dans cette section, nous nous proposons de calculer les valeurs de ces indices.

Les données issues des essais de compression uniaxiale (§ V.1.4) ont permis de calculer les indices de performance et le facteur de qualité des mousses d'acier, à l'exception de IP₅. Celui-ci n'a malheureusement pas pu être calculé car nous ne possédions pas assez de recul pour estimer le coût d'exploitation du procédé. Mais ce dernier faisant appel à des techniques simples ne nécessitant qu'un équipement réduit (qui de surcroît est souvent déjà possédé par les fondeurs), l'indice IP₅ de la mousse d'acier devrait être intéressant en

comparaison de ceux des mousses d'aluminium. Cette estimation de coût est un travail qui sera effectué à la suite de cette thèse.

Le Tableau V-4 donne les valeurs des indices de performance IP_1 à IP_4 ainsi que celles du facteur de qualité η pour les éprouvettes 1 à 7. Il peut notamment être remarqué que le niveau du facteur de qualité est élevé, ce qui indique que l'absorption d'énergie se fait de manière assez efficace, surtout lorsque la mousse est comprimée suivant la direction [0,1,1].

Il peut aussi être remarqué que, pour chaque indice de performance, la dispersion des valeurs calculées est relativement faible. Ceci signifie que l'existence d'un mode de déformation qui diffère selon la direction de sollicitation ainsi que la présence de défauts ne modifient pas de façon cruciale le niveau de performance.

Eprouvette	Indices de performance en flexion		Indices de performance (et pseudo-indice) en absorption d'énergie		
	IP_1 (en $\text{GPa}^{1/3} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{Mg}^{-1}$)	IP_2 (en $\text{MPa}^{1/2} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{Mg}^{-1}$)	IP_3 (en $\text{MJ} \cdot \text{m}^{-3}$)	IP_4 (en $\text{MJ} \cdot \text{Mg}^{-1}$)	η
1	1,60	3,48	-	-	-
2	1,65	3,30	10,5	9,0	0,746
3	1,42	3,41	11,4	9,3	0,797
4	1,62	3,39	10,8	8,8	0,685
5	1,43	3,33	9,4	8,1	0,702
6	1,65	3,33	10,5	8,5	0,680
7	1,61	3,32	8,7	7,6	0,708

Tableau V-4 – Indices de performance et facteur de qualité calculés pour les mousses d'acier à partir des résultats des essais mécaniques.

Ces indices de performance sont destinés à comparer objectivement nos mousses d'acier avec les mousses d'aluminium, leurs principales concurrentes. Il convient donc de les reporter sur les diagrammes de performance donnés dans la section II.2.3. Ces résultats sont présentés dans les Figures V-13 à V-15.

Pour rappel, le diagramme de performance en flexion (Figure V-13) fait apparaître les mousses d'aluminium en fonction de leurs indices IP_1 et IP_2 , qui sont tous deux à maximiser. En conséquence, les mousses métalliques les plus performantes pour cette application sont situées en haut à droite de ce diagramme.

Rappelons aussi que les diagrammes de performance en absorption d'énergie (Figure V-14 et Figure V-15) font quant à eux apparaître un indice de performance ainsi que la contrainte apparente obtenue pour une déformation relative apparente de 25% (ce qui permet de situer le niveau du plateau d'effort). La comparaison des performances des différentes mousses métalliques doit dans ce cas être faite pour un niveau de contrainte apparente donnée.

L'évaluation de IP_5 n'ayant pu être faite, faute de n'avoir pas suffisamment de recul pour calculer le prix de revient du procédé, il ne sera exposé ici que deux diagrammes de performance en lien avec l'absorption d'énergie. Le premier, relatif à IP_3 , a été directement transposé de la littérature ([ASH2000]). Le second, par contre, a été reconstruit à partir des suggestions de modifications évoquées dans la section II.2.3.2. Il fait notamment apparaître une droite situant le niveau moyen d'absorption d'énergie par les mousses d'aluminium en fonction de leur contrainte apparente pour une déformation relative apparente de 25%.

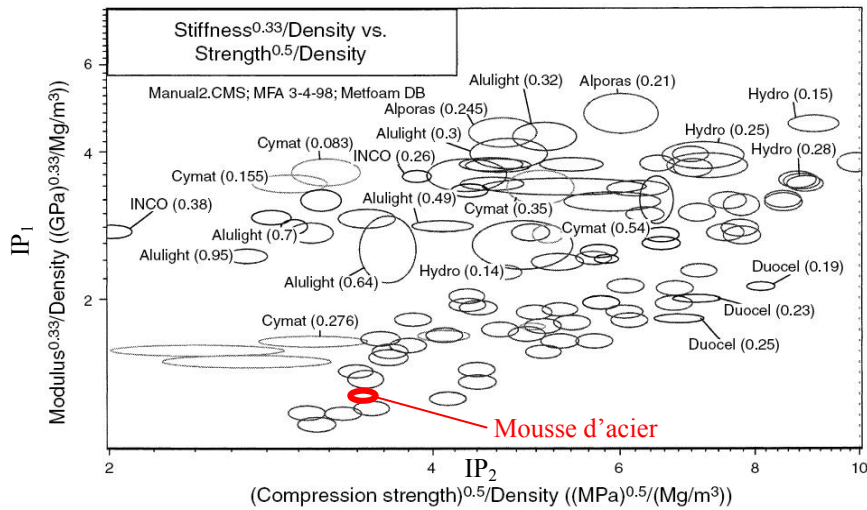


Figure V-13 - Diagramme de performance situant la mousse d'acier par rapport aux mousses d'aluminium quant au travail en flexion ([ASH2000]).

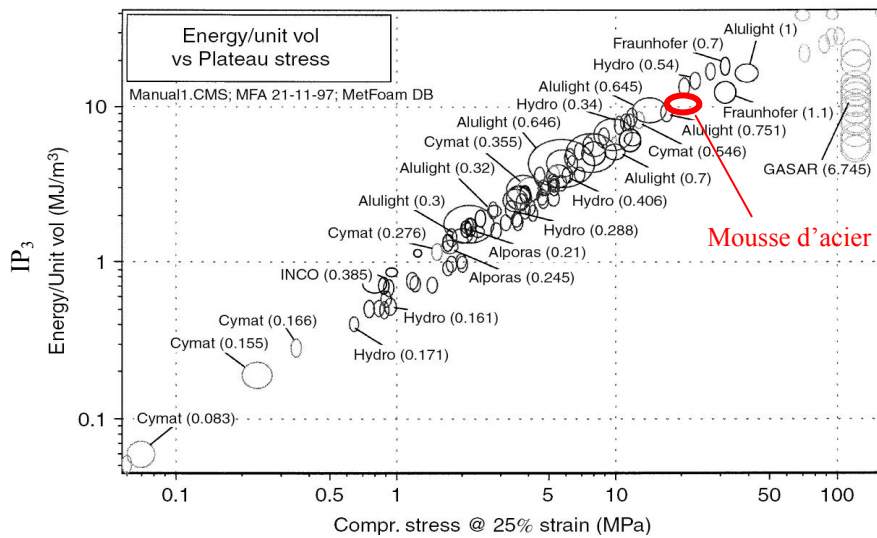


Figure V-14 – Diagramme de performance en absorption d'énergie par unité de volume situant la mousse d'acier par rapport aux mousses d'aluminium ([ASH2000]).

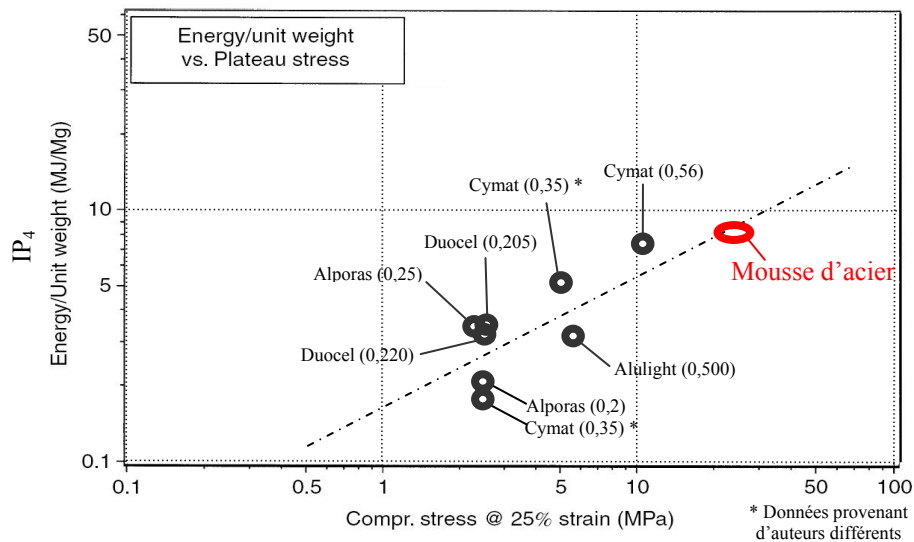


Figure V-15 - Diagramme de performance en absorption d'énergie par unité de masse situant la mousse d'acier par rapport aux mousses d'aluminium.

Les Figures V-13 à V-15 montrent que la mousse d'acier développée se situe globalement à un niveau de performances moyen vis-à-vis des mousses d'aluminium. D'une part, son emploi dans la réalisation de panneaux travaillant en flexion ne semble pas très intéressant car ses indices IP_1 et IP_2 sont faibles comparés à ceux des mousses d'aluminium. Néanmoins, le niveau atteint par les mousses d'acier dans ce domaine ne se situe pas hors du champ de performances des mousses d'aluminium. D'autre part, la capacité d'absorption d'énergie de la mousse d'acier et la qualité avec laquelle celle-ci se fait (cf. facteurs de qualité dans le Tableau V-4) indiquent l'intérêt à employer ce matériau en tant qu'absorbeur de choc.

V.1.6. Conclusion sur les performances des mousses d'acier

Le procédé que nous avons développé, présenté dans la partie IV.2, a été employé pour réaliser des éprouvettes de mousse d'acier. Celles-ci ont subi un essai de compression uniaxiale afin de déterminer les caractéristiques mécaniques nécessaires au calcul des indices de performance de ce nouveau matériau.

Il s'avère que ces caractéristiques dépendent fortement de la direction de la sollicitation par rapport à la structure cubique centrée du réseau de la mousse, ce qui met en évidence l'anisotropie (attendue) du comportement de ce dernier. Deux modes de déformation différents ont été constatés :

- le premier, qui fait intervenir la flexion plastique locale des arêtes de la structure, un phénomène fréquemment décrit pour les mousses métalliques. Il a été rencontré lorsque la mousse a été compressée suivant une des directions principales de son réseau ;
- le second, qui s'est traduit par le flambement global de la structure. Il a été constaté lorsque la mousse a été sollicitée selon une de ses directions non principales.

Les défauts de fabrication, présents sur les éprouvettes et identifiés avant leur compression, ne semblent par contre pas modifier radicalement le comportement de la mousse.

Le calcul des indices de performance indique que notre mousse d'acier se situe à un niveau moyen vis-à-vis des mousses d'aluminium. Ses caractéristiques de travail en flexion sont relativement faibles même si elles restent du même ordre de grandeur que ces dernières. Celles en absorption d'énergie sont par contre beaucoup plus intéressantes. Il en résulte que l'intérêt potentiel d'une telle mousse est démontré. Mais son emploi doit être envisagé avec prudence car elle ne présente pas d'avantage concurrentiel indéniable en comparaison des mousses d'aluminium.

Il convient cependant de rappeler que l'acier constituant les mousses, l'inox 304L, a été employé pour ses facilités de mise en forme et non pour ses performances mécaniques, somme toutes limitées (notamment sa limite d'élasticité qui est particulièrement faible). Or, le procédé que nous avons développé se veut adapté à toutes les compositions de métal. La marge de progression reste donc très large si d'autres métaux, aux caractéristiques mieux choisies, sont employés. Il peut notamment être envisagé le choix d'un métal pour optimiser une application précise donnée. Mais dans cette optique, il reste à démontrer que l'acier demeure la meilleure alternative.

Cette diversité des métallurgies envisageables se doit d'être accompagnée d'outils de modélisation pour en révéler tout le potentiel d'optimisation. Dans la partie suivante, nous présentons un des modèles possibles se basant un calcul 3D par éléments finis.

V.2. Modélisation numérique

La structure de la mousse d'acier que nous avons mise au point est issue d'un modèle théorique. Par conséquent, elle a bénéficié d'une attention toute particulière en termes de modélisation de son comportement mécanique. Elle a souvent été employée pour décrire, à travers des approches basées sur des éléments poutres, le comportement des mousses à porosités ouvertes ([ZHU1997], [DEM2007], [KWO2003], [GONG2005], qui considèrent différents mécanismes de déformation).

Mills ([MIL2007]) a lui aussi fait appel à cette structure pour proposer une modélisation des mousses à porosités ouvertes par éléments finis 3D. Il semble d'ailleurs être le seul à s'être lancé sur ce type de modélisation. Dans cette partie, nous nous proposons de suivre une démarche similaire afin de modéliser le comportement de nos mousses d'acier en compression uniaxiale suivant la direction $[0,0,1]$. L'emploi d'un tel modèle nous permet :

- de tenir compte des particularités géométriques locales de notre mousse (tout au moins celles liées à la conception théorique des plaques),
- d'employer directement le modèle numérique ayant servi à définir la forme des cellules.

Bien que nous appuyant sur des travaux existants, nous nous attacherons à justifier les hypothèses de simulation retenues, ce qui n'est pas toujours clairement fait dans [MIL2007].

Le choix de la direction de sollicitation découle uniquement de considérations de facilité puisque le flambement observé dans la direction $[0,1,1]$ est beaucoup plus difficile à modéliser (Gong et al. ([GON2005]) s'y sont par exemple intéressés pour les mousses polymères). Ce souci de simplicité répond au fait que nous cherchons seulement à présenter une première modélisation du matériau développé et non à développer un modèle comportemental complet de ce dernier (ce qui nécessiterait une thèse à part entière).

En premier lieu, nous présenterons le modèle numérique que nous avons employé pour modéliser la structure. Notamment, le choix d'un Volume Élémentaire Représentatif (V.E.R.), les conditions aux limites, la loi de comportement de l'acier 304L et le maillage du modèle seront décrits et justifiés (§ V.2.1). Les résultats issus de cette modélisation seront ensuite présentés et comparés aux résultats expérimentaux (§ V.2.2), pour donner lieu à une discussion sur les limites et les (nombreuses) perspectives d'amélioration du modèle (§ V.2.3).

V.2.1. Présentation du modèle numérique

D'une façon générale, la modélisation numérique peut être employée pour prévoir, ou tout au moins encadrer, la réponse comportementale d'un matériau à partir de la constitution et de l'ordonnancement géométrique de sa microstructure ([BOR2001] par exemple). Pour y parvenir, il est systématiquement nécessaire de définir un modèle proposant :

- un élément de volume de matériau, le V.E.R. (Volume Élémentaire Représentatif), qui est représentatif de la microstructure du matériau et qui peut être employé pour décrire son comportement « moyen »,
- des conditions aux limites de déplacement et/ou d'effort appliquées à ce V.E.R. Ces conditions doivent représenter, à l'échelle du V.E.R., le chargement appliqué à l'ensemble de la structure,
- des lois de comportement pour chacune des phases composant le matériau et éventuellement des lois régissant leurs interfaces ;
- un maillage pertinent du V.E.R.

Dans cette section V.2.1, l'ensemble de cette démarche est appliquée à la mousse d'acier afin de définir un modèle numérique de son comportement en compression selon la direction $[0,0,1]$. Celui-ci a été développé sur ABAQUS[®] 6.5.6.

V.2.1.1. Choix d'un Volume Élémentaire Représentatif

D'un point de vue général, un volume Élémentaire Représentatif (V.E.R.) est un échantillon de matériau microscopiquement hétérogène. Il sert à établir une loi de comportement macroscopique du matériau qui, vu à cette échelle, est homogène. De ce fait, la taille du V.E.R. doit :

- être suffisamment grande pour être représentative de la microstructure du matériau et en décrire le comportement moyen ;
- être la plus petite possible par rapport à la taille de l'échantillon de matériau pour que le V.E.R. puisse être au mieux considéré comme un point matériel de celui-ci à l'échelle macroscopique.

Pour les composites périodiques, comme la mousse d'acier, tout motif élémentaire à partir duquel sa structure peut être reproduite par duplication et translation est un V.E.R. ([BOR2001], [DEM2007]). Le plus petit V.E.R. de la mousse d'acier est donc un cube contenant une cellule de mousse (cf. Figure V-16 (c)). La représentation numérique de cette dernière, d'abord construite sous SolidWorks[®] puis retranscrite sous ABAQUS[®], a été obtenue en considérant la partie complémentaire à un empilement de noyaux, comme le décrit la Figure V-16. Par conséquent, il s'agit d'une forme théorique qui peut légèrement différer de la forme réelle. Notamment, il sera retenu que :

- la densité relative de la mousse servant à la modélisation numérique est de 0,13 alors que celle des mousses réelles est proche de 0,15. Cette différence provenant certainement en grande partie de l'érosion du sable par le métal lors de sa coulée, la section des arêtes réelles est donc sûrement plus importante ;
- les arêtes du modèle sont angulaires alors que celles des mousses réelles sont arrondies.

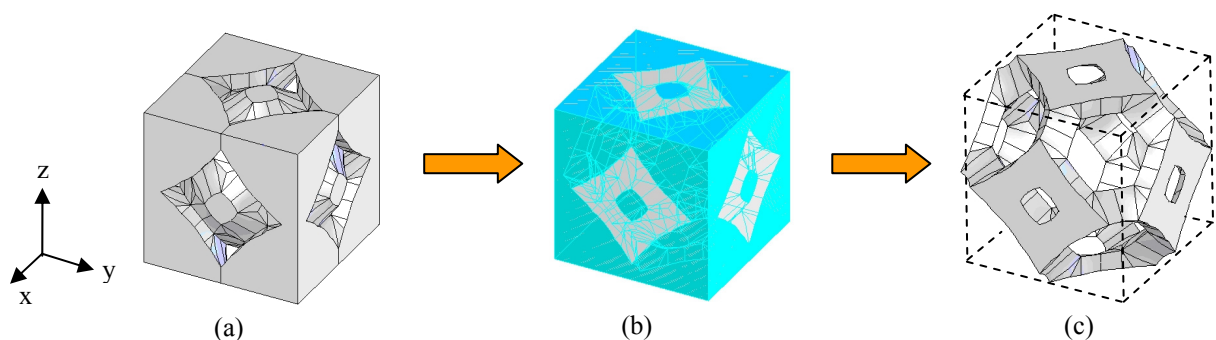


Figure V-16 - Construction du V.E.R. sur SolidWorks[®] à partir de l'empilement théorique de noyaux :
 (a) Elément de l'empilement de noyaux ;
 (b) Définition de la partie complémentaire à l'élément d'empilement de noyaux ;
 (c) Volume Élémentaire Représentatif (V.E.R.) employé pour la modélisation.

Notons que, en toute rigueur, le V.E.R. représente le matériau, qui est biphasé. Il a une phase gazeuse. Mais comme les porosités de la mousse débouchent à l'extérieur, celle-ci n'aura pas d'incidence notable sur le comportement macroscopique de la mousse.

Remarquons aussi que, pour des raisons de clarté, le V.E.R. a été construit de telle manière que ses directions principales x , y et z (cf. Figure V-16 (c)) correspondent aux directions $[1,0,0]$, $[0,1,0]$ et $[0,0,1]$ évoquées dans la section V.1.1.

V.2.1.2. Conditions aux limites

Les conditions aux limites appliquées au V.E.R. doivent retranscrire à l'échelle de ce dernier la sollicitation subie par l'éprouvette de mousse. Cette sollicitation, à l'échelle macroscopique, est une compression suivant la direction $[0,0,1]$. Elle peut être associée, du fait que le matériau est considéré comme homogène à cette échelle, à des champs de contrainte et de déformation dont la forme est connue. Par ailleurs, ces champs correspondent, à l'échelle locale, à la moyenne des contraintes et des déplacements s'appliquant aux contours du V.E.R. (cf. [BOR2001] par exemple). Pour le V.E.R. de mousse d'acier, il en résulte que :

- les moyennes des contraintes sur les contours du V.E.R. sont nulles, sauf pour la contrainte σ_{zz} qui s'applique normalement aux faces perpendiculaires à la direction z ;
- les moyennes des déplacements sur les contours du V.E.R. sont nulles, sauf pour les déplacements normaux à chaque face (u_{xx} , u_{yy} et u_{zz}).

Conditions périodiques, conditions de symétrie

Les moyennes des champs de déplacement et de contrainte s'appliquant aux frontières du V.E.R. étant fixées par la nature de la sollicitation macroscopique, il reste à définir leurs variations locales. Dans les matériaux périodiques, ceci est possible au travers de conditions supplémentaires, dites de périodicité, qui découlent de l'identité du comportement du V.E.R. et de son entourage. Ainsi, au niveau de deux faces opposées d'un V.E.R. :

- les variations des champs de déplacement sont identiques,
- les variations de contraintes sont opposées.

Ce propos est illustré par la Figure V-17, qui représente de tels champs au niveau de deux faces opposées d'un V.E.R. quelconque en 2 dimensions. Il pourra être remarqué que l'ensemble du champ de contrainte est antisymétrique et pas seulement sa variation. Ceci découle de considérations d'équilibre statique.

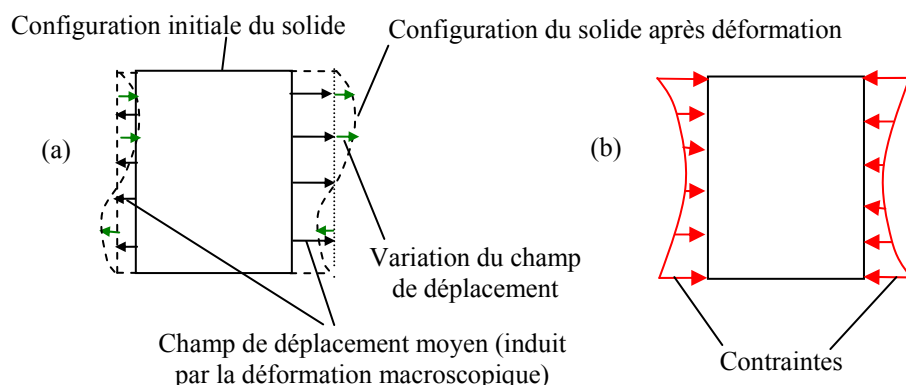


Figure V-17 - Conditions périodiques (a) en déplacement et (b) en contrainte illustrées sur deux faces d'un V.E.R. représenté en 2D.

La Figure V-19 (a) détaille plus particulièrement les conditions imposées par la périodicité au niveau du déplacement des points se situant sur le contour du V.E.R. de la mousse d'acier.

D'autre part, le V.E.R. présente trois plans de symétrie géométrique et matérielle, chacun étant perpendiculaire à une direction principale et passant par le centre de la cellule, comme le montre la Figure V-18. Puisque le mécanisme de déformation est supposé être celui observé expérimentalement lors des essais de compression suivant la direction $[0,0,1]$ (cf. § V.1.4.1), il en résulte que la déformation du V.E.R. se fera de manière identique de part et d'autre de ces plans de symétrie. Par conséquent, les déplacements, notamment au niveau du contour du V.E.R., seront symétriques par rapport à chacun de ces plans. Cette condition sur le déplacement est illustrée par la Figure V-19 (b) au niveau des points de la cellule de base qui appartiennent au contour du V.E.R.

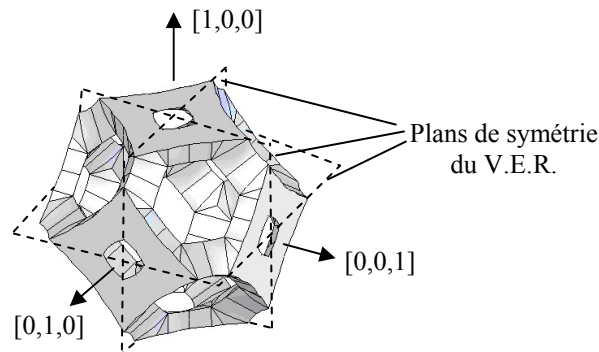


Figure V-18 - V.E.R. et ses plans de symétrie.

En respectant cette condition ainsi que celle relative aux déplacements imposée par la périodicité (cf. Figure V-19 (a)), il en découle que les déplacements de tous les points situés sur une même face du V.E.R. sont identiques dans la direction normale à cette surface. Autrement dit, les surfaces du V.E.R. restent planes. Ce propos est illustré par la Figure V-19 (c) au niveau de deux faces de la cellule de base appartenant à la surface du V.E.R. Il faut implicitement le considérer au niveau de la phase gazeuse. Cette condition de planéité des faces du V.E.R. a été implémentée sur ABAQUS, comme nous le verrons dans la suite. En plus d'être une condition nécessaire, il s'agit aussi d'une condition suffisante pour respecter l'ensemble des conditions en déplacement liées à la périodicité et à la symétrie de la structure car les autres exigences sont alors implicitement respectées.

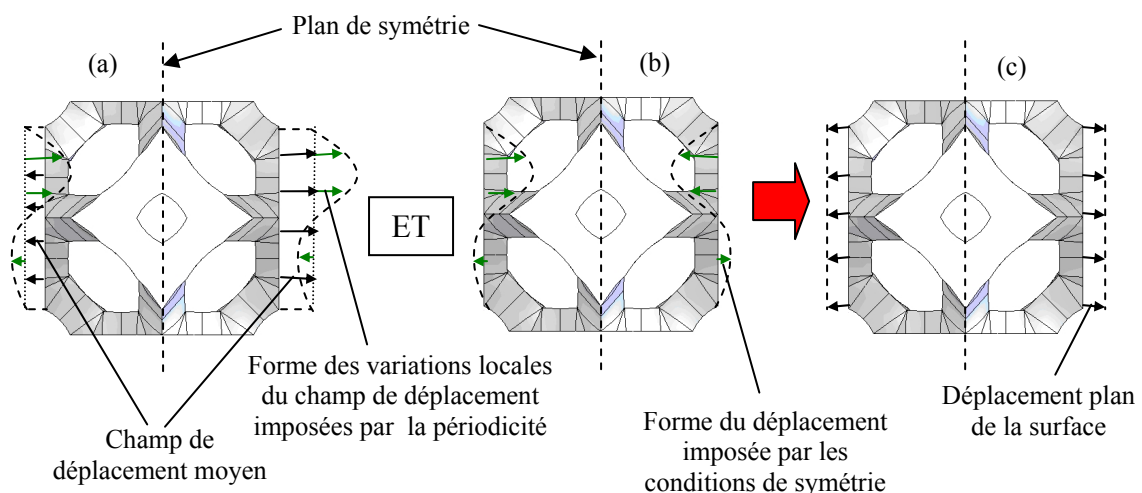


Figure V-19 - Conditions de déplacement sur deux faces du V.E.R. imposées (a) par les conditions périodiques, (b) par la symétrie du comportement, (c) par les conditions périodiques ET la symétrie.

En ce qui concerne les contraintes, les notions de périodicité et de symétrie de la structure aboutissent à la nullité des efforts tangentiels et à l'égalité (en intensité, les signes étant opposés) des efforts normaux s'appliquant sur les surfaces du V.E.R. en vis-à-vis.

De par l'absence de fonctionnalité adaptée sur ABAQUS[®], il n'a pas été possible d'imposer de telles conditions, tout comme Mills ([MIL2007]). Comme pour ce dernier, les conditions limites appliquées au V.E.R. ne sont donc périodiques qu'en déplacement.

Retranscription des conditions limites sur ABAQUS

Comme nous l'avons vu, le V.E.R. de mousse d'acier présente trois plans de symétrie orthogonaux. Par conséquent, il suffit de prendre en compte seulement $1/8^{\text{ème}}$ de ce V.E.R. pour décrire son comportement (cf. Figure V-20). En contrepartie, nous nous devons de faire apparaître dans le modèle numérique des conditions supplémentaires sur les déplacements au niveau des faces créées par la troncature.

La symétrie du comportement impose que les points appartenant aux plans de symétrie restent dans ces plans au cours de la déformation. Ceci peut facilement être pris en compte sur ABAQUS[®] au niveau de son module « Load » en imposant par exemple que les déplacements des points appartenant à un plan de symétrie parallèle au plan x-y soient nuls suivant z. Ces conditions, imposées sur trois faces du $1/8^{\text{ème}}$ de cellule, sont visibles sur la Figure V-21.

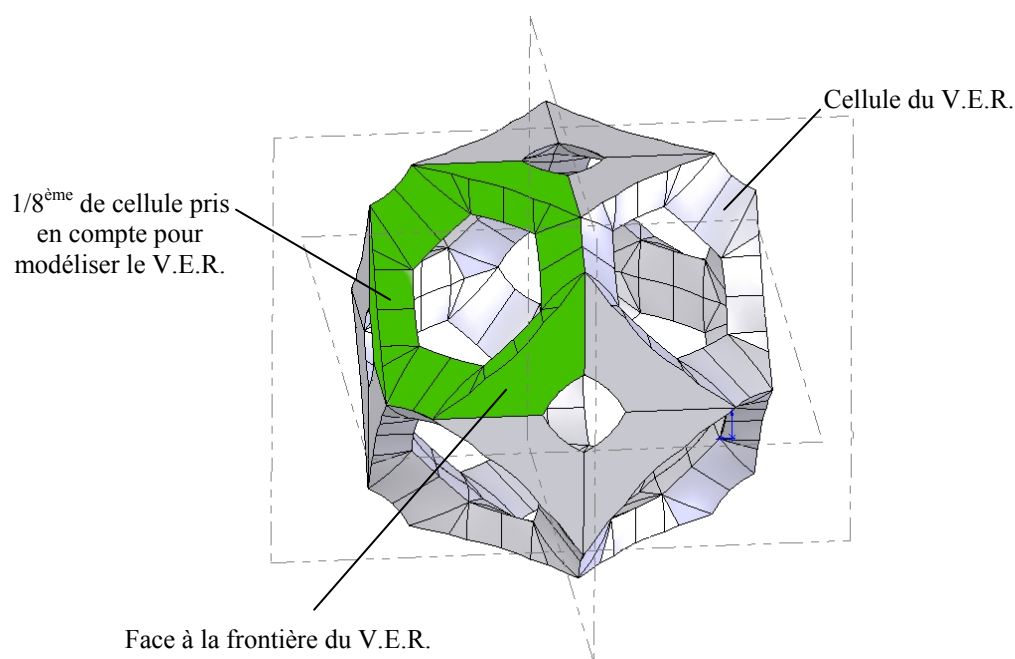
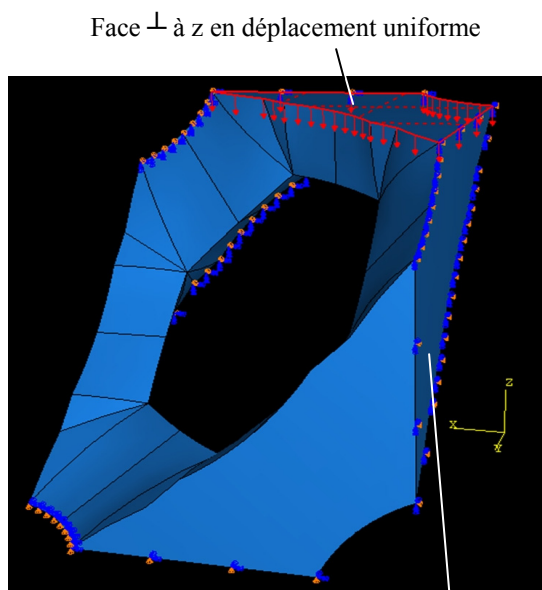


Figure V-20 - Huitième de cellule considéré pour modéliser le V.E.R.

Par ailleurs, comme il a été vu, il est nécessaire que toutes les faces de la cellule situées à la frontière du V.E.R. aient des déplacements plans. Un de ces déplacements doit

refléter l'effet de la compression suivant z, les deux autres doivent être libres (mais plans). Ceci a pu pris en compte sur ABAQUS® de la manière suivante :

- un déplacement identique selon z a été imposé à tous les points de la face de la cellule perpendiculaire à cette direction et située à la frontière du V.E.R. (cf. Figure V-21). L'ampleur de ce déplacement a été déterminée de telle façon à ce que la déformation plastique équivalente locale de la matière ne dépasse pas 40% (nous justifierons cette valeur ultérieurement (cf. § V.2.2.2)). Ceci a été effectué au niveau du module « Load » d'ABAQUS® ;
- la planéité des deux autres faces a été assurée en imposant que la valeur du déplacement de tous les points appartenant à ces faces soit identique dans la direction qui leur est perpendiculaire. Ceci a été imposé au moyen de la fonctionnalité « Constraint Manager/Create Constraint/ Equation » disponible dans le module « Interaction ». La Figure V-22 illustre les conditions de planéité au niveau du huitième de cellule et fait apparaître la fenêtre du module « Interaction ». Celle-ci permet de définir les conditions de planéité en imposant que le déplacement soit décrit par une équation du type $C_1 \cdot u_{\text{Face}}^{\text{DOF}} + C_2 \cdot u_{\text{Réf}}^{\text{DOF}} = 0$, où C_1 et C_2 sont des coefficients donnés par l'utilisateur, « u » est un déplacement, « DOF » (Degree Of Freedom) est la direction du déplacement (DOF = 1 (x), 2 (y) ou 3 (z)), « Face » est l'ensemble des points sur lesquels le déplacement est imposé et « Réf » est le point dont le déplacement sert de référence.



Face soumise à des conditions de symétrie (ici, déplacement suivant x = 0)

Figure V-21 – 1/8^{ème} de V.E.R. sur lequel ont été imposés des conditions prenant en compte les symétries de la cellule (en orange et bleu) et le déplacement d'une face perpendiculaire à z (en rouge) .

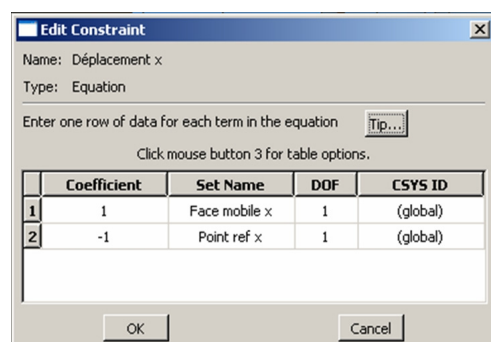
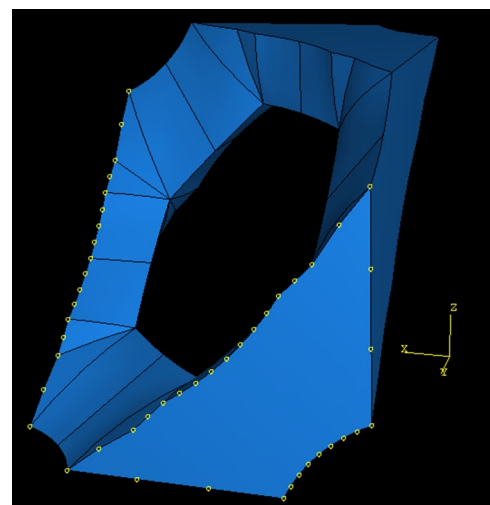


Figure V-22 – Conditions de déplacement plan (en jaune) sur les deux faces latérales du 1/8^{ème} de V.E.R. et fenêtre de dialogue permettant de contraindre un de ces déplacements.

Notons que les déplacements de la phase gazeuse n'ont pas été mentionnés car elle n'est pas susceptible de créer d'efforts, les porosités débouchant sur l'extérieur. Il n'en aurait pas été de même pour des mousses à porosités fermées, pour lesquelles la compression du gaz peut générer un effort au niveau de la surface intérieure de la cellule.

En résumé, nous avons défini des conditions aux limites tenant compte de la périodicité de la structure des mousses d'acier ainsi que de la symétrie de sa cellule de base (en déplacement). Ces conditions sont représentatives, au niveau du V.E.R., d'une compression uniaxiale de la mousse suivant la direction $[0,0,1]$.

Pour effectuer la simulation, il reste à définir la loi retenue pour décrire le comportement de l'acier 304L ainsi que le maillage du huitième de cellule. C'est ce qui est détaillé dans ce qui suit.

V.2.1.3. Définition des paramètres matériaux

La mousse comprimée suivant la direction $[0,0,1]$ travaille localement de manière élasto-plastique, comme le suggèrent nos observations expérimentales. De ce fait, une simulation numérique de cette compression rend nécessaire de préciser, pour l'acier 304L :

- son comportement élastique,
- son comportement plastique.

Choix des paramètres matériaux à déterminer

En supposant que l'acier 304L est un matériau homogène (ce qui est facilement admissible), son comportement élastique peut être décrit au moyen de deux paramètres :

- le module d'Young,
- le coefficient de Poisson.

Pour ce qui est de son comportement plastique, il est nécessaire de définir ([LEM1996]) :

- un critère de plasticité. Il indique, selon l'état de contrainte local du matériau, si ce dernier subit ou non une déformation plastique ;
- une loi d'écrouissage. Elle spécifie l'évolution du domaine plastique en fonction des sollicitations endurées par le matériau.

Pour notre étude, nous avons utilisé :

- le critère de Von Mises, qui est couramment employé pour les métaux ;
- une loi d'écrouissage cinématique linéaire (écrouissage linéaire de Prager).

Identification des paramètres matériaux

Les paramètres matériaux ont été identifiés, à l'exception du coefficient de Poisson, à partir de quatre essais de traction uniaxiale, menés à C.T.I.F. sur des barreaux d'acier 304L. Ces barreaux avaient été coulés à l'occasion de l'élaboration d'un échantillon de mousse d'acier et avaient subi un traitement thermique d'hypertrempe.

La déformation des éprouvettes a été suivie au moyen d'un extensomètre jusqu'à une déformation relative de 1% environ et un cycle de chargement-déchargement a été effectué à une déformation relative aux alentours de 0,9%. Les essais ont ensuite été poursuivis jusqu'à

rupture du matériau. Les courbes relatives à ces essais sont visibles sur la Figure V-23 (ces courbes sont données en déformation et contrainte apparentes).

L'éprouvette 4 (courbe rose) a eu un comportement différent des trois autres. Elle n'a pas été prise en considération pour définir les paramètres de l'acier.

Pour chaque éprouvette, le module d'Young de l'acier 304L a été mesuré à partir de l'extrait de courbe correspondant au cycle de déchargement-rechargement. Sa limite d'élasticité a été mesurée pour une déformation rémanente de 0,2 %. Ces mesures sont reportées dans le Tableau V-5. Leurs moyennes, elles aussi reportées dans le Tableau V-5, ont été employées pour définir les paramètres du matériau.

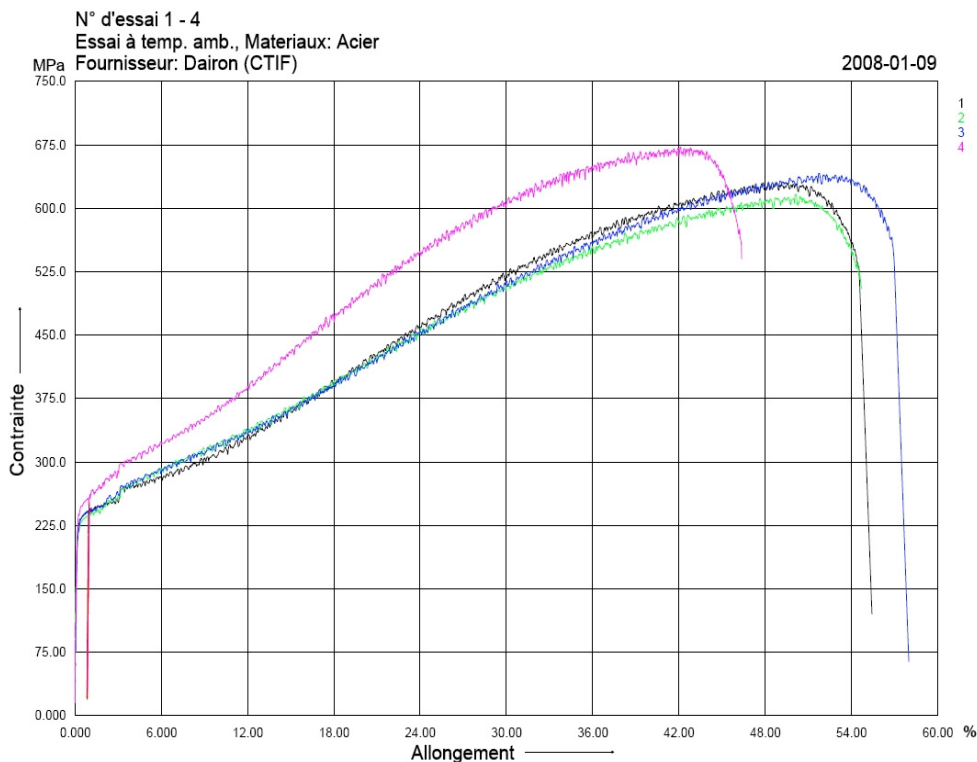


Figure V-23 - Courbes de traction conventionnelles des quatre barreaux d'acier 304 L.

Eprouvette	Module d'Young	Limite d'élasticité à 0,2 %
1	160 GPa	232 MPa
2	178 GPa	228 MPa
3	174 GPa	226 MPa
Moyenne	171 GPa	229 MPa

Tableau V-5 - Valeurs expérimentales du module d'Young et de la limite d'élasticité.

Il était attendu que les déformations locales de la matière au sein de la mousse d'acier seraient très grandes. Par conséquent, en plus de mener les calculs en grandes déformations, le comportement plastique a été défini sur le plus grand intervalle de déformation possible. Les courbes de traction de l'acier 304L (hormis la rose) ne faisant pas apparaître de striction avant 50% de déformation relative, il a été possible de définir le comportement plastique jusqu'à cette limite. Cette dernière correspond à une déformation vraie ($\epsilon = \ln(1 + e)$) légèrement supérieure à 0,4.

Pour déterminer les paramètres de la loi d'écrouissage cinématique linéaire, la moyenne des trois courbes considérées a été retracée en contrainte vraie – déformation plastique vraie (ϵ_p). Cette courbe est montrée sur la Figure V-24 (en rouge). Une régression linéaire a été effectuée pour déterminer l'équation de la droite qui passe par le point à l'origine (limite élastique) et qui est la plus proche de cette courbe (en noir). Les coordonnées du second point caractérisant l'écrouissage cinématique linéaire au niveau d'ABAQUS[®] sont alors : $\epsilon_{p \max} = 0,4$; $\sigma = 905$ MPa.

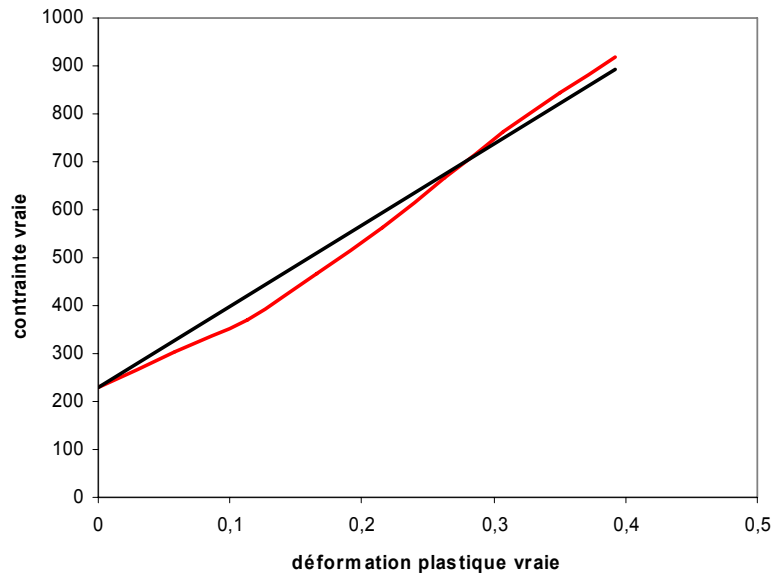


Figure V-24 – Courbe décrivant le comportement plastique moyen de l'acier 304L (en rouge) tracée en déformation vraie – contrainte vraie et droite de régression linéaire (en noir).

Enfin, le coefficient de Poisson ν de l'acier 304L a été estimé à 0,28 en recoupant les valeurs, très proches, indiquées par [WAT1991] et le site matweb.com, recensant les propriétés de nombreux matériaux.

Les données employées pour caractériser le comportement élasto-plastique de l'acier 304L sous ABAQUS[®] sont résumées dans le Tableau V-6.

Comportement élastique	Comportement plastique
$E = 171$ GPa	$\epsilon_p = 0 \rightarrow \sigma = 230$ MPa
$\nu = 0,28$	$\epsilon_p = 0,4 \rightarrow \sigma = 905$ MPa

Tableau V-6 - Données employées pour décrire le comportement du 304L sous ABAQUS[®].

V.2.1.4. Maillage

Nous avons maillé le V.E.R. de notre mousse d'acier au moyen d'éléments tétraédriques (comme [Mil2007]), en raison de la forme de la cellule de mousse. L'interpolation des déplacements dans ces éléments a été choisie quadratique en raison du temps de calcul intéressant auquel un tel choix pouvait aboutir en comparaison à une formulation linéaire (cf. § V.2.2). Le huitième de cellule employé pour mener les calculs contient ainsi 2046 éléments du type CD10M (les mêmes que [MIL2007]).

Le maillage a été exécuté automatiquement par le mailleur d'ABAQUS®. Les conditions de stabilité sur la géométrie des éléments ont été vérifiées et validées par la fonctionnalité ad hoc dans le module « Mesh ». La Figure V-25 montre le maillage du huitième de cellule qui a été employé pour effectuer les calculs.

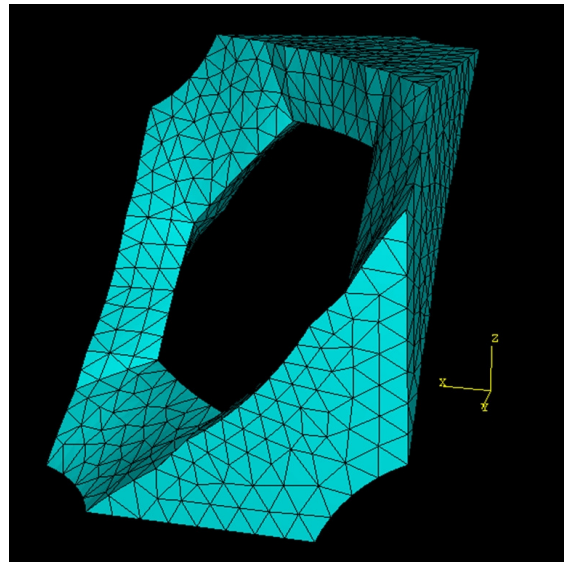


Figure V-25 - Maillage du huitième de cellule sous ABAQUS.

V.2.2. Résultats de la simulation

Le modèle numérique ayant été construit pour simuler le comportement du V.E.R. de mousse d'acier, il reste à définir comment exploiter les résultats du calcul. Notamment, afin de comparer ces derniers avec les résultats expérimentaux, il convient de faire ressortir des données analogues. Nous commencerons donc par expliciter ces données. Ensuite, les résultats issus du calcul seront présentés et leur validité sera contrôlée en s'assurant du respect d'un certain nombre d'exigences. Enfin, ils seront comparés aux résultats expérimentaux pour donner lieu à une discussion.

V.2.2.1. Définition des variables à exploiter

Les essais expérimentaux ont permis d'apprécier le comportement élasto-plastique de la mousse d'acier en le décrivant au moyen de courbes tracées en déformation relative apparente – contrainte apparente. Pour être comparables, les résultats de la simulation numérique doivent être présentés de manière analogue.

Pour cela, notons que le bloc de mousse complet est composé d'un certain nombre de huitièmes de V.E.R. pour lesquels il a été supposé que le comportement était le même. Par conséquent, la déformation relative apparente aux frontières de ce huitième de V.E.R. est la même que celle du bloc de mousse complet. Il en est de même pour la contrainte apparente.

Par ailleurs, pour chaque huitième de cellule, le déplacement de la face supérieure a été imposé par les conditions aux limites, donc il est connu. Celui de la face inférieure a été imposé nul. De plus, ABAQUS® permet de récupérer la valeur de la force normale

s'appliquant sur des surfaces. Au final, il est donc possible de connaître la force générée par le huitième de V.E.R. pour un déplacement de sa face supérieure donné.

En résumé, pour obtenir la courbe de déformation apparente – contrainte apparente à partir des résultats de la simulation, nous avons :

- divisé le déplacement de la surface supérieure du huitième de V.E.R. par sa hauteur initiale, pour obtenir le déplacement relatif apparent ;
- divisé la force générée par le huitième de V.E.R. par la section normale qu'il occupait initialement, pour obtenir la contrainte apparente. En prenant en compte la phase gazeuse, cette section correspond donc à un quart de la face du cube initial.

V.2.2.2. Exploitation et vérification des résultats de la simulation

Courbe de compression uniaxiale issue de la modélisation numérique

La courbe de compression de la mousse issue de la simulation, tracée en déformation relative apparente – contrainte apparente, est représentée sur la Figure V-26. Elle a été tracée en considérant, comme nous l'avons fait jusqu'ici, que la déformation relative et la contrainte apparentes sont des valeurs positives.

Cette courbe fait bien apparaître une zone de plateau de contrainte, comme observé expérimentalement.

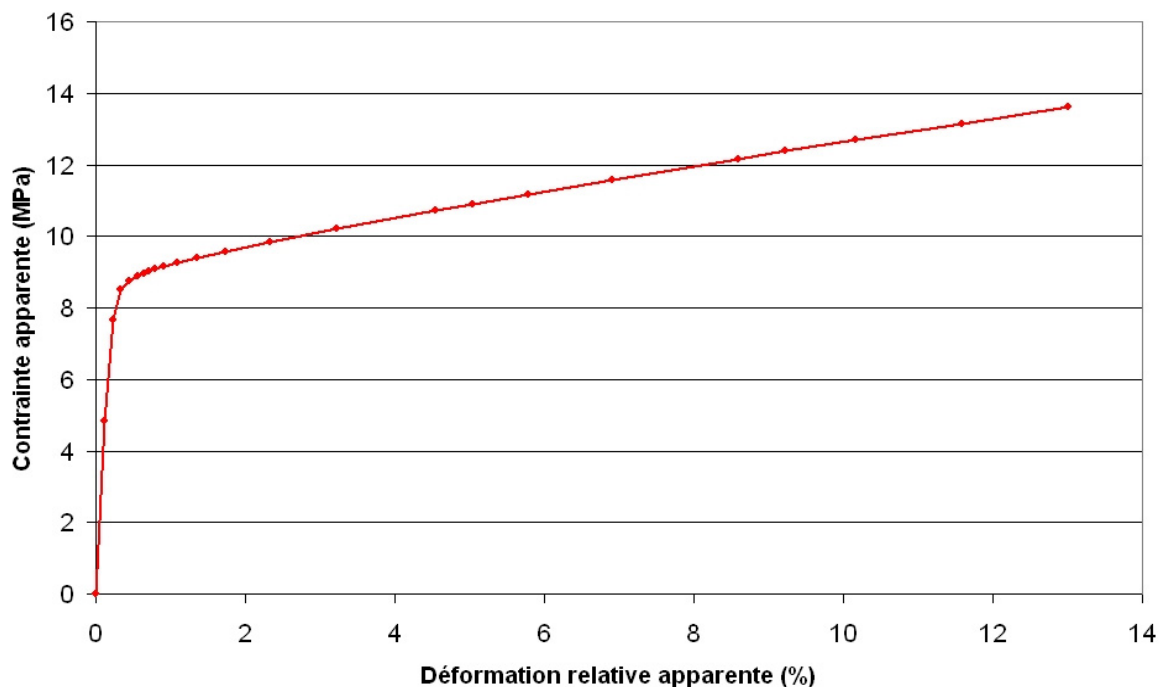


Figure V-26 – Courbe déformation relative apparente – contrainte apparente, issue de la modélisation numérique.

Vérifications locales

La validité des résultats de simulation numérique requiert de vérifier des données au niveau local. Un élément classique de vérification est de s'intéresser aux sauts de contrainte qui existent entre éléments connexes. Dans notre cas, les sauts de contrainte sont très importants puisqu'ils atteignent 50% de la contrainte maximale dans le matériau, comme l'indique la comparaison de la Figure V-27 avec la Figure V-28. Ces sauts interviennent sur les éléments aux croisements des arêtes ou se répercutent sur ceux qui leur sont accolés. Ceci signifie que localement le comportement du matériau n'est pas correctement représenté.

Il n'y a rien d'étonnant à cela. En effet, le modèle considère une cellule de mousse aux formes anguleuses, ce qui crée des singularités au niveau des croisements d'arêtes, qui en réalité n'existent pas. Pour analyser le comportement de la matière à ce niveau local, il aurait fallu prendre en compte la forme réelle de la cellule de mousse, pour laquelle les arêtes sont arrondies.

Néanmoins, en doublant le nombre d'éléments du maillage, nous avons pu vérifier que la réponse globale restait la même. L'influence de ces discontinuités locales est donc faible.

Par ailleurs, les champs de déplacement et de contrainte ont été analysés. Il en résulte que tous les déplacements ont respecté les conditions dictées par la périodicité, ce qui est logique puisqu'elles ont été imposées par le modèle. En ce qui concerne les contraintes, toutes les conditions de périodicité n'ont pas pu être vérifiées de par l'absence de faces en vis-à-vis. Il a néanmoins pu être contrôlé que les efforts tangentiels étaient bien nuls.

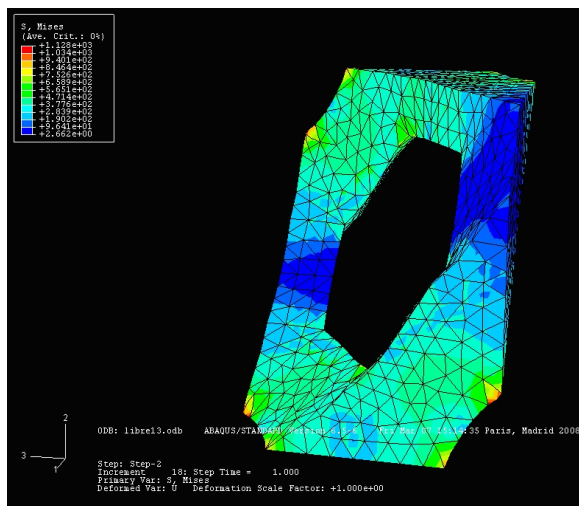


Figure V-27 - Visualisation, en contrainte équivalente de Von Misès.

La supériorité de la valeur de contrainte maximale reportée (1128 MPa) par rapport à celle maximale définie (905 MPa) est uniquement due à l'interpolation des valeurs de contrainte. Aux nœuds d'intégration, il a été vérifié que la contrainte est inférieure à 905 MPa.

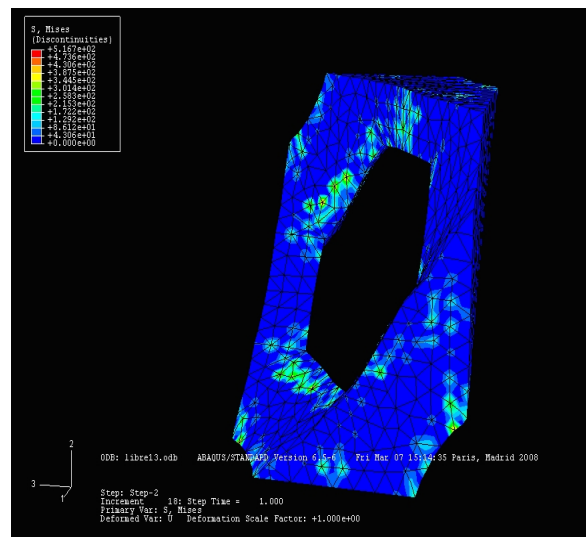


Figure V-28 – Visualisation des discontinuités entre éléments au niveau de la contrainte de Von Misès, pour la simulation d'une compression uniaxiale de 13% .

Enfin, nous avons observé que la valeur maximale de la déformation plastique équivalente approchait 0,4 lorsque la déformation macroscopique apparente atteignait 13%. C'est d'ailleurs pour cela que nous avons limité la simulation numérique de l'essai de compression à cette valeur, de façon à rester dans le domaine de définition de la loi élasto-plastique utilisée.

Vérifications globales

Comme précédemment indiqué, il a été vérifié que le comportement macroscopique simulé de la mousse était indépendant du nombre d'éléments quadratiques du maillage lorsque celui-ci était supérieur à 2000. Des calculs préliminaires avaient montré qu'avec des éléments linéaires, il en fallait plus de 20000, ce qui conduisait à des temps de calcul longs (1 heure au lieu de 10 minutes)... d'où l'emploi d'éléments quadratiques.

V.2.2.3. Comparaison avec les résultats expérimentaux

La courbe issue de la modélisation est comparée, sur la Figure V-29, avec celles expérimentales représentant les essais de compression selon la direction [0,0,1].

Il peut être constaté que si la simulation retranscrit assez bien l'allure de la courbe de compression, et particulièrement la pente qui existe au niveau du plateau de contrainte, elle sous-estime nettement la résistance de la mousse. Nous associons cette différence à plusieurs origines probables :

- les mousses réelles présentent des défauts (infiltration, grésage) qui sont susceptibles d'augmenter leur résistance ;
- la densité relative de la mousse simulée est de 0,13 alors que la densité réelle est plutôt de 0,15. L'équation (E V.1) (page 149) montre que ceci peut entraîner une erreur sur le niveau de contrainte de l'ordre de 25% ;
- les caractéristiques de l'acier 304L ont été estimées à partir de barreaux d'acier massifs (section de 25 x 35 mm² environ). Or, les poutres de la mousse d'acier ont des sections très petites (quelques mm²). Il est probable que la microstructure et le comportement de l'acier ne soient pas identiques dans ces deux cas. En effet, un tel effet d'échelle a été observé pour les poutrelles de mousses d'aluminium dont les caractéristiques mécaniques sont largement améliorées par leur faible taille ([ZHOU2002]) ;
- la périodicité n'a été respectée numériquement qu'en déplacement. Elle ne l'a pas été en contrainte, ne donnant pas la possibilité aux faces latérales de participer à la transmission des efforts.

Il peut aussi être constaté que le « coude » au niveau de la courbe de compression est beaucoup plus abrupt au niveau de la simulation qu'il ne l'est en réalité. C'est aussi ce qu'avait constaté Dillard ([DIL2004]) en traction. Ceci est probablement à attribuer à la transition élasto-plastique trop brutale inhérente au modèle de comportement de l'acier 304L que nous avons choisi.

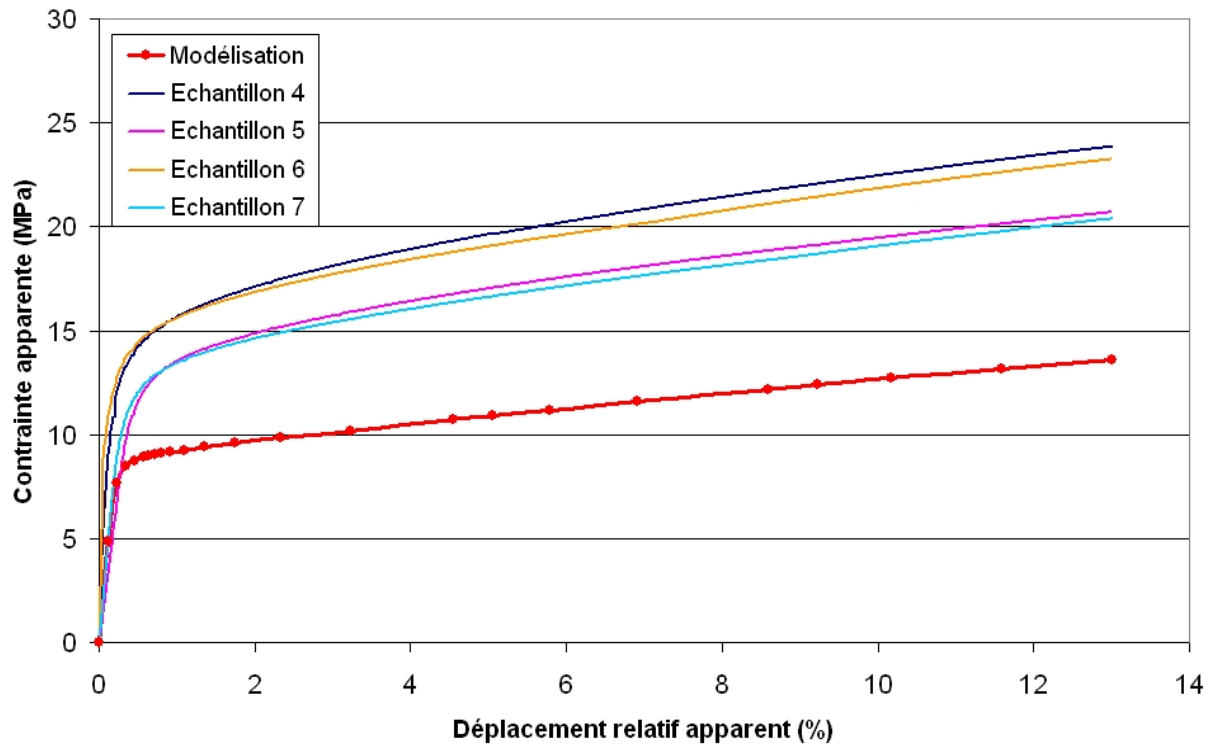


Figure V-29 - Comparaison entre la simulation numérique et les courbes expérimentales (essais de compression selon la direction [0,0,1]).

V.2.3. Discussion et conclusion sur la simulation numérique

En résumé, une première modélisation du comportement de la mousse d'acier en compression uniaxiale suivant la direction [0,0,1] a été effectuée. Celle-ci aboutit à des résultats cohérents, bien que les améliorations à apporter soient encore nombreuses. A ce sujet, il pourra par exemple être cité :

- la prise en compte d'une géométrie reflétant une cellule de mousse réelle plutôt qu'une structure théorique (grâce à la tomographie par exemple) ;
- l'implémentation de conditions périodiques en contrainte ;
- l'étude de l'effet des défauts de fabrication sur le comportement macroscopique de la mousse ;
- une caractérisation plus fine des propriétés du matériau constituant la mousse.

Néanmoins, la démarche que nous avons suivie, même incomplète, a permis de mettre en valeur la possibilité de modéliser le comportement de la mousse d'acier par éléments finis. Il ne s'agit là que d'un premier modèle car beaucoup de pistes n'ont pu être explorées, les travaux de thèse s'étant essentiellement attachés à mettre au point une technique de fabrication. Notamment, il aurait pu être intéressant d'analyser les résultats offerts par les approches basées sur les éléments poutres pour évaluer l'intérêt (ou non) d'employer des éléments finis en maillage volumique. De même, nous aurions pu étudier la stabilité de la structure pour prévoir l'apparition de flambement comme il a été observé lors de la compression selon la direction [0,1,1]... sans oublier les chargements en trois dimensions.

En tout état de cause, que ce soit au niveau de la modélisation que nous avons effectuée ou bien des modèles basés sur les éléments poutres (par exemple [ZHU1997],

[DEM2007] [KWO2003], [GON2005]), la périodicité de la structure facilite la modélisation en proposant :

- un Volume Élémentaire Représentatif parfaitement défini, dont la taille est restreinte,
- des conditions aux limites parfaitement déterminées (même si elles n'ont pas pu être toutes spécifiées sur le modèle que nous avons employé).

V.3. Conclusion sur l'emploi des mousses d'acier

Les indices de performance des mousses d'acier ont été calculés à partir de données issues d'essais de compression uniaxiale. Il s'avère que ce matériau atteint un niveau de compétitivité comparable à celui des mousses d'aluminium. De plus, les marges de progression sont grandes car le procédé autorise l'emploi de n'importe quelle composition de métal. Ceci laisse entrevoir la possibilité d'une amélioration substantielle des performances du matériau.

Par ailleurs, la mousse d'acier a été modélisée. Outre la relative adéquation entre les résultats numériques et expérimentaux, cette démarche a avant tout mis en valeur l'avantage que propose ce matériau en termes de modélisation de par la périodicité de sa structure. Cette possibilité de modélisation, couplée au fait que le procédé développé est adapté à toutes les métallurgies, permet d'envisager facilement une recherche de performances optimales pour le produit.

Dans cette optique, il reste à vérifier que l'acier constitue la meilleure alternative, ce qui n'est peut-être pas certain. Cependant, sa mise en œuvre étant la plus difficile des métaux courants, la réussite de cette dernière souligne l'étendue des possibilités de choix de matériaux offerte par le procédé que nous avons développé.

VI. Conclusion générale et perspectives

L'objet de cette thèse a été de produire des mousses d'acier et d'évaluer l'intérêt de ces matériaux. Pour cela, nous nous sommes attachés, d'une part, à développer un procédé de fonderie permettant de fabriquer des mousses d'acier et, d'autre part, à quantifier les performances de ces produits dans les domaines où leur emploi était attendu : l'absorption d'énergie et le travail en flexion.

Cette thèse s'est caractérisée par une composante industrielle forte, qui a largement pesé sur les développements entrepris. Ainsi, dès le départ, nous nous sommes fixés des objectifs à atteindre pour répondre aux attentes industrielles et proposer un matériau concurrentiel. En particulier, nous avons voulu développer une mousse qui valorisait les atouts de l'acier, à savoir ses performances mécaniques élevées et son faible coût, tout en surmontant les difficultés de mises en œuvre de ce métal, principalement dues à son haut point de fusion.

Pour fabriquer des mousses d'acier, nous avons testé plusieurs solutions, inspirées par des techniques de production de mousses d'aluminium. Celles-ci avaient préalablement été identifiées grâce à une étude bibliographique approfondie et sélectionnées en tenant compte des objectifs fixés, des moyens à notre disposition et de leurs chances de réussite. Au final, nous mis en œuvre deux principaux types de techniques : le moussage d'un métal liquide et l'infiltration d'une préforme.

Moussage d'un métal liquide

Pour mettre en œuvre le moussage d'un métal liquide, nous avons dans un premier temps étudié ce qui conditionnait l'obtention d'une mousse métallique par cette méthode. Ceci nous a permis de sélectionner les moyens d'introduire du gaz dans le métal et d'identifier les produits susceptibles de stabiliser une mousse d'acier (agents stabilisants). Ainsi, nous avons introduit du gaz dans de l'acier via un bouchon poreux ou via la décomposition d'un agent moussant (ZrH_2 , $SrCO_3$ ou $MgCO_3$) et avons employé des poudres d'oxyde (Cr_2O_3 ou TiO_2), de carbure (WC) ou de métal à haut point de fusion (Mo, W) pour stabiliser la mousse.

L'introduction de gaz au moyen d'un bouchon poreux s'est très vite heurtée à des soucis de mise en œuvre, principalement à cause des pertes thermiques. Pour continuer de tester cette voie, il aurait fallu travailler sur de plus importantes quantités de métal et donc investir dans des dispositifs très coûteux, sans garantie de réussite. Nous avons donc abandonné cette voie de recherche, même si elle restait susceptible d'aboutir à la formation de mousses d'acier.

Les essais faisant appel à des agents moussants ont révélé que les carbonates ne sont pas adaptés à la production d'un dégagement gazeux dans l'acier : une fois introduits dans le métal liquide, ils remontent rapidement à la surface du bain, avant même de se décomposer. Ces essais ont aussi montré que les poudres d'oxydes de chrome (Cr_2O_3) ou de titane (TiO_2) ne sont pas en mesure de stabiliser une mousse d'acier, en raison respectivement de leur décantation et de leur réactivité.

Seuls les essais employant de l'hydruure de zirconium (ZrH_2) et des métaux à hauts points de fusion (Mo, W) ou un carbure (WC) ont permis d'obtenir des mousses métalliques. Cependant, nous n'avons pu réaliser que des mousses en fonte et avons dû faire appel pour cela à d'importantes quantités de produits coûteux. Le transfert de cette technique aux aciers s'est heurté à l'intervention répétée d'un phénomène explosif que nous n'avons pu maîtriser. Enfin, nos travaux ont montré que la qualité du moussage dépendait de la teneur en carbone : plus la teneur en carbone est faible, plus la qualité du moussage est médiocre.

Au final, nous avons jugé que ce procédé était trop coûteux et que ses chances de produire une mousse d'acier de qualité étaient trop faibles pour continuer d'en envisager l'emploi. Nous avons alors préféré mettre l'accent sur l'étude de l'infiltration d'une préforme.

A l'heure actuelle, la production de mousses d'acier par moussage d'un liquide peut encore être espérée, par exemple en employant un bouchon poreux et en travaillant sur de plus importantes quantités de métal. Mais, pour mettre en œuvre ce type de technique, il sera toujours nécessaire d'introduire des agents stabilisants (des oxydes, des carbures...). Et ceux-ci, en plus d'être chers dans la plupart des cas, engendreront systématiquement des problèmes d'usinabilité, affecteront négativement les performances mécaniques des mousses et interdiront leur recyclage. La réalisation de mousses d'acier par moussage d'un métal liquide constitue donc un défi technique sans réel avenir industriel.

Infiltration d'une préforme

Pour rappel, l'infiltration d'une préforme consiste à remplir de métal un réseau poreux, appelé préforme, dont la morphologie est globalement celle d'une mousse. Avant cette thèse, la seule technique économique pour réaliser une préforme consistait à remplir le moule d'une pièce au moyen de billes ou de granulats, appelés précurseurs.

Dans un premier temps, nous avons directement testé cette technique en employant des précurseurs en sel, comme dans le cas des mousses d'aluminium, ou en verre, un matériau dont l'usage nous est apparu potentiellement intéressant. Ces essais ont permis de fabriquer des mousses d'acier. Mais cette technique n'est pas adaptée à l'acier à cause de la difficulté de mise en œuvre impliquée et de l'importante densité relative des produits ainsi fabriqués.

Nous avons donc proposé une nouvelle solution, originale et désormais brevetée. Celle-ci consiste à réaliser la préforme au moyen de plaques en sable qui s'empilent. La forme de ces plaques, faites de cellules élémentaires identiques, est telle que leur empilement forme un réseau de porosités dont la morphologie est celle de la structure de Kelvin, un modèle de mousse monodispersée. Ainsi, une fois infiltré, le réseau donne naissance à une mousse idéale.

Nous avons défini une forme de cellule optimisée afin, entre autres, de réaliser ces plaques par un procédé de noyautage. Nous avons fait appel au procédé dit de « boîte froide », très répandu en fonderie, mais tout autre procédé aurait pu aussi être employé. D'ailleurs, sur ce point, les procédés à liants minéraux, qui produisent des noyaux émettant moins de gaz à la coulée, amélioreraient l'infiltration. Pour cela, il reste néanmoins à régler les problèmes de fluidité du sable et de débouillage qui leurs sont reconnus.

En infiltrant les préformes ainsi produites, nous avons réalisé des échantillons de mousses en acier inoxydable 304L. Quelques défauts ont été relevés sur les premiers échantillons mais la plupart ont pu être maîtrisés en adaptant le choix du sable de moulage et les conditions de coulée. Au final, nous avons obtenu des mousses avec une structure régulière et un taux de porosité élevé (85%), comme souhaité.

Afin de déterminer les possibilités de cette technique en termes de taille de pièce pouvant être fabriquée, nous avons étudié l'influence de quelques paramètres opératoires. Ainsi, nous avons mis en évidence que la nature du sable conditionnait largement les possibilités de remplissage en ralentissant le refroidissement et la solidification du métal. A l'inverse, la direction selon laquelle le réseau est infiltré par le métal influe peu sur la distance de remplissage.

Par ailleurs, nous avons développé un modèle relatif à l'écoulement d'un métal dans un réseau poreux, quel qu'il soit. Couplé à une estimation de temps imparti à l'infiltration issue de considérations thermiques, ce modèle permet de déterminer la distance de réseau pouvant être alimentée en métal et ainsi de pré-dimensionner le système d'attaque d'une pièce. La particularité de ce modèle réside dans sa capacité à rendre compte de différentes natures d'écoulement, et de prendre en compte, en particulier, les phénomènes turbulents, qui sont prépondérants lorsque les porosités sont millimétriques.

Faute de temps, ce modèle n'a été validé que sur des coulées d'aluminium au sein d'un réseau de billes, préalablement effectuées à C.T.I.F. La validation sur des coulées d'acier au sein du réseau développé est donc une étape que nous envisageons très rapidement.

Ce modèle doit aussi évoluer. Notamment, la prise en compte plus fine des phénomènes thermiques, en les couplant avec ceux hydrauliques, permettra de déterminer avec plus de précisions les possibilités de remplissage. Pour cela, il faudra prendre en compte le mode de solidification du métal. De même, il conviendra d'étudier la perturbation sur le remplissage du réseau occasionnée par la présence d'une peau de pièce, dans l'optique de réaliser des pièces de fonderie qui se caractérisent souvent par leurs formes sophistiquées. Pour mener à bien toutes ces évolutions, l'approche analytique développée dans cette thèse devra être complétée par l'outil de simulation numérique.

Comportement mécanique des mousses d'acier

Les échantillons de mousses d'acier (inox 304L) que nous avons fabriqués par la technique d'infiltration ont été caractérisés mécaniquement par des essais de compression uniaxiale. Le but a été d'extraire les données nécessaires au calcul des indices de performances de ces matériaux dans les domaines de l'absorption d'énergie et du travail en flexion. Une fois calculés, ces indices ont été comparés aux indices de performance des mousses d'aluminium pour évaluer la compétitivité des mousses d'acier face à ces dernières.

Les résultats montrent que les mousses d'acier ont un niveau de performance comparable, voire supérieur, à celui des mousses d'aluminium. En particulier, elles font partie des mousses métalliques qui absorbent les plus grandes quantités d'énergie, même lorsque cette quantité est ramenée à leur masse volumique.

Surtout, ces performances ont été atteintes alors que le métal employé pour fabriquer les mousses d'acier, le 304L, ne compte pas parmi les aciers dont les niveaux de résistance

sont les plus élevés. Il pourra par exemple être préférable de mettre en forme des aciers TRIP (Transformation Induced Plasticity) dont la transformation martensitique sous contrainte augmente l'énergie absorbée. En tout état de cause, cela souligne que nous avons réussi à tirer parti des performances mécaniques des aciers pour obtenir des mousses métalliques performantes du point de vue mécanique.

Par ailleurs, même si nous n'avons pas eu assez de recul pour évaluer le coût de production exact de nos matériaux, il est fort probable que la technique développée soit intéressante économiquement car les moyens auxquels elle fait appel sont simples à mettre en œuvre et les matériaux de moulage bon marché. Nous prévoyons de réaliser rapidement un chiffrage du coût de production de nos mousses afin d'évaluer plus précisément les gains en termes de coût vis-à-vis des autres procédés de fabrication de mousses métalliques.

Modélisation du comportement

La prévision du comportement en fonctionnement d'un matériau constitue une étape incontournable pour en considérer l'emploi. A ce titre, le développement d'un modèle comportemental adapté permet de prévoir les propriétés d'un matériau avant même de l'avoir fabriqué, ce qui accélère les choix pouvant être fait. Pour répondre à cette attente, nous avons proposé une première modélisation du comportement de notre matériau en compression uniaxiale. Pour cela, nous avons employé la méthode des éléments finis, via le logiciel commercial ABAQUS[®].

La mise en place de ce modèle a permis, entre autres, de mettre en évidence que le caractère périodique de la structure du matériau facilite sa modélisation numérique : son comportement global peut être prévu en étudiant qu'une de ses cellules élémentaires. Les résultats issus de cette première modélisation diffèrent du comportement réel, sans toutefois en être trop éloignés. Mais de nombreuses améliorations peuvent être apportées. Notamment, la prise en compte des géométrie et densité réelles de la mousse ou bien encore des caractéristiques du métal à l'échelle de la poutrelle de mousse rapprocheront certainement de manière significative le comportement simulé du comportement réel.

De nombreuses autres perspectives d'amélioration se situent au niveau de la modélisation du comportement mécanique de la mousse. Par exemple, s'agissant tout simplement du comportement en compression uniaxiale, il serait intéressant de prévoir le type de déformation et de ruine de la mousse selon la direction de sollicitation (flambement ou articulation plastique des poutrelles de mousse). Il serait tout aussi intéressant de pouvoir quantifier l'effet des différents défauts pouvant intervenir dans la fabrication de la mousse afin d'estimer si leur éradication, qui pourrait se révéler coûteuse, est nécessaire. A la suite de cela, il pourrait être considéré des chargements multiaxiaux pour considérer des utilisations réelles plus complexes.

Un bilan positif

En conclusion, nous avons réussi à produire des mousses d'acier en surmontant les difficultés liées à la mise en œuvre de ce métal, la plus difficile des métaux courants. Les produits ainsi fabriqués ont des performances qui se situent à des niveaux comparables voire supérieurs à celles des mousses d'aluminium. Sans compter qu'à cela s'ajoute une importante marge de progression, offerte par la diversité des métallurgies pouvant être employées avec le procédé développé. De ce fait, nous retiendrons qu'il nous a été possible de tirer parti des performances mécaniques des aciers pour réaliser des mousses métalliques performantes.

Par ailleurs, le procédé que nous avons développé pour fabriquer ces mousses est innovant (un brevet a d'ailleurs été déposé) et très certainement économique. Enfin, il fait appel à des techniques bien connues des fondeurs. Il est de ce fait parfaitement adapté à cette profession et le transfert industriel devrait être rapide. Au final, nous avons atteint tous les objectifs que nous nous étions fixés.

Références bibliographiques

- [ALB1967] D.M. Albright, W.R. Chilcott, « Method of making foamed metal », US Patent n° 3,360,361 (issue date : 26th December 1967).
- [AMA2001] A. Amadeh, S. Heshmati-Manesh, J.-C. Labbe, A. Laimeche, P. Quintard, « Wettability and corrosion of TiN, TiN-BN and TiN-AlN by liquid steel », *Journal of the European Ceramic Society*, 21 (2001), pp. 277 – 282.
- [AND1999] E. Andrews, W. Sanders, L.J. Gibson, « Compressive and tensile behaviour of aluminium foams », *Materials Science and Engineering*, A270 (1999), pp. 113 – 124.
- [ASH2000] *Metal Foams : A Design Guide*, M.F. Ashby, A.G. Evans, N.A. Fleck, L.J. Gibson, J.W. Hutchinson, H.N.G. Wadley, Butterworth-Heinemann (Elsevier), 2000.
- [ASH2005] *Materials Selection in Mechanical Design* (3rd edition), M.F. Ashby, Butterworth-Heinemann (Elsevier), 2005.
- [AYM1996] *Manuel des Aciers Moulés* (3^{ème} édition), J.-P. Aymard, M.-T. Léger, ETIF, 1996.
- [BAB2003] N. Babcsán, D. Leitlmeier, H.P. Degischer, « Foamability of particle reinforced aluminium melt », *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 34 (#1) (2003), pp. 22 – 29.
- [BAB2004] N. Babcsán, D. Leitlmeier, H.P. Degischer, J. Banhart, « The role of oxidation in blowing particle-stabilised aluminium foams », *Advanced Engineering Materials*, 6 (#6) (2004), pp. 421 – 428.
- [BAB2005] N. Babcsán, D. Leitlmeier, J. Banhart, « Metal foams – high temperature colloids », *Colloids and Surfaces A : Physicochemical Engineering Aspects*, 261 (2005), pp. 123 – 130.
- [BAN1998a] J. Banhart, « Production methods for metallic foams », http://www.hmi.de/people/banhart/B-Conferences/21_banhart1998a.pdf.
- [BAN1998b] J. Banhart, J. Baumeister, A. Melzer, M. Weber, « Verfahren zur herstellung von verbundwerkstoffbauteilen ». Brevet allemand DE 198 13 176 C2 (1998). (Traduit partiellement par C. Colliard, CTIF).
- [BAN2000a] J. Banhart, « Manufacturing routes for metallic foams », *JOM*, 52 (#12) (2000), pp. 22 - 27.
- [BAN2000b] J. Banhart, J. Baumeister, O. Irretier, J. Jöbstl, « Cost effective production techniques for the manufacture of aluminium foams », *Aluminium* 76 (#6) (2000), pp. 491 – 496.
- [BAN2001a] J. Banhart, « Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams », *Progress in Materials Science* 46 (2001), pp. 539 – 632.

- [BAN2001b] J. Banhart, H. Stanzick, L. Helfen, T. Baumbach, K. Nijhof, « Real-time X-ray investigation of aluminium foam sandwich production », *Advanced Engineering Materials*, 3 (#6) (2001), pp. 407 – 411.
- [BAN2002] J. Banhart, D. Weaire, « On the road again : metal foams find favor », *Physics Today*, 55 (#7) (2002), pp. 37 – 42.
- [BAN2005] J. Banhart, « Aluminium foams for lighter vehicles », *International Journal of Vehicle Design*, 37 (#2-3) (2005), pp. 114 – 125.
- [BAN2006] J. Banhart, « Metal foams : production and stability », *Advanced Engineering Materials*, 8 (#9) (2006), pp. 781 - 794.
- [BAS1961] P. Bastien, « Comportement de l'hydrogène dans l'acier moulé », *Fonderie*, 183 (1961), pp. 131 – 138.
- [BAU1997] J. Baumeister, J. Banhart, M. Weber, « Aluminium foams for transport industry », *Materials & Design*, 18 (#4-6) (1997), pp. 217 – 220.
- [BEA1997] J.T. Beals, M.S. Thompson, « Density gradient effects on aluminium foam compression behaviour », *Journal of Materials Science*, 32 (#13) (1997), pp. 3595 – 3600.
- [BEA2007] P. Beauvais, « Produits de moulage et de noyautage en sable », *Fonderie, Fondateur d'Aujourd'hui*, 267 (2007), pp. 40 – 44.
- [BEN 2002] J.C. Bedyk, « Production and application of aluminium foam, past product potential revisited in the new millennium », *Light Metal Age*, 60 (#3-4) (2002), pp. 24 – 29.
- [BOR2001] *Homogénéisation en mécanique des matériaux I – Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*, M. Bornert, T. Bretheau, P. Gilormini, Hermes Science Publications, 2001.
- [BRU2005] O. Brunke, A. Hamann, S.J. Cox, S. Odenbach, « Experimental and numerical analysis of the drainage of aluminium foams », *Journal of Physics : Condensed Matter*, 17 (2005), pp. 6353 – 6362.
- [CAM2003] *Castings* (2nd edition), J. Campbell, Butterworth-Heinemann (Elsevier), 2003.
- [CHI2002] S. Chiras, D.R. Mumm, A.G. Evans, N. Wicks, J.W. Hutchinson, K. Dharmasena, H.N.G. Wadley, S. Fichter, « The structural performance of near-optimized truss core panels », *International Journal of Solids and Structures*, 39 (2002), pp. 4093–4115.
- [CHO2002] K.-S. Chou, M.-A. Song, « A novel method for making open-cell aluminium foams with soft ceramic balls », *Scripta Materialia* 46 (2002), pp. 379 – 382.
- [CHU1971] B.S. Churkin, « Analytic study of the temperature change in the flowing molten metal in sand casting », *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 20 (#5) (1971), pp. 619 – 623.

- [CHU2000] S. Chu, Q. Niu, Y. Lin, K. Wu, « Control of foaming Al alloy melt », *ISIJ International* 40 (#6) (2000), pp. 597 – 600.
- [COL2004] J. Coletto, J. Goñi, J. Maudes, I. Leizaola, « Fabrication de mousses métalliques à cellules ouvertes ou fermées, par les voies de la fonderie, et applications de ces mousses », *Fonderie Fondateur d’Aujourd’hui*, 238 (2004), pp. 12 – 21.
- [CON2006] Y. Conde, J.-F. Despois, R. Goodall, A. Marmottant, L. Salvo, C. San Marchi, A. Mortensen, « Replication processing of highly porous materials », *Advanced Engineering Materials*, 8 (#9) (2006), pp. 795 – 803.
- [COX2001] S.J. Cox, G. Bradley, D. Weaire, « Metallic foam processing from the liquid state – the competition between solidification and drainage », *European Physical Journal Applied Physics*, 14 (#2) (2001), pp. 87 – 96.
- [CYM] « Technical manual for stabilized aluminium foam », document technique CYMAT (date d’édition inconnue).
- [DAI2005] J. Dairon, S. Dorlencourt, J.-C. Tissier, D. Balloy, J.-J. Ninin, « Décarburation sous vide : une solution à la portée des P.M.E. de fonderie (2^{ème} partie) », *Fonderie Fondateur d’Aujourd’hui*, 249 (2005), pp. 26 – 39.
- [DEM2007] S. Demiray, W. Becker, J. Hohe, « Numerical determination of initial and subsequent yield surfaces of open-celled model foams », *International Journal of Solids and Structures*, 44 (2007), pp. 2093 – 2108.
- [DES2000] V.S. Deshpande, N.A. Fleck, « High strain rate compressive behaviour of aluminium alloy foams », *International Journal of Impact Engineering*, 24 (2000), pp. 277 – 298.
- [DES2001] V.S. Deshpande, N.A. Fleck, « Collapse of truss core sandwich beams in 3-point bending », *International Journal of Solids and Structures*, 38 (2001), pp. 6275 – 6305.
- [DEV1984] *Traité pratique de masselottage des pièces moulées en sable*, H. Devaux, ETIF, 1984.
- [DIL2004] T. Dillard, « Caractérisation et simulation numérique du comportement mécanique des mousses de nickel : morphologie tridimensionnelle, réponse élastoplastique et rupture », thèse soutenue à l’Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, mars 2004.
- [EGO1987] F.F. Egorov, G.V. Gorbunov, V.P. Smironov, « Interaction of sintered powder metallic and cermet materials with molten stainless steel », *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 26 (#3) (1987), pp. 253 – 257.
- [ELL1956] J.C. Elliott, « Method of producing metal foam », US Patent n° 2,751,289 (Issue date : 19th June 1956).
- [ERG] www.ergaerospace.com.

- [EUS1980] N. Eustathopoulos, D. Pique, « Calculation of solid-liquid-vapor contact angles for binary metallic systems », *Scripta Metallurgica*, 14 (#12) (1980), pp. 1291 – 1296.
- [EUS1999] N. Eustathopoulos, E. Ricci, B. Drevet, « Tension superficielle », *Les Techniques de l'Ingénieur*, M67 (1999).
- [FED] http://www.fedtechgroup.com/advanced_materials/lbs/lbs_cast.html.
- [FLA2002] H. Flankl, A. Birgmann, D. Leitmeier, F. Dobesberger, « Device and process for producing metal foam », *Brevet canadien CA 2390745* (publication : 15 décembre 2002).
- [FLE1961] M.C. Flemings, E. Niyama, H.F. Taylor, « Fluidity of aluminium alloys : an experimental and quantitative evaluation », *Transactions AFS 1961*, paper 61-111, pp. 625 – 635.
- [FLE1963] M.C. Flemings, « Fluidity of metals – techniques for producing ultra thin section castings », 30th International Foundry Congress, Praha, 1963, pp. 61 – 81.
- [FRE2002] J. Frei, V. Gergely, A. Mortensen, T.W. Clyne, « The effect of prior deformation on the foaming behavior of « FORMGRIP » precursor material », *Advanced Engineering Materials* 4 (#10) (2002), pp. 749 – 752.
- [GAR2005] F. Garcia-Moreno, N. Babcsan, J. Banhart, « The role of the gas pressure on the foaming of metals following the PM-route », *Proceedings of the 4th International Conference on Porous metals and foaming technology (MetFoam 2005)*, Kyoto, 2005, eds. H. Nakajima, N. Kanetake, pp. 129 – 132.
- [GEI1972] G. Geirnaert, « Céramiques – métaux liquides. Compatibilités et angles de mouillages », *Bulletin de la Société Française de Céramique*, D77 (1972).
- [GER2000] V. Gergely, H.P. Degischer, T.W. Clyne, « Recycling of MMCs and production of metallic foams », in *Comprehensive Composite Materials*, Vol. 3: Metal Matrix Composites, Elsevier (2000), pp. 797-820.
- [GER2001a] V. Gergely, R.L. Jones, T.W. Clyne, « The effect of capillarity-driven melt flow and size of particles in cell faces on metal foam structure evolution », *Transactions of the JWRI* 30 (2001), pp. 371 – 376.
- [GER2001b] V. Gergely, D.C. Curran, T.W. Clyne, « Drainage of metallic foams : modelling and experimental observations », *Proceedings of the 2nd international Conference on Cellular Metals and Metal Foaming Technology (Metfoam 2001)*, Bremen, 2001, eds J. Banhart, M.F. Ashby, N.A. Fleck, pp. 105 – 110.
- [GER2002] V. Gergely, D.C. Curran, T.W. Clyne, « Advances in the melt route production of closed cell aluminium foams using gas-generating agents », *Proceedings of the Global Symposium on Materials Processing & Manufacturing, Processing and Properties of Lightweight Cellular Metals & Structures*, Seattle, 2002, eds. A.K. Ghosh, T.H. Sanders Jr, T.D. Claar, pp. 97 – 108.

[GER2003] V. Gergely, D.C. Curran, T.W. Clyne, « The FOAMCARP process: foaming of aluminium MMCs by the chalk-aluminium reaction in precursors », *Composites Science and Technology*, 63 (2003), pp. 2301–2310.

[GER2004] V. Gergely, T.W. Clyne, « Drainage in standing liquid metal foams : modelling and experimental observations », *Acta Materialia*, 52 (2004), pp. 3047 – 3058.

[GHO1975] S.C. Ghorpade, R.W. Heine, C.R. Loper Jr, « Oxygen probe measurements in cast irons », *Transactions AFS 1975*, paper 75-105, pp. 193 – 198.

[GHO2001] *Secondary Steelmaking : Principles and Applications*, A. Ghosh, CRC Press, 2001.

[GIB1997] *Cellular Solids – Structure and Properties* (2nd edition), L.J. Gibson, M.F. Ashby, Cambridge University Press, 1997.

[GON2005] L. Gong, S. Kyriakides, N. Triantafyllidis, « On the stability of Kelvin cell foams under compressive loads », *Journal of Mechanics and Physics of solids*, 53 (2005), pp. 771 – 794.

[GRO1999] F. Grote, P. Busse, « Ein neues gießtechnisches Herstellungsverfahren für offenporige Metallschwämme », *Giesserei* 86 (#10-12) (1999), pp. 75 – 78. Traduit partiellement par C. Colliard (CTIF).

[HAI2006] A. Haibel, A. Rack, J. Banhart, « Why are metal foams stable ? », *Applied Physics Letters* 89 (#15) (2006), pp. 1 – 3.

[HAN1998] F. Han, Z. Zhu, J. Gao, « Compressive deformation and energy absorbing characteristic of foamed metal », *Metallurgical and Materials Transactions*, 29A (#10) (1998), pp. 2497 – 2502.

[HAN2005] S. Hanini, R. Derriche, N. Boucherit, « Nouveau modèle de perte de charge dans un milieu poreux », *Compte-rendus du 10^{ème} congrès de la Société Française de Génie des Procédés, Récents progrès en Génie des Procédés*, 92-2005, Lavoisier, 2005, 7 pages.

[HLU2006] D. Hlushkou, U. Tallarek, « Transition from creeping via viscous-inertial to turbulent flow in fixed beds », *Journal of Chromatography A* 1126 (2006), pp. 70 -85.

[HUR2003] B.-Y. Hur, X. Zhu, « Flow Modeling in Negative-Pressure Infiltration Casting Process of aluminium Open-Cell Fabrication », *Materials Science Forum*, 439 (2003), pp. 200-204.

[HYU2002] S.-K. Hyun, H. Nakajima, « Fabrication of lotus-structured porous iron by unidirectional solidification under nitrogen gas », *Advanced Engineering Materials*, 4 (#10) (2002), pp. 741 – 744.

[IDE1979] *Mémento des pertes de charge* (2^{nde} édition), I.E. Idel'cik, Ed. Eyrolles (1979).

- [IKE2005] T. Ikeda, T. Aoki, H. Nakajima, « Fabrication of lotus-type porous stainless steel by continuous zone melting technique and mechanical property », *Metallurgical and Materials Transactions*, 36A (#1) (2005), pp. 77 – 86.
- [INCO2008] « Incofoam for batteries, fuel cells, catalysts and filters », fiche produit fournie par le fabricant Inco Special Products (http://www.incosp.com/pdf/sp_incoFoam_en.pdf) (2008).
- [IP1999] S.W. Ip, Y. Wang, J.M. Toguri, « Aluminium foam stabilization by solid particles », *Canadian Metallurgical Quarterly*, 38 (#1) (1999), pp. 81 – 92.
- [KAP2004] G. Kaptay, « Interfacial criteria for stabilization of liquid foams by solid particles », *Colloids and Surfaces*, A230 (2004), pp. 67 – 80.
- [KNO2004] W. Knott, S. Padovan, « Tego Magnan[®] - The blowing agent from Degussa for the innovative Combal[®] light metal foam », présentation de produit faite lors de la journée « Degussa for automotive Innovation Day 2004 », Hanau-Wolfgang, 23 Juin 2004.
- [KOB2002] M. Kobashi, N. Kanetake, « Processing of intermetallic foam by combustion reaction », *Advanced Engineering Materials*, 4 (#10) (2002), pp. 745 – 747.
- [KOE1998] S.A. Koehler, H.A. Stone, M.P. Brenner, J. Eggers, « Dynamics of foam drainage », *Physical Review*, E58 (#2) (1998), pp. 2097 – 2106.
- [KOM1999] V. Komiwes, P. Mège, Y. Meimon, H.J. Herrmann, « Sur le volume élémentaire représentatif de la loi de perte de charge d'Ergun », *Oil & Gas Science and Technology – Revue IFP*, 54 (#5) (1999), pp. 577 – 585.
- [KOR2000] C. Körner, R.F. Singer, « Processing of metal foams – challenges and opportunities », *Advanced Engineering Materials*, 2 (#4) (2000), pp. 159 – 165.
- [KOR2004] C. Körner, M. Hirschmann, V. Bräutigam, R.F. Singer, « Endogenous particle stabilization during magnesium integral foam production », *Advanced Engineering Materials*, 6 (#6) (2004), pp. 385 – 390.
- [KOR2005] C. Körner, M. Arnold, R.F. Singer, « Metal foam stabilization by oxide network particles », *Materials Science and Engineering*, A396 (2005), pp. 28 - 40.
- [KOR2008] C. Körner, « Foam formation mechanisms in particle suspensions applied to metal foams » ; *Materials Science and Engineering*, Axxx (2008), in press.
- [KRE2004] K. Kremer, A. Liszkiewicz, J. Adkins, « Development of steel foam materials and structures », *Technology Roadmap Program 9913, Final Report (07/2004)*, http://www.eere.energy.gov/industry/steel/pdfs/report_trp_9913.pdf.
- [KRI2007] B.V. Krishna, S. Bose, A. Bandyopadhyay, « Strength of open-cell 6101 aluminium foams under free and constrained compression », *Materials Science and Engineering*, A 452 – 453 (2007), pp. 178 – 188.

- [KUC1966] H.A. Kuchek, « Method of making porous metallic article », US Patent n° 3,236,706 (Issue date : 22nd February 1966).
- [KUJ2006] T. Kujime, S.-K. Hyun, H. Nakajima, « Fabrication of lotus-type porous carbon steel by the continuous zone melting method and its mechanical properties », *Metallurgical and Materials Transactions*, 37A (#6) (2006), pp. 393 - 398.
- [KWO2003] Y.W. Kwon, R.E. Cooke, C. Park, « Representative unit-cell models for open-cell metal foams with or without elastic filler », *Materials Science and Engineering*, A343 (2003), pp. 63 – 70.
- [LEH2003] D. Lehmuhs, J. Banhart, « Properties of heat-treated aluminium foams », *Materials Science and Engineering*, A349 (2003), pp. 98 – 110.
- [LEI2002] D. Leitlmeier, H.P. Degischer, H.J. Flankl, « Development of a foaming process for particulate reinforced aluminium melts », *Advanced Engineering Materials* 4 (#10) (2002), pp. 735 – 740.
- [LEM1996] *Mécanique des matériaux solides* (2^{nde} édition), J. Lemaître, J.-L. Chaboche, Dunod, 1996.
- [LES1989] G. Lesoult, « Solidification – Macrostructure et qualité des produits », *Les Techniques de l'Ingénieur*, M59 (1989).
- [LEV2003] L. C. Levy, « Experimental and theoretical modeling of DNAPL transport in fractured vertical media », thesis submitted at the Massachusetts Institute of Technology, February 2003.
- [LID1994] *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, D.R. Lide (editor-in-chief), CRC Press, 1994.
- [LUC1984a] L.-D. Lucas, « Densité des principaux métaux et métalloïdes », *Les Techniques de l'Ingénieur*, M65 (1984).
- [LUC1984b] L.-D. Lucas, « Données physico-chimiques des principaux métaux et métalloïdes : viscosité », *Les Techniques de l'Ingénieur*, M66 (1984).
- [MA1999] L. Ma, Z. Song, D. He, « Cellular structure controllable aluminium foams produced by high pressure infiltration process », *Scripta Materialia*, 41 (#7) (1999), pp. 785 – 789.
- [MAR1988] G.P. Martins, D.L. Olson, G.R. Edwards, « Modeling of infiltration kinetics for liquid metal processing composites », *Metallurgical Transactions*, 19B (1988), pp. 95 – 101.
- [MAX1990] P.B. Maxwell, G.P. Martins, D.L. Olson, G.R. Edwards, « The infiltration of aluminium into silicon carbide compacts », *Metallurgical Transactions*, 21B, pp. 475 – 485.
- [MIC2001] V. Michaud, A. Mortensen, « Infiltration processing of fibre reinforced composites : governing phenomena », *Composites : Part A*, 32 (2001), pp. 981 – 996.

- [MIL2004] K.C. Mills, Y. Su, Z. Li, R.F. Brooks, « Equations for calculation of the thermo-physical properties of stainless steel », ISIJ International, vol. 44 (#10) (2004), pp. 1661 – 1668.
- [MIL2007] N.J. Mills, « The high strain mechanical response of the wet Kelvin model for open-cell foams », International Journal of Solids and Structures, 44 (2007), pp. 51 – 65.
- [MIY2000] T. Miyoshi, M. Itoh, S. Akiyama, A. Kitahara, « Alporas aluminium foams : production process, properties and applications », Advanced Engineering Materials 2 (#4) (2000), pp. 179 – 183.
- [MOR1989] A. Mortensen, L.J. Masur, J.A. Cornie, M.C. Flemings, « Infiltration of fibrous preforms by a pure metal : Part I. Theory », Metallurgical Transactions, 20A (1989), pp. 2535 - 2547.
- [MOT1998] M. Mota, J.A. Teixeira, A. Yelshin, « Tortuosity in bioseparations and its application to food processes », Proceedins of the 2nd European Symposium on Biochemical Engineering Science, Porto, 1998, eds. S. Feyo de Azevedo, E.C. Ferreira, K. Luyben, P. Osseweijer, pp. 93 – 98.
- [MOU2005] H. Moualla, K. Eigenfeld, D. Girlich, « Offenporige stahlschäume-herstellung und eigenschaftenh. auf dem weg zur entwicklung neuer werkstoffe », Giesserei, 92 (#6) (2005), pp. 30-37. Traduit par C. Colliard (CTIF).
- [MUU1984] B. van Muu, H.-W. Fenzke, G. Neuhof, « Benetzbarkeit von feuerfestmaterialien durch eisenschmelzen », Neue Hütte, 29 (#4) (1984), pp. 128 – 130.
- [NAK2004] H. Nakajima, T. Ikeda, S.-K. Hyun, « Fabrication of lotus-type porous metals and their physical properties », Advanced Engineering Materials 6 (#6) (2004), pp. 377 – 384.
- [NIE1959] J.E. Niese, M.C. Flemings, H.F. Taylor, « Application of theory in understanding fluidity of metals », Transactions AFS 1959, paper 59-99, pp. 685 – 697.
- [NIE2000] T.G. Nieh, K. Higashi, J. Wadsworth, « Effect of cell morphology on the compressive properties of open-cell aluminium foams », Materials Science and Engineering, A283 (2000), pp. 105 – 110.
- [OLU2000] O.B. Olurin, N.A. Fleck, M.F. Ashby, « Deformation and fracture of aluminium foams », Materials Sciences and Engineering, A291 (2000), pp. 136 – 146.
- [PAR2000] C. Park, S.R. Nutt, « PM synthesis and properties of steel foams », Materials Science and Engineering, A288 (2000), pp. 111 – 118.
- [PAU2000] A. Paul, U. Ramamurty, « Strain rate sensivity of a closed-cell aluminium foam », Materials Science and Engineering, A281 (2000), pp. 1 – 7.
- [PER2003] P. Perrot, J. Foct, « Gaz autres que l'hydrogène dans le fer et les aciers », Les Techniques de l'Ingénieur, M4275 (2003).

[RAG1956] D.V. Ragone, C.M. Adams, H.F. Taylor, « Some factors affecting fluidity of metals », Transactions AFS 1956, paper 56-182, pp. 640 – 652.

[RAI1995] K. Raiber, P. Hammerschmid, D. Janke, « Experimental study on Al₂O₃ inclusion removal from steel melts using ceramic filters », ISIJ International, 35 (#4) (1995), pp. 380 – 388.

[RAM1965] L. Ramqvist, « Wetting of metallic carbides by liquid copper, nickel and iron », International Journal of Powder Metallurgy, 1 (# 4) (1965), pp. 2 – 21.

[RUA2007] D. Ruan, G. Lu, L.S. Ong, B. Wang, « Triaxial compression of aluminium foams », Composite Science and Technology, 67 (2007), pp. 1218 – 1234.

[SAN2001] C. San Marchi, A. Mortensen, « Deformation of open-cell aluminium foam », Acta Materialia, 49 (2001), pp. 3959 – 3969.

[SAV1997] L. Savov, H.-P. Heller, D. Janke, « Wettability of solids by molten metals and alloys », Metallwissenschaft und Technik, 51 (#9) (1997), pp. 475 – 485.

[SCH2004] P. Schäffler, W. Rajner, « Process stability in serial production of aluminium foam panels and 3D parts », Advanced Engineering Materials 6 (#6) (2004), pp. 452 – 453.

[SCI1971] G. Sciana, M. Jeancolas, « Temps de solidification de pièces élémentaires coulées en sable – Coefficients de forme et calcul pratique des masselottes », Fonderie 303 (1971), pp. 239 – 250.

[SEE2004] H.-W. Seeliger, « Aluminium foam sandwich (AFS) ready for market introduction », Advanced Engineering Materials 6 (#6) (2004), pp. 448 – 451.

[SHA1993], V. Shapovalov, « Method for manufacturing porous articles », US Patent n° 5,181,549 (Issue date : 26th January 1993).

[SHA2004] V. Shapovalov, L. Boyko, « Gasar – a new class of porous materials », Advanced Engineering Materials 6 (#6) (2004), pp. 407 – 410.

[SHO2003] R.E. Showman, R.C. Aufderheide, « A process for thin-wall sand casting », Transactions AFS 2003, Paper 03-145, pp. 567 – 578.

[SHO2004] R.E. Showman, R.C. Aufderheide, « Getting to the core of thin-walled castings », Modern Casting 94 (#4) (2004), pp. 32 – 34.

[SIM2000] F. Simančík, W. Rajner, R. Laag, « Alulight – Aluminium foam for lightweight construction », SAE Technical Paper Series 2000-01-0337, SAE 2000 World Congress, Detroit, 2000, pp. 31 – 38.

[SLA1995] *Slag Atlas* (2nd edition), Verein Deutscher Eisenhüttenleute, Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf, (1995).

[SOS1948] B. Sosnick, « Process for making foamlike mass of metal », US Patent n° 2,434,775 (Issue date : 20th January 1948).

- [STA2003] M. Stange, M.E. Dreyer, H.J. Rath, « Capillary driven flow in circular cylindrical tubes », *Physics of Fluids*, 15 (#9) (2003), pp. 2587 – 2601.
- [STE2001] D.M. Stefanescu, M.D. Owens, A.M. Lane, T.S. Piwonka, K.D. Hayes, J.O. Barlow, « Penetration of liquid steel in sand molds, part I: Physics and chemistry of penetration and mathematical modeling – metal side », *Transactions AFS 2001*, paper 01-058, pp. 1347 – 1363.
- [TAR1972] Y.N. Taran, L.I. Ivanov, L.D. Moshkevich, « Morphology of the eutectic in the Fe-W-C alloys », *Metal Science and Heat Treatment*, 14 (#1) (1972), pp. 3 – 6.
- [VOI2002] R.C. Voigt, « Fillability of thin-wall steel castings », work supported by the US Energy Department of Energy under award n° DE-FC07-99ID13580, July 2002.
- [VOL1963] N. Volianik, « L'azote dans les fontes », *Fonderie* 207 (1963), pp. 183 – 191.
- [WAD2002] H.N.G. Wadley, « Cellular metals manufacturing », *Advanced Engineering Materials*, 4 (#10) (2002), pp. 726 – 733.
- [WAN1995] W.-E. Wang, D.R. Olander, « Thermodynamics of the Zr-H system », *Journal of the American Ceramic Society* 78 (#12) (1995), pp. 3323 – 3328.
- [WAT1991] *Elsevier Materials Selector*, vol. 2, N.A. Waterman, M.F. Ashby, Elsevier Applied Science, 1991.
- [WEI1999] *The Physics of Foams*, D. Weaire, S. Hutzler Oxford University Press, 1999 (réédition de 2005).
- [WIE2008] H. Wiehler, C. Körner, R.F. Singer, « High Pressure integral foam moulding of aluminium – Process technology », *Advanced Engineering Materials*, 10 (#3) (2008), pp. 171 – 178.
- [XIA1992] Z. Xia, Y. Zhou, Z. Mao, B. Shang, « Fabrication of fiber reinforced metal-matrix composites by variables pressure infiltration », *Metallurgical Transactions*, 23B (1992), pp. 295 – 302.
- [YOU2004] S.W. Youn, C.G. Kang, « Fabrication of foamable precursors by powder compression and induction heating process », *Metallurgical and Materials Transactions*, 35B (#4) (2004), pp. 769 – 776.
- [ZEP2003] F. von Zeppelin, M. Hirscher, H. Stanzick, J. Banhart, « Desorption of hydrogen from blowing agents used for foaming metals », *Composite Science and Technology* 63 (2003), pp. 2293 – 2300.
- [ZHM2000] B.V. Zhmud, F. Tiberg, K. Hallstenson, « Dynamics of capillary rise », *Journal of Colloid and Interface Science*, 228 (2000), pp. 263 – 269.
- [ZHO1994] X.B. Zhou, J.T.M. De Hosson, « Metal-ceramic interfaces in laser coated aluminium alloys », *Acta Metallurgica et Materialia* 42 (#4) (1994), pp. 1155 – 1162.

[ZHO2002] J. Zhou, S. Allameh, B.D. Leyda, W.O. Soboyejo, « An investigation of the effects of heat-treatment on the strength of open-cell Al foams », Proceedings of the TMS 2002 Fall meeting, Mechanisms and Mechanics of Fracture : The John Knott Symposium, Columbus, 2002, pp. 199 – 205.

[ZHO2004] J. Zhou, P. Shrotriya, W.O. Soboyejo, « Mechanisms and mechanics of compressive deformation in open-cell Al foams », Mechanics of Materials, 36 (2004), pp. 781 – 797.

[ZHU1997] H.X. Zhu, J.F. Knott, N.J. Mills, « Analysis of the elastic properties of open-cell foams with tetrakaidecahedral cells », Journal of the Mechanics and Physics of Solids 45 (#3) (1997), pp. 319 – 343.

[ZWI1998] M. Zwissler, « Verfahren zur Herstellung metallischer Schwämme », Brevet allemand DE 197 25 210 (Publication le 11 mai 1998), traduit par C. Colliard (CTIF).

Annexes

Annexe 1 : Equation du drainage dans les mousses

Cette annexe détaille l'établissement de l'équation de drainage dans les mousses lorsque celui-ci intervient uniquement au niveau des bords de Plateau. Elle a été construite à partir des approches développées dans [WEI1999], [COX2001], [GER2001a], [GER2001b], [GER2004] et [KOE1998]. Il est fait l'hypothèse que la totalité du liquide est située au niveau des bords de Plateau et que la pression de gaz est identique dans les cellules entourant un même bord de Plateau.

Géométrie d'un bord de Plateau en tenant compte des hypothèses faites

La loi de Laplace établit une relation entre la pression dans les cellules de gaz entourant un bord de Plateau et le liquide s'y trouvant. En faisant l'hypothèse que la pression au sein de ces cellules est identique, elle s'écrit :

$$P_{BP} = P_{gaz} - \frac{\gamma}{r_{PB}} \quad (A1.1)$$

La Figure A-1 rappelle la géométrie d'un bord de Plateau, vu en coupe, lorsque l'hypothèse de pressions identiques au sein des cellules de gaz l'entourant est faite.

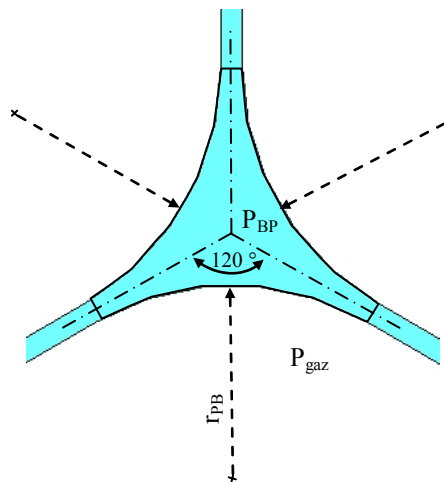


Figure A-1 - Géométrie d'un bord de Plateau (vue de coupe) lorsque toutes les cellules ont des pressions de gaz identiques.

Par ailleurs, l'hypothèse d'un liquide situé uniquement au niveau des bords de Plateau équivaut à considérer que les films de liquide sont infiniment minces. La géométrie du bord de Plateau est alors simplifiée, comme le montre la Figure A-2. Ceci permet de relier simplement l'aire de la section transversale du bord de Plateau au rayon de raccord entre films :

$$A_{BP} = \delta \cdot r_{BP}^2 \quad \text{avec} \quad \delta = \sqrt{3} - \frac{\pi}{2} \quad (A1.2)$$

où A_{PB} est l'aire de la section transversale du bord de Plateau.

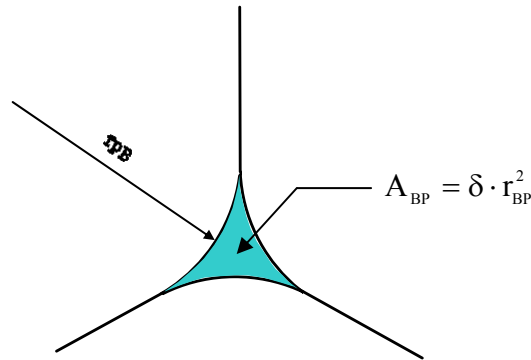


Figure A-2 - Vue de coupe d'un bord de Plateau lorsque l'épaisseur des films de liquide est nulle.

Forces s'exerçant sur le liquide à l'intérieur d'un bord de Plateau

La Figure A-3 représente un bord de Plateau de longueur ds qui est orienté selon un angle θ avec l'axe vertical z orienté vers le bas. L'abscisse curviligne le long de ce bord de Plateau est notée s . La coupe de ce bord de Plateau est celle de la Figure A-2. Etudions les forces volumiques s'exerçant sur le liquide constituant ce bord de Plateau.

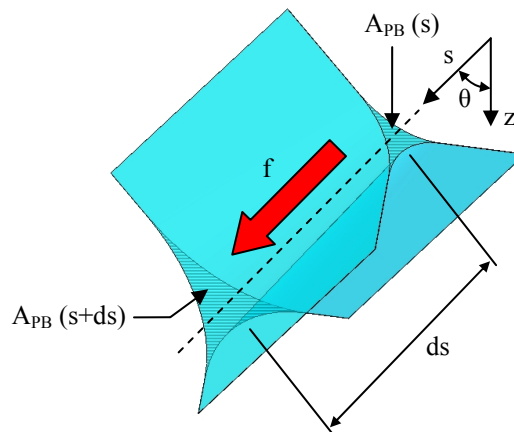


Figure A-3 - Élément de bord de Plateau de longueur ds , faisant un angle θ avec la verticale, soumis à une force volumique f .

L'équation (A1.1) relie la pression de liquide dans les bords de Plateau au rayon de raccord entre les films. Si ce rayon varie le long du bord de Plateau (suivant la direction s), il apparaît une différence de pression entre deux points distants de la longueur ds . Celle-ci est à l'origine d'une force volumique f_γ , dite de capillarité, donnée par :

$$\vec{f}_\gamma = -\frac{\partial P_{BP}}{\partial s} \vec{s} = \gamma \cdot \frac{\partial}{\partial s} \left[\frac{1}{r_{BP}} \right] \vec{s} \quad (A1.3)$$

Par ailleurs, la gravité exerce une force volumique f_p sur le même élément ds . Si le bord de Plateau fait un angle θ avec la verticale (orientée vers le bas), cette force est exprimée par :

$$\vec{f}_p = \rho \cdot g \cdot \cos \theta \vec{s} \quad (A1.4)$$

En définitive, le fluide est soumis à une force volumique totale f , résultante des forces de capillarité f_γ et de gravité f_ρ . En exprimant les relations en fonction de la position z suivant l'axe vertical orienté vers le bas, cette force est donnée par :

$$\vec{f} = \cos \theta \cdot \left(\rho \cdot g + \gamma \cdot \frac{\partial}{\partial z} \left[\frac{1}{r_{BP}} \right] \right) \vec{s} \quad (A1.5)$$

En tenant compte de (A1.2) et en projetant sur \vec{s} , l'expression (A1.5) devient :

$$f = \cos \theta \cdot \left(\rho \cdot g - \frac{\gamma \cdot \sqrt{\delta}}{2 \cdot A_{BP}^{\frac{3}{2}}} \cdot \frac{\partial A_{BP}}{\partial z} \right) \quad (A1.6)$$

Vitesse d'écoulement du fluide dans les bords de Plateau

Le drainage est un processus relativement lent, si bien que les effets inertiels peuvent être négligés. De plus, il peut être raisonnablement fait l'hypothèse que le liquide est immobile sur le contour des bords de Plateau de par la présence de particules ([GER2004]) qui en modifient la viscosité apparente (qui tend vers l'infini). De ce fait, le mouvement du fluide est assimilable à un écoulement de Poiseuille dont la vitesse d'écoulement v_1 est donnée par :

$$v_1 = \frac{A_{BP}}{k \cdot \mu} \cdot f \quad (A1.7)$$

où μ est la viscosité du fluide,

k est le facteur lié à la géométrie de la section du canal dans lequel a lieu l'écoulement. Pour un bord de Plateau, $k = 49$ ([WEI1999]).

Equation du drainage

D'autre part, la conservation de la masse appliquée au niveau d'un bord de Plateau donne :

$$\frac{\partial A_{BP}}{\partial t} + \cos \theta \cdot \frac{\partial}{\partial z} [A_{BP} \cdot v_1] = q_f \quad (A1.8)$$

où q_f est le débit de fluide lié au drainage se produisant entre les films et les bords de Plateau. D'après les hypothèses formulées, $q_f = 0$.

La combinaison des équations (A1.6), (A1.7) et (A1.8) permet d'obtenir l'équation du drainage se produisant dans un bord de Plateau incliné d'un angle θ par rapport à l'axe vertical. Celle-ci décrit l'évolution de l'aire de sa section transversale :

$$\frac{\partial A_{BP}}{\partial t} + \frac{\cos^2 \theta}{49 \cdot \mu} \cdot \frac{\partial}{\partial z} \left[A_{BP}^2 \cdot \left(\rho \cdot g - \frac{\gamma \cdot \sqrt{\delta}}{2 \cdot A_{BP}^{\frac{3}{2}}} \cdot \frac{\partial A_{BP}}{\partial z} \right) \right] = 0 \quad (A1.9)$$

La structure stochastique des mousses implique que les bords de Plateau sont orientés dans toutes les directions de l'espace. En notant que la moyenne dans l'espace de $\cos^2 \theta$

vaut 1/3, l'évolution de la taille moyenne des bords de Plateau est régie par l'équation dite de drainage :

$$\frac{\partial A_{BP}}{\partial t} + \frac{1}{147 \cdot \mu} \cdot \frac{\partial}{\partial z} \left[\rho \cdot g \cdot A_{BP}^2 - \frac{\gamma \cdot \sqrt{\delta}}{2} \cdot \sqrt{A_{BP}} \cdot \frac{\partial A_{BP}}{\partial z} \right] = 0 \quad (A1.10)$$

L'adimensionnement de l'équation (A1.10) fait apparaître des valeurs caractéristiques de temps (t_0) et de hauteur verticale (z_0). Celles-ci sont :

$$t_0 = \frac{147 \cdot \mu}{\left(\sqrt{3} - \frac{\pi}{2} \right) \cdot \sqrt{\gamma \cdot \rho \cdot g}} \quad (A1.11)$$

$$z_0 = \left(\sqrt{3} - \frac{\pi}{2} \right) \cdot \sqrt{\frac{\gamma}{\rho \cdot g}} \quad (A1.12)$$

Enfin, notons que si la mousse est monodispersée ordonnée, l'équation (A1.10) rend directement compte de l'évolution de sa densité apparente ρ^* . En effet, dans ce cas, A_{BP} et ρ^* sont proportionnelles ([KOE1998], [GER2004], [COX2001]). Dans les autres cas, des considérations géométriques statistiques suffisent pour exprimer ρ^* en fonction de A_{BP} ([KOE1998], [COX2001]). Ceci implique que t_0 et z_0 sont aussi des temps et hauteurs caractéristiques de l'évolution de la densité apparente dans une mousse.

Annexe 2 : Expression du travail des efforts intérieurs et démonstration du théorème de l'énergie cinétique pour un solide déformable

Dans cette annexe, nous reprenons la démonstration du théorème de l'énergie cinétique afin de justifier les formules employées pour établir les expressions de l'annexe 3. Cette démonstration est proposée en termes d'énergie et non de puissance comme il est généralement rencontré.

Soit un solide déformable quelconque Ω sur lequel s'exercent des forces extérieures. Dans un premier temps, nous allons établir l'expression du travail fourni par ce solide lors de sa déformation (travail des efforts intérieurs). Ensuite nous démontrerons le théorème de l'énergie cinétique qui relie cette quantité au travail des efforts intérieurs et des forces s'appliquant sur le solide. Sauf mention contraire, tous les calculs utilisent implicitement une description eulérienne.

Expression du travail des forces intérieures.

Partons du principe fondamental de la dynamique. Celui-ci relie la variation de la quantité de mouvement de la matière aux forces s'exerçant sur elle. Pour un petit élément de volume $d\Omega$, il s'écrit :

$$\frac{D(\rho\vec{v})}{Dt} d\Omega = \overrightarrow{\text{div}}(\overline{\overline{\sigma}}) d\Omega + \vec{f} d\Omega \quad (\text{A2.1})$$

où $\frac{D}{Dt}$ est la dérivée particulière ($\forall \vec{a}, \frac{D\vec{a}}{Dt} = \frac{\partial \vec{a}}{\partial t} + \overline{\overline{\text{grad}}}(\vec{a}) \cdot \vec{v}$),

\vec{a} indique que a est un vecteur,

$\overline{\overline{a}}$ indique que a est un tenseur d'ordre 2,

ρ est la densité du matériau dans $d\Omega$,

\vec{v} est la vitesse de $d\Omega$,

$\overline{\overline{\sigma}}$ est le tenseur des contraintes s'exerçant sur $d\Omega$,

\vec{f} est la force volumique agissant sur $d\Omega$.

Notons $\delta\vec{u}$ le déplacement élémentaire de $d\Omega$ entre les instants t et $t + dt$, très proches l'un de l'autre. Faisons le produit scalaire (\bullet) de $\delta\vec{u}$ avec chacun des membres de l'expression de (A2.1), et intégrons l'expression sur l'ensemble du solide Ω . Il est alors obtenu :

$$\int_{\Omega} \frac{D(\rho\vec{v})}{Dt} \bullet \delta\vec{u} d\Omega = \int_{\Omega} \overrightarrow{\text{div}}(\overline{\overline{\sigma}}) \bullet \delta\vec{u} d\Omega + \int_{\Omega} \vec{f} \bullet \delta\vec{u} d\Omega \quad (\text{A2.2})$$

Considérons maintenant le premier principe de la thermodynamique (conservation de l'énergie), appliqué à l'ensemble du solide Ω , entre les mêmes instants t et $t + dt$. Ce principe

relie l'évolution de l'énergie totale (interne et cinétique) de Ω au travail des forces extérieures et à l'apport calorifique qu'il reçoit. Il s'écrit :

$$dU_{\text{Int}} + \delta K = \delta\Phi_{\text{Ext}} + \delta Q \quad (\text{A2.3})$$

- où dU_{Int} est la variation de l'énergie interne de Ω entre t et $t + dt$,
 δK est la variation de l'énergie cinétique de Ω entre t et $t + dt$ (δK n'est pas une différentielle, d'où la notation),
 $\delta\Phi_{\text{Ext}}$ est le travail élémentaire des forces extérieures sur Ω entre t et $t + dt$,
 δQ est la quantité de chaleur reçue par Ω .

Par définition, le travail élémentaire des forces extérieures appliquées à Ω est égal au travail des forces surfaciques plus celui des forces volumiques agissant sur Ω . Il s'écrit :

$$\delta\Phi_{\text{Ext}} = \int_{S_{\Omega}} \vec{T} \cdot \delta\vec{u} \, dS_{\Omega} + \int_{\Omega} \vec{f} \cdot \delta\vec{u} \, d\Omega \quad (\text{A2.4})$$

- où S_{Ω} est la surface du solide Ω ,
 \vec{T} est le vecteur contrainte sur l'élément de surface dS_{Ω} (effort surfacique s'exerçant sur dS_{Ω}),
 $\delta\vec{u}$ est le déplacement élémentaire de l'élément de surface dS_{Ω} ou de l'élément de volume $d\Omega$ entre les instants t et $t + dt$,
 \vec{f} est la force volumique agissant sur $d\Omega$.

Par définition, nous avons aussi :

$$\vec{T} = \overset{\equiv}{\sigma} \cdot \vec{n}_{s\Omega} \quad (\text{A2.5})$$

- où $\vec{n}_{s\Omega}$ est le vecteur normal à l'élément de surface dS_{Ω} ,
 \cdot est le produit matriciel.

A partir de (A2.5) et en tenant compte de la symétrie du tenseur $\overset{\equiv}{\sigma}$, il peut être écrit :

$$\int_{S_{\Omega}} \vec{T} \cdot \delta\vec{u} \, dS_{\Omega} = \int_{S_{\Omega}} \overset{\equiv}{\sigma} \cdot \vec{n}_{s\Omega} \cdot \delta\vec{u} \, dS_{\Omega} = \int_{S_{\Omega}} \overset{\equiv}{\sigma} \cdot \delta\vec{u} \cdot \vec{n}_{s\Omega} \, dS_{\Omega} \quad (\text{A2.6})$$

En appliquant le théorème de la divergence ($\nabla \cdot \vec{v}$, $\int_{S_{\Omega}} \vec{v} \cdot \vec{n}_{s\Omega} \, dS_{\Omega} = \int_{\Omega} \text{div}(\vec{v}) \, d\Omega$) au terme de droite de (A2.6), il est finalement obtenu que :

$$\int_{S_{\Omega}} \vec{T} \cdot \delta\vec{u} \, dS_{\Omega} = \int_{\Omega} \text{div}(\overset{\equiv}{\sigma} \cdot \delta\vec{u}) \, d\Omega \quad (\text{A2.7})$$

Or, en prenant en compte la symétrie de $\overset{\equiv}{\sigma}$, il peut être écrit :

$$\text{div}(\overset{\equiv}{\sigma} \cdot \delta\vec{u}) = \overrightarrow{\text{div}}(\overset{\equiv}{\sigma}) \cdot \delta\vec{u} + \overset{\equiv}{\sigma} : \overline{\text{grad}}(\delta\vec{u}) = \overrightarrow{\text{div}}(\overset{\equiv}{\sigma}) \cdot \delta\vec{u} + \overset{\equiv}{\sigma} : \left(\frac{1}{2} \overline{\text{grad}}(\delta\vec{u}) + \frac{1}{2} {}^{\text{T}} \overline{\text{grad}}(\delta\vec{u}) \right) \quad (\text{A2.8})$$

- où ":": est la double contraction de tenseurs d'ordre 2,
 ${}^{\text{T}}$ est la transposée du tenseur $\overset{\equiv}{a}$.

Il est alors reconnu l'expression du tenseur de déformation infinitésimale $\overline{\delta\varepsilon}$ engendré par le déplacement $\delta\bar{u}$. En effet, celui-ci est donné par :

$$\overline{\delta\varepsilon} = \frac{1}{2} \overline{\text{grad}(\delta\bar{u})} + \frac{1}{2} {}^T \overline{\text{grad}(\delta\bar{u})} \quad (\text{A2.9})$$

En reportant dans (A2.7) la décomposition de $\overline{\text{div}(\sigma \cdot \delta\bar{u})}$ donnée en (A2.9) et (A2.8), nous aboutissons à :

$$\int_{\partial\Omega} \vec{T} \bullet \delta\bar{u} \, dS_{\Omega} = \int_{\Omega} \overline{\text{div}(\sigma)} \, d\Omega \bullet \delta\bar{u} + \int_{\Omega} \overline{\sigma} : \overline{\delta\varepsilon} \, d\Omega \quad (\text{A2.10})$$

(A2.4) devient alors :

$$\delta\Phi_{\text{Ext}} = \int_{\Omega} \overline{\text{div}(\sigma)} \, d\Omega \bullet \delta\bar{u} + \int_{\Omega} \overline{\sigma} : \overline{\delta\varepsilon} \, d\Omega + \int_{\Omega} \vec{f} \bullet \delta\bar{u} \, d\Omega \quad (\text{A2.11})$$

et (A2.3) peut s'écrire :

$$dU_{\text{Int}} + \delta K = \int_{\Omega} \overline{\text{div}(\sigma)} \, d\Omega \bullet \delta\bar{u} + \int_{\Omega} \overline{\sigma} : \overline{\delta\varepsilon} \, d\Omega + \int_{\Omega} \vec{f} \bullet \delta\bar{u} \, d\Omega + \delta Q \quad (\text{A2.12})$$

Exprimons maintenant δK , la variation d'énergie cinétique de Ω entre les instants t et $t + dt$. Par définition, l'énergie cinétique K de Ω à l'instant t est :

$$K(t) = \int_{\Omega} \frac{1}{2} \rho v^2 \, d\Omega \quad (\text{A2.13})$$

et par conséquent :

$$\delta K = \frac{DK}{Dt} dt = \left[\frac{D \left(\int_{\Omega} \frac{1}{2} \rho v^2 \, d\Omega \right)}{Dt} \right] dt \quad (\text{A2.14})$$

En exprimant l'intégrale ci-dessus dans une description lagrangienne (ce qui permet d'invertir l'intégration spatiale et la dérivation temporelle puisque l'intégrale, exprimée en fonction de la configuration initiale, n'est plus dépendante du temps), en s'appuyant sur le principe de conservation de la masse ($\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho \vec{v}) = 0$) et en notant que $\delta\bar{u} = \vec{v} dt$, il peut être montré que (A2.14) s'écrit :

$$\delta K = \int_{\Omega} \frac{D(\rho \vec{v})}{Dt} \bullet \delta\bar{u} \, d\Omega \quad (\text{A2.15})$$

En injectant (A2.15) dans (A2.12), il est alors obtenu :

$$dU_{\text{Int}} + \int_{\Omega} \frac{D(\rho \vec{v})}{Dt} \bullet \delta\bar{u} \, d\Omega = \int_{\Omega} \overline{\text{div}(\sigma)} \, d\Omega \bullet \delta\bar{u} + \int_{\Omega} \overline{\sigma} : \overline{\delta\varepsilon} \, d\Omega + \int_{\Omega} \vec{f} \bullet \delta\bar{u} \, d\Omega + \delta Q \quad (\text{A2.16})$$

En soustrayant (A2.2) à (A2.16), nous obtenons le résultat notable :

$$dU_{\text{int}} = \int_{\Omega} \bar{\sigma} : \bar{\delta\varepsilon} d\Omega + \delta Q \quad (\text{A2.17})$$

Cette équation indique que l'énergie interne du matériau est liée pour une part à la déformation qu'il a subite et d'autre part à l'apport calorifique dont il a bénéficié. Surtout, elle montre que la part d'énergie interne liée à la déformation du matériau, appelée travail des efforts intérieurs ($\delta\Phi_{\text{int}}$), a l'expression suivante :

$$\delta\Phi_{\text{int}} = \int_{\Omega} \bar{\sigma} : \bar{\delta\varepsilon} d\Omega \quad (\text{A2.18})$$

Théorème de l'énergie cinétique.

En injectant (A2.17) dans (A2.3), nous obtenons :

$$\delta K = \delta\Phi_{\text{Ext}} - \int_{\Omega} \bar{\sigma} : \bar{\delta\varepsilon} d\Omega = \delta\Phi_{\text{Ext}} - \delta\Phi_{\text{Int}} \quad (\text{A2.19})$$

Cette expression peut aussi être exprimée de façon intégrale, lors d'une transformation entre deux états A et B :

$$\Delta K = \int_A^B (\delta\Phi_{\text{Ext}} - \delta\Phi_{\text{Int}}) dt = \Phi_{\text{Ext}} - \int_A^B \int_{\Omega} \bar{\sigma} : \bar{\delta\varepsilon} d\Omega = \Phi_{\text{Ext}} - \Phi_{\text{Int}} \quad (\text{A2.20})$$

(A2.19) et (A2.20) sont des expressions du théorème de l'énergie cinétique pour un solide déformable : la variation de l'énergie cinétique de ce solide est égale au travail des forces extérieures auxquelles il est soumis moins celui des efforts intérieurs qu'il fournit.

Annexe 3 : Expression de l'énergie cinétique absorbée lors d'un choc

Cette annexe est destinée à justifier les expressions employées pour établir les indices de performance en absorption d'énergie (§ II.2.2.2).

Considérons un organe de sécurité (OS) devant protéger des personnes ou des biens à l'intérieur d'un habitacle en mouvement, lors d'un choc. La masse totale de l'habitacle et des occupants est m . Pour assurer son objectif, l'organe de sécurité doit simultanément :

- limiter l'accélération à une valeur a_{\max} admissible par les occupants (biens ou personnes) que l'on veut protéger,
- dissiper l'énergie cinétique des éléments dont le mouvement a été brusquement stoppé.

Le problème est schématisé par la Figure A-4.

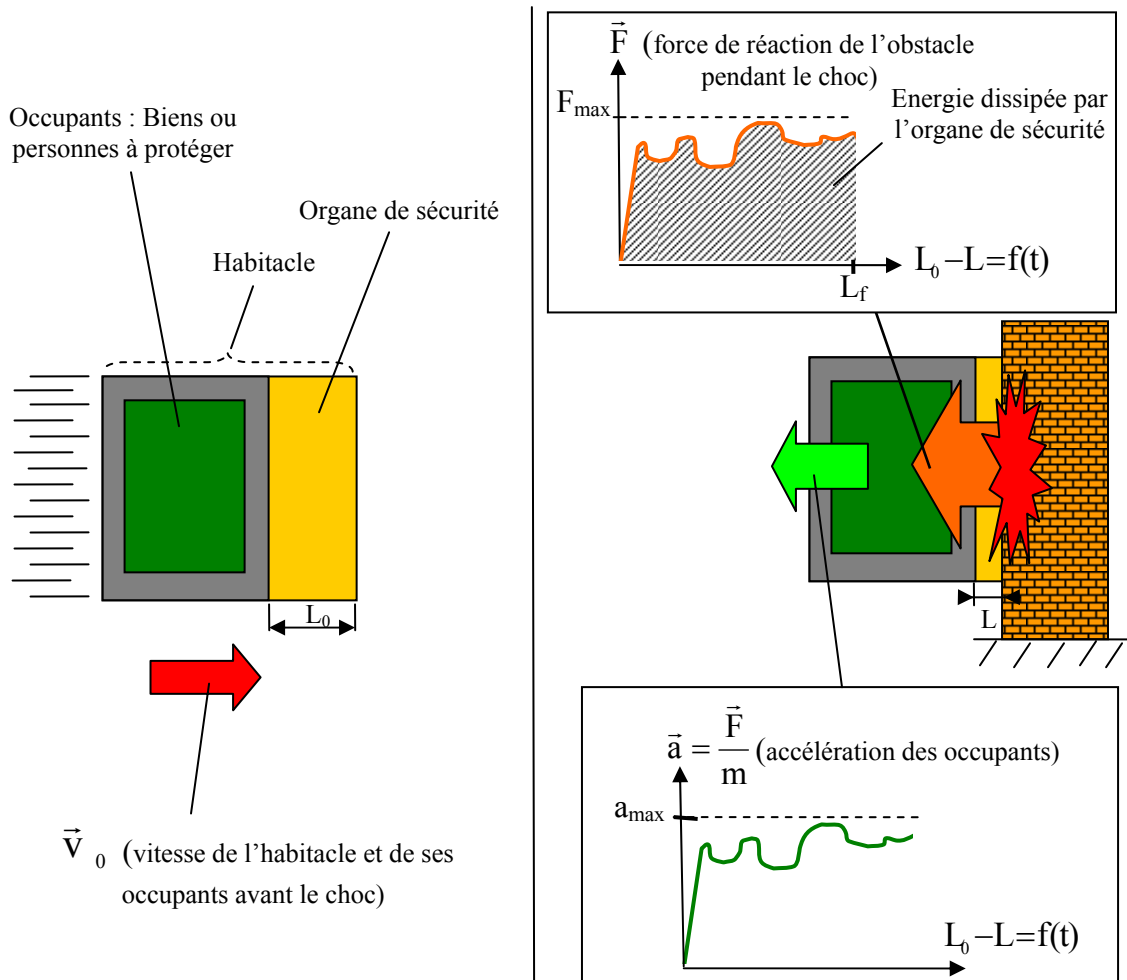


Figure A-4 – Comportement d'un habitacle muni d'un absorbeur d'énergie lors d'un choc.

Pour simplifier le problème, faisons l'hypothèse que seul l'organe de sécurité se déforme lors du choc (ce qui est souvent le cas sinon il ne remplirait pas correctement son rôle) et que les occupants sont solidaires de l'habitacle (ils ne peuvent pas s'y déplacer, comme dans le cas d'un objet dont l'emballage est ajusté ou de personnes attachées par une ceinture de sécurité). Enfin, supposons que la masse de l'organe de sécurité est suffisamment faible pour être négligée. Cette dernière hypothèse est valable lorsque la vitesse avant le choc

est inférieure à 100 km.h^{-1} (d'après [ASH2000], à partir des propriétés mesurées de la mousse d'acier). Cette vitesse correspond à l'essentiel des cas de choc dans les transports. Au-delà, il serait nécessaire de tenir compte de la propagation d'une onde de plasticité ([ASH2000]).

Expression de la force maximale admissible par les occupants

Isolons le système $\Omega = \{\text{habitacle (dont l'organe de sécurité) + occupants}\}$, schématisé sur la Figure A-5. Celui-ci n'est soumis qu'à une seule force extérieure, celle de réaction.

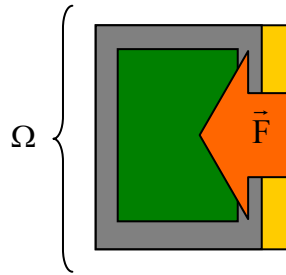


Figure A-5 - Bilan des forces sur le système Ω lors du choc.

Appliquons à Ω le principe fondamental de la dynamique. Celui-ci, sous sa forme globale, relie la variation de la quantité de mouvement contenue dans Ω avec la force de réaction \vec{F} . Il s'écrit :

$$\frac{D\left(\int_{\Omega} \rho \vec{v} \, d\Omega\right)}{Dt} = \vec{F} \quad (\text{A3.1})$$

où $\frac{D}{Dt}$ est la dérivée particulaire $\left(\forall \vec{u}, \frac{D\vec{u}}{Dt} = \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + \text{grad}(\vec{u}) \cdot \vec{v}\right)$,

ρ est la densité du matériau dans le volume infinitésimal $d\Omega$,

\vec{v} est la vitesse de chaque élément de volume $d\Omega$,

En prenant successivement en compte le fait que la masse de l'organe de sécurité (OS) est négligeable et que le système $\{\Omega\text{-OS}\} = \{\text{habitacle sans l'organe de sécurité} + \text{occupants}\}$ ne se déforme pas (donc que la vitesse \vec{v} y est uniforme), il peut être écrit :

$$\frac{D\left(\int_{\Omega} \rho \vec{v} \, d\Omega\right)}{Dt} = \frac{D\left(\int_{\Omega\text{-OS}} \rho \vec{v} \, d\Omega\right)}{Dt} = m \frac{d\vec{V}}{dt} = m\vec{a} \quad (\text{A3.2})$$

où \vec{V} est la vitesse (uniforme) de $\Omega\text{-OS}$,

\vec{a} est l'accélération (uniforme) subie par $\Omega\text{-OS}$ et en particulier par les occupants de l'habitacle.

Or, l'intensité de l'accélération \vec{a} doit être inférieure à une valeur a_{max} admissible par les occupants pour éviter tout risque de lésion ou de casse. A partir des expressions (A3.1) et (A3.2), il peut être déduit l'expression de la force de réaction maximale F_{max} . Celle-ci ne doit pas être dépassée au cours du choc. Elle est donnée par :

$$\boxed{F_{\text{max}} = m \cdot a_{\text{max}}} \quad (\text{A3.3})$$

Expression de l'énergie absorbée par l'organe de sécurité

Appliquons à Ω le théorème de l'énergie cinétique (cf. démonstration en annexe 2) entre l'instant juste avant le choc (t_1) et celui juste après (t_2). t_2 est le moment où la force de réaction devient nulle. Le théorème de l'énergie cinétique s'écrit alors :

$$\Delta K_{\Omega} = \Phi_{\text{Ext} \rightarrow \Omega} - \Phi_{\text{Int}, \Omega} \quad (\text{A3.4})$$

où ΔK_{Ω} est la variation d'énergie cinétique de Ω entre t_1 et t_2 .

$\Phi_{\text{Ext} \rightarrow \Omega}$ est le travail des forces extérieures sur Ω ,

$\Phi_{\text{Int}, \Omega}$ est le travail des forces intérieures (ou travail de déformation de Ω).

Le choc dissipe l'intégralité de l'énergie cinétique. Par conséquent :

$$\Delta K_{\Omega} = K_{\Omega}(t_2) - K_{\Omega}(t_1) = 0 - \frac{1}{2}mv^2 = -\frac{1}{2}mv^2 \quad (\text{A3.5})$$

D'autre part, Φ_{Ext} est nul car \vec{F} est fixe dans le référentiel du bâti (donc ne produit aucun travail) :

$$\Phi_{\text{Ext} \rightarrow \Omega} = 0 \quad (\text{A3.6})$$

En notant 1 l'état en déformation et en contrainte de Ω à l'instant t_1 et 2 son état à l'instant t_2 , Φ_{Int} s'exprime par (cf. annexe 2) :

$$\Phi_{\text{Int}, \Omega} = \int_1^2 \int_{\Omega} \bar{\sigma} : \delta \bar{\varepsilon} \, d\Omega \quad (\text{A3.7})$$

Or, seul l'organe de sécurité (OS) se déforme dans Ω ($\forall x \in \{\Omega - \text{OS}\}, \delta \bar{\varepsilon} = \bar{0}$). Il vient alors l'égalité :

$$\int_1^2 \int_{\Omega} \bar{\sigma} : \delta \bar{\varepsilon} \, d\Omega = \int_1^2 \int_{\text{OS}} \bar{\sigma} : \delta \bar{\varepsilon} \, d\Omega = \Phi_{\text{Int}, \text{OS}} \quad (\text{A3.8})$$

où Φ_{intOS} correspond au travail de déformation dans l'organe de sécurité lors du choc.

En reportant (A3.5), (A3.6) et (A3.8) dans (A3.4), on montre que l'énergie cinétique est absorbée par le travail de déformation de l'organe de sécurité :

$$\boxed{\frac{1}{2}mv^2 = \Phi_{\text{Int}, \text{OS}}} \quad (\text{A3.9})$$

Autre expression de l'énergie absorbée par l'organe de sécurité

Isolons désormais l'organe de sécurité (OS) seul. La Figure A-6 le schématise. Il est soumis à deux forces : celle de réaction de l'obstacle (\vec{F}) et celle de l'action du reste de l'habitable et de ses occupants (Ω -OS), de résultante globale \vec{F}' .

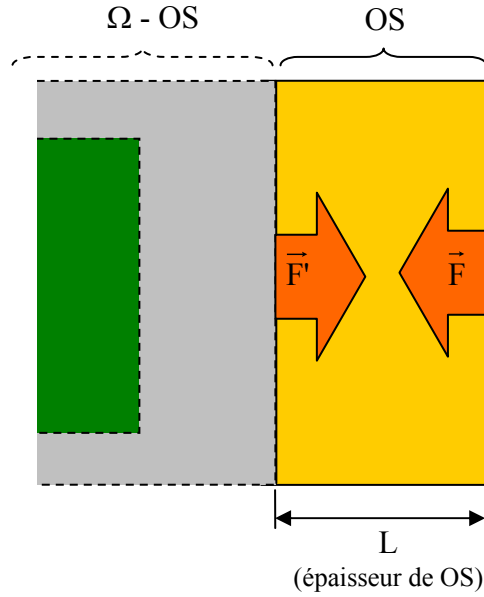


Figure A-6 - Bilan des forces sur l'organe de sécurité (OS) lors du choc.

La masse de OS est négligée. De ce fait, l'application à OS du principe fondamental de la dynamique devient une condition d'équilibre des forces et le théorème de l'énergie cinétique traduit l'égalité du travail de déformation de OS et des efforts extérieurs s'y appliquant :

$$\vec{F}' + \vec{F} = \vec{0} \quad (\text{A3.10})$$

$$0 = \Phi_{\text{Ext} \rightarrow \text{OS}} - \Phi_{\text{Int, OS}} \quad (\text{A3.11})$$

Quant aux forces extérieures, seule \vec{F}' fournit un travail puisque l'application de \vec{F} est fixe au cours du choc. En supposant que l'interface OS / Ω-OS reste plane, celui-ci est par définition l'intégrale de la force multipliée par le déplacement induit :

$$\Phi_{\text{Ext}} = \int_0^{L_0 - L_f} F' dl \quad (\text{A3.12})$$

où F' est l'intensité de \vec{F}' ,
 L_0 est l'épaisseur initiale de l'organe de sécurité (à t_1),
 L_f est l'épaisseur de l'organe de sécurité à la fin du choc (à t_2).

La considération des expressions (A3.10), (A3.12), (A3.11) et (A3.8) permet d'écrire :

$$\int_1^2 \int_{\text{OS}} \sigma : \delta \varepsilon d\Omega = \int_0^{L_0 - L_f} F dl \quad (\text{A3.13})$$

Cette expression montre que l'énergie absorbée par l'organe de sécurité est aussi égale à l'aire située en dessous de sa courbe force-déplacement. Ceci reste vrai pour une compression uniaxiale quasi-statique (la démonstration est analogue à celle qui vient d'être faite).

Annexe 4 : Réalisation de creusets pour le four ATYS™

La société ATYS Consulting Group met au point des installations inductives pour toutes sortes d'utilisations. Le four qu'elle prête à l'Ecole Centrale de Lille, un prototype, est destiné à la fusion des métaux. Il est composé d'une carte de commande, d'un boîtier de puissance et d'une bobine en cuivre. La présentation générale de ce four est faite dans la partie II.3. Dans cette annexe 4, nous détaillons plus particulièrement la réalisation des creusets.

La bobine en cuivre du four ATYS™, dont le nombre et l'écartement des spires est modulable, peut être « habillée » de béton réfractaire et de pisé pour réaliser un creuset adapté aux essais envisagés. Notamment, deux configurations de bobine, rappelées par les schémas de la Figure A-7, sont particulièrement utiles :

- celle où la bobine est noyée dans un bloc de béton réfractaire (Superbéton® 170-01 de Calderys™) pour former un creuset. Ce dernier est enduit de pisé alumineux (Insetag 60® de SAS™). Cette configuration permet de réaliser un creuset de 0,5 à 1 litre.
- celle où la bobine est enduite de « superbéton » pour être thermiquement protégée et prévenir des risques d'électrocution et de court-circuit. Des creusets en argile-graphite du type Morgan Thermics™ Salamander® A1 (150 ml) ou A2 (250 ml) sont placés au milieu de la bobine.

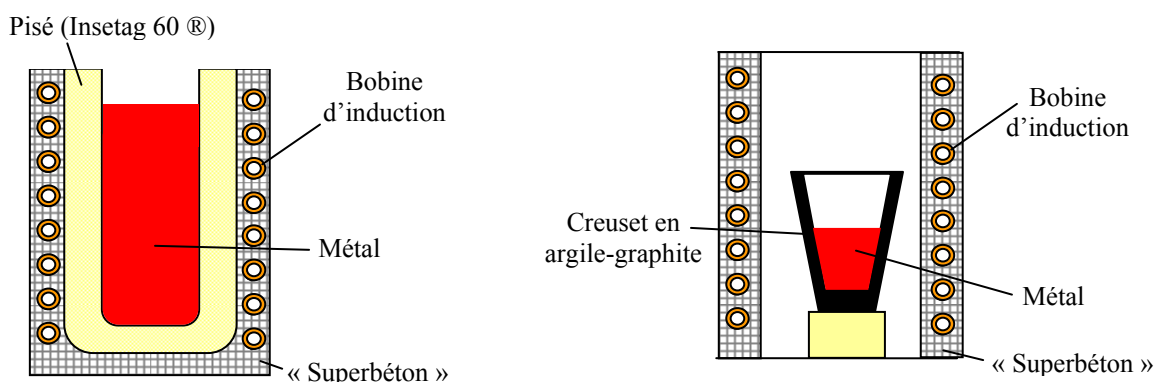


Figure A-7 - Schémas des deux configurations de bobine employées avec le four ATYS™

Le béton réfractaire est un matériau dont le durcissement s'effectue par séchage. Celui-ci, qui se fait à température et hygrométrie ambiante, dure de 4 à 7 jours selon l'épaisseur de paroi. Le pisé, seulement employé dans la première configuration de bobine, nécessite une étape dite de frittage. Dans ce qui suit, nous abordons comment ont été mis en forme le béton (pour les deux configurations de bobine) et le pisé (pour la première configuration seulement).

Mise en forme du béton réfractaire

Le béton réfractaire est présent en deux endroits du creuset : au niveau de la bobine d'induction et en fond de creuset (seulement pour la première configuration). Lorsqu'il se situe au niveau de la bobine, le béton a été plaqué et inséré entre les spires, maintenu et compressé de part et d'autre de celle-ci à la main. Lorsqu'il est en fond de creuset, un coffrage a été réalisé pour le couler. Une période de 5 jours a été respectée pour son séchage.

Mise en forme du pisé

Le pisé (Insétag 60[®]) est un matériau céramique (ici principalement de l'alumine) initialement sous forme de poudre que l'on vient fritter (c'est-à-dire agglomérer sous l'effet de la chaleur) pour obtenir une céramique massive. Cette opération se fait en chauffant progressivement le pisé qui doit être maintenu en compression. Pour réaliser cette étape, seulement pour la première configuration de bobine et qui intervient, dans ce cas, après la mise en forme et le séchage du béton réfractaire, le pisé a été maintenu au moyen d'un tube d'acier, comme précisé par la Figure A-8. Une « feuille » de matériau isolant (Cogetherm[®]) a par ailleurs été placée entre le béton réfractaire et le pisé afin que ce dernier ne pas colle sur ce premier et qu'il soit possible de refaire un creuset nouveau en cassant seulement le pisé. Cette configuration permet en outre de maintenir en compression le pisé qui a préalablement été damé.

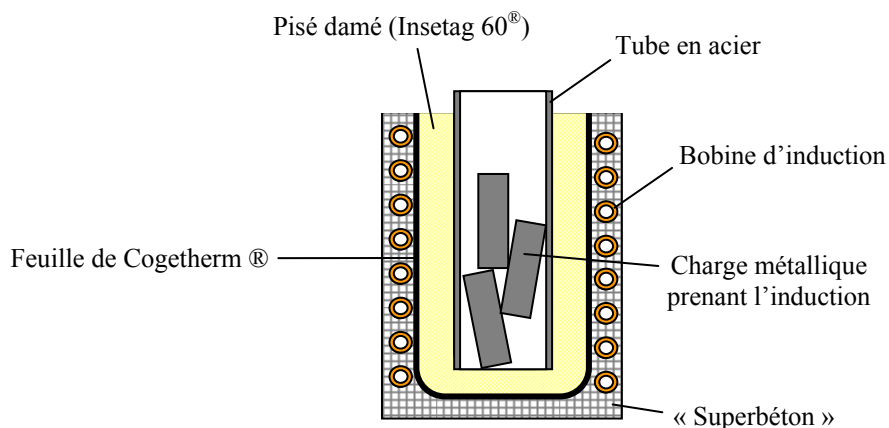


Figure A-8 – Schéma de la mise en forme du pisé et de son frittage.

Le chauffage pour fritter le pisé a été effectué par induction sur une charge métallique (de fonte dans notre cas) placée dans le creuset de manière à ce que le tube en acier lui communique la chaleur en plus de le maintenir en compression. Le cycle thermique devant être suivi, donné par le fabricant du pisé et présenté en Figure A-9, est particulièrement long. Il aboutit à la fusion de la charge métallique qui vient finalement dissoudre le tube en acier pour obtenir le creuset final.

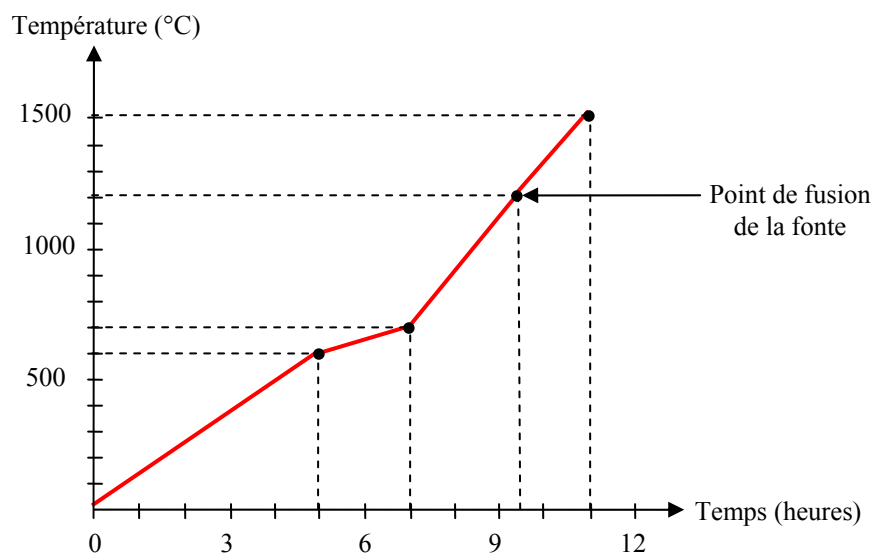


Figure A-9 – Cycle thermique de frittage du pisé Insétag 60[®].

Cette méthode permet de fabriquer des creusets particulièrement résistants et sûrs d'utilisation. En effet, le cycle thermique de frittage permet d'obtenir une coque solide étanche au métal d'une épaisseur d'environ un centimètre, suivie d'une couche de pisé en poudre du même ordre de grandeur. En cas de rupture locale de la coque, cette configuration permet que le métal s'infiltrant dans la brèche fritte le pisé poudreux qui vient à son contact. Le creuset est donc « auto-réparant », ce qui interdit au métal liquide de pouvoir rentrer en contact avec la bobine, évènement qui serait extrêmement dangereux (de par le risque de court-circuit ou de vaporisation immédiate de l'eau de refroidissement qui entraînerait une explosion).

Cependant, lors du chauffage, le tube en acier, qui permet la circulation d'un courant dans sa circonférence, crée un effet « cage de Faraday » qui réduit considérablement la prise d'induction par la charge métallique et modifie les conditions de couplage électromagnétique. Il n'est alors possible de faire passer que 25% de la puissance maximale du four. C'est pourquoi cette solution nécessite des creusets ayant de faibles pertes thermiques.

Annexe 5 : Récapitulatif des essais de moussage employant de l'hydrure de zirconium

Cette annexe 5 présente de façon synthétique les essais de moussage employant de l'hydrure. Presque tous ces essais sont reportés dans le Tableau A - 1. Ce tableau récapitule les conditions opératoires dans lesquelles les expériences ont été effectuées. Notamment, sont précisés : la nature du métal ainsi que la quantité qui en a été employée, les quantités de produit introduites dans ce métal, les conditions d'essai et la température du métal lors du mélange des poudres. Ce tableau spécifie aussi comment a réagi le bain lors de l'introduction des poudres.

Il peut être remarqué que chaque température est précédée des signes > ou <. Ceux-ci sont destinés à préciser si les conditions opératoires dans lesquelles la température a été relevée ont eu tendance à la minimiser ou à la maximiser. Par exemple, il est fort vraisemblable qu'un métal prélevé au four CelesTM au moyen d'un creuset, même préalablement préchauffé au chauffe-poche, a eu une température réelle moins importante que celle mesurée dans le four. Ou bien, si un essai a eu lieu quelques minutes après une prise de température et que le niveau de puissance du four était au maximum, il y a une forte probabilité que la température réelle ait été supérieure à celle notée.

Par ailleurs, il peut être remarqué que certaines compositions de métal ont un * à leurs côtés. Ceci indique que la composition n'a pas été exactement déterminée mais que celle mentionnée est la plus probable étant donné la composition de la charge qui a été fondue.

Enfin, les conditions opératoires sont regroupées en deux catégories. La première détaille ce qui a pu favoriser ou au contraire s'opposer à la présence d'oxygène dissous dans le bain. En effet, cet élément ayant été suspecté de jouer un rôle dans l'explosion de l'hydrure de zirconium, nous avons jugé nécessaire de préciser de telles conditions. La seconde catégorie regroupe les conditions opératoires qui expliquent pourquoi il a pu être pensé que la température mesurée différait de celle réelle.

Date	Nature du métal	Quantité de métal	Quantité de ZrH ₂	Agents stabilisants	Conditions d'élaboration ayant un lien avec l'oxydation du métal	Conditions d'élaboration pouvant influencer sur la température du bain au moment du mélange des poudres	Température du métal juste avant mélange	Comportement du bain lors de l'introduction des poudres
13/10/06	Fonte 3,1 % C*	611,8 g	20,8 g	Mo = 100,1 g	Elaboration sous atmosphère d'Argon. Inoculation au SiFe du métal avant introduction des poudres.	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1507 °C	Moussage
13/10/06	Fonte 3,1 % C*	589,3 g	20,4 g	Mo = 61,1 g	Elaboration sous atmosphère d'Argon. Inoculation au SiFe du métal avant introduction des poudres..	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1470 °C	Moussage
13/10/06	Fonte 3,1 % C*	643,6 g	22,0 g	Mo = 84,3 g	Elaboration sous atmosphère d'Argon. Inoculation au SiFe du métal avant introduction des poudres..	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1486 °C	Moussage
13/10/06	Fonte 3,1 % C*	590 g	22,2 g	W (AW2110) = 144,2 g	Elaboration sous atmosphère d'Argon. Inoculation au SiFe du métal avant introduction des poudres.	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1551 °C	Moussage
16/10/06	Fonte 3,1 % C*	310,1 g	11,4 g	W (AW2110) = 70,4 g	Inoculation au SiFe avant introduction des poudres.	Creuset fusion = creuset mélange (Fusion dans un creuset Al au moyen du four ATYS™)	1473 °C	Moussage
16/10/06	Fonte 3,1 % C*	325,0 g	11,1 g	W (AW2110) = 70,9 g	Inoculation au SiFe avant introduction des poudres.	Creuset fusion = creuset mélange. Température prise 3-4 min avant essai et four en pleine puissance.	> 1570 °C	Explosion
16/10/06	Fonte 3,1 % C*	302,5 g	10,4 g	W (AW2110) = 67,5 g	Inoculation au SiFe avant introduction des poudres.	Coulée métal en creuset préchauffé. Inoculation postérieure à la prise de température.	< 1540 °C	Moussage
16/10/06	Fonte 3,1 % C*	275,9 g	10,2 g	W (AW2110) = 64,6 g	Inoculation au SiFe avant introduction des poudres.	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1541 °C	Moussage
16/10/06	Fonte 3,1 % C*	313,9 g	11,8 g	W (AW2110) = 71,1 g	Inoculation au SiFe avant introduction des poudres.	Creuset fusion = creuset mélange	1480 °C	Moussage
16/10/06	Fonte 3,1 % C*	317,1 g	10,7 g	W (AW2110) = 70,4 g	Inoculation au SiFe avant introduction des poudres.	Creuset fusion = creuset mélange	1563 °C	Moussage
1/12/06	Fonte 2,5 % C*	720 g	20,5 g	W (AW2110) = 41,1 g	Poudre introduite dans papier aluminium (0,4 g)	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1490 °C	Moussage
1/12/06	Fonte 2,5 % C*	> 500 g	20,6 g	W (AW2123) = 42,2 g	Poudre introduite dans papier aluminium (0,5 g)	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1486 °C	Explosion
1/12/06	Fonte 2,5 % C*	481 g	20,3 g	W (AW2123) = 40,9 g	Poudre introduite dans papier aluminium (0,3 g)	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1458 °C	Moussage
1/12/06	Fonte 2,5 % C*	> 500 g	20,5 g	W (AW2110) = 41,3 g	Poudre introduite dans papier aluminium (2,5 g)	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1491 °C	Explosion

1/12/06	Fonte 2,5 % C*	611 g	20,7 g	W (AW2110) = 41,0 g	Poudre introduite dans papier aluminium (1,5 g)	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1431 °C	Moussage
1/12/06	Fonte 2,5 % C*	588 g	20,4 g	W (AW2110) = 25,9 g	Poudre introduite dans papier aluminium (1,5 g)	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1406 °C	Moussage
1/12/06	Fonte 2,5 % C*	505 g	20,3 g	W (AW2110) = 26,1 g	Poudre introduite dans papier aluminium (0,5 g)	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1438 °C	Moussage
7/12/06	Fonte 3,1 % C*	623 g	21,0 g	W (AW2123) = 62,2 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1562 °C	Explosion
7/12/06	Fonte 3,1 % C*	1020 g	29,8 g	W (AW2123) = 99,9 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1437 °C	Moussage
7/12/06	Inox austén-- itique	981 g	29,5 g	W (AW2123) = 99,4 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé. Four en pleine puissance et essais 4-5 min après température	> 1577 °C	Explosion
3/04/07	Inox Duplex	≈ 600 g	10 g	W (AW2123) = 80 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1670 °C	Explosion
3/04/07	Inox Duplex	≈ 600 g	10 g	W (AW2123) = 80 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1623 °C	Aucune réaction
3/04/07	Inox Duplex	≈ 600 g	10 g	W (AW2123) = 80 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1612 °C	Aucune réaction
3/04/07	Inox Duplex	≈ 600 g	10 g	W (AW2123) = 80 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1640 °C	Aucune réaction
3/04/07	Inox Duplex	≈ 600 g	10 g	W (AW2123) = 80 g	Désoxydation à l'aluminium du four avant prélèvement au creuset.	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1550 °C	Explosion
5/04/07	Fonte 3,42 %C	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 80 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1479 °C	Moussage
5/04/07	Fonte 3,12% C	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 70 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1492 °C	Moussage
5/04/07	Fonte 3,15% C	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 140 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1491 °C	Aucune réaction
5/04/07	Fonte 3% C	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 140 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1456 °C	Moussage
5/04/07	Fonte 3,26 %C	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 80 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1485 °C	Moussage
5/04/07	Fonte 2,55 %C	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 80 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1496 °C	Explosion
5/04/07	Fonte 2,55 %C	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 80 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1481 °C	Moussage
5/04/07	Fonte 2,34 %C	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 100 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1487 °C	Moussage
5/04/07	Fonte ≈2,1%C*	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 100 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1511 °C	Moussage
5/04/07	Fonte <2,1%C*	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 100 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1578 °C	Explosion
5/04/07	Fonte <2,1%C*	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 100 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1601 °C	Aucune réaction
5/04/07	Fonte <2,1%C*	≈ 600 g	20g	W (AW2110) = 100 g	-	Coulée métal en creuset préchauffé	< 1662 °C	Aucune réaction

Tableau A - 1 – Conditions expérimentales des principaux essais de moussage au moyen d'hydrures.

Annexe 6 : Réalisation de la forme de cellule de base d'une plaque

La technique de fabrication d'une préforme présentée dans la thèse s'appuie sur la réalisation et l'empilement de plaques. Ces plaques sont constituées de solides de base identiques ayant globalement la forme de cellules de Kelvin pour lesquelles un congé a été réalisé au niveau de chacune de leurs arêtes. Nous avons mis en avant la nécessité de travailler la forme de ces congés pour :

- réaliser ces plaques par moulage
- maximiser le rapport V/S entre le volume V occupé par les porosités et la surface S qui sera en contact avec le métal.

Dans cette annexe, nous détaillons comment la forme des congés a été travaillée pour respecter ces exigences.

Il convient de préciser, avant d'entreprendre la description de ce travail, que les solides que nous avons retenus pour réaliser les plaques ne sont pas exactement des solides de Kelvin mais des tétrakaïdécaèdres. En effet, ces derniers ont l'avantage d'avoir des faces planes, ce qui facilite la réalisation par moulage (il est plus facile de ne pas avoir de contre-dépouille). De plus, il n'est pas nécessaire que les cellules constituant les plaques aient la forme exacte des solides de Kelvin puisque ce sont seulement les arêtes de l'empilement de ces derniers qui présentent un intérêt pour nous. Il a donc été défini une forme de congé au niveau des arêtes des tétrakaïdécaèdres pour que le réseau de porosités soit celui constitué par les arêtes d'un empilement de solides de Kelvin.

En résumé, notre travail a consisté à définir la forme des congés au niveau des tétrakaïdécaèdres d'une plaque de manière à ce que :

- le réseau de porosités créé par l'empilement des plaques approche la structure d'un empilement d'arêtes de cellules de Kelvin,
- les plaques constituées de ces tétrakaïdécaèdres soient réalisables par moulage, c'est-à-dire qu'elles présentent le maximum de dépouille,
- le rapport du volume sur surface de la porosité de la préforme soit le plus grand possible.

Les modifications apportées à chaque tétrakaïdécaèdre d'une plaque étant identiques, nous ne détaillerons le travail effectué sur la forme qu'au niveau d'un seul de ces solides.

Pour aboutir à la forme recherchée, nous avons construit, sur SolidWorks[®], un tétrakaïdécaèdre. Ensuite, les formes approchées des arêtes du solide de Kelvin le plus proche ont été tracées sur ce modèle. Enfin, les congés ont été réalisés en creusant les arêtes du tétrakaïdécaèdre mais en tenant compte de celles du solide de Kelvin pour en donner la forme.

Nous détaillerons d'abord l'établissement de la forme approchée des arêtes d'une cellule de Kelvin dont la construction nous a permis de définir la forme du congé au niveau des arêtes du tétrakaïdécaèdre. Ensuite, nous détaillerons la construction de ces congés.

Tracé des arêtes du solide de Kelvin

Dans un premier temps, partons d'un tétrakaïdécaèdre, représenté sur la Figure A-10, et définissons à partir de lui une forme approximant celle des arêtes du réseau de cellules de Kelvin. Notons que cette définition de forme ne peut être qu'approximative car la représentation d'une cellule de Kelvin se décrit implicitement par une équation faisant appel à un opérateur laplacien ([WEI1999])... et le logiciel SolidWorks® ne nous permet pas de construire un solide à partir d'une telle définition.

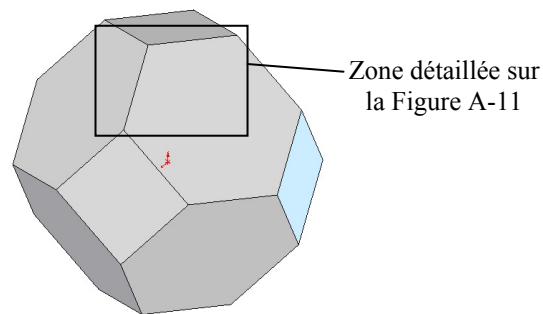


Figure A-10 – Tétrakaïdécaèdre.

Notons aussi, avant de détailler la méthode retenue pour tracer les arêtes du solide de Kelvin, que celui-ci, ainsi que le tétrakaïdécaèdre, ne présentent que deux types d'arêtes, toutes remplissant des « fonctions » identiques :

- les arêtes partagées entre une face carrée et une face hexagonale,
- les arêtes partagées entre deux faces hexagonales.

Nous ne définirons donc les modifications effectuées que sur une arête de chaque type, les autres subissant des transformations similaires. La Figure A-11 détaille la construction géométrique de ces arêtes au niveau du coin de cellule indiqué sur la Figure A-10.

Même si leur forme a été approximée, les arêtes que nous avons tracées comme étant celles du solide de Kelvin ont été construites de manière à ce que les principales exigences pesant sur elles soient respectées, à savoir :

- elles se croisent selon un angle de $\cos^{-1}(-1/3)$ (environ $109,47^\circ$) ;
- les arêtes appartenant à une face carrée sont courbées de telle façon qu'elles restent dans le plan de cette face.

Pour respecter ces conditions, chaque arête a été considérée comme étant constituée de deux segments (en rouge sur la Figure A-11) et d'un arc de cercle (en vert) tels que :

- chaque segment forme un angle d'environ $9,74^\circ$ ($1/2 * (90^\circ - \cos^{-1}(-1/3))$ exactement) avec l'arête du tétrakaïdécaèdre de départ la plus proche (en bleu sur la Figure A-11). Lorsque ce segment représente le début d'une arête du solide de Kelvin appartenant à une face carrée, il se situe dans le plan défini par cette face. Sinon, il se situe au niveau du plan médian à deux faces hexagonales. Ceci permet d'avoir des segments se croisant selon un angle de $109,47^\circ$;
- les segments soient de longueur identique. Celle-ci est donnée par une construction géométrique qui détermine en amont les lieux de croisement des porosités qui seront obtenues ultérieurement en réalisant les congés au niveau

de ces arêtes. Cette construction s'appuie sur une mesure caractéristique du congé (cf. Figure A-11). Cette dernière est la variable ajustable de notre modèle pour viser un taux de porosité donné. La construction géométrique prend aussi en compte la nécessité d'avoir de la dépouille.

- l'arc de cercle (en vert) soit tangent aux deux segments définissant les extrémités d'une arête (en bleu) afin d'effectuer la transition la plus « souple » possible entre lui et les segments.

Une telle géométrie permet que les conditions de croisement des cellules de Kelvin soient respectées par les poutres du matériau cellulaire qui sera obtenu, depuis leur point de rencontre jusqu'au sommet de l'arête ; ceci, quel que soit la section de la poutre. D'autre part, l'emploi d'un arc de cercle pour approximer le milieu de chaque arête permet d'avoir une morphologie qui limite les concentrations de contrainte (pour éviter une plastification locale prématurée).

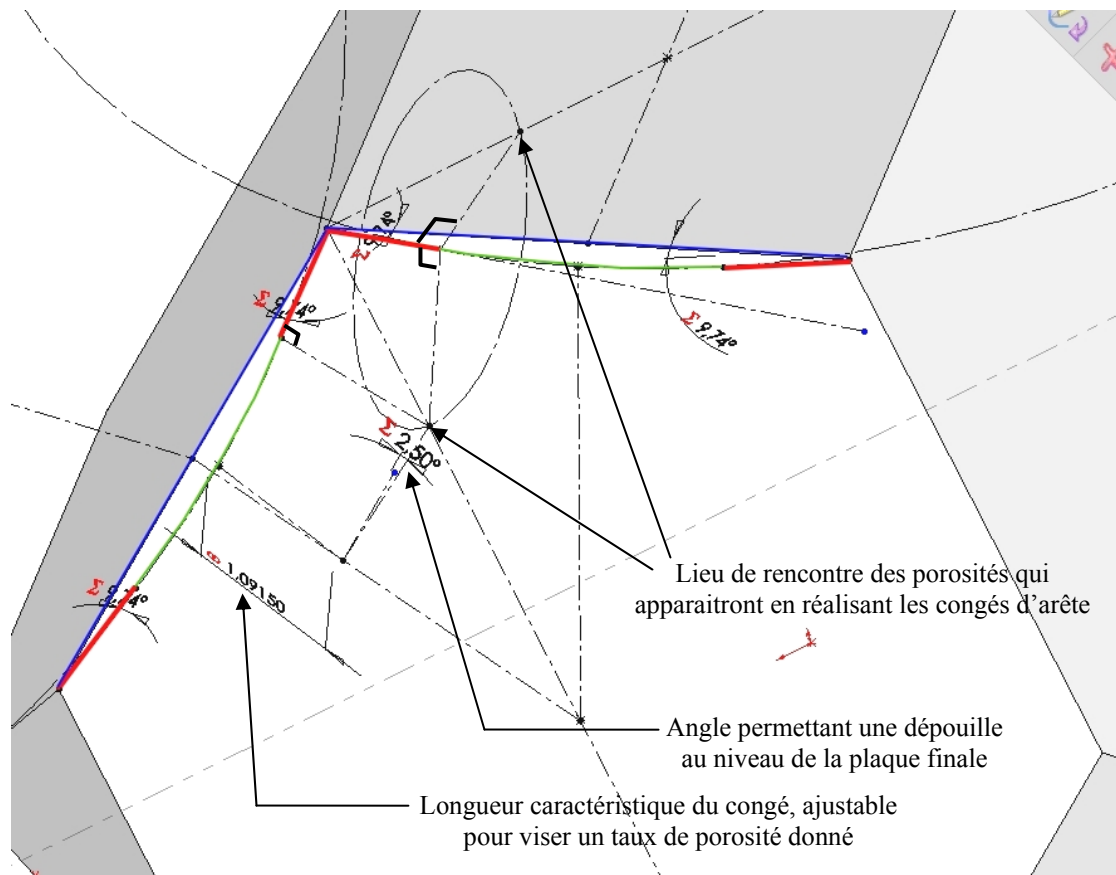


Figure A-11 - Construction géométrique des arêtes approchées d'un solide de Kelvin à partir de celles d'un tétrakaïdécaèdre.

Réalisation des congés

Les congés d'arêtes définissent, dans le procédé mis au point, les zones de porosité de la préforme. Comme nous l'avons déjà signalé, ils ont été réalisés au niveau des arêtes du tétrakaïdécaèdre mais ont été définis à partir de la forme de celles du solide de Kelvin. Nous présentons, dans la suite, comment la morphologie des congés a été construite. D'abord nous exposerons les aspects généraux qui ont guidé notre démarche, puis nous donnerons les

éléments pour comprendre la construction géométrique mise en place pour prendre en compte ces aspects.

Tout d'abord, rappelons les objectifs que doit remplir la forme des congés et quelles sont les solutions pour y répondre :

- la dépouille, par rapport au sens de démoulage, doit être la plus grande possible. Ceci implique de repérer les zones critiques où la dépouille risque d'être la plus faible et de définir des constructions géométriques au niveau de ces zones pour prendre en compte cette exigence,
- le rapport V/S du réseau de porosités défini par l'empilement des plaques doit être le plus grand possible. Ceci peut être réalisé en donnant une forme d'arête s'approchant le plus possible d'un cylindre. En effet, pour un volume et une longueur donnés, un cylindre présentera moins de surface qu'un prisme triangulaire (qui est la forme des poutres du réseau si les porosités sont obtenues par chanfreinage des arêtes),
- chaque arête du réseau de porosités doit être définie de façon identique.

En observant l'empilement de solides de Kelvin, il peut être constaté que chaque arête est partagée par trois solides. Celle-ci correspond à :

- une arête appartenant à une face carrée pour deux de ces solides,
- une arête appartenant à deux faces hexagonales pour le dernier.

Il en résulte qu'il suffit de réaliser les mêmes congés sur toutes les arêtes de chaque type pour que les formes des poutres du réseau de porosités soient identiques. C'est pourquoi, à nouveau, nous n'avons défini les congés qu'au niveau de deux arêtes. Il s'agit des deux mêmes que celles dont la construction a été détaillée sur la Figure A-11, car le coin dans lequel elles se croisent est la partie de la cellule la plus sensible aux problèmes de dépouille. Ceci peut être aisément compris en se référant à la Figure A-12, qui indique au niveau d'une cellule, sur laquelle les congés n'ont pas été réalisés, le plan de joint de la plaque et le sens du démoulage.

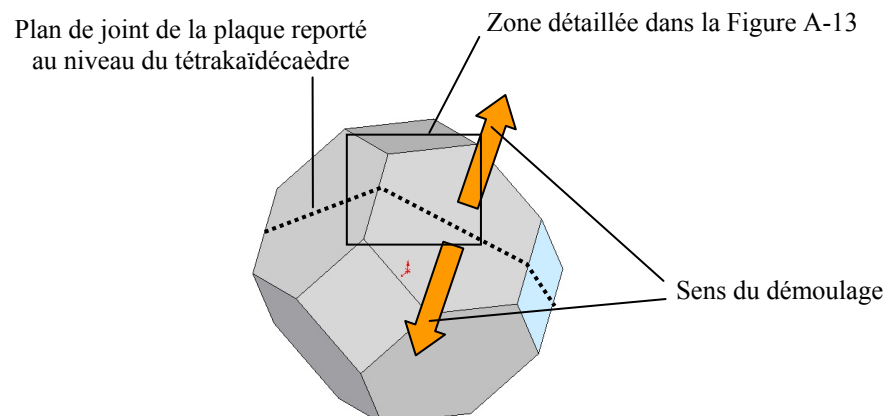


Figure A-12 – Cellule de base d'une plaque sur laquelle des congés vont être réalisés en tenant compte du sens de démoulage.

La Figure A-13 montre les constructions géométriques qui ont servi à définir la réalisation des congés pour remplir tous les objectifs visés. Il est extrêmement difficile, à ce

niveau, d'expliquer toutes les constructions. Nous nous contenterons d'apporter quelques éléments de compréhension :

- l'enlèvement de matière s'est fait en utilisant comme courbe-guide les arêtes approximant celles du solide de Kelvin,
- la section des arêtes a été paramétrée en fonction de la même mesure caractéristique, évoquée précédemment,
- l'imposition d'un angle (5°) permet d'obtenir une dépouille satisfaisante au niveau des arêtes,
- le tracé d'arcs de cercle permet, pour des conditions de dépouille données, de rendre localement l'arête la plus cylindrique possible et maximiser le rapport V/S.

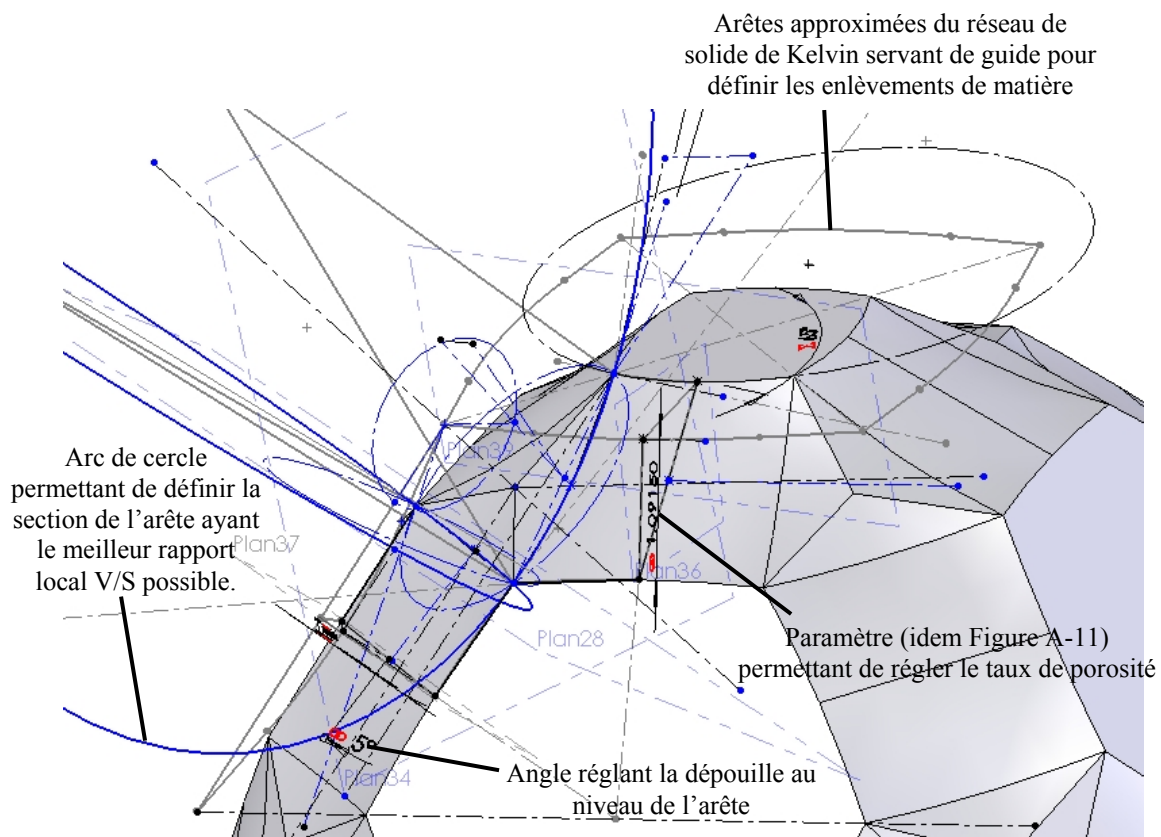


Figure A-13 – Construction géométrique ayant servi à définir la forme des congés d'arête.

Efficiencia du travail de la forme

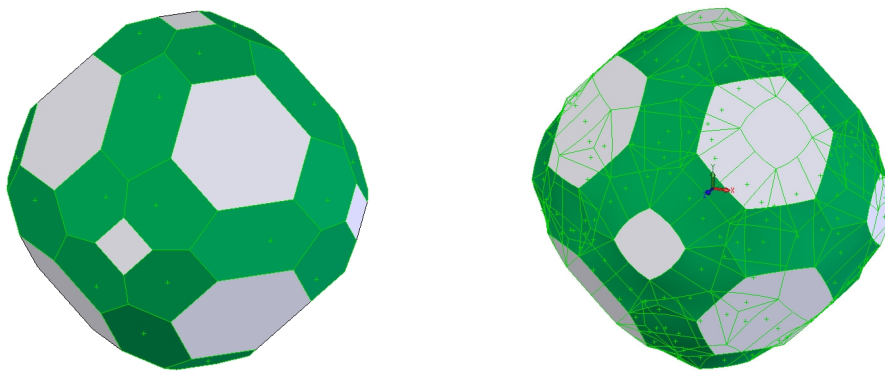
Les arêtes approchées du solide de Kelvin ont servi de courbe-guide pour définir la réalisation des congés. Il ne fait donc aucun doute que le réseau de porosités a une forme très proche de celui constitué par les arêtes d'un empilement de solides de Kelvin.

Par contre, pour saisir l'importance du travail qui a été fait pour respecter la dépouille et maximiser le rapport V/S du réseau de porosités, il convient de comparer les propriétés de la forme travaillée quant à ces aspects par rapport à une autre forme qui n'aurait pas été travaillée. Par exemple, cette forme pourrait être le tétraokaïdécaèdre sur lequel les congés auraient été simplement des chanfreins.

Le Tableau A-2 compare les rapports V/S des réseaux de porosités définis par l'empilement de tétraokaïdécaèdres dans les cas où les arêtes ont été travaillées ou non. Les deux réseaux ont le même taux de porosité, à savoir 13%. Le calcul du rapport V/S est issu de mesures effectuées sur les modèles dessinés sous SolidWorks®. Le volume a été déduit de la différence de volume mesurée entre le solide sans congés (ou chanfreins) et celui avec congés. La surface a été mesurée à partir du modèle. La Figure A-14 montre les surfaces mesurées sur les cellules au niveau de leurs arêtes. La première cellule a des arêtes avec des chanfreins tandis que la seconde a des arêtes avec des congés « optimisés ».

Type de congé d'arête	Chanfreins (forme des arêtes non travaillée)	Congés « optimisés » (forme des arêtes travaillée)
Rapport V/S du réseau de porosités constitué par l'empilement de plaques	0,358 mm	0,381 mm

Tableau A-2 – Rapport V/S du réseau de porosités selon le type de congés pour une préforme à 13% de porosités.



**Figure A-14 – Surfaces du réseau de porosités mesurées sur la cellule de base
(a) dont les arêtes ont été chanfreinées,
(b) dont le congé d'arête a été « optimisé ».**

Le Tableau A-2 montre que le rapport V/S a pu être amélioré de 6,3 %. En se référant à la loi de Chvorinov détaillée dans l'annexe 7, il peut être déduit que le temps imparti à la coulée est augmenté de 13%.

S'agissant de la dépouille, il suffit de se référer à la Figure IV-12 de la section IV.2.1.2 pour constater la diminution drastique (75%) des zones où la dépouille est inférieure à 10%.

Il faut noter que le rapport V/S et la dépouille pouvaient tout deux être améliorés individuellement. La forme retenue est un compromis entre les deux.

Annexe 7 : Etablissement de la loi de solidification de Chvorinov

Dans cette annexe, nous proposons de reprendre la démonstration de la loi de refroidissement de Chvorinov donnée par l'expression (E IV.2) de la section IV.3.1.1.

La loi de Chvorinov permet de connaître le temps nécessaire à un métal pour se solidifier dans un moule isolant (du sable par exemple). Elle est donnée pour un métal statique dans le moule. Néanmoins, elle est souvent employée par les fondeurs afin d'estimer le temps disponible pour couler un métal avant qu'il ne se solidifie ([CAM2003], [VOI2002]).

Pour démontrer la loi de Chvorinov, il faut considérer une plaque de métal initialement liquide dans un moule. Cette plaque est supposée de dimensions suffisantes afin d'éviter les effets de bord (elle est supposée infinie). Une telle plaque est présentée en coupe sur la Figure A-15. Cette plaque a un volume $V_{\text{métal}}$ et une surface de contact S avec le moule.

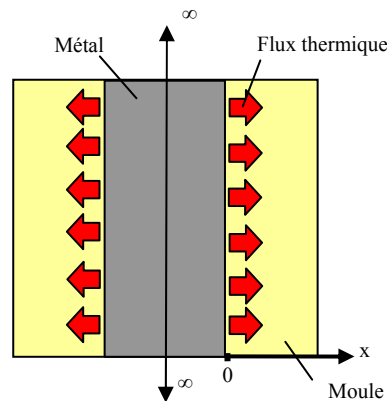


Figure A-15 – Schéma d'une plaque de métal infinie dans un moule isolant.

Evaluation de la quantité de chaleur absorbée par le moule

Dans un premier temps, évaluons la quantité de chaleur provenant du refroidissement du métal qu'absorbe le moule. Pour cela, faisons l'hypothèse que chaque côté du moule constitue un demi-solide infini. Cette hypothèse n'est possible que si le sable n'est pas saturé thermiquement, c'est-à-dire si son épaisseur est suffisante pour qu'il y ait une zone qui n'est pas soumise au flux de chaleur. C'est très souvent le cas car le sable est un matériau isolant.

Par ailleurs, le temps de coulée du métal est supposé nul. Dès son contact avec le moule (initialement à une température T_0), le métal commence à se solidifier à partir de sa surface extérieure.

Enfin, la conduction thermique du métal, liquide ou solide, est supposée très grande devant celle du moule (ce qui est toujours le cas pour des moules en sable) et le contact moule/métal est supposé parfait. De ce fait, le flux thermique est uniquement contrôlé par la conduction dans le moule. Pour ces mêmes raisons, la température de l'interface moule/métal devient très proche de celle du métal dès l'instant du contact. Le métal à l'interface étant en cours de solidification, cette température est prise comme étant celle de solidus (T_{solidus}).

Les conditions initiales et limites de température du demi-moule sont alors :

$$\bullet \quad T(x,0) = T_0, \text{ pour tout } x > 0, \quad (\text{A6.1})$$

$$\bullet \quad T(0,t) = T_{\text{liquidus}}, \text{ pour tout } t \geq 0 \quad (\text{A6.2})$$

Partons de l'équation de conduction de la chaleur dans le moule, en une dimension spatiale. Celle-ci s'écrit :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (\text{A6.3})$$

où α est la diffusivité thermique : $\alpha = \frac{\lambda_{\text{Sable}}}{\rho_{\text{Sable}} \cdot C_{P \text{ Sable}}}$

$T(x, t)$ est la température du moule,
 λ_{Sable} est la conductivité thermique du sable,
 ρ_{Sable} est la masse volumique du sable,
 $C_{P \text{ Sable}}$ est la chaleur spécifique du sable.

En posant $\theta = \frac{T - T_0}{T_{\text{Métal}} - T_0}$, le système à résoudre devient :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \alpha \cdot \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \quad (\text{A6.4})$$

avec :

$$\theta(x,0) = 0 \text{ pour tout } x > 0 \quad (\text{A6.5})$$

$$\theta(0,t) = 1 \text{ pour tout } t \geq 0 \quad (\text{A6.6})$$

La solution générale de cette équation différentielle est :

$$\theta(x, t) = C_1 + C_2 \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}} e^{-u^2} \cdot du \quad (\text{A6.7})$$

où C_1 et C_2 des constantes à déterminer selon les conditions initiales et aux limites.

Les conditions limites sont :

$$\bullet \quad \text{En } x = 0 : \theta(0,t) = 1 \text{ donc } C_1 = 1.$$

$$\bullet \quad \text{Pour } t = 0 \text{ et } x > 0 : \theta(x,0) = 0 \text{ donc } 0 = 1 + C_2 \int_0^{+\infty} e^{-u^2} \cdot du = 1 + C_2 \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \text{ et}$$

$$C_2 = -\frac{2}{\sqrt{\pi}}.$$

La solution de l'équation (A6.4) est alors

$$\theta(x, t) = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}} e^{-u^2} \cdot du = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x \frac{e^{-\left(\frac{v}{2\sqrt{\alpha t}}\right)^2}}{2 \cdot \sqrt{\alpha \cdot t}} \cdot dv \quad (\text{A6.8})$$

En exprimant l'équation (A6.8) par rapport à la température, nous obtenons :

$$T(x, t) = \left(1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x \frac{e^{-\left(\frac{v}{2\sqrt{\alpha t}}\right)^2}}{2 \cdot \sqrt{\alpha \cdot t}} dv \right) \cdot (T_{\text{Métal}} - T_0) + T_0 \quad (\text{A6.9})$$

L'équation (A6.9) exprime l'évolution de la température dans le moule au cours du temps. Or, à l'instant t , le flux de chaleur ϕ par unité de surface située à une distance x du contact moule/métal est donné par la loi de Fourier :

$$\phi = -\lambda_{\text{Sable}} \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \quad (\text{A6.10})$$

En injectant (A6.9) dans (A6.10), il est finalement obtenu :

$$\phi = \frac{2 \cdot \lambda_{\text{Sable}}}{\sqrt{\pi}} \frac{e^{-\left(\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}\right)^2}}{2 \cdot \sqrt{\alpha \cdot t}} \cdot (T_{\text{Métal}} - T_0) = \frac{\lambda_{\text{Sable}} \cdot e^{-\left(\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}\right)^2}}{\sqrt{\pi} \cdot \sqrt{\alpha \cdot t}} \cdot (T_{\text{Métal}} - T_0) \quad (\text{A6.11})$$

C'est-à-dire :

$$\phi = \frac{b_{\text{Sable}} \cdot e^{-\left(\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}\right)^2}}{\sqrt{\pi \cdot t}} \cdot (T_{\text{Métal}} - T_0) \quad (\text{A6.12})$$

où b_{sable} est l'effusivité du sable de moulage ($b_{\text{Sable}} = \sqrt{\lambda_{\text{Sable}} \cdot \rho_{\text{Sable}} \cdot C_{\text{P Sable}}}$).

La quantité totale de chaleur absorbée par la demi-partie de moule en sable entre les instants 0 et t est celle qui a traversé la surface S' (surface d'un demi-moule, $S' = S/2$) en $x = 0$ entre ces mêmes instants, c'est-à-dire :

$$Q(t) = S' \cdot \int_0^t \phi(0, y) \cdot dy = \frac{2 \cdot S' \cdot b_{\text{Sable}} \cdot \sqrt{t} \cdot (T_{\text{Métal}} - T_0)}{\sqrt{\pi}} \quad (\text{A6.13})$$

Il en est de même pour l'autre demi-partie de moule. En appelant t_s le temps au bout duquel le métal est complètement solidifié, nous obtenons que la quantité de chaleur absorbée par le sable lors de la solidification du métal vaut :

$$Q_{\text{Sable}} = \frac{2 \cdot S \cdot b \cdot \sqrt{t_s} \cdot (T_{\text{Métal}} - T_0)}{\sqrt{\pi}} \quad (\text{A6.14})$$

Evaluation de la quantité de chaleur libérée par le métal

Par ailleurs, au même instant t_s , le métal s'est complètement solidifié. Il a donc perdu l'énergie liée à sa température, depuis sa température initiale jusqu'à son solidus. Cette quantité d'énergie, qu'il a libérée, est donnée par :

$$Q_{\text{métal}} = \rho_{\text{métal}} \cdot V_{\text{métal}} \cdot (C_{P \text{ métal}} \cdot (T_{\text{coulée}} - T_{\text{solidus}}) + L_{\text{métal}}) \quad (\text{A6.15})$$

où $\rho_{\text{métal}}$ est la masse volumique du métal,
 $V_{\text{métal}}$ est le volume de métal,
 $C_{P \text{ métal}}$ la chaleur spécifique du métal,
 $L_{\text{métal}}$ est la chaleur latente de fusion du métal.

Bilan thermique et établissement de la loi de Chvorinov

La chaleur dégagée par le métal est égale à celle absorbée par le sable ($Q_{\text{métal}} = Q_{\text{sable}}$). Par conséquent, en partant de l'égalité des expressions (A6.14) et (A6.15), la formule de Chvorinov est retrouvée. Celle-ci donne le temps au bout duquel la plaque de métal se solidifie totalement dans le moule :

$$t_s = \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{V_{\text{métal}}}{S} \cdot \frac{\rho_{\text{métal}} \cdot (C_{P \text{ métal}} \cdot (T_{\text{coulée}} - T_{\text{solidus}}) + L_{\text{métal}})}{b_{\text{sable}} \cdot (T_{\text{coulée}} - T_0)} \right)^2 = \left(K \cdot \frac{V_{\text{Métal}}}{S} \right)^2 \quad (\text{A6.16})$$

Le rapport $M = \frac{V_{\text{Métal}}}{S}$ est appelé module de la pièce.

Un coefficient ω , appelé coefficient de forme, est associé aux formes complexes afin de déterminer leur temps de solidification. Ce temps est alors donné par :

$$t_s = \left(K \cdot \omega \cdot \frac{V_{\text{Métal}}}{S} \right)^2 \quad (\text{A6.17})$$

$M = \omega \cdot \frac{V_{\text{Métal}}}{S}$ est appelé le module de refroidissement apparent de la pièce.

Le Tableau A-3 donne, à titre d'exemples, les valeurs du coefficient de forme ω pour différentes formes de pièces.

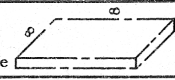
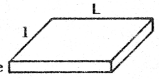


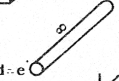





FORMES		ω (*)
Plaques infinies (panneau de caisson)		$L/e = 1/e = \infty$ 1
Parallélépipèdes étendus		$L/e = 1/e = 10$ 0,95
		$L/e = 1/e = 6 \text{ à } 8$ 0,90
Barres carrées infinies (couronnes à section carrée)		$L/e = \infty$ 0,85
Parallélépipèdes peu étendus		$L/e = 1/e = 4 \text{ à } 5$
Cylindres infinies (tores)		$L/e = \infty$ 0,80
Barres carrées courtes		$L/e = 2 \text{ à } 5$
Cylindres courts (* *)		$L/e = 2 \text{ à } 5$
Cubes(* *)		$L/e = 1/e = 1$ 0,75
Cylindres très courts(* *)		$L/e = 1 \text{ à } 2$
Sphères (* *)		$L/e = 1/e = 1$ 0,72
<p>(*) Ces valeurs moyennes sont données à titre de repères de classement; on peut néanmoins admettre leur exactitude à $\pm 3\%$ près, pour des applications à l'échelle industrielle.</p> <p>(* *) Ces corps sont rarement coulés en fonderie sans modification partielle de leur forme (adjonction d'une masselotte par exemple)</p>		

Tableau A-3 - Coefficients de forme de différentes pièces simples ([DEV1984]).

Annexe 8 : Calcul du nombre de Reynolds moyen lors du remplissage de la préforme en silice et ESIKOL TF[®].

Pour connaître la formulation des pertes de charge dans un réseau de porosités en cours d'infiltration, il est nécessaire de connaître le régime selon lequel le fluide s'écoule (laminaire ou turbulent). Il est possible de connaître la nature de ce régime en calculant Re_{inter} , le nombre de Reynolds de l'écoulement à l'intérieur du réseau. Celui-ci est donné par l'expression (E IV.17) de la section IV.3.3. Celle-ci est rappelée par l'équation (A7.1) :

$$Re_{inter} = \frac{\rho \cdot \frac{u}{(1-\phi)} \cdot d_p}{\mu} \quad (A7.1)$$

où ρ est la masse volumique du métal,
 u est la vitesse superficielle du fluide *,
 d_p est le diamètre moyen des particules constituant le réseau,
 ϕ est la fraction volumique de porosités du réseau,
 μ est la viscosité dynamique du métal.

Si Re_{inter} est inférieur à 1, ce sont les phénomènes de viscosité qui prédominent : le régime d'écoulement est laminaire ([HLU2006], [KOM1999]). Si $Re_{inter} > 500$, l'écoulement est complètement turbulent ([HLU2006]).

Dans cette annexe, nous proposons d'estimer Re_{inter} dans le cas de l'infiltration d'une des préformes que nous avons mises au point. Le but est de déterminer si l'écoulement est plutôt laminaire ou turbulent.

Nous avons choisi de considérer la préforme en silice et ESIKOL TF[®] (50% de chaque en volume) car il s'agit d'un matériau pour lequel nous possédons suffisamment de renseignements pour le caractériser. De plus, l'infiltration d'une préforme constituée de ce matériau aboutit à une longueur de remplissage importante qui est proche de celle obtenue pour la préforme finalement choisie pour laquelle nous ne possédons pas suffisamment de données (cf. Tableau IV-7 de la section IV.3.1.3).

Pour rappel, le réseau est constitué de solides de Kelvin dont le volume est équivalent à celui de sphères de diamètre 14 mm ($d_p = 14$ mm). Sa fraction volumique de porosités ϕ égale à 0,13.

* La vitesse superficielle du fluide u est définie comme le débit volumique Q traversant le réseau divisé par la surface de la préforme perpendiculaire à l'écoulement $S_{Préforme}$:

$$u = \frac{Q}{S_{Préforme}}$$

De façon évidente, il peut être montré qu'en moyenne, pour un réseau de porosités en cours d'infiltration, on a :

$$u = \phi \cdot \frac{dh}{dt} = \phi \cdot \frac{v_{capillaire}}{\alpha} \quad (A7.2)$$

Showman ([SHO2003]) indique que la conductivité moyenne du matériau de moulage est égale à la moyenne des conductivités des deux sables qui le constituent, pondérée par leur proportion volumique. Pour un mélange à 50% en volume de chacun des produits, il peut donc être pris :

$$\lambda_{\text{moy}} = (\lambda_{\text{ESIKOL TF}} + \lambda_{\text{Silice}}) / 2 \approx 0,53 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}.$$

Par ailleurs, il est évident qu'il puisse en être fait de même pour la quantité $\rho \cdot C_p$, ce qui donne :

$$\rho \cdot C_{p_{\text{moy}}} \approx 887 \cdot 10^3 \text{ J.K}^{-1}.\text{m}^{-3}$$

(ces valeurs sont calculées à partir des données du Tableau IV-6 de la section IV.3.1.2)

Ceci permet de calculer une effusivité moyenne b_{sable} du sable employé, qui se situe aux alentours de $685 \text{ J.m}^{-2}.\text{K}^{-1}.\text{s}^{-1/2}$.

Le modèle numérique, développé sous SolidWorks® pour créer la forme des cellules, permet quant à lui de mesurer le rapport V/S du réseau de porosités. Celui-ci est d'environ 0,38 mm (cf. Tableau A-2 de l'Annexe 6).

La formule de Chvorinov (équation (E IV.2) de la section IV.3.1.1 ou (A6.17) de l'annexe 7) peut être employée pour estimer l'ordre de grandeur du temps imparti à la coulée ($t_{\text{infiltration}}$). Il peut être ainsi calculé que le temps pour infiltrer le réseau est de l'ordre de 0,5 s. Ce calcul a été effectué en employant les données thermophysiques relatives à l'acier inoxydable 304 reportées dans le Tableau A-4 et en considérant une surchauffe de 150°C (comme dans l'expérience).

Densité ρ	Chaleur spécifique C_p	Enthalpie de fusion ΔH_F°	Viscosité dynamique μ
6820 kg.m ⁻³	800 J.K ⁻¹ .kg ⁻¹	276 kJ.kg ⁻¹	7,1 mPa.s

Tableau A-4 - Données thermophysiques de l'acier 304 (liquide) à 1550°C calculées d'après [MIL2004].

Le réseau ayant été infiltré sur une longueur ($H_{\text{infiltration}}$) de 50 mm (cf. Tableau IV-7 de la section IV.3.1.3), il est alors possible d'estimer la quantité $\frac{dh}{dt}$ moyenne au cours de l'infiltration (où h, pour rappel, est la longueur de réseau infiltrée) :

$$\frac{dh}{dt} \approx \frac{H_{\text{infiltration}}}{t_{\text{infiltration}}} = \frac{50 \text{ mm}}{0,5 \text{ s}} = 0,1 \text{ m.s}^{-1}$$

D'après l'expression (A7.2), la vitesse superficielle u vaut en moyenne, au cours de l'infiltration :

$$u = 0,013 \text{ m.s}^{-1}$$

Il peut alors être calculé, à partir de (A7.1) et des données disponibles dans cette annexe 8, que le nombre de Reynolds moyen au cours de l'infiltration vaut :

$$Re_{inter} \approx 200$$

Ce nombre de Reynolds moyen a été calculé en considérant un temps lui-même estimé à partir de la loi de Chvorinov. Or celle-ci a tendance à surestimer ce temps ([CAM2003]). Le nombre de Reynolds moyen réel est donc certainement supérieur. Il ne s'agit là que d'une estimation a minima.

En tout cas, les phénomènes turbulents ne peuvent pas être négligés au niveau des pertes de charge dans le réseau et l'écoulement est très certainement turbulent. Néanmoins, le nombre de Reynolds moyen n'a pas une valeur très supérieure à 500 et il ne constitue qu'une moyenne. De ce fait, il n'est pas à exclure qu'une partie de l'écoulement puisse se faire quand même en régime laminaire.