



Modélisation et simulation de la structure de solidification dans les superalliages base-nickel : application AM1

Haithem Ben Hamouda

► To cite this version:

Haithem Ben Hamouda. Modélisation et simulation de la structure de solidification dans les superalliages base-nickel : application AM1. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. NNT : 2012ENMP0040 . tel-01202342

HAL Id: tel-01202342

<https://pastel.hal.science/tel-01202342>

Submitted on 20 Sep 2015

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.

Ecole doctorale n° 364 : Sciences Fondamentales et Appliquées

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Haithem BEN HAMOUDA

le 18 Septembre 2012

Modélisation et Simulation de la structure de solidification

dans les superalliages base-nickel : Application AM1

Thèse confidentielle

Directeur de thèse : **Charles-André GANDIN**

Jury

M. Yves BIENVENU, Professeur, Centre des matériaux, MINES ParisTech
M. Henri NGUYEN THI, Professeur, IM2NP, Universités Paul Cézanne Provence et Sud
M. Dominique DALOZ, Professeur, IJL, Ecole des Mines de Nancy
M. Charles-André GANDIN, Directeur de recherche, Cemef, MINES ParisTech
M. François TIEVANT, Ingénieur Méthodes et Procédés, Snecma Groupe SAFRAN

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur

A mes chers parents,
A Wiem et Jacer Mahmoud.

Avant-Propos

Le présent travail a été effectué au Centre de Mise en Forme des matériaux (Cemef) relevant de Mines-ParisTech. Il s'agit d'une convention ANRT - Cifre / Cemef / SAFRAN - Snecma. Je tiens à remercier Jean-Yves GUEDOU, Directeur de Recherche et Développement à Snecma, Yvan CHASTEL et Elisabeth MASSONI, Directeurs du Cemef, pour leur accueil au sein de leurs établissements.

Je tiens à remercier monsieur Yves BIENVENU, Professeur au Centre des matériaux de MINES ParisTech, Henri NGUYEN THI, Professeur au centre IM2NP de l'Université Paul Cézanne Provence et Sud et Dominique DALOZ, Professeur à l'Institut Jean Lamour de l'Ecole des Mines de Nancy, d'avoir accepté d'évaluer mon travail.

J'adresse toute ma gratitude à mon directeur de thèse, Charles-André GANDIN, pour la qualité de son encadrement et sa disponibilité. Je suis infiniment reconnaissant à son accompagnement continu durant la thèse et aux échanges d'idées enrichissants.

Je remercie également toute l'équipe Méthode et Process de la Snecma pour avoir partagé cette expérience avec moi. Je tiens à remercier particulièrement François TIEVANT et Virginie JAQUET pour leur encouragement continu et leur professionnalisme qui ne fait qu'avancer le projet et le rendre plus riche. Merci aussi à Damien PONSEN, Serge FARGEAS, Marie-Christine BARTHELEMY et Martine ZIELLO pour leur interactivité.

Je tiens aussi à remercier Julien ZOLLINGER, Suzanne JACOMET et Bernard TRIGER pour leur encadrement dans le travail expérimental.

Ce travail a été réalisé au sein de l'équipe SP2 (Structures and Properties in Solidification Processes). J'adresse mes remerciements à tous ses membres pour les échanges que nous avons eus ensemble, en particulier à Severine, Hongwei, Damien, Gildas, Tommy, Alexis, Ali, Salem, Benjamin, Shijia et Jean-François.

Je remercie tous les gens du Cemef et de la délégation qui m'ont rendu la vie et les démarches administratives plus faciles.

Je remercie tous les copains pour les bons moments passés ensemble, Jean-Marie pour sa bonne compagnie. Merci aussi à Maha, Okba et Ala pour leur amitié qui m'a rendu la vie plus facile.

Je dédie ce travail à mes parents pour leur dévouement et encouragement durant toutes les périodes de ma vie. Je pense particulièrement à mon regretté père à qui je dois en parti l'homme que je suis devenu.

Mes derniers mots sont à l'attention de Wiem qui m'a rendu la vie si belle depuis qu'elle partage la mienne. Merci pour m'avoir supporté et soutenu dans les moments les plus difficiles. Merci aussi de m'avoir offert la plus belle chose de ma vie, notre enfant Jacer Mahmoud qui ne cesse, depuis sa naissance, de me déborder d'énergie par son adorable sourire matinal.

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 Revue bibliographique.....	5
1.1. Procédé de fonderie de précision.....	6
1.1.1.Principe du procédé de fonderie de précision.....	6
1.1.2.Les alliages base nickel	7
1.1.3.Défauts de solidification des dendrites de grains colonnaires	10
1.2. Phénomènes en solidification	13
1.2.1.Aspect thermodynamique	13
1.2.2.Genèse des microstructures de solidification.....	15
1.3. Cinétique de croissance de la pointe de dendrite.....	19
1.3.1.Problème de diffusion à la pointe de dendrite	19
1.3.2.Stabilité de l'interface solide/liquide	20
1.3.3.Extension pour les alliages multicomposés	23
1.4. Longueurs caractéristiques de la microstructure : espacements interdendritiques primaire et secondaire.....	25
1.4.1.Espacement interdendritique primaire	25
1.4.2.Espacement interdendritique secondaire	26
1.5. Microségrégation dans les alliages métalliques.....	27
1.5.1.Généralité.....	27
1.5.2.La microségrégation dans les alliages binaires.....	28
1.5.3.La microségrégation dans les alliages multicomposés	30
1.6. Simulation du procédé de solidification : méthode des Automates Cellulaires	33
1.7. Conclusion et choix des axes de recherche	36
Chapitre 2 Techniques expérimentales et caractérisations	39
2.1. Trempe en cours de Solidification Dirigée (TSD).....	40
2.1.1.Description du dispositif.....	40
2.1.2.Mesure de la température.....	41
2.1.2.1 Contrôle de la température du four	41
2.1.2.2 Mesure des températures d'équilibre par ATD	42
2.1.2.3 Mesure des températures d'équilibre par TSD	44
2.1.2.4 Comparaison des mesures des températures de transformation	44
2.1.3.Mesure de la microségrégation chimique	45
2.1.4.Mesure de la fraction solide.....	48
2.1.5.Caractérisation morphologique.....	52

2.1.5.1	Espacement interdendritique primaire	52
2.1.5.2	Espacement interdendritique secondaire	53
2.1.5.3	Rayon de la pointe de dendrite	55
2.2.	Analyse EBSD sur des coupes transversales des aubes de turbines monocristallines.....	56
2.3.	Conclusion.....	60
Chapitre 3 Modèle de microségrégation pour les alliages multicomposés.....		61
3.1.	Equations de conservation.....	61
3.1.1.	Conservation de la masse totale et de la masse des solutés	62
3.1.2.	Théorème de prise de moyenne	62
3.1.3.	Hypothèses générales du modèle	63
3.1.4.	Equations moyennes de conservation de la masse totale et de la masse du soluté..	64
3.1.5.	Bilan d'énergie.....	65
3.2.	Hypothèses et équations supplémentaires du modèle.....	66
3.2.1.	Géométrie	66
3.2.2.	Echanges de masse	67
3.2.2.1	Existence des zones, interfaces et frontières	67
3.2.2.2	Densité d'interface.....	67
3.2.2.3	Longueurs de diffusion	68
3.2.3.	Equilibre thermodynamique	70
3.2.4.	Echanges de la chaleur avec l'extérieur.....	70
3.2.5.	Germination	71
3.2.6.	Croissance	71
3.2.6.1	Croissance dendritique	71
3.2.6.2	Croissance globulitique	72
3.3.	Résolution numérique.....	72
3.3.1.	Couplage Thermo-Calc.....	72
3.3.1.1	Notion de segments d'équilibre	73
3.3.1.2	Calcul de l'équilibre thermodynamique	73
3.3.2.	Problèmes et algorithmes de résolution	73
3.3.2.1	Contrôle de la germination des phases	73
3.3.2.2	La cinétique de croissance de la pointe de dendrite	74
3.3.2.3	La composition et la vitesse de l'interface solide $s^{(1)}$ /liquide $l^{(1)}$	75
3.3.2.4	La microségrégation dans les alliages multicomposés	77
3.3.2.5	L'algorithme global du modèle	78
3.3.3.	Approximations numériques.....	80

3.3.3.1	Fonction d'Ivantsov	80
3.4.	Données d'entrée du modèle	80
3.4.1.	Données expérimentales	80
3.4.2.	Tableau de données.....	81
3.4.3.	Données de diffusion	81
3.5.	Résultats de la modélisation	83
3.5.1.	Résultats qualitatifs du modèle	83
3.5.2.	Etude de la sensibilité des paramètres du modèle	86
3.5.2.1	Taille du domaine	86
3.5.2.2	Géométrie de l'enveloppe de grain.....	87
3.5.2.3	Diffusion des solutés	89
3.5.2.4	Espacement interdendritique secondaire λ_2	90
3.5.2.5	Surfusion de germination.....	93
3.5.2.6	Coefficients de Gibbs-Thomson.....	95
3.5.3.	Résultats quantitatifs du modèle	96
3.5.3.1	Chemins de solidification	96
3.5.3.2	Cinétique de croissance de la pointe de dendrite.....	99
3.6.	Discussion.....	101
Chapitre 4 Modélisation Macroscopique de la Solidification		105
4.1.	Modèle des automates cellulaires.....	105
4.1.1.	Principe de l'automate cellulaire	105
4.1.2.	Germination des grains	107
4.1.3.	Croissance des grains.....	109
4.1.4.	Gestion du pas de temps dans l'automate.....	112
4.2.	Couplage Automates Cellulaires – Eléments Finis	113
4.2.1.	Equations macroscopiques.....	113
4.2.2.	Calcul de la fraction de la zone pâteuse.....	114
4.2.3.	Conversion Enthalpie – Température	115
4.2.4.	Algorithmes de couplage	116
4.3.	Allocation dynamique	117
4.3.1.	Connectivité éléments finis – blocs de l'automate cellulaire	118
4.3.2.	Activation et désactivation des blocs, éléments et nœuds	118
4.3.3.	Calcul de la fraction de la zone pâteuse.....	120
4.4.	Résultats et discussion.....	122

4.4.1.Cas test 1 : barre unidimensionnelle	122
4.4.1.1 Cas Al-7%pdSi.....	122
4.4.1.2 Cas AM1.....	126
4.4.2.Cas test 2 : Collerette	130
4.4.3.Cas test 3 : Aube de turbine monocristalline	136
4.5. Récapitulation des résultats de simulation	140
4.6. Discussion.....	142
Conclusion.....	143
Références	145
Annexes	153

Introduction générale

Afin de garantir un meilleur rendement et une durée de vie optimale, les moteurs d'avion utilisent des pièces en superalliages base-nickel dotées d'une forte résistance à des hautes températures et pressions. Ces conditions extrêmes caractérisent en particulier la sortie de la chambre à combustion où la température et la pression du gaz peuvent atteindre respectivement 2100°C et 10 bar. La qualité des pièces réside dans la capacité de sa structure de grain à résister aux efforts de fluage.

La société nationale d'étude et de construction de moteur d'aviation (Snecma-SAFRAN) conçoit et élabore des pièces aéronautiques de géométries complexes en procédant par fonderie de précision à cire perdue. Les aubes de turbine monocristallines sont élaborées pour utilisation dans les moteurs d'avion militaires tels que le moteur M88 de l'avion Rafale. Ces aubes de turbine sont caractérisées par une structure monocristalline tout en gardant une géométrie complexe optimisée pour un meilleur comportement aérodynamique. Elaborer ces aubes de turbines est une étape complexe qui nécessite une maîtrise du procédé de fonderie de précision ainsi que des propriétés de l'alliage.

L'un des défauts couramment rencontrés est celui de la rupture de la monocristallinité des aubes de turbine élaborées par fonderie de précision. Ces pièces comportent alors plus d'un grain dendritique et l'orientation du réseau cristallin n'est ainsi pas issue d'un unique monograin propagé unidirectionnellement (Figure 0-1). Ce défaut résulte généralement de la formation de grains dendritiques qualifiés alors de parasites dans le liquide surfondu, en amont du front de croissance du monograin souhaité.

Afin de réduire le taux de rebut des pièces monocristallines, la Snecma procède par des campagnes d'essais couplées avec la simulation numérique du procédé de fonderie de précision. En conséquence, un critère d'acceptation est défini pour le choix des paramètres du four (gradient thermique, vitesse de tirage, propriété de l'alliage).

Pour prédire la structure de solidification dans les pièces industrielles, le modèle CAFE du logiciel Procast est utilisé. Il propose une résolution numérique des équations de conservation par la méthode des éléments finis (FE). A cette approche est ajoutée celle des automates cellulaires (CA) pour prédire l'avancée du front de croissance, sa surfusion, ainsi que la

germination des grains dans la zone de liquide surfondue. Or ce modèle CAFE n'est aujourd'hui pas utilisé de manière satisfaisante. En effet, la température calculée sur le maillage FE est certes interpolée sur la grille CA, mais aucun retour n'est effectué sur l'écoulement de la chaleur qui ne tient donc pas compte correctement de la formation de la structure. Le chemin de solidification est unique, imposé par des courbes enthalpie-température et fraction de solide-température uniques sans considération de la surfusion du liquide ou de la diffusion des espèces chimiques. La chaleur latente est certes prise en compte, mais elle commence à être libérée au liquidus de l'alliage plutôt qu'aux pointes des dendrites, c'est-à-dire au front de solidification défini par le monograin dendritique. Dans ces conditions, la prédiction tant de l'étendue que de la surfusion de la zone de liquide surfondue devant le monograin dendritique n'est pas valable. Cela est particulièrement vrai dans les zones de faible gradient de température. Etant donné qu'une prédiction correcte de cette zone surfondue est nécessaire pour modéliser correctement le risque de germination parasite, il convient donc de modifier le couplage CAFE. Pour ce faire, deux directions sont prises. La première consiste à développer un modèle de microségrégation tenant compte de la surfusion des pointes des dendrites et de la diffusion dans les phases solide et liquide pour prédire des chemins de solidification fonction de la vitesse de refroidissement locale dans la pièce en cours de solidification. La seconde se base sur une modification du couplage CAFE.

Le présent rapport est composé de quatre chapitres. Le premier chapitre constitue une synthèse des recherches bibliographiques effectuées sur la modélisation de la solidification dans les alliages binaires et multicomposés. Ce chapitre introductif part d'une explication du procédé de fonderie de précision et des défauts de solidification observés. Ensuite, le phénomène de solidification est introduit sous deux aspects : thermodynamique et structural. L'écart à l'équilibre thermodynamique constitue la force motrice de la solidification. Les différents travaux de modélisation de la solidification utilisant cette notion sont présentés dans la partie de la cinétique de croissance de la pointe de la dendrite. Sont aussi présentés dans ce chapitre les modèles de grossissement des bras dendritiques primaires et secondaires et les modèles de microségrégation chimique dans les alliages binaires et multicomposés. Enfin, la dernière partie de ce chapitre est consacrée aux méthodes de simulations utilisées pour simuler la solidification à une échelle macroscopique, en particulier la méthode CAFE.

Le deuxième chapitre porte sur les travaux expérimentaux effectués. La première expérience est une trempe en cours de solidification d'un échantillon en AM1 dans un four de type Bridgmann. Cette expérience a pour objectif de fournir les données nécessaires pour la validation du modèle de microségrégation développé. Dans la deuxième partie du chapitre, des analyses EBSD sont effectuées sur des coupes transversales de deux aubes de turbine ayant deux défauts différents. Ces analyses ont permis de comprendre l'origine de la formation de ces défauts et de faire des mesures de désorientation relative des défauts par rapport au monograin.

L'implémentation du modèle de microségrégation et de cinétique de pointe a été effectuée dans le troisième chapitre de la thèse. Ces modèles utilisent les propriétés de l'alliage AM1 ainsi que les conditions de refroidissement imposées sur un volume élémentaire pour calculer la croissance de la structure dendritique en présence des surfusions cinétiques et chimiques. La première partie de ce chapitre constitue la formulation des équations du modèle ainsi que les hypothèses adoptées. La deuxième partie montre les résultats qualitatifs et quantitatifs du modèle.

Le dernier chapitre caractérise la simulation de la solidification dendritique à une grande échelle, l'échelle de la pièce industrielle. Le couplage CAFE est amélioré. L'approche est détaillée dans la première partie. L'implémentation de l'algorithme et la gestion de la mémoire sont présentées par la suite. Enfin, des applications du modèle CAFE sont données, montrant la différence introduite par rapport à un calcul sans couplage.

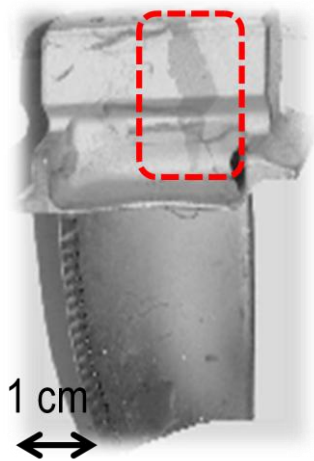


Figure 0-1 : Exemple de défaut de sélection de grain dans une aube de turbine monocristalline.

Chapitre 1

Revue bibliographique

L'industrie aéronautique utilise des pièces industrielles exposées continuellement à des conditions extrêmes de température et de pression. Pour garantir la tenue aux efforts de fluage et de fatigue, le procédé de fonderie de précision élabore des pièces ayant une structure cristallographique et une géométrie capables de satisfaire l'exigence demandée. Cependant, des défauts de solidification risquent de provenir pour différentes raisons. Etudier expérimentalement les causes de ces défauts s'avère une solution coûteuse en temps et en argent. Pour ce faire, la modélisation et la simulation constituent donc un remède intéressant qui offrent des solutions rapides couplant propriétés et procédé.

Dans ce chapitre introductif, une synthèse des travaux de recherche traitant la modélisation et la simulation de la solidification dans les alliages multicomposés est exposée.

La première partie présente le procédé de fonderie de précision utilisé pour l'élaboration des pièces monocristallines. Les défauts de solidification sont ensuite analysés.

La deuxième partie permet d'expliquer, à partir d'une étude thermodynamique, comment l'écart à l'équilibre constitue la force motrice de la solidification.

Dans la troisième partie, une description de la croissance des structures de solidification est donnée. On montre les différentes approches qui ont permis de modéliser la croissance dendritique dans les alliages binaires et multicomposés.

La quatrième partie est consacrée à la caractérisation de la microségrégation qui représente les hétérogénéités chimiques dans les différentes phases présente dans un alliage au cours de sa solidification.

Enfin, la dernière partie permet de présenter une approche numérique utilisée pour simuler le phénomène de solidification à des échelles macroscopiques. Il s'agit de la méthode des automates cellulaires couplée avec la méthode des éléments finis.

1.1. Procédé de fonderie de précision

1.1.1. Principe du procédé de fonderie de précision

La fonderie de précision est une technique utilisée initialement pour l'élaboration de petites pièces à faible sollicitation mécanique. L'élaboration de ces pièces s'effectuait par fusion au four à induction sous vide suivie par une refusion à électrode consommable sous vide. A partir des années 1960, pour obtenir des alliages plus résistants à chaud, la fonderie de précision a été proposée. Cette technique est basée sur une refusion et une coulée des pièces sous vide. Un noyau céramique est utilisé pour élaborer des pièces creuses, telles que les aubes de turbine, comportant des circuits de refroidissement dont l'épaisseur est de l'ordre de 0.5mm.

Le procédé de solidification dirigée, utilisé dans la fonderie de précision, a débuté dans les années 1970 pour élaborer des aubes de turbine faites d'un ou plusieurs grains colonnaires présentant un axe $\langle 100 \rangle$ aligné avec la direction principale de sollicitation. L'intérêt de la texture colonnaire est d'éliminer les joints de grains perpendiculaires à la contrainte principale induite par la force centrifuge. Cela permet d'augmenter la durée de vie de la pièce en empêchant d'une part le glissement le long des joints et d'autre part la cavitation sur les joints perpendiculaire à l'axe de l'aube [Lesoult, 2010].

La Figure 1-1 représente le dispositif de solidification utilisé pour l'élaboration des pièces unidirectionnelles et monocristallines. D'abord, le métal liquide surchauffé remplissant le volume à l'intérieur d'un moule est mis en contact avec le refroidisseur au niveau de la sole en cuivre. La surchauffe du moule à l'intérieur du four peut être maintenue par rayonnement à partir d'un suscepteur en graphite chauffé par induction sous gaz inerte ou sous vide pour éviter l'oxydation. Par la suite, un gradient thermique est créé lorsque le moule atteint la température visée. Ce gradient est important selon l'axe principal du moule. En déplaçant le moule à une vitesse programmée dans le système de refroidissement, la solidification commence à partir de la surface de la sole en cuivre. Pendant la solidification, le front solide et la zone pâteuse sont maintenus au niveau de l'écran thermique à la base du suscepteur. Le moulage de la pièce monocristalline diffère de celui de la pièce unidirectionnelle par l'ajout d'un sélecteur de grain au dessous de la zone utile de la pièce. Ce sélecteur, parfois appelé « pig tail », permet de favoriser la compétition des grains et d'en sélectionner un ayant une direction $\langle 100 \rangle$ alignée avec l'axe principal du moule.

En pratique, il est difficile de contrôler les flux de chaleur au cours de la solidification. La géométrie complexe des pièces, le rayonnement entre-elles dans une même grappe, ou avec le refroidisseur, la présence des impuretés dans le métal liquide ou encore la modification du gradient thermique en présence de solide en cours de formation sont des facteurs qui déstabilisent le flux de chaleur souhaité. Par suite, on risque d'avoir des défauts de solidification tels que la germination parasite, les freckles ou les micro/macro porosités,...

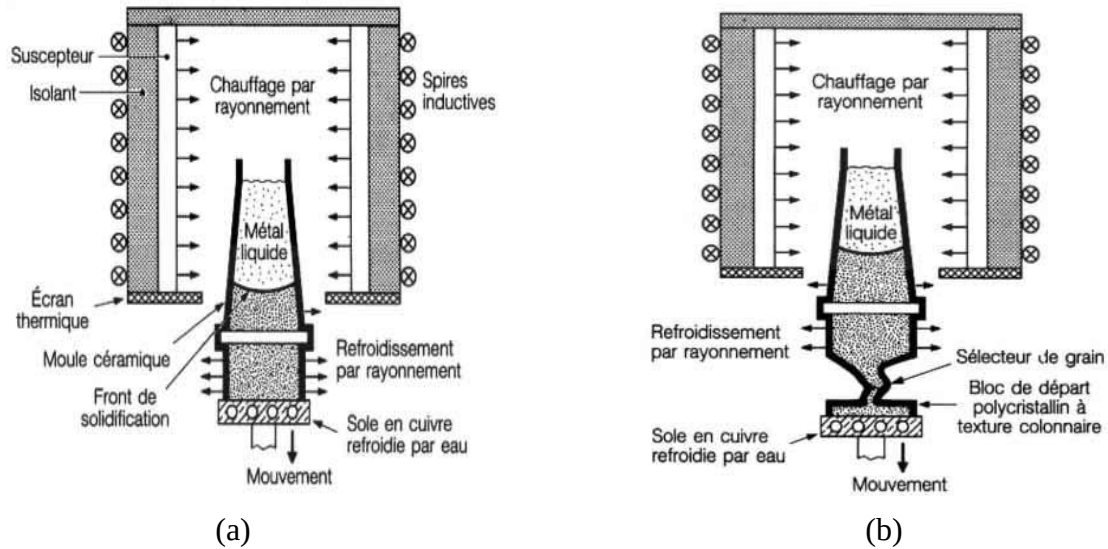


Figure 1-1 : Schéma représentatif du principe du procédé de fonderie pour la fabrication (a) des pièces colonnaires et (b) des pièces monocristallines. Le dispositif est le même. La seule différence consiste à ajouter un sélecteur de grains entre la sole refroidie et la partie utile du moule. [Lesoult, 2010]

Pour contrôler la structure de solidification, il est donc nécessaire de remplir les deux conditions :

- extraction unidirectionnelle de la chaleur de façon à avoir des isothermes planes perpendiculaires au flux de chaleur et à l'axe principal de la géométrie;
- gradient thermique positif dans le liquide en avant du front de solidification.

1.1.2. Les alliages base nickel

Les alliages base-nickel sont des matériaux métalliques complexes dotés d'une tenue mécanique à haute température et d'une résistance à l'oxydation ou à la corrosion à chaud. Ces superalliages sont élaborés par fonderie de précision ou par métallurgie des poudres. Ils sont utilisés généralement pour élaborer des pièces des turbines à gaz industrielles ou marines et de turbomachines aéronautiques. Dans les superalliages base nickel, on distingue plusieurs éléments capables de fournir différentes phases et microstructures développées selon un traitement thermique choisi. La particularité des superalliages réside dans la cohérence cristallographique entre la structure de la matrice austénitique FCC γ et la phase γ' $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. Toutes les deux ont une structure cubique à faces centrées dont les paramètres cristallographiques sont très proches (paramètre de la maille : FCC $a_\gamma = 3.532 \text{ \AA}$, Ni_3Al $a_{\gamma'} = 3.561\text{--}3.568 \text{ \AA}$).

La matrice nickel (structure γ) est caractérisée par sa résistance aux efforts de fluage à haute température. L'aluminium et le chrome sont des éléments importants qui favorisent la tenue à l'oxydation et à la corrosion à chaud dues à la présence d'oxygène ou de polluants (Na, Ca,...). Le tantale, le molybdène et le tungstène permettent d'améliorer le durcissement par la formation des solutions solides. Le durcissement est aussi amélioré par précipitation de

carbures (Cr, Mo, Nb, W, Ti) ou par précipitation de la phase γ' Ni₃ (Al, Ti) stable à 1100 °C. Le hafnium est ajouté afin d'améliorer la ductilité en fluage de l'alliage et de réduire les risques de la crique à chaud. L'intérêt de l'ajout du cobalt est d'améliorer la tenue en fatigue thermique et faciliter la mise en œuvre (soudabilité).

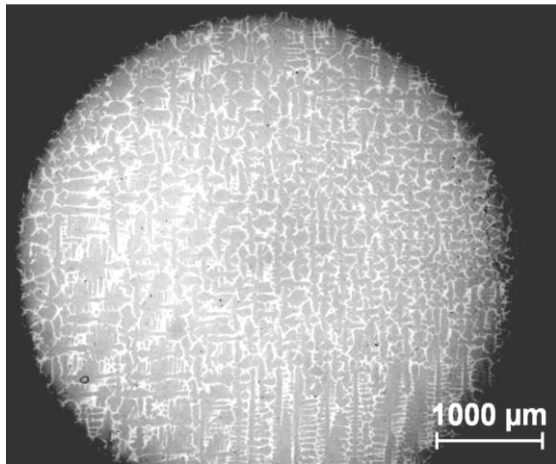
L'Alliage Monocristallin de première génération (AM1) est un superalliage base nickel utilisé pour élaborer des pièces monocristallines et en particulier des aubes de turbine utilisées dans les moteurs d'avion. Cet alliage, utilisé par la Snecma depuis les années 80, a la particularité d'une structure métallurgique très homogène et l'absence de joints de grains, zones fragiles pour la rupture en fluage de la pièce. L'aspect monocristallin des pièces confère une capacité à résister aux forts efforts de fluage sous des hautes températures (~2000°C) et pressions (~10bars) du gaz dans le moteur. La composition nominale de l'alliage AM1 est donnée par le Tableau 1-1:

Elément	Ni	Ta	Al	Ti	W	Co	Cr	Hf	Mo
Composition (%pds)	base	8	5.3	1.2	5.5	6.5	7.5	0.001	2

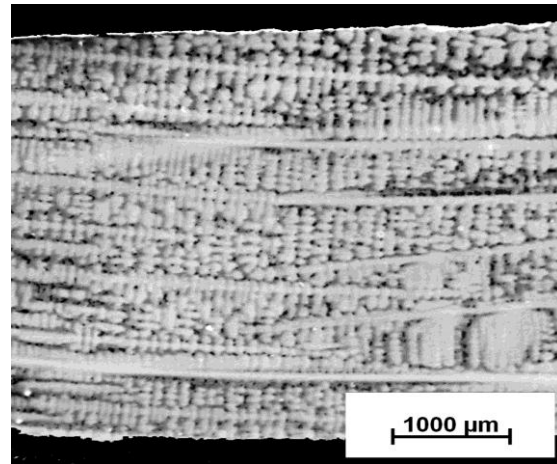
Tableau 1-1: Composition nominale de l'AM1

La Figure 1-2 montre les structures observées sur un barreau cylindrique en AM1 dans son état brut de coulée élaboré sous solidification dirigée selon son axe. Sur une coupe transversale perpendiculaire à la direction du flux de chaleur, on observe une distribution homogène des axes primaires des dendrites (Figure 1-2-(a)). La densité d'axes primaires est de l'ordre de 11 mm⁻². Ces dendrites ont une structure colonnaire qui se développe parallèlement à la direction du gradient thermique (Figure 1-2-(b)). Le branchement dendritique est caractérisé par le développement des bras secondaires perpendiculairement à la direction des bras dendritiques primaires. L'espacement interdendritique secondaire est de l'ordre de 100µm alors que celui des bras dendritiques primaires est de 300µm. La taille du grain dépend du taux de refroidissement imposé (Figure 1-2 : 0.26 °C.s⁻¹).

La Figure 1-2-(c) montre la distribution des structures eutectiques sur la surface de la coupe transversale. On observe des poches d'eutectiques de petites tailles entre les bras de dendrite. La Figure 1-2-(d) montre une structure lamellaire d'une taille de l'ordre de 40µm ayant été formée après une transformation (liquide $\rightarrow \gamma + \gamma'$) dans le liquide interdendritique. Une autre observation de cette structure interdendritique a été proposée par D'Souza [D'Souza, 2009] sur le superalliage base-nickel CMSX4. En effet, D'Souza a considéré que la zone interdendritique est composée de deux structures différentes : une structure péritectique ayant des particules ellipsoïdales grossières γ' séparées par des chaînes γ qui les relient et une structure eutectique qui constitue le réseau fin $[\gamma + \gamma']$ (Figure 1-2-(d)).

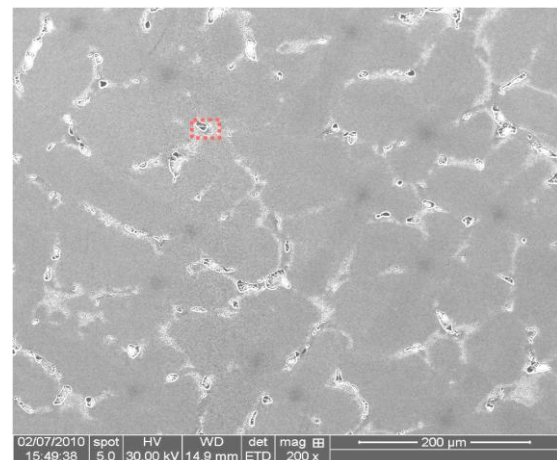


(a)

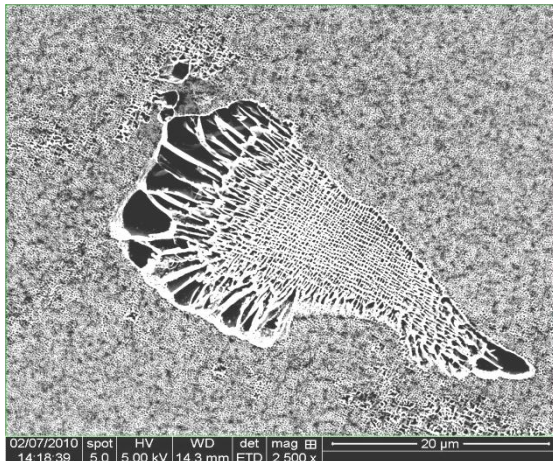


(b)

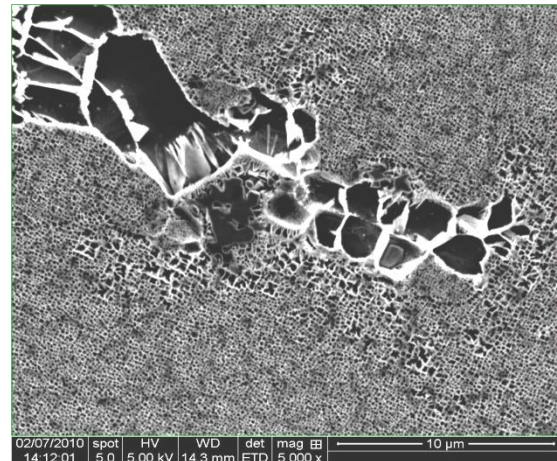
Figure 1-2: Images prise par le microscope électronique à balayage (images a, c et d) et par microscopie optique (image b) d'un échantillon cylindrique en AM1 solidifié sous un gradient de 26 K.cm^{-1} et à une vitesse de 6 mm.min^{-1} : (a) densité de grains sur la coupe transversale de l'échantillon à la température 1275°C (b) structures colonnaires des grains sur la coupe longitudinale (c) dispersion des poches de l'eutectique entre les bras de dendrites sur un plan perpendiculaire à l'axe des dendrites à une température 1275°C (d) la structure lamellaire de l'eutectique ternaire formé par précipitation de la phase γ' dans la matrice γ et (e) péritectique (γ' majoritaire).



(c)



(d)



(e)

L'agrandissement sur une zone joignant les deux structures primaires et eutectiques montre la présence des lamelles de l'eutectique ainsi que de petits cubes noirs dans la matrice γ . Ces cubes représentent des précipités γ' formés après une transformation solide ($\gamma \rightarrow \gamma + \gamma'$). Étant donné que cette transformation devrait débuter à environ 1267°C , l'apparition des cubes à la température 1275°C peut être expliquée par la solidification au cours de la trempe de l'échantillon à une vitesse de tirage importante.

1.1.3. Défauts de solidification des dendrites de grains colonnaires

Les défauts de solidification des structures colonnaires de grains représentent des inhomogénéités structurales dans les pièces souhaitées monocristallines (ex : freckles, microporosités, grains parasites, les slivers,...). Dans l'industrie, des normes de tolérance ont permis de classer ces défauts selon leurs impacts sur le comportement thermique et mécanique de la pièce. Les grains parasites sont des défauts importants qui se forment au cours de la solidification des pièces dont les joints de grains sont observés avant et après les traitements thermiques d'homogénéisation.

Expérimentalement, l'observation des grains parasites s'effectue par macrographie. La pièce solidifiée subit un traitement par voie chimique ou électrolytique. Les zones fortement contrastées marquent la présence de grains parasites séparés du grain sélectionné par des joints de grains. Les zones faiblement contrastées représentent des faibles désorientations du réseau cristallographique de la dendrite renfermant des sous-joints de grains (Figure 1-3).

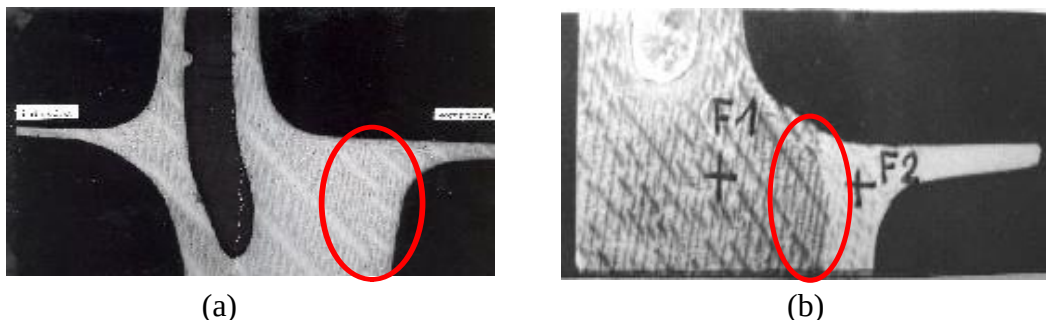


Figure 1-3: Macrographie d'une structure solidifiée directionnellement (alliage MARM200) représentant des défauts de (a) faible désorientation cristallographique ($<4^\circ$) et de (b) grain parasite à forte désorientation ($>6^\circ$) [Snecma -1]

De nombreux mécanismes contribuent à la formation de ces grains « parasites » : la complexité de la géométrie des pièces, la cinétique de la solidification, les paramètres du four, etc. Tous ces mécanismes influencent les courbures des isothermes mesurées au cours de la solidification. Des études expérimentales ont été menées pour comprendre les causes de la germination parasite dans les aubes de turbine.

1.1.3.1. Courbure de l'isotherme et influence de la surfusion

Généralement dans les laboratoires, les éprouvettes solidifiées sous des conditions de Bridgman ont une section constante et de petite dimension dans la direction transversale. Par suite, le gradient thermique appliqué est principalement unidirectionnel avec un faible flux de chaleur latéral axisymétrique résiduel. En revanche, la géométrie des pièces réelles est plus complexe (aubes de turbines). Par conséquent, le flux de chaleur est dissymétrique. Le changement abrupt de section peut induire des clusters de porosité ou une recristallisation due à des déformations et des contraintes induites [Goldschmidt, 1992].

Goldschmidt et al. [Goldschmidt, 1992] ont fait des expériences de solidification sur des aubes de turbine de superalliages CMSX-6 et SRR99. Ils ont remarqué que les courbes des

isothermes sont fortement influencées par la vitesse de refroidissement, la surfusion, le système d'écran thermique (par radiation) entre les zones froides et chaudes et la géométrie de la pièce coulée.

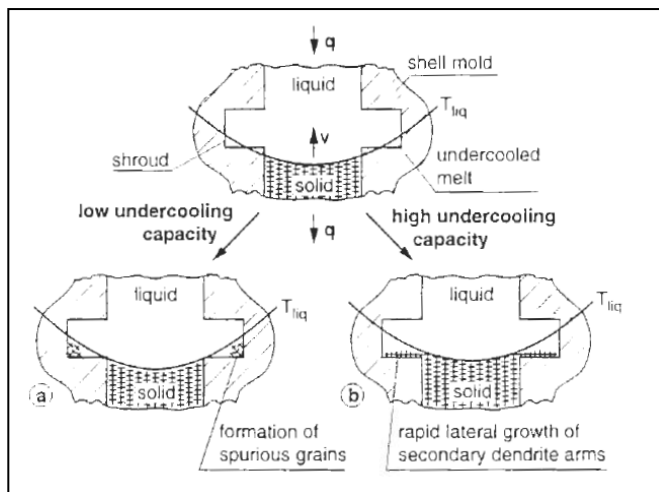


Figure 1-4 : En fonction de la surfusion du superalliage, la courbe concave de l'isotherme du liquidus peut causer (a) la formation des grains parasites à une surfusion de 17°C (low undercooling) au niveau de la plateforme (vitesse de tirage de 5mm/min) (b) la croissance latérale rapide des bras secondaires à une surfusion de 27°C (high undercooling) au niveau de la plateforme (vitesse de tirage de 10 mm/min) [Meyer ter Vehn, 1996]

Une faible vitesse de tirage (1 à 2 mm/min) induit une faible courbure concave de l'isotherme du liquidus du côté du coin extérieur (en face de l'inducteur) et une faible courbure convexe du côté intérieur.

La courbure concave dans les deux zones est retrouvée en imposant une vitesse de tirage élevée (5 à 10 mm/min). Dans ce cas, la température du bord de la plateforme est inférieure à celle de la température du liquidus et les pointes des dendrites primaires sont encore incapables d'atteindre cette zone. Il résulte alors – selon l'importance de la surfusion – une germination hétérogène ou un développement rapide des bras secondaires de dendrite (Figure 1-4). Pour les superalliages SRR99 et CMSX-6, des surfusions maximales de l'ordre de 17 et 27 degrés sont respectivement mesurées. Le développement des bras de dendrite s'accompagne d'une libération de chaleur très importante en provoquant une recalescence dans le liquide surfondu. Par conséquent, les bras dendritiques secondaires risquent de refondre et de reformer un nouveau grain par germination hétérogène ou par fragmentation (Figure 1-5).

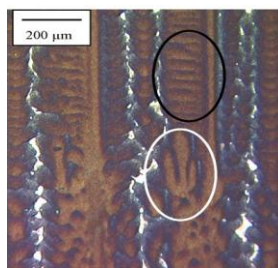


Figure 1-5 : Micrographie de la structure dendritique d'un superalliage CMSX4 qui montre une formation d'un nouveau grain (cercle blanc) après fragmentation des bras de dendrites secondaires (cercle noir) [Yang, 2005]

En outre, le changement brusque de la section et de la vitesse de tirage peut provoquer la distorsion de la matrice du monograin (structure mosaïque) due au changement des régimes de croissance dans la zone de surfusion [Goldschmidt, 1992]. Lorsque la courbure de l'isotherme du liquidus est convexe, un risque de microporosités peut avoir lieu dans la plateforme. Sous une faible vitesse de refroidissement ($v < 2\text{mm/min}$), le volume peut subir

un retrait de 1 à 3% qui ne peut pas être compensé par un approvisionnement en liquide. On trouve à la fin de la solidification des amas de porosités ouvertes [Goldschmidt, 1992].

Meyer et al. [Meyer ter Vehn, 1996] ont proposé des solutions technologiques pour réduire les surfusions au niveau des plateformes des aubes de turbines monocristallines élaborées en superalliages CMSX-6 et le SC-16. Ils ont montré que ces surfusions diminuent en appliquant une vitesse de refroidissement plus faible ou en renforçant l'isolation du moule au dessus de la plateforme par l'ajout d'une couche isolante de $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$.

1.1.3.2. Compétition et croissance des structures colonnaires

Le contrôle de la vitesse de croissance des dendrites est d'une grande importance afin d'optimiser la qualité et le coût du procédé. Toutefois, une fluctuation de ce paramètre peut créer plusieurs cristaux isolés par fragmentation des bras de dendrite [Jackson, 1966]. Cette fluctuation est due à un mélange de courants convectifs (naturels ou forcés) dans le liquide au voisinage du bras de dendrite.

La croissance des structures colonnaires dans un procédé de solidification dirigée n'est pas la même d'une zone à une autre. Gandin et al. [Gandin, 1995] ont étudié l'extension dans une région liquide d'un monograin ayant passé un coin rentrant. Les branches secondaires des dendrites débordant dans le coin rentrant remplissent la zone liquide ouverte surfondue jusqu'à atteindre le bord de l'échantillon. Ces branches sont alors bloquées et de nouvelles branches tertiaires sont initiées à croître parallèlement aux branches primaires. Cette configuration est critique parce qu'il peut y avoir une désorientation de ces nouvelles branches tertiaires par refusion partielle induite par la recalescence. Une distorsion de la texture du grain peut également se former.

Un modèle analytique a été développé par De Bussac et Gandin [De Bussac, 1997] afin de prédire les zones de formation des grains parasites à partir d'une étude paramétrique. Une fenêtre évitant la germination des grains parasites est représentée dans le diagramme gradient thermique (G) - vitesse des isothermes (v_L) (Figure 1-6).

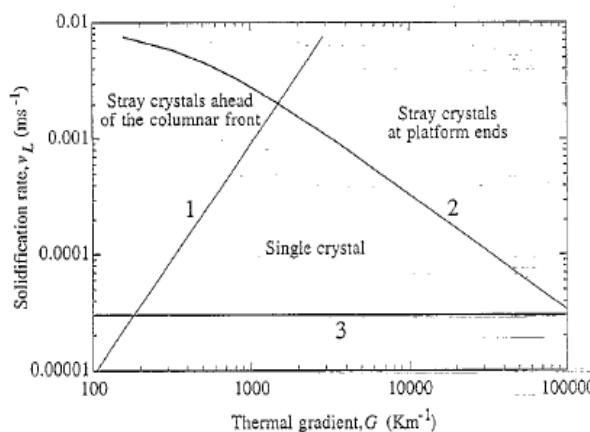


Figure 1-6: Diagramme gradient thermique (G) - vitesse des isothermes (v_L) pour un procédé de solidification dirigée montrant les risques d'apparition (1) de grains parasites devant le front colonnaire, (2) de grains parasites aux bords de la plateforme et (3) la limite du procédé [De Bussac, 1997]

Les études expérimentales des défauts de solidification ont montré l'importance des courbures des isothermes dans la germination des grains « parasites » dans les pièces monocristallines. Pour pouvoir prédire ces courbures par modélisation, il est nécessaire de quantifier les apports en énergie des structures solidifiées au cours de leur croissance. Dans la suite de ce chapitre, nous proposons une démarche bibliographique qui permet de comprendre les différentes étapes de modélisation de la solidification dans les alliages et la simulation de la croissance des structures solidifiées.

1.2. Phénomènes en solidification

1.2.1. Aspect thermodynamique

Le métal pur ou l'alliage peut exister sous différents états (solide, liquide, gazeux,...) dans un même système. Chaque état possède un domaine de stabilité conditionné par un ensemble de paramètres nécessaires pour le définir parfaitement. Ces paramètres sont appelés **des variables d'état**. Les variables d'état constituent généralement des grandeurs physiques intensives telles que la température, la pression, le volume, la composition chimique, etc. **Le diagramme de phase** est une représentation des domaines de stabilité des différents états homogènes (phases). Ce diagramme donne une indication sur l'évolution d'un système ou l'ordre d'apparition des phases stables en fonction des variables d'état. Les domaines de stabilité des phases sont séparés par des frontières qui représentent l'équilibre entre-elles.

La variance d'un système constitue le nombre des variables d'état capables de définir parfaitement son état. Ces variables sont dites **des facteurs de l'équilibre**. De façon générale, la variance d'un système est donnée par la règle de Gibbs :

$$v = n + 2 - \varphi \quad (1-1)$$

n est le nombre de composants ou éléments chimiques indépendants existant dans le mélange et φ le nombre des phases présentes. Le nombre 2 représente les deux variables température et pression.

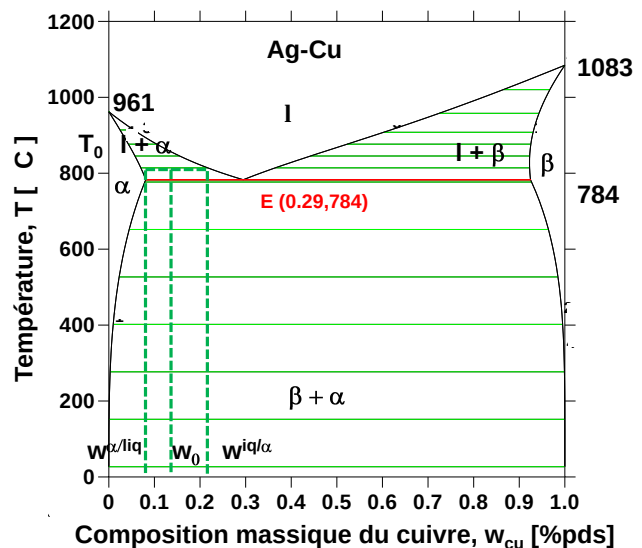
Pour un système binaire, la variance est égale à $4 - \varphi$. Dans un domaine monophasé ($\varphi = 1$), la température, la pression et la composition chimique d'une phase varient indépendamment. Lorsque la pression est fixée dans un système, on peut ramener le diagramme de phase à un plan (w , T) dont le domaine monophasé constitue une surface. Lorsque le domaine est biphasé ($\varphi = 2$), à pression constante, une seule variable d'état peut déterminer toutes les autres variables à l'équilibre. On parle ainsi d'**un équilibre monovariant**. Pour illustrer, en fixant la température on peut déterminer la composition d'équilibre des deux phases et, réciproquement, si on fixe la composition on peut retrouver les températures d'équilibre des deux phases. Dans le diagramme binaire Argent (Ag) – Cuivre (Cu) schématisé à la Figure 1-7, le domaine biphasé est délimité par les deux courbes d'équilibre : une courbe du côté de

la phase liquide appelée **le liquidus** et une autre courbe du côté du solide α ou β appelée **le solidus**. Le choix d'une température T_0 et une composition atomique d'alliage w_0 dans un domaine biphasé permet de déduire les compositions du liquide et du solide à l'équilibre données respectivement par $w^{\text{liq}/\alpha}$ et $w^{\alpha/\text{liq}}$. Le segment reliant les deux points d'intersection est appelée **ligne de conjugaison** ou **conode**. La fraction de la phase solide selon la règle du Levier est déduite à partir des compositions à l'équilibre :

$$g^s = \frac{(w^{\text{liq}/\alpha} - w_0)}{(w^{\text{liq}/\alpha} - w^{\alpha/\text{liq}})} \quad (1-2)$$

Si le domaine est triphasé ($\phi = 3$), on obtient un équilibre invariant représenté par un point triple **E** sur le diagramme (w, T). Ce point caractérise la coexistence des trois phases l, α et β en équilibre. Dans ce cas, cet équilibre caractérise le début et la fin d'une **transformation eutectique** à la température eutectique $T_E = 784^\circ\text{C}$.

Figure 1-7: Diagramme binaire Ag-Cu : les liquidus et les solidus sont respectivement les courbes rouges et bleu. Le segment vert représente le segment invariant de l'eutectique. Le choix d'un point (w_0, T_0) dans un domaine biphasé permet la lecture respective des compositions du liquide et du solide en équilibre sur les courbes du liquidus et du solidus.



Les principes appliqués sur l'alliage binaire restent toujours valables pour les alliages multicomposés. La difficulté réside toutefois dans la représentation des diagrammes de phase qui n'est aisément possible que jusqu'à un alliage ternaire.

Le diagramme de phase n -aire d'un alliage tel que l'AM1 ne peut pas être présenté de manière similaire à la Figure 1-7. Toutefois, la règle de Gibbs reste applicable. L'équilibre thermodynamique découle du deuxième principe de la thermodynamique qui postule que pour un système fermé isotherme et isobare, l'équilibre est atteint lorsque l'enthalpie libre du système (Energie libre de Gibbs) est minimale. Le problème se ramène à optimiser les équations d'énergie libre du système sous contrainte des variables d'état fixés. La représentation d'enthalpie libre des phases comme fonction des variables d'état et la résolution numérique du problème de minimalisation de l'enthalpie d'un système constituent la méthode **CALPHAD** (CALculations of PHase Diagram) [Spencer, 2007].

Plusieurs logiciels sont basés sur la méthode **CALPHAD** pour proposer une solution du diagramme de phase multicomposé :

- **Thermo-Calc** développé et commercialisé par Thermo-Calc Software AB, entreprise relevant du département des matériaux de l'Institut Royal de Technologie de Stockholm (KTH, Suède) [Andersson, 2001].
- **FactSage** : c'est la fusion en 2001 des deux logiciels **ChemSage** et **F*A*C*T** appartenant respectivement aux entreprises Thermfact/CRCT (Montréal, Canada) et GTT-Technologies (Aix-la-Chapelle, Allemagne) [Balea, 2009];
- **MTDATA** (Metallurgical and Thermochemical DATAbank) développé par le Laboratoire National de Physique de Middlesex (Royaume-Uni) [Davies, 1989];
- **PANDAT** développé et commercialisé par le laboratoire de recherche CompuTherm LLC à Madison (Etats-Unis) [Chen, 2002-1];

Dans le contexte de ce projet, le logiciel ThermoCalc (version S) est utilisé afin de calculer l'équilibre des phases pour un alliage multicomposé. Pour les superalliages base nickel, NI20 (Septembre 2010) et MOBNI2 (Février 2011) sont les bases de données utilisées dans ce travail pour calculer respectivement les équilibres thermodynamiques et les coefficients de diffusion des solutés pour l'alliage. Thermo-Calc dispose aussi d'une interface Fortran appelé **TQ-Interface**.

1.2.2. Genèse des microstructures de solidification

Les diagrammes de phase évoqués dans la partie précédente permettent de décrire l'état d'équilibre du système à partir de ses variables d'état. Cette représentation n'est valide que si les solutés diffusent parfaitement dans le liquide et le solide. Dans ce cas, la solidification d'un alliage tel celui de composition w_0 de la Figure 1-7 commence à la température du liquidus et se termine à la température du solidus. Néanmoins, ce type de transformation demande une durée élevée pour atteindre un régime de mélange complet des espèces chimiques. Vu la rapidité des procédés de solidification, ce régime est rarement atteint.

L'écart à l'équilibre entre les phases solide et liquide est défini par la différence entre la température de liquidus donnée par le diagramme de phase et la température réelle de l'interface solide/liquide. Cet écart à l'équilibre, appelé **surfusion**, est liée à la force motrice de solidification des alliages. La surfusion a diverses origines couplées.

1.2.2.1. Ecart à l'échelle macroscopique

A l'échelle macroscopique, l'échelle du grain, des phénomènes de convection et de conduction thermiques et solutales ont lieu au cours de la solidification. Le rejet des solutés dans le liquide provoque des courants de convection au voisinage de l'interface solide/liquide. Ces courants s'ajoutent aux courants convectifs existant dans le métal liquide chaud. Les

courants de convection dans le métal liquide jouent un rôle important dans le transport des solutés. La variation globale de la composition de l'alliage constitue le phénomène de la ségrégation macroscopique appelé encore la **macroségrégation**. La Figure 1-8 représente les variations de la température et de la composition dans un cas de solidification dirigée. Il existe des couches limites de diffusion de la température et du soluté entre la zone pâteuse refermant le solide et le liquide. Ces couches sont caractérisées par des longueurs de diffusion thermique l_{th}^l et chimique l_c^l . Ces deux grandeurs sont respectivement exprimées par les relations :

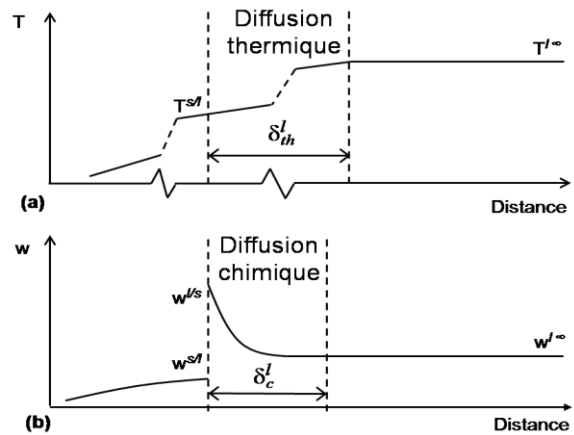
$$l_{th}^l = \frac{D_{th}^l}{v} \quad (1-3)$$

$$l_c^l = \frac{D_c^l}{v} \quad (1-4)$$

D_{th}^l et D_c^l sont respectivement les diffusivités thermique et solutale dans le liquide. v constitue la vitesse d'avancée du front de solidification appelée vitesse de solidification.



Figure 1-8 : Profil (a) de température et (b) de composition en solidification dirigée d'un alliage binaire [Lesoult, 1986]. A l'interface entre la zone pâteuse et le liquide, il y a (a) une couche limite de diffusion thermique et (b) une couche limite de diffusion chimique. Le profil de composition correspond à un coefficient de partage du soluté inférieur à l'unité ($k < 1$) au niveau de l'interface entre le liquide et le solide de la zone pâteuse.



La diffusivité thermique s'exprime en fonction de κ^l la conductivité thermique du liquide et C_p^l sa capacité calorifique volumique par :

$$D_{th}^l = \frac{\kappa^l}{C_p^l} \quad (1-5)$$

Il est important de connaître l'ordre de grandeur des deux longueurs de diffusion pour réussir le choix des hypothèses de modélisation aux échelles convenables. Dans le cas du procédé de solidification dirigée utilisé dans l'élaboration des aubes de turbine monocristallines, la vitesse de solidification est de l'ordre de $100 \mu\text{m.s}^{-1}$. Pour les alliages métalliques, les coefficients de diffusion des solutés dans le liquide sont de l'ordre de $10^{-9} \text{m}^2.\text{s}^{-1}$. Par suite la longueur de diffusion chimique est de l'ordre de $10 \mu\text{m}$. D'autre part, étant donnée que la diffusivité thermique de l'AM1 est de l'ordre de $10^{-5} \text{m}^2.\text{s}^{-1}$, la longueur de diffusion thermique a pour ordre de grandeur 10cm soit dix-mille fois plus que la longueur de diffusion chimique.

L'effet des couches limites de diffusion thermique et chimique sur l'équilibre thermodynamique du système se traduit par des surfusions thermique ΔT_{th} et chimique ΔT_{c} . Dans le cas d'une zone pâteuse renfermant des grains équiaxes, la surfusion thermique s'exprime par la différence entre la température du liquide à l'infini et la température de l'interface solide/liquide :

$$\Delta T_{\text{th}} = T^{s/l} - T^{\infty} \quad (1-6)$$

Pour un alliage binaire, la surfusion chimique est proportionnelle à la pente du liquidus m ainsi que la **sursaturation chimique** donnée par la différence entre la composition du liquide à l'infini (liquide homogène) w^{∞} et la composition du liquide à l'interface solide/liquide $w^{l/s}$ [Kurz, 1998] :

$$\Delta T_{\text{c}} = m (w^{\infty} - w^{l/s}) \quad (1-7)$$

1.2.2.2. Ecarts à l'échelle microscopique

La croissance d'une interface solide/liquide au cours de la solidification est généralement instable. Dans le cas de la croissance équiaxe par exemple, les gradients chimiques et thermiques à l'échelle de l'interface ont tendance à déstabiliser une interface initialement plane (augmenter la courbure de sa surface). Les morphologies observées dans les structures des grains sont ainsi liées à la croissance dendritique. L'effet de courbure à l'interface se traduit par une surfusion de courbure et s'exprime par la relation de Gibbs-Thomson :

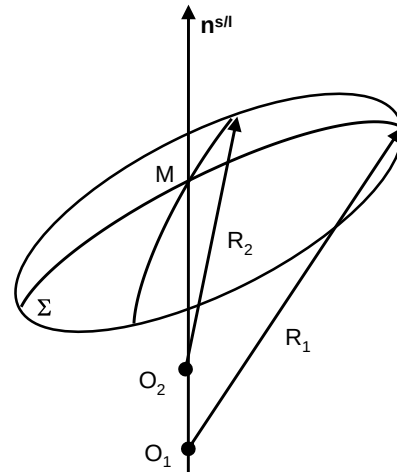
$$\Delta T_{\text{T}} = \Gamma \kappa \quad (1-8)$$

Γ est la constante de capillarité ou le coefficient de Gibbs-Thomson. Cette grandeur est de l'ordre de 10^{-6}K.m pour la plupart des métaux. κ désigne la courbure locale de l'interface donnée par l'expression :

$$\kappa = 1/R_1 + 1/R_2 \quad (1-9)$$

R_1 et R_2 sont les deux rayons principaux de la courbure (Figure 1-9).

Figure 1-9 : Définition des rayons de courbure principaux R_1 et R_2 de l'interface s/l ayant pour normale $\mathbf{n}^{s/l}$ en un point M et orientée du solide s vers le liquide l [Lesoult, 2010].



A l'interface solide/liquide, l'attachement ou le détachement des atomes en mouvement dans le liquide à la structure cristalline anisotrope du solide se traduit par une surfusion supplémentaire ΔT_k . La surfusion ΔT_k liée à cette cinétique est négligeable pour les matériaux à structure non facettée. Toutefois, cette surfusion n'est pas négligeable et affecte la morphologie des structures formées pour les matériaux à structure facettée (minéraux et composés intermétalliques).

1.2.2.3. Bilans des écarts

La surfusion globale à la pointe est la somme de quatre surfusions :

$$\Delta T = \Delta T_{th} + \Delta T_c + \Delta T_r + \Delta T_k \quad (1-10)$$

Les termes formant la surfusion globale sont couplés. En effet, la distribution des solutés à l'interface influence sa courbure. Réciproquement, la courbure de l'interface change la distribution des solutés dans le volume au voisinage de l'interface. Les surfusions de courbure et d'attachement des atomes dépendent des conditions de refroidissement dans le procédé.

Il est aussi important de noter que dans la croissance dendritique colonnaire, le gradient thermique est imposé. Ainsi, la chaleur libérée par le solide formé est transportée dans le solide et elle ne peut pas changer la température du liquide à sa pointe. Par suite, la surfusion thermique peut être négligée par rapport à la surfusion chimique à l'interface solide/liquide. En revanche, pour la croissance des grains équiaxes, les surfusions thermique et chimique sont couplées.

La contribution d'attachement des atomes ΔT_k est négligée dans ce travail vu la faible entropie de transformation qui caractérise les superalliages base-nickel.

1.3. Cinétique de croissance de la pointe de dendrite

En pratique, nombreux alliages (aciers, aluminium, cuivre, nickel, etc) sont constitués principalement d'une phase primaire ayant une structure dendritique. C'est en complément de cette structure que se forment les structures eutectiques, les phases intermétalliques, les inclusions, etc. Comprendre comment contrôler ces morphologies est une étape importante pour étudier le comportement mécanique ou thermique des pièces élaborées.

La surfusion constitue la force motrice de la solidification. Selon l'importance de cette surfusion, les morphologies passent d'une faible ondulation à une structure dendritique ramifiée en passant par une structure cellulaire. Plusieurs approches analytiques et numériques ont essayé de décrire le développement de ces morphologies. Dans cette partie on s'intéresse aux approches analytiques proposées.

1.3.1. Problème de diffusion à la pointe de dendrite

Dans le cas d'une croissance dendritique colonnaire, la surfusion chimique est le moteur de la croissance de la pointe des dendrites. En augmentant la surfusion, on augmente la sursaturation chimique à la pointe. Par suite, la vitesse de croissance du solide augmente. On a donc d'une part une augmentation du taux de rejet du soluté dans le liquide. Le rejet dépend de la courbure de la pointe de dendrite. D'autre part la courbure de la pointe de dendrite est sensible à la distribution de la chaleur et de la matière [Kurz, 1998]. Ce problème a fait l'objet de nombreux travaux afin de comprendre la croissance dendritique.

La solution la plus simple pour représenter la croissance de la dendrite était de considérer une croissance hémisphérique de la pointe de la dendrite [Fisher, 1966]. Toutefois, la limite de cette approche est que la croissance hémisphérique a tendance à grossir la pointe de dendrite, ce qui est en contradiction avec les observations expérimentales.

Papapetrou [Papapetrou, 1935] fut le premier à supposer que la dendrite croît sous forme d'un paraboloïde de révolution. Ivantsov [Ivantsov, 1947] a formulé une solution du problème de diffusion correspondant à un champ paraboloïdal (Figure 1-10). Cette relation qui relie la sursaturation chimique Ω_c , le rayon de la pointe r_p et la vitesse de croissance v_p a été généralisée par Horvay et Cahn [Horvay, 1961] :

Croissance paraboloïdale

$$\Omega_c = I(\text{Pe}_c) = \text{Pe}_c \text{Exp}(\text{Pe}_c) E_1(\text{Pe}_c) \text{ avec } E_1(\text{Pe}_c) = \int_{\text{Pe}_c}^{\infty} \text{Exp}(-u)/u \, du \quad (1-11)$$

Croissance hémisphérique

$$\Omega_c = \text{Pe}_c \quad (1-12)$$

I est la fonction d'Ivantsov et Pe_c est le nombre de Péclet pour la diffusion chimique dans le liquide. Le nombre de Péclet chimique désigne le rapport entre le rayon de la pointe r_p et la longueur de diffusion dans le liquide $2 D^l / v_p$:

$$Pe_c = \frac{v_p r_p}{2 D^l} \quad (1-13)$$

où D^l est le coefficient de diffusion du soluté dans le liquide.

L'égalité d'Ivantsov permet de conclure que, à une sursaturation chimique donnée, la loi ($v_p r_p = \text{Constante}$) est vérifiée pour une infinité de solutions (v_p, r_p). Cette relation montre que la croissance de la pointe de dendrite est proportionnelle à la longueur de diffusion dans le liquide à la pointe de dendrite. D'autre part, le gradient chimique est inversement proportionnel à cette longueur de diffusion. Il résulte que plus la pointe de dendrite est fine (r_p petit) plus le rejet des solutés est facile et par suite plus la croissance de la dendrite est rapide (v_p grand).

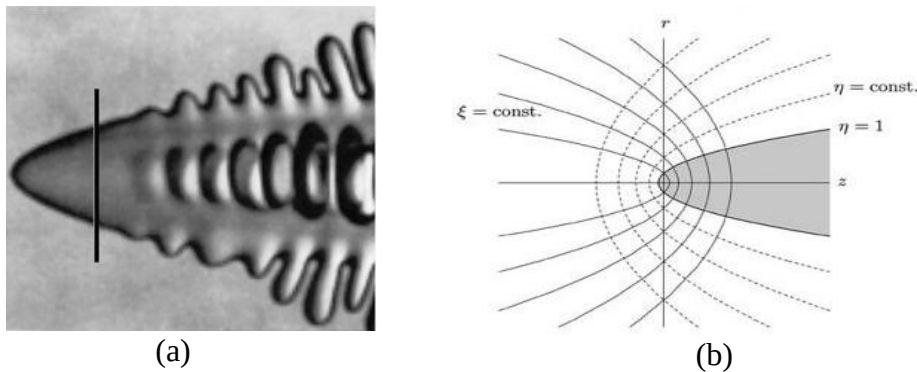


Figure 1-10 : (a) Image in situ d'une dendrite. La barre verticale sépare la région stationnaire située à la pointe de la dendrite et la région variable au cours du temps contenant les branches primaires. (b) Solution stationnaire d'Ivantsov pour un champ de diffusion paraboloidal à la pointe de dendrite. Le diagramme représente les projections sur un plan de la température de la pointe en mouvement $T_p(r, \xi, \eta)$ où (r, ξ, η) sont les coordonnées d'un point dans le repère liée à la pointe. Les lignes des isovaleurs du transfert de la chaleur sont représentés par les courbes $\xi = \text{const}$ et les isothermes par les lignes $\eta = \text{const}$. La solution à la pointe de dendrite correspond à l'isovaleur $\eta = 1$. [Glicksman, 2011].

Les expériences ont cependant identifié l'existence d'une unique valeur de vitesse et de rayon de pointe correspondant à une surfusion donnée. Nombreux critères de stabilité ont été proposés afin de retrouver une solution unique de vitesse et de rayon de la pointe de dendrite. Le critère de la stabilité constitutionnelle, le critère de la stabilité marginale et la théorie de microsolubilité seront présentés dans la suite.

1.3.2. Stabilité de l'interface solide/liquide

L'interface solide/liquide subit une déstabilisation au cours de la solidification. Cette déstabilisation se manifeste à partir de la morphologie observée. De nombreux critères de

stabilité de l'interface ont été proposés afin de comprendre le processus de croissance dendritique et de transition entre les différentes morphologies.

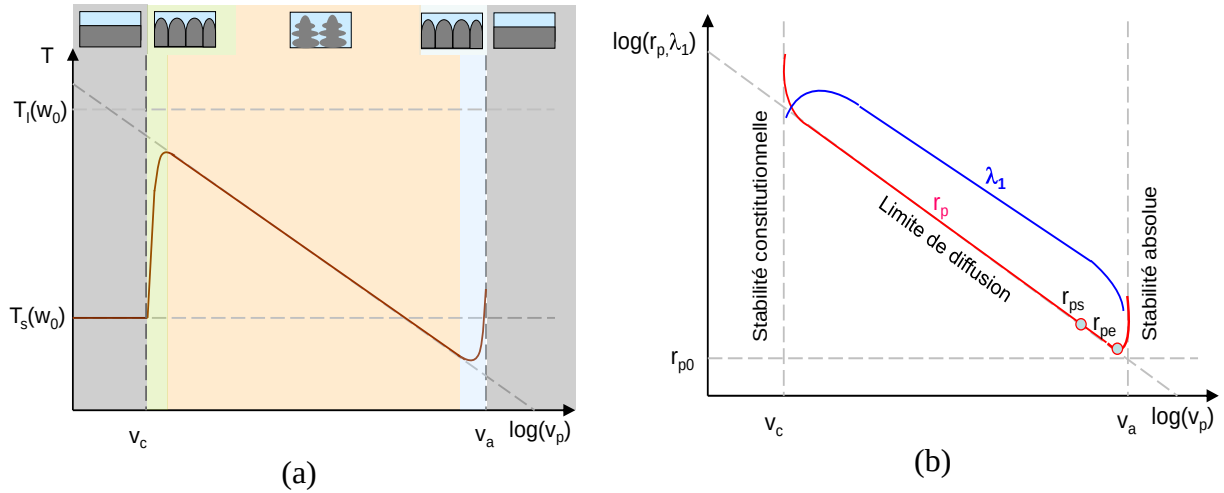


Figure 1-11 : Variation (a) de la température de la pointe de dendrite et (b) du rayon de la pointe et de l'espace interdendritique primaire.

1.3.2.1. Critère de stabilité constitutionnelle

Le front plan est stable et la température de croissance est très proche de la température du solidus $T_s(w_0)$ (Figure 1-11-(a)). A une vitesse légèrement au-dessus d'une vitesse critique v_c , le front plan se déstabilise et des cellules se forment. Comme les cellules sont peu développées, le rejet de soluté n'est pas très différent de celui devant un front plan. Par suite, la concentration dans la phase liquide à la pointe des cellules diffère peu de la concentration w_0/k , k étant le coefficient de partage du soluté. Lorsque les cellules se développent, le rejet du soluté en avant du front plan fait augmenter la température de l'équilibre qui tend vers $T_L(w_0)$. Par conséquent, la température d'équilibre augmente. Le critère de la stabilité constitutionnelle [Tiller, 1953] postule que l'interface initialement plane est instable lorsque le gradient de la température d'équilibre dépasse le gradient thermique imposé à l'interface solide/liquide. La formulation de ce critère est donnée par :

$$\text{Front plan instable} \leftrightarrow v_p > v_{pc} \quad \text{avec} \quad v_{pc} = G D^l / \Delta T_0 \quad (1-14)$$

ΔT_0 désigne l'intervalle de solidification et peut être exprimé pour un alliage binaire en fonction de m , la pente de liquidus, k , le coefficient de partage et w_0 , la composition nominale par :

$$\Delta T_0 = \frac{m w_0 (k - 1)}{k} \quad (1-15)$$

1.3.2.2. Critère de la stabilité marginale

Langer et Müller-Krumbhaar [Langer, 1978] se sont basés sur une analyse de la stabilité linéaire d'un front plan en croissance développé par Mullins et Sekerka [Mullins, 1964] pour proposer un critère de croissance dit « stabilité marginale »:

$$r = \lambda_s \quad (1-16)$$

où λ_s désigne la plus petite longueur d'onde qui déstabilise l'interface solide/liquide [Mullins, 1964]. Sa valeur est donnée par:

$$\lambda_s = \left\{ (1/\sigma^*) \frac{\Gamma}{(m G_c^* - G^*)} \right\}^{1/2} \quad (1-17)$$

où $\sigma^* = 1/4\pi^2$ est une constante de stabilité. G_c^* et G^* sont respectivement les gradients effectifs de composition et de température donnés en fonction des conductivités thermiques dans le liquide et le solide κ_s et κ_l , des gradients thermiques dans le liquide G_l et le solide G_s , du gradient chimique dans le liquide G_c ainsi que des paramètres adimensionnels de stabilité ζ_l , ζ_s et ζ_c :

$$G_c^* = G_c \zeta_c \quad (1-18)$$

$$G^* = \overline{\kappa_l} G_l \zeta_l + \overline{\kappa_s} G_s \zeta_s \quad (1-19)$$

Avec

$$\overline{\kappa_l} = \frac{\kappa_l}{(\kappa_l + \kappa_s)} \quad (1-20)$$

$$\overline{\kappa_s} = \frac{\kappa_s}{(\kappa_l + \kappa_s)} \quad (1-21)$$

$$\zeta_l = \frac{\omega_l - v_f / D_{th}^l}{\kappa_s \omega_s + \overline{\kappa_l} \omega_l} \quad (1-22)$$

$$\zeta_s = \frac{\omega_s + v_f / D_{th}^s}{\kappa_s \omega_s + \overline{\kappa_l} \omega_l} \quad (1-23)$$

$$\zeta_c = \frac{\omega_c - v_f / D_c^l}{\omega_c - v_f(1-k) / D_c^l} \quad (1-24)$$

$$\omega_l = \frac{v_f}{2 D_{th}^l} + \sqrt{\left(\frac{v_f}{2 D_{th}^l} \right)^2 + \omega^2} \quad (1-25)$$

$$\omega_s = -\frac{v_f}{2 D_{th}^s} + \sqrt{\left(\frac{v_f}{2 D_{th}^s} \right)^2 + \omega^2} \quad (1-26)$$

$$\omega_c = \frac{v_f}{2 D_c^l} + \sqrt{\left(\frac{v_f}{2 D_c^l} \right)^2 + \omega^2} \quad (1-27)$$

$$\omega = 2 \pi / \lambda_s \quad (1-28)$$

Le critère de la stabilité marginale est en accord avec les observations expérimentales effectuées par Nash et Glicksman [Nash, 1974]. En outre, ce critère a constitué la base de plusieurs modèles de cinétique de croissance de la pointe de dendrite qui sont valides pour la croissance équiaxe (LGK [Lipton, 1987], TK [Trivedi, 1994]) et colonnaire (KGT [Kurz, 1986]).

Le modèle KGT, qui est réduit à une croissance colonnaire hémisphérique à faible nombre de Péclet, présente la formulation suivante pour la cinétique de croissance :

$$v_p = \frac{D^l}{\pi^2 \Gamma m (k - 1) w_0} \Delta T_c^2 \quad (1-29)$$

1.3.2.3. Théorie de la microsolvabilité

Bien que le critère de la stabilité marginale soit en accord avec les expériences, sa limitation réside dans la constante de stabilité empirique $\sigma^* = 1/4\pi^2$ fixée de manière à satisfaire un état stable de la pointe de dendrite. Cette valeur de stabilité représente un état isotrope de l'énergie d'interface. Cette hypothèse n'est pas valable dans le cas d'une croissance libre des dendrites où l'anisotropie de l'interface est importante.

La théorie de la microsolvabilité [Kessler, 1986] constitue un critère de sélection du paramètre de stabilité σ^* à la pointe de dendrite. Ce critère propose une nouvelle formulation plus physique qui tient compte de l'anisotropie cristallographique, ε . La forte anisotropie cristallographique tend à réduire le rayon de la pointe de dendrite [Lu, 2007]. L'expression du paramètre de stabilité dépend des phénomènes observés tels que l'écoulement du liquide [Bouissou, 1989] et la variation de la composition nominale [Ramirez, 2005]. Récemment, Mullis [Mullis, 2011] a calculé, dans son approche champ de phase, le paramètre σ^* à partir de la vitesse et de la courbure de la pointe. Il a aussi comparé ses résultats avec le critère de la stabilité marginale.

1.3.3. Extension pour les alliages multicomposés

Les paramètres de solidification nécessaires à la modélisation de la cinétique de croissance dendritique pour les alliages multicomposés sont la température de liquidus T_L , les pentes de liquidus m_i ainsi que les coefficients de partage k_i pour chaque soluté i . Ces paramètres peuvent être calculés à partir des bases de données thermodynamiques. Ils sont ensuite utilisés pour résoudre les équations de transport des solutés. L'unicité de la solution est garantie par le critère de stabilité.

1.3.3.1. Approche pseudo-binaire

L'approche pseudo-binaire [Bobadilla, 1988] est la plus simple approche utilisée pour la cinétique de la pointe de dendrite. Cette approche consiste à ramener le problème à celui d'un alliage binaire ayant des paramètres équivalents aux n solutés de l'alliage :

$$\overline{w} = \sum_{i=1}^n w_i; \quad \overline{m} = \left(\sum_{i=1}^n m_i w_i \right) / \overline{w}; \quad \overline{k} = \left(\sum_{i=1}^n m_i w_i k_i \right) / \left(\sum_{i=1}^n m_i w_i \right); \quad (1-30)$$

$\overline{w}$, $\overline{m}$ et $\overline{k}$ désignent respectivement la composition, la pente de liquidus et le coefficient de partage « équivalents » à l'alliage multicomposé. Grâce à cette approche, les modèles de la pointe de dendrite tels que le modèle KGT [Kurz, 1986] peuvent être utilisés. Ce modèle ne fournit qu'une approximation simplifiée de la cinétique de croissance. Aussi, cette approche suppose que le coefficient de diffusion est une constante unique pour tous les solutés. Cette hypothèse limite le modèle en excluant la contribution séparée de chaque soluté à la croissance de la dendrite.

1.3.3.2. Approches pour les alliages multicomposés

Coates et al. [Coates, 1968] furent les premiers à proposer une formulation mathématique du critère constitutionnel et du critère de la stabilité marginale à une interface plane d'un alliage ternaire. L'extension du modèle KGT [Kurz, 1986] pour les alliages ternaires à croissance colonnaire a été proposée par Bobadilla, Lacaze et Lesoult (BLL) [Bobadilla, 1988]. Sous l'hypothèse d'un gradient thermique négligeable et d'une croissance à de faibles nombres de Péclet, Rappaz et Boettinger [Rappaz, 1999] ont proposé une extension du modèle BLL pour une croissance équiaxe d'un système multicomposé. Ce modèle tient compte de la différence entre les champs de diffusion des solutés dans le liquide à la pointe de la dendrite. La solution d'Ivantsov pour les alliages multicomposés est donnée pour chaque soluté i par :

$$\Omega_i = \text{Iv}(\text{Pe}_i) \quad (1-31)$$

$\text{Pe}_i = r_p v_p / 2 D_i$ est le nombre de Péclet pour le soluté i et D_i est son coefficient de diffusion dans le liquide. Le rayon de la pointe de dendrite, en supposant négligeable le gradient de température, qui vérifie l'hypothèse de la stabilité marginale est donnée par :

$$r_p^2 = 4 \pi^2 \frac{\Gamma}{\sum_{i=1}^n m_i G_{c,i}} \quad (1-32)$$

Le gradient chimique pour chaque soluté i est exprimé en fonction de la vitesse de la pointe v_p , le coefficient de diffusion de chaque soluté dans le liquide D_i et le saut de compositions à l'interface solide/liquide de la pointe de dendrite ($w_i^{l*} - w_i^{s*}$):

$$G_{c,i} = - \frac{v_p}{D_i} (w_i^{l*} - w_i^{s*}) \quad (1-33)$$

Hunziker [Hunziker, 2001] a proposé une nouvelle extension du critère de la stabilité marginale pour tenir compte de l'interaction entre les solutés au cours de leurs diffusions dans le métal liquide à la pointe de dendrite. Il résulte à partir de son approche que les termes hors diagonaux de la matrice de diffusion dans le liquide ainsi que leurs signes affectent potentiellement la cinétique de la pointe de dendrite à des grandes surfusions.

1.4. Longueurs caractéristiques de la microstructure : espacements interdendritiques primaire et secondaire

La structure dendritique des grains contient des branches « ramifiés » progressivement au cours de la solidification. La Figure 1-12 représente les différentes longueurs caractéristiques de la structure dendritique qui séparent les branches primaires, secondaires et tertiaires. Nous nous intéressons uniquement aux espacements dendritiques primaires et secondaires vu leurs importances dans la caractérisation de la ségrégation et la croissance des grains. Ainsi, nous présentons les principaux modèles permettant de prédire ces longueurs.

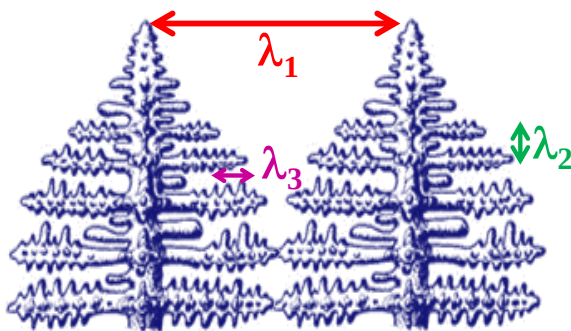


Figure 1-12 : longueurs caractéristiques de la structure dendritique : l'espacement interdendritique primaire λ_1 , secondaire λ_2 et tertiaire λ_3 .

1.4.1. Espacement interdendritique primaire

L'espacement interdendritique primaire λ_1 est un paramètre important dans la caractérisation des structures dendritiques colonnaires élaborée en solidification dirigée. Nombreux travaux ont essayé de comprendre les paramètres dont dépend l'espacement interdendritique primaire. Hunt [Hunt, 1979], Kurz et Fisher [Kurz, 1981] ainsi que Trivedi [Trivedi, 1984] ont proposé des modèles exprimant l'espacement primaire en fonction du gradient thermique G , la vitesse de croissance v et la composition nominale de l'alliage C_0 pour une croissance en régime stationnaire. Dans un régime à haute vitesse de croissance, leurs modèles conviennent - à des

constantes près - que l'espacement primaire λ_1 est proportionnel à la grandeur ($C_0^\alpha \times v^\beta \times G^\gamma$). Hunt et Lu [Hunt, 1996] ont proposé une approche numérique pour exprimer λ_1 en régime stationnaire ou non stationnaire pour une dendrite axisymétrique. Bouchard et Kirkaldy [Bouchard, 1997] ont fourni une autre formulation numérique de la longueur caractéristique en présence de conditions de transfert thermique stationnaires ou non stationnaires :

Hunt (cellulaire/dendritique):

$$\lambda_1 = 2.83[m(k-1)D\Gamma]^{1/4} C_0^{1/4} v^{-1/4} G^{-1/2} \quad (1-34)$$

Kurz et Fisher (cellulaire/dendritique):

$$\lambda_1 = 4.3[m(k-1)D\Gamma/k^2]^{1/4} C_0^{1/4} v^{-1/4} G^{-1/2} \quad (1-35)$$

Trivedi :

$$\lambda_1 = 2.83[m(k-1)D\Gamma L]^{1/4} C_0^{1/4} v^{-1/4} G^{-1/2} \quad (1-36)$$

Hunt et Lu (dendritique) :

$$\lambda' = 0.07798 v^{(a-2/3)} (v' - G')^{2/3} G'^{-0.6028} \quad (1-37)$$

$$a = -1.131 - 0.1555 \log(G') - 0.007589 [\log(G')]^2$$

$$\lambda' = \lambda_1 \Delta T_0 / (\Gamma k) ; G' = G \Gamma k / (\Delta T_0)^2 ;$$

$$v' = v \Gamma k / (D \Delta T_0) ; \Delta T_0 = m C_0 (k-1) / k$$

Bouchard et Kirkaldy :

$$\lambda_1 = a_1 \left(\frac{16 C_0^{1/2} G_0 \varepsilon \Gamma D}{(1-k) m G v} \right)^{1/2} \quad (1-38)$$

$G_0 \varepsilon = 600 \times 6 \text{ K.cm}^{-1}$ et a_1 est un coefficient de calibration pour la dendrite primaire à déterminer expérimentalement.

1.4.2. Espacement interdendritique secondaire

Prédire l'espacement interdendritique secondaire est nécessaire pour tenir compte de plusieurs aspects de solidification. En effet, cette grandeur contribue dans l'échange solutal entre le solide et le liquide interdendritique, paramètre important dans la prédiction des chemins de solidification. En plus, l'espacement interdendritique est pris en compte dans le calcul de la perméabilité de la zone pâteuse nécessaire pour résoudre le problème d'écoulement du fluide. Cette grandeur est aussi nécessaire pour modéliser le phénomène de l'homogénéisation de la structure par traitement thermique et étudier les propriétés mécaniques des pièces.

En observant la Figure 1-12, on peut remarquer que les branches secondaires apparaissent au début sous forme d'instabilités morphologiques qui suivent la formation de la pointe de dendrite. Ces branches subissent ensuite des variations importantes jusqu'à se « stabiliser » à la fin de la solidification où les espacements secondaires se stabilisent et deviennent

mesurables par microscopie optique. Il s'agit du mécanisme de la **maturation** expliqué par la relaxation de l'énergie d'interface emmagasinée au cours de la diffusion des espèces chimiques tendant à refondre les régions de l'interface solide liquide de plus forte courbure. Des modèles se sont basés sur l'hypothèse de température uniforme pour modéliser la maturation. Kattamis et Flemings [Kattamis, 1965], Feuer et Wunderlin [Feuer, 1977] ont proposé des lois de maturation pour les alliages binaires résumés après par Kurz et Fisher [Kurz, 1998]:

$$\lambda_2 = 5.5 (M t_s)^{1/3} \quad (1-39)$$

t_s est le temps local de solidification. M constitue une constante dépendant du coefficient de Gibbs-Thomson Γ , le coefficient de diffusion D , le coefficient de partage k , la pente de liquidus m , la composition nominale C_0 et la composition à la fin de la solidification C_f (composition de l'eutectique) :

$$M = \frac{-\Gamma D \ln(C_f/C_0)}{m(1-k)(C_f-C_0)} \quad (1-40)$$

L'extension du modèle de maturation pour les alliages multicomposés a été proposée par Rappaz et Boettinger [Rappaz, 1999]. L'extension est basée sur le coefficient M en gardant la même loi présentée pour un alliage binaire :

$$M = \frac{-\Gamma}{\sum_i m_i (1 - k_i) (C_{fi} - C_{0i})/D_i} \ln \left(\frac{\sum_i m_i (1 - k_i) C_{fi}/D_i}{\sum_i m_i (1 - k_i) C_{0i}/D_i} \right) \quad (1-41)$$

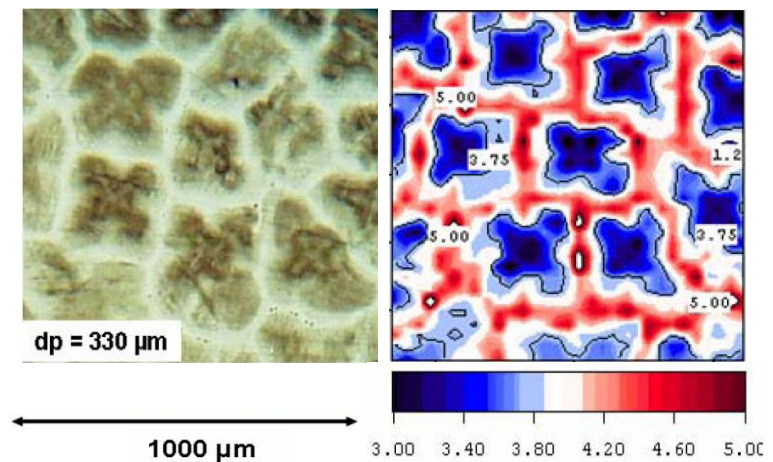
1.5. Microségrégation dans les alliages métalliques

1.5.1. Généralité

La microségrégation est l'hétérogénéité chimique qui caractérise la transformation solide $\rightarrow$ liquide à l'échelle de la dendrite. La Figure 1-13 montre une cartographie chimique du nickel dans un alliage péritectique Fe-4% pdsNi -0.1% pdsC après trempe en cours de solidification dirigée (TSD) [Addad, 2007]. Cette cartographie révèle la « ségrégation » du nickel à l'échelle des dendrites. En effet, la composition massique au cœur de la dendrite ($\sim 3\% \text{pds}$) est nettement inférieure que celle à sa périphérie ($\sim 3.8\% \text{pds}$). Toutefois, la composition moyenne du solide reste inférieure à la composition nominale du nickel (4% pds). On appelle l'appauvrissement du solide en nickel une ségrégation négative et on remarque que la ségrégation négative s'intensifie en allant vers le centre de la dendrite. En revanche, dans les zones « liquides trempés », le liquide s'enrichit en nickel en allant de l'interface de la dendrite

(~4.2%pds) vers le milieu du liquide (~5%pds). Il s'agit alors d'une ségrégation positive dans le liquide. Cette tendance est observée généralement lorsque le coefficient de partage du soluté est inférieur à l'unité ($k_{Ni} < 1$). Lorsque $k > 1$, le profil de ségrégation est inversé.

Figure 1-13: (a) micrographie de la morphologie et (b) cartographie chimique en nickel d'une coupe métallographique transversale 1x1 mm² d'un barreau cylindrique en alliage Fe-4%pdsNi-0.1%pdsC solidifié par Trempe en cours de Solidification Dirigée (TSD) [Addad, 2007]



Les principaux paramètres de la microségrégation sont : la texture des grains (colonnaire, équiaxe), la composition chimique de l'alliage, la vitesse de refroidissement, l'interaction entre les solutés, la diffusivité des phases formées, la nature de la phase primaire, la séquence de transformations et la surfusion de la pointe de dendrite.

1.5.2. La microségrégation dans les alliages binaires

Plusieurs approches simplifiées permettent de suivre le transport de la matière à des échelles proportionnelles à la taille des espacements des microstructures dendritiques afin d'étudier l'effet de la microségrégation sur la solidification des alliages.

L'équilibre thermodynamique constitue l'état de référence pour la plupart des modèles développés. Le **nombre de Fourier** α caractérise le flux de la matière diffusée au cours de la solidification :

$$\alpha = \frac{D^s t_s}{l_0^2} \quad (1-42)$$

l_0 désigne une longueur caractéristique de la structure (ex : $(\lambda_1/2)$ ou $(\lambda_2/2)$). D^s est le coefficient de diffusion dans le solide. $t_s = \Delta T_0 / G.v$ est le temps de solidification, fonction de l'intervalle de solidification $\Delta T_0 = T_L - T_S$, du gradient thermique G ainsi que la vitesse de solidification v . Lorsque le nombre de Fourier est faible, la longueur de diffusion ($\sqrt{D^s t_s}$) est inférieure à la longueur caractéristique l_0 . Par suite, la diffusion du soluté dans le solide est incomplète. Cependant, une valeur élevée du nombre de Fourier est expliquée par une diffusion complète dans le solide. En effet, l'équilibre est établi lorsque la transformation est tellement lente que le soluté diffuse parfaitement dans le solide (t_s élevé) ou lorsque la diffusion du soluté dans le solide est très rapide (D^s élevé). La **loi des Leviers** est alors le

modèle de choix pour évaluer la fraction solide. Dans ce cas, les compositions du solide et du liquide d'une région biphasée suivent le diagramme de phase (voir section 1.2.1).

Les hypothèses de la loi des Leviers sont rarement atteintes compte tenu de la rapidité des procédés de fonderie ainsi que la lenteur du phénomène de diffusion chimique dans les solides. Une hypothèse plus réaliste a été proposée par Gulliver [Gulliver, 1922] puis retrouvée par Scheil [Scheil, 1942]. Cette hypothèse considère la diffusion du soluté nulle dans le solide et très rapide dans le liquide, c'est-à-dire un nombre de Fourier très faible ($\alpha \rightarrow 0$). L'équilibre thermodynamique n'intervient qu'à l'interface solide/liquide. En se basant sur le modèle de Scheil, Brody et Flemings [Brody, 1966] furent les premiers à proposer un modèle de microségrégation à diffusion finie et non nulle dans le solide.

Toutefois, ces modèles ne tiennent pas compte de la ségrégation dans le liquide et négligent la germination et l'effet de la surfusion de croissance de la pointe de dendrite, paramètres indispensables pour modéliser la croissance rapide. Giovanola et Kurz [Giovanola, 1990] ont développé une approche empirique qui combine la loi de Gulliver-Scheil tronquée et la cinétique de pointe (KGT) afin de calculer la fraction solide à une vitesse de refroidissement et une température données. En effet, la cinétique de croissance est tracée en fonction de la surfusion de la pointe de dendrite. En connaissant la température du liquidus de l'alliage, on déduit la température du système. La fraction solide tronquée est donnée à cette température en utilisant la loi de Gulliver-Scheil.

Les observations expérimentales ont montré que la ségrégation chimique entre les bras de dendrite n'a pas la même intensité que celle dans le liquide à l'extérieur de l'enveloppe du grain. Pour tenir compte de la ségrégation des différents liquides, Rappaz et Thevoz [Rappaz, 1987] ont proposé un modèle de microségrégation pour une croissance dendritique équiaxe. Ce modèle a utilisé une approche multiphasique qui sépare le liquide dans la zone pâteuse (liquide + dendrite) du liquide à l'extérieur. Le liquide interdendritique est supposé homogène à la différence du solide et du liquide extradendritique. L'enveloppe de la zone pâteuse est une sphère qui croît à la vitesse de la pointe des dendrites. La formulation du système est basée sur les équations de conservation des solutés au cours de la solidification.

Une formulation plus développée a été proposée par Wang et Beckermann (WB) ([Wang, 1993-a], [Wang, 1993-b]) pour la solidification dendritique colonnaire et équiaxe des alliages binaires. Leur approche tient compte d'une cinétique de croissance dendritique et d'une loi de germination. Dans ce modèle, les équations différentielles de conservation sont moyennées sur un domaine intégrant toutes les phases. La composition du liquide interdendritique est homogène (Figure 1-14). Les compositions du solide et du liquide extradendritique varient selon des profils paraboliques caractérisés par des longueurs de diffusion dans le liquide (l^{ld}) et dans le solide (l^{sd}).

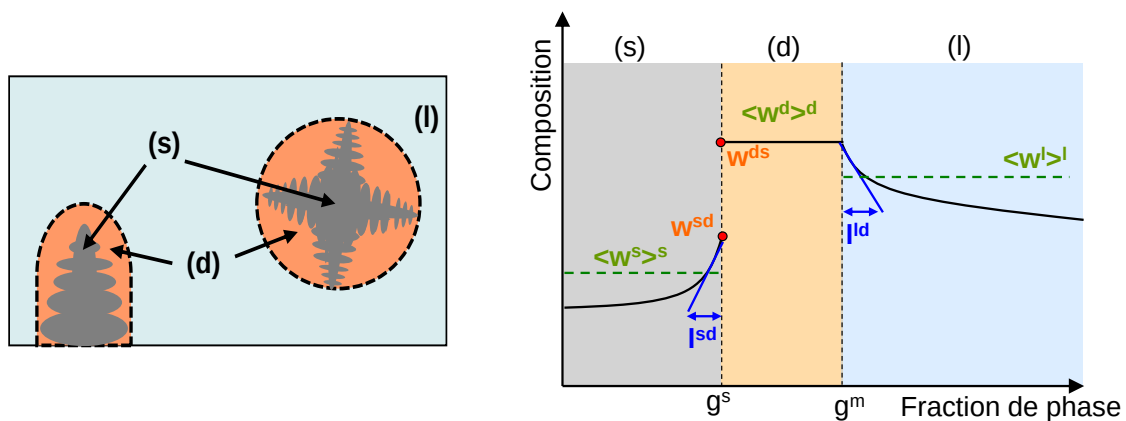


Figure 1-14 : Schéma représentatif du modèle de Wang et Beckermann [Wang, 1993-a]. Existence de trois phases : solide (s), liquide interdendritique (d) et liquide extradendritique (l). Le liquide (d) est homogène. Le profil de composition est parabolique dans le solide (s) et dans le liquide (l). l^{sd} et l^{ld} sont les longueurs de diffusion caractéristiques dans le solide (s) et le liquide (l). $\langle w^s \rangle^s$, $\langle w^d \rangle^d$ et $\langle w^l \rangle^l$ sont respectivement les compositions moyennes du solide (s), du liquide interdendritique (d) et du liquide extradendritique (l).

Gandin et al [Gandin, 2008] ont étendu le modèle WB pour tenir compte de la croissance dendritique et eutectique avec surfusion d'une goutte en Al-24%pdCu solidifiée par lévitation électromagnétique. Leur approche est en bon accord avec les résultats de l'expérience et montre que la surfusion eutectique ($\Delta T_E = 45K$) est un paramètre important pour prédire quantitativement les fractions des phases à la fin de la solidification.

Tourret et al [Tourret, 2009-1 ; Tourret, 2009-2 ; Tourret, 2011] ont étendu le modèle de WB pour des transformations multiples, eutectique et péritectiques, dans les alliages binaires, en particulier les alliages Al-Ni. Dans ce modèle, le liquide interdendritique n'est pas homogène et sa composition varie selon un profil parabolique. Afin de suivre l'état d'équilibre des interfaces entre les phases au cours de la solidification, un couplage avec le logiciel thermodynamique ThermoCalc a été établi.

1.5.3. La microségrégation dans les alliages multicomposés

1.5.3.1. Modèles analytiques (1D)

Mehrabian et Flemings [Mehrabian, 1970] furent les premiers à proposer un modèle de microségrégation pour les alliages ternaires Ni-Al-Cu. Dans leur approche, ils ont utilisé l'équation de Scheil qui exprime les compositions en fonction de la fraction solide et des coefficients de partage. Ces derniers sont choisis à partir des binaires qui composent l'alliage. Lacaze et Lesoult [Lacaze, 1986] ont proposé une amélioration de l'approche de Scheil pour un alliage multicomposé mais cette amélioration, comme nombreuses autres approches, est limitée à cause des hypothèses simplistes pour le diagramme de phase, la morphologie et la croissance des microstructures.

Une façon plus affinée pour contourner le problème du diagramme de phase pour les alliages industriels est de faire un couplage du modèle de microségrégation avec un logiciel de calcul thermodynamique. Ce couplage fournit les données d'équilibre (coefficients de partage, température et pente de liquidus, etc) au cours de la solidification. Nombreux logiciels thermodynamiques ont été présentés dans la section (1.2.1). ThermoCalc propose des modèles de microségrégation pour un alliage multicomposé dans les approximations : de la loi des Leviers, de Gulliver-Scheil et d'un équilibre partiel [Chen, 2002-2].

Afin de pouvoir simuler la microségrégation dans les superalliages à base de nickel, il est très important de choisir des données thermodynamiques suffisamment réalistes pour avoir des résultats quantitatifs. Pour un superalliage à 9 éléments, Chen et al [Chen, 1994] ont obtenu des données thermodynamiques par extrapolation à partir de 36 sous-systèmes binaires formant l'alliage. En modifiant le modèle de Gulliver-Scheil pour tenir compte de l'inhomogénéité du liquide, ils ont calculé les chemins de solidification pour des superalliages de différentes compositions.

Améliorer la prédiction des fractions des phases pour les alliages multicomposés nécessite la considération d'une cinétique de solidification couplée avec un logiciel thermodynamique. La première idée dans ce sens était proposée par Ogilvy et Kirkwood [Ogilvy, 1987] à partir d'un modèle de microségrégation 1D fixant les coefficients de partage. Sous l'hypothèse d'une diffusion non nulle dans le solide et en tenant compte de la surfusion, Dons [Dons, 1991] a développé un modèle de microségrégation qui fixe les coefficients de partage des solutés et décale les vallées eutectiques pour donner un bon accord avec les données expérimentales. Lacaze [Lacaze, 1996] a considéré la surfusion de la pointe de dendrite ainsi que la surfusion eutectique pour étudier la solidification de l'alliage Al-Cu-Mg.

L'espacement interdendritique influence considérablement le chemin de solidification des alliages. Boettinger et al. [Boettinger, 1995] ont proposé un modèle à retrodiffusion pour un superalliage à base nickel à 8 éléments. En négligeant la surfusion et la maturation, ce modèle appliqué à différents espacements dendritiques secondaires a montré que ces derniers affectent considérablement le chemin de solidification. Ce modèle a été amélioré par Kattner [Kattner, 1996] pour tenir compte de la surfusion de la pointe de dendrite. Les résultats de ce modèle ont montré que la surfusion de la pointe de dendrite est peu sensible au gradient thermique imposé et que la cinétique de la pointe de dendrite n'affecte pas les chemins de solidification.

Doré et al. ont étendu le modèle de microségrégation binaire [Combeau, 1996] pour les systèmes ternaires couplés aux diagrammes de phase dans le cas d'un système fermé [Doré, 1996] et d'un système ouvert [Doré, 2000]. L'accès aux données thermodynamiques est effectué par cartographie du diagramme de phase.

Zhang et al [Zhang H., 2010] ont étendu le modèle de microségrégation proposé par Tourret [Tourret, 2009] pour un alliage ternaire Fe-C-Cr. La cinétique de pointe de dendrite dans ce modèle est basée sur les travaux de Rappaz et Boettinger [Rappaz, 1999] en tenant compte des effets de courbure. Les résultats du modèle ont permis de calculer le chemin de

solidification de l'alliage à différentes conditions de refroidissement ainsi que le chemin de ségrégation des solutés dans le solide et les liquides interdendritique et extradendritique.

1.5.3.2. Modèles numériques

Les modèles présentés dans la partie précédente sont conçus pour une géométrie 1-D pour décrire l'avancement du front de solidification dans le liquide. La croissance de la structure dendritique est difficile à modéliser. En effet, résoudre les équations de diffusion en tenant compte de l'interface mobile dans les 2 ou 3 directions est une tâche difficile à établir théoriquement. Pour ce faire, de nombreuses approches numériques représentent une nouvelle tendance pour suivre avec plus de précision le déplacement de l'interface solide/liquide au cours de la solidification. Deux approches numériques sont présentées brièvement dans cette partie : les approches **Champs de phase** et **Level-set**.

- **Approche champ de phase (PF):**

Le modèle du champ de phase est appliqué sur un domaine suffisamment petit pour considérer l'épaisseur d'une interface α/β non négligeable. On définit une nouvelle variable champ de phase $\phi(\mathbf{x}, t)$ ($0 \leq \phi \leq 1$) vérifiant l'état local du système $\{\alpha+\beta\}$:

$$\text{phase } \alpha: (\phi = 0); \text{ phase } \beta: (\phi = 1); \text{ interface } \alpha/\beta: (0 < \phi < 1) \quad (1-43)$$

L'interface diffuse présentée par une fonction continue permet de formuler les équations constitutives pour les deux phases α et β sans avoir besoin de suivre explicitement la position de l'interface. Le mouvement d'une interface de forme quelconque est donc décrit indirectement par la variation du champ de phase au cours du temps due à la présence de forces motrices (thermodynamique, courbure). La formulation du problème physique est basée sur l'équation de l'énergie libre du système sous une forme intégrale sur le domaine. La densité de l'énergie libre est divisée en deux contributions : une densité d'énergie libre thermodynamique et une densité d'énergie libre d'interface. Des équations locales de conservation de masse et d'égalité des potentiels chimiques sont dérivées à partir de l'expression de l'énergie libre thermodynamique. D'autres équations d'interface sont dérivées à partir de l'énergie libre. La résolution du système permet de retrouver l'anisotropie de l'interface ainsi que les compositions des phases capables de définir l'état du système au cours du temps.

Plusieurs approches de champ de phase ont été formulées pour des substances pures à deux phases [Kim, 1999], des alliages binaires multiphasés [Kim, 2004], des alliages multicomposés à deux phases [Cha, 2005 ; Zhang, 2006 ; Kobayashi, 2003] ;

- **Approche Level-Set (LS):**

La méthode LS [Osher, 2001 ; Kim, 2000] est une approche numérique semblable à l'approche champ de phase. Il s'agit d'introduire une variable auxiliaire $\phi(\mathbf{x}, t)$, baptisée level-set, qui représente une distance signée à l'interface solide/liquide dans un domaine variable $\Omega(t)$:

$$\begin{aligned}\phi(\mathbf{x}, t) &> 0 \text{ si } \mathbf{x} \in \Omega(t) \\ \phi(\mathbf{x}, t) &< 0 \text{ si } \mathbf{x} \notin \Omega(t) \\ \phi(\mathbf{x}, t) &= 0 \text{ si } \mathbf{x} \in \partial\Omega(t)\end{aligned}\tag{1-44}$$

La résolution de l'équation de transport, appliquée à cette fonction distance, permet de prédire les mouvements de l'interface dans un champ de vitesse donné. Au bout d'un temps Δt , l'advection par un champ de vitesse provoque le resserrement des lignes de niveaux à certains endroits et l'écartement à d'autres. On obtient ainsi une level-set correspondant à une distance non signée. Une réinitialisation ou une « redistanciation » de la fonction level-set est effectuée afin de corriger la position des lignes de niveau par rapport à l'interface (ligne de niveau 0) de manière à respecter la propriété de distance algébrique. Cette procédure de réinitialisation a l'avantage de calculer avec précision les caractéristiques géométriques de l'interface et de corriger la perte de la propriété distance signée.

1.6. Simulation du procédé de solidification : méthode des Automates Cellulaires

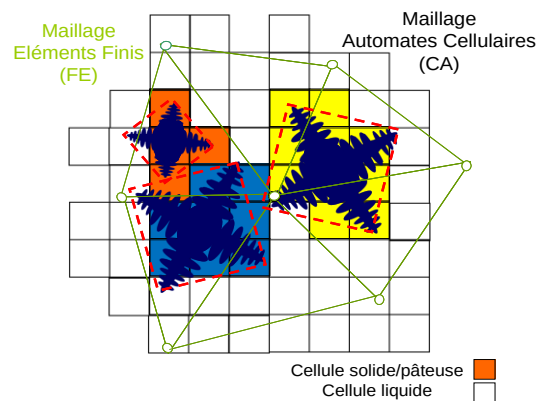
La plupart des processus industriels de solidification se font à des échelles grandes en comparaison des structures solidifiées. Il est donc impossible à l'état actuel de les simuler en utilisant les modèles numériques de la croissance dendritique (Level-set, Champs de Phase) à cause de la limitation de la puissance de calcul. D'autre part, la méthode des éléments finis (FE) est très utilisée à des échelles macroscopiques pour la résolution des problèmes thermiques dans le cas de la solidification. En revanche, cette méthode ne tient pas compte des effets de la germination et la croissance des grains sur le problème du transfert thermique. Pour ce faire, la méthode des automates cellulaires (CA) constitue une solution intermédiaire qui simule la croissance de l'enveloppe des grains. Ainsi, elle peut être couplée à la méthode des éléments finis.

D'après Hesselbarth et Göbel [Hesselbarth, 1991], la méthode des automates cellulaires est basée sur un réseau régulier de cellules remplissant un domaine représentatif du phénomène. Chaque cellule de l'automate est caractérisée par son état, l'état de ses voisines ainsi que les règles d'évolution des variables décrivant le phénomène physique. Pour simuler la croissance dendritique, une cellule peut être liquide ou pâteuse {solide + liquide}. Une cellule initialement liquide change son état après une germination ou une capture par le réseau dendritique.

Pour initialiser la germination, Thévoz [Thévoz, 1988] a proposé une approche semi-empirique basée sur une activation instantanée des sites de germinations. En effet, lors du refroidissement du système, les différentes familles de sites de germination atteignent une surfusion critique et sont immédiatement consommés pour donner naissance à de nouveaux grains. Rappaz [Rappaz, 1989] a proposé une distribution gaussienne des sites de germination en fonction de la surfusion. Les paramètres de la distribution sont donnés par la surfusion moyenne, ΔT_N , l'écart type, ΔT_σ , la densité maximale de grain, $n_{\max}$. Ces paramètres doivent être déterminés expérimentalement pour chaque alliage.

La croissance d'un réseau dendritique s'effectue par la capture des cellules voisines à la cellule de germination. En attribuant à la cellule de germination une enveloppe de grain en croissance dans un champ thermique, une cellule voisine est capturée lorsque son centre est atteint par cette enveloppe. L'enveloppe du grain peut être carrée (2-D) ou octaédrique (3-D). La méthode de capture la plus simple est de faire croître les demi-diagonales de l'enveloppe par intégration de la vitesse de la pointe de dendrite au cours du temps. Toutefois, cette méthode peut engendrer des enveloppes complexes ne représentant pas la croissance réelle du grain. En imposant une enveloppe de croissance octaédrique, l'utilisation d'un centre de croissance confondu au centre de la germination engendre une croissance isotrope du grain à la même orientation attribuée à la cellule de germination. Rappaz et Gandin [Rappaz, 1993] ont proposé une approche 2-D pour simuler la croissance anisotrope des grains pour un alliage binaire Al-Si en utilisant des lois de probabilité pour la capture des cellules voisines (von Neumann et Moore). Une extension simplifiée en 3-D pour l'application aux aubes de turbine polycristallines en superalliage Inconel-718 a été ensuite proposée [Gandin, 1993].

Figure 1-15 : Schéma représentatif de la méthode CAFE utilisée pour la simulation de la croissance dendritique des grains équiaxes dans un domaine initialement liquide. La croissance des grains est représentée par une enveloppe. La projection de cette enveloppe sur le maillage CA permet de capturer les cellules initialement liquides pour les transformer en cellules pâteuses puis solides.



Un couplage de l'automate cellulaire avec le maillage éléments finis a été proposé par Gandin et Rappaz [Gandin, 1994]. La Figure 1-15 montre le schéma de superposition des deux maillages. Le maillage éléments finis sert à résoudre le problème thermique. L'interpolation de l'enthalpie ou de la température - solution du problème thermique - au niveau de la cellule permet de calculer localement la variation de la fraction solide. Les conversions fraction solide - température à l'échelle des cellules permettent d'actualiser par rétrocession la température des nœuds de l'élément fini contenant ces cellules. On obtient alors un champ de température tenant compte de la chaleur libérée par le solide au cours de la transformation. Cette amélioration du couplage a permis de valider l'approche CAFE par une

comparaison qualitative avec les observations expérimentales sur des échantillons en alliage Al-7% pdsSi élaborés sous solidification dirigée. Les comparaisons des résultats des simulations CAFE avec une solution analytique étaient ensuite présentées [Gandin, 1996].

Des améliorations du modèle CAFE ont été proposées par Gandin et Rappaz [Gandin, 1997] pour tenir compte d'une croissance préférentielle des enveloppes des grains selon les différentes directions cristallographiques. Les rayons de croissance d'une enveloppe sont calculés par intégration de la cinétique de la pointe en fonction du temps à des surfusions différentes. Ces rayons sont ensuite tronqués par la longueur proportionnelle à la taille de la cellule pour garantir uniquement la capture des cellules voisines. Par suite, une nouvelle enveloppe carrée ou octaédrique est formée avec un nouveau centre de croissance [Gandin, 1995]. En utilisant une procédure d'allocation dynamique par bloc, Gandin et al [Gandin, 1999] ont montré la possibilité de simuler des volumes de calcul importants sans perdre de précision (Figure 1-16).

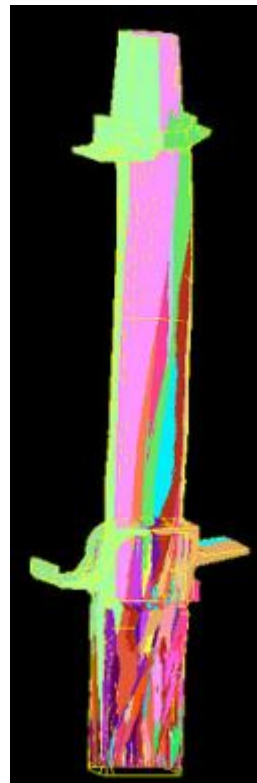


Figure 1-16 : Prédiction CAFE 3-D de la structure de grain d'une aube de turbine en solidification dirigée. Le couplage présenté est un couplage faible [Gandin, 1999]

Le modèle CAFE a été repris pour tenir compte de la macroségrégation [Guillemot, 2007]. A l'échelle des automates cellulaires, le phénomène de sédimentation des grains équiaxes est modélisé. La sédimentation crée un mouvement du liquide agissant sur le champ de température du système, donc sur la solution du problème thermique au niveau du maillage éléments finis. D'autres améliorations ont été apportées au couplage CAFE pour tenir compte de la microségrégation dans le calcul de la fraction solide à l'échelle de la cellule [Mosbah, 2010]. Le modèle de Wang et Beckermann était utilisé au niveau de la cellule.

Des méthodes de couplage différentes de la méthode classique CAFE ont été proposées. Spittle et Brown [Spittle, 1995] ont proposé un couplage CAFD entre l'automate cellulaire

(CA) et un solveur de différences finies (FD) pour la diffusion du soluté durant la solidification de l'alliage. Nastac [Nastac, 1999] a appliqué une technique de suivi de front à variable continue pour permettre une évolution lisse de la fraction solide à travers chaque cellule de croissance. Lorbiecka et al. [Lorbiecka, 2009] ont couplé l'automate cellulaire avec une méthode sans maillage au lieu des éléments ou des volumes finis. Ils ont prédit la structure de grains dans un échantillon en acier élaboré par coulé continu. Une nouvelle méthode baptisée Automate Point (PA) a été aussi proposée par Lorbiecka et Sarler [Lorbiecka, 2009]. Cette méthode remplace le maillage de l'automate cellulaire par une distribution aléatoire de points auxquels on applique le même concept (état, voisinage, croissance).

1.7. Conclusion et choix des axes de recherche

Dans le cadre du travail de la thèse, nous avons effectué plusieurs choix d'axes de recherche pour pouvoir étudier et comprendre la cinétique de solidification dans le superalliage base-nickel.

Le premier choix était de modéliser la croissance des grains à l'échelle de pièce en utilisant la méthode des automates cellulaires (CA) couplée avec la méthode des éléments finis (FE). En effet, de nombreux travaux ont montré que la méthode CAFE est prédictive de la croissance et de la compétition des grains. Grâce aux méthodes d'optimisation de la gestion mémoire, il est possible de modéliser la solidification à l'échelle de la pièce industrielle. Cependant, des améliorations de l'algorithme de couplage CAFE ainsi que ses paramètres d'entrée pour l'AM1 sont nécessaires pour avoir un meilleur résultat en termes de précision et de temps de calcul.

Pour optimiser le couplage CAFE, nous avons choisi de tenir compte de la fraction de la zone pâteuse dans le calcul de la fraction solide au niveau des cellules de l'automate. Ce choix permet de calculer avec plus de précision la fraction solide interpolée à l'échelle des nœuds des éléments finis. Par la suite, la chaleur libérée par le solide est calculé avec plus de précision. Ce résultat permet une meilleure prédiction des isothermes dans la pièce industrielle et par conséquent une meilleure localisation des zones de surfusion ou de surchauffe au cours de la simulation.

Pour améliorer la précision du modèle, nous avons choisi de tenir compte de la variation de la fraction solide en fonction des conditions de refroidissement à chaque nœud du maillage éléments finis correspondant à la pièce en cours de solidification. Pour ce faire, nous avons choisi de développer un modèle de microségrégation multicomposé capable de prédire le chemin de solidification de l'AM1 en tenant compte de la variation des compositions chimiques et de la diffusion des espèces chimiques dans le liquide et le solide. Le modèle constitue l'extension pour un alliage multicomposé des modèles de Wang et Beckermann [Wang, 1993] et de Tourret et al [Tourret, 2009] conçus pour la solidification dendritique colonnaire et équiaxe. L'état d'équilibre dans le nouveau modèle est défini grâce à un

couplage avec le logiciel d'équilibre thermodynamique Thermo-Calc sur une base de données correspondante aux alliages base-nickel.

La croissance des grains dans le module CAFE nécessite une cinétique de pointe de dendrite. Nous avons fait le choix d'un modèle de cinétique de pointe de dendrite pour un alliage multicomposé basé sur les travaux de Rappaz et Boettinger [Rappaz, 1999]. Ce modèle est basé sur la solution d'Ivantsov pour une croissance parabolique de la dendrite ainsi que le critère de la stabilité marginale pour un alliage multicomposé.

Enfin, pour valider les résultats de modélisation et de simulation, nous avons suivi des expériences de caractérisation de la structure de l'AM1. La caractérisation est effectuée sur des échantillons en AM1 élaborés par Trempe en cours de Solidification Dirigée (TSD) sous différents gradients thermiques et de vitesse de tirage. Ces expériences ont permis de disposer d'une base de données pour l'alliage qui sert de référence pour les comparaisons avec les modèles développés.

La suite de ce rapport traite les différents travaux présentés ci-dessus. Le chapitre 2 présente les résultats expérimentaux obtenus pour l'AM1 par TSD et par analyse EBSD (Electron BackScatter Diffraction). Dans le chapitre 3, les modèles de microségrégation et de cinétique de croissance multicomposés sont présentés et leurs résultats pour l'AM1 sont comparés avec les données expérimentales. Le chapitre 4 expose les améliorations effectuées sur le module de couplage CAFE du code Procast ainsi que les résultats de simulation obtenus sur des pièces industrielles en AM1.

Chapitre 2

Techniques expérimentales et caractérisations

Ce chapitre montre une synthèse du travail expérimental effectué dans le cadre de cette thèse. Ce travail est relié à différentes parties de la modélisation. Son objectif est de valider quantitativement le résultat de modélisation, soit de comprendre qualitativement les différents phénomènes ayant lieu au cours de la solidification des pièces. Deux résultats sont présentés:

- la Trempe en cours de Solidification Dirigée (TSD) pour caractériser la microstructure et la ségrégation chimique ;
- l'analyse EBSD des coupes transversales des aubes de turbine monocristallines pour observer la désorientation des grains parasites et comprendre la nature de leur germination en post mortem.

Les travaux de TSD ont été effectués par Julien ZOLLINGER et Dominique DALLOZ, Docteurs dans le groupe « Solidification » du Département de Science et Ingénierie des Matériaux et de Métallurgie (SI2M) à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Nancy. Les travaux d'analyse EBSD ont été effectués avec l'aide de Suzanne JACOMET et Bernard TRIGER, Ingénieur et Technicien au Centre de Mise en Forme des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris.

Mon rôle principal dans ce projet expérimental est de faire le suivi détaillé de ces travaux afin de maîtriser les différentes étapes effectuées, les différences entre les méthodes utilisées ainsi que ses limitations. Par ailleurs, ce suivi m'a permis d'organiser, présenter puis interpréter les résultats obtenus d'une part. D'autre part, il a permis de faire le choix des paramètres d'entrée au modèle développé pour sa validation avec les résultats expérimentaux.

2.1. Trempe en cours de Solidification Dirigée (TSD)

2.1.1. Description du dispositif

La trempe en cours de la solidification dirigée est une technique qui permet d'observer la structure dendritique trempée en cours de sa solidification. L'analyse des échantillons après trempe permet d'étudier l'influence des paramètres opératoires, tels que le gradient thermique et la vitesse de refroidissement, sur la morphologie de la structure et sa ségrégation chimique.

Parmi les avantages de la solidification dirigée on distingue la possibilité de fixer le gradient thermique et la vitesse de solidification de manière indépendante. Ce qui permet d'étudier leur influence d'une manière séparée ou combinée.

L'appareil utilisé pour les expériences de TSD est du type Bridgman, c'est-à-dire à gradient thermique unidirectionnel. Il est présenté sur la Figure 2-1. Le dispositif est composé d'un élément chauffant, d'un porte échantillon instrumenté, d'un système de refroidissement et d'un système de translation et d'un vérin pneumatique pour tremper l'échantillon en l'amenant très rapidement au niveau du système de refroidissement.

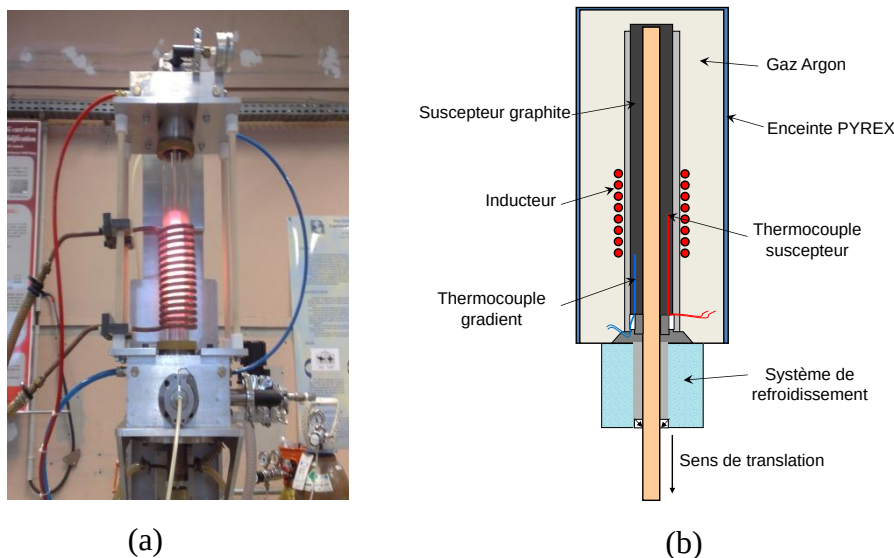


Figure 2-1 : (a) photo du dispositif et (b) Schéma représentatif du four de type Bridgman utilisé pour les essais de trempe en cours de solidification dirigée. Ce four est équipé d'un système de chauffage à induction, un système de refroidissement à eaux et un système de translation et un vérin pneumatique pour la trempe.

Le système de chauffage est constitué d'un inducteur en cuivre alimenté par un générateur haute fréquence d'une puissance maximale de 25 kW. A l'intérieur de l'inducteur, un suscepteur en graphite est installé pour assurer le chauffage de l'échantillon par rayonnement.

Le gradient thermique est imposé par la température de surchauffe au niveau de l'inducteur. Deux thermocouples encastrés dans le suscepteur sont utilisés pour assurer la régulation de la température du four. La mesure de la température de l'échantillon est assurée par un

thermocouple de type B (Pt – Rh30%/Pt-Rh6%) placé dans une gaine d'alumine au contact de l'échantillon au niveau du point chaud.

Les échantillons en superalliage base-nickel nommé AM1 sont usinés sous forme de barreaux cylindriques de diamètre 5 mm et de longueur 20 cm. Ces barreaux subissent des rainures par électroérosion pour pouvoir placer le thermocouple à l'intérieur de la gaine d'alumine.

Le système {tube alumine + échantillon + thermocouple} est raccordé au système de translation qui permet de se déplacer du point chaud vers le système de refroidissement à une vitesse variant de $5 \cdot 10^{-4}$ à 2 mm.s^{-1} . Ce système est aussi commandé par le vérin de la trempe qui, une fois actionné, amène d'une manière instantanée ($v = 120 \text{ mm.min}^{-1}$) la zone de l'échantillon en cours de solidification au niveau de la zone refroidie à 50 °C.s^{-1} . Le processus effectué est suffisamment rapide que les structures de solidification se trouvent figées, donnant accès à un « cliché » des zones liquide, solide et pâteuse au moment de la trempe. Le Tableau 2-1 résume l'ensemble des expériences TSD effectuées dans le cadre de ce travail :

Gradient dans le liquide [°C.mm ⁻¹]	Vitesse de solidification [mm.min ⁻¹]	Vitesse de refroidissement [°C.min ⁻¹]	Expérience	Lots ¹	
2.6	0.5	1.3	A1	1	Ni base
	3	7.8	A2		Al 5.72 %pds
	6	15.6	A3		Ta 7.84 %pds
4	0.5	2	B1	2	W 4.22 %pds
	3	12	B2		Co 6.93 %pds
	6	24	B3		Cr 7.68 %pds
5.8	6	34.8	C1		Ti 1.26 %pds
					Mo 1.97 %pds
					Ni base
4	0.5	2	B1	2	Al 5.48 %pds
	3	12	B2		Ta 7.44 %pds
	6	24	B3		W 4.18 %pds
5.8	6	34.8	C1		Co 7.07 %pds
					Cr 7.61 %pds
					Ti 1.26 %pds
5.8	6	34.8	C1	Mo 2.00 %pds	

Tableau 2-1: Bilan des expériences TSD effectuées sur des barreaux cylindriques en AM1

2.1.2. Mesure de la température

2.1.2.1 Contrôle de la température du four

Les thermocouples installés dans le dispositif servent à suivre la température de l'échantillon et à réguler la température du four. En effet, le thermocouple susceptible sert à réguler la

¹ Les compositions sont mesurées, sur deux lots d'AM1 différents, par le spectromètre à dispersion de longueur d'onde (WDS ou wavelength dispersive spectroscopy) dans le laboratoire SI2M.

surchauffe appliquée par l'inducteur. Le second thermocouple, placé à 50 mm en dessous du premier sert à mesurer le gradient thermique appliqué et visualiser sa stabilité. Il sert aussi à recalibrer la position du thermocouple échantillon. Ce dernier permet de mesurer le gradient thermique dans le liquide et de faire le lien entre la microstructure observée post-mortem et l'histoire thermique de l'échantillon.

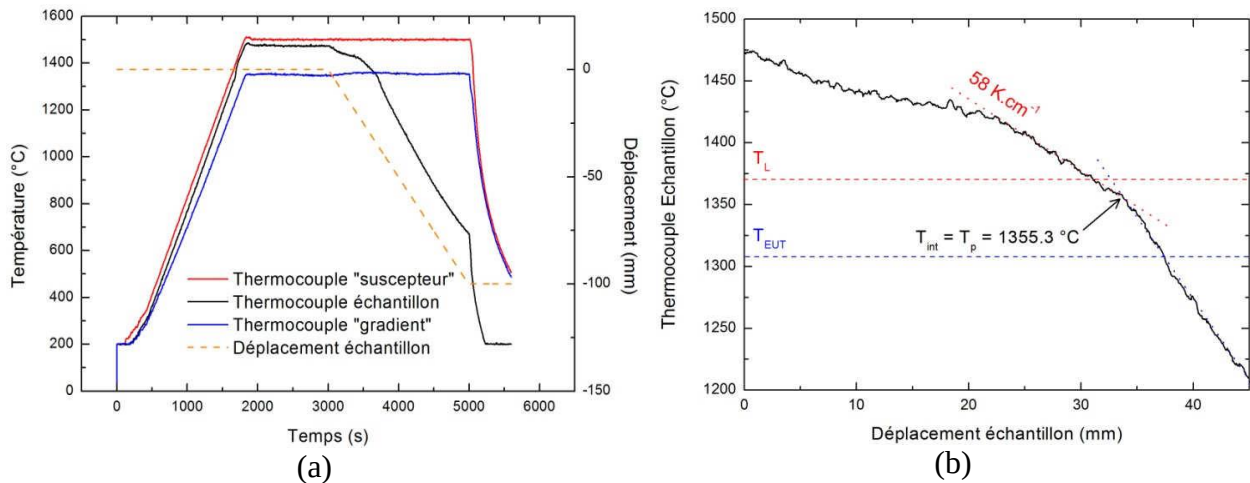


Figure 2-2 : (a) Mesure de la température par différents thermocouples équipant l'appareil de solidification dirigée ; la température de surchauffe est de 1450°C ; le déplacement de l'échantillon est indiqué. (b) zoom sur l'enregistrement du thermocouple placé dans l'échantillon (expérience C1). Le gradient thermique à $T_L = 1370^\circ\text{C}$ est de 5.8 K.m^{-1} . La vitesse de tirage est de 6 mm.min^{-1} .

Pour imposer des surchauffes au four, on procède par un changement de la température imposée par l'inducteur et par le contrôle de la puissance du refroidisseur. Les valeurs de surchauffes imposées dans ces expériences varient entre 35 et 140°C , ce qui a permis d'imposer des gradients entre 2.6 et $5.8^\circ\text{C.mm}^{-1}$ (Annexe1.1).

2.1.2.2 Mesure des températures d'équilibre par ATD

Les températures de transformation de phase sont déterminées expérimentalement grâce à la technique d'Analyse Thermique Différentielle (ATD). Elle est basée sur une séquence de chauffage et de refroidissement d'un alliage pour lui faire subir différentes transformations de phases. La Figure 2-3-(a) montre un exemple de cycle thermique utilisé dans cette étude : l'essai commence par une montée rapide de la température jusqu'à 300°C . Cette température est maintenue 10 min dans le but d'effectuer un vide primaire pour débarrasser l'atmosphère du four et le creuset des résidus d'eau et de matière organique. La température du métal liquide augmente ensuite jusqu'à 1450°C à une vitesse de chauffage constante. Cette température est maintenue 10 min avant de procéder par un refroidissement à la même vitesse de chauffage.

Les enregistrements de la température permettent de tracer le thermogramme (courbe Température (flux de chaleur)). La Figure 2-3-(b) montre un exemple de thermogramme réalisé par ATD sur un échantillon brut coulé d'AM1. Le thermogramme montre deux

courbes enregistrées lors du chauffage et du refroidissement. Dans la courbe de chauffage, on observe un déclenchement d'une déflexion à partir de la ligne de base (la ligne pointillée). Cette déflexion indique le début de formation du liquide, ce qui correspond à la température de début de fusion (« solidus » T_s). La température de liquidus peut être mesurée au niveau des pics observés sur les courbes de chauffage et de refroidissement. On remarque qu'il y a un décalage entre les deux températures de liquidus obtenues à partir des deux pics. Ce décalage est dû à la différence entre les cinétiques de transformation dans les deux sens de solidification et de fusion (ex : surfusion de germination).

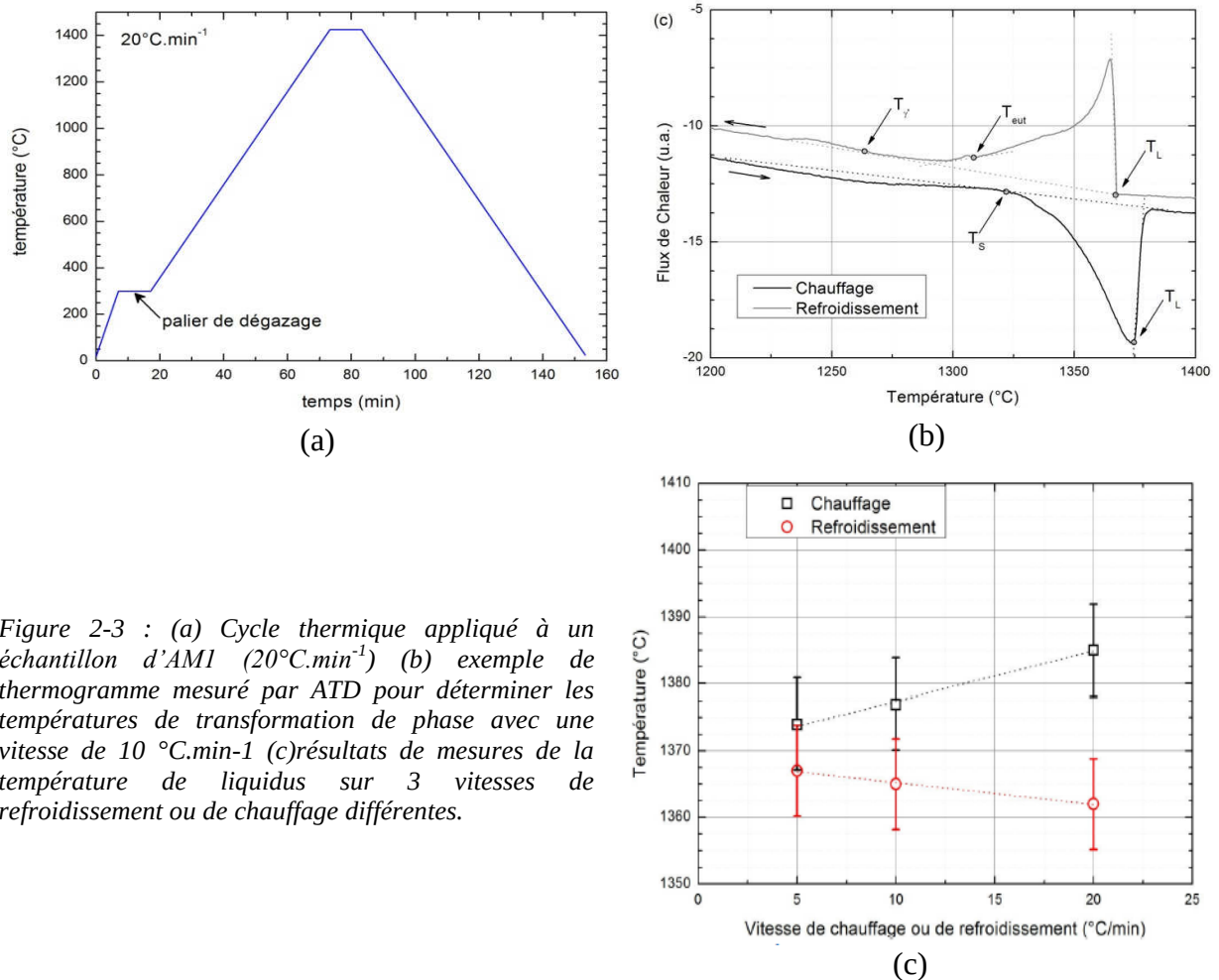


Figure 2-3 : (a) Cycle thermique appliqué à un échantillon d'AM1 (20°C.min⁻¹) (b) exemple de thermogramme mesuré par ATD pour déterminer les températures de transformation de phase avec une vitesse de 10 °C.min⁻¹ (c) résultats de mesures de la température de liquidus sur 3 vitesses de refroidissement ou de chauffage différentes.

La Figure 2-3-(c) montre les résultats de mesure de la température de liquidus sur trois vitesses de refroidissement/chauffage différentes (5, 10 et 20 °C.min⁻¹). Sur les thermogrammes enregistrés pour chaque vitesse, les valeurs obtenues au chauffage correspondent à une lecture des températures aux pics des déflexions. Les valeurs obtenues au refroidissement correspondent aux points de déclenchement des déflexions (Figure 2-3-(b)).

Les températures de liquidus obtenues au chauffage et au refroidissement (Figure 2-3-(c)) sont extrapolées à une vitesse nulle pour déduire la température du liquidus de l'AM1 en

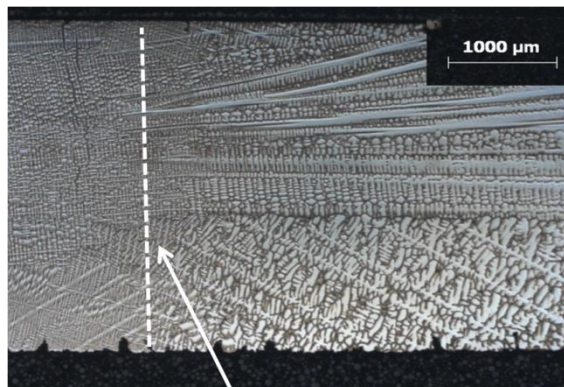
supposant que ces extrapolations correspondent à des températures d'équilibre. Ce qui permet de mesurer une unique température de liquidus égale à 1370°C.

Les températures de précipitation de la phase γ' et de germination de la structure eutectique sont déterminées à partir de petits pics observés sur la courbe de refroidissement du thermogramme (Figure 2-3-(b)).

2.1.2.3 Mesure des températures d'équilibre par TSD

La mesure de la température de la pointe de dendrite est effectuée en couplant les mesures de la température montrées dans la Figure 2-2 avec les observations réalisées par microscopie optique sur des coupes longitudinales d'échantillons trempés en cours de solidification montré à la Figure 2-4. Sur ces coupes, le front de solidification est localisé à la limite des dendrites observée sur les structures trempées (Figure 2-4). Ensuite, la mesure de la distance séparant le front solide à la position du thermocouple gradient permet de déduire, connaissant le gradient thermique, la température de la pointe de dendrite.

La température de solidus est aussi calculée de la même manière que la température de la pointe de dendrite. La position du solidus est localisée à la limite entre zones avec et sans liquide trempé.



Front de solidification avant trempe

Figure 2-4 : Coupe longitudinale de l'échantillon A2. La mesure de la température s'effectue par localisation du front solide et mesure de la distance le séparant avec la position du thermocouple.

2.1.2.4 Comparaison des mesures des températures de transformation

Le Tableau 2-2 présente la comparaison entre les mesures des températures d'équilibre en utilisant les techniques ATD et TSD. Sur le tableau, on remarque que certaines mesures sont non déterminables (notées N.D.) telles que la température de transformation de la phase γ' et quelques températures de fin de solidification en TSD. En effet, les effets de la trempe pour la phase γ' et la finesse des poches de liquide pour la fin de solidification sont les raisons principales qui expliquent cette difficulté.

La surfusion de la pointe représente l'écart de la température de la pointe par rapport à la température de liquidus. Vu la difficulté de mesure de la température de liquidus par

microscopie optique, celle calculée par l'analyse thermique différentielle ATD a été considérée (1370 °C). Nous remarquons que la surfusion de la pointe augmente en fonction de la vitesse de refroidissement appliquée à l'échantillon.

Technique	Exp	Température de transformation [°C]					
		Liquidus	Solidus*	Eutectique	γ'	Pointe	Surfusion
ATD	-	1370	1329	1310	1267	-	
TSD	A1	-	N.D.	N.O.	N.D.	1363.5	6.441
	A2	-	N.D.	N.O.		-	-
	A3	-	1273	1275 < T < 1300**		1356.0	13.895
	B1	-	1300	N.O.		1365.5	4.5
	B2	-	1291	N.O.		1361.5	8.478
	B3	-	N.D.	1275 < T < 1300**		1357.6	12.4
	C1	-	1268	1275 < T < 1300**		1358.3	11.608

Tableau 2-2: Résultats des mesures des températures d'équilibre par ATD et TSD. * Seule la température de l'ATD qui correspond à la température de solidus, en TSD, on observe plutôt des températures de fin de solidification **la structure eutectique est observée surtout sur des coupes radiales (entre la coupe 1275°C et la coupe 1300°C). N.O. : non observé et N.D. : non déterminable.

Les résultats présents dans les analyses ATD sont nettement meilleurs que ceux obtenus par TSD vu les incertitudes liées à :

- la mesure de la position du front de croissance/ la position du domaine complètement solide ;
- le calcul de la température à partir d'une valeur donnée par le thermocouple gradient et en supposant un gradient thermique constant ;
- la mesure des surfusions de croissance des microstructures.

Nous remarquons toutefois que la température de solidus mesurée par ATD (1329 °C) est plus élevée que la température de formation de la structure eutectique (1310 °C) mesurée par la même méthode. Cette comparaison peut être acceptable si l'échantillon utilisé au début de l'expérience ATD a subi un traitement thermique d'homogénéisation. Le chauffage de la structure homogénéisée à une vitesse de tirage donnée donne des températures de solidus et de liquidus plus élevées que celles obtenues sur une structure à son état brut solidifiée à la même vitesse. Si l'échantillon n'a pas subi le traitement thermique, la température de solidus devrait être atteinte après germination de la structure eutectique.

2.1.3. Mesure de la microségrégation chimique

La mesure de la microségrégation est réalisée avec la microsonde de Castaing. Cette technique consiste à bombarder l'échantillon avec des électrons. Les atomes de l'échantillon deviennent excités et, après interaction avec les électrons, émettent des photons X. Ces

photons sont ensuite analysés par une spectrométrie à dispersion de longueur d'onde WDS (Wavelength Dispersive Spectroscopy).

La mesure de la composition chimique s'effectue par la méthode ZAF conventionnelle (Z : numéro atomique, A : absorption, F : fluorescence). Cette méthode se réfère aux échantillons témoins purs ou ayant des compositions précisément connues pour établir une cartographie chimique sur une zone de l'échantillon. Pour améliorer la qualité de la cartographie, cette méthode ajoute des coefficients de correction sur les mesures des intensités des rayons pour tenir compte des effets de l'interaction des électrons avec la matrice : effet du numéro atomique (Z), l'absorption des photons par la matrice (A) et la fluorescence (F) due à la surexcitation provoquée par la sollicitation des atomes par les photons X et les électrons.

La microsonde de Castaing, dotée d'un microanalyseur EPMA (Electron Probe Microanalyser), offre la possibilité d'automatisation de l'analyse sur une surface de l'ordre du cm² par balayage d'un nombre de points prédéfini pour chaque essai. Les mesures par microsonde sont effectuées sur des coupes transversales de l'échantillon solidifié par TSD sous des conditions de gradient thermique et de vitesse de refroidissement variées. Chaque coupe correspond à une température connue.

Les mesures ont été effectuées suivant des grilles d'analyses systématiques, c'est-à-dire avec un pas d'analyse constant. Néanmoins, la taille de la grille et le pas d'analyse varient en fonction des conditions de solidification utilisées lors des essais de TSD, en particulier en fonction des paramètres microstructuraux à savoir les espacements dendritiques primaires et secondaires. Plus particulièrement, le pas d'analyse Δl varie en fonction du facteur d'échelle $f=\lambda_1/\lambda_2$. Ainsi, plus la structure est grossière, plus le nombre de point d'analyse sera faible et inversement. Le nombre de points réalisés par coupe allant de 196 points pour les plus faibles vitesses de refroidissement à 289 points pour les vitesses les plus élevées [Zollinger, 2011].

Expérience	Nombre de points			
	1350°C	1325°C	1300°C	1275°C
A1	-			
A2	-			
A3	-	289 ou multiple (1 ou 2 grilles de 17*17pts)		
B1	196 (grille de 14*14pts)			
B2	225 (grille de 15*15 pts)			
B3	256 (grille de 16*16 pts)			
C1	-			

Tableau 2-3: Nombres de points choisis pour les mesures des compositions par microsonde de Castaing

Les mesures obtenues à partir des analyses de la microsonde sont triés par la méthode WIRS (Weighted Interval Rank Sort) développée par Ganesan et al [Ganesan, 2005]. Cette méthode

de tri par rang à intervalles pondérés permet d'organiser les données de mesure pour pouvoir les exploiter en procédant sur trois étapes :

❖ **étape 1** : déterminer le type de variation des coefficients de partage $(k_i)_{i=1..n}$ ($k_i < 1$ ou > 1). Les méthodes possibles sont (1) la comparaison de la composition des cœurs de dendrites à celle des espaces interdendritiques, (2) la réalisation d'une cartographie X et (3) consultation de la littérature/des logiciels de calcul thermodynamique ;

❖ **étape 2** : trier les données par la méthode WIRS. Pour chaque composition mesurée d'une espèce chimique C_i^j (i = élément, j = point de mesure), on détermine les compositions minimum $C_i^{\min}$ et maximum $C_i^{\max}$. Chaque composition mesurée C_i^j est pondérée par les compositions minimum ou maximum de l'élément i (selon le coefficient de partage) ainsi que l'incertitude σ_i de mesure associée à cet élément. On obtient ainsi une composition pondérée $\overline{C}_i^j$ vérifiant :

$$\text{Ségrégation normale } (k < 1) : \quad \overline{C}_i^j = (C_i^j - C_i^{\min}) / \sigma_i \quad (2-1)$$

$$\text{Ségrégation inverse } (k > 1) : \quad \overline{C}_i^j = (C_i^{\max} - C_i^j) / \sigma_i \quad (2-2)$$

Pour chaque élément i , la composition pondérée $\overline{C}_i^j$ varie entre 0 et $(C_i^{\max} - C_i^{\min}) / \sigma_i$.

Pour chaque point de mesure j , la moyenne des compositions pondérées de tous les éléments est calculée. Les moyennes obtenues pour tous les points de mesure constituent un vecteur non ordonné. On affecte à chaque moyenne un rang R^j avant de trier le vecteur des moyennes par ordre croissant.

❖ **étape 3** : calculer la fraction solide. On utilise chaque rang R^j affecté à une moyenne calculée sur un point de mesure j . La fraction solide $g^s(j)$ dans un point de mesure j est alors calculée en fonction du nombre de points de mesure N par la relation :

$$g^s(j) = R^j / N \quad (2-3)$$

Il est important de noter que, en affectant à chaque point d'analyse une valeur de fraction solide, le tri du vecteur des moyennes sur l'ensemble des points d'analyse va permettre de déplacer et organiser les données d'analyse (compositions des solutés) sur ces points de mesure pour obtenir une distribution cumulée.

Cette méthode de tri permet de prendre en compte l'influence de tous les éléments ainsi que les incertitudes de mesure. Le résultat de cette méthode d'analyse de données est observé sur la Figure 2-5.

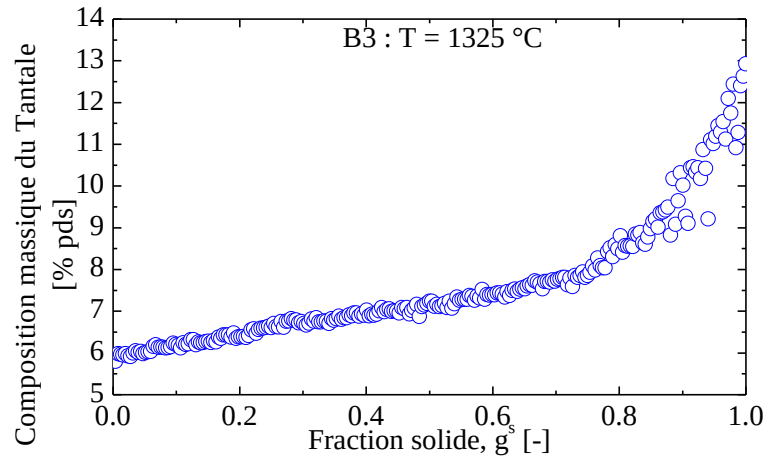


Figure 2-5 : Manipulation des données sur un échantillon de l'expérience B3 et à la coupe 1325°C : courbe tantale-fraction solide triée par la méthode WIRS.

2.1.4. Mesure de la fraction solide

2.1.4.1 Analyse chimique

En attribuant une composition mesurée à une fraction solide après tri, on obtient une courbe qui représente une distribution cumulée de la composition. Cette courbe permet la lecture de plusieurs paramètres tels que le coefficient de partage et la fraction du solide trempé :

- le coefficient de partage « apparent » k_i d'un soluté i est calculé en supposant une faible diffusion dans le solide et une diffusion instantanée dans le liquide (hypothèse de Gulliver - Scheil) :

$$k_i = C_i^{fs \rightarrow 0} / C_{i0} \quad (2-4)$$

$C_i^{fs \rightarrow 0}$ est la composition du premier solide formé. C_{i0} est la composition nominale, égale à la composition du liquide au début de la solidification.

- la fraction du solide trempé est déduite à partir de la courbe composition – fraction solide tracée à une température donnée (coupe transversale) (Figure 2-6). Cette fraction est localisée au niveau du saut de composition sur la courbe. Le saut de composition est dû à la différence de régimes de solidification du liquide et du solide. En effet, le liquide se solidifie à la vitesse de refroidissement de la trempe ($50^\circ\text{C}.\text{s}^{-1}$) alors que le solide se solidifie à la vitesse de tirage avant la trempe. Le saut permet également de calculer les compositions du solide à l'interface solide/liquide.

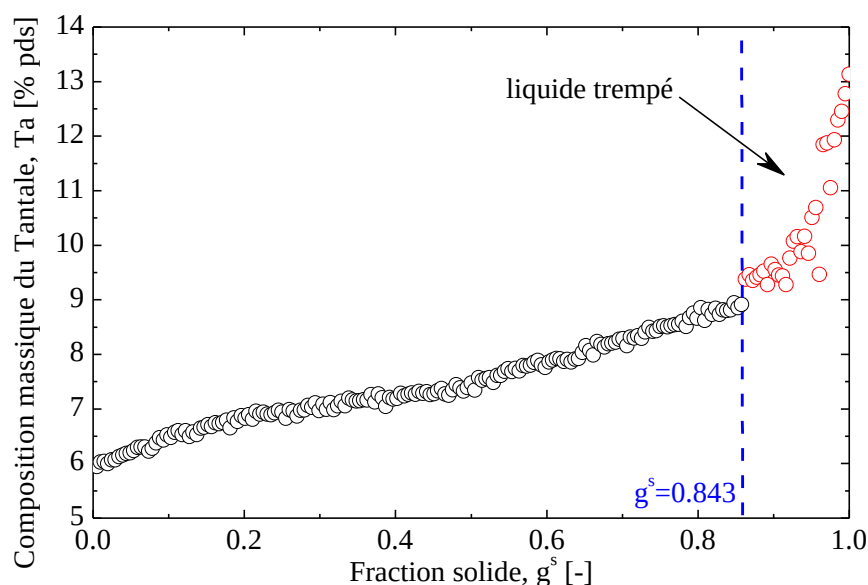


Figure 2-6 : Détermination de la fraction du solide trempé à partir de la courbe composition tantale- fraction solide : la fraction solide correspond au saut de composition dans la courbe. Expérience A2 et coupe 1325°C.

Il est clair que le saut de composition observé sur la Figure 2-6 (expérience A2) est plus identifiable que celui observé sur la Figure 2-5 (expérience B3) mesuré à la même température. Cette différence est due à une structure solide plus fine lorsque le refroidissement imposé est plus important. Par suite, on obtient moins de liquide trempé dans l'expérience A2 que dans l'expérience B3. Vu que les points de mesure de la composition chimique sont répartis uniformément sur un domaine limité de la coupe transversale, les points de mesure correspondant au liquide sont moins nombreux dans le cas de l'expérience A2.

Les mesures du coefficient de partage « apparent » constituent une étape importante dans la méthode de tri utilisée dans ce travail. Ces coefficients sont calculés grâce à l'équation (2-4) sous l'hypothèse de Gulliver-Scheil pour l'intégralité des expériences. Toutefois, cette hypothèse n'est pas réaliste dans le cas de faibles vitesses de refroidissement (A1, B1) où la diffusivité du solide n'est pas nulle. Par suite, cette hypothèse constitue une limitation de l'approche utilisée pour l'exploitation des mesures.

2.1.4.2 Analyse d'image

La méthode d'analyse d'image a été appliquée sur des coupes transversales des échantillons pour calculer la fraction solide ainsi que les périmètres spécifiques des interfaces solide/liquide. Pour ce faire, cette technique procède selon plusieurs étapes :

- acquisition d'images au microscope optique (MO) (Figure 2-7-(a));
- couchage de l'image couleur en images RVB, et utilisation de la couche bleue offrant un contraste plus faible tout en étant proche de l'image originale (Figure 2-7-(b));

- seuillage manuel de l'image et suivi de transformations morphologiques (Figure 2-7-(c));
- détection des interfaces entre pixels blancs (solide) et noir (liquide) (Figure 2-7-(d));

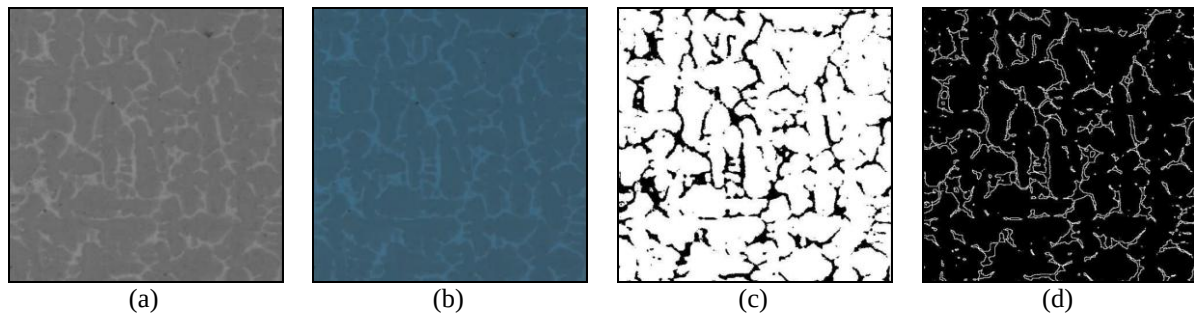


Figure 2-7 coupe radiale à 1300 °C d'un échantillon d'alliage AM1 solidifié sous un gradient de 26 K.cm⁻¹ et à une vitesse de 6 mm.min⁻¹ (Exp A3): (a) image obtenue en MO, (b) couche bleue (RVB), (c) image seuillée et (d) détection des contours de l'image seuillée.

Le calcul de la fraction solide est effectué après seuillage et transformation de l'image (Figure 2-7-(c)). La fraction solide correspond donc au rapport du nombre de pixels blancs par le nombre total de pixels.

2.1.4.3 Résultats des mesures

La comparaison entre les fractions solides mesurées par analyse chimique et analyse d'image est donnée par la Figure 2-8. Ces analyses sont appliquées à trois coupes transversales d'un échantillon de l'expérience A3 correspondant aux températures 1325, 1300 et 1275°C. Les deux chemins de solidifications sont relativement proches, avec une superposition des barres d'erreur pour toutes les mesures. A des fractions solides inférieures à 0.9, les mesures obtenues par analyse d'image sont supérieures à celles obtenues par analyse chimique. Cette surestimation de la fraction solide peut être expliquée par une solidification au cours de la trempe. A des fractions solides supérieures à 0.9, les mesures obtenues par analyse d'image se situent au dessus de celles correspondant à l'analyse chimique. Ce résultat peut être expliqué par la difficulté de séparer les poches de l'eutectique du liquide trempé vu la petite taille de la zone liquide.

Etant donnée la cohérence des deux techniques, un choix d'utilisation de l'analyse chimique était fait dans le but de calculer la variation des fractions solides pour chaque expérience.

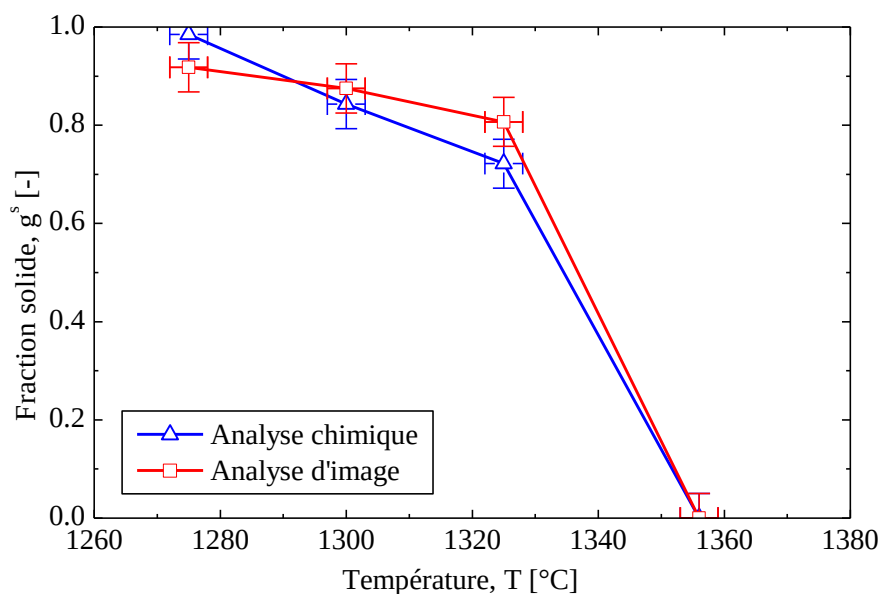


Figure 2-8 : Comparaison entre la méthode d'analyse d'image et la méthode d'analyse chimique appliquées sur la surface d'un échantillon solidifié sous un gradient thermique de 26 K.cm^{-1} et une vitesse de 6 mm.min^{-1} (A3).

La Figure 2-9 montre les résultats des mesures des fractions solides sur des échantillons soumis aux expériences B1-3. Dans ces expériences, on a varié la vitesse de tirage à un gradient thermique constant. L'observation des structures de solidification montre que plus on augmente la vitesse de tirage plus la structure dendritique est fine. De plus, à une plus faible vitesse de refroidissement (B1) (2 °C.min^{-1}), l'intervalle de solidification est plus faible. La structure obtenue à la fin de la solidification ne contient pas de l'eutectique. En imposant une faible vitesse de tirage, on impose un temps de solidification élevé ($\approx 1300\text{s}$). Par suite, on obtient un nombre de Fourier plus important, ce qui explique une obtention d'une fraction solide plus élevée, à une même température, par rapport aux fractions solides correspondant aux autres vitesses. En revanche, à une plus forte vitesse de refroidissement (B3) (24 °C.min^{-1}), on obtient un domaine de solidification plus grand et on observe une formation de poches eutectiques dans la zone du liquide entre les bras de dendrites. En outre, le temps de solidification est le plus court ($\approx 200\text{s}$), ce qui induit moins de rétrodiffusion des solutés par le solide. Par suite, le liquide interdendritique s'enrichit ou s'appauvrit (selon la direction de partition du soluté). Par conséquent, lorsque la composition du liquide interdendritique et la température du système deviennent thermodynamiquement favorables à la germination d'une nouvelle phase solide, la germination a lieu et une structure eutectique lamellaire se forme au cœur de la zone liquide interdendritique (figure 1-2-(d)).

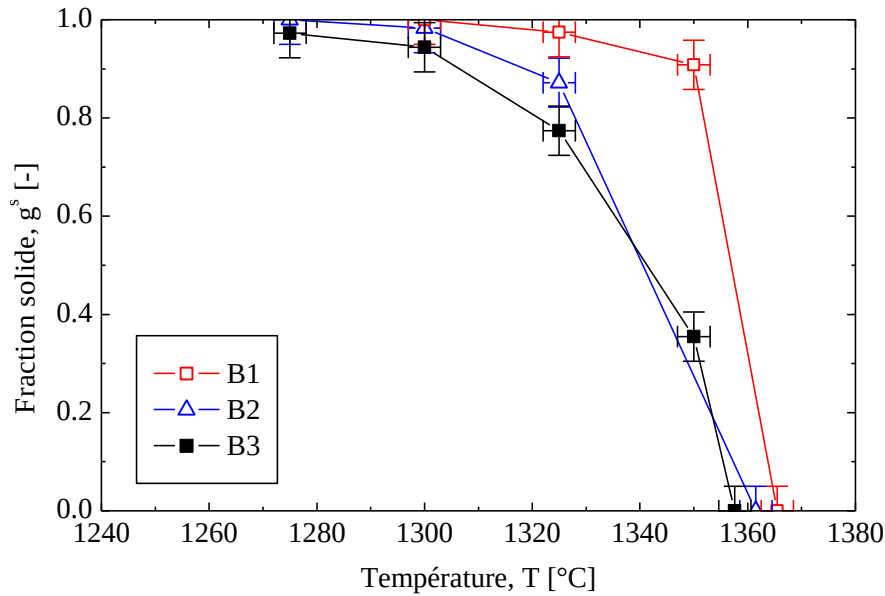


Figure 2-9 : Variations des fractions solides en fonction de la température pour l'AM1 mesurées sous différentes vitesses de refroidissement. Le gradient thermique est de 40 °C.cm⁻¹ et les vitesses de refroidissement varient : 0.5mm.min⁻¹(B1), 3mm.min⁻¹(B2) et 6mm.min⁻¹(B3). Les symboles pleins indiquent la présence d'une structure eutectique.

2.1.5. Caractérisation morphologique

2.1.5.1 Espacement interdendritique primaire

Calculer les espacements interdendritiques primaires λ_1 est équivalent à chercher la valeur de la densité d'axes primaires n_p sur une coupe transversale d'un échantillon solidifié sous des conditions de gradients thermiques et de vitesses de solidification données (Figure 2-10). La densité d'axes primaires est calculée en divisant le nombre de bras de dendrites observées par la surface utilisée pour l'observation. Cette méthode permet d'avoir des mesures à faible erreur de l'ordre de 20 μm .

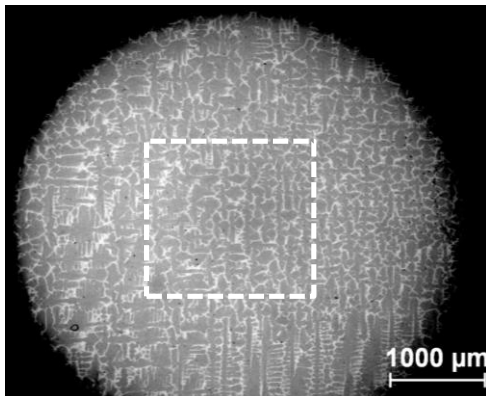


Figure 2-10 : Surface d'observation sur une coupe transversale (Exp A3 à T=1275°C) pour la mesure de la densité d'axes primaires.

La Figure 2-11 montre la variation de l'espacement interdendritique primaire en fonction du produit $G^{-1/2}v^{-1/4}$. Les mesures montrent une variation affine de cette longueur caractéristique qui correspond à nombreux modèles proposés [Hunt, 1979; Kurz, 1981; Trivedi, 1984] lorsqu'on considère un intervalle de solidification ΔT_0 fixe.

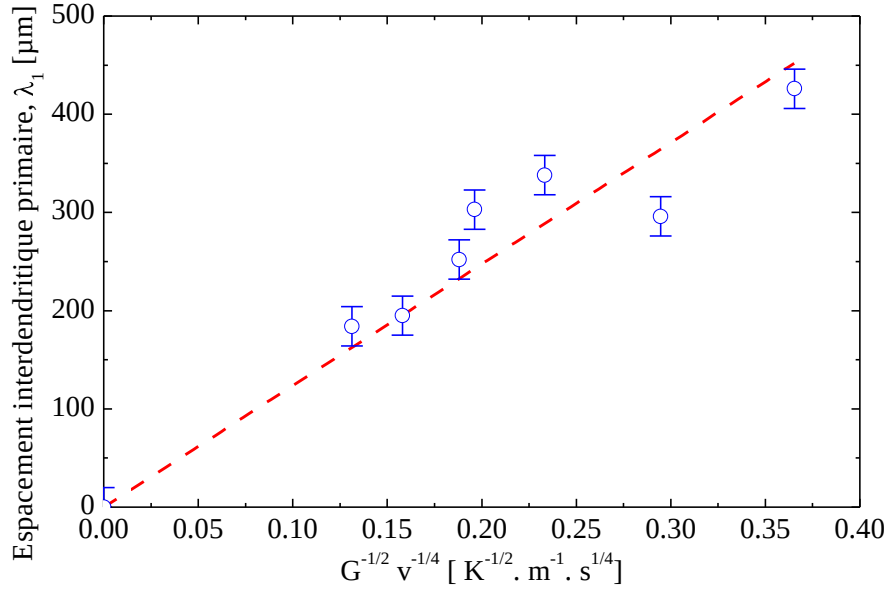


Figure 2-11 : Variation de l'espacement dendritique primaire en fonction du produit $G^{-1/2}.V^{-1/4}$.

L'interpolation en une fonction affine de la variation de l'espacement interdendritique primaire pour l'AM1 :

$$\lambda_1 = 1.24 \cdot 10^{-3} G^{-1/2} v^{-1/4} [m] \quad (2-5)$$

avec G en $K.m^{-1}$, v en $m.s^{-1}$ et λ_1 en m .

2.1.5.2 Espacement interdendritique secondaire

Les espacements interdendritiques secondaires sont calculés à partir des coupes longitudinales des échantillons trempés (Figure 2-12). La mesure est effectuée par l'outil de mesure du microscope optique en prenant pour référence le front solide. Les mesures sont effectuées en fonction du temps local de solidification t_{ls} , temps mis pour passer de la pointe de dendrite à la position de mesure. Le temps local de solidification est lié à la température T du point de mesure par la relation :

$$t_{ls} = \frac{(T_p - T)}{G v_L} \quad (2-6)$$

où T_p et T sont respectivement les températures à la pointe de dendrite et au point de mesure. G est le gradient thermique et v_L est la vitesse de tirage.

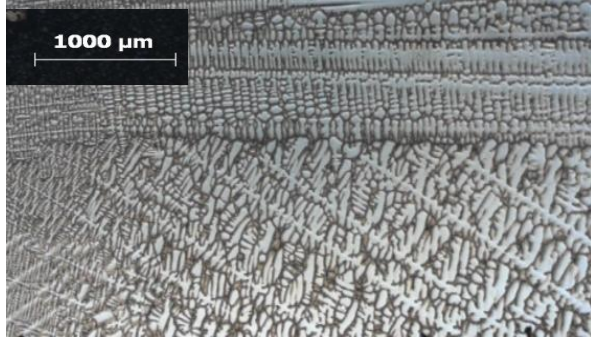


Figure 2-12 : Surface d'observation sur une coupe longitudinale (Exp A2) pour la mesure des espacements interdendritiques secondaires.

Les résultats de la mesure des espacements interdendritiques secondaires sont donnés sur la Figure 2-13. La Figure 2-13 montre les différentes lois de maturation des bras de dendrites secondaires selon les conditions thermiques imposées. A l'exception de l'échantillon correspondant à l'expérience A3 ($G_L=26 \text{ K.cm}^{-1}$ et $V = 6 \text{ mm.min}^{-1}$), les trois évolutions mesurées suivent une loi qui satisfait aux modèles de maturation proposés dans la section (1.2.4.) [Kattamis, 1965 ; Feurer, 1977 ; Kurz, 1998].

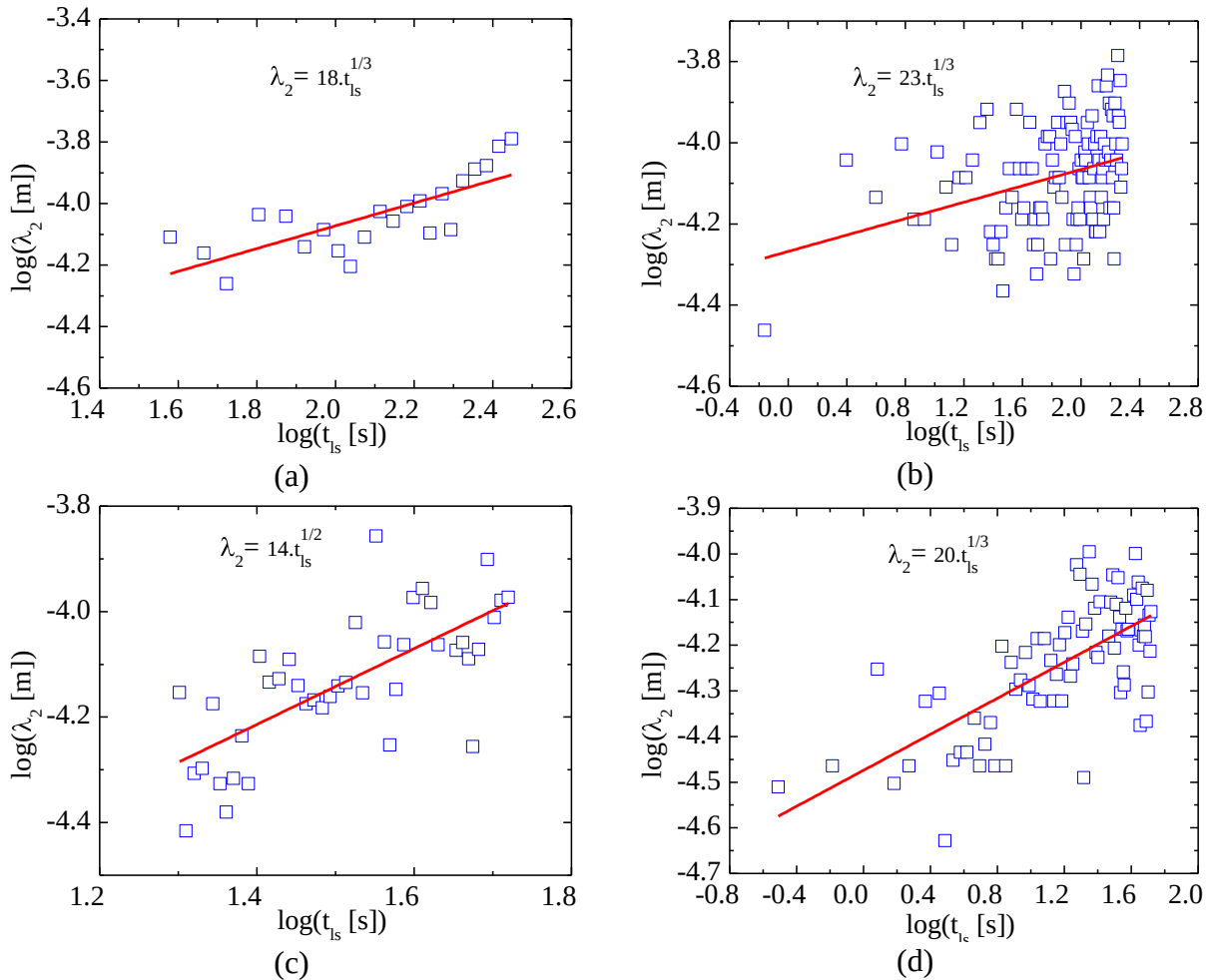


Figure 2-13 : Mesures de l'espacement interdendritique secondaire pour des échantillons en AM1 trempés sous différentes conditions thermiques : (a) A1(b) B2 (c) A3 et (d) B3.

2.1.5.3 Rayon de la pointe de dendrite

Les mesures des rayons de la pointe de dendrite ont été réalisées sur des coupes longitudinales au niveau du front de solidification (Figure 2-14).

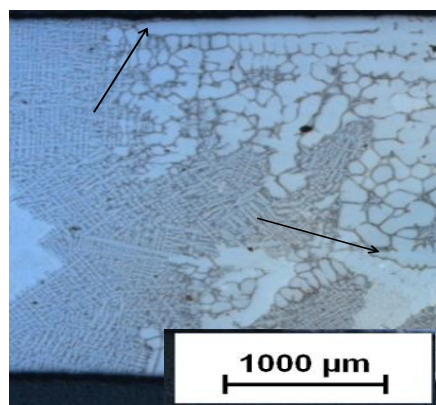


Figure 2-14 : coupe longitudinale montrant les zones de mesures des rayons de la pointe de dendrite r_p . Le rayon est mesuré par microscope optique (exp A1).

Les mesures des rayons moyens des pointes de dendrite dans les différents échantillons a permis de tracer la loi rayon-vitesse de tirage donnée par la Figure 2-15.

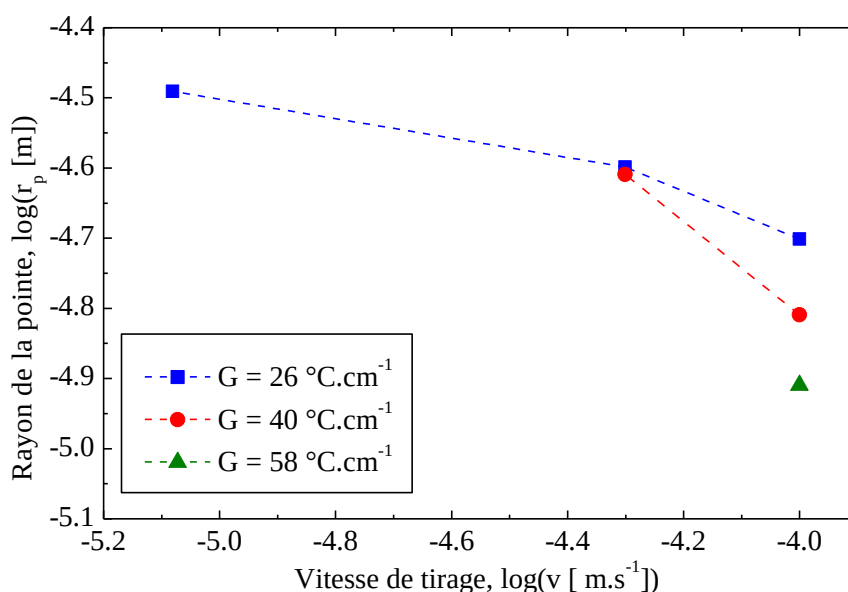


Figure 2-15 : Evolution du rayon de la pointe de dendrite en fonction de la vitesse de tirage et des gradients thermiques.

La Figure 2-15 montre que le rayon de la pointe diminue en augmentant la vitesse de tirage. La diminution particulièrement observable sur la courbe ($G = 26$ °C.cm $^{-1}$) correspond à la limite de diffusion observée sur la figure 1-11. Cette limite est décrite par la solution d'Ivantsov proposée pour le problème de diffusion à la pointe de dendrite sous l'hypothèse d'une croissance paraboloidale de la dendrite. En augmentant la vitesse de tirage ($v > 6$ mm.min $^{-1}$) ou en la diminuant ($v < 0.5$ mm.min $^{-1}$), on risque de franchir la limite de stabilité

absolue ou constitutionnelle. Dans ce cas, la structure n'est plus dendritique mais plutôt cellulaire voire plane si on impose des conditions plus extrêmes.

Il est aussi important de noter dans la Figure 2-15 que l'augmentation du gradient thermique à une vitesse constante décale la courbe (rayon de la pointe – vitesse de tirage) vers le bas. On obtient ainsi un rayon de pointe plus grand, typique du régime cellulaire.

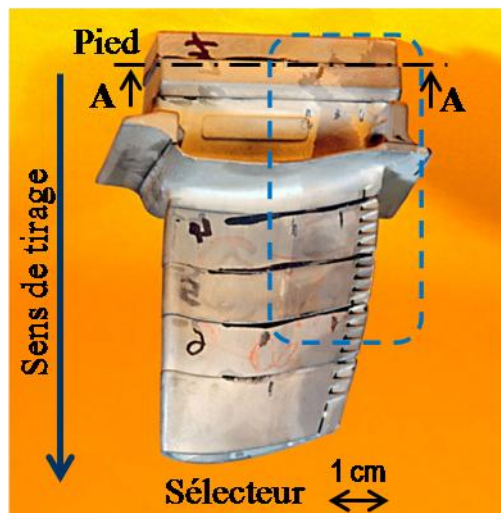
Dans les résultats ci-dessus, nous avons supposé que la vitesse de tirage appliquée au cours de la trempe correspond à la vitesse de croissance du front colonnaire. Cette hypothèse est justifiable dans la mesure où le gradient thermique est vertical et les dendrites se développent dans la même direction. Toutefois, l'observation effectuée sur les échantillons montre des dendrites désorientées par rapport à la direction principale de croissance. En ajoutant l'effet de la capillarité ainsi que la diffusion des espèces chimiques, la vitesse de la pointe de dendrite devient différente de la vitesse de tirage imposée. Par ailleurs, les mesures des températures des coupes transversales se sont basées sur l'hypothèse d'un gradient thermique constant ce qui n'est pas vrai si on tient compte de la chaleur libérée par le solide au cours de sa formation. Cette chaleur diminue le gradient thermique au cours de la solidification.

2.2. Analyse EBSD sur des coupes transversales des aubes de turbines monocristallines

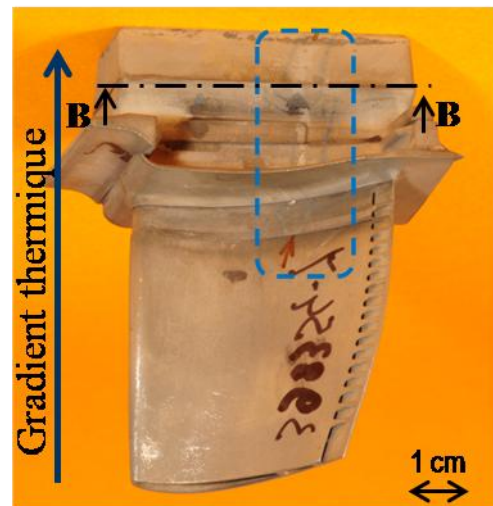
L'objectif de cette partie est de comprendre les raisons possibles de la germination des grains dans l'aube de turbine à partir d'une simple analyse des désorientations relatives des grains. Pour ce faire, on dispose de deux aubes monocristallines choisies pour leurs défauts: une aube polycristalline résultat d'une mauvaise sélection du grain au niveau de la chicane et une aube monocristalline renfermant un grain « parasite » (Figure 2-16). Les deux aubes sont découpées par électroérosion en plusieurs coupes transversales afin de permettre le suivi des grains sur toute la pièce.

Les surfaces des coupes des aubes ont été préparées par polissage mécanique sur papier abrasif au carbure de silicium à faible granulométrie.

La technique EBSD (Electron Backscattered Diffraction) est une méthode d'analyse qui permet d'imager les orientations cristallographiques locales dans un microscope électronique à balayage (MEB). Le principe du MEB est basé sur différentes étapes. En effet, un faisceau d'électron est envoyé par le canon avec une énergie comprise entre 1 et 30kV. Lorsque le faisceau incident bombarde la surface de l'échantillon, celle-ci est excitée et une interaction électron-matière a lieu. L'intensité des électrons rétrodiffusés est conditionnée par la nature chimique, la topologie de l'échantillon et l'orientation du faisceau incident par rapport au réseau cristallographique. On peut s'affranchir de l'effet topologique en procédant à un polissage très propre de l'interface de l'échantillon.



(I)



(II)

Figure 2-16 : Images des deux aubes de turbine MHP : (I) une aube de turbine polycristalline et (II) une aube monocristalline avec un grain parasite. La solidification des aubes s'effectue à partir du sélecteur en allant vers le pied dans le sens du gradient thermique.

Le faisceau d'électrons rétrodiffusés suite à leur interaction par les plans cristallins forme une figure de diffraction constituée de pseudo-lignes de Kikuchi (Figure 2-17). Les effets de la canalisation des électrons incidents se traduisent dans cette figure par des bandes claires correspondant aux différentes familles de plans qui se trouvent parallèles au faisceau incident à un moment donné au cours du balayage.

Une caméra de haute sensibilité est placée devant la surface de l'échantillon pour enregistrer des images de diffraction (Figure 2-17). La symétrie et l'orientation du cristal sont déduites de l'analyse des images, c'est l'indexation. La précision angulaire relative est de 1 degré et la précision absolue est de 2 degrés.

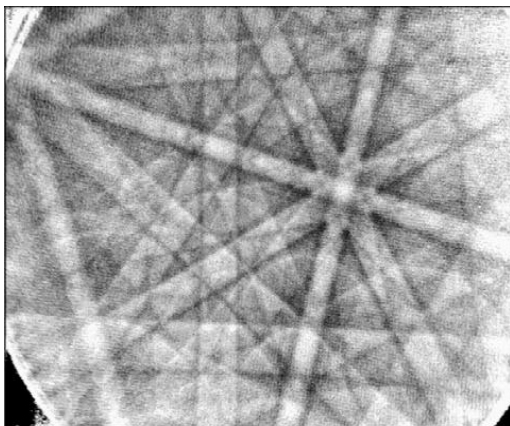


Figure 2-17 : Figure typique formée par les électrons rétrodiffusés sur un écran luminescent (Electron Backscattered Pattern).

En balayant point par point avec le faisceau d'électron une zone de la surface de l'échantillon, on peut déterminer la carte des orientations. L'analyse de ces cartes d'orientation sert par la suite à déterminer l'orientation relative des grains dans le matériau sous forme d'une figure de pôles.

La Figure 2-18 et la Figure 2-19 représentent des résultats obtenus par EBSD sur deux coupes transversales des aubes de turbines fournies par la Snecma. La Figure 2-18 présente le résultat d'analyse EBSD sur une coupe transversale de l'aube (I) de la Figure 2-16. A partir de la figure de pôles donnée dans la Figure 2-18-(c), la structure est constituée d'un grain principal (1) de direction $\langle 100 \rangle$ orienté selon la direction principale de l'aube, d'un grain faiblement désorienté (2) ($\sim 5^\circ$) et de deux grains fortement désorientés (3) et (4) ($\sim 50^\circ$).

L'analyse de la texture cristallographique sur l'ensemble des coupes a permis de suivre les grains dans les différentes parties de l'aube et de vérifier la possibilité de présence d'un cinquième grain (Annexe 1.2). Nous avons conclu à partir de ces analyses l'absence d'un cinquième grain dans l'aube. Les grains fortement désorientés ont été identifiés sur toutes les coupes de la pièce. Cependant, nous n'avons pas identifié le grain faiblement désorienté sur les deux premières coupes à la sortie du sélecteur. Cette observation permet de conclure que les grains (3) et (4) proviennent du sélecteur de grains et que le grain (2) est formé dans la partie utile de la pièce. La formation du grain (2) peut être expliquée par une fragmentation ou une déformation d'une branche dendritique secondaire du grain (1). Une fois fragmentée ou déformée, cette branche poursuit son développement avec une faible désorientation.

Dans la Figure 2-19, l'aube de turbine monocristalline renferme un grain « parasite » (2). La mesure de la désorientation relative du grain parasite par rapport au grain principal (1) est égale à 8.8° . D'après la Figure 2-19, le grain parasite se crée au niveau de la pale de l'aube, à quelques millimètres au dessus de la plateforme du pied. La faible désorientation du grain exclut l'hypothèse d'une germination parasite puisque cette dernière devrait produire des grains de fortes désorientations relatives. Par conséquent, on peut expliquer ce phénomène soit par une fragmentation soit par une refusion des bras de dendrite.

Pour vérifier le phénomène qui a contribué à l'apparition du grain à faible désorientation cristallographique, on peut procéder par une expérience de solidification dans laquelle on fait des observations in-situ et à temps réel de la structure en cours de croissance. Les observations peuvent être effectuées par radiographie par rayons X transmis après bombardement d'un échantillon en AM1 d'épaisseur suffisamment faible. La faible épaisseur permet de garantir une meilleure mesure et analyse des rayons transmis. Une expérience semblable a été effectuée dans la référence (Mangelink, 2011) sur un alliage Al-3.5 % pds Ni pour la mesure de sa loi de germination. Une fois l'échantillon en AM1 est préparé, cette technique permet d'observer l'origine des grains germés et de suivre leur croissance. La fragmentation est observée par une rupture du bras secondaire qui est généralement suivie par une sédimentation. Dans le cas où plusieurs grains colonnaires sont en compétition et croissance, le grain fragmenté est bloqué entre ces grains et poursuit sa croissance avec une désorientation faible par rapport au grain parent.

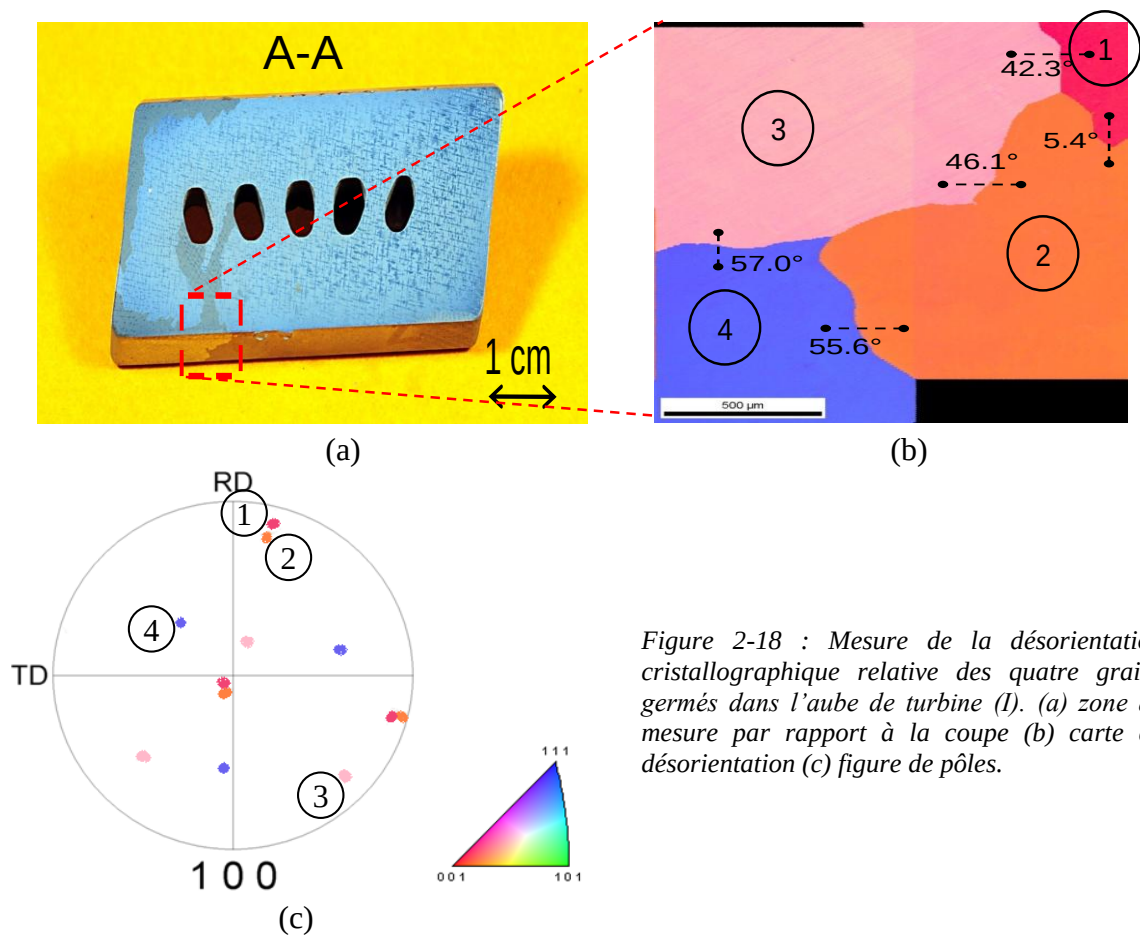


Figure 2-18 : Mesure de la désorientation cristallographique relative des quatre grains germés dans l'aube de turbine (I). (a) zone de mesure par rapport à la coupe (b) carte de désorientation (c) figure de pôles.

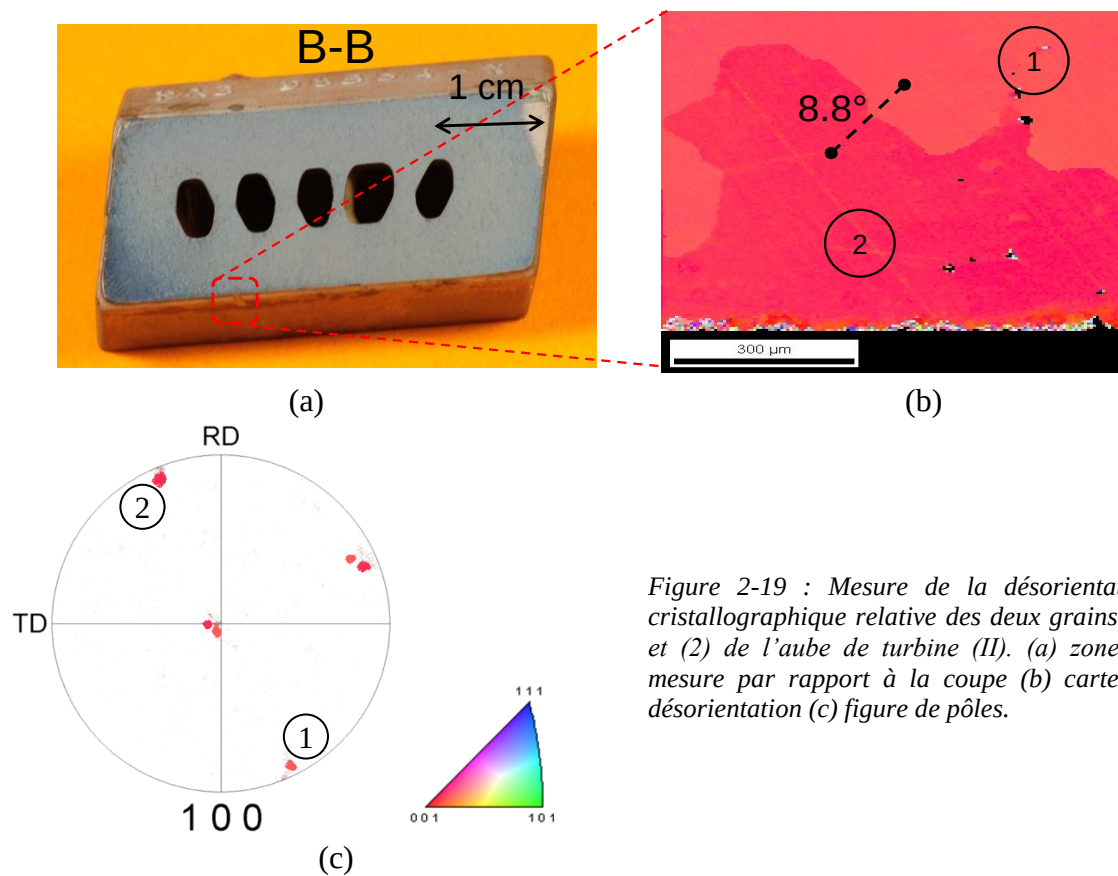


Figure 2-19 : Mesure de la désorientation cristallographique relative des deux grains (1) et (2) de l'aube de turbine (II). (a) zone de mesure par rapport à la coupe (b) carte de désorientation (c) figure de pôles.

2.3. Conclusion

La caractérisation de l'AM1 par TSD a permis d'élaborer une nouvelle base de données expérimentale qui sert à valider par la suite les modèles développés. Différentes méthodes d'analyse ont permis de mesurer les grandeurs caractéristiques des grains au cours de leur solidification.

Les températures d'équilibre (de liquidus, solidus et eutectique) sont mesurées par Analyse Thermique Différentielle (ATD) sur un échantillon AM1. La température de liquidus a servi de référence pour le calcul des domaines de solidification et des surfusions de la pointe de dendrite. L'utilisation des thermocouples dans l'expérience a permis d'affecter une température à chaque coupe transversale de l'échantillon trempé.

Les compositions chimiques dans le solide et le liquide sont mesurées par Microsonde de Castaing en choisissant un nombre de point optimal d'analyse et en utilisant la méthode de correction ZAF. En appliquant une méthode de tri WIRS sur les mesures de composition, le profil de ségrégation chimique est tracé permettant ainsi de déduire les fractions solides correspondant à la coupe transversale/la température donnée.

Le microscope optique (MO) est utilisé pour mesurer les grandeurs morphologiques des grains de l'AM1 : le rayon de la pointe de dendrite, l'espacement interdendritique primaire et l'espacement interdendritique secondaire. Nous avons vérifié que l'évolution du rayon de la pointe de dendrite est inversement proportionnelle à la vitesse de tirage de l'échantillon. En outre, l'espacement interdendritique primaire mesuré est une fonction affine du produit $G^{-1/2} v^{-1/4}$, résultat vérifiant plusieurs modèles existants. Enfin, les espacements interdendritiques secondaires mesurés sur des coupes longitudinales sont fonctions du temps local de solidification et vérifient une tendance proposée par plusieurs modèles de maturations dans la littérature.

La deuxième partie expérimentale proposée constitue la mesure EBSD des désorientations des grains sur deux aubes de turbines en AM1. Les mesures menées sur différentes coupes transversale ont montré la présence de grains à faible et à forte désorientation. Les grains à forte désorientation (50°) sont formés à cause d'une mauvaise sélection de grain au niveau de la chicane. Les grains de faible désorientation (8°) sont formés dans l'aube de turbine. Ce phénomène peut être expliqué par la refusion ou la fragmentation des bras de dendrite au cours de la solidification. Pour vérifier ce phénomène, une expérience d'observation in-situ et en temps réel est possible grâce à un dispositif de radiographie par rayons X.

Chapitre 3

Modèle de microségrégation pour les alliages multicomposés

Pour modéliser la solidification dans les alliages multicomposés à l'échelle macroscopique ($\sim \text{cm}$), il faut tenir compte d'une part de l'aspect dendritique de la structure et d'autre part de la présence de plusieurs solutés qui diffusent d'une manière différente dans toutes les phases. Ces deux facteurs conditionnent la solidification de la structure et dépendent principalement des conditions thermiques imposées.

Ce chapitre constitue la synthèse des développements du modèle de microségrégation pour un alliage multicomposé. Le modèle constitue l'extension du modèle de microségrégation binaire proposé par Tourret et al. [Tourret, 2009]. Il est basé sur la théorie de prise de moyenne sur des équations de conservation de la masse et de l'énergie. Dans la première partie, les équations moyennées de conservation ainsi que les hypothèses du modèle sont intégrées à partir des équations de conservation locales. Les paramètres et fonctions du modèle ainsi que la méthode numérique de résolution sont présentés dans la seconde partie du chapitre. Enfin, la troisième partie présente le résultat obtenue après application du modèle sur l'alliage AM1.

3.1. Equations de conservation

Le modèle de microségrégation est basé sur le principe de conservation de la matière et de l'énergie dans un volume élémentaire représentatif. Ce dernier peut contenir, selon la température, plusieurs phases solide et liquide en cours de transformation. Les fractions des phases varient au cours de la transformation tout en vérifiant la conservation de la masse et de l'énergie du système.

Notations : dans ce chapitre, on désigne par α et β les indices des phases. α/β est l'interface entre ces deux phases. L'indice i représente une espèce chimique.

Les termes en gras représentent des vecteurs. Les autres termes sont des scalaires.

3.1.1. Conservation de la masse totale et de la masse des solutés

L'expression générale de l'équation locale de conservation de la masse d'un soluté i dans une phase α s'écrit :

$$\frac{\partial(\rho^\alpha w_i^\alpha)}{\partial t} + \text{div}(\rho^\alpha w_i^\alpha \mathbf{v}^\alpha) + \text{div}(\mathbf{j}_i^\alpha) = \dot{Q}_i^\alpha \quad (3-1)$$

où ρ^α est la masse volumique de la phase α et $\mathbf{v}^\alpha$ est la vitesse de la matière. w_i^α est la composition du soluté i , $\dot{Q}_i^\alpha$ un terme source, $(\rho^\alpha w_i^\alpha \mathbf{v}^\alpha)$ un flux convectif de la matière et $\mathbf{j}_i^\alpha$ un flux diffusif. Le terme de diffusion dans l'équation obéit à la première loi de Fick :

$$\mathbf{j}_i^\alpha = - D_i^\alpha \mathbf{grad}(\rho^\alpha w_i^\alpha) \quad (3-2)$$

D_i^α est le coefficient de diffusion du soluté i dans la phase α .

L'équation locale de conservation de la masse totale de toutes les espèces chimiques dans la phase α s'écrit:

$$\frac{\partial(\rho^\alpha)}{\partial t} + \text{div}(\rho^\alpha \mathbf{v}^\alpha) = 0 \quad (3-3)$$

3.1.2. Théorème de prise de moyenne

A l'intérieur d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) de la microstructure, V , on définit les grandeurs suivantes :

- La valeur moyenne $\langle \psi^\alpha \rangle$ sur le domaine V d'une grandeur ψ d'une phase α ,

$$\langle \psi^\alpha \rangle = \frac{1}{V} \int_V \chi^\alpha \psi^\alpha dV \quad (3-4)$$

avec la fonction de présence de la phase α , χ^α , définie par $\chi^\alpha = \begin{cases} 0 & \text{à l'extérieur de la phase } \alpha \\ 1 & \text{à l'intérieur de la phase } \alpha \end{cases}$

- La valeur moyenne intrinsèque $\langle \psi^\alpha \rangle^\alpha$ sur le domaine V d'une grandeur ψ dans une phase α ,

$$\langle \psi^\alpha \rangle^\alpha = \frac{1}{V^\alpha} \int_V \chi^\alpha \psi^\alpha dV = \frac{\langle \psi^\alpha \rangle}{g^\alpha} \quad (3-5)$$

avec

$$g^\alpha = \frac{V^\alpha}{V} \quad (3-6)$$

la fraction volumique de la phase α dans le VER.

La prise de moyenne des dérivées temporelles et spatiales satisfait les relations suivantes :

$$\left\langle \frac{\partial \psi^\alpha}{\partial t} \right\rangle = \frac{\partial \langle \psi^\alpha \rangle}{\partial t} - \frac{1}{V} \int_{A^\alpha} \psi^\alpha \mathbf{v} \cdot \mathbf{n} \, dA \quad (3-7)$$

$$\langle \nabla \psi^\alpha \rangle = \nabla \langle \psi^\alpha \rangle + \frac{1}{V} \int_{A^\alpha} \psi^\alpha \mathbf{n} \, dA \quad (3-8)$$

où A^α est la surface de l'interface entre la phase α et les autres phases adjacentes.

3.1.3. Hypothèses générales du modèle

Les hypothèses générales suivantes sont appliquées :

- (i) Les densités sont supposées uniformes, constantes et égales dans toutes les phases ;
- (ii) Le terme de flux macroscopique entre VER, i.e. $\mathbf{j}_i^\alpha$, est négligé par rapport aux termes microscopiques de diffusion entre phases dans le VER ;
- (iii) Il n'y a ni création ni perte de la matière. Le terme $\dot{Q}_i^\alpha$ est donc nul ;
- (iv) Dans les alliages métalliques, le nombre de Lewis est élevé. Il en résulte une diffusion thermique très rapide par rapport à la diffusion chimique. Ainsi, la température du système est supposée homogène à l'échelle du VER ;
- (v) Le milieu est saturé si bien que :

$$\sum_{\alpha} g^\alpha = 1 \quad (3-9)$$

où α désigne toutes les phases;

- (vi) Le modèle ne tient compte que de la croissance dendritique de la phase solide. Le liquide entre les bras de dendrite (interdendritique) et le liquide à l'extérieur des bras de dendrite (extradendritique) sont distingués car leurs compositions sont très différentes. Le système renferme donc au maximum trois phases : le solide $s^{(1)}$, le liquide interdendritique $l^{(1)}$ et le liquide extradendritique $l^{(0)}$;
- (vii) Les interfaces entre les phases solide et liquide sont considérées à l'équilibre thermodynamique ;

(viii) Il n'y a pas d'interaction entre les espèces chimiques au cours de la solidification ;

Les notations (1) et (0) sont respectivement utilisées pour identifier la zone pâteuse composée des phases $s^{(1)}$ et $l^{(1)}$, et la zone liquide qui l'entoure, $l^{(0)}$. Dans la suite du rapport, on note par α ou β la phase présente ($s^{(1)}$, $l^{(1)}$ ou $l^{(0)}$). Le schéma de la Figure 3-1(a) donne une illustration du VER au cours de la croissance de la zone pâteuse.

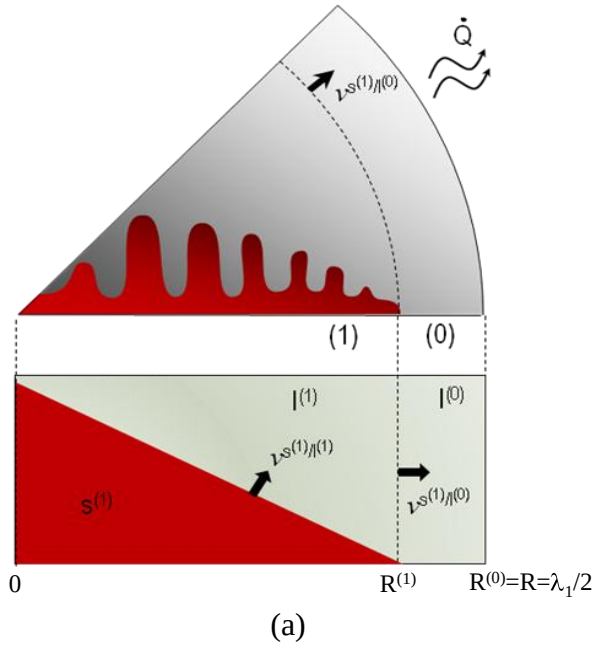
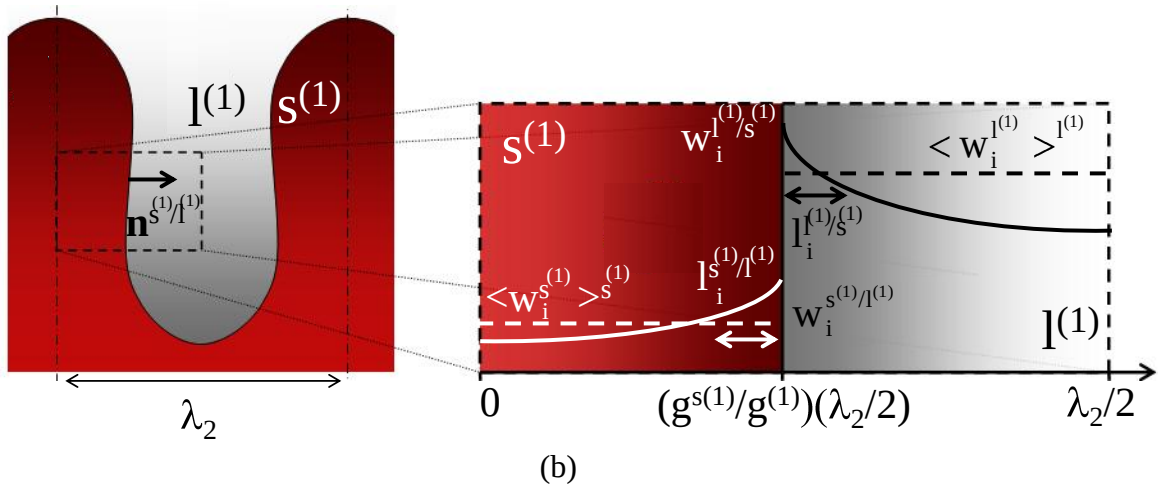


Figure 3-1 :(a) Schéma représentatif du VER : la zone pâteuse contient le solide $s^{(1)}$ et le liquide $l^{(1)}$. Son enveloppe $l^{(1)}/l^{(0)}$ croît à la vitesse de la pointe de dendrite. A l'intérieur de la zone pâteuse, les bras de dendrite croissent à la vitesse de l'interface $s^{(1)}/l^{(1)}$. Le liquide $l^{(0)}$ représente le liquide extradendritique. (b) Interface solide $s^{(1)}/$ liquide interdendritique $l^{(1)}$ avec les profils de composition paraboliques pour un élément d'alliage i .



3.1.4. Equations moyennes de conservation de la masse totale et de la masse du soluté

Les définitions et théorèmes de prise de moyenne volumique (équations (3-4) à (3-8)) sont appliqués aux bilans de masse totale et de masse de soluté locaux (équations (3-1) et (3-3)) relativement à la phase α . Suivant les hypothèses énoncées précédemment, après application

des théorèmes de prise de moyenne, les équations moyennées de conservation de la masse de soluté, dans la phase α s'écrivent pour chaque soluté i :

$$\frac{\partial}{\partial t}(g^\alpha \langle w_i^\alpha \rangle^\alpha) = \sum_{\beta (\beta \neq \alpha)} S^{\alpha/\beta} \left[\frac{D_i^\alpha}{l_i^{\alpha/\beta}} (w_i^{\alpha/\beta} - \langle w_i^\alpha \rangle^\alpha) + w_i^{\alpha/\beta} v^{\alpha/\beta} \right] \quad (3-10)$$

Pour le soluté i les variables $\langle w_i^\alpha \rangle^\alpha$, $w_i^{\alpha/\beta}$, D_i^α et $l_i^{\alpha/\beta}$ sont respectivement la composition moyenne dans la phase α , la composition dans la phase α à l'interface α/β , le coefficient de diffusion dans la phase α et la longueur caractéristique de diffusion dans la phase α à partir de l'interface α/β . $S^{\alpha/\beta}$ et $v^{\alpha/\beta}$ sont respectivement la densité de l'interface α/β et la composante normale de la vitesse à l'interface α/β . Le bilan moyenné de la masse du soluté i à l'interface α/β s'obtient en intégrant l'équation locale de conservation sur un volume très faible au voisinage de l'interface de façon à négliger les termes de volume et à ne tenir compte que des termes de l'interface :

$$\frac{D_i^\alpha}{l_i^{\alpha/\beta}} (w_i^{\alpha/\beta} - \langle w_i^\alpha \rangle^\alpha) + \frac{D_i^\beta}{l_i^{\beta/\alpha}} (w_i^{\beta/\alpha} - \langle w_i^\beta \rangle^\beta) + (w_i^{\alpha/\beta} - w_i^{\beta/\alpha}) v^{\alpha/\beta} = 0 \quad (3-11)$$

L'équation de conservation de la masse totale, appliquée à la phase α donne:

$$\frac{\partial g^\alpha}{\partial t} = \sum_{\beta (\beta \neq \alpha)} S^{\alpha/\beta} v^{\alpha/\beta} \quad (3-12)$$

Le bilan moyenné de la masse totale à l'interface donne la continuité de la vitesse de l'interface :

$$v^{\beta/\alpha} + v^{\alpha/\beta} = 0 \quad (3-13)$$

3.1.5. Bilan d'énergie

La prise de moyenne de l'équation de conservation de l'énergie du système sur un élément de volume en négligeant les termes de transfert macroscopiques ou par diffusion permet d'exprimer le bilan moyen de l'énergie :

$$\frac{\partial \langle \rho H \rangle}{\partial t} = \langle \dot{Q}_T \rangle \quad (3-14)$$

où H est l'enthalpie massique du système et $\langle \dot{Q}_T \rangle$ est un terme qui contribue aux échanges du système au cours de la solidification. Ce terme caractérise le mode d'échange thermique

présent (convection, conduction ou radiation). L'enthalpie totale du système est la somme des enthalpies des phases α existantes pondérées par leurs fractions volumiques :

$$\langle \rho H \rangle = \sum_{\alpha} \langle \rho^{\alpha} H^{\alpha} \rangle = \sum_{\alpha} g^{\alpha} \langle \rho^{\alpha} H^{\alpha} \rangle^{\alpha} \quad (3-15)$$

où H^{α} est l'enthalpie massique de la phase α . Un flux de chaleur $\langle \dot{Q}_T \rangle$ transmis par convection avec l'extérieur du système s'exprime par la relation :

$$\langle \dot{Q}_T \rangle = - h S_{ech} (T - T_{ext}) \quad (3-16)$$

$S_{ech} = \frac{A}{V}$ est la densité de l'interface d'échange du système de surface A et de volume V avec l'extérieur et h est un coefficient de transfert qui caractérise l'interface et les échanges du système.

D'autre part, étant donné que l'enthalpie de chaque phase est fonction de la température et des compositions des solutés, et en utilisant l'hypothèse (i) en définissant une masse volumique unique pour toutes les phases ρ , on peut exprimer la différentielle de l'enthalpie par rapport au temps de la façon suivante :

$$\sum_{\alpha} \left(\frac{\partial g^{\alpha}}{\partial t} \langle H^{\alpha} \rangle^{\alpha} + g^{\alpha} \left. \frac{\partial \langle H^{\alpha} \rangle^{\alpha}}{\partial T} \right|_{\langle w_i^{\alpha} \rangle^{\alpha}} \frac{\partial T}{\partial t} + g^{\alpha} \sum_i \left(\left. \frac{\partial \langle H^{\alpha} \rangle^{\alpha}}{\partial \langle w_i^{\alpha} \rangle^{\alpha}} \right|_{T, \langle w_{j \neq i}^{\alpha} \rangle^{\alpha}} \frac{\partial \langle w_i^{\alpha} \rangle^{\alpha}}{\partial t} \right) \right) = - \frac{S_{ech}}{\rho} h (T - T_{ext}) \quad (3-17)$$

3.2. Hypothèses et équations supplémentaires du modèle

3.2.1. Géométrie

La taille de la géométrie choisie est proportionnelle à l'espacement interdendritique primaire λ_1 comme schématisé sur la Figure 3-1(a). Nous avons ramené le problème à une géométrie monodimensionnelle répartie sur deux échelles : une au niveau de l'enveloppe de la zone pâteuse de rayon $R^{(1)}$ en croissance dans un volume proportionnel à $R^{(0)} = \lambda_1/2$, et une autre au niveau de l'interface solide/liquide interdendritique et de la diffusion des espèces de part et d'autre de cette interface dans un élément de volume d'échelle $\lambda_2/2$. La croissance de la structure dendritique se fait radialement depuis le centre de la géométrie.

3.2.2. Echanges de masse

3.2.2.1 Existence des zones, interfaces et frontières

La Figure 3-1 montre les interfaces pouvant exister entre les différentes phases du domaine. On considère que l'échange de la matière n'a lieu qu'à l'interface solide $s^{(1)}$ / liquide interdendritique $l^{(1)}$ et à la frontière de la zone pâteuse qui relie le liquide interdendritique $l^{(1)}$ et le liquide extradendritique $l^{(0)}$. Vu le contact ponctuel du solide $s^{(1)}$ avec le liquide $l^{(0)}$, la surface d'échange $s^{(1)}/l^{(0)}$ est négligée.

La frontière $l^{(1)}/l^{(0)}$ croît à la vitesse de la pointe de dendrite. La relation suivante est donc vérifiée :

$$v^{s^{(1)}/l^{(0)}} = v^{l^{(1)}/l^{(0)}} = v_p \quad (3-18)$$

3.2.2.2 Densité d'interface

Les densités d'interface qui figurent dans les équations de conservation moyennées représentent le rapport entre la surface de l'interface et le volume total V .

❖ Interface solide $s^{(1)}$ / liquide interdendritique $l^{(1)}$

L'interface solide/liquide interdendritique peut être représentée par un plan séparant les deux phases. Cette interface croît dans le sens perpendiculaire à la direction de croissance des pointes des bras de dendrite secondaires (Figure 3-1(b)).

Dans un élément de volume d'aire A et de longueur $\lambda_2/2$, le rapport aire/volume rapporté au volume $V^{(1)}$ de la zone (1) est:

$$\frac{A^{s^{(1)}/l^{(1)}}}{V^{(1)}} = \frac{2}{\lambda_2} \quad (3-19)$$

Cette relation permet d'exprimer la densité d'interface $S^{s^{(1)}/l^{(1)}}$ en la rapportant au volume totale V du domaine :

$$S^{s^{(1)}/l^{(1)}} = g^{(1)} \frac{2}{\lambda_2} \quad (3-20)$$

avec $g^{(1)}$ la fraction de la zone pâteuse donnée par :

$$g^{(1)} = \frac{V^{(1)}}{V} = \frac{V_s^{(1)} + V_l^{(1)}}{V} = g_s^{(1)} + g_l^{(1)} \quad (3-21)$$

❖ Frontière liquide interdendritique $l^{(1)}/l^{(0)}$ /liquide extradendritique $l^{(0)}$

La frontière $l^{(1)}/l^{(0)}$ constitue l'enveloppe de la zone pâteuse. Dans le cas d'une symétrie sphérique pour la modélisation de la croissance équiaxe, la densité d'interface s'écrit en adoptant la notation $S^{l^{(1)}/l^{(0)}} = S^{(1)/(0)}$:

$$S_{\text{sph.}}^{(1)/(0)} = \frac{A_{\text{sph.}}^{(1)/(0)}}{V_{\text{sph.}}} = \frac{3 R^{(1)2}}{R^3} \quad (3-22)$$

où $R^{(1)}$ est le rayon de la zone pâteuse.

La symétrie cylindrique est utilisée pour modéliser la croissance colonnaire, la densité d'interface de la zone pâteuse est donnée par :

$$S_{\text{cyl.}}^{(1)/(0)} = \frac{A_{\text{cyl.}}^{(1)/(0)}}{V_{\text{cyl.}}} = \frac{2 R^{(1)}}{R^2} \quad (3-23)$$

3.2.2.3 Longueurs de diffusion

Les longueurs de diffusion permettent de représenter le profil de composition dans une phase donnée depuis son interface avec une autre phase. Ce sont les épaisseurs de la couche limite de diffusion des solutés à partir de l'interface. En exprimant les longueurs de diffusion, on peut approximer les gradients chimiques aux interfaces. L'expression de la longueur de diffusion dans la phase α à partir de l'interface α/β est donnée par :

$$l_i^{\alpha/\beta} = \frac{w_i^{\alpha/\beta} - \langle w_i^\alpha \rangle_\alpha}{-\left. \frac{\partial w_i^\alpha}{\partial \mathbf{n}^{\alpha/\beta}} \right|_{\alpha/\beta}} \quad (3-24)$$

où $\mathbf{n}^{\alpha/\beta}$ est la normale unitaire à l'interface α/β dirigée de α vers β (Figure 3-1).

Pour pouvoir exprimer les longueurs de diffusion à l'interface α/β , le profil de composition est considéré parabolique et vérifie un polynôme dont les coefficients sont à identifier. Ces coefficients sont déterminés à partir des conditions aux limites sur les compositions ainsi que leurs dérivées.

Dans la phase solide, pour des raisons de symétrie, le flux de matière est nul au centre du bras de dendrite et la composition de chaque soluté i à l'interface est égale à la composition de l'interface déduite de l'équilibre thermodynamique.

Dans le liquide interdendritique, le profil de composition doit satisfaire d'une part l'équilibre thermodynamique à l'interface α/β et d'autre part la composition moyenne du liquide interdendritique lorsqu'on l'intègre sur le domaine de liquide (Figure 3-1).

En appliquant les conditions précédentes sur les profils paraboliques de composition, on obtient (Annexe 2.1):

Phase $s^{(1)}$:

$$l_i^{s^{(1)}/l^{(1)}} = (g^{s^{(1)}}/g^{(1)}) (\lambda_2/6) \quad (3-25)$$

Phase $l^{(1)}$:

$$l_i^{l^{(1)}/s^{(1)}} = (g^{l^{(1)}}/g^{(1)}) (\lambda_2/6) \quad (3-26)$$

Pour le liquide extradendritique, le profil parabolique doit satisfaire d'une part la continuité de la composition à la frontière $l^{(1)}/l^{(0)}$ et d'autre part la composition moyenne du liquide $l^{(0)}$ lorsqu'on l'intègre sur le domaine liquide $l^{(0)}$. La longueur de diffusion s'exprime en fonction des nombres de Péclet et des rayons au niveau des extrémités du domaine liquide (intérieur et extérieur). En coordonnées sphériques, la longueur de diffusion dans le liquide extradendritique s'écrit (Annexe 2.2):

$$l_{i \text{ sph.}}^{(0)/(1)} = \frac{R^{(1)}}{Pe_{i0}^3 - Pe_{i1}^3} \left[(Pe_{i0}^3 - Pe_{i1}^2 - Pe_{i1} - Iv(Pe_{i1}) Pe_{i0}^3) - (Pe_{i0}^2 - Pe_{i0} - 1 - Iv(Pe_{i0}) Pe_{i0}^2) \frac{e^{-Pe_{i0}}}{e^{-Pe_{i1}}} Pe_{i1} \right] \quad (3-27)$$

En coordonnées cylindriques, la longueur de diffusion s'écrit (Annexe 2.2):

$$l_{i \text{ cyl.}}^{(0)/(1)} = \frac{R^{(1)}}{Pe_{i0}^2 - Pe_{i1}^2} \left[Iv(Pe_{i1}) \frac{Pe_{i0}^2}{Pe_{i1}} - 1 - Pe_{i1} - \left((Iv(Pe_{i0}) - 1) Pe_{i0} - 1 \right) \frac{e^{-Pe_{i1}}}{e^{-Pe_{i0}}} \right] \quad (3-28)$$

$$\text{où } Pe_{i0} = \frac{R v^{s^{(1)}/l^{(0)}}}{D_i^l} \text{ et } Pe_{i1} = \frac{R^{(1)} v^{s^{(1)}/l^{(0)}}}{D_i^l};$$

3.2.3. Equilibre thermodynamique

Le logiciel Thermo-Calc est un outil de calcul de l'équilibre entre phases, qui minimise l'énergie de Gibbs du système, globalement ou par segments d'équilibre biphasiques.

L'équilibre thermodynamique qui caractérise l'état de l'interface $s^{(1)}/l^{(1)}$ est représenté par un segment d'équilibre biphasique. Ce segment est créé à la germination de la première phase solide et il est conservé jusqu'à la fin de la solidification. Les données d'équilibre nécessaires pour définir parfaitement l'état de l'interface sont :

- Le coefficient de partage du soluté i :

$$k_i^{s/l} = w_i^{s/l} / w_i^{l/s} \quad (3-29)$$

- La pente de liquidus du soluté i :

$$m_i^{l/s} = \left. \frac{\partial T}{\partial w_i^{l/s}} \right|_{w_{j \neq i}^{l/s}} \quad (3-30)$$

Le logiciel est également appelé pour accéder aux propriétés d'une phase α :

- son enthalpie massique : $\langle H^\alpha \rangle^\alpha$;
- sa capacité calorifique à compositions constantes : $\left. \partial \langle H^\alpha \rangle^\alpha / \partial T \right|_{\langle w_i^\alpha \rangle^\alpha}$;
- La capacité calorifique à température et à compositions j ($j \neq i$) constantes relativement au soluté i : $\left. \partial \langle H^\alpha \rangle^\alpha / \partial \langle w_i^\alpha \rangle^\alpha \right|_{T, \langle w_{j \neq i}^\alpha \rangle^\alpha}$.

Tous ces calculs sont faits dans l'approximation d'une pression atmosphérique pour 1 mole de l'alliage.

3.2.4. Echanges de la chaleur avec l'extérieur

L'interface d'échange S_{ech} définit l'enveloppe du volume total. En coordonnées sphériques, la densité d'interface d'échange s'écrit:

$$S_{ech \text{ sph.}} = \frac{A_{ech \text{ sph.}}}{V_{ech \text{ sph.}}} = \frac{4 \pi R^2}{4/3 \pi R^3} = \frac{3}{R} \quad (3-31)$$

En coordonnées cylindriques, la densité d'interface d'échange s'écrit (H étant la longueur du cylindre) :

$$S_{\text{ech cyl.}} = \frac{A_{\text{ech cyl.}}}{V_{\text{ech cyl.}}} = \frac{2 \pi H R}{\pi H R^2} = \frac{2}{R} \quad (3-32)$$

3.2.5. Germination

Dans le modèle proposé, on suppose que la germination de la phase solide $s^{(1)}$ a lieu dès que la surfusion de germination $\Delta T_n^{s^{(1)}}$ est atteinte. Cette surfusion de germination constitue une donnée du modèle. La température d'équilibre d'apparition de la phase solide, $T_L^{s^{(1)}}$, est évaluée par un calcul d'équilibre thermodynamique. Il s'agit de la température du liquidus de l'alliage. La température de germination d'une structure $s^{(1)}$ s'exprime :

$$T_n^{s^{(1)}} = T_L^{s^{(1)}} - \Delta T_n^{s^{(1)}} \quad (3-33)$$

3.2.6. Croissance

3.2.6.1 Croissance dendritique

Dans ce modèle, la vitesse de la frontière entre les zones (1) et (0) est égale à la vitesse de la pointe de dendrite contenant le solide $s^{(1)}$ qui se développe dans le liquide $l^{(0)}$. En se basant sur le modèle de cinétique de croissance proposé par Rappaz et Boettinger [Rappaz, 1999], la surfusion de la pointe de dendrite pour un alliage multicomposé constitue la superposition des surfusions constitutionnelles induites par la ségrégation de chaque soluté à la pointe de la dendrite :

$$T_L(\langle w_i^{l^{(0)}} \rangle^{l^{(0)}}) - T = \sum_i \frac{\partial T}{\partial w_i^{l^{(0)}/s^{(1)}}} \bigg|_{w_j^{l^{(0)}/s^{(1)}}} (\langle w_i^{l^{(0)}} \rangle^{l^{(0)}} - w_i^{l^{(0)}/s^{(1)}}) + \frac{2 \Gamma}{r_p} \quad (3-34)$$

$T_L(\langle w_i^{l^{(0)}} \rangle^{l^{(0)}})$ est la température du liquidus lue à partir du diagramme de phase pour un alliage multicomposé grâce au logiciel Thermo-Calc, Γ est le coefficient de Gibbs-Thomson, r_p est le rayon de la pointe de dendrite. Les compositions du solide et du liquide sont reliées par la sursaturation chimique :

$$\Omega_i = \frac{w_i^{l^{(0)}/s^{(1)}} - \langle w_i^{l^{(0)}} \rangle^{l^{(0)}}}{w_i^{l^{(0)}/s^{(1)}} - w_i^{s^{(1)}/l^{(0)}}} \quad (3-35)$$

Les compositions d'équilibre du liquide $w_i^{l(0)/s(1)}$ et du solide $w_i^{s(1)/l(0)}$ à la pointe de la dendrite, vérifient la relation (3-29) et les pentes $\left. \frac{\partial T}{\partial w_i^{l(0)/s(1)}} \right|_{w_{j \neq i}^{l(0)/s(1)}}$ correspondent aux $m_i^{l/s}$ de l'équation (3-30).

La solution pour un champ de diffusion paraboloidal devant la pointe de dendrite qui croît à une vitesse fixe dans un liquide stagnant à composition uniforme est donnée par la relation d'Ivantsov [Ivantsov, 1947] donnée par l'expression (1-22).

L'extension du critère de la stabilité marginale pour un alliage multicomposé proposée par Rappaz et Boettinger [Rappaz, 1999] permet d'obtenir une équation supplémentaire qui relie la vitesse de la pointe de dendrite avec son rayon. En négligeant les effets de l'interaction entre les éléments d'alliage dans le liquide à la pointe de dendrite ainsi que le gradient thermique, l'expression du critère s'écrit ²:

$$r_p^2 v^{s(1)/l(0)} = \frac{-4 \pi^2 \Gamma}{\sum_i (\partial T / \partial w_i^{l(0)/s(1)}) w_i^{l(0)/s(1)} \frac{(k_i^{s(1)/l(0)} - 1)}{D_i^l}} \quad (3-36)$$

3.2.6.2 Croissance globulitique

Dans le cas où le refroidissement est suffisamment lent, il arrive que la croissance du solide se déroule en régime globulitique. Dans ce cas, la zone pâteuse est complètement solide ou ayant une fraction très faible du liquide interdendritique. Le présent modèle tient compte de cet aspect en ajustant la vitesse de la zone pâteuse lorsque la fraction du solide à l'intérieur de cette zone tend à dépasser la fraction de la zone elle-même, ce qui n'est évidemment pas acceptable. La croissance est donc dite globulitique lorsque :

$$g^{s(1)} = g^{(1)} \quad (3-37)$$

3.3. Résolution numérique

3.3.1. Couplage Thermo-Calc

L'interface TQ est une librairie Fortran qui permet d'accéder aux fonctionnalités de Thermo-Calc à partir d'un programme utilisateur. Le modèle de microségrégation est codé en langage C et en Fortran dans l'environnement de travail Microsoft Visual Studio 2005. Des appels à Thermo-Calc peuvent ainsi être faits d'une manière directe au cours du calcul.

² L'équation (3-36) correspond à l'équation (11) corrigée de l'article [Zhang, 2010].

3.3.1.1 Notion de segments d'équilibre

Un segment d'équilibre, dans l'interface TQ, est équivalent à une fenêtre d'un calcul d'équilibre dans Thermo-Calc. L'interface TQ offre la possibilité de créer et utiliser plusieurs segments d'équilibre en même temps. L'avantage des segments d'équilibre est de faire plusieurs calculs d'équilibre et basculer de l'un à l'autre sans perdre les calculs précédents. Dans le présent travail, deux types de segments sont proposés. Un segment monophasé contient une seule phase et suspend les autres. Un calcul d'équilibre stable ou métastable permet d'évaluer les grandeurs caractéristiques de la phase considérée telles que les enthalpies et leurs dérivées. Le deuxième type de segments est le segment biphasé. Il intègre deux phases en équilibres entre-elles. L'objectif est de calculer les données d'équilibre entre ces deux phases telles que les coefficients de partage et les pentes de liquidus.

3.3.1.2 Calcul de l'équilibre thermodynamique

Le calcul de l'équilibre thermodynamique s'effectue en fixant les variables d'état du système. Il est aussi nécessaire de noter que le calcul d'équilibre dépend de la base de données utilisée. Pour l'AM1, la base de données thermodynamique utilisée est baptisée NI20. Dans le modèle, l'équilibre thermodynamique est calculé à plusieurs reprises :

- Segments monophasiques : calcul des enthalpies des phases et leurs dérivées à chaque itération ;
- Segments biphasiques : calcul des coefficients de partage et des pentes de liquidus à chaque incrément de temps, des températures d'équilibre à l'interface $s^{(1)}/l^{(1)}$ et à la pointe de dendrite à chaque itération ;

3.3.2. Problèmes et algorithmes de résolution

3.3.2.1 Contrôle de la germination des phases

La germination d'une nouvelle phase est testée au début de chaque incrément de temps. Dans le modèle, nous utilisons Thermo-Calc pour évaluer la présence d'une nouvelle phase. En effet, nous effectuons un calcul d'équilibre thermodynamique à la composition moyenne du liquide interdendritique restant et à la température du système. Le calcul d'équilibre global permet de calculer les fractions de toutes les phases existantes. Une nouvelle phase est détectée lorsqu'elle n'appartient pas à la liste des phases germées et le calcul d'équilibre global retourne une fraction non nulle de cette phase. Ensuite, la température d'équilibre qui correspond à cette nouvelle phase est calculée et ajoutée à la liste.

3.3.2.2 La cinétique de croissance de la pointe de dendrite

La détermination de la vitesse de croissance de la pointe de la dendrite est basée sur trois équations :

- l'équilibre thermodynamique à la pointe de dendrite (équation (3-34)) ;
- la solution d'Ivantsov pour un champ de diffusion paraboloidal (équation (1-22)) ;
- le critère de la stabilité marginale (équation (3-36)) ;

Ces équations constituent un système de $(n+2)$ équations à $(2n+2)$ inconnues. Les inconnues de ce problème de cinétique de pointe sont alors la vitesse de la pointe de dendrite $v_p = v^{s(1)/l(0)}$, le rayon de la pointe de dendrite r_p et les compositions du liquide $w_i^{l(1)/s(1)}$ et du solide $w_i^{s(1)/l(1)}$ pour chaque soluté à l'équilibre à la pointe de dendrite.

Pour avoir un système bien posé, nous avons utilisé Thermo-Calc pour évaluer l'état d'équilibre à la pointe de dendrite et retourner les valeurs des coefficients de partage et les pentes de liquidus des solutés à la pointe. Par suite, l'utilisation de la relation (3-29) permet d'ajouter (n) équations au système.

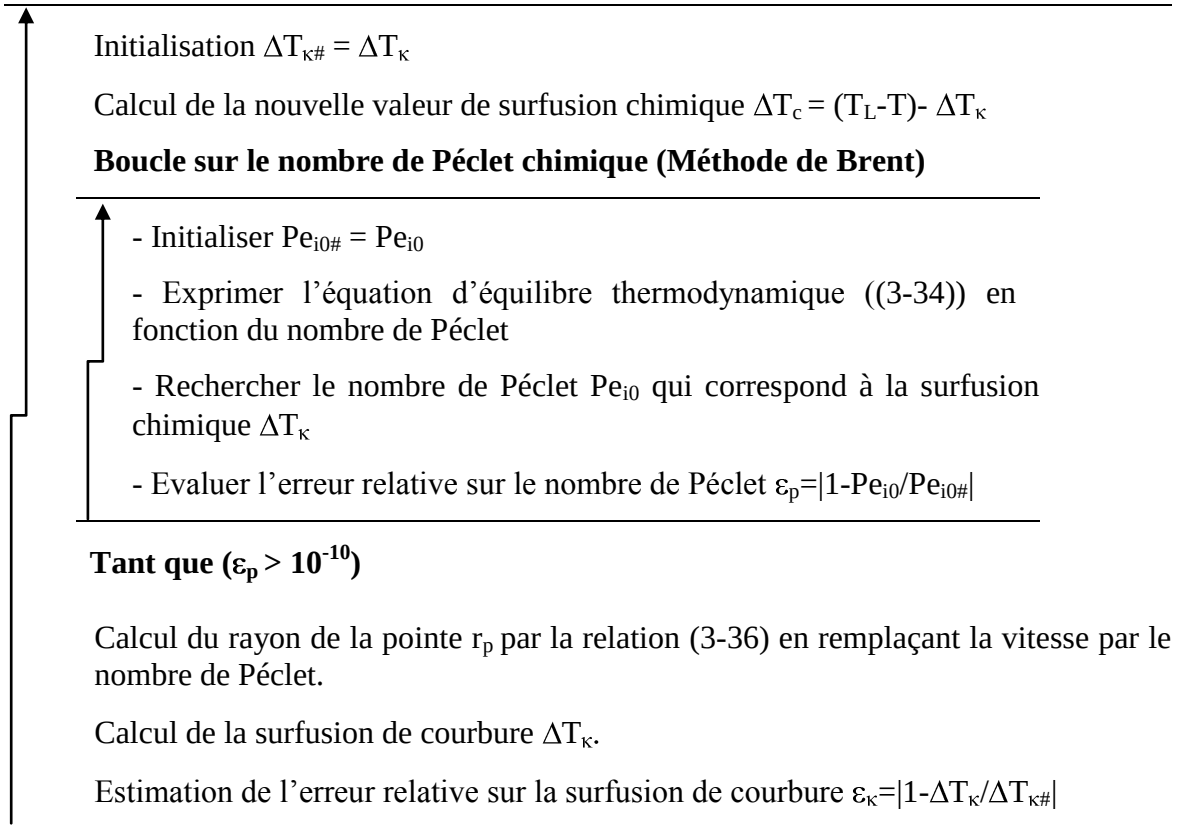
Pour résoudre le système, nous avons établi un schéma itératif qui permet de déterminer une solution unique du rayon et de la vitesse de la pointe de dendrite. Les données d'entrée sont la surfusion totale de la pointe de dendrite, les coefficients de diffusion dans le liquide, les coefficients de partage et les pentes de liquidus calculés par Thermo-Calc et la composition moyenne du liquide $l^{(0)}$. Les différentes étapes de l'algorithme de la cinétique de la pointe sont résumées par le schéma itératif:

Données d'entrée : surfusion de la pointe de dendrite $T_L(\langle w_i^{(0)} \rangle^l)^{(0)} - T$, pente de liquidus

$$\left. \frac{\partial T}{\partial w_i^{(0)/s(1)}} \right|_{w_{j \neq i}^{(0)/s(1)}} \text{ et coefficient de partage } k_i^{s(1)/l(0)}$$

Initialisation : rayon de la pointe r_p , surfusion de courbure ΔT_κ

Boucle sur la surfusion de courbure ΔT_κ



Tant que ($\epsilon_\kappa > 10^{-5}$)

Vitesse de croissance de la pointe de dendrite en fonction du nombre de Péclet (3-36)
 Compositions du liquide à la pointe de dendrite en fonction du nombre de Péclet (3-35)
 Compositions du solide à la pointe de dendrite en fonction du nombre de Péclet (3-29)

3.3.2.3 La composition et la vitesse de l'interface solide $s^{(1)}$ /liquide $l^{(1)}$

Dans les alliages binaires à une température donnée, les compositions de l'interface sont déterminées à partir d'un appel au logiciel de calcul d'équilibre thermodynamique Thermo-Calc. En revanche, pour les alliages multicomposés à température donnée, il existe plusieurs points de fonctionnement $(w_i^{s(1)/l(1)}, w_i^{l(1)/s(1)})$ possibles pour satisfaire l'équilibre thermodynamique du système. Nous avons donc $(2n+1)$ inconnues dont $(2n)$ inconnues représentent les compositions à l'interface et une inconnue représente la vitesse de l'interface $v^{s(1)/l(1)}$. Afin de déterminer une solution unique de la composition à l'interface, nous avons

introduit une équation supplémentaire pour chaque soluté i. Il s'agit du bilan de l'interface solide $s^{(1)}$ /liquide $l^{(1)}$:

$$\frac{D_i^{s^{(1)}}}{l_i^{s^{(1)}/l^{(1)}} (w_i^{s^{(1)}/l^{(1)}} - \langle w_i^{s^{(1)}} \rangle^{s^{(1)}}) + \frac{D_i^{l^{(1)}}}{l_i^{l^{(1)}/s^{(1)}} (w_i^{l^{(1)}/s^{(1)}} - \langle w_i^{l^{(1)}} \rangle^{l^{(1)}}) + (w_i^{s^{(1)}/l^{(1)}} - w_i^{l^{(1)}/s^{(1)}}) v^{s^{(1)}/l^{(1)}} = 0 \quad (3-38)$$

On obtient ainsi à partir des bilans de l'interface (n) équations supplémentaires.

L'hypothèse de l'équilibre thermodynamique à l'interface solide $s^{(1)}$ /liquide $l^{(1)}$ permet d'utiliser Thermo-Calc pour le calcul du coefficient de partage $k_i^{s^{(1)}/l^{(1)}}$ reliant les compositions liquide $w_i^{l^{(1)}/s^{(1)}}$ et solide $w_i^{s^{(1)}/l^{(1)}}$ à l'interface. Cette nouvelle relation nous permet d'avoir (n) relations supplémentaires à utiliser.

Afin d'avoir un problème bien posé, nous avons supposé une équation linéaire de l'équilibre thermodynamique à l'interface solide/liquide. Cette équation s'écrit :

$$T_L(\langle w_i^{l^{(1)}} \rangle^{l^{(1)}}) - T = \sum_i \left. \frac{\partial T}{\partial w_i^{l^{(1)}/s^{(1)}}} \right|_{w_{j \neq i}^{l^{(1)}/s^{(1)}}} (\langle w_i^{l^{(1)}} \rangle^{l^{(1)}} - w_i^{l^{(1)}/s^{(1)}}) \quad (3-39)$$

où $T_L(\langle w_i^{l^{(1)}} \rangle^{l^{(1)}})$ est la température de liquidus et $\left. \frac{\partial T}{\partial w_i^{l^{(1)}/s^{(1)}}} \right|_{w_{j \neq i}^{l^{(1)}/s^{(1)}}}$ est la pente de liquidus pour

le soluté i. Ces paramètres sont calculés par Thermo-Calc à la composition moyenne du liquide interdendritique $\langle w_i^{l^{(1)}} \rangle^{l^{(1)}}$. L'ajout de cette équation permet de définir un système bien posé ayant pour dimension (2n+1). La résolution de ce système peut être faite par deux méthodes.

❖ Méthode 1 :

- (1) Exprimer la vitesse de l'interface $v^{s^{(1)}/l^{(1)}}$ en fonction de la composition liquide d'un soluté i à l'interface (3-38). On obtient ainsi une fonction $v^{s^{(1)}/l^{(1)}} = f(w_i^{l^{(1)}/s^{(1)}})$.
- (2) La vitesse $v^{s^{(1)}/l^{(1)}}$ est la même dans tous les bilans de masse des solutés. Par suite, on vérifie nécessairement pour deux solutés différents i et j la relation :

$$f(w_i^{l^{(1)}/s^{(1)}}) = f(w_{j \neq i}^{l^{(1)}/s^{(1)}}) \quad (3-40)$$

- (3) Exprimer les compositions du liquide à l'interface pour les solutés j en fonction d'une unique composition liquide d'un soluté i à l'interface.

- (4) Remplacer les expressions des compositions du liquide à l'équilibre dans l'équation d'équilibre thermodynamique linéarisée (3-39). On obtient ainsi une fonction non linéaire en $w_j^{l(1)/s(1)}$ à résoudre.
- (5) Retrouver les valeurs des compositions du liquide à l'interface pour les autres solutés j.
- (6) Retrouver la valeur de la vitesse de l'interface.

Nous avons résolu l'équation non linéaire avec la méthode de Brent [Press, 2007] développée pour la résolution des équations non linéaires à une dimension.

❖ Méthode 2 :

- (1') A une vitesse de l'interface v donnée, nous résolvons le système d'ordre $(2n)$ constitué des bilans d'interface (3-38) et des expressions des coefficients de partage pour tous les solutés (3-24). On obtient ainsi les compositions à l'interface pour chaque soluté i , $w_{i\#}^{l(1)/s(1)}$ et $w_{i\#}^{s(1)/l(1)}$.
- (2') Nous calculons par Thermo-Calc la température de liquidus T_L correspondante aux compositions de l'interface calculées, $w_{i\#}^{l(1)/s(1)}$, pour une vitesse donnée, soit $T_L(v)$.
- (3') Nous définissons la valeur de la fonction f pour la vitesse v par $f(v) = T_L(v) - T$, où T est la température du système connue par l'équation de conservation de la chaleur.

L'algorithme de Brent est employé pour résoudre l'équation $f(v) = 0$. Sa solution est une vitesse v^{sol} . Dans cette situation $T = T_L(v^{sol})$, c'est-à-dire que l'on se trouve dans une situation d'équilibre thermodynamique à l'interface solid/liquide, au regard des compositions calculées (etape (1')) et de la température du système. Par conséquent, les compositions interfaciales recherchées sont celles calculées à l'étape (1'), pour $v = v^{sol}$, $w_i^{l(1)/s(1)}(v^{sol})$, et la vitesse de cette interface est $v^{s(1)/l(1)} = v^{sol}$. On retrouve alors directement $2n+1$ inconnues du problème.

3.3.2.4 La microségrégation dans les alliages multicomposés

A partir de la formulation des équations moyennées de conservation de la masse totale, la masse de soluté et de l'énergie, on définit l'ensemble des inconnues à déterminer dans ce système. Les inconnues principales du modèle de microségrégation d'un alliage à n solutés sont :

- la température du système : T ;
- les fractions des phases : $g^{s(1)}$, $g^{l(1)}$ et $g^{l(0)}$;
- les compositions moyennes des phases : $\langle w_i^{s(1)} \rangle^{s(1)}$, $\langle w_i^{l(1)} \rangle^{l(1)}$ et $\langle w_i^{l(0)} \rangle^{l(0)}$, $i=[1,n]$.

Il y a donc $(3n+4)$ inconnues où n est le nombre de solutés. Le système est constitué des équations moyennées de conservation de la masse totale (3 équations), de la masse des solutés ($3n$ équations) et de l'énergie (1 équation). C'est un système non linéaire résolu à l'aide de la méthode de Gear [Press, 2007]. Cette méthode est constituée d'un schéma itératif implicite d'ordre 2 appliqué de manière séquentielle au système d'équations écrites sous la forme $y'(x)=f(x,y)$ et discrétisée avec un pas h . Ce schéma s'écrit :

$$\begin{cases} y_0 \text{ donné} \\ y_1 \text{ et } y_2 \text{ calculés par une méthode à un pas} \\ \frac{11}{6} y_{n+1} = 3 y_n - \frac{3}{2} y_{n-1} + \frac{1}{3} y_{n-2} + h f(x_{n+1}; y_{n+1}) \end{cases} \quad (3-41)$$

Ce schéma est appliqué aux fonctions $y(t) = g^\alpha$, $y(t) = \langle w_i^\alpha \rangle^\alpha$ et $y(t) = T$ déterminées à partir du système des équations de conservation où $\alpha = [s^{(1)}, l^{(1)}, l^{(0)}]$. L'avantage de cet algorithme est son adaptation aux cas des équations raides. Les équations sont dites raides lorsque leur résolution nécessite un pas d'intégration très petit dans un domaine et très grand dans un autre pour avoir une approximation correcte de la solution. Pour améliorer la recherche de la solution optimale sur un large intervalle, nous avons utilisé la méthode de la sécante combinée avec la méthode de la fausse position [Press, 2007]. En effet, la méthode de la sécante permet de résoudre les équations de conservation sur un domaine donné $[a, b]$. La méthode de la fausse position permet de réduire le domaine de résolution $[a, b]$ dans l'objectif d'optimiser le coût de calcul de la solution.

3.3.2.5 L'algorithme global du modèle

L'algorithme global intègre toutes les étapes de calcul pour le modèle. Le modèle est constitué de deux boucles principales : une boucle temporelle et une boucle itérative.

La boucle de temps permet de suivre l'évolution du système au cours de son refroidissement. La température évolue donc à chaque pas de temps. Cette boucle temporelle inclut aussi l'actualisation des variables temporelles, les coefficients de partage et les pentes de liquidus par Thermo-Calc et l'écriture des résultats du système. Le calcul temporel prend fin lorsque :

- le temps de calcul dépasse le temps maximal de calcul $t_{\max}$;
- la température du système atteint la température minimale fixée $t_{\min}$;
- le système est complètement solide;
- la germination d'une deuxième phase solide a lieu;

La boucle itérative contient tous les sous-algorithmes qui résolvent les inconnues du modèle de manière séquentielle. L'erreur relative ε_x d'une variable X est donnée par :

$$\varepsilon_x = |1 - X/X_{\#}| \quad (3-42)$$

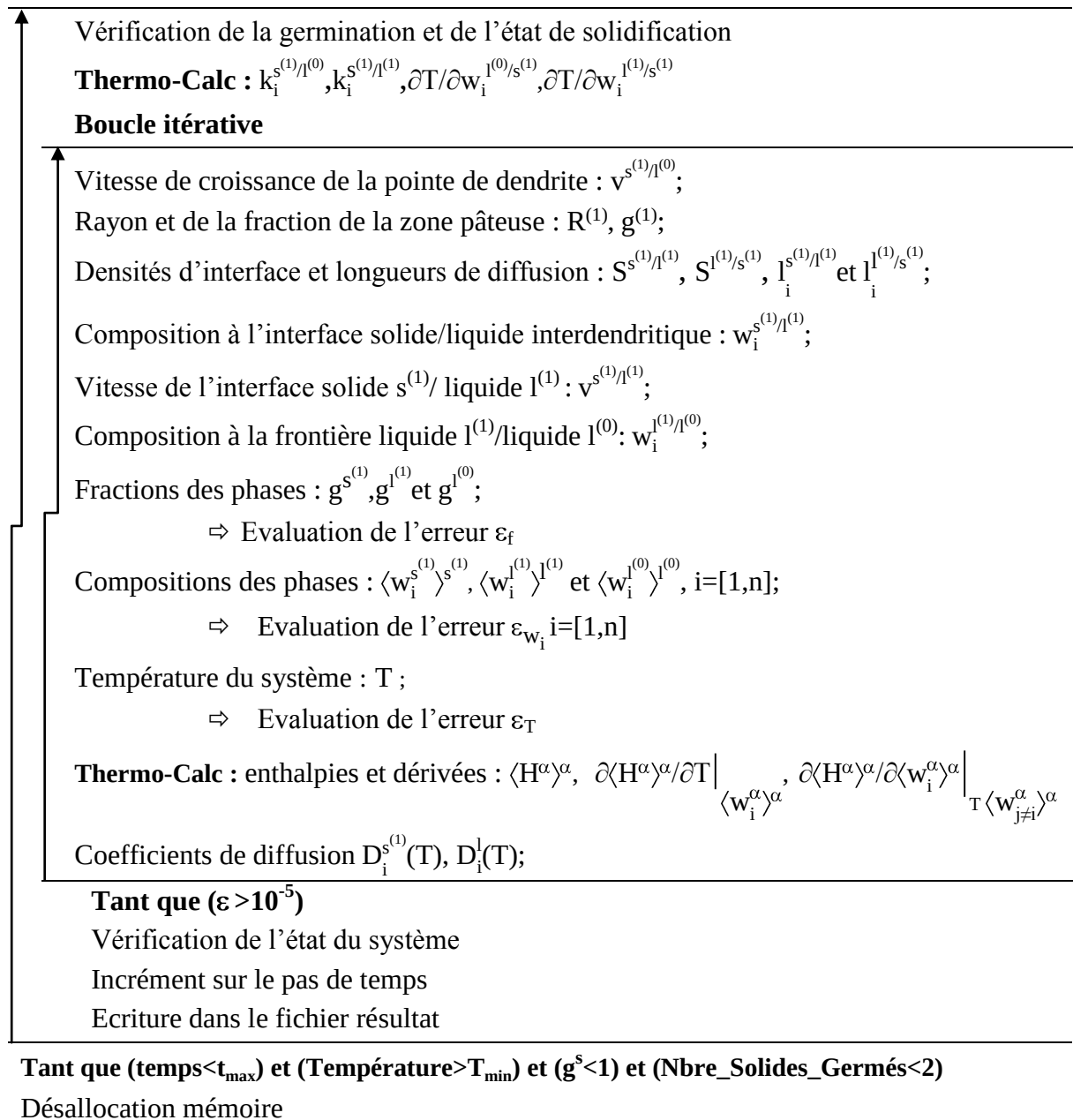
où $X_{\#}$ est la valeur de X à l'itération précédente et X est la valeur courante. On distingue alors trois types d'erreurs relatives : une erreur sur les fractions des phases ε_f , une erreur sur la composition moyenne du soluté i dans une phase ε_{w_i} ($i=1..n$) et une erreur sur la température ε_T . L'erreur globale ε de l'itération est donc la valeur maximale des erreurs données.

Les différentes étapes de l'algorithme sont données par le schéma suivant :

Initialisation Environnement Thermo-Calc

Allocation mémoire et initialisations

Boucle temporelle



3.3.3. Approximations numériques

3.3.3.1 Fonction d'Ivantsov

La fonction d'Ivantsov, solution du problème de diffusion dans un champ paraboloidal, est utilisée dans le calcul de la vitesse de la pointe de dendrite. L'approximation numérique de la solution d'Ivantsov en fonction du nombre de Péclet P se trouve dans Kurz et Fisher [Kurz, 1998] :

$$Iv(P) = \begin{cases} \left(a_0 + a_1P + a_2P^2 + a_3P^3 + a_4P^4 + a_5P^5 - \ln(P) \right) P e^P & \text{pour } 0 \leq P \leq 1 ; \\ \frac{b_0 + b_1P + b_2P^2 + b_3P^3 + P^4}{c_0 + c_1P + c_2P^2 + c_3P^3 + P^4} & \text{pour } P > 1; \end{cases} \quad (3-43)$$

Avec

$$\begin{cases} a_0 = -0.57721566 \\ a_1 = 0.99999193 \\ a_2 = -0.24991055 \\ a_3 = 0.05519968 \\ a_4 = -0.00976004 \\ a_5 = 0.00107857 \end{cases}; \quad \begin{cases} b_0 = 0.2677737343 \\ b_1 = 8.6347608925 \\ b_2 = 18.0590169730 \\ b_3 = 8.5733287401 \end{cases}; \quad \begin{cases} c_0 = 3.9584969228 \\ c_1 = 21.0996530827 \\ c_2 = 25.6329561486 \\ c_3 = 9.5733223454 \end{cases} \quad (3-44)$$

3.4. Données d'entrée du modèle

3.4.1. Données expérimentales

Dans la validation quantitative du modèle, nous avons utilisé les données de caractérisation utilisées dans la trempe en cours de solidification. Les mesures par microsonde effectuées sur les lots de l'alliage AM1 ont permis de déterminer la composition moyenne de l'alliage (Tableau 2-1). Les valeurs mesurées sont légèrement différentes de celles présentées au début du rapport (Tableau 1-1). On remarque aussi l'absence du Hafnium dans les mesures expérimentales vu sa composition très faible. Sur la base de ces valeurs expérimentales, nous avons mené les calculs du modèle qui seront présentés dans la section 3.5.

Afin d'étudier l'effet du taux de refroidissement sur le chemin de solidification, nous avons exploité les résultats des expériences TSD effectuées sur l'AM1 en changeant les gradients thermiques et la vitesse de tirage. Les comparaisons de la prédiction du modèle ont été réalisées sur trois vitesses de refroidissement choisies sur les courbes de refroidissement enregistrées par les thermocouples au cours des expériences de solidification B1, B2 et B3.

Pour modéliser la croissance colonnaire des grains, caractéristique de la solidification dirigée, nous avons choisi la taille du système comme étant égal à la moitié de l'espacement interdendritique primaire λ_1 et nous nous sommes placés en coordonnées cylindriques :

$$R = \lambda_1/2 \quad \text{pour la croissance colonnaire} \quad (3-45)$$

3.4.2. Tableau de données

Les données d'entrée du modèle sont listées dans le tableau ci-dessous :

Paramètres	Symbole	valeur	Unité
Procédé			
Taille du VER	R		m
Coefficient d'échange	h		$\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$
Température extérieure	T_{ext}		°C
Surfusion de germination des solides	ΔT_n^s		°C
Alliage			
Composition nominale du soluté i	w_{0i}		%pds
Masse volumique de l'alliage	ρ	8590	kg.m^{-3}
Coefficient de Gibbs-Thomson	Γ	10^{-8}	K.m
Espacement interdendritique primaire	λ_1		m
Espacement interdendritique secondaire	λ_2		m
Coefficients de diffusion du soluté i dans les phases $s^{(1)}$ et l	$D_i^{s^{(1)}}(T), D_i^l(T)$		$\text{m}^2.\text{s}^{-1}$
Simulation			
Pas de temps	Δt	10^{-3}	s
Critère de convergence	ε	10^{-6}	-
Nombre maximum d'itérations	Nmax	100	-
Thermo-Calc			
Base de données thermodynamique	-	NI20	
Base de données en mobilité	-	MOBNI1/ MOBNI2	

3.4.3. Données de diffusion

Le choix des coefficients de diffusion est basé sur l'hypothèse (viii). Ainsi, dans la matrice de diffusion des espèces chimiques dans une phase α , nous supposons que les coefficients de diffusion croisée sont nuls. Par conséquent, la diffusion des solutés est donnée par les coefficients d'interdiffusion qui se situent sur la diagonale. Ces coefficients diagonaux de la matrice de diffusion d'une phase α obéissent à la loi d'Arrhenius:

$$D_i^\alpha = D_{0i}^\alpha \exp\left(\frac{-Q_i^\alpha}{R T}\right) \quad (3-46)$$

où D_{0i}^α est un préfacteur, Q_i^α est l'énergie d'activation de l'élément i et R est la constante des gaz parfaits ($R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$). Ces lois sont calculées à partir de la lecture de deux bases de données en mobilité MOBNI1 et MOBNI2 en utilisant un programme Fortran (TQ) en fixant la composition nominale et en variant la température. Ensuite, nous avons interpolé les lois d'Arrhenius à partir de la variation linéaire de la loi $\ln(D_i^\alpha) = f(1/T)$ sur un domaine de température (Annexe 3). Le Tableau 3-1 résume les différentes lois interpolées pour le liquide et la structure γ en utilisant deux bases de données en mobilité MOBNI1 et MOBNI2:

Base de données	Coefficients	Ta	Cr	Co	Al	W	Mo	Ti	Hf
MOBNI1	$D_{0i}^s (\text{m}^2.\text{s}^{-1})$	1.53E-5	1.17E-5	4.90E-5	5.38E-5	6.87E-6	1.66E-6	2.33E-6	4.9E-6
	$Q_i^s (\text{J.mol}^{-1})$	1.841E5	1.93E5	1.90E5	1.80E5	1.93E5	1.81E5	1.80E5	1.07E5
	$D_{0i}^l (\text{m}^2.\text{s}^{-1})$	1E-9	1E-9	1E-9	1E-9	1E-9	1E-9	1E-9	1E-9
	$Q_i^l (\text{J.mol}^{-1})$	0	0	0	0	0	0	0	0
MOBNI2	$D_{0i}^s (\text{m}^2.\text{s}^{-1})$	4.5E-4	2.2E-4	3.6E-4	1.4E-5	2.9E-4	3.6E-4	1.2E-4	1.8E-4
	$Q_i^s (\text{J.mol}^{-1})$	294372.6	273774	291787	220142.4	420453	292135.7	267794	251362
	$D_{0i}^l (\text{m}^2.\text{s}^{-1})$	8.9E-8	8.9E-8	8.9E-8	7.3E-8	4.9E-8	3.4E-8	8.9E-8	8.9E-8
	$Q_i^l (\text{J.mol}^{-1})$	46696.7	46696.7	46696.7	44213.0	46704.5	46715.0	46696.7	46696.7

Tableau 3-1: Lois d'Arrhenius interpolées pour les coefficients de diffusion diagonaux des matrices de diffusion dans le liquide et la structure γ .

Nous remarquons à partir du Tableau 3-1 que les coefficients de diffusion dans les phases solide γ et liquide diffèrent d'une base de données à une autre. Il est important de noter que les coefficients de diffusion dans le solide, calculés à une température donnée, correspondant à la base de données MOBNI1 sont supérieurs à ceux obtenus pour la base de données MOBNI2. On note aussi qu'il y eu une évolution de la base de données MOBNI2 par rapport à MOBNI1 dans le calcul des coefficients de diffusion dans le liquide : une matrice de diffusion uniforme quelque soient la température et la composition dans MOBNI1 contre une matrice variable dans MOBNI2. Cependant, des limitations sur la base de données MOBNI2 ont été données dans la référence [Thermo-Calc]. En effet, cette base de données ne fournit pas des données en mobilité pour certaines espèces chimiques dans le liquide. Pour l'AM1, seuls les éléments Mo et W ont des coefficients de diffusion connus et validés expérimentalement dans le liquide. Le coefficient de diffusion pour l'aluminium est donné à partir d'une évaluation sur un ternaire Al-Fe-Ni. Faute de données consistantes, les autres espèces chimiques sont supposées diffuser de la même manière que le nickel.

3.5. Résultats de la modélisation

3.5.1. Résultats qualitatifs du modèle

Nous détaillons dans cette partie le déroulement d'un calcul du modèle de microségrégation. Ce calcul sert de référence pour l'étude de la sensibilité du modèle. Nous considérons dans ce calcul une structure dendritique en croissance colonnaire. Les coefficients de diffusion choisis varient selon les lois d'Arrhenius obtenues à partir de la base de données MOBNI1. La composition de l'alliage utilisée dans ce calcul ainsi que dans le calcul quantitatif est égale à celle définie dans le tableau 2-1 pour les expériences B et C. Les différents autres paramètres utilisés sont donnés dans le tableau suivant :

Paramètres	Symbole	Valeur	Unité
Coefficient d'échange thermique	h	4	$\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$
Température extérieure	T_{ext}	20	$^{\circ}\text{C}$
Surfusion de germination des solides	ΔT_n^s	0	$^{\circ}\text{C}$
Espacement interdendritique primaire	λ_1	300	μm
Espacement interdendritique secondaire	λ_2	80	μm
Base de données thermodynamique	-	NI20	
Base de données en mobilité	-	MOBNI1	

Tableau 3-2 : Paramètres utilisés dans le calcul de référence

La Figure 3-2 montre l'évolution de la température et de la fraction solide prédites par le modèle de microségrégation au cours du temps. La courbe de refroidissement est caractérisée par un taux de refroidissement initialement égal à $13\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ dans le liquide (Figure 3-2(a)). En absence de surfusion de germination, la germination du solide $s^{(1)}$ a lieu à la température de liquidus $T_L=1364.35\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($T_n^{s^{(1)}} = T_L$). A la germination, la zone pâteuse $g^{(1)}$ se forme et commence à se développer dans le domaine liquide lorsque la surfusion atteint quelques degrés (Figure 3-2(b)). Le solide $g^{s^{(1)}}$ croît alors. Ensuite, la zone pâteuse ralentit progressivement sa croissance et le solide continue sa croissance en libérant de la chaleur au cours de la transformation liquide→solide. La chaleur libérée par le solide au cours de sa transformation fait augmenter la température du système. Il s'agit du phénomène de recalescence parfois observé expérimentalement qui témoigne de la transformation dans le système. La recalescence se termine lorsque le solide libère moins de chaleur et sa transformation devient principalement contrôlée par les gradients chimiques à l'interface solide/liquide interdendritique. La solidification de la zone pâteuse entièrement développée s'accompagne d'une variation des compositions du solide, liquide interdendritique et liquide extradendritique.

La Figure 3-2 permet d'expliquer avec plus de détails le phénomène de la recalescence. La germination du solide précède la recalescence. A très faible fraction de solide, le liquide continue son refroidissement à un taux de refroidissement identique au taux initial. En

parallèle avec la diminution de la température, les compositions des solutés dans le liquide à l'interface solide/liquide au niveau de la pointe de dendrite $w^{(0)/s^{(1)}}$ s'écartent de plus en plus de la composition moyenne du liquide extradendritique (Figure 3-2(e) et (f)) $\langle w^{(0)} \rangle^{l^{(0)}}$. Cet écart, proportionnel à la sursaturation chimique à la pointe de dendrite, induit l'augmentation de la vitesse de la pointe (Figure 3-2(c)). Ce phénomène peut expliquer la croissance rapide de la zone pâteuse observée dans la Figure 3-2(b).

Sur la courbe de refroidissement dans la Figure 3-2(a), la recalescence commence à partir d'une augmentation de la température du système. Cette augmentation est expliquée par la libération d'une quantité de chaleur par le solide au cours de sa transformation suffisante pour réchauffer le système. Il a fallu atteindre une surfusion de « croissance » de 3.36°C pour avoir une quantité de fraction solide suffisante pour influencer la température du système. A cette surfusion, la zone pâteuse atteint une vitesse maximale de croissance ($v = 535 \mu\text{m.s}^{-1}$) (Figure 3-2(c)). Le système chauffant, la surfusion est alors diminuée et la vitesse ralentit entre 0.87 et 1.82s.

Ensuite, au-delà de 1.82s, le liquide extradendritique est enrichi et la sursaturation chimique décroît, continuant à ralentir la pointe (Figure 3-2(b), (e) et (f)). Lorsque la zone pâteuse devient suffisamment importante, le gradient chimique entre les deux liquides interdendritique et extradendritique devient très faible (Figure 3-2(e) et (f)). La zone pâteuse ralentit sa croissance. En même temps, le solide continue sa croissance dans la zone pâteuse grâce au gradient chimique à l'interface $s^{(1)}/l^{(1)}$. Ainsi, on observe sur la Figure 3-2(a) la diminution de la température du système qui témoigne de la fin de la recalescence.

Le refroidissement de la zone pâteuse se poursuit et le solide continue à croître en rejetant les espèces chimiques dans le liquide interdendritique. La composition du liquide change progressivement. Un calcul d'équilibre effectué à la température du système et à la composition du liquide interdendritique permet d'identifier la présence d'une deuxième phase γ' (FCC_L12#2) à la température $T = 1302 \text{ }^\circ\text{C}$ au temps 32s. Cette phase s'associe à la phase γ pour former une structure eutectique. Faute d'une cinétique de croissance eutectique multicomposée, le présent modèle prédit uniquement la fraction de l'eutectique formé à une température uniforme. Ainsi, nous supposons que la fraction eutectique correspond à la fraction du liquide restant à cette température ($g^E = 8.7\%$).

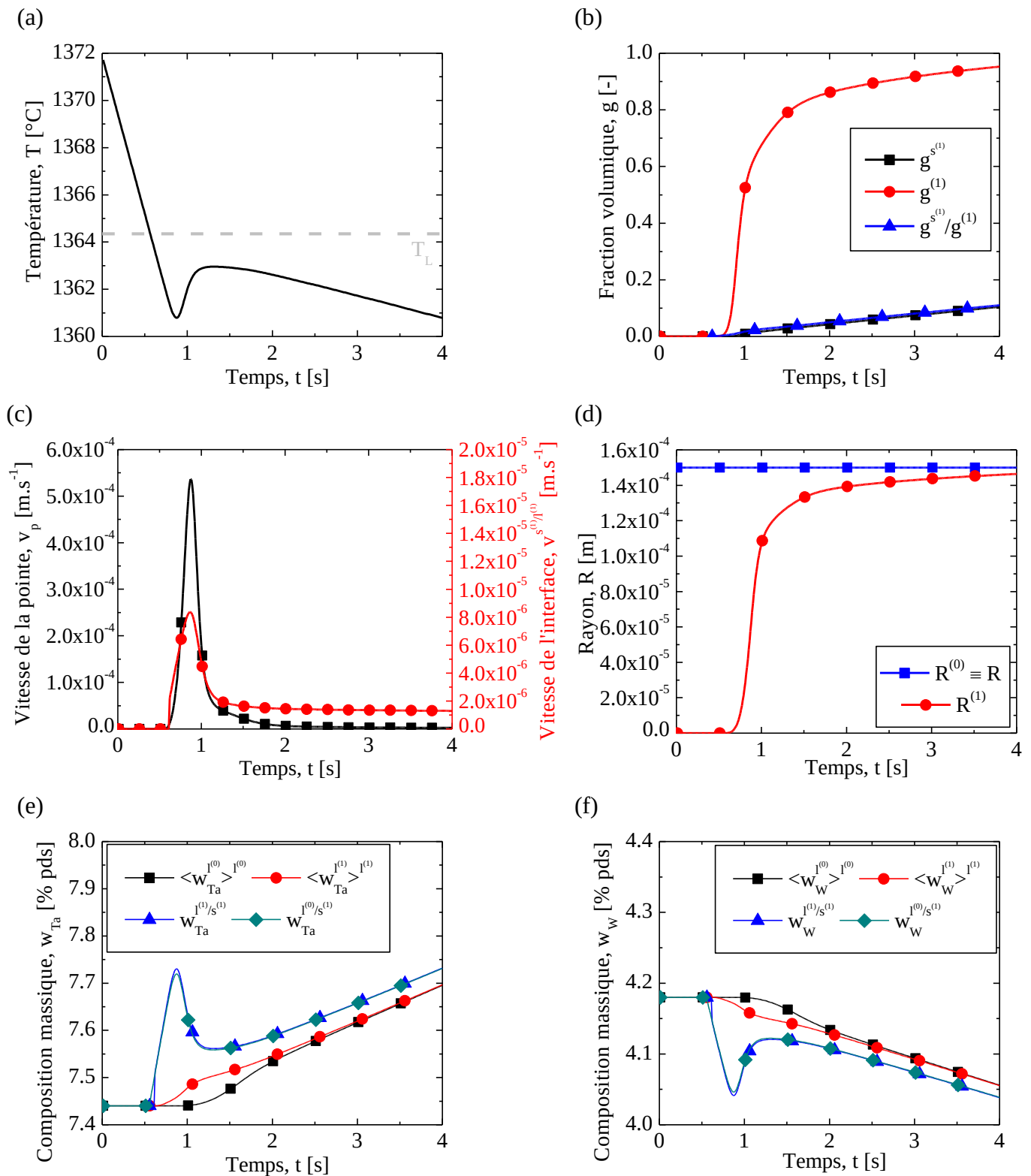


Figure 3-2 : (a) Courbe de refroidissement, (b) variation des fractions de solide et de zone pâteuse, (c) évolution du rayon de la zone pâteuse et du rayon du domaine, (d) évolution des vitesses de la pointe de dendrite et de l'interface $s^{(1)}/l^{(1)}$ et (e)(f) variation des compositions des liquides interdendritique, extradendritique et à l'interface solide/liquide respectivement pour les solutés Tantale ($k < 1$) et Tungstène ($k > 1$).

3.5.2. Etude de la sensibilité des paramètres du modèle

3.5.2.1 Taille du domaine

La taille du domaine est un paramètre important qui conditionne le refroidissement du système au cours de la solidification. Ce paramètre intervient dans l'équation de la chaleur, (3-17), à partir de la densité d'interface d'échange avec l'extérieur S_{ech} . La densité d'interface d'échange est proportionnelle à $1/R$. L'augmentation du rayon du domaine permet d'avoir une énergie de refroidissement du système plus faible. Par suite, la température diminue plus lentement lorsque le rayon du domaine augmente. La Figure 3-3(a) montre l'influence de la taille du domaine sur les courbes de refroidissement prédites par le modèle. Les rayons R_1 et R_2 choisis sont respectivement égaux à 150 μm et 300 μm . En utilisant ces deux rayons, on obtient deux refroidissements différents dans le liquide : $\tau_1 = 13.3 \text{ } ^\circ C.s^{-1}$ et $\tau_2 = 6.6 \text{ } ^\circ C.s^{-1}$. En absence de surfusion de germination, la recalescence est prédite plus rapidement pour le rayon le plus faible et elle commence à une température légèrement plus faible (Figure 3-3(a)). On remarque aussi que la fin de la recalescence est marquée par une durée plus élevée lorsque le rayon du domaine est plus grand. Cela est lié au développement incomplet de la zone pâteuse dont le refroidissement est plus lent.

Nous avons tracé dans la Figure 3-3(b) la variation des fractions de la zone pâteuse et du solide au cours de la solidification en changeant les rayons du domaine. Le temps de solidification jusqu'à la formation de l'eutectique correspondant au rayon de 150 μm est de 32.2 s alors que celui correspondant à un rayon de 300 μm vaut 67 s.

La prédiction de la fraction de l'eutectique, l'utilisation d'un rayon du domaine pâteux plus important permet au modèle de prédire une fraction de l'eutectique égale à 4.5% à une température $T_E = 1299.5 \text{ } ^\circ C$ par rapport à une fraction de 8.7% à une température $T_E = 1302 \text{ } ^\circ C$.

Pour conclure, l'augmentation du rayon du domaine engendre une diminution du taux de refroidissement. Par conséquent, la solidification est plus lente et la structure eutectique est obtenue à une température et une fraction moins élevée.

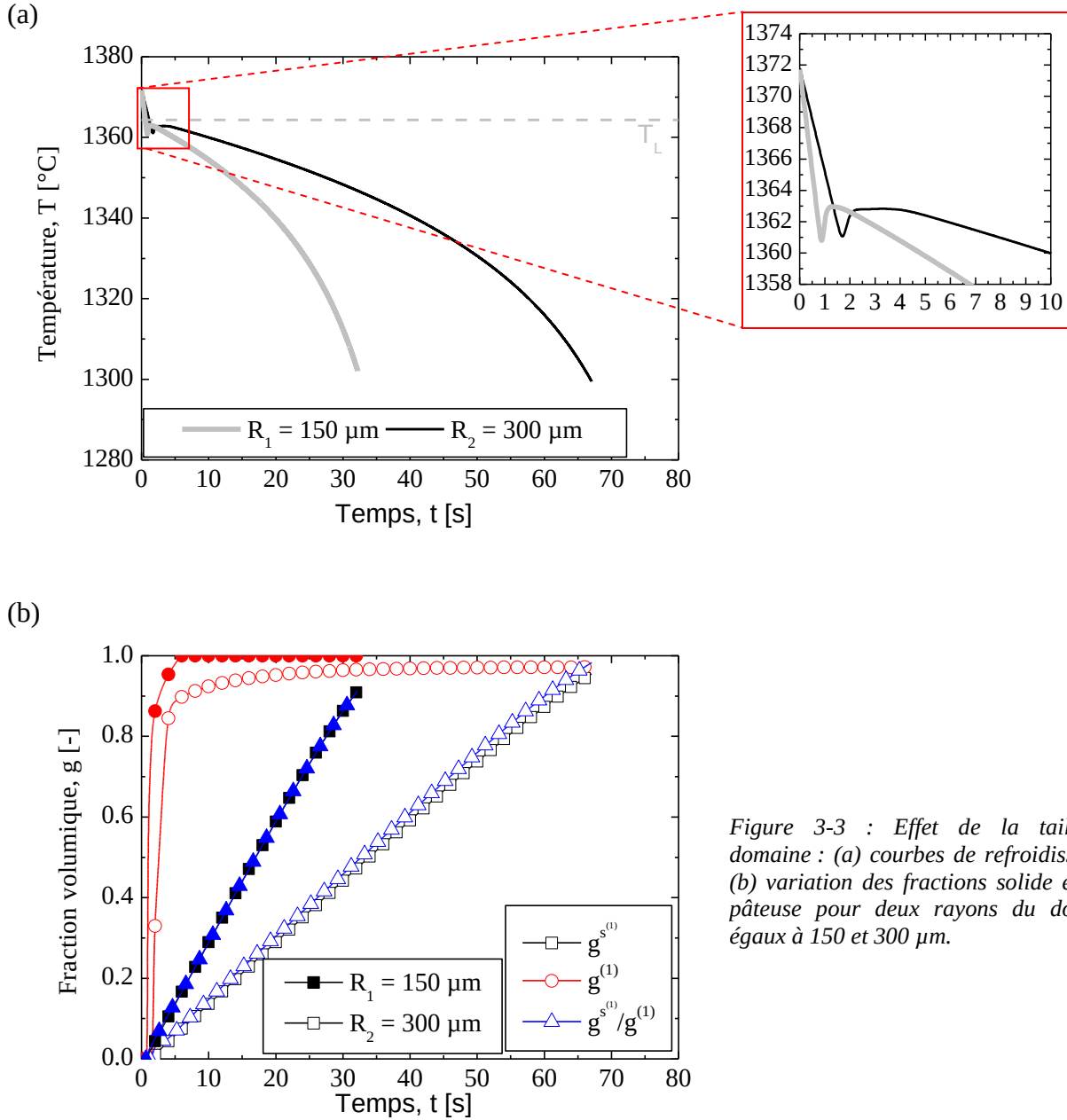


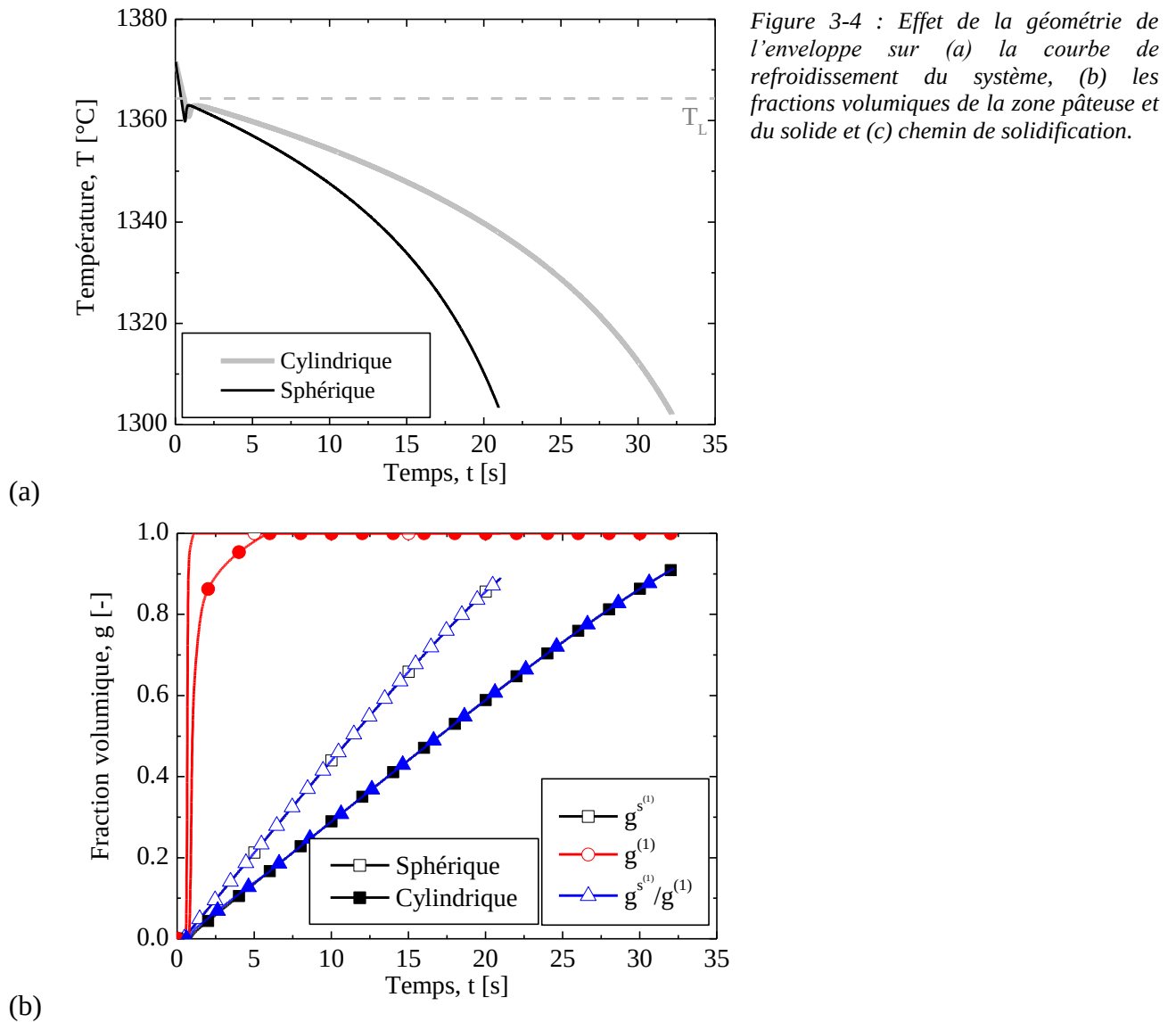
Figure 3-3 : Effet de la taille du domaine : (a) courbes de refroidissement (b) variation des fractions solide et zone pâteuse pour deux rayons du domaine égaux à 150 et 300 μm .

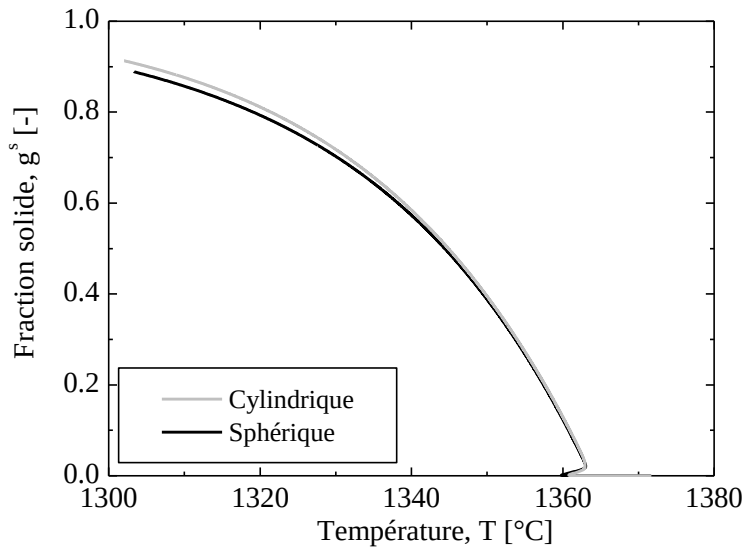
3.5.2.2 Géométrie de l'enveloppe de grain

La Figure 3-4 montre l'influence de la géométrie de l'enveloppe sur les solutions prédites par le modèle. Nombreuses expressions du modèle sont influencées par la géométrie de l'enveloppe : les fractions volumiques des zones (0) et (1), équation (3-6), les densités d'interface des frontières entre les deux zones, équations (3-22 et 3-23), les longueurs de diffusion dans le liquide $l^{(0)}$, équation (3-27 et 3-28) et la vitesse de l'enveloppe pâteuse dans le cas d'une croissance globulitique.

Sur la courbe de refroidissement donnée par la Figure 3-4(a), le taux de refroidissement correspondant à une enveloppe sphérique ($20\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$) est plus élevé que celui d'une enveloppe

cylindrique ($13\text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$). Nous remarquons aussi que la recalescence prédite dans le cas d'une géométrie sphérique est plus importante que celle du cas cylindrique. Ce résultat est expliqué par l'augmentation de la surface d'échange avec l'extérieur S_{ech} en passant d'une paroi cylindrique ($S_{\text{ech}} = 2/R$) à une paroi sphérique ($S_{\text{ech}} = 3/R$). Par la suite, le temps de solidification pour une géométrie sphérique ($t_s = 21\text{s}$) est plus court que celui correspondant à une géométrie cylindrique ($t_s = 32.2\text{s}$). Ce résultat explique le développement plus rapide, en géométrie sphérique, de la fraction de la zone pâteuse et de la fraction solide au début de la solidification (Figure 3-4(b)). Cette évolution conduit à l'apparition d'une structure eutectique plus rapidement que dans le cas cylindrique avec une fraction de l'eutectique plus élevée ($g^E=11.11\%$) à une température plus élevée ($T_E = 1303.3^{\circ}\text{C}$) (Figure 3-4(c)).





(c)

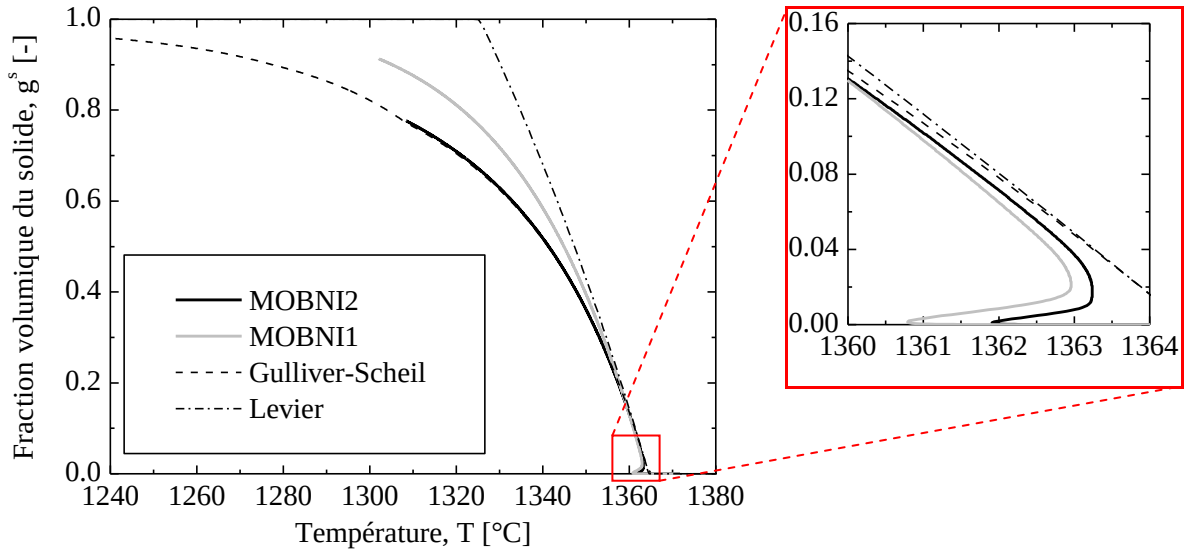
3.5.2.3 Diffusion des solutés

L'effet de la diffusion sur les résultats du modèle sont données sur la Figure 3-5. Nous avons tracé dans la Figure 3-5(a) les chemins de solidification prédits par le modèle de microségrégation pour l'AM1 en comparaison avec deux modèles de référence calculés par Thermo-Calc : le modèle de la loi des Leviers ($D^s \rightarrow \infty$) et le modèle de Gulliver-Scheil ($D^s \rightarrow 0$).

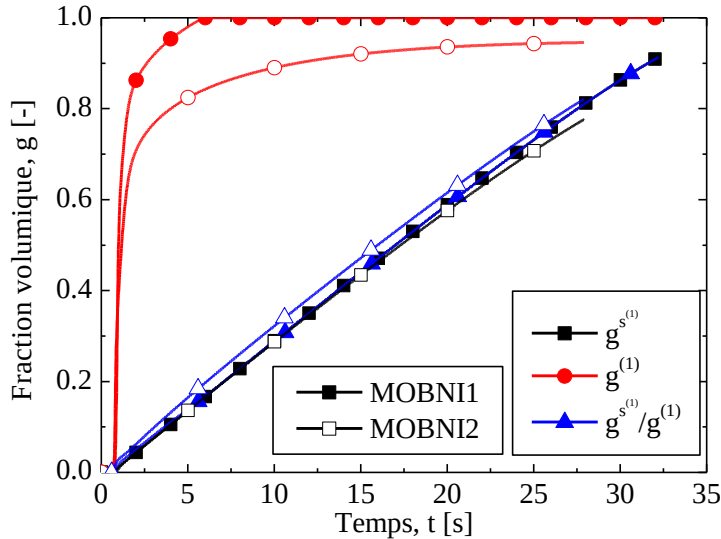
Nous remarquons que le chemin de solidification obtenu par MOBNI2 tend vers le modèle de Gulliver-Scheil. En comparant deux coefficients de diffusion dans le solide, on s'aperçoit que le rapport $D^s(\text{MOBNI1})/D^s(\text{MOBNI2})$ est élevé pour chaque soluté (exemple : Ta(≈ 100), Mo(≈ 15), Ti(≈ 12),...). L'hypothèse d'une diminution des coefficients de diffusion dans le solide explique l'écart entre les deux résultats du modèle à l'étape de solidification de la zone pâteuse.

Cependant, à l'étape de développement de la zone pâteuse, la diffusion dans le liquide conditionne la cinétique de la pointe de dendrite à laquelle se développe la zone pâteuse. Les rapports $D^l(\text{MOBNI1})/D^l(\text{MOBNI2})$ pour les espèces chimiques sont faibles (exemple : Ta(≈ 0.34), Mo(≈ 0.89), Ti(≈ 0.34),...), ce qui explique une croissance plus lente de la zone pâteuse dans la Figure 3-5(b) utilisant la base de données MOBNI1. Cette croissance plus lente permet un début de recalescence à une température plus basse ($T=1360.8^\circ\text{C}$) que celle utilisant la base de données MOBNI2 ($T=1362^\circ\text{C}$).

Le chemin de solidification correspondant à la base de données MOBNI1 prédit une fraction eutectique $g^E = 8.7\%$ à la température $T_E=1320^\circ\text{C}$, à comparer avec la fraction obtenue par la base de données MOBNI2 qui est $g^E = 22.4\%$ et à une température d'eutectique plus basse égale à $T_E = 1308.47^\circ\text{C}$. Ainsi lorsque la diffusion est réduite dans le solide, la fraction de l'eutectique augmente et apparaît à une température plus élevée.



(a)



(b)

Figure 3-5 : Effet de la diffusion - donnée par la base de données MOBNI1 et MOBNI2- sur (a) le chemin de solidification de l'alliage et (b) la variation de la zone pâteuse et de la fraction solide en fonction du temps.

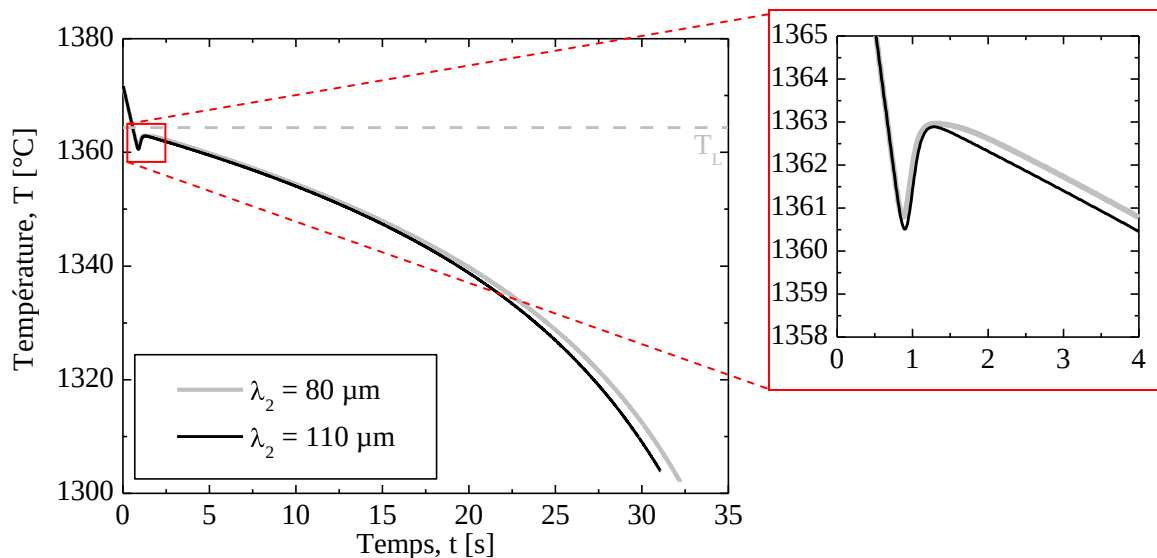
3.5.2.4 Espacement interdendritique secondaire λ_2

L'espacement interdendritique secondaire λ_2 caractérise l'échelle microscopique à laquelle la diffusion des espèces chimiques a lieu dans le solide et le liquide interdendritique. Dans le modèle, ce paramètre intervient dans le calcul des longueurs de diffusion dans le solide $s^{(1)}$ et le liquide interdendritique $l^{(1)}$ à partir des équations (3-25) et (3-26). Les longueurs de diffusion interviennent dans les équations de conservation de la masse de soluté dans le liquide $l^{(1)}$ et le solide $s^{(1)}$ (3-10) et les bilans de masse à l'interface entre le liquide $l^{(1)}$ et le solide $s^{(1)}$ (3-11).

Le nombre de Fourier $\alpha = D^s t_s / (\lambda_2/2)^2$ caractérise la diffusion des espèces chimiques au cours de la solidification (t_s représente le temps de solidification). Ce nombre de Fourier

diminue lorsque l'espacement interdendritique λ_2 augmente. Un faible nombre de Fourier caractérise une diffusion lente.

La Figure 3-6 montre l'effet de l'augmentation de l'espacement interdendritique secondaire sur la prédiction du modèle. Dans les Figure 3-6(a) et (b), l'augmentation de λ_2 engendre une transformation primaire légèrement plus rapide. Ainsi, la formation de la structure eutectique est observé plus tôt à 31 s et à une température plus élevée $T_E = 1304^\circ\text{C}$, comparée au temps mis correspondant à l'espacement interdendritique de $80\ \mu\text{m}$ et égal à 32.2s à une température $T_E = 1302^\circ\text{C}$. Dans la Figure 3-6(b), la variation temporelle des fractions internes du solide et des fractions solides sont presque identiques pour les deux longueurs. En revanche, les chemins de solidification représentés par la Figure 3-6(c) sont différents en particulier au niveau de la partie de la courbe qui correspond à la solidification dans la zone pâteuse. Pour expliquer cette différence, on a tracé sur la Figure 3-6(d) la variation de la composition moyenne du tantale dans les phases solide et liquides au cours du temps. Nous remarquons que la différence la plus importante entre les chemins de solidification correspond à un écart plus important entre les compositions moyennes du solide et du liquide interdendritique. En effet, vu le faible nombre de Fourier dans le solide, la variation de la composition moyenne du solide est plus lente ce qui engendre une composition plus faible dans le solide dans le cas d'un espacement interdendritique plus élevé ($110\ \mu\text{m}$). Ainsi, la conservation de la masse de soluté induit une augmentation de la composition de la composition moyenne du liquide. Par conséquent, le liquide interdendritique est plus riche en soluté ayant un coefficient de partage inférieur à l'unité. Nous pouvons alors conclure que l'augmentation de l'espacement interdendritique secondaire crée une évolution plus rapide des compositions moyennes des phases ce qui permet d'accélérer la création de la structure eutectique.



(a)

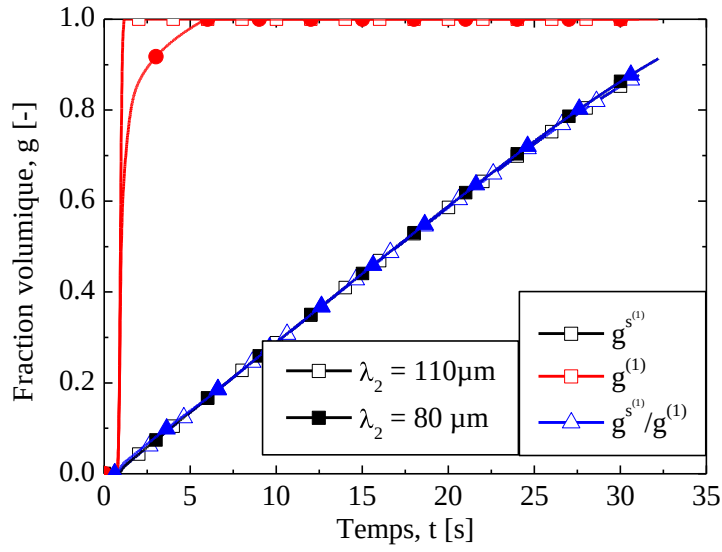
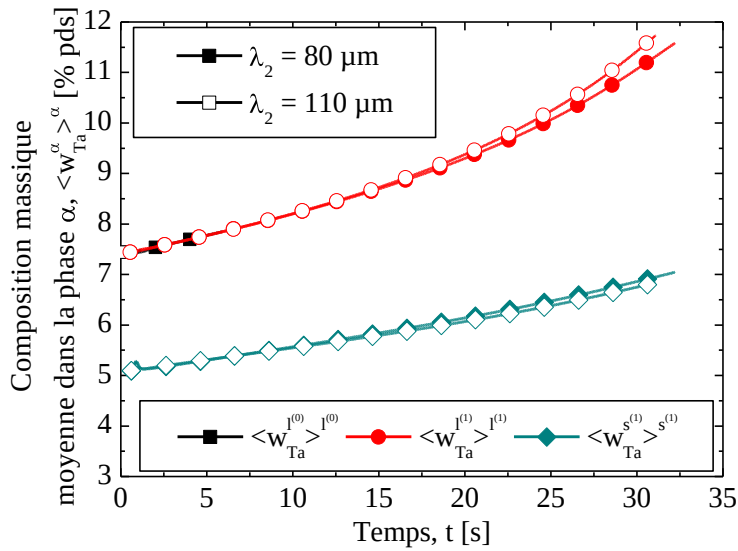
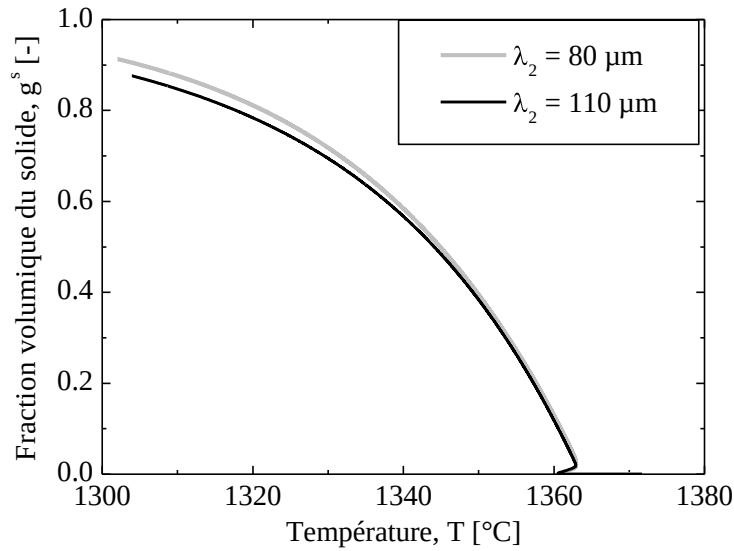


Figure 3-6 : Effet de l'espacement interdendritique secondaire sur (a) la courbe de refroidissement du système, (b) la croissance de la zone pâteuse, (c) le chemin de solidification de l'alliage et (d) les compositions moyennes des phases.



3.5.2.5 Surfusions de germination

La Figure 3-7 montre l'influence de la surfusion de germination sur les courbes de température et de fractions volumiques du solide et de la zone pâteuse prédites par le modèle. La comparaison tient compte d'une prédiction sans surfusion de germination et d'une autre avec une surfusion $\Delta T_n^{(1)} = 5\text{ °C}$.

La Figure 3-7(a) montre que la surfusion de germination a engendré un retard de croissance de la zone pâteuse qui se traduit par un début de recalescence à plus basse température sur la courbe de refroidissement. Cependant, au début de la recalescence, la pointe de dendrite se trouve dans un domaine liquide refroidi à une surfusion de pointe plus importante. Par conséquent, on obtient une vitesse de croissance de la pointe de dendrite plus importante qui se traduit par une croissance rapide de la zone pâteuse sur la courbe de la Figure 3-7(a).

A la fin de la recalescence, le solide retrouve rapidement la courbe de refroidissement correspondant au cas sans surfusion de germination. Ensuite, les deux courbes poursuivent identiquement la même évolution jusqu'à la fin de la solidification. Nous retrouvons la même fraction eutectique prédite pour les deux cas et à la même température ce qui témoigne du faible rôle de la surfusion de germination sur les fractions des phases pour l'AM1 et pour cette vitesse de refroidissement.

La Figure 3-7(b) montre la croissance rapide de la zone pâteuse par rapport au cas sans surfusion de germination. Dans le cas correspondant à une surfusion de germination non nulle, le système devient rapidement complètement pâteux. Aussi, on observe sur la même figure la germination tardive du solide suivie par une croissance rapide de la fraction solide pour retrouver la courbe de la fraction solide prédite dans le cas sans surfusion. On obtient à partir de ces deux variations une fraction interne de solide plus faible par rapport à la fraction interne sans surfusion de germination.

La Figure 3-7(c) montre l'influence de la surfusion de germination sur le chemin de solidification de l'AM1. La principale différence se situe au début de la solidification où le solide commence sa croissance à une température plus basse due à une surfusion de croissance plus importante et qui retrouve rapidement ensuite la courbe sans surfusion de germination à la fin de la recalescence.

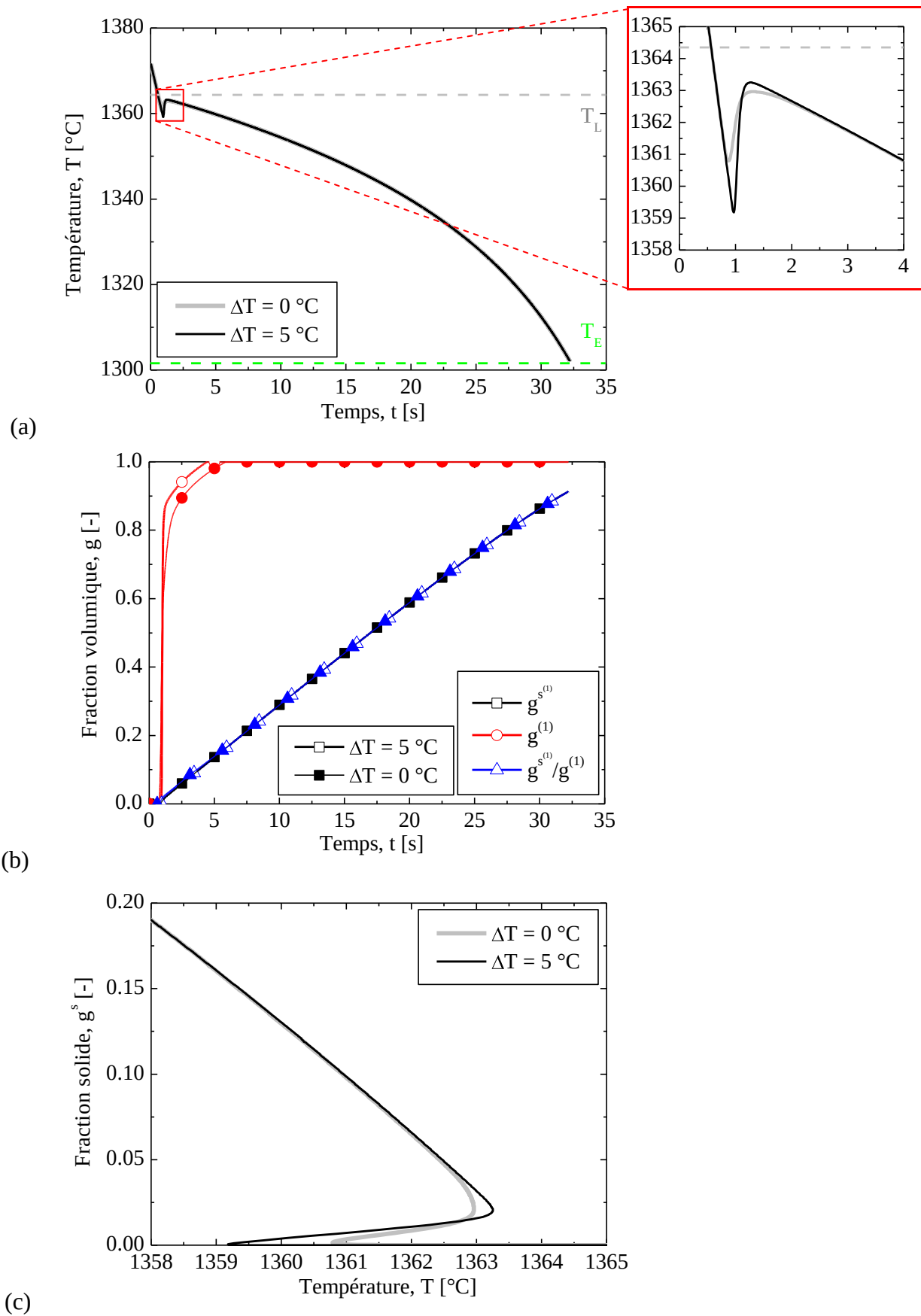


Figure 3-7 : Effet de la surfusion de germination : (a) courbe de refroidissement (b) variation des fractions solide et zone pâteuse (c) chemin de solidification

3.5.2.6 Coefficients de Gibbs-Thomson

Le coefficient de Gibbs-Thomson, Γ , intervient dans la surfusion de courbure de la pointe de dendrite utilisée dans l'équation (3-34) qui représente l'équilibre thermodynamique à la pointe de dendrite. Le terme $(2 \Gamma/r_p)$ est important dans le critère de convergence utilisé pour l'algorithme proposé dans la section 3.3.2.2. Il affecte donc la solution (r_p, v_p) du problème. Dans la Figure 3-8, nous avons varié le coefficient de Gibbs-Thomson pour l'algorithme de la cinétique de croissance et nous avons tracé la variation de la solution (r_p, v_p) pour chaque valeur.

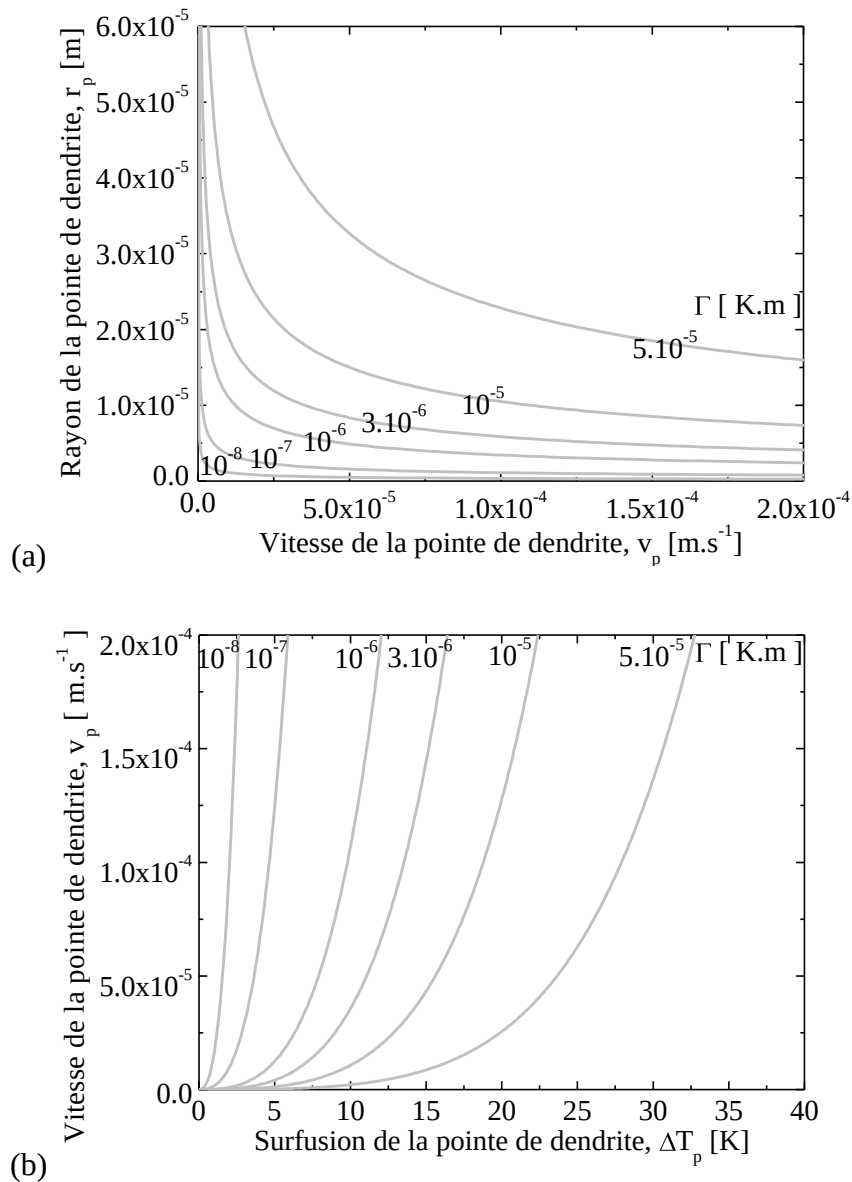


Figure 3-8 : Effet de l'espacement interdendritique secondaire sur (a) le chemin de solidification de l'alliage et (b) la cinétique de solidification.

Dans les calculs présentés sur la Figure 3-8, nous avons le modèle de la cinétique de croissance indépendamment du modèle de microségrégation. Les données principales d'entrée au modèle sont : la composition nominale, les pentes de liquidus, les coefficients de partage ainsi que les coefficients de diffusion dans le liquide. Nous avons utilisé pour composition de l'alliage celle donnée dans le tableau 2.1 pour les expériences B et C. Les pentes de liquidus ainsi que les coefficients de partage sont considérés constants et ils sont évalués au niveau de la température de liquidus. Les coefficients de diffusion dans le liquide correspondent à la base de données MOBNI1 (constants et égaux à $10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$).

La Figure 3-8 présente les résultats du modèle de cinétique de pointe de dendrite en variant le coefficient de Gibbs-Thomson sur un intervalle [10^{-8} 5.10^{-5}] K.m. Nous remarquons qu'en augmentant le coefficient de Gibbs-Thomson, on obtient des courbes (v_p , r_p) et (ΔT_p , v_p) à plus grands rayons de courbure. A une surfusion de pointe donnée, l'augmentation du coefficient de Gibbs-Thomson engendre une diminution de la vitesse et une augmentation du rayon de la pointe de dendrite.

3.5.3. Résultats quantitatifs du modèle

3.5.3.1 Chemins de solidification

Dans cette partie, nous avons comparé des prédictions du modèle avec les données de caractérisation mesurées dans les expériences de trempe en cours de solidification (TSD) présentée dans le chapitre 2. Pour ce faire, nombreuses données d'entrées du modèle doivent être rigoureusement choisies pour retrouver les résultats expérimentaux. D'abord, il est important d'imposer les mêmes conditions de refroidissement que celles mesurées par le thermocouple échantillon au cours des expériences TSD. Nous avons observé sur les courbes de refroidissement enregistrées des changements des taux de refroidissement en passant d'un domaine liquide à un domaine pâteux. Ainsi, pour prédire le chemin de solidification correspondant à chaque expérience, nous avons choisi d'imposer pour chaque expérience le taux de refroidissement correspondant au domaine complètement pâteux. Nous avons alors trois taux de refroidissement $CR1 = -0.087 \text{ K.s}^{-1}$, $CR2 = -0.54 \text{ K.s}^{-1}$ et $CR3 = -1.01 \text{ K.s}^{-1}$ correspondants respectivement aux expériences B1, B2 et B3 présentées dans le chapitre 2 (Annexe 1.1).

Afin de modéliser la croissance colonnaire de l'alliage, nous avons choisi une géométrie cylindrique de l'enveloppe du volume représentatif dont le rayon R est défini par la relation (3-45). Ainsi les espacements interdendritiques primaires sont choisis à partir des mesures expérimentales effectuées. On obtient ainsi trois rayons du domaine $R(CR1) = 148 \text{ }\mu\text{m}$, $R(CR2) = 126.5 \text{ }\mu\text{m}$ et $R(CR3) = 97.5 \text{ }\mu\text{m}$ correspondants respectivement aux expériences B1, B2 et B3.

L'espacement interdendritique secondaire λ_2 est un paramètre important dans la modélisation étant donné qu'il caractérise la zone de diffusion interdendritique, lieu de la germination de la nouvelle phase solide. Compte tenu de la variation de cette longueur au cours de la solidification des échantillons et en absence d'un modèle de maturation dans le présent travail, il est plus judicieux de choisir une longueur λ_2 égale à celle mesurée à la fin de la solidification. Nous avons ainsi fixé trois espacements interdendritiques secondaires $\lambda_2(\text{CR1}) = 110 \text{ }\mu\text{m}$, $\lambda_2(\text{CR2}) = 100 \text{ }\mu\text{m}$ et $\lambda_2(\text{CR3}) = 100 \text{ }\mu\text{m}$ correspondants respectivement aux expériences B1, B2 et B3.

La Figure 3-9 montre les prédictions du modèle à différentes conditions de refroidissement. Nous remarquons que les trois courbes sont situées entre les deux cas limites de Gulliver-Scheil et de la loi des Leviers. Ce résultat est en accord avec le fait qu'en augmentant la vitesse de refroidissement, le chemin de solidification tend vers la limite de Gulliver-Scheil. Les chemins de solidification correspondants aux taux de refroidissement CR1 et CR2 permettent d'avoir à la fin de la solidification un domaine complètement solide sans germination de la structure eutectique. Les températures de solidus correspondent respectivement à $T = 1310 \text{ }^\circ\text{C}$ et $T = 1300.7 \text{ }^\circ\text{C}$. En revanche, pour le taux de refroidissement CR3, le modèle prédit une germination de la structure eutectique à une température $T^E = 1296.9 \text{ }^\circ\text{C}$ avec une fraction volumique d'eutectique égale à $g^E = 2.1\%$.

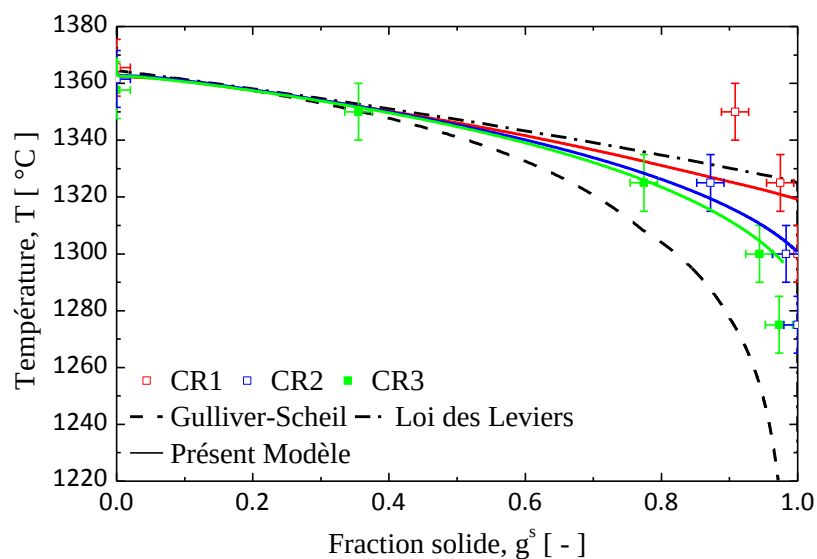


Figure 3-9 : Comparaison des chemins de solidifications prédits par le modèle et les résultats de la caractérisation par TSD (effet du taux de refroidissement dans la prédiction de la fraction eutectique). Les symboles pleins correspondent à l'expérience à laquelle on observe une structure eutectique.

La comparaison des prédictions du modèle avec les expériences TSD montre une correspondance significative. En effet, les résultats obtenus pour les deux taux de refroidissement CR1 et CR2 peuvent être expliqués par le faible nombre de Fourier des éléments d'alliages. Cependant, le taux de refroidissement CR3 a engendré une germination de la structure eutectique. Cette structure eutectique a été observée dans l'expérience B3 sur

une coupe transversale de l'échantillon trempé correspondant à la température $T = 1275\text{ °C}$ ($\pm 10\text{ °C}$). La fraction volumique $g_{\text{Exp}}^{\text{E}}$ de l'eutectique mesurée à cette température est égale à 2.75% ($\pm 2\%$). A cette température, l'échantillon est complètement solide contenant des poches d'eutectique dans le domaine interdendritique. Le modèle ne permet pas encore de prédire la fraction de l'eutectique à une température inférieure à la température de germination faute de cinétique de croissance eutectique, ce qui était possible dans une version pour les alliages binaires [Tourret, 2009, Gandin, 2008].

Pour comparer les compositions de l'eutectique à la température de la coupe 1275 °C , nous avons fait un calcul d'équilibre à cette température et à la composition du liquide restant prédite par le modèle. Vu que la structure eutectique est lamellaire (mélange $\gamma + \gamma'$), nous avons déduit les valeurs de la composition moyenne de l'eutectique pour un soluté i par :

$$w_i^{\text{E}} = \frac{(g^{\gamma} w_i^{\gamma} + g^{\gamma'} w_i^{\gamma'})}{(g^{\gamma} + g^{\gamma'})} \quad (3-47)$$

g^{γ} et $g^{\gamma'}$ sont respectivement les fractions des phases γ et γ' calculées par Thermo-Calc à la température de la coupe pour la composition du liquide. w_i^{γ} et $w_i^{\gamma'}$ sont respectivement les compositions du soluté i à l'équilibre entre les phases γ et γ' calculées par Thermo-Calc à la température de la coupe. Le Tableau 3-3 montre les résultats de la prédiction effectuée avec les données de mesure effectuées dans l'expérience B3.

Soluté		Al	Ta	W	Co	Cr	Ti	Mo
w^E [%pds]	Expérience (T=1275°C)	7.30	13.87	1.25	5.21	3.41	2.76	0.71
	Prédiction (T=1275°C)	6.27	10.82	2.54	5.78	6.37	2.50	2.24
Fractions d'équilibre		$g^\gamma = 0.287$		$g^{\gamma'} = 0.2$		$g^L = 0.5138$		
Compositions d'équilibre								
w^E	γ	5.33	7.9	3.17	7.81	8.86	2.38	3.79
[%pds]	γ'	7.626	15.03	0.9	2.87	2.79	2.69	0.7519

Tableau 3-3: Comparaison entre les résultats de mesure de la fraction eutectique sur une coupe 1275 °C de l'expérience B3 avec le calcul d'équilibre à la même température et à la composition du liquide prédite par le modèle à la germination de l'eutectique.

La différence dans la comparaison des prédictions avec les mesures de compositions est due à plusieurs paramètres de procédé et de simulation. Au niveau du procédé, à cette température de l'échantillon, l'eutectique forme de très petites poches difficiles à localiser ou à en définir les contours, ce qui explique la difficulté dans la mesure de la composition. Au niveau de la prédiction, les coefficients de diffusion dans le liquide et le solide sont des paramètres important qui conditionnent le transfert de la matière au cours de la solidification. Ne pas

utiliser les bonnes valeurs de ces données ajoute une incertitude supplémentaire aux prédictions du modèle.

Enfin, il est important de noter que les comparaisons quantitatives du modèle ont été effectuées en utilisant la base de données en mobilité MOBNI1 au lieu de MOBNI2. Comme il a été montré sur la Figure 3-5(a), la diffusion dans le solide donnée par la base de données MOBNI2 est très faible, ce qui engendre des chemins de solidification très proches du modèle de Gulliver-Scheil. Nous estimons que les données de diffusion dans le solide sont mieux prédites par la base de données MOBNI1.

Les différentes tabulations obtenues des chemins de solidification ont permis de proposer plusieurs courbes d'enthalpie en fonction de la température (Figure 3-10) et de la vitesse de refroidissement. Ces courbes sont utilisées dans le chapitre 4 pour la simulation de la croissance de la structure de grains au cours de la solidification.

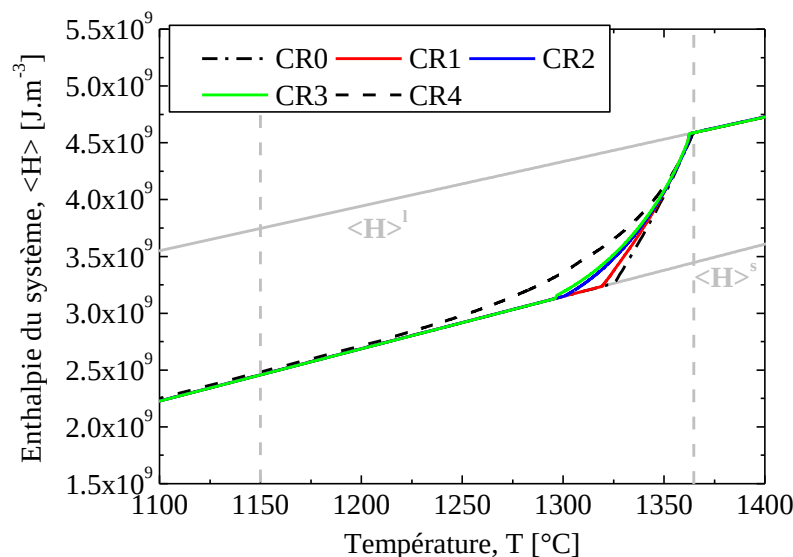


Figure 3-10 : Tabulations des courbes d'enthalpie en fonction de la température à différentes vitesses de refroidissement. Les lois des Leviers et de Gulliver-Scheil sont calculés par Thermo-Calc et représentent respectivement les taux CR0 et CR4 sur la figure. Les chemins de solidification CR1, CR2 et CR3 sont calculés par le modèle de microségrégation développé dans ce travail.

3.5.3.2 Cinétique de croissance de la pointe de dendrite

La Figure 3-11 montre la comparaison du résultat du modèle de la cinétique de croissance de la pointe de dendrite avec les mesures expérimentales données après TSD sous différentes conditions thermiques. On remarque à partir de la Figure 3-11(a) que le gradient thermique a une très faible influence sur la vitesse de la pointe de dendrite. Cette croissance est donc principalement contrôlée par la vitesse de tirage (ou vitesse des isothermes de la pointe). En variant le coefficient de Gibbs-Thomson de 10^{-8} à $5 \cdot 10^{-4}$ et en utilisant les coefficients de diffusion constants et égaux à $10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, nous remarquons que les données expérimentales se situent dans un intervalle $[10^{-6}, 10^{-5}] \text{ K} \cdot \text{m}$. Nous obtenons ainsi des résultats de prédiction du

modèle de la cinétique de pointe correspondant à un coefficient de Gibbs-Thomson très grand par rapport à ce que nous avons trouvé dans la littérature pour les superalliages, à savoir $2 \cdot 10^{-7}$ K.m ([Snecma-2]). Nous pouvons expliquer cette différence par la limitation de la base de données en mobilité pour le calcul des coefficients de diffusion dans le liquide. Par ailleurs, il est possible que les hypothèses du modèle appliqué soient limitatives. Pour illustrer, le présent modèle de cinétique de croissance ne tient pas compte de la diffusion croisée dans le liquide.

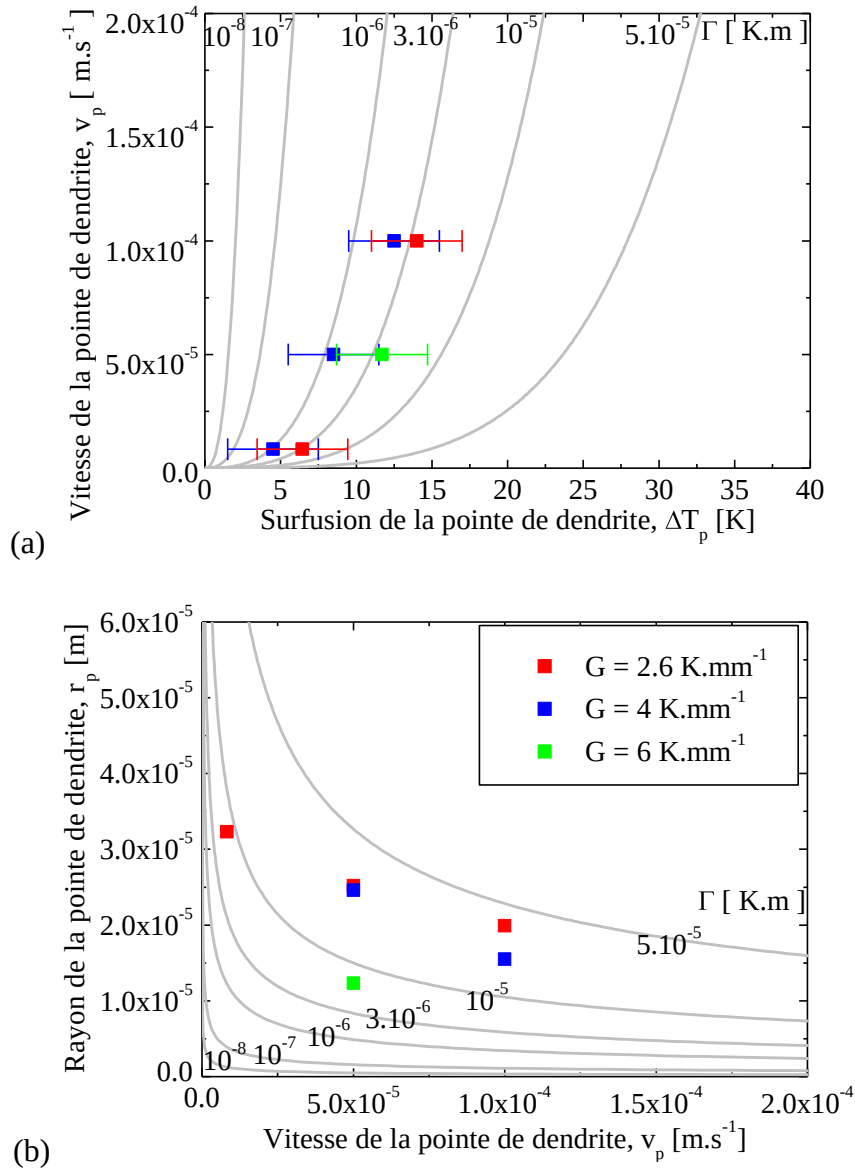


Figure 3-11 : Comparaison avec les données expérimentales mesurées dans l'expérience TSD des résultats de la cinétique de croissance obtenus pour (a) le rayon et (b) la surfusion de la pointe à des différentes valeurs du coefficient de Gibbs-Thomson.

3.6. Discussion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les équations du modèle de microségrégation et ses résultats appliqués au superalliage base-nickel AM1. Les paramètres d'entrée du modèle sont constitués des données de l'alliage (densité, composition nominale, coefficient de Gibbs-Thomson, espacements interdendritiques), des données thermiques (coefficient d'échange, température de l'extérieur, rayon du domaine) et des données de calcul (pas de temps). Grâce à ces paramètres, le modèle est capable de prédire le chemin de solidification de l'alliage en suivant la diffusion chimique dans une phase solide et dans le liquide.

Les comparaisons des prédictions du modèle aux données expérimentales a permis de conclure que :

- Pour les chemins de solidification, les coefficients de diffusion dans le solide fournis par la base de données en mobilité MOBNI1 correspondent plus aux résultats expérimentaux.
- Les coefficients de diffusion dans le liquide ne sont pas satisfaisants.
- Pour la cinétique de la pointe de dendrite, le coefficient de Gibbs-Thomson qui correspond plus aux résultats du modèle est situé dans un intervalle $[10^{-6}, 10^{-5}]$ K.m.

Le modèle de microségrégation présenté dans ce travail constitue une première solution pour la prédiction de la solidification dendritique dans les alliages multicomposés. Il est toutefois indispensable de faire un bon choix des paramètres numériques à utiliser.

Plusieurs améliorations peuvent être effectuées pour optimiser le résultat du modèle et le rendre exploitable pour d'autres phénomènes. Par exemple, le modèle finit son calcul lorsqu'on germe une nouvelle phase dans le liquide interdendritique. Cette germination dans le cas de l'AM1 correspond à la formation d'une structure eutectique. Le modèle suppose alors que la fin de la solidification correspond à l'apparition de l'eutectique qui se forme à une température constante et ce jusqu'à la fin de la solidification. Nous avons supposé que la fraction eutectique formée correspond à la fraction du liquide restant. Cependant, cette hypothèse surestime la fraction eutectique et ce pour deux raisons principales. La première consiste à continuer la croissance de la dendrite primaire après la germination de l'eutectique. La deuxième raison est que, pour un alliage multicomposé, la structure eutectique se forme à une vitesse de croissance qui s'accompagne d'une variation de la température. La modélisation de ce phénomène nécessite l'implémentation d'une cinétique de croissance eutectique pour les alliages multicomposés.

La description du présent modèle ne tient pas compte du grossissement des bras secondaires au cours de la solidification à savoir la maturation des bras de dendrites. Pourtant, les observations expérimentales ont montré que les espacements interdendritiques secondaires varient en fonction du taux de refroidissement imposé au système. Il existe des modèles de prédiction de la maturation tels que celui proposé par Rappaz et Boettinger [Rappaz, 1999].

Dans l'écriture des équations constitutives du présent modèle, nous avons exprimé les longueurs de diffusion des espèces chimiques dans le liquide interdendritique $l^{(1)}$ et dans le solide $s^{(1)}$ en fonction de l'espacement interdendritique secondaire λ_2 (équations 3-25 ; 3-26). Ces expressions sont obtenues à partir d'une intégration des profils de composition dans le liquide $l^{(1)}$ et le solide $s^{(1)}$ sur un domaine de dimension $\lambda_2/2$ (Figure 3-1). Tenir compte de la variation de cette longueur caractéristique en fonction du taux de refroidissement revient à définir une nouvelle fonction intégrale paramétrique ayant pour limite $\lambda_2(\dot{T})$. Ainsi, les longueurs de diffusion varient en fonction du taux de refroidissement. Cette variation induit des bilans de masse des solutés à l'interface $s^{(1)}/l^{(1)}$ différents donc une vitesse de l'interface différente. Ce changement de vitesse permet de prédire une solution différente des équations de conservation et donc un chemin de solidification différent.

Un autre point d'amélioration dans le présent modèle consiste à modifier l'hypothèse de la forme des profils de composition. En effet, ces profils sont supposés paraboliques et cela ne représente pas forcément la distribution des solutés dans la phase. Cette hypothèse simplificatrice a été utilisée dans le but de calculer une longueur caractéristique de la couche limite de diffusion dans la phase. Pour améliorer cette approche, on peut procéder par une résolution de l'équation de diffusion des espèces chimique sur un domaine fini [Kirkaldy, 1987]. Ainsi, on décrit d'une manière déterministe les profils de composition dans les phases au cours de la solidification. Pour conserver le même formalisme des équations et bilans de conservation, nous pouvons utiliser ces nouvelles solutions pour déterminer la longueur de diffusion en utilisant la relation (3-24).

Des améliorations au niveau du couplage Modèle – Thermo-Calc sont aussi à effectuer. En effet, il est intéressant que le modèle puisse faire une lecture directe des coefficients de diffusion à partir de la base de données thermodynamique sans avoir besoin d'introduire des lois d'Arrhenius interpolées. Toutefois, il faut d'abord maîtriser les limitations de la base de données en mobilité (données disponibles, calcul équilibre,...). De plus, on risque d'avoir un temps de calcul trop élevé lorsque le modèle de microségrégation bascule entre les deux bases de données au cours du calcul.

La diffusion croisée constitue aussi un nouveau point d'amélioration du modèle de microségrégation. En effet, tenir compte de l'interaction entre les espèces chimiques de l'alliage au cours de la solidification est une étape importante pour expliquer certains écarts entre les modèles de microségrégation multicomposés à diffusion non croisée et les données expérimentales. Ces écarts varient d'un alliage à un autre selon la nature des phases formées et les conditions de solidification. Pour ce faire, il faut disposer de données thermodynamiques et cinétiques pertinentes (exemple : matrice de diffusion non diagonale dans la phase). Nous avons exploité cette piste d'amélioration et nous avons développé un modèle de cinétique de croissance de la pointe de dendrite pour un alliage multicomposé en se basant sur les travaux de Hunziker [Hunziker, 2001] et Kirkaldy [Kirkaldy, 1987]. Ce travail

doit donner lieu à une nouvelle formulation du modèle de microségrégation à diffusion croisée.

Chapitre 4

Modélisation Macroscopique de la Solidification

L'intérêt de la modélisation par automates cellulaires est de simuler la germination et la croissance des grains à des grandes échelles (~cm). Cet outil a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche qui ont amélioré la qualité de la prédiction des structures ([Gandin, 1993 - 1999], [Guillemot, 2007], [Carozzani, 2012]).

Dans ce chapitre, nous présentons le modèle des automates cellulaires et son couplage avec les éléments finis. Un nouveau couplage optimisé dans le module CAFE du code éléments finis Procast de l'entreprise Calcom (ESI-Group) y est également présenté et appliqué à des pièces coulées par fonderie de précision.

Le couplage est basé sur les travaux de Carozzani et al [Carozzani, 2012]. Nous avons adapté ce nouveau couplage dans le module de l'automate cellulaire CAFE-ProCast. Il a également été amélioré pour intégrer plusieurs chemins de solidification correspondant à des taux de refroidissement différents.

4.1. Modèle des automates cellulaires

4.1.1. Principe de l'automate cellulaire

L'automate cellulaire (CA) permet de représenter les structures granulaires formées au cours de la solidification par un ensemble de cellules carrées en 2D (Figure 4-1) ou de cellules cubiques en 3D. Cette représentation est basée sur une grille de cellules régulière avec un pas de cellule de longueur l_{CA} recouvrant tout le domaine de simulation. La taille de la cellule l_{CA} devrait être de l'ordre de l'espacement interdendritique secondaire pour prédire correctement la forme de l'enveloppe du grain et décrire convenablement le mécanisme de ramification des branches dendritiques. La Figure 4-1 est un exemple de représentation en 2-D de la modélisation par CA de la croissance des grains. On distingue trois états des cellules : des

cellules liquides, pâteuses et solides. Les cellules foncées représentent des cellules solides ou pâteuses. Ces cellules définissent, progressivement au cours de la solidification, la forme du grain germé et en croissance.

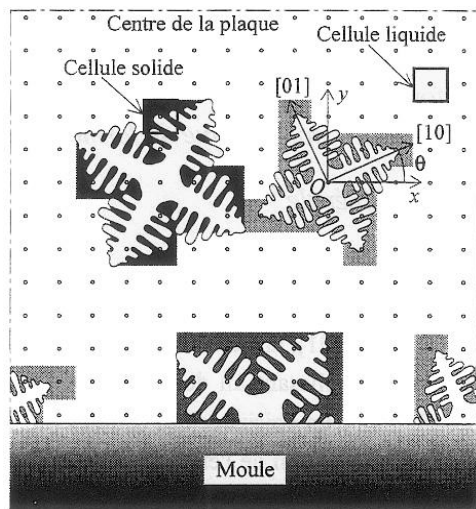


Figure 4-1 : Schéma représentatif du maillage d'Automate Cellulaire en 2-D. Seuls les centres des cellules sont présentés ici. Les grains sont désignés par des ensembles de carrés de différentes colorations (gradients de gris). On distingue les cellules liquides, solides et pâteuses. [Gandin, 1994]

Le modèle des automates cellulaires est régi par des règles déterministes qui gèrent l'état de la cellule en fonction de l'état de ses cellules voisines ainsi que des paramètres macroscopiques calculés par éléments finis. Une cellule v est référencée par un indice d'état I_v initialisé à zéro pour l'état liquide. Au cours de la solidification, l'indice I_v change de valeur ($I_v \neq 0$) durant les étapes de solidification en fonction de la température locale de la cellule et des états de ses cellules voisines.

Le volume de calcul de l'automate cellulaire est important à l'échelle de la pièce industrielle (1 cm^3 représente 10^6 cellules de longueur $100 \mu\text{m}$). Une méthode proposée par Gandin et al [Gandin, 1999] a permis la gestion de la mémoire allouée au calcul de l'automate de manière dynamique. Cette méthode est basée sur la subdivision de la grille de cellules en plusieurs «Blocs» contenant chacun un nombre prédéfini de cellules. Nous désignons par $n_b = n_x \times n_y \times n_z$ le nombre des cellules par bloc. n_x , n_y et n_z sont respectivement les nombres de cellules selon les axes X, Y et Z du repère fixe. Plusieurs Blocs constituent une «fenêtre». En 3D, une fenêtre est un parallélépipède orthogonal dont les faces sont parallèles aux plans cartésiens du repère associé à la grille de cellules. Nous désignons par N_w le nombre de fenêtres formant le maillage et par N_b le nombre des blocs pour chaque fenêtre. Au total, le nombre de cellules dans une grille de cellules est égal à $N_w \times N_b \times n_b$.

L'organisation par blocs et fenêtres de la grille de cellules permet de désactiver les parties du maillage qui ont servi pour le calcul (complètement solide) ou qui sont encore complètement liquide. Cette optimisation permet de limiter le calcul sur les parties qui correspondent à la solidification de la zone pâteuse. La Figure 4-2 montre un exemple de gestion des blocs dans le maillage de l'automate cellulaire et aussi le maillage éléments finis superposé. L'activation d'un bloc dépend de l'état de l'élément fini qui lui est attribué au

cours du couplage. Les détails d'interaction Cellule-Elément fini font l'objet de la partie du couplage micro-macro dans la suite de ce rapport.

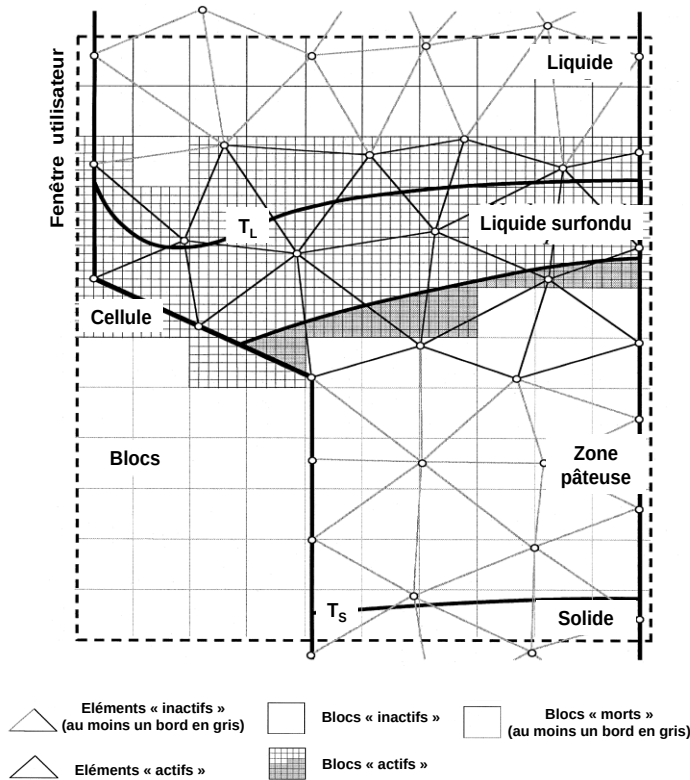


Figure 4-2 : Schéma explicatif de la gestion de la grille de cellules et du maillage éléments finis. La grille est contenue dans des fenêtres qui referment chacune des blocs. Un bloc contient un ensemble de cellules de l'automate. Un bloc est soit actif (bloc pâteux) soit inactif (complètement liquide ou solide dans la zone pâteuse) ou mort (en dehors du domaine). [Gandin, 1999](modifiée)

4.1.2. Germination des grains

La germination est un phénomène qui dépend de nombreux paramètres inconnus [Gandin, 1995]. Pour modéliser la germination hétérogène dans les procédés à faibles surfusions, l'automate cellulaire reprend les observations de Turnbull [Turnbull, 1950] : la germination hétérogène est un phénomène de formation instantanée d'un grain solide dans un liquide qui a atteint une surfusion critique. Pour modéliser ce phénomène, Thévoz [Thévoz, 1988] a proposé l'approximation d'une activation « instantanée » des sites de germination dans une zone liquide en surfusion critique. Par ailleurs, de nombreuses familles de sites de germination caractérisées par des surfusions critiques différentes peuvent coexister dans le métal liquide. Pour modéliser la croissance de la densité des grains, Rappaz [Rappaz, 1989] a proposé une distribution gaussienne des sites de germination en fonction de la surfusion ΔT . Les paramètres de la distribution sont : la surfusion moyenne, ΔT_a , l'écart type, ΔT_σ , la densité maximale de grain, $n_{\max}$. Cette distribution est exprimée par la densité de probabilité f , fonction de la surfusion ΔT :

$$f(\Delta T) = \frac{n_{\max}}{\Delta T_\sigma \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(\Delta T - \Delta T_a)^2}{2 \Delta T_\sigma^2}} \quad (4-1)$$

L'intégrale de cette distribution sur un intervalle $]-\infty, \Delta T]$ constitue la densité des grains germés à la surfusion ΔT . Il s'agit de la distribution cumulée pour la loi gaussienne donnée par:

$$n(\Delta T) = \int_{-\infty}^{\Delta T} f(\Delta T') d(\Delta T') \quad (4-2)$$

Les paramètres de germination doivent être déterminés expérimentalement ([Mangelink, 2011]). La densité maximale de grains $n_{\max}$ est une propriété intrinsèque de l'alliage qui correspond à la valeur maximale de densité de grains lorsque toutes les familles des sites de germination sont actives. Dans la grille de cellules représentant un volume V , le nombre de sites de germination actifs correspond initialement au produit $(n_{\max} V)$ répartis aléatoirement sur les cellules de l'automate. A chaque cellule de germination v choisie, une surfusion critique de germination ΔT_v^{ger} est attribuée aléatoirement selon la distribution gaussienne f (Figure 4-3(b)). Grâce à la technique d'allocation dynamique utilisée dans le module de l'automate en 3D, cette étape d'initialisation est effectuée à chaque fois que de nouvelles cellules liquides sont allouées au cours du calcul CA.

La recalescence observée dans la Figure 4-3(a) est expliquée par le réchauffement local du système au voisinage de la zone du grain germé suite à la libération de la chaleur par le solide en cours de croissance. La présence de la recalescence dans le système risque soit d'empêcher la germination dans des zones voisines du grain germé ou de refondre des bras de dendrite. Ce dernier cas peut expliquer la fragmentation observée dans les pièces monocristallines (Chapitre 2).

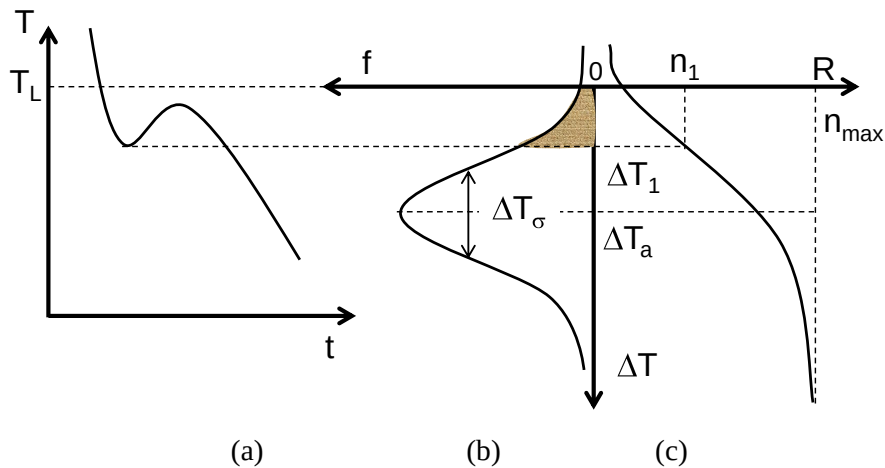


Figure 4-3 : (a) Courbe de refroidissement avec recalescence après la germination spontanée (c) d'une densité de grains n_1 calculée par intégration de (b) la distribution gaussienne.

La condition de germination dans l'automate cellulaire dépend de deux conditions. Si une cellule de germination v atteint une température T_v inférieure à la température de germination $T_v^{\text{ger}} = T_L - \Delta T_v^{\text{ger}}$ et que cette cellule est liquide, la germination a lieu. Par conséquent,

l'indice de la cellule I_v initialement liquide ($I_v=0$) change en une valeur entière correspondant à une orientation aléatoire parmi les classes des orientations prédéfinies. Les classes d'orientation correspondent à une sélection aléatoire d'angles d'Euler sous forme d'une distribution des directions $\langle 100 \rangle$ sur une sphère unitaire.

Dans l'automate, le grain germe au centre de la cellule C_v ($C_v \equiv G_v$) avec une orientation aléatoire θ_v ($-\pi/4 < \theta_v < \pi/4$) donnée par rapport à l'axe horizontal du repère lié à la cellule en 2D (Figure 4-4) et par trois angles d'Euler en 3D. L'enveloppe initiale du grain germé est un carré (2D) ou un cube (3D) de petite dimension.

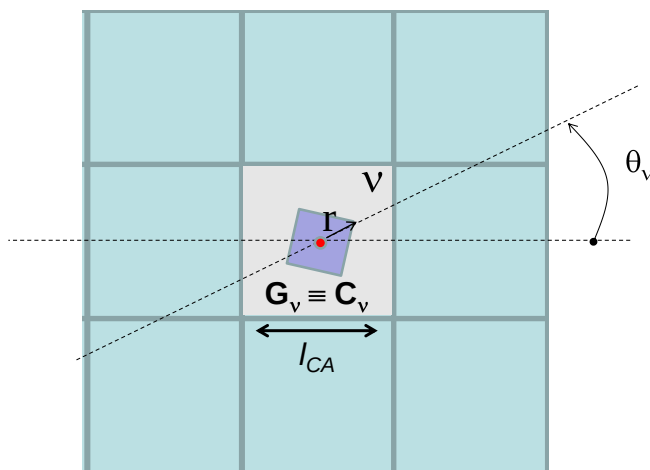


Figure 4-4 : germination d'un nouveau grain au centre de la cellule v avec une orientation aléatoire θ_v par rapport au repère lié au maillage CA (pas du maillage est l_{CA}).

4.1.3. Croissance des grains

Dans les superalliages base-nickel, la structure cristallographique cubique à face centrée produit une croissance dendritique préférentielle dans les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$. En présence d'un sélecteur de grains dans un four Bridgman, la compétition des grains depuis la sole du refroidisseur aboutit à un unique grain dont une direction $\langle 100 \rangle$ s'aligne avec la direction du gradient thermique imposé à la pièce.

A l'échelle de l'automate, lorsque la cellule de germination v a vérifié l'étape de germination, elle devient une cellule de croissance et elle hérite les propriétés du grain associé: le centre G_v , l'orientation θ_v et le rayon de croissance r . La croissance du grain dans l'automate est représentée par la capture des cellules liquides voisines (8 cellules en 2D et 26 cellules en 3D). Les enveloppes des grains, initialement carrées (2D) ou octaédriques (3D), croissent selon le champ de température imposé aux différentes directions. Les phénomènes de croissance anisotrope des grains ainsi que la compétition des grains ont fait l'objet de différents algorithmes de croissance ([Rappaz,1993 ; Gandin,1994-1996-1997]) implémentés dans l'automate cellulaire. Nous avons utilisé l'algorithme de « croissance décentrée » proposé par Gandin et Rappaz [Gandin, 1997] et validé pour les croissances en 2D et en 3D. Cette méthode est expliquée dans la suite de cette partie.

La croissance des grains est assurée par la capture des cellules liquides voisines. La capture s'effectue par les faces (11) de l'enveloppe ((111) en 3D). La Figure 4-5(a) montre l'algorithme de croissance appliqué à la cellule de germination v en 2D. La capture de la première cellule voisine μ est effectuée lorsque la face (11) atteint son centre C_μ . Par conséquent, l'indice de la cellule capturée change et prend la valeur de l'indice de la cellule de croissance v ($I_\mu = I_v$). Le centre de croissance G_v à cette étape est confondu avec le centre de la cellule de germination C_v . La croissance de l'enveloppe est décrite par l'évolution de L_v en fonction du temps. En négligeant son rayon à la germination ainsi que le temps d'incubation³, l'enveloppe à l'instant de capture t_c a une forme cubique (octaédrique en 3D) dont la taille $L_v^{t_c}$ est donnée par :

$$2D : \quad L_v^{t_c} = \frac{1}{\sqrt{2}} \int_{t_n}^{t_c} v_p[\Delta T_v(\tau)] d\tau \quad (4-3)$$

$$3D : \quad L_v^{t_c} = \frac{1}{\sqrt{3}} \int_{t_n}^{t_c} v_p[\Delta T_v(\tau)] d\tau \quad (4-4)$$

t_n est l'instant de germination. $v_p[\Delta T_v(\tau)]$ est la vitesse de croissance de la pointe de dendrite dans les directions $\langle 10 \rangle$ ($\langle 100 \rangle$ en 3D) de l'enveloppe appliquée à la surfusion de la cellule v : $\Delta T_v = T_L - T_v$. T_v est la température considérée uniforme en tout point de la cellule.

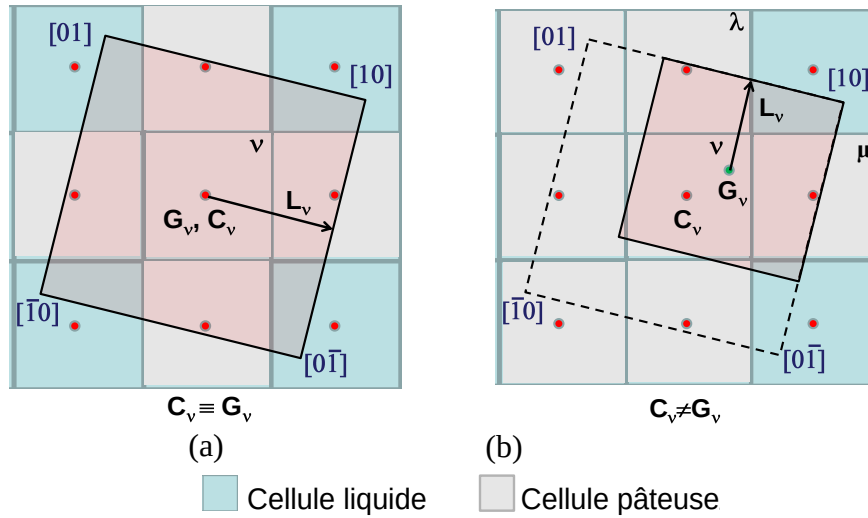


Figure 4-5 : Schéma explicatif de l'algorithme de croissance décentré en 2D appliqué à (a) la cellule de germination v et (b) à une cellule de croissance quelconque.

La cinétique de croissance utilisée est celle du modèle de cinétique de la pointe de dendritique développé dans le cadre de la thèse. Pour accélérer le calcul de l'automate, nous avons interpolé, à partir de la cinétique de pointe développée, une loi polynomiale de degrés 3 en fonction de la surfusion de la pointe :

³ Temps nécessaire aux branches dendritiques actives pour réagir à la variation solutale dans son voisinage.

$$v_p = a_2 \Delta T^2 + a_3 \Delta T^3 \quad (4-5)$$

La Figure 4-5(b) montre la géométrie de l'enveloppe à la capture d'une cellule arbitraire μ après plusieurs pas de temps. La cellule μ est capturée par l'enveloppe en croissance. Elle devient pâteuse et son indice devient égal à l'orientation du grain qui l'a capturé à l'instant t . Le nouveau rayon L_μ^t est calculé pour la cellule μ . La nouvelle enveloppe croît identiquement dans toutes les directions. Son centre de croissance est G_v . Il est calculé par une troncature des dimensions des enveloppes en une valeur maximale :

$$2D : \quad L_\mu^t = 1/2 \left(\text{Min}(L_{\mu[11]}^t, \sqrt{2} l_{CA}) + \text{Min}(L_{\mu[\bar{1}\bar{1}]}^t, \sqrt{2} l_{CA}) \right) \quad (4-6)$$

Les longueurs $L_{\mu[11]}^t$ et $L_{\mu[\bar{1}\bar{1}]}^t$ représentent respectivement les distances, à l'instant t , entre le centre C_μ de la cellule capturée μ et les faces $[11]$ et $[\bar{1}\bar{1}]$ du carré en croissance. Après l'application de la condition de troncature sur les rayons de l'enveloppe, si les distances ne sont pas tronquées alors le grain conserve son centre de croissance. En revanche, si au moins une distance est tronquée, le nouveau centre se déplace de façon à conserver le coin de l'enveloppe le plus proche de la cellule capturée. Ainsi, le nouveau centre de l'enveloppe constitue avec le sommet le plus proche de la cellule capturée un nouveau rayon L_μ^t .

Cette technique permet de simuler la croissance anisotrope des grains sous un gradient thermique non uniforme. L'extension de cette technique pour la croissance tridimensionnelle a fait l'objet des travaux de Gandin et Rappaz [Gandin, 1997] (Figure 4-6).

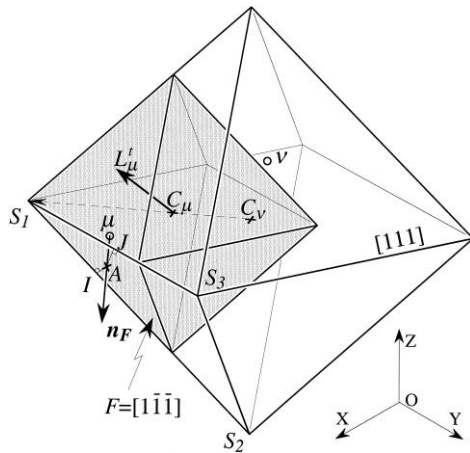


Figure 4-6 : Schéma explicatif de la croissance de l'enveloppe du grain par capture des cellules voisines en 3D. Le centre de l'enveloppe (dans la ref C_μ) n'est plus confondu avec le centre de la cellule de germination v . [Gandin, 1997]

Les étapes de capture et de croissance de l'enveloppe en 3D se résument comme suit :

- (i) On identifie la face $F <111>$ qui a capturé la cellule μ ;
- (ii) On détermine les coordonnées du point A, projection du centre de la cellule μ sur la face F ;
- (iii) On identifie le sommet de l'enveloppe S_1 le plus proche du centre de la cellule μ ;

(iv) On calcule les coordonnées des points I et J, projections du point A respectivement sur les segments S_1S_2 et S_1S_3 ;

(v) On calcule la taille initiale de l'octaèdre, L_μ^t . Pour ce faire, on tronque les distances IS_1 , IS_2 , JS_1 et JS_3 à une distance de $\sqrt{3} l_{CA}$:

$$L_{12} = 1/2 (\text{Min}(IS_1, \sqrt{3} l_{CA}) + \text{Min}(IS_2, \sqrt{3} l_{CA})) \quad (4-7)$$

$$L_{13} = 1/2 (\text{Min}(JS_1, \sqrt{3} l_{CA}) + \text{Min}(JS_3, \sqrt{3} l_{CA})) \quad (4-8)$$

(vi) On en déduit la taille du nouvel octaèdre caractérisé par :

$$L_\mu^t = \sqrt{2/3} \text{Max}(L_{12}, L_{13}) \quad (4-9)$$

(vii) On calcule la nouvelle position du centre de croissance du grain situé à une distance de $\sqrt{3} L_\mu^t$ du sommet S_1 dans la direction de la droite (S_1C_μ) .

4.1.4. Gestion du pas de temps dans l'automate

L'enveloppe du grain croît par capture progressive des cellules liquides voisines en commençant par les cellules les plus proches en allant jusqu'aux cellules voisines les plus éloignées. Suivre cet avancement progressif de l'enveloppe nécessite de maîtriser les variations du rayon de l'enveloppe. En effet, à une surfusion importante, l'intégration de la cinétique de croissance dans un intervalle de temps Δt risque de donner une variation du rayon qui dépasse la taille de la cellule l_{CA} . En conséquence, l'enveloppe risque de dépasser des cellules liquides sans pouvoir les capturer. Pour contourner ce problème, le pas de temps macroscopique Δt est divisé en plusieurs intervalles de temps microscopiques avec un pas δt choisi selon le critère suivant :

$$\delta t \leq \text{Min} \left(\delta t_{\max} = \frac{l_{CA}}{v_{p \max}} ; \Delta t \right) \quad (4-10)$$

$v_{p \max}$ est la vitesse maximale de croissance de l'enveloppe correspondant à la surfusion maximale des cellules de croissance. Pour affiner ce contrôle, un paramètre est introduit, $\alpha \in]0 \ 1]$:

$$\delta t = \alpha \delta t_{\max} \quad (4-11)$$

Le paramètre α est un coefficient de sécurité qui sert à imposer un micro-pas de temps suffisamment faible pour ne pas avoir une croissance de l'enveloppe qui dépasse la cellule sans pouvoir la capter.

4.2. Couplage Automates Cellulaires – Éléments Finis

4.2.1. Equations macroscopiques

La prédiction du modèle de l'automate cellulaire dépend du champ de température à l'échelle de la cellule. Gandin et Rappaz [Gandin, 1994] ont proposé une méthode qui couple l'automate cellulaire à la résolution du problème thermique par la méthode des éléments finis. A l'échelle du maillage élément fini, un schéma implicite de linéarisation de l'équation de l'énergie est proposé :

$$[[M] + [K] \{^{(k)}dT/dH\}] \{d\langle H \rangle\} = -[M] \{^{(k)}\langle H \rangle - \langle H \rangle^t\} - [K] \{^{(k)}T\} + \{F\} \quad (4-12)$$

$[M]$ et $[K]$ sont respectivement les matrices de masse et de conductivité. $\{F\}$ est le vecteur de conditions aux limites. L'enthalpie du système à l'instant $t+\Delta t$, $\langle H \rangle^{t+\Delta t}$, est déduite de l'enthalpie à l'instant t , $\langle H \rangle^t$, à partir d'une formulation faible. La variation de l'enthalpie à l'itération $(k+1)$, $d\langle H \rangle = {}^{(k+1)}\langle H \rangle - {}^{(k)}\langle H \rangle$, est calculée à partir des valeurs de l'enthalpie, ${}^{(k)}\langle H \rangle$, la température, ${}^{(k)}T$ et la dérivée, ${}^{(k)}dT/dH$, calculées à l'itération précédente (k) . La résolution du système permet d'obtenir les variations de l'enthalpie $d\langle H \rangle$ durant l'intervalle de temps Δt à chaque nœud du maillage EF. La variation de l'enthalpie est ensuite interpolée à l'échelle des cellules de l'automate pour le calcul de la fraction solide à chaque cellule (Figure 4-7).

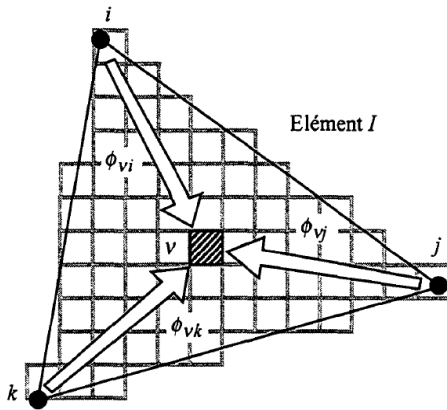


Figure 4-7 : Coefficients d'interpolation ϕ_{vi} , ϕ_{vj} et ϕ_{vk} déduites pour la cellule v à partir des nœuds respectifs i , j et k de l'élément E_I contenant la cellule.

Les grandeurs macroscopiques nécessaires pour la germination et le calcul de la fraction solide sont respectivement la température et l'enthalpie. L'interpolation de ces grandeurs à l'échelle de la cellule v appartenant à un élément fini E_I obéît à la règle suivante :

$$T_v = \sum_{n \in E_I} \phi_{vn} T_n \quad (4-13)$$

$$d\langle H \rangle_v = \sum_{n \in E_I} \phi_{vn} d\langle H \rangle_n \quad (4-14)$$

Les coefficients d'interpolation ϕ_{vn} ($n \in E_l$) sont des fonctions de forme appliquées sur les coordonnées de la cellule C_v pour une forme tétraédrique (3D) ou triangulaire (2D) de l'élément fini. La condition de germination dans la cellule liquide v est :

$$T_v \leq T_L - \Delta T_a \quad (4-15)$$

T_L et ΔT_a sont respectivement la température du liquidus et la surfusion critique de germination.

4.2.2. Calcul de la fraction de la zone pâteuse

La connaissance de la fraction de la zone pâteuse est une information nécessaire pour différencier les différentes phases du domaine en solidification : le liquide extradendritique $l^{(0)}$, le liquide interdendritique $l^{(1)}$ et le solide $s^{(1)}$. On distingue trois situations de cellules selon leur fraction de la zone pâteuse $g^{(1)}$:

- $g^{(1)} = 0$: la cellule n'est pas encore capturée par l'enveloppe ;
- $0 < g^{(1)} < 1$: la cellule est partiellement pâteuse ;
- $g^{(1)} = 1$: la cellule est complètement pâteuse ;

Il a été montré que la fraction de la zone pâteuse, attribuée à la cellule, permet un meilleur calcul de la fraction solide [Guillemot, 2004; Carozzani, 2011]. Le calcul de la fraction solide correspondant à une cellule v se réfère à deux valeurs caractéristiques de la taille du grain : le volume (surface en 2D) de capture $V_{v \text{ capt}}^{(j)}$ ($A_{v \text{ capt}}^{(j)}$ en 2D) et le volume maximal $V_{v \text{ max}}^{(j)}$ ($A_{v \text{ max}}^{(j)}$ en 2D) (Figure 4-8).

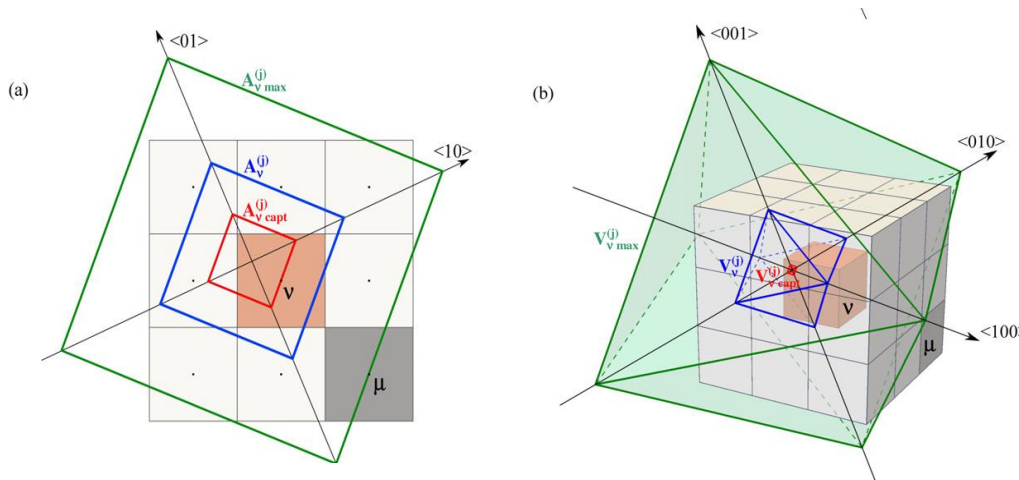


Figure 4-8 : Schéma explicatif de la méthode de calcul de la fraction la zone pâteuse (j) en (a) 2D et (b) 3D développée à partir de la cellule v . Des surfaces carrées (2D) d'aire $A_v^{(j)}$ ou octaédriques (3D) de volume $V_v^{(j)}$ sont associées à la cellule v . L'aire de capture $A_{v \text{ capt}}^{(j)}$ (2D) ou le volume de capture $V_{v \text{ capt}}^{(j)}$ (3D) correspond à la taille de l'enveloppe à l'instant de capture de la cellule v . L'aire maximale $A_{v \text{ max}}^{(j)}$ (2D) ou le volume maximal $V_{v \text{ max}}^{(j)}$ correspond à la taille de l'enveloppe à l'instant de capture de la cellule voisine μ la plus distante [Carozzani, 2012].

Le volume de capture correspond à la taille de l'enveloppe à la capture du centre de la cellule v par la surface de l'enveloppe. A la germination, le volume de capture est nul. Le volume maximal caractérise l'enveloppe, de centre C_v , à l'instant de capture de la cellule voisine la plus distante (cellule μ dans la Figure 4-8). Ces deux grandeurs restent constantes tout au long du calcul de l'automate. La fraction de la zone pâteuse, de volume $V_v^{(j)}$ ($A_v^{(j)}$ en 2D), est donnée par :

$$g_v^{(j)} = \text{Min} \left(\frac{V_{v \text{ capt}}^{(j)} - V_v^{(j)}}{V_{v \text{ capt}}^{(j)} - V_{v \text{ max}}^{(j)}} ; 1 \right) \quad (4-16)$$

La fraction de la zone pâteuse est nécessaire pour la conversion enthalpie-température, effectuée au nœud du maillage EF. Une rétrocession au nœud est appliquée pour retrouver la fraction du grain à partir des valeurs mesurées aux cellules qui l'entourent :

$$g_n^{(j)} = \frac{\sum_v \phi_{vn} g_v^{(j)}}{\sum_v \phi_{vn}} \quad (4-17)$$

4.2.3. Conversion Enthalpie – Température

Dans un couplage fort, la conversion enthalpie-température permet de tenir compte de l'effet de la chaleur libérée par le solide au cours de sa solidification sur le bilan thermique global du système. La conversion s'effectue au niveau du nœud du maillage EF. Les données nécessaires pour la conversion sont les tabulations des enthalpies moyennes des phases en fonction de la température ainsi que les chemins de solidification de l'alliage. A partir de ces tabulations, le système de conversion est constitué par les relations suivantes :

$$\text{Enthalpies :} \quad \langle H \rangle = g^s \langle H^s \rangle^s(T) + g^l \langle H^l \rangle^l(T) \quad (4-18)$$

$$\text{Masse :} \quad g^s + g^l = 1 \quad (4-19)$$

$$\text{Chemin de solidification :} \quad g^s = g^{s^{(1)}}(T) g^{(1)} \quad (4-20)$$

$\langle H^s \rangle^s$ et $\langle H^l \rangle^l$ sont respectivement les fractions moyennes du solide et du liquide tabulées en fonction de la température. $g^{s^{(1)}}$ est la fraction interne du solide donnée par le chemin de solidification tabulé.

Le système constitue un problème non linéaire dont les inconnues sont la nouvelle fraction solide g^s et la nouvelle température T au nœud de l'élément fini à l'instant t_m ($t < t_m < t + \Delta t$). En utilisant les tabulations des chemins de solidification, le problème de la conversion

enthalpie – température est réduit à un problème monodimensionnel non linéaire dont la principale inconnue est la température :

$$d\langle H \rangle = g^{s(1)} t_m(T) g^{(1) t_m} (\langle H^s \rangle^{s t_m(T)} - \langle H^l \rangle^{l t_m(T)}) + \langle H^l \rangle^{l t_m(T)} - \langle H \rangle^t \quad (4-21)$$

Cette équation est résolue en utilisant la méthode de Brent [NR, 2007]. Cette nouvelle formulation de la conversion constitue une amélioration par rapport aux travaux présentés par Guillemot et al [Guillemot, 2004]. En effet, la conversion de l'enthalpie dans les travaux de Guillemot et al était au niveau de la cellule de l'automate, nécessitant une mémoire de calcul et des opérations plus importantes. Ramener la conversion au niveau des nœuds a permis de réduire le temps de calcul.

Nous avons implémenté cette méthode dans le module CAFE du logiciel Procast®. Aussi, nous avons proposé une amélioration du modèle pour tenir compte de la variation du chemin de solidification en fonction du taux de refroidissement imposé. En effet, lors du refroidissement de la pièce, le taux de refroidissement $|\dot{T}|$ diminue. La figure 2-9 nous montre que le chemin de solidification $g^s(T)$ évolue avec $|\dot{T}|$. Pour résoudre ce problème, nous avons proposé plusieurs tabulations de chemins de solidification $g^{s(1)}(T, |\dot{T}|)$ qui balaient tout le domaine limité par le modèle de Gulliver-Scheil $g^{s(1)}(T, |\dot{T}| \rightarrow \infty)$ et le modèle des Leviers $g^{s(1)}(T, |\dot{T}| \rightarrow 0)$.

Pour simplifier le couplage, nous avons supposé que le chemin de solidification, une fois calculé à un taux de refroidissement donné, reste le même pour chaque nœud. Lorsque le nœud « liquide » atteint la température du liquidus, nous calculons le taux de refroidissement à cette température et nous procédons par interpolation du chemin de solidification entre deux autres chemins tabulés qui l'encadrent.

4.2.4. Algorithmes de couplage

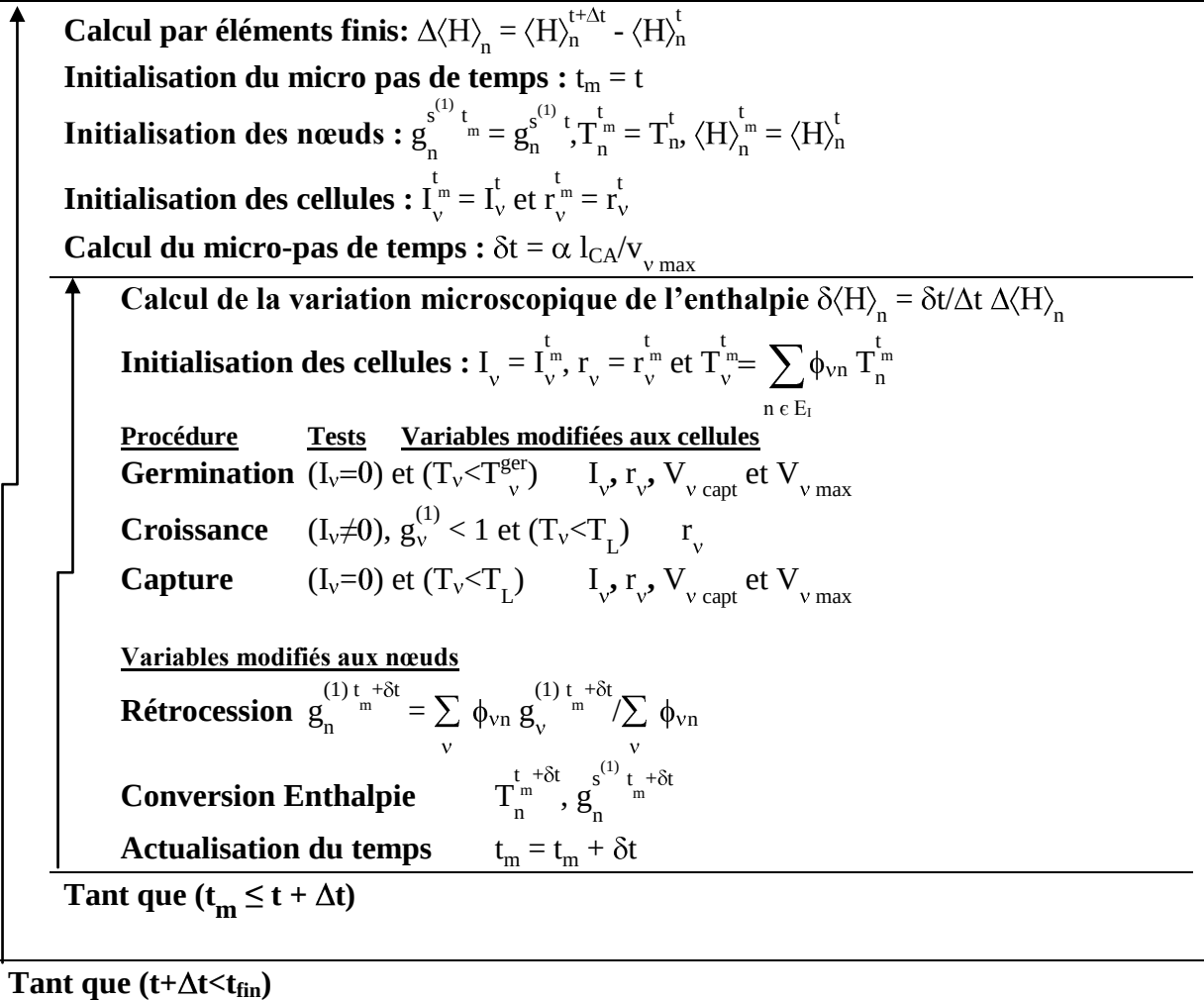
L'algorithme général inclut toutes les étapes de couplage présentées ci-dessus. Il est constitué de deux boucles principales. Une première boucle macroscopique de temps qui enregistre à chaque instant t l'état du calcul et ce jusqu'à atteindre un critère de fin de calcul (nombre de pas de temps, temps final,...). A chaque pas de temps Δt , les variables correspondants aux nœuds et aux cellules sont initialisés pour être utilisés dans le calcul microscopique. La deuxième boucle temporelle correspond au calcul microscopique effectué pour tenir compte de l'interaction nœud (EF) – cellules voisines au nœud (CA). Pour chaque micro-pas de temps δt , on part de la variation de l'enthalpie du système entre les instants t et t_m ($t < t_m < t + \Delta t$). Le calcul microscopique fait appel à différentes étapes selon l'état des cellules et leurs températures. Selon les tests imposés, on distingue trois opérations possibles

sur les cellules : la germination, la croissance et la capture. Après chaque opération, des mises à jour de l'état de cellule ou de son rayon de croissance sont effectuées. Aussi la fraction de la zone pâteuse est calculée à chaque cellule et retournée par rétrocession aux nœuds voisins. Au niveau de chaque nœud, on effectue la conversion enthalpie-température pour obtenir la fraction solide et la température au nœud à l'instant t_m .

Initialisation du macro-pas de temps : $t, \Delta t$

Initialisation des nœuds : $g_n^{s(1)t}, T_n^t$ et $\langle H \rangle_n^t$

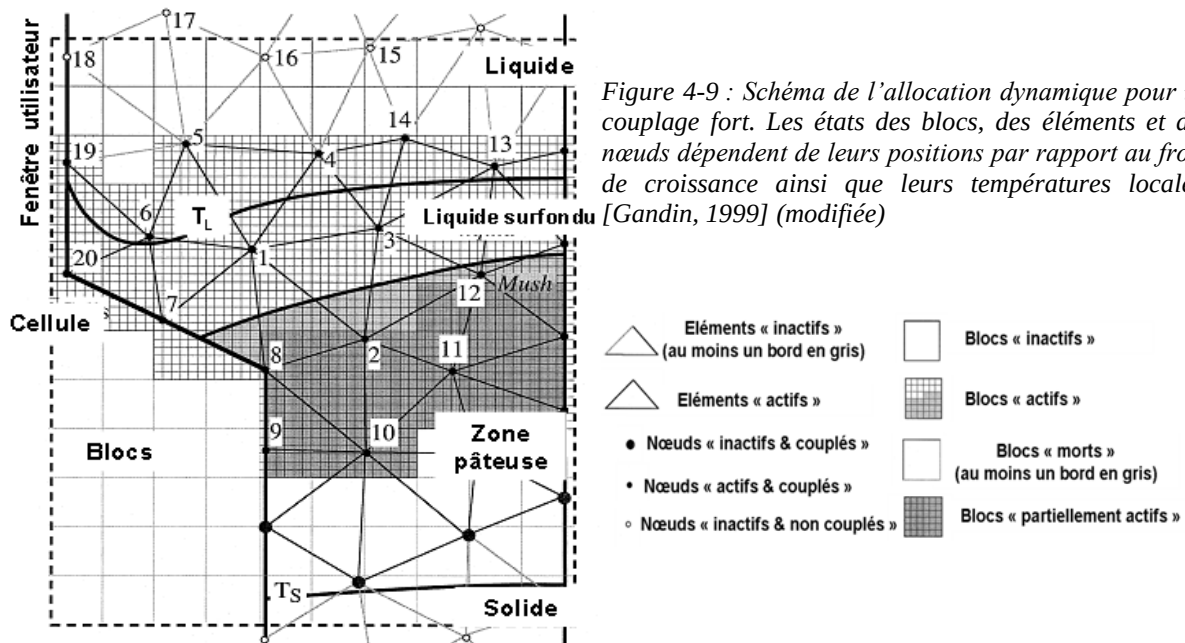
Initialisation des cellules : I_v^t et r_v^t



4.3. Allocation dynamique

Dans le calcul CAFE en 3D, pour pouvoir simuler le développement des structures de grains et leur compétition, il est nécessaire de choisir une taille de cellules suffisamment faible. Cependant, diminuer la taille des cellules nécessite une mémoire de calcul importante. Pour contourner ce problème, Gandin et al [Gandin, 1999] ont proposé une méthode d'allocation dynamique des différents blocs de cellules et de nœuds permettant de simuler la croissance des grains à des échelles macroscopiques ($\sim \text{cm}$). La Figure 4-2 résume l'approche d'allocation et d'activation des fenêtres et blocs de la grille de cellules dans le cas d'un

couplage faible. Dans le cas d'un couplage fort, l'activation et la désactivation des blocs dépendent de l'état de l'élément fini correspondant et réciproquement. La Figure 4-9 résume les différents états des cellules est des nœuds au cours d'un calcul en couplage fort. Le schéma correspondant à un couplage faible a été présenté dans la Figure 4-2.



4.3.1. Connectivité éléments finis – blocs de l'automate cellulaire

Les éléments et les blocs sont activés puis désactivés au cours de la solidification. Leur activation permet de suivre le mouvement de la zone pâteuse au cours du calcul CAFE. Un bloc appartient à un élément fini lorsque au moins une de ses cellules est contenue dans cet élément (géométriquement lorsque le centre de la cellule appartient à l'élément). Ainsi, on définit une liste de blocs appartenant à chaque élément et une liste de tous les éléments partageant le même bloc. Ces deux listes, sauvegardées séparément sous forme de deux tableaux, constituent les **tableaux de connectivité élément-bloc**.

Un bloc est dit « mort » lorsqu'il n'appartient à aucun élément du maillage affecté au volume à solidifier. En revanche, le bloc est dit « vivant » s'il appartient au maillage. Dans ce cas, il peut être soit « actif » soit « inactif » selon sa contribution dans le calcul CAFE.

4.3.2. Activation et désactivation des blocs, éléments et nœuds

La gestion de la mémoire allouée au calcul CAFE est basée sur la procédure d'activation et de désactivation des blocs, éléments et nœuds. Cette procédure dépend du mode de couplage choisi par l'utilisateur.

En couplage faible (Figure 4-2), un élément est actif si la température de l'un de ses nœuds est inférieure à la température du liquidus. Vu que la température des nœuds du maillage EF n'est pas modifiée dans le couplage faible, la solution macroscopique de température, $T_n^{t+\Delta t}$, est utilisée une seule fois pour chaque pas de temps Δt pour l'activation des éléments et des blocs. Ainsi, tous les blocs appartenant à un élément actif sont considérés actifs. Dans ce cas, on affecte à chaque cellule v appartenant à un bloc actif l'indice de l'élément auquel elle appartient, E_v . Une valeur négative de l'indice E_v est choisie lorsque la cellule n'appartient à aucun élément sans que son bloc soit mort. C'est le cas d'une cellule qui appartient au moule. D'une manière similaire, un indice de référence I_{ref} est attribué à la cellule dont les nœuds voisins les plus proches n'appartiennent pas tous au domaine de calcul, c'est-à-dire qu'il existe au moins un élément d'indice E_v négatif. La valeur de l'indice I_{ref} est choisie selon les conditions aux limites imposées à l'élément fini ou une face de la fenêtre de la grille de cellules.

Le bloc est désactivé lorsque toutes ses n_b cellules ont fini la phase de croissance. Comme la croissance d'une cellule prend fin lorsque toutes les 26 cellules voisines (3-D) sont capturées, la désactivation du bloc s'effectue lorsque non seulement toutes ses cellules sont capturées mais aussi une couche de cellules connectée dans les 26 blocs adjacents. Ainsi, la mémoire allouée au block est libérée et le bloc devient mort (Figure 4-2). Par suite, un élément actif est désactivé lorsque tous les blocs contenus sont désactivés.

En couplage fort, l'activation et la désactivation des éléments et blocs est la même qu'en couplage faible. Cependant, vu que la température à la fin du macro-pas de temps Δt n'est pas connue, l'activation et la désactivation des blocs, nœuds et éléments sont effectuées à chaque micro-pas de temps δt selon la température $T_n^{t_m}$. Pour les nœuds EF situés hors de la fenêtre de l'automate cellulaire, les températures et les fractions solides sont calculées à partir de la variation de l'enthalpie selon une loi unique $T(\langle H \rangle)$ appliquée à l'échelle macroscopique du maillage EF.

Pour les nœuds EF appartenant au domaine des cellules de l'automate CA, trois états différents sont définis selon l'état des nœuds voisins. Dans la Figure 4-9, on définit le nœud 1 comme nœuds de référence. On désigne par PNV (Premiers Nœuds Voisins) les premiers nœuds voisins les plus proches du nœuds 1 (les nœuds 2→8) et par SNV (Seconds Nœuds Voisins) les seconds nœuds voisins les plus proches du nœud 1 (les nœuds 9→20). Les trois états possibles des nœuds sont (Figure 4-9):

- Etat 1 : Nœuds inactifs et non couplés : les nœuds dont les PNV ont des températures soit au dessus de la température de liquidus (ex : nœud 5), soit au dessous de la température de l'eutectique T_E .
- Etat 2 : Nœuds actifs et couplés : tous les nœuds d'un élément dont au moins une cellule liquide de l'environnement des PNV ou SNV est en surfusion.

- Etat 3 : Nœuds inactifs et couplés : les nœuds qui ne vérifient pas les deux premiers états.

Les différents états des nœuds présentés ci-dessus ont servi dans la référence (Gandin, 1999) pour l'utilisation de plusieurs méthodes de calcul des températures des nœuds et des incréments des fractions solides aux nœuds. Cependant, dans le présent travail, ces différents états sont utilisés pour la procédure de rétrocession des fractions de la zone pâteuse aux nœuds.

Le tableau résume les différents états possibles des nœuds, éléments et blocs définis dans la procédure de l'allocation dynamique au cours du couplage CAFE.

Etat	Nœud (n)	Bloc (b)	Élément (e)
Vivant	$(n \in \mathcal{D})$	$(\exists c \in b / c \in e)$	$(\exists n \in e / n \text{ vivant})$
Mort	$(n \notin \mathcal{D})$	$(b \text{ inactif}) \text{ ou } (\forall e, b \notin e)$	$(\forall n \in e / e \text{ mort})$
Actif	$(n \text{ vivant}) \text{ et } (T_n \leq T_L)$	$(e \text{ actif})$	$(T_n < T_L)$
Inactif	$(e \text{ inactif})$	$(\forall c \in b, c \text{ pâteuse}) \text{ et } (\forall c \in \mathcal{D}_c(b), c \text{ pâteuse})$	$(\forall b \in e, b \text{ inactif})$
Couplé	$(n \text{ vivant}) \text{ et } (T_n \leq T_L)$	$(\forall b \in \mathcal{D}(b), b \text{ pâteux}) \text{ et } (\forall c \in b, c \text{ pâteuse})$	-
Non couplé	$(T_n > T_L) \text{ ou } (T_n < T_E)$	$(\exists b \in \mathcal{D}(b) / \exists c \in b, c \text{ liquide}) \text{ ou } (\exists c \in b, c \text{ liquide})$	-

Tableau 4-1: présentation des différents états possibles des nœuds (n), des blocs(b) et des éléments (e) dans le cas d'un couplage fort implémenté dans le module CAFE-Procast. Les cellules sont représentées par le symbole 'c'. $\mathcal{D}$ désigne le domaine de calcul EF affecté au volume de solidification. $\mathcal{D}_c(b)$ désigne les premières couches de cellules les plus proches du bloc b appartenant aux 26 blocs voisins. $\mathcal{D}(b)$ constitue l'ensemble des 26 blocs voisins du bloc b.

4.3.3. Calcul de la fraction de la zone pâteuse

Les fractions de la zone pâteuse sont normalement calculées par rétrocession des fractions de la zone pâteuse aux cellules de l'automate (équation 4-17). Cependant, en utilisant la procédure d'activation et désactivation des éléments et des blocs, la connexion nœuds – cellule n'est plus toujours vérifiée et on risque d'avoir de fausses valeurs de fractions de zone pâteuse dans différents endroits du domaine. Tel est le cas des nœuds inactifs et non couplés ayant des températures inférieures à la température T_E . Afin de contourner le problème de perte de l'information sur les cellules causé par la procédure de l'allocation dynamique, nous avons procédé au calcul des fractions de la zone pâteuse sur trois étapes :

Etape 1 : initialisation

Les vecteurs fractions de zone pâteuse aux cellules et aux nœuds sont initialisés à des vecteurs nuls au début de chaque micro-pas de temps.

Etape 2 : boucle sur les blocs actifs

Pour chaque bloc actif, les fractions de zone pâteuse sont calculées pour chaque cellule appartenant à la liste des cellules de croissance en utilisant l'équation 4-17. Ensuite, la procédure de rétrocession est appliquée sur toutes les cellules du bloc. Remarquons ainsi que toute cellule du bloc n'appartenant pas à la liste des cellules de croissance a une fraction de la zone pâteuse nulle (exemple : cellule liquide ou complètement pâteuse). Cette première étape permet de calculer correctement les fractions de la zone pâteuse au niveau des nœuds dans le domaine pâteux en mouvement ($0 \leq g^{(1)} < 1$). Cependant, cette étape nécessite une troisième étape complémentaire qui s'intéresse aux autres nœuds du domaine EF.

Etape 3 : boucle sur tous les éléments

Pour chaque élément, on parcourt tous les nœuds et, selon sa température, on calcule sa fraction de zone pâteuse. On distingue ainsi deux cas :

Cas 1 : (Nœuds inactifs et non couplés)

Si ($T_n > T_L$) alors ($g_n^{(1)} = 0$) (nœud liquide)

Sinon ($g_n^{(1)} = 1$) (nœud solide)

Cas 2 : (Nœuds inactifs et couplés)

Si ($T_E \leq T_n < T_L$) alors ($g_n^{(1)} = 1$)

Ces trois étapes ont permis la conversion enthalpie-température au niveau chaque nœud du maillage EF en tenant compte de la fraction de la zone pâteuse dans les cellules appartenant à son voisinage. Par suite, le calcul de la fraction solide au nœud est plus précis comparé à la méthode de couplage présentée dans la référence (Gandin, 1999). Par ailleurs, en gardant la procédure de l'allocation dynamique et en ramenant le problème de conversion enthalpie-température aux nœuds au lieu des cellules, cette nouvelle méthode de couplage permet de gagner énormément en temps de calcul.

4.4. Résultats et discussion

4.4.1. Cas test 1 : barre unidimensionnelle

4.4.1.1 Cas Al-7%pdsSi

La première application de la nouvelle méthode de couplage CAFE est réalisée sur un alliage Al-7%pdsSi utilisé dans les références [Guillemot, 2004] et [Carozzani, 2012]. L'objectif de cette application est de valider la nouvelle méthode de résolution intégrée dans Procast avec les résultats donnés dans les références. Ce premier cas de calcul est constitué d'une barre monocristalline de dimensions $1 \times 1 \times 100 \text{ mm}^3$ élaborée par solidification dirigée suivant la direction de plus grande dimension. Le refroidissement directionnel de la barre est assuré en imposant un contact métal-refroidisseur à une paroi transversale de la barre à une température plus basse. La deuxième paroi transversale ainsi que les quatre parois latérales de la barre sont soumises à une condition adiabatique. Les propriétés physiques de l'alliage sont résumées dans le Tableau 4-2. La méthode utilisée pour la résolution exacte de ce problème est la méthode de suivi de front proposée pour ce cas de calcul par Gandin [Gandin, 2000].

Propriété	Symbole		Unité
Conductivité thermique	κ	70	$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Densité	ρ	2670	Kg.m^{-3}
Chaleur latente de fusion	ΔH_f	$9.5 \cdot 10^8$	J.m^{-3}
Capacité calorifique	C_p	$2.6 \cdot 10^6$	$\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$
Température de fusion du corps pur	T_m	663.5	$^{\circ}\text{C}$
Température de liquidus	T_L	618.0	$^{\circ}\text{C}$
Température de l'eutectique	T_E	577.0	$^{\circ}\text{C}$
Composition nominale	w_0	7	%pds
Coefficient de partage	k	0.13	-
Pente de liquidus	m_L	-6.5	$\text{K}\% \text{pds}^{-1}$
Cinétique de croissance	a_2	$2.681 \cdot 10^{-6}$	$\text{m.s}^{-1}.\text{K}^{-2}$
$v_p = a_2 \Delta T^2 + a_3 \Delta T^3$	a_3	$1.243 \cdot 10^{-6}$	$\text{m.s}^{-1}.\text{K}^{-3}$

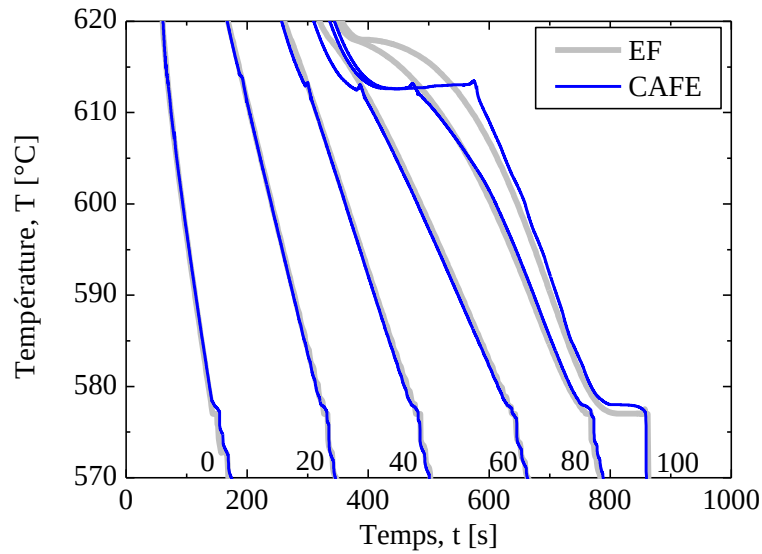
Tableau 4-2: Propriétés physiques de l'alliage Al-7%pdsSi

Le gradient thermique unidirectionnel est imposé en utilisant une condition d'extraction de la chaleur sur la paroi à $z = 0 \text{ m}$ à un coefficient de transfert h et une température extérieure T_{ext} . Le tableau Tableau 4-3 résume l'ensemble des conditions aux limites ainsi que les paramètres de calcul utilisés.

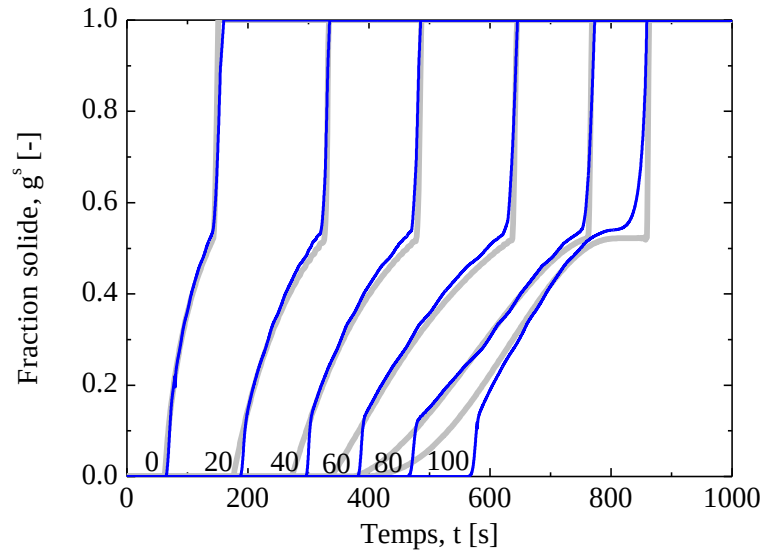
Conditions aux limites	Symbole		Unité
Métal-Refroidisseur	h_c	500.0	$W.m^{-2}.K^{-1}$
Température du refroidisseur	T_c	100.0	°C
Flux de chaleur Métal-Air	$\dot{Q}_a$	0	$W.m^{-2}$
Température initiale du métal	T_0	800.0	°C
Longueur du lingot	L	0.1	m
Paramètres de calcul			
Taille de la cellule	l_{CA}	$50 \cdot 10^{-6}$	m
Pas de temps	Δt	10^{-3}	s
Nombre d'éléments finis	N_E	792	-

Tableau 4-3: Conditions aux limites et paramètres de calculs utilisés pour le calcul CAFE appliqués sur la barre monodimensionnelle en alliage Al-7%pdsSi

Les premières comparaisons sont effectuées entre le calcul par éléments finis et la solution exacte du problème thermique donnée par la solution de suivi de front [Gandin, 2000]. Les résultats de ces deux simulations sont présentés dans la Figure 4-10 sous forme de deux variations de la température et de la fraction solide en fonction du temps. On trace le profil de température et de la fraction solide à des positions différentes de la barre distantes de 20 mm à partir de la paroi du refroidisseur ($z = 0$) et ce jusqu'à la paroi transversale opposée ($z = 100$ mm). Les Figure 4-10(a)-(b) représentent respectivement les évolutions des températures et des fractions solides calculées par éléments finis (EF) et par le nouveau couplage CAFE. Nous remarquons que la différence entre les courbes de refroidissement prédites par EF et la solution CAFE est principalement caractérisée par la présence d'une surfusion de l'ordre de 5°C observée dans les positions 60, 80 et 100 mm. La surfusion est due à la croissance de la zone pâteuse. Elle est aussi observée sur la courbe de la fraction solide dans la Figure 4-10(b) par un retard de la croissance du solide par rapport au calcul EF. Les surfusions de croissance sont maintenues pour des durées qui augmentent à la diminution du gradient de température. La diminution du gradient de température dans le liquide est due à l'extraction de la surchauffe et au maintien d'une surfusion de croissance autour de 5°C.



(a)



(b)

Figure 4-10 : Variation de la température et de la fraction solide à différentes positions de la barre unidimensionnelle en solidification. Six variations sont tracées dont les positions varient de 0 mm (refroidisseur) à 100 mm avec un pas de 20 mm. Les résultats sont obtenus par éléments finis (courbes grises) et par couplage CAFE (courbes bleues).

La Figure 4-11 montre la comparaison entre le calcul du nouveau modèle de couplage CAFE avec la solution de suivi de front. Les résultats des deux calculs sont semblables. Le couplage CAFE a permis de prédire des plateaux de température au voisinage de la température ($T_L - 5^\circ\text{C}$). Nous remarquons qu'à la fin de chaque plateau, un petit pic de température est observé dans le résultat calculé par le modèle CAFE. Ces pics correspondent à des faibles recalescences dues au changement de la pente $d\langle H \rangle/dT$ au niveau de la conversion enthalpie-température. Réduire ces oscillations revient à diminuer le pas de temps macroscopique Δt ou la taille des éléments du maillage EF.

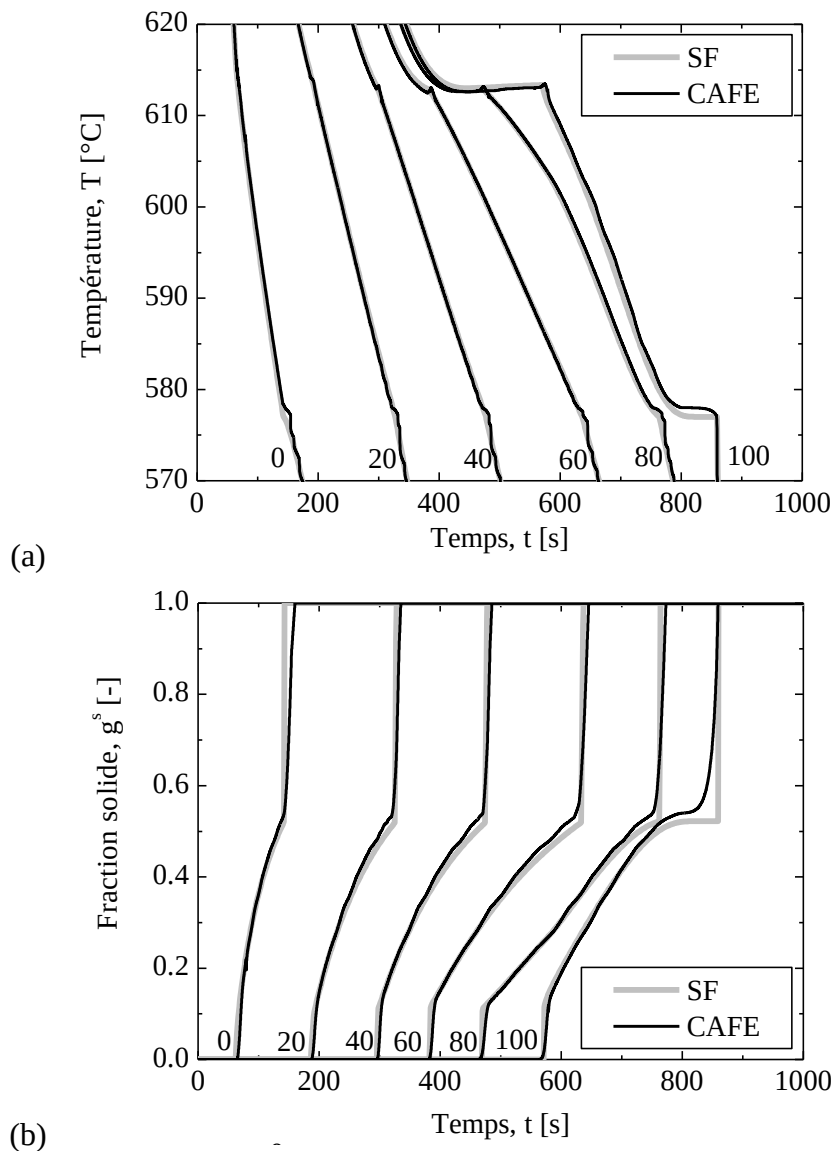


Figure 4-11 : Variation de la température et de la fraction solide à différentes positions de la barre unidimensionnelle en solidification. Six variations sont tracées dont les positions varient de 0 mm (refroidisseur) à 100 mm avec un pas de 20 mm. Les résultats sont obtenus par la méthode de suivi de front (courbes grises) et par couplage CAFE (courbes noires).

Une autre procédure permettant de réduire les oscillations dans les prédictions du modèle CAFE consiste à mener des itérations entre les solveurs CA et EF comme indiqué à la référence [Carrozani, 2012]. Ces itérations permettent d'actualiser, dans un même pas de temps macroscopique, la valeur de la variable $dT/d\langle H \rangle$ en plus de la température T . La Figure 4-12 représente l'effet de l'introduction des itérations par appels au solveur EF. Les oscillations sont significativement réduites et nous n'observons plus les faibles recalescences au niveau de la surfusion de croissance. Ce calcul avec itération provient de la référence [Carrozani, 2012] et il a été appliqué sur le même alliage en tenant compte d'une surfusion eutectique de 3 °C.

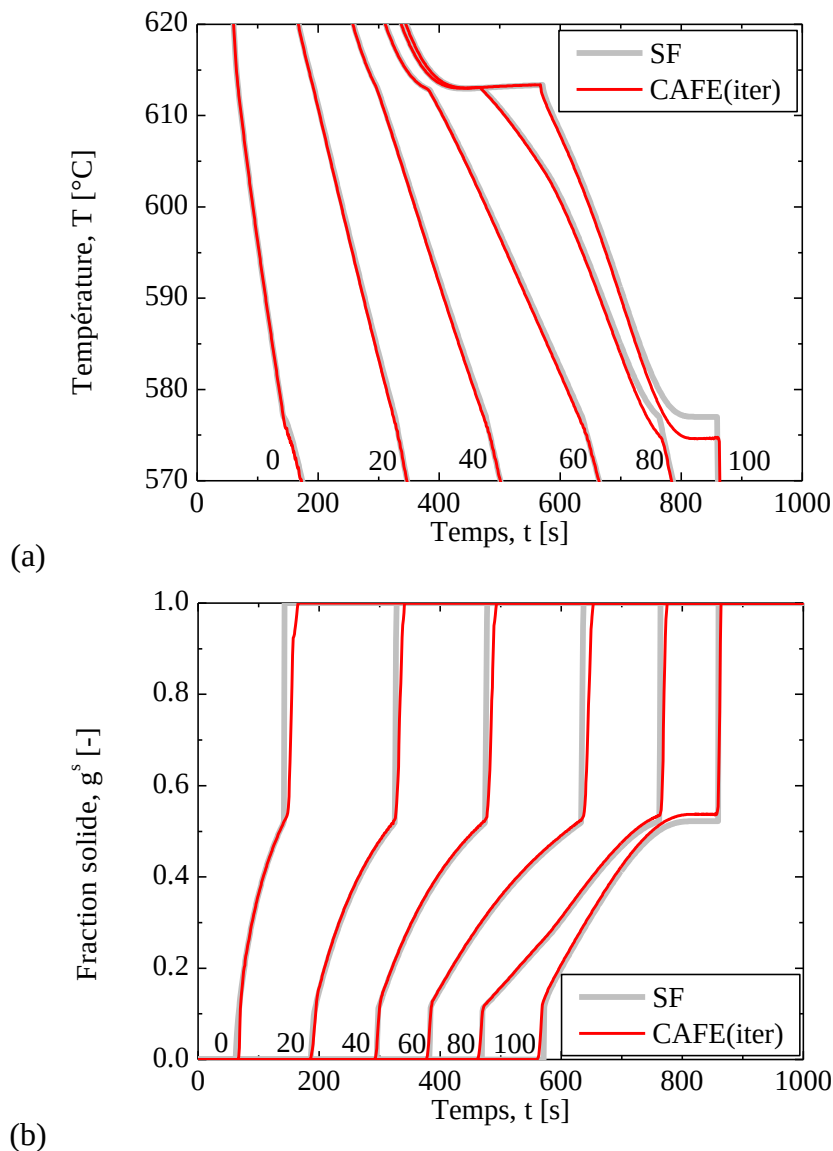


Figure 4-12 : Comparaison entre les résultats de simulations éléments finis (EF) et la solution exacte de suivi de front (SF) [Carrozani, 2012]

Les résultats présentés ci-dessus ont permis de valider le nouveau couplage CAFE à partir d'une application sur un cas de référence. La deuxième étape était d'utiliser plusieurs chemins de solidification correspondant chacun à un taux de refroidissement connu. Pour ce faire, nous avons utilisé sur le même cas monodimensionnel les données correspondantes à l'alliage AM1 caractérisé par un écart important entre les lois limites de Gulliver-Scheil et celui des leviers. L'étude de l'effet de changement de chemin de solidification en fonction du taux de refroidissement est effectuée dans la section suivante.

4.4.1.2 Cas AM1

Nous avons appliqué le nouveau couplage CAFE sur le cas de la barre 1D en utilisant l'alliage AM1. L'objectif de ce calcul est de vérifier sur un cas simple l'effet de la variation du chemin de solidification sur les prédictions CAFE. Pour ce faire, nous avons utilisé deux

tabulations de chemins de solidification correspondant à deux cas limites de diffusion : la loi des leviers et la loi de Gulliver-Scheil. Les conditions de la simulation sont présentées par le Tableau 4-4.

Propriétés	Symbole		Unité
Conductivité thermique	κ	27	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
Masse volumique	ρ	8590	Kg m^{-3}
Température de liquidus	T_L	1364	$^{\circ}\text{C}$
Température de solidus (GS)	T_s	1150	$^{\circ}\text{C}$
Surfusion de germination	ΔT_n	0	$^{\circ}\text{C}$
Conditions aux limites			
Température initiale du métal	T_0	1400	$^{\circ}\text{C}$
Température extérieure	T_{ext}	1000	$^{\circ}\text{C}$
Coefficient de transfert	h	100	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
Germination en surface	monograin		
Surfusion de germination (SX)	ΔT_{SX}	0	$^{\circ}\text{C}$
Cinétique de croissance	a_2	$3.05 \cdot 10^{-8}$	$\text{m.s}^{-1}.\text{K}^{-2}$
$v_p = a_2 \Delta T^2 + a_3 \Delta T^3$	a_3	$2.65 \cdot 10^{-8}$	$\text{m.s}^{-1}.\text{K}^{-3}$

Tableau 4-4: Paramètres de la simulation de la croissance d'un monocristal en AM1 dans une barre monodimensionnelle

Les paramètres utilisés pour les simulations CAFE sur le cas AM1 sont donnés par le Tableau 4-5.

Paramètres de calcul	Symbole		Unité
Pas de temps	Δt	10^{-3}	s
Taille de la cellule	l_{CA}	50	μm
Nombre de cellules	N_{CA}	$4 \cdot 10^7$	-
Nombre de blocs (10x10x10)	N_b	7344	-
Nombre de fenêtres	N_w	1	-
Nombre d'éléments finis	N_E	792	-

Tableau 4-5: Paramètres numériques utilisés pour les simulations CAFE

Le chemin correspondant à la loi des Leviers est noté CR2. Cette loi prédit une solidification complète de la structure dendritique à la température $T_s = 1320 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Le chemin de solidification CR1 est celui de Gulliver-Scheil qui prédit une croissance dendritique puis eutectique à la température $T_E = 1253 \text{ }^{\circ}\text{C}$. La solidification complète selon cette vitesse de refroidissement s'effectue à la température $T_s = 1150 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Le choix des taux de refroidissement dans ce cas AM1 est effectué après un premier calcul thermique sans couplage CAFE. Ce calcul a permis de mesurer les taux de refroidissement en plusieurs points et en particulier sur un nœud situé au niveau du refroidisseur (CR1) et un

autre au niveau la paroi opposée à celle du refroidisseur (CR2), position correspondante au plus faible gradient thermique dans le cas d'une solidification unidirectionnelle. Grâce à ce choix, on impose un intervalle plus large pour la variation des chemins de solidification au niveau des nœuds. Nous avons choisi d'affecter ces chemins aux vitesses de refroidissement $CR1 = 3 \text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ et $CR2 = 5 \cdot 10^{-2} \text{ }^{\circ}\text{C.s}^{-1}$.

D'abord, nous avons effectué un calcul CAFE à une seule tabulation CR1 pour l'AM1. La Figure 4-3 montre les résultats des prédictions EF et CAFE de la température et de la fraction solide pour l'AM1. Nous remarquons que la tendance des courbes est très proche de celle présentée dans la section 4.4.1.1. Le calcul CAFE prédit une surfusion de l'ordre de 15°C due à la croissance de la zone pâteuse. Un plateau est aussi observé à une température ($T = 1349^{\circ}\text{C}$) dont la durée varie de zéro (en $z = 0$) jusqu'à 342 s (en $z = 100 \text{ mm}$).

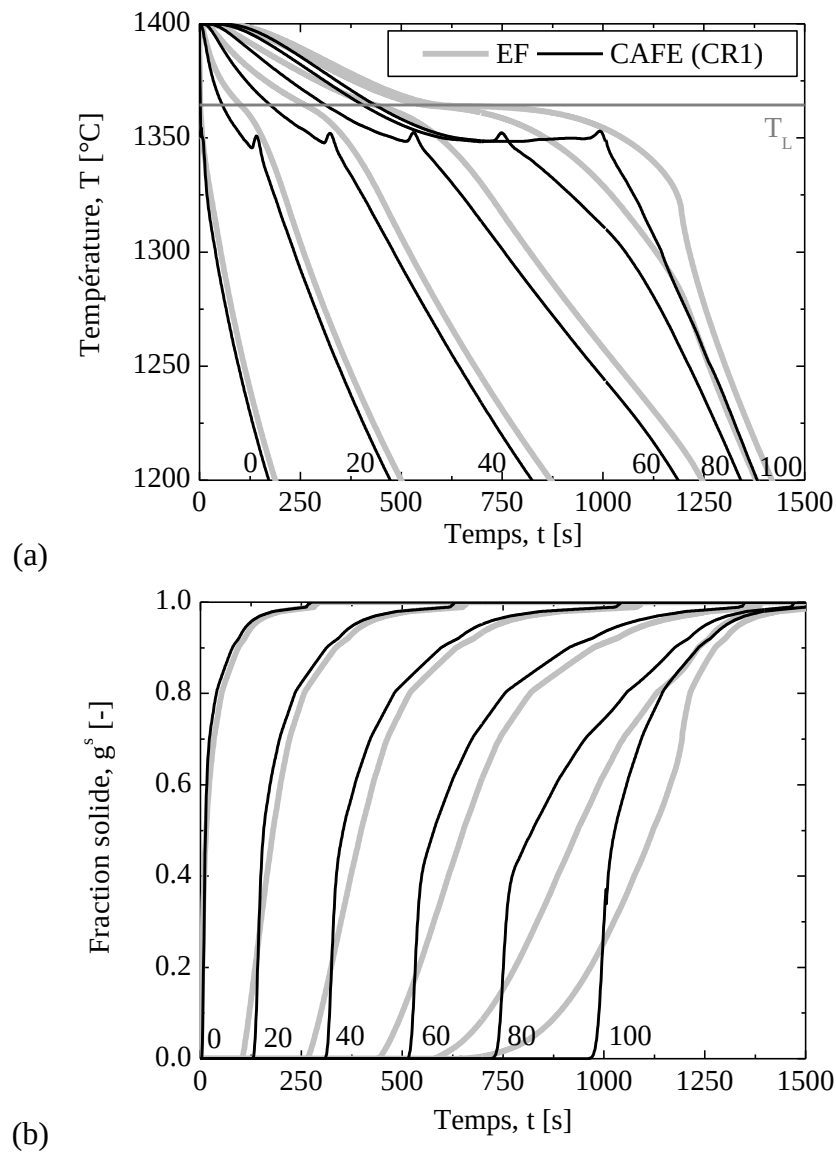
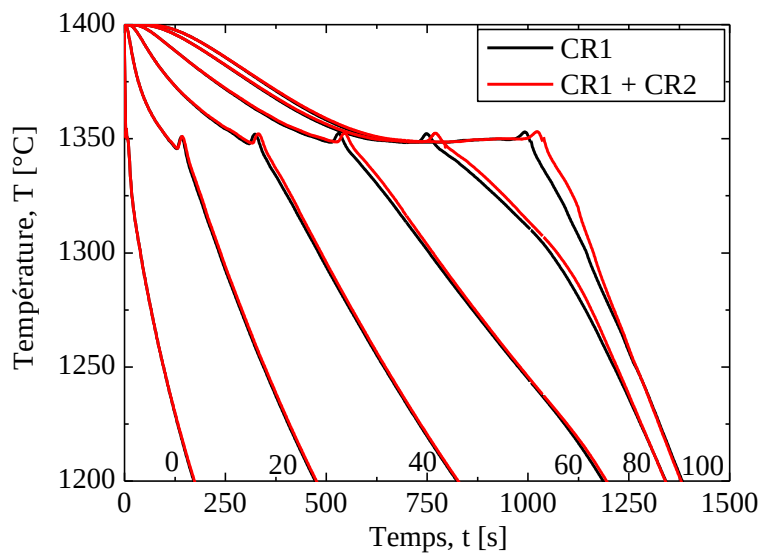
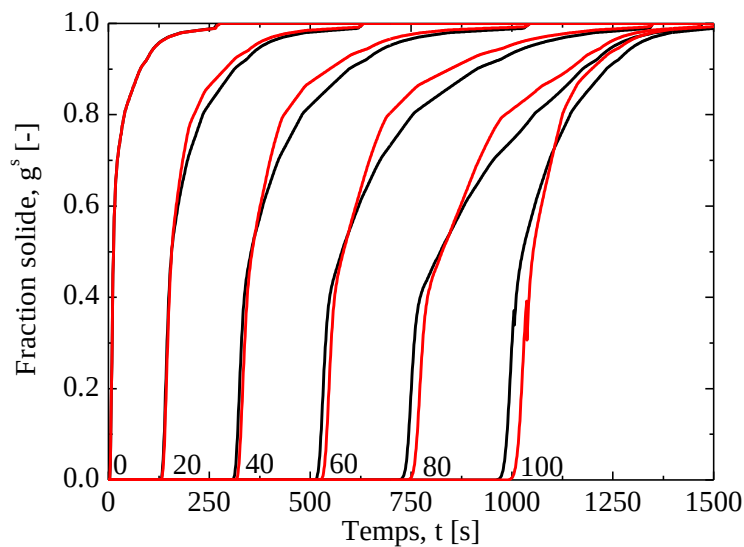


Figure 4-13 : Résultats de simulations CAFE sur une barre monocristalline en AM1 en solidification dirigée. Les évolutions de la température et de la fraction solide avec et sans couplage fort est donnée par les figures (a) et (b).

La Figure 4-14 montre les résultats de calculs CAFE pour l'AM1 en utilisant deux chemins de solidification. Dans la Figure 4-14(a), les deux calculs retrouvent les mêmes surfusions de croissance. Aussi les courbes sont identiques au niveau de la position du refroidisseur ($z = 0$) et elles ont toutes des faibles recalescences à la température ($T = 1349\text{ °C}$). Cependant, nous remarquons que les courbes de température correspondant à plusieurs tabulations se décalent de plus en plus lorsqu'on s'éloigne du refroidisseur. Ceci provient des différents chemins de solidification interpolés. En effet, plus on s'éloigne du refroidisseur plus le chemin de solidification tend vers la courbe des leviers et plus - à une température donnée - la fraction du solide formé est élevée. Ce résultat explique le retard observé sur les deux Figure 4-14(a) et (b) entre les chemins (CR1 + CR2) et le chemin (CR1).

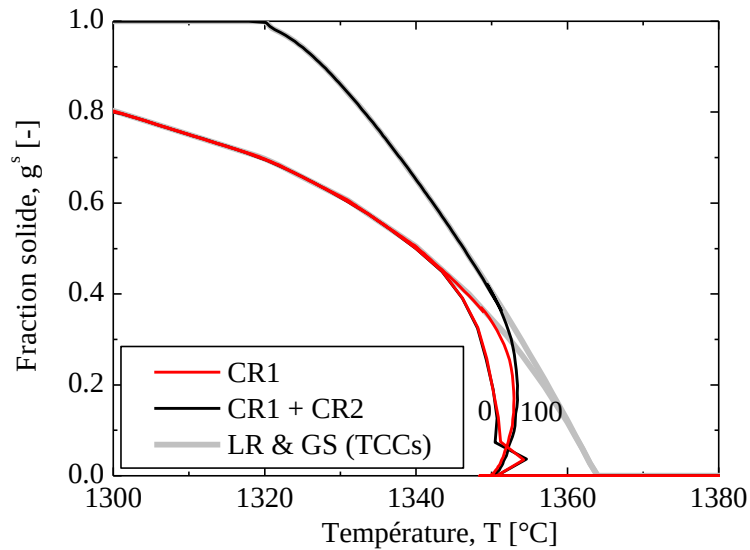


(a)



(b)

Figure 4-14 : Résultats de simulations CAFE sur une barre monocristalline en AM1 en solidification dirigée. L'effet de l'introduction de plusieurs chemins de solidification dans un couplage fort est observé sur les courbes de température et de fraction solide données respectivement par les figures (a) et (b).



(c)

La Figure 4-14(b) montre la croissance brusque du solide juste après la formation de la zone pâteuse. Ensuite, les fractions solides observées dans le cas d'un calcul avec plusieurs tabulations se trouvent au dessus de celles correspondant à un chemin unique. Cette variation est expliquée par la troncature de la fraction solide au nœud à une température suivant le chemin de solidification choisi. La Figure 4-14(c) montre que le chemin de solidification affecté au nœud situé à la position ($z = 100$ mm) est différent d'un cas à un autre. Il correspond au chemin CR2 en présence de plusieurs chemins de solidification.

4.4.2. Cas test 2 : Collerette

Le cas de la collerette nous est fourni par l'industriel. Il correspond à des campagnes expérimentales [Fargeas, 2002]. La géométrie de la collerette possède des singularités géométriques semblables à celles observées dans les aubes de turbines (plateforme, pale, sélecteur de grain,...) (Annexe 4). Le modèle éléments finis de ce cas a été fourni sous forme de mises en données Procast. Les différentes conditions d'échange utilisées sont résumées dans le tableau de l'annexe. Les paramètres utilisés pour le couplage CAFE sont donnés dans le Tableau 4-6. Les autres paramètres matériaux se trouvent au Tableau 4-4 et à les figures 3-9 et 3-10 ($H(T)$, $g(T)$).

Paramètres de calcul	Symbole		Unité
Pas de temps (adaptatif)	Δt	$[10^{-3}-5]$	s
Taille de la cellule	l_{CA}	200	μm
Nombre d'éléments finis (tétraédriques)	N_E	720241	-
Cinétique de croissance	a_2	$4.48 \cdot 10^{-7}$	$m.s^{-1}.K^{-2}$
$v_p = a_2 \Delta T^2 + a_3 \Delta T^3$	a_3	$6.04 \cdot 10^{-8}$	$m.s^{-1}.K^{-3}$
Paramètres de germination			
Surface métal- Cuivre pur (sole)	$(\Delta T_a=15.3^\circ C, \Delta T_\sigma=1^\circ C, n_{max}=10^9)$		
Volume (métal)	$(\Delta T_a=20^\circ C, \Delta T_\sigma=1^\circ C, n_{max}=10^4)$		

Tableau 4-6: Paramètres numériques utilisés pour les simulations CAFE sur la collerette.

Le refroidissement de la pièce est fait par déplacement du bloc {métal+carapace+sole} sur deux étapes dans la zone de refroidissement au niveau du cuivre pur. Une première vitesse de 4 mm.min^{-1} est appliquée pour parcourir tout le sélecteur de grain (55 mm selon z) (Annexe 4). La deuxième vitesse est appliquée à la pièce utile et correspond à la vitesse de tirage de la pièce à savoir 6 mm.min^{-1} .

Pour simuler la croissance dendritique dans la collerette, nous avons utilisé plusieurs tabulations des chemins de solidification dont trois sont prédits par le modèle de microségrégation à des taux de refroidissement donnés (Figure 3-10).

Les simulations CAFE en couplage fort ont été effectuées avec un pas de cellule de $200 \mu m$. Trois lois de germination peuvent être utilisées différemment dans les simulations CAFE : une germination en surface métal/Cuivre (sole), une germination en surface métal/carapace et une germination dans le volume du métal. Faute de données expérimentales sur les différentes lois de germination, nous avons fait plusieurs combinaisons possibles en changeant à chaque fois les paramètres de germination tels que la surfusion moyenne de germination ΔT_a et la densité maximale de grain n_{max} (équation 4-1). La valeur de l'écart type est fixée à $1^\circ C$. La loi de germination en volume présentée dans les présents calculs a été choisie dans l'objectif de montrer la différence entre les prédictions avec ou sans le nouveau couplage CAFE.

D'abord, on s'intéresse à la plateforme de la collerette puisqu'elle représente une zone à grand risque de germination parasite. Les résultats de la simulation EF sont donnés à différents instants dans la Figure 4-15. Les isothermes - représentés par la Figure 4-15(a) - constituent des cercles concentriques ne représentant aucune zone de surchauffe ou de surfusion puisque le solide commence à se former au liquidus de l'alliage, $1364^\circ C$, en suivant exactement le chemin CR1 de la Figure 3-11. Le front colonnaire se développe dans la plateforme sans aucune germination parasite.

En revanche, en utilisant la même mise en données, le couplage CAFE donné par la Figure 4-16 produit des résultats différents au niveau de la plateforme. En effet, les isothermes

(Figure 4-16(a)) à 21mn2s montrent une zone chaude sur la plateforme, proche du liquidus de l'alliage, qui correspond à une fraction solide non nulle (Figure 4-16(b)). Il s'agit d'une zone de **recalescence** qui témoigne d'une germination équiaxe d'un grain parasite dans une zone de liquide surfondu comme montré sur la Figure 4-16(c). En effet, toute la plateforme est constituée d'un liquide surfondu à ce temps alors que sa fraction de solide est limitée à la zone chauffée. Dans la Figure 4-16(a), cette zone chaude croît au cours du temps en suivant le développement du grain parasite et du monograin issu du sélecteur (Figure 4-16(c)). Les deux grains se retrouvent au niveau de la plateforme et continuent leur croissance ensemble dans la plateforme.

Pour mieux expliquer la cause de la germination équiaxe sur la plateforme, nous avons tracé à la Figure 4-17(b) la courbe de température dans un nœud appartenant au grain germé Figure 4-17(a). Le nœud est très proche du centre de germination du grain équiaxe. La courbe montre que la température du liquide atteint une surfusion de germination en volume ($\Delta T_a = 20 \pm 1^\circ\text{C}$). Par suite, une cellule liquide de cette zone, très proche du nœud et contenant un site de germination actif, devient le lieu d'une germination équiaxe. La germination s'accompagne d'une forte libération de la chaleur qui se traduit dans la Figure 4-17(b) par la recalescence qui se termine à la température 1356.7°C . Ensuite, le refroidissement de la zone pâteuse se poursuit jusqu'à complète solidification.

La Figure 4-18 montre la comparaison entre les structures de grains prédites par les calculs avec et sans couplage CAFE. On remarque que les deux structures prédites avec ou sans couplage simulent la sélection de grain, après compétition, au niveau du sélecteur (chicane). D'autre part, il n'y a pas de germination parasite dans la structure prédite par le calcul EF. En revanche, en couplage CAFE, on observe un grain parasite au niveau de la plateforme qui se développe ensuite d'une manière anisotrope.

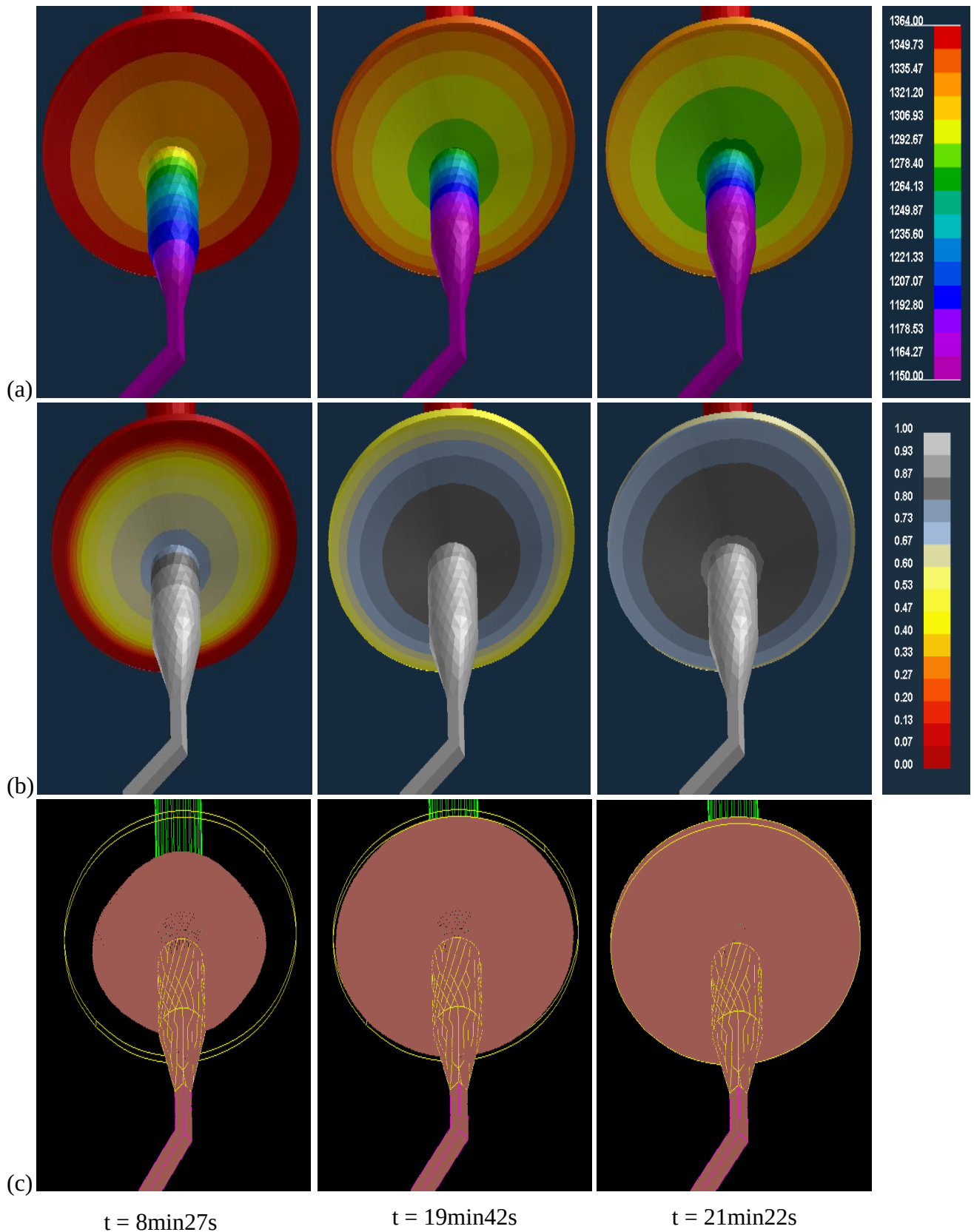


Figure 4-15 : Résultats de simulations CAFE sans couplage CAFE sur la collerette en AM1 en solidification dirigée : (a) cartes de température, (b) cartes de fraction solide à différents instants de calcul et (c) développement de la structure cristallographique au cours de la solidification.

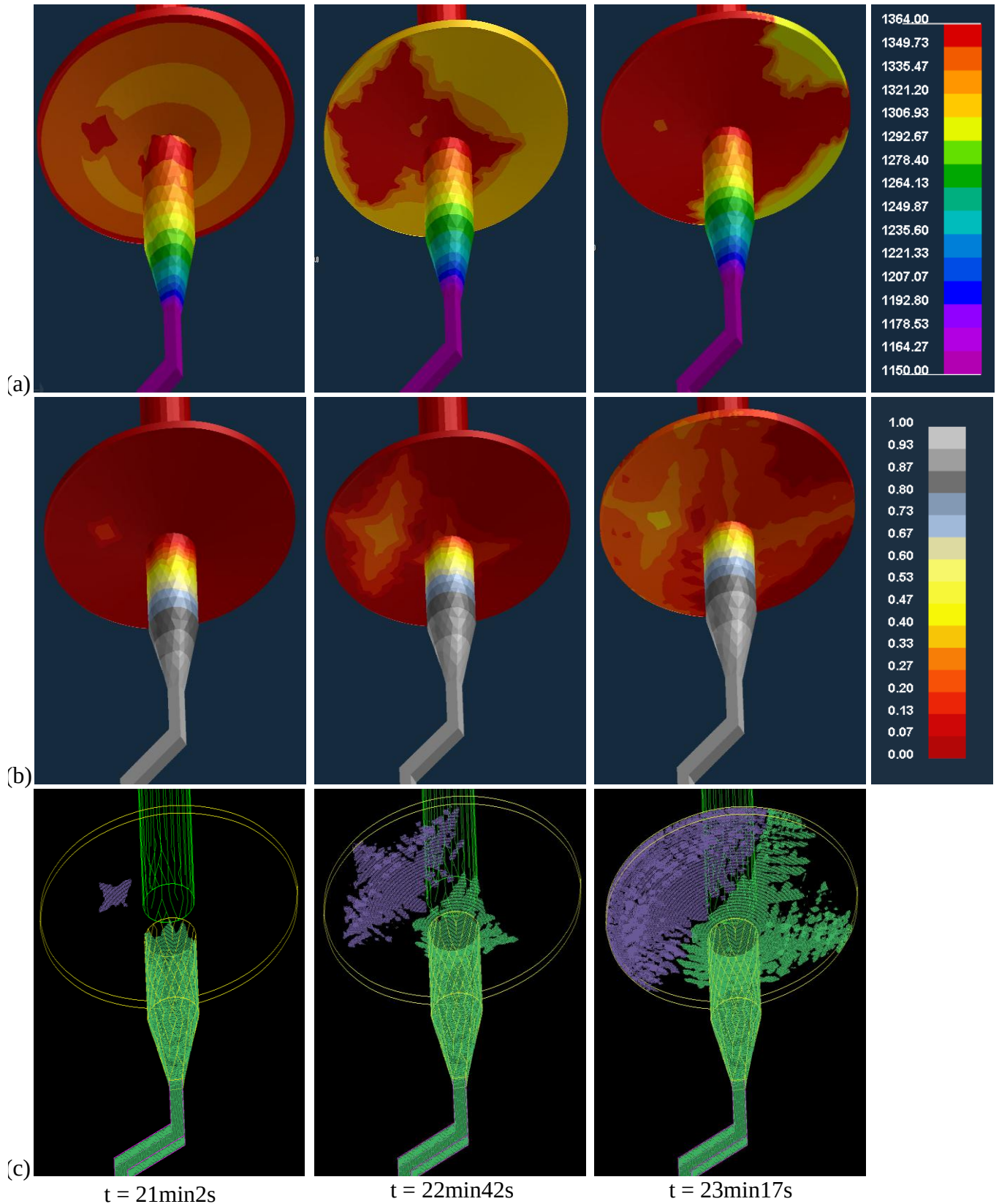
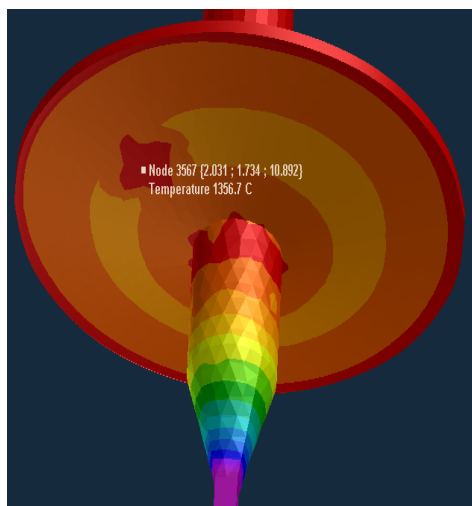
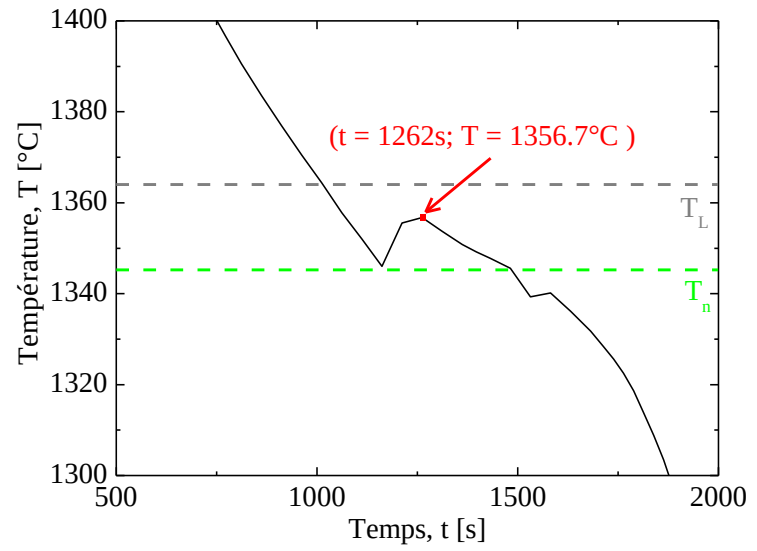


Figure 4-16 : Résultats de simulations CAFE en couplage CAFE sur la collerette en AM1 en solidification dirigée : (a) cartes de température, (b) cartes de fraction solide à différents instants de calcul et (c) développement de la structure cristallographique au cours de la solidification.

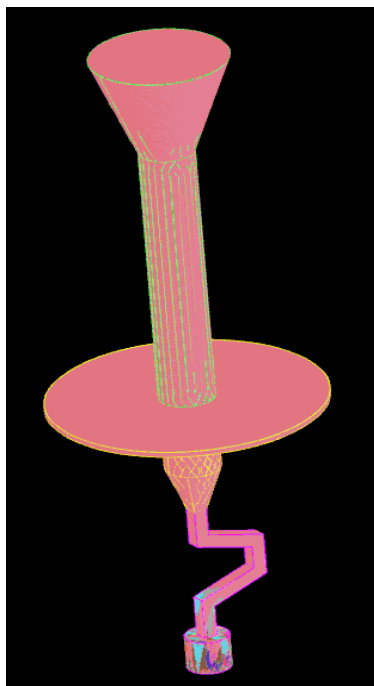


(a)

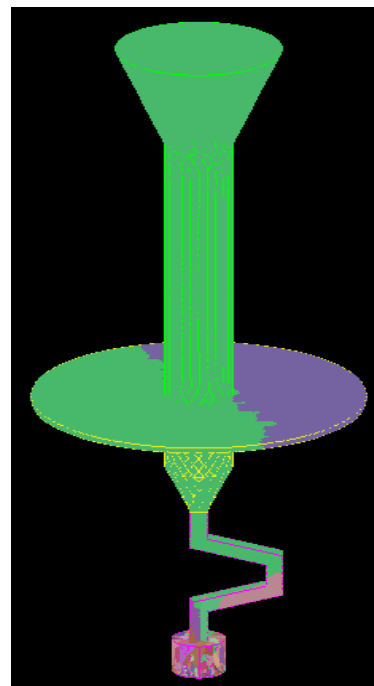


(b)

Figure 4-17 : Evolution de la température dans un nœud appartenant au grain parasite.



(a)



(b)

Figure 4-18 : Comparaison entre les prédictions de la structure de solidification de la collerette (a) en calcul éléments finis et (b) en couplage CAFE et (c) la structure réelle de la collerette.

4.4.3. Cas test 3 : Aube de turbine monocristalline

Le cas de l'aube de turbine monocristalline est le deuxième cas fourni par l'industriel avec l'objectif d'exploiter le nouveau couplage CAFE pour la prédiction de la structure de solidification. La conception du cas de calcul a été effectuée sur un quart de la géométrie complète du four pour des raisons de symétrie. Ce choix permet non seulement de gagner en coût de calcul mais aussi de tenir compte de l'assemblage par grappe des aubes de turbines monocristallines. Par suite, en imposant différentes conditions de transfert de la chaleur telle que la radiation, on peut étudier avec plus de précision la dissymétrie du flux thermique imposé à l'aube au cours de sa solidification.

La taille de la cellule que nous avons utilisée dans le cas de l'aube est de 100 μm . Les lois de germination sont les mêmes utilisées dans le cas de la collerette. Le Tableau 4-7 résume les principaux paramètres numériques utilisés. Les autres sont donnés dans l'annexe 4.

Paramètres de calcul	Symbole	Unité
Pas de temps (adaptatif)	Δt [10 ⁻³ -5]	s
Taille de la cellule	l_{CA} 100	μm
Nombre d'éléments finis	N_E 556 225	-
Paramètres de germination		
Surface métal- Cuivre pur (sole)	$(\Delta T_a=15.3^\circ\text{C}, \Delta T_\sigma=1^\circ\text{C}, n_{\max}=10^9)$	
Volume (métal)	$(\Delta T_a=20^\circ\text{C}, \Delta T_\sigma=1^\circ\text{C}, n_{\max}=10^4)$	

Tableau 4-7: Paramètres de calcul utilisés dans la simulation de la solidification dans l'aube de turbine monocristalline

La Figure 4-19 montre les résultats de la simulation EF de l'aube de turbine monocristalline à différents instants. A l'instant 25 min 32 s, on observe deux grains qui croissent à partir du sélecteur de grain. La compétition entre ces deux grains a engendré la sélection d'un seul grain pour continuer la croissance. A 29 min 42 s, on observe une zone de surfusion au niveau de plateforme supérieure de la pièce alors que le front colonnaire n'a pas encore atteint cette zone. Sur la carte des fractions solides, cette zone correspond à une fraction solide non nulle. Il devrait y avoir une germination parasite dans cette zone. Ensuite, les deux zones solides poursuivent leur croissance avant de se rencontrer au niveau de la plateforme et former une seule zone solide. Sur la carte de la structure formée (Figure 4-19(c)), il n'y a pas eu de déclenchement de la germination et on n'observe pas de nouvelle structure qui se forme sur la plateforme. Ce résultat est dû au faible produit ($n_{\max} \cdot V$) qui représente le nombre maximal de grain pouvant exister dans le volume V de la plateforme et à une mauvaise prédiction de la température du liquide dans cette zone. Le produit $n_{\max} \cdot V$ est de l'ordre de 0.28 ce qui ne peut pas donner lieu à une germination parasite. Il est alors nécessaire d'augmenter le nombre maximal de grain $n_{\max}$ pour pouvoir déclencher la germination à la plateforme.

La Figure 4-20 montre le résultat de simulation en couplage CAFE en utilisant les mêmes paramètres de calcul qu'en couplage faible. Le résultat est différent par rapport au calcul éléments finis. D'abord, il y a eu une sélection de grain par le sélecteur. Le grain sélectionné croît dans la partie utile de la pièce. La zone de surfusion au niveau de la plateforme est observée plus tard. Dans cette zone, le liquide est surfondu, la fraction solide est non nulle mais la germination n'a pas eu lieu. Il s'agit de la même situation prédite en couplage faible qui nécessite une loi de germination plus adaptée.

Pour étudier la germination équiaxe dans l'aube, nous avons modifié la loi de germination en volume : nous avons utilisé une densité maximale de germination de 10^7 grains/m³. Les résultats sont donnés par la Figure 4-21. Les deux Figure 4-21(a) et (b) représentent respectivement les prédictions avec ou sans couplage CAFE. On remarque que les deux calculs permettent de prédire la germination équiaxe non seulement sur la plateforme de l'aube mais aussi sur les autres parties de l'aube de turbine. Le calcul sans couplage (Figure 4-21(b)) présente deux grains développés à partir du sélecteur et qui rentrent en compétition dans la partie utile de l'aube. Ensuite, un seul grain prédomine dans la pale de l'aube avant d'atteindre la plateforme où un nouveau grain équiaxe vient de germer. Dans le cas du calcul avec couplage CAFE présenté dans la Figure 4-21(a), il y a eu une germination équiaxe non seulement sur la plateforme de l'aube mais aussi dans le liquide devant le front colonnaire en croissance. La germination équiaxe devant le front colonnaire est expliquée par le faible gradient thermique dans le liquide devant le front colonnaire. Ce faible gradient est dû à la chaleur libérée par le solide au cours de sa croissance. Par conséquent, la pointe de la dendrite croît plus lentement et le refroidissement du système par le tirage crée une surfusion dans le liquide assez élevée pour germer un ou plusieurs grains équiaxes.

Dans les deux calculs il n'y a pas eu de sélection de grains par le sélecteur. La mauvaise sélection se situe au niveau du dernier segment du sélecteur, zone où une surfusion importante est prédite dans le liquide et favorise la germination des nouveaux grains.

L'amélioration de ces prédictions nécessite une amélioration des données thermiques imposées telles que les émissivités thermiques pour le rayonnement. Dans le sélecteur de grain, il est nécessaire de réduire la surfusion par la diminution de la vitesse de refroidissement au niveau du dernier segment. Ceci permet de moins refroidir cette zone et d'éviter la germination dans le sélecteur.

Le Tableau 4-8 montre les temps des simulations élaborées sur l'aube de turbine. On remarque qu'en augmentant la densité maximale de grain, le temps de simulation est plus important. Ceci est dû au nombre d'opérations supplémentaires effectuées pour simuler la germination et la croissance des grains. En outre, nous remarquons que la différence entre le calcul avec et sans couplage est de l'ordre de 40%. Il s'agit d'une amélioration très importante en termes de temps de calcul et de précision par rapport aux anciens algorithmes de couplage ([Gandin, 1999]).

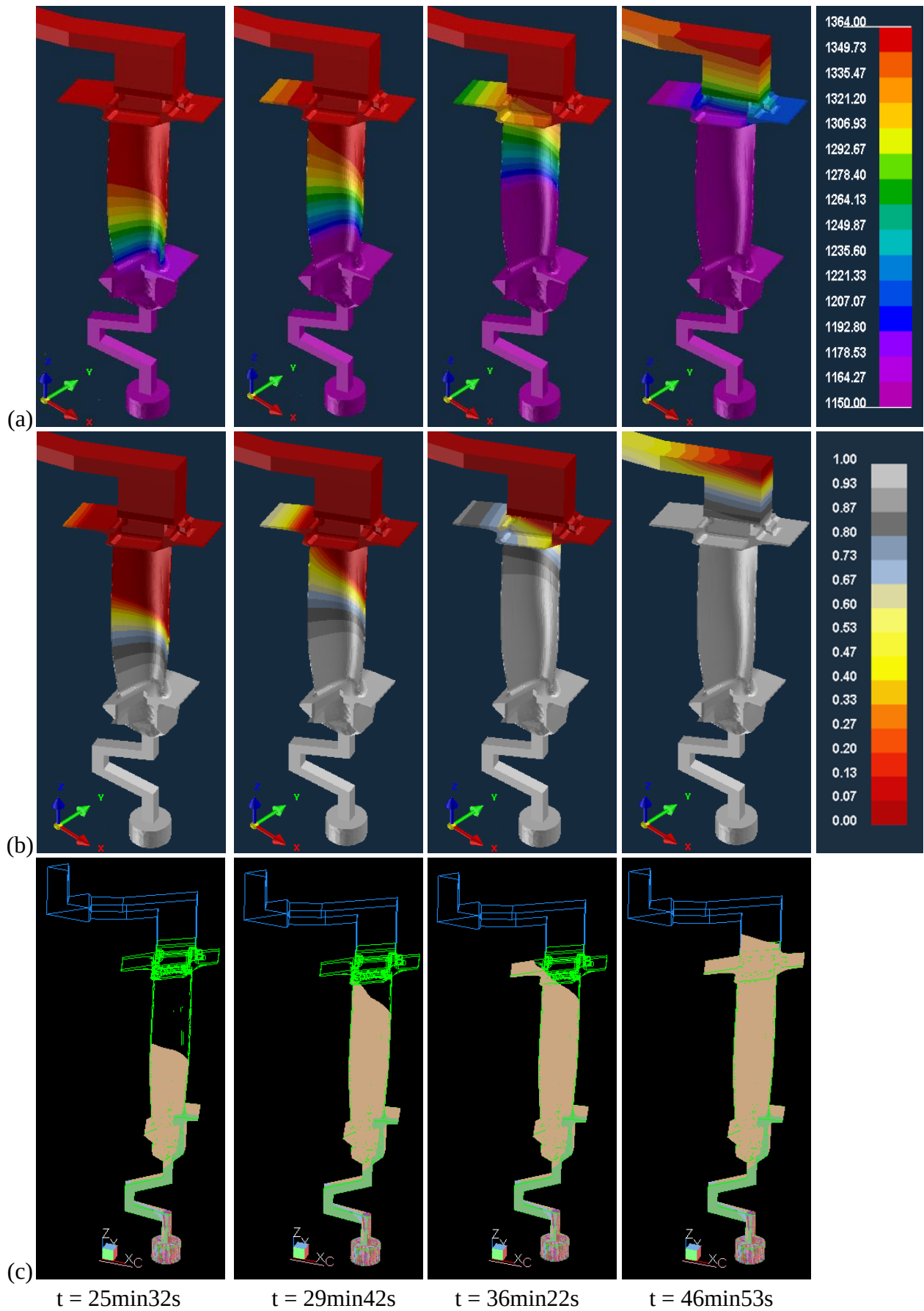


Figure 4-19 : Résultat de prédiction de la structure de solidification dans l'aube de turbine monocristalline en couplage faible (EF)

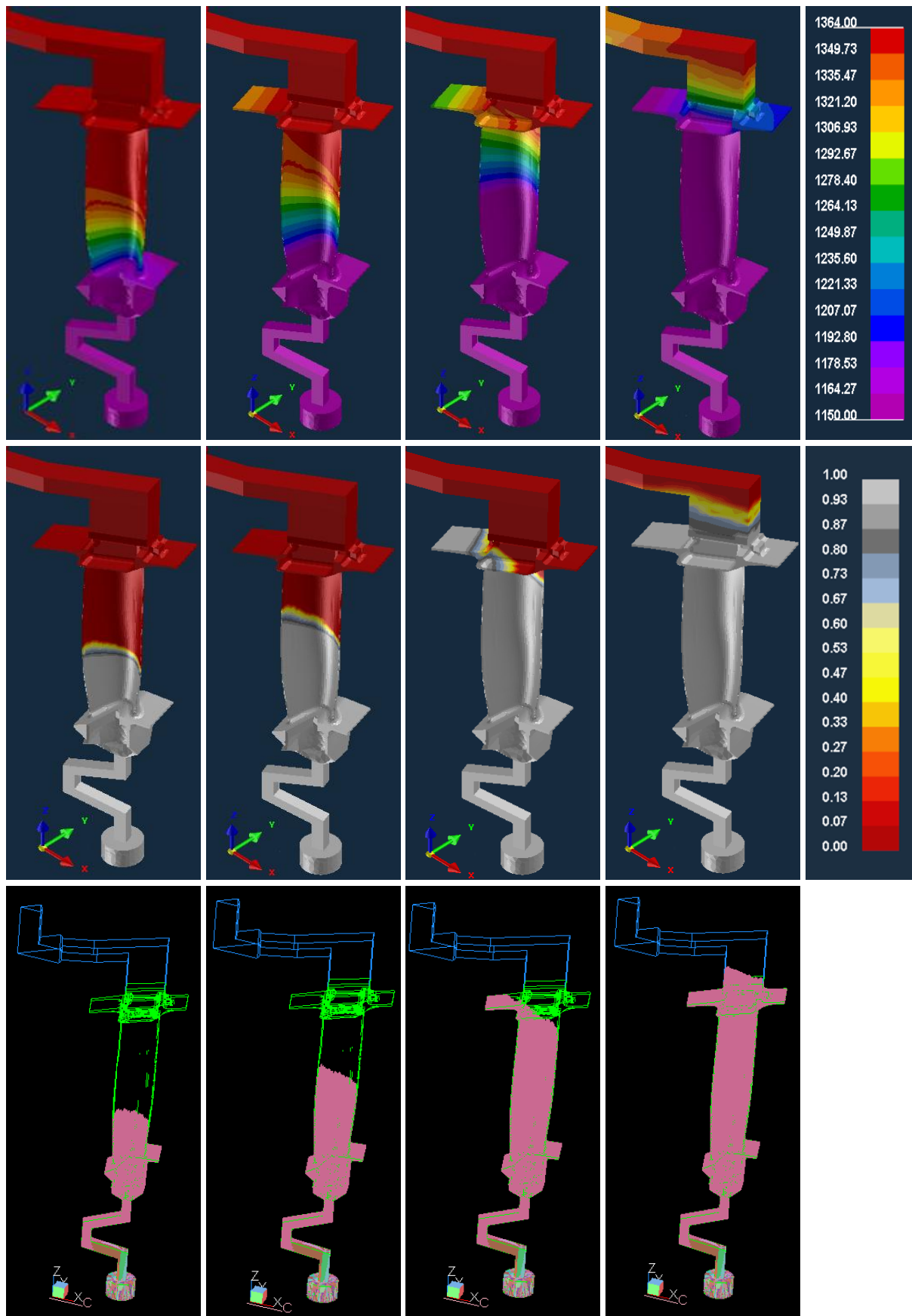


Figure 4-20 : Prédiction de la structure de solidification de l'aube de turbine monocristalline en couplage CAFE.

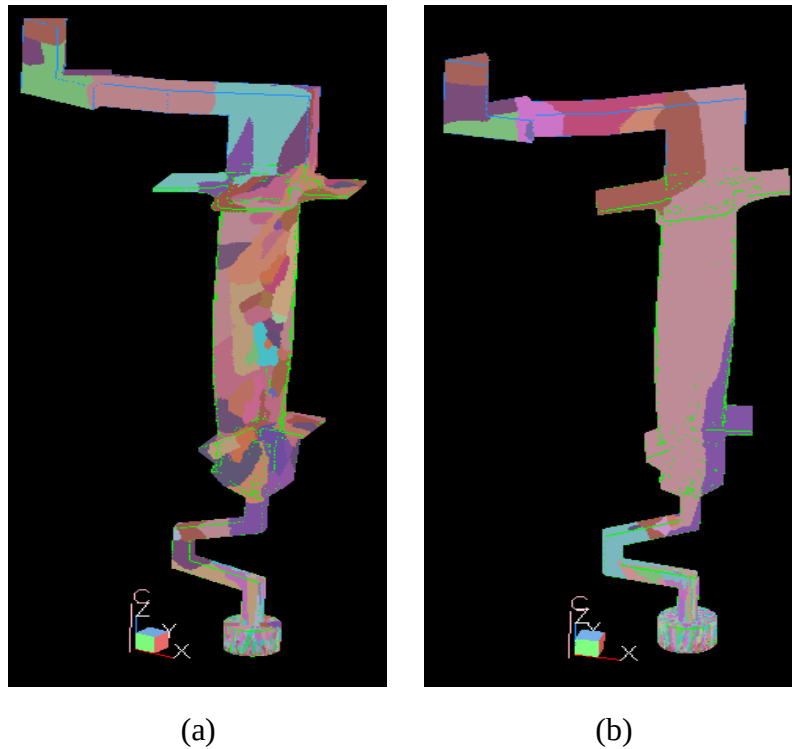


Figure 4-21 : résultats de simulation (a) avec couplage et (b) sans couplage CAFE en utilisant une densité de grain maximale plus élevée ($n_{max} = 10^7$ grains/m³)

n_{max}	10^4		10^7	
Simulation	FE	CAFE	FE	CAFE
Temps de simulation	5h48min28s	8h3min25s	6h33min20s	10h17min
Ecart : $\frac{t^{CAFE} - t^{FE}}{t^{FE}}$	38.7%		56.8%	

Tableau 4-8: Temps de calcul mis par les simulations Procast/CAFE sur le cas de l'aube de turbine. (CPU Intel(R) Core(TM) 2 Duo 3 GHz)

4.5. Récapitulation des résultats de simulation

La nouvelle méthode de couplage CAFE a permis d'optimiser le temps et la précision des calculs effectués à des grandes échelles. Nous avons procédé par étapes pour valider les résultats obtenus.

D'abord, nous nous sommes basés sur un cas simple d'une barre monodimensionnelle en alliage Al-7%pdsSi solidifiée sous des conditions de Bridgman. Nous avons validé les résultats du modèle en les comparant avec la solution exacte du problème donnée par la

méthode de suivi de front [Gandin, 2000] ainsi que la solution CAFE avec itérations donnée dans la référence [Carozzani, 2012]. Le cas de calcul a montré la différence entre le calcul macroscopique avec et sans couplage. La différence se situe principalement au niveau de la prédiction de la surfusion de croissance par le calcul CAFE due à la croissance de la zone pâteuse qui tend à maintenir la température du système à la surfusion de croissance, d'où la formation de plateaux de température. Les durées des plateaux sont plus élevées dans les points qui correspondent aux plus faibles gradients thermiques.

Par ailleurs, nous avons présenté une comparaison entre les prédictions du modèle CAFE avec et sans itérations qui actualisent les valeurs de la variable $dT/d\langle H \rangle$ à chaque pas de temps macroscopique. Le résultat montre que cette procédure réduit les oscillations observées sans couplage.

L'utilisation des données de l'alliage AM1 dans le cas test monodimensionnel a permis d'effectuer le premier calcul AM1 avec plusieurs chemins de solidification. Les différents chemins de solidification ont permis de tenir compte de la variation du taux de refroidissement aux nœuds du maillage EF. Cette méthode permet de prédire avec plus de précision les fractions solides formées dans plusieurs endroits de la pièce.

Nous avons utilisé différentes tabulations du chemin de solidification dans un cas industriel en 3D. Il s'agit d'une collerette en AM1 solidifiée sous des conditions Bridgman. Les simulations ont permis de prédire le phénomène de recalescence qui témoigne de la germination des grains équiaxes dans la plateforme de la collerette. En utilisant une loi de germination à faible densité de grain, nous obtenons un grain parasite qui se développe sur une partie de la collerette.

Enfin, la troisième application correspond à une aube de turbine monocristalline en AM1 solidifiée sous des conditions Bridgman. Dans cette application, à la fois les calculs avec et sans couplage CAFE ont permis de prédire la surfusion au niveau de la plateforme de l'aube. La faible densité de grains a empêché d'avoir une germination équiaxe dans cette zone. L'augmentation de la densité de germination a engendré une germination de plusieurs grains équiaxes dans différentes parties de l'aube. Le nombre de grains germés dans le cas du couplage CAFE est plus important. Aussi, nous observons une germination au niveau de la pale de l'aube, phénomène qui n'est pas prédit par le calcul sans couplage.

Pour conclure, si l'on dispose d'une mise en données thermique cohérente, le nouvel algorithme implémenté dans Procast permet un calcul plus précis de la température et de la fraction solide. Il permet ainsi une meilleure prédiction des zones de germination parasite et de la structure finale de solidification tout en ayant un temps de calcul comparable à celui sans couplage.

4.6. Discussion

Dans les résultats présentés ci-dessus, le choix de la taille de la cellule est essentiel pour une meilleure prédiction du modèle CAFE. Cependant, ce choix est limité par la capacité mémoire de l'ordinateur utilisé. L'utilisation de plusieurs fenêtres de calcul permet d'imposer une taille de cellule et un pas de temps plus faibles et par suite un calcul plus précis sur toute la pièce.

Dans les simulations effectuées sur la collerette, nous avons fait le choix d'une faible densité de grain ($n_{\max} = 10^4$) qui a permis d'obtenir un seul grain parasite dans la plateforme. L'augmentation de cette densité permet de prédire une germination équiaxe de plusieurs grains dans plusieurs endroits de la pièce. La limitation réside en revanche dans la comparaison avec la collerette expérimentale. En effet, l'état de la structure ne permet pas le décompte des grains équiaxes qui ont germé pour pouvoir faire un calage de la loi de germination. La solution de ce problème nécessite une approche expérimentale pour déterminer les lois de germination en surface et en volume, incluant une caractérisation métallurgique plus poussée, telle que celle présentée au chapitre 2.

La Figure 4-22 souligne une deuxième amélioration à faire sur le nouveau couplage élaboré. Il s'agit de corriger l'effet de la recalescence observée devant le front colonnaire. Une méthode pour corriger ce problème a été proposée dans la référence [Carozzani, 2012]. La recalescence est liée à des approximations dans le couplage entre les éléments finis et l'automate cellulaire. La variation de l'enthalpie au nœud est directement utilisée au niveau du bloc de conversion enthalpie-température pour donner une nouvelle température du nœud à utiliser dans le pas de temps suivant. En fait, un appel itératif sur cette variation de l'enthalpie est nécessaire pour permettre d'une part la correction de la variation actuelle de l'enthalpie et d'autre part un calcul plus précis de la température au pas de temps suivant. Cette amélioration n'est pas possible dans le cadre de la thèse puisque cela nécessite d'intervenir sur la partie du code EF à laquelle nous n'avons pas l'accès.

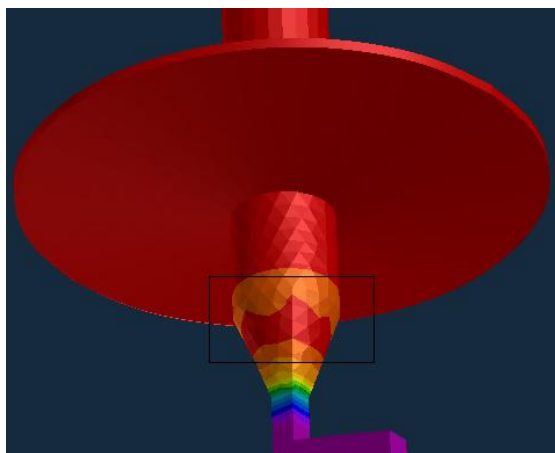


Figure 4-22 : Observation de la recalescence devant le front colonnaire en croissance. ($t = 12\text{min}52\text{s}$).

Conclusion

Le travail présenté dans cette thèse a permis de proposer une amélioration significative de la prédiction de la solidification dendritique en utilisant le couplage CAFE. En effet, un nouvel algorithme de couplage est implémenté dans le code Procast pour calculer la variation de la température et fraction solide en tenant compte de la croissance de la structure dendritique. La recalescence due à la libération de la chaleur par le solide est désormais prédite par ce couplage CAFE. L'observation de la recalescence dans une simulation témoigne d'une germination d'un grain équiaxe dans le liquide surfondu. La conversion enthalpie-température au niveau des nœuds du maillage éléments finis a engendré une meilleure gestion de la mémoire de calcul et par suite un temps de calcul plus court sur un volume de maillage plus important. Le nouveau couplage permet aussi de tenir compte de la variation des chemins de solidification avec le taux de refroidissement dans chaque nœud du maillage éléments finis. L'application du nouveau modèle CAFE sur le cas industriel de la collerette a montré la sélection de grain au niveau du sélecteur et la germination des grains équiaxes dans la plateforme. Dans le cas de l'aube de turbine, l'augmentation de la loi de germination dans le volume a permis d'observer la germination parasite dans les zones de surfusion au niveau de la plateforme et la pale de l'aube. Cependant, la sélection des grains a été interrompue par une germination parasite dans le sélecteur. Pour avoir une meilleure sélection de grains, des modifications des conditions thermiques sont nécessaires.

Les chemins de solidification utilisés dans les simulations CAFE sont calculés par le modèle de microségrégation développé dans le cadre de ce travail pour les alliages multicomposés. A un taux de refroidissement donné, le modèle prédit la variation de la fraction solide et des compositions moyennes des phases au cours de la solidification. Il procède par une résolution des équations de conservation de la masse totale et de la masse des solutés, moyennées sur un volume représentatif sur trois domaines différents : le solide, le liquide interdendritique et le liquide extradendritique. Le domaine pâteux croît à la vitesse de croissance de la pointe de dendrite. Cette vitesse est calculée grâce à un modèle de cinétique de la pointe de dendrite basé sur l'extension de la solution d'Ivantsov pour un alliage multicomposé. La diffusion croisée n'est pas considérée à ce stade.

La validation des résultats du modèle de microségrégation est effectuée par une comparaison avec les données expérimentales mesurées après des analyses chimiques et des analyses d'image sur des échantillons en AM1 élaborés par une trempe en cours de solidification. Sur une coupe transversale de chaque échantillon, les mesures de la composition chimique sur un nombre prédéfini de points sont organisées par la méthode WIRS. Par conséquent, la fraction solide est calculée au niveau du saut de composition.

De nombreuses améliorations peuvent être introduites sur le modèle existant. Au niveau du couplage CAFE, il est nécessaire d'ajouter une structure itérative sur le calcul EF afin d'actualiser les paramètres thermiques tels que la capacité calorifique, ce qui permet d'avoir plus de précision de la prédiction en utilisant un pas de calcul plus grand.

Pour améliorer la prédiction de la germination parasite dans les pièces industrielles, il est nécessaire de maîtriser les paramètres physiques utilisés pour la résolution du problème thermique (ex : les coefficients d'échange par convection/radiation). D'autre part, la loi de germination constitue la limitation la plus importante de la prédiction du présent modèle. Pour y remédier, des expériences de caractérisation peuvent être effectuées pour identifier la nature de la germination (surface/volume) et les paramètres de la gaussienne correspondante.

L'amélioration du modèle de microségrégation nécessite une nouvelle formulation qui tient compte du phénomène de maturation des bras dendritiques secondaires. Par ailleurs, la nouvelle formulation devrait tenir compte d'un profil de composition qui satisfait l'équation de diffusion dans les phases du domaine pâteux. Une autre amélioration possible consiste à tenir compte de la diffusion croisée. Ce phénomène tient compte de l'interaction (attraction/répulsion) entre les espèces chimiques au cours de la solidification. Il a une influence sur le chemin de solidification, les profils de ségrégation et la cinétique de la pointe de dendrite.

Enfin, l'incertitude liée aux bases de données thermodynamiques constitue une limitation supplémentaire du modèle de microségrégation. Les coefficients de diffusion dans le liquide calculés dans les deux bases de données MOBNI1 et MOBNI2 n'ont pas permis de valider les résultats de la cinétique de la pointe de dendrite.

Références

- [Addad, 2007] A. Addad. Contribution à l'étude expérimentale des microségrégations dans les aciers présentant une réaction péritectique. Thèse INPL. Juin 2007.
- [Andersson, 2001] J.-O. Andersson, Th. Helander, L. Höglund, P. Shi, B. Sundman. THERMO-CALC & DICTRA, Computational Tools for Material Science. Calphad. N°2, 26: 273-312, 2002.
- [Balea, 2009] C.W. Balea, E. Bélislea, P. Chartranda, S.A. Decterova, G. Erikssonb, K. Hackb, I.-H. Junga, Y.-B. Kanga, J. Melançon, A.D. Peltona, C. Robelina and S. Petersen. FactSage thermochemical software and databases - recent developments. Tools for Computational Thermodynamics. 33 : 295-311, issue 2, 2009.
- [Barbieri, 1989] A. Barbieri, J.S. Langer. Predictions of dendritic growth rates in the linearized solvability theory. Physical Review A. V39, Issue 10: 5314-5325, 1989.
- [Bobadilla, 1988] M. Bobadilla, J. Lacaze and G. Lesoult. Influence des Conditions de Solidification sur le Déroulement de la Solidification des Aciers Inoxydables Austénitiques. Journal of Crystal Growth. V89 :531-544, 1988.
- [Boettinger, 1995] W. J. Boettinger, U. R. Kattner, S. R. Coriell, Y. A. Chang and B. A. Mueller. Development of multicomponent solidification micromodels using a thermodynamic phase diagram data base. Modelling of Casting, Welding and Advanced Solidification Processes VII. 7: 649-656, 1995.
- [Boettinger, 2002] W. J. Boettinger, U. R. Kattner, On differential thermal analyzer curves for the melting and freezing of alloys. Metall. Mater. Trans. 33(6): 1779–1794, 2002.
- [Bouchard, 1997] D. Bouchard, J.S. Kirkaldy. Prediction of dendrite arm spacings in unsteady and steady-state heat flow of unidirectionally solidified binary alloys. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 28:651-663, 1997.
- [Brody, 1966] H.D. Brody and M.C. Flemings. Solute redistribution in Dendritic Solidification. *Trans. AIME*. 236:615-624, 1966.
- [Carozzani, 2012] T. Carozzani, H. Dignonnet and Ch.-A. Gandin. 3D modeling of grain structures: application to primary dendritic and secondary eutectic solidification. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. 20, 2012.
- [Cha, 2005] P. R. Cha, D. H. Yeon and J.K. Yoon. Phase-field model for multicomponent alloy solidification. *Journal Of Crystal Growth*. 274(1-2) : 281-293, 2005.

- [Chehaibou, 1988] A. Chehaibou. Formation et Evolution des Structures et des Microstructures lors de la Solidification Dirigée d'Alliages à base de Nickel. Thèse INPL, 1988.
- [Chen, 2002-1] S.-L. Chen, S. Daniel, F. Zhang', Y. A. Changb X.-Y. Yanb, F.-Y. Xieb, R. Schmid-Fetzef, W.A. Oatesd. The PANDAT Software Package and its Applications. *Calphad*. No. 2, 26: 175-188, 2002.
- [Chen, 2002-2] Q. Chen and B. Sundman. Computation of partial Equilibrium Solidification with Complete Intertitial and Negligible Substitutional Solute Back Diffusion. *Materials Transactions*. N°3, 43: 551-559, 2002.
- [Coates, 1968] D.E. Coates, S.V. Subramanian and G.R. Purdy. Solid-liquid interface stability during solidification of dilute ternary alloys. *Transactions of the metallurgical society of AIME*. 242: 800-809, 1968.
- [Combeau, 1996] H. Combeau, J.-M. Drezet, A. Mo and M. Rappaz. Modelling of microsegregation in macrosegregation computations. *Metall. and Mat. Tans. A*. 27A : 2314, 1996.
- [D'Souza, 2009] N. D'Souza. Review :Investment casting of turbine components – practical implications of emerging concepts and ideas for solidification of Ni based superalloys. *Materials Science and Technology*. V25, N°2, 2009.
- [Davies, 1989] R.H. Davies; A.T. Dinsdale, T.G Chart; T.I. Barry and M.H. Rand. Application of MTDATA to the modeling of multicomponent equilibra. Conference: Proceedings of the Sixth International Conference on High Temperatures - Chemistry of Inorganic Materials, April 3, 1989 - April 7, 1989.
- [De Bussac, 1997] A. de Bussac, Ch.-A. Gandin. Prediction of a process window for investment casting of dendritic single crystals. *Material Science and Engineering A*. 237: 35-42, 1997.
- [Dons, 1991] L. Dons. Simulation of solidification a short cut to a better Phase Diagram Al-Mg-Fe-Si Alloy. *Z. Metallkd*. 82:684, 1991.
- [Doré, 1996] X. Doré, A. Jacot et M. Rappaz. *Modelling in Materials Science and Processing*. 21. (Eds. M. Rappaz et M. Kedro, European Commission, Bruxelles), 1996.
- [Doré, 2000] X. Doré, H. Combeau and M. Rappaz. Modelling of microsegregation in ternary alloys : application to solidification of Al-Mg-Si. *Acta. Met*. 48(15) : 3951–3962, 2000.
- [Fargeas, 2002] S. Fargeas et S. Fréchinnet. Prédiction des structures de grains durant la solidification dirigée de superalliages en fonderie. *Conférence Matériaux 2002*.
- [Feuer, 1977] U. Feuer and R. Wunderlin: Report No. 38/677, DGM, Oberursel, Germany, pp. 75–80, 1977.
- [Fisher, 1966] J.C. Fisher, référencé par B. Chalmers. Principes de la solidification. Wiley, New York. P 105. 1966
- [Fix, 1983] G.J. Fix. in *Free Boundary Problems: Theory and Applications*, Ed. A. Fasano and M. Primicerio, p. 580, Pitman (Boston, 1983).
- [Gandin, 1993] Ch A Gandin, M. Rappaz and R. Tintillier. Three Dimensional Probabilistic Simulation of Solidification Grain Structures: Application to Superalloy Precision Castings. *Metall. Trans. A*. 24 : 467, 1993.

- [Gandin, 1994] Ch.-A. Gandin and M. Rappaz. A Coupled Finite Element - Cellular Automaton Model for the Prediction of Dendritic Grain Structures in Solidification Processes. *Acta. Metall. Mater.* 42:2233-2246, 1994.
- [Gandin, 1995] Ch. A. Gandin, R.J. Schaefer, M; Rappaz. Analytical and numerical predictions of dendritic grain envelopes. *Acta. Mater.* 44: 3339-3347, 1995.
- [Gandin, 1996] Ch.-A. Gandin, R. J. Schaefer and M. Rappaz. Analytical and Numerical prediction of dendritic grain envelopes. *Acta Materialia*. N°8, 44:3339-3347, 1996.
- [Gandin, 1997] Ch.-A. Gandin and M. Rappaz. A 3D cellular automaton algorithm for the prediction of dendritic grain growth. *Acta Materialia*. N°5, 45:2187-2195, 1997.
- [Gandin, 1999] Ch.-A. Gandin, J.-L. Desbiolles, M. Rappaz, Ph. Thevoz. A three-Dimensional Cellular Automaton-Finite Element Model for the prediction of solidification grain structures. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 30A:3153-3165, December 1999.
- [Gandin, 2000] Ch.-A. Gandin. From Constrained to Unconstrained Growth during Directional Solidification. *Acta Mater.* 48 :2483–501, 2000.
- [Gandin, 2008] Ch.-A. Gandin, S. Mosbah, Th. Volkman, D.M. Herlach. Experimental and numerical modeling of equiaxed solidification in metallic alloys. *Acta Materialia* 56:3023-3035, 2008.
- [Ganesan, 2005] M. Ganesan, D. Dye and P.D. Lee. A Technique for Characterizing Microsegregation in Multicomponent Alloys and Its Application to Single-Crystal Superalloy Castings *Metall. Mat. Trans. A*. 36(8) : 2191 – 2203, 2005.
- [Glicksman, 2011] M. E. Glicksman. Principles of Solidification: an introduction to modern Casting and Crystal Growth Concepts. Springer Science + Business Media, 2011.
- [Goldschmidt, 1992] D. Goldschmidt, U. Paul and P.R. Sahm. Porosity clusters and recrystallization in Single-Crystal components. *The Minerals, Metals and Materials Society*. 155-164, 1992.
- [Guillemot, 2004] G. Guillemot, Ch.-A. Gandin, H. Combeau and R. Heringer. A new cellular automaton - finite element coupling scheme for alloy solidification. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. 12 545–556, 2004.
- [Guillemot, 2007] G. Guillemot, Ch.-A. Gandin, M. Bellet. Interaction between single grain solidification and macrosegregation : Application of a cellular automaton – Finite element model. *Journal of Crystal Growth*. 303:58-68, 2007.
- [Gulliver, 1922] G. H. Gulliver. *Metallic Alloys*. Charles Griffin, London, 1922.
- [Hesselbarth, 1991] H.W. Hesselbarth et I.R. Göbel. Simulation of Recrystallization by Cellular Automata. *Acta Metallurgica* 39 :2135-2143, 1991.
- [Horvay, 1961] G. Horvay, J. W. Cahn. *Acta Metallurgica* 9:695. 1961
- [Hunt, 1979] J.D. Hunt, *Solidification and Casting of Metals*, The Metal Society, London, p. 3, 1979.
- [Hunt, 1996] J.D. Hunt, S.Z. Lu. Numerical modeling of cellular array growth: Spacing and structure predictions. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 27:611-623, 1996.
- [Hunziker, 2001] O. Hunziker. Theory of Plane Front and Dendritic Growth in multicomponent alloys. *Acta Materialia*. 49: 4191-4203, 2001.

- [Hunziker, 2001] O. Hunziker. Theory of Plane Front and Dendritic Growth in multicomponent alloys. *Acta Materialia*. 49: 4191-4203, 2001.
- [Ivantsov, 1947] G. P. Ivantsov. *Doklady Akademii Nauk SSSR*. 58:695, 1947.
- [Kattamis, 1965] T. Z. Kattamis and M. C. Flemings, Dendrite Morphology, Microsegregation and homogenization of 4340 Low Alloy Steel. *Trans. TMS-AIME*. 233 :992, 1965.
- [Kattamis, 1967] T.Z. Kattamis, J.C. Couchlin and M.C. Flemings. *Trans. of Met. Soc. of AIME*. 239:1504 – 1511, 1967.
- [Kattner, 1996] U. R. Kattner, W. J. Boettinger et S.R. Coriell. Application of Lukas' Phase Diagram Programs to Solidification Calculations of Multicomponent Alloys. *Z. Metallkd.* 87:522-528, 1996.
- [Kim, 1999] S. G. Kim, W. T. Kim and T. Suzuki. Phase-field model for binary alloys. *Physical Review E*. 60(6) : 7186-7197, 1999.
- [Kim, 2000] Y. Kim, N. Goldenfeld and J. Dantzig. Computation of dendritic microstructures using a level set method. *Phys. Rev. E*. 62:2471-2474, 2000
- [Kim, 2004] S.G. Kim, W.T. Kim, T. Suzuki and M. Ode. Phase-field modeling of eutectic solidification. *Journal Of Crystal Growth*. 261(1) : 135-158, 2004.
- [Kirkaldy, 1987] J. S. Kirkaldy and D. J. Young. Diffusion in the condensed State. The Institute of Metals, 1987, 527p.
- [Kobayashi, 2003] H. Kobayashi, M. Ode, S. G. Kim and T. Suzuki. Phase-field model for solidification of ternary alloys coupled with thermodynamic database. *Scripta Materialia*. 48(6) :689-694, 2003.
- [Kurz, 1981] Kurz W, Fisher JD. Dendrite growth at the limit of stability: tip radius and spacing. *Acta Metallurgica*. 29:11-20, 1981.
- [Kurz, 1986] W. Kurz, B. Giovanola, R. Trivedi. Theory of microstructural development during rapid solidification. *Acta Metallurgica*. N°5, 34: 823-830, 1986.
- [Kurz, 1998] W. Kurz and D. J. Fisher. Fundamentals of solidification. Trans Tech Publications LTD. 1998.
- [Lacaze, 1996] J. Lacaze, G. Lesoult et I. Ansara, dans Aluminium Alloys : their Physical and Mechanical Properties. 171 (Zurich, Trans. Tech. Pub., ICAA5), 1996.
- [Langer, 1978] J.S. Langer and H. Muller-Krumbhaar. Theory of Dendritic Growth - I. Elements of a Stability Analysis. *Acta Metallurgica*. 26:1687, 1978.
- [Langer, 1986] J.S. Langer, Models of pattern formation in first-order phase transitions, in Directions in Condensed Matter Physics p. 165, Ed. G. Grinstein and G. Mazenko, World Scientific, Singapore, (1986).
- [Lesoult, 1986] G. Lesoult. Cristallisation et microstructures, solidification. *Techniques de l'Ingénieur*. M58 : 1-28, 1986.
- [Lesoult, 2010] G. Lesoult. Thermodynamique des matériaux : De l'élaboration des matériaux à la genèse des microstructures. Presses Polytechniques et universitaires romandes. Traité des matériaux 5. 2010.
- [Lipton, 1987] J. Lipton, W. Kurz and R. Trivedi. Rapid Dendrite Growth in Undercooled Alloys. *Acta Metallurgica* 35 : 957, 1987.

- [Lorbiecka, 2009] A.Z. Lorbiecka and B. Šarler. Point automata method for prediction of grain structure in the continuous casting of steel. *3rd International Conference of Simulation and Modelling of Metallurgical Processes in Steelmaking, Steelsim 2009*. ASMET, Leoben, Austria, 192-197, 2009.
- [Lorbiecka, 2009] A.Z. Lorbiecka, R. Vertnik, H. Gjerkeš; G. Manojlović; B. Senčič; J. Cesar and B. Šarler. Numerical modelling of Grain Structure in Continuous Casting of Steel. *Computers, Materials & Continua*. 8(3):195-208, 2009.
- [Lorbiecka, 2011] A. Z. Lorbiecka and B. Sarler. Point Automata Method for Dendritic Growth. Chapter 9 of *Cellular Automata-Innovative Modelling for science and Engineering* by A. Salcido. Intech, April 2011.
- [Lu, 2007] S.Z. Lu and S. Liu. The growth of single Cell / Dendrite in a Directional Solidification Process. *Metall. and Mater. Trans. A*.38(7): 1378-1387, 2007.
- [Mangelink, 2011] N. Mangelink-Noël, J. E. Spinelli, Ch.-A. Gandin, G. Reinhart, H. Nguyen-Thi and B. Billia. A method to determine the active particle nucleation undercooling distribution in a refined alloy. *Conférence ICASP*, 2011.
- [Mehrabian, 1970] R. Mehrabian and M.C. Flemings. Macrosegregation in Ternary Alloys. *Metall. Trans.* 1:455-464, 1970.
- [Meyer ter Vehn, 1996] M. Meyer ter Vehn, D. Dedecke, U. Paul, P.R. Sahm. Undercooling related casting defects in single crystal turbine blades. *The Minerals, Metals and Materials Society*. 471-479, 1996.
- [Mosbah, 2010] S. Mosbah, M. Bellet and Ch.-A. Gandin. Experimental and Numerical Modeling of Segregation in Metallic Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 41A :651-669, 2010.
- [Mullins, 1964] W.W. Mullins, R. F. Sekerka. Stability of a planar Interface during Solidification of a dilute binary alloy. *Journal of Applied Physics*. 35:444, 1964.
- [Nash, 1974] G.E. Nash and M.E. Glicksman. Theory of Dendritic Growth - 11. Instabilities in the Limit of Vanishing Surface Tension. *Acta Metallurgica*. 22:1283, 1974.
- [Nastac, 1999] L. Nastac. Numerical modeling of solidification morphologies and segregation patterns in cast dendritic alloys. *Acta Mater*. 47 (17), 4253–4262, 1999.
- [NR, 2007] Numerical Recipes: The Art of Scientific Computing. Third Edition. 1256pp. Cambridge University Press, 2007.
- [Osher, 1988] S. Osher and J.A. Sethian. Fronts Propagating with Curvature-Dependent Speed: Algorithms Based on Hamilton--Jacobi Formulations. *Journal of Computational Physics*. 79 : 12-49, 1988.
- [Osher, 2001] S. Osher and R.P. Fedkiw. Level Set Methods: An Overview and Some Recent Results. *J. of Comp. Phys*. 169:463-502, 2001.
- [Papapetrou, 1935] A. Papapetrou. *Z. Kristall*. 92:89, 1935.
- [Press, 2007] W. H. Press, S. A. Teukolsky, W. T. Vetterling, B. P. Flannery, Numerical Recipe, The art of scientific computing, Third Edition, Cambridge University Press, 2007.
- [Ramirez, 2005] J.C. Ramirez, C. Beckermann. Examination of binary alloy free dendritic growth theories with a phase-field model. *Acta Metallurgica*. 53 : 1721–1736, 2005.

- [Rappaz, 1987] M. Rappaz, Ph. Thevoz. Solute diffusion-model for equiaxed dendritic growth. *Acta Metallurgica*. 35:1487-1497, 1987.
- [Rappaz, 1989] M. Rappaz. Modeling of Microstructure Formation in Solidification Processes. *Int. Mater. Rev.* 34 : 93-123, 1989.
- [Rappaz, 1993] M Rappaz and Ch A. Gandin. *Acta Metallurgica*. 41 345–60, 1993.
- [Rappaz, 1999] M. Rappaz, W. J. Boettinger. On dendritic solidification of multicomponent alloys with unequal liquid diffusion coefficients, *Acta Materialia*. N°11, 47: 3205-3219, 1999.
- [Scheil, 1942] E. Scheil. *Z. Metallkd.* 34:70, 1942.
- [Schneider, 1997] M.C. Schneider, J.P. Gu, C. Beckermann, W.J. Boettinger and U.R. Kattner. Modeling of Micro-/Macrosegregation and Freckle Formation in Single-Crystal Nickel-Base Superalloy Directional Solidification. *Met. Mat. Trans. A*. 28 :1517 – 1531, 1997.
- [Schneider, 1997] M.C. Schneider, J.P. Gu, C. Beckermann, W.J. Boettinger and U.R. Kattner. *Met. Mat. Trans. A*. 28 : 1517 – 1531 , 1997.
- [Snecma -1] Note interne Snecma, YQGC/00003, 2008
- [Snecma-2] Note interne Snecma, YKOG n°3458/1995
- [Spencer, 2007] P.J. Spencer. A brief history of CALPHAD. *Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*. 32 : 1-8, 2008.
- [Spittle, 1995] J.A. Spittle and S.G.R. Brown. A cellular automaton model of steady state columnar dendritic growth in binary alloys. *J.Mater. Sci.*. 30 :3989-3994, 1995.
- [Thermo-Calc] Thermo-Calc Software. MOBNI2. TCS Ni-Alloys Mobility Database. Nickel-based superalloys. www.thermocalc.se.
- [Thévoz, 1988] Ph. Thévoz. Modélisation de la solidification dendritique équiaxe. *Thèse Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne*, CH, 1988.
- [Tiller, 1953] W. A. Tiller, K. A. Jackson, J. W. Rutter and B. Chalmers. The redistribution of solute atoms during the solidification of metals. *Acta Metallurgical*. 428-37, 1953.
- [Tourret, 2009-1] D. Tourret, Ch.-A. Gandin. A generalized segregation model for concurrent dendritic, peritectic and eutectic solidification. *Acta Materialia*. 57:2066, 2009.
- [Tourret, 2009-2] D. Tourret. Modélisation de cinétiques de transformations multiples dans les alliages métalliques. *Thèse Mines-ParisTech*. 2009.
- [Tourret, 2011] D. Tourret, Ch.-A. Gandin, T. Volkman, D.M. Herlach. Multiple non-equilibrium phase transformations: Modeling versus electro-magnetic levitation experiment. *Acta Materialia*. V59 I11:4665-4677, 2011.
- [Trivedi, 1984] R. Trivedi, Interdendritic spacings. A comparison of theory and experiment. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 15 : 977-982, 1984.
- [Trivedi, 1994] R. Trivedi and W. Kurz. Solidification microstructures: a conceptual approach. *Acta Materialia*. N°1, 42:15-23, 1994.
- [Turnbull, 1950] D. Turnbull. Kinetics of heterogeneous nucleation. *Journal of Chemical Physics*. 18:198-203, 1950.

- [Wang, 1993-a] C. Y. Wang, C. Beckermann. A unified solute diffusion model for columnar and equiaxed dendritic alloy solidification. *Materials Science and Engineering*. A171: 199-211, 1993.
- [Wang, 1993-b] C. Y. Wang, C. Beckermann. A Multiphase Solute Diffusion Model for dendritic Alloy Solidification. *Met.Trans.A*. 24A: 2787, December 1993.
- [Yang, 2005] X. Yang, D. Ness, P.D. Lee, N. D'Souza. Simulation of stray grain formation during single crystal seed Melt-back and initial withdrawal in the Ni-base superalloy CMSX4. *Material Science and Engineering*. A413-414 : 571- 577, 2005.
- [Zhan, 2008] X. Zhan, Y. Wei, Z. Dong. Cellular automaton simulation of grain growth with different orientation angles during solidification process. *Journal of Materials Processing Technology*. 208(1-3) :1-8, November 2008.
- [Zhang H., 2010] H. Zhang, Ch.-A. Gandin, H. Ben Hamouda, D. Tournet, K. Nakajima, J. He. Prediction of Solidification Paths for Fe-C-Cr Alloys by a Multiphase Segregation Model coupled to thermodynamic equilibrium calculations. *ISIJ International*. N°12, 50:1859-1866, 2010.
- [Zhang, 2006] R. Zhang, T. Jing, W. Tie and B. Liu. Phase-field simulation of solidification in multicomponent alloys coupled with thermodynamic and diffusion mobility databases. *Acta Materialia*. 54(8) :2235-2239, 2006.
- [Zollinger, 2011] J. Zollinger, D. Dalloz. On the sampling methodology to characterize microsegregation. *Material Characterization*. 62 :1058-1065, 2011.
- [Kessler, 1986] D.A. Kessler, J. Koplik, H. Levine. Steady-state dendritic crystal growth. *Physical Review A*. 33:3352-3357, 1986.
- [Mullis, 2011] A.M. Mullis. Prediction of the operating point of dendrites growing under coupled thermosolutal control at high growth velocity. *Physical Review E*. 83: 061601, 2011.

Annexes

Annexe 1

Mesures expérimentales et analyses EBSD

A1.1. Mesures expérimentales

Dans cette partie, nous présentons les différentes mesures effectuées durant l'expérience de la trempe en cours de solidification et qui ont permis, par la suite, de choisir les données du modèle de microségrégation. La Figure A1-1 montre les trois courbes interpolées et utilisées par le modèle pour la comparaison quantitative des chemins de solidification. Il s'agit des mesures de température effectuées par le thermocouple échantillon au cours de la trempe. Les mesures correspondent aux expériences B1, B2 et B3. Sur les trois courbes de température, nous remarquons la présence d'un changement de pente au dessous de la température de liquidus qui témoigne d'un refroidissement dans un domaine complètement pâteux. Etant donné que le modèle s'intéresse à la solidification dans la zone pâteuse, nous avons fait le choix d'imposer la pente correspondante au domaine pâteux pour chacune des prédictions quantitatives.

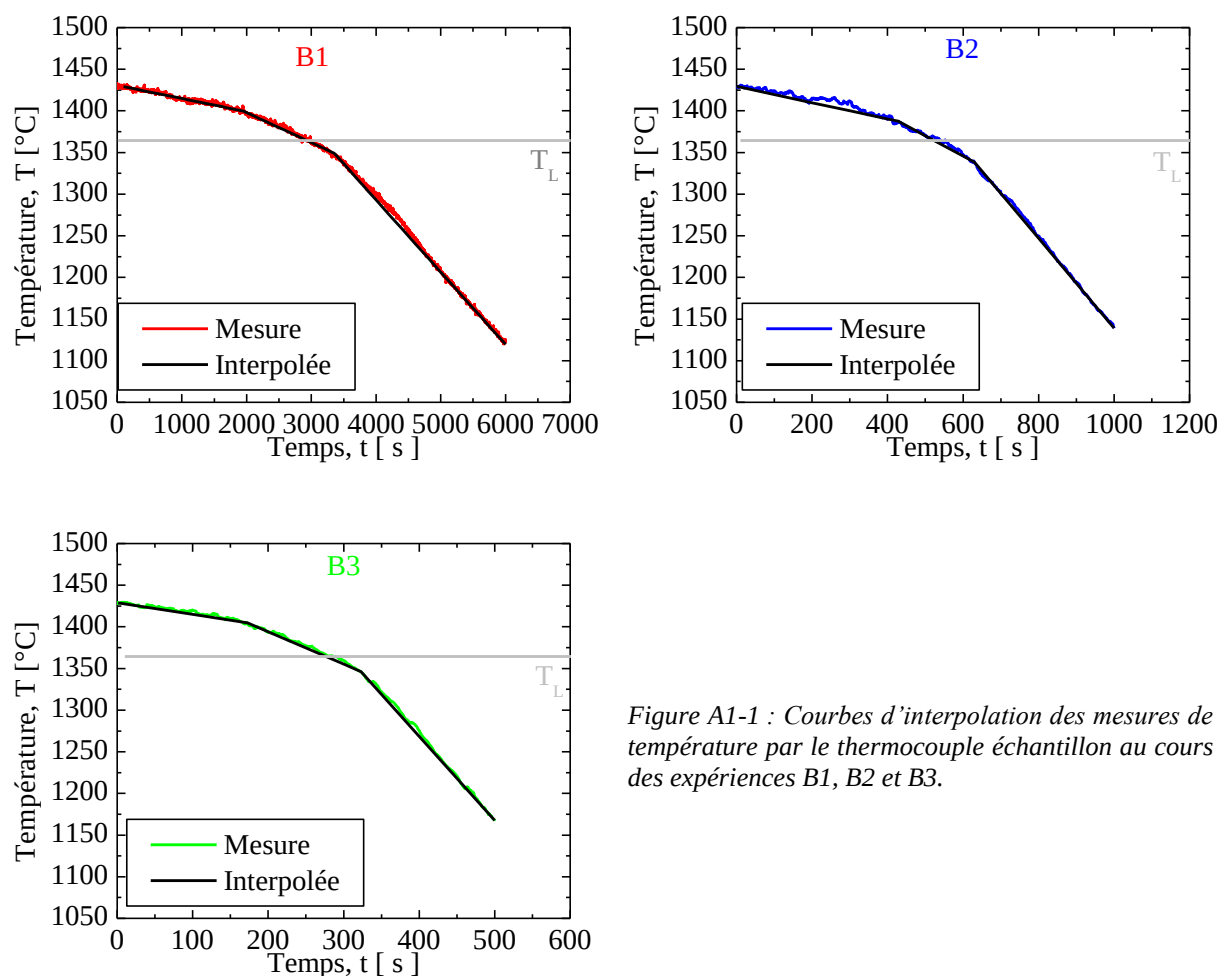
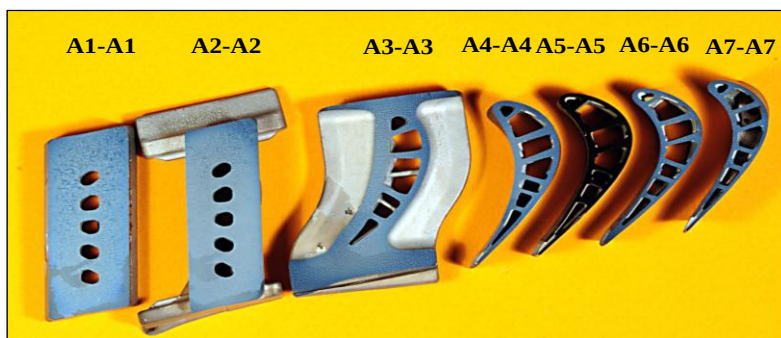
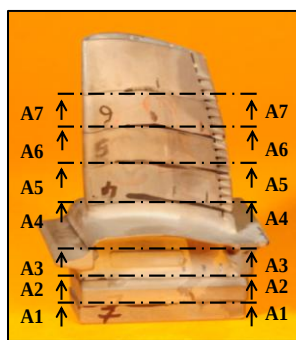


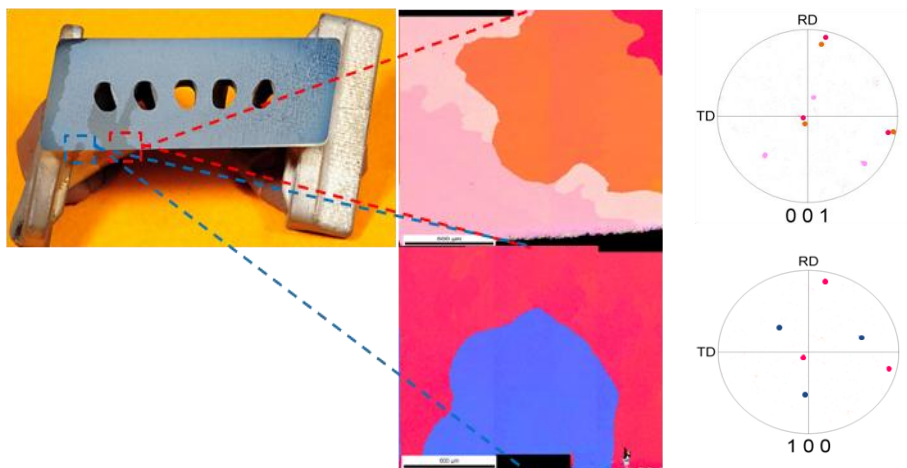
Figure A1-1 : Courbes d'interpolation des mesures de température par le thermocouple échantillon au cours des expériences B1, B2 et B3.

1.2. Analyses EBSD

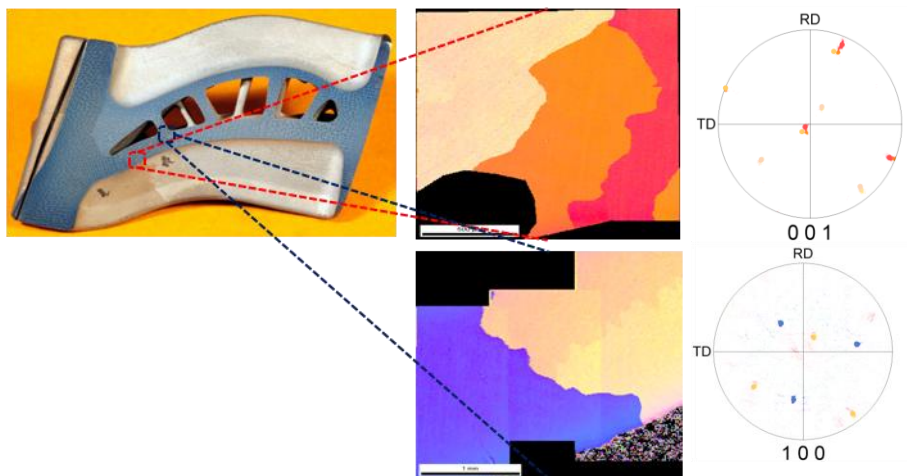
Les analyses EBSD ont été effectuées sur toutes les coupes transversales des deux aubes de turbine présentées dans la section 2.2 de ce rapport. Cependant, vue l'importance de la surface des coupes de la pièce, nous avons fait des analyses EBSD locales en suivant les frontières des grains. Cela a permis d'interpréter la croissance des grains et essayer d'expliquer l'origine du défaut.



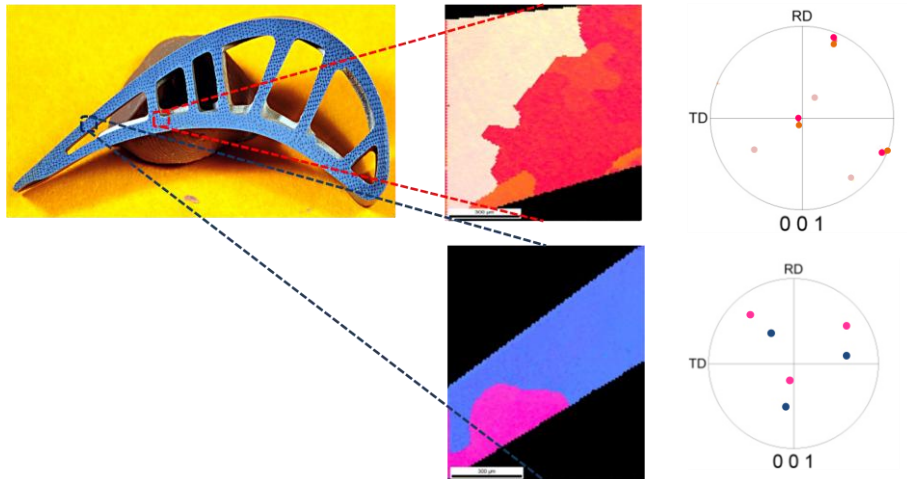
A2-A2



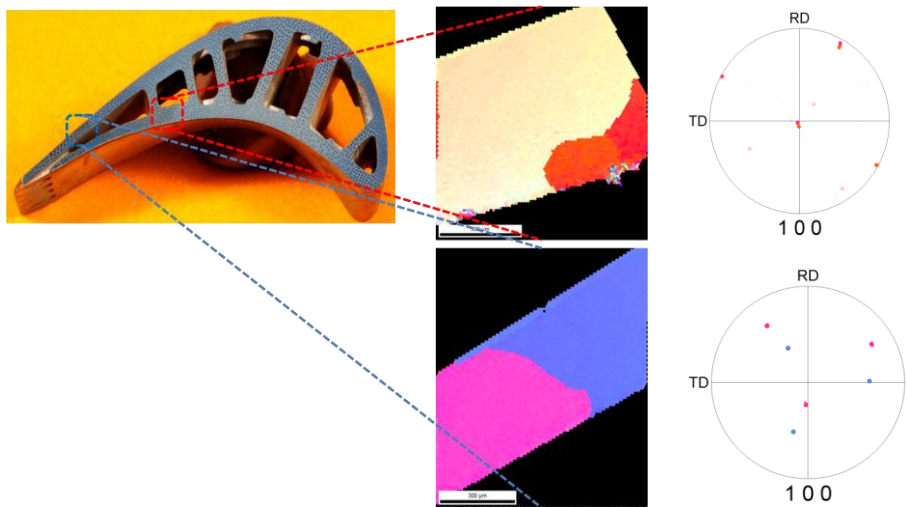
A3-A3



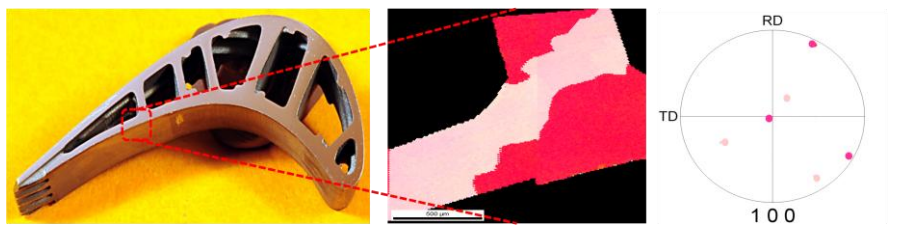
A4-A4



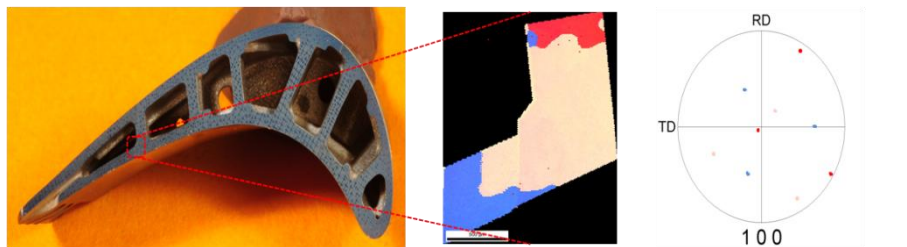
A5-A5

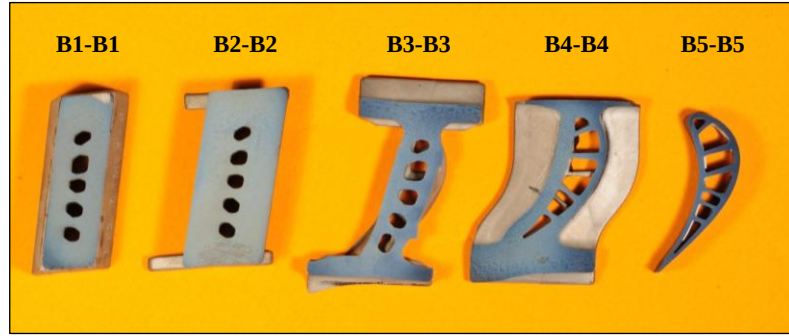
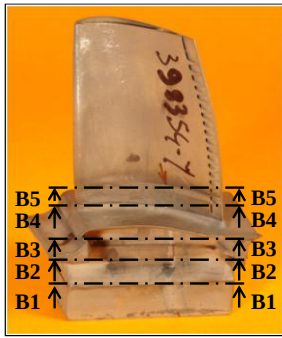


A6-A6

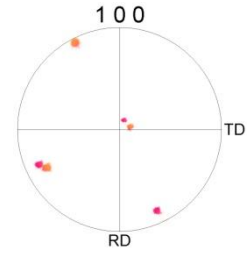
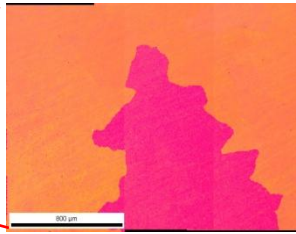
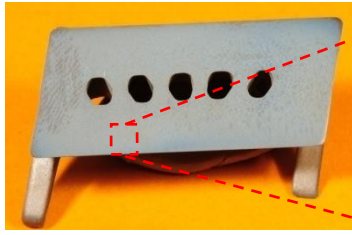


A7-A7

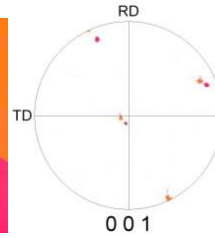
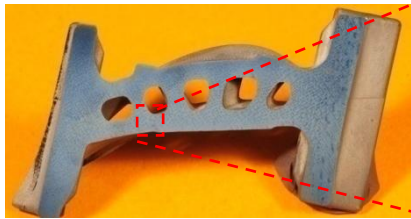




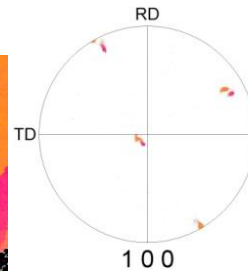
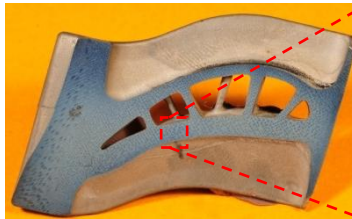
B2-B2



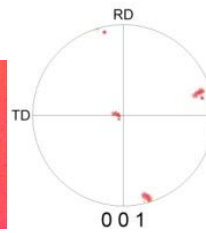
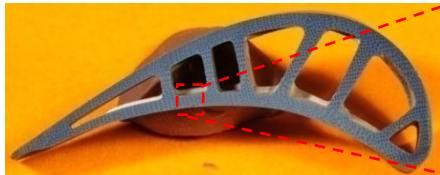
B3-B3



B4-B4



B5-B5



Annexe 2

Formulation des longueurs de diffusion

A2.1. Profil de composition parabolique

Les profils de composition dans le solide $s^{(1)}$ et le liquide interdendritique $l^{(1)}$ obéissent chacun à une équation parabolique [Tourret, 2009].

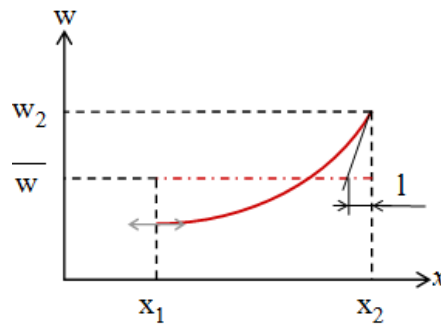


Figure A2. 1 : Profil de composition parabolique sur un intervalle $[x_1, x_2]$ vérifiant deux conditions aux limites : une dérivée nulle en x_1 et une composition connue en x_2 .

Soit une fonction parabolique $w(x)$ définie sur un intervalle $[x_1, x_2]$ comme illustré sur la Figure A2. 1 :

$$w(x) = a x^2 + b x + c \quad (\text{A2.1})$$

a , b et c sont des constantes à déterminer en imposant des conditions aux limites au profil. Deux conditions aux limites sont imposées :

$$\frac{dw}{dx}(x_1) = 2 a x_1 + b = 0 \quad (\text{A2.2})$$

$$w(x_2) = a x_2^2 + b x_2 + c = w_2 \quad (\text{A2.3})$$

La longueur de diffusion est définie par :

$$l = \frac{w_2 - \overline{w}}{-\left.\frac{\partial w}{\partial x}\right|_{x_2}} \quad (\text{A2.4})$$

La composition moyenne $\overline{w}$ est calculée par la relation :

$$\begin{aligned}\overline{w} &= \frac{1}{x_2 - x_1} \int_{x_1}^{x_2} w(u) du = \frac{1}{x_2 - x_1} \int_{x_1}^{x_2} a u^2 + b u + c du \\ &= c + \frac{a}{3} (x_2^2 - 2 x_1 x_2 - 2 x_1^2)\end{aligned}\quad (A2.5)$$

En utilisant les relations (A2.2), (A2.3) et (A2.5), l'expression (A2.4) de la longueur de diffusion l devient :

$$l = \frac{\frac{2a}{3} (x_2 - x_1)^2}{2a(x_2 - x_1)} = \frac{1}{3} (x_2 - x_1) \quad (A2.6)$$

La relation (A2.6) représente l'expression générale de la longueur de diffusion correspondant à un profil parabolique sur un intervalle $[x_1, x_2]$ vérifiant une dérivée nulle en x_2 .

La longueur de diffusion d'un soluté i dans le solide $s^{(1)}$, au niveau de l'interface $s^{(1)}/l^{(1)}$, vérifie l'expression (A2.6) sur un domaine vérifiant :

$$(x_1 - x_2) = \frac{g^{s^{(1)}} \lambda_2}{g^{(1)} 2} \quad \rightarrow \quad l_i^{s^{(1)}/l^{(1)}} = \frac{g^{s^{(1)}} \lambda_2}{g^{(1)} 6} \quad (A2.7)$$

Pour le liquide interdendritique $l^{(1)}$, la longueur de diffusion vérifie :

$$(x_1 - x_2) = \frac{g^{l^{(1)}} \lambda_2}{g^{(1)} 2} \quad \rightarrow \quad l_i^{l^{(1)}/s^{(1)}} = \frac{g^{l^{(1)}} \lambda_2}{g^{(1)} 6} \quad (A2.8)$$

A2.2. Profil de composition sur une interface mobile

Le profil de composition sur une interface mobile est développé afin de calculer la longueur de diffusion au niveau de la frontière qui sépare les deux liquides interdendritique et extradendritique. Selon la croissance modélisée, la frontière est soit sphérique (croissance équiaxe) soit cylindrique (croissance colonnaire). Pour chacun des deux cas, le profil est calculé à partir d'une résolution de l'équation différentielle de diffusion dans des systèmes de coordonnées différents.

A2.2.1. Croissance sphérique

L'équation de diffusion d'un soluté i s'écrit dans un système de coordonnées sphérique liée à un repère fixe :

$$\frac{\partial w_i}{\partial t} = \frac{D_i^l}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left(r^2 \frac{\partial w_i}{\partial r} \right) = D_i^l \left(\frac{\partial^2 w_i}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial w_i}{\partial r} \right) \quad (\text{A2.9})$$

En liant le repère à une interface mobile, de vitesse v , l'équation de diffusion devient :

$$\frac{d w_i}{d t} = \frac{d^2 w_i}{d r^2} + \left(\frac{v}{D_i^l} + \frac{2}{r} \right) \frac{d w_i}{d r} \quad (\text{A2.10})$$

En régime quasi-stationnaire, la dérivée temporelle de l'équation devient nulle et on obtient :

$$\frac{d^2 w_i}{d r^2} / \frac{d w_i}{d r} = - \left(\frac{v}{D_i^l} + \frac{2}{r} \right) \quad (\text{A2.11})$$

En procédant par double intégration sur la solution $w_i(r)$, on a :

$$\frac{d w_i(r)}{d r} = \exp \left(\int - \left(\frac{v}{D_i^l} + \frac{2}{r} \right) dr \right) = \frac{A}{r^2} \exp \left(- \frac{v}{D_i^l} r \right) \quad (\text{A2.12})$$

$$w_i(r) = \int \frac{A}{r^2} \exp \left(- \frac{v}{D_i^l} r \right) dr \quad (\text{A2.13})$$

A est une constante d'intégration. En appliquant une intégration par partie sur l'expression (A2.13), on obtient :

$$w_i(r) = - \frac{A}{r} \exp \left(- \frac{r v}{D_i^l} \right) - \int \frac{A v}{r D_i^l} \exp \left(- \frac{r v}{D_i^l} \right) dr \quad (\text{A2.14})$$

On fait un changement de variable en posant $u = r v / D_i^l$:

$$w_i(r) = - \frac{A}{r} \exp \left(- \frac{r v}{D_i^l} \right) - \frac{A v}{D_i^l} \int \frac{\exp(-u)}{u} du \quad (\text{A2.15})$$

Ainsi, la fonction $u \rightarrow \int \frac{\exp(-u)}{u} du$ représente une primitive de la fonction $u \rightarrow \frac{\exp(-u)}{u}$.

D'autre part, l'intégrale première $E_1(u)$ est définie par :

$$E_1(u) = \int_u^\infty \frac{\exp(-t)}{t} dt \quad (\text{A2.16})$$

Alors, sa dérivée s'écrit :

$$d E_1(u)/d u = - \exp(-u)/u \quad (\text{A2.17})$$

Ce qui permet de déduire que la fonction $u \rightarrow -E_1(u)$ est une primitive de la fonction $u \rightarrow \frac{\exp(-u)}{u}$. Le profil s'écrit alors :

$$w_i(r) = A \left(-\frac{1}{r} \exp\left(-\frac{r v}{D_i^l}\right) + \frac{v}{D_i^l} E_1\left(\frac{r v}{D_i^l}\right) \right) + B \quad (A2.18)$$

On introduit la constante d'intégration $C = A v / D_i^l$, la solution de l'équation de diffusion devient :

$$w_i(r) = B - C \left(\frac{\exp\left(-\frac{r v}{D_i^l}\right)}{\frac{r v}{D_i^l}} - E_1\left(\frac{r v}{D_i^l}\right) \right) \quad (A19)$$

Pour déterminer les constantes d'intégration B et C, deux conditions aux limites sont imposées :

La composition à la frontière à $w_i^{l^{(0)}/l^{(1)}}$:

$$w_i(R^{(1)}) = B - C \left(\frac{\exp\left(-\frac{R^{(1)} v}{D_i^l}\right)}{\frac{R^{(1)} v}{D_i^l}} - E_1\left(\frac{R^{(1)} v}{D_i^l}\right) \right) = w_i^{l^{(0)}/l^{(1)}} \quad (A2.20)$$

La composition moyenne du liquide $\langle w_i^{l^{(0)}} \rangle^{l^{(0)}}$:

$$\frac{1}{\frac{4}{3} \pi (R_1^3 - R_0^3)} \int_{R_0}^{R_1} w_i(r) 4\pi r^2 dr = \langle w_i^{l^{(0)}} \rangle^{l^{(0)}} \quad (A2.21)$$

R_0 et R_1 sont respectivement le rayon intérieur et extérieur définissant la zone liquide $l^{(0)}$.

Pour calculer l'intégrale dans la condition (A2.21), on procède d'abord par un changement de variable $u = (v / D_i^l) r$:

$$\langle w_i^{l^{(0)}} \rangle^{l^{(0)}} = B - \frac{C}{\frac{1}{3} (R_1^3 - R_0^3)} \left(\frac{D_i^l}{v} \right)^3 \int_{\frac{R_0 v}{D_i^l}}^{\frac{R_1 v}{D_i^l}} - \left(u \exp(-u) - u^2 E_1(u) \right) du \quad (A2.22)$$

Ensuite, on fait une double intégration par partie pour calcul l'intégrale de la fonction $u \rightarrow u^2 E_1(u)$:

$$\begin{aligned} \int -u^2 E_1(u) du &= -\frac{u^3}{3} E_1(u) - \int \frac{u^3}{3} \frac{\exp(-u)}{u} du = -\frac{u^3}{3} E_1(u) - \int \frac{u^2}{3} \exp(-u) du \\ &= -\frac{u^3}{3} E_1(u) + \frac{u^2}{3} \exp(-u) - \boxed{\int \frac{2}{3} u \exp(-u) du} \end{aligned} \quad (A2.23)$$

Par suite :

$$\begin{aligned} \int \left(u \exp(-u) - u^2 E_1(u) \right) du &= \int u \exp(-u) du - \frac{u^3}{3} E_1(u) + \frac{u^2}{3} \exp(-u) - \\ &\int \frac{2}{3} u \exp(-u) du = -\frac{u^3}{3} E_1(u) + \frac{u^2}{3} \exp(-u) + \frac{1}{3} \int u \exp(-u) du \end{aligned} \quad (A2.24)$$

Par intégration par partie sur la fonction $u \rightarrow u \exp(u)$, on obtient :

$$\int u \exp(-u) du = -u \exp(-u) - \int -\exp(-u) du = -u \exp(-u) - \exp(-u) \quad (A2.25)$$

Ce qui permet de simplifier l'expression (A2.24) :

$$\int \left(u \exp(-u) - u^2 E_1(u) \right) du = -\frac{u^3}{3} E_1(u) + (u^2 - u - 1) \frac{\exp(-u)}{3} \quad (A2.26)$$

Le résultat de l'expression (A2.26) est ensuite utilisé dans la relation (A2.21) pour donner:

$$\langle w_i^{(0)} \rangle^{(0)} = B - \frac{C}{\frac{1}{3}(-R_1^3 - R_0^3)} \left(\frac{D_i^l}{v} \right)^3 \left[-\frac{u^3}{3} E_1(u) + (u^2 - u - 1) \frac{\exp(-u)}{3} \right]_{\frac{R_0 v}{D_i^l}}^{\frac{R_1 v}{D_i^l}} \quad (A2.27)$$

En développant l'expression (A2.27) et en introduisant les nombres de Peclet $Pe_{i0} = R_0 v/D_i^l$ et $Pe_{i1} = R_1 v/D_i^l$, on obtient :

$$\begin{aligned} \langle w_i^{(0)} \rangle^{(0)} &= B - \frac{A}{Pe_e^3 - Pe_i^3} \\ &\left[\left(-Pe_{i1}^2 - Pe_{i1} - 1 \right) \exp(-Pe_{i1}) - \left(-Pe_{i0}^2 - Pe_{i0} - 1 \right) \exp(-Pe_{i0}) - Pe_{i1}^3 E_1(Pe_{i1}) + Pe_{i0}^3 E_1(Pe_{i0}) \right] \end{aligned} \quad (A2.28)$$

D'autre part :

$$-\left. \frac{\partial w}{\partial r} \right|_{R_0} = -\frac{\partial}{\partial r} \left(B - C \left(\frac{\exp\left(-\frac{r v}{D_i^l}\right)}{\frac{r v}{D_i^l}} - E_1\left(\frac{r v}{D_i^l}\right) \right) \right)_{R_0} = C \frac{v}{D_i^l} \frac{\partial}{\partial u} \left(\frac{\exp(-u)}{u} - E_1(u) \right)_{Pe_{i0}} \quad (A2.29)$$

$$-\left. \frac{\partial w}{\partial r} \right|_{R_0} = -C \frac{v}{D_i^l} \frac{\exp(-Pe_{i0})}{Pe_{i0}^2} \quad (A2.30)$$

Pour déterminer la longueur de diffusion dans le domaine liquide en avant de la frontière mobile, on utilise les expressions (A2.19), (A2.28) et (A2.30) dans l'expression (A2.4). On obtient :

$$l_i^{l(0)/l(1)} = \frac{w_i^{l(0)/l(1)} - \langle w_i^{l(0)} \rangle^{l(0)}}{-\left. \frac{\partial w_i}{\partial r} \right|_{R_0}} \quad (A2.31)$$

$$l_i^{l(0)/l(1)} = -\frac{R^{(1)}}{Pe_{i0}^3 - Pe_{i1}^3} \left[\left(Pe_{i0}^3 - Pe_{i1}^2 - Pe_{i1} - Iv(Pe_{i1}) Pe_{i0}^3 \right) - \left(Pe_{i0}^2 - Pe_{i0} - 1 - Iv(Pe_{i0}) Pe_{i0}^2 \right) \frac{\exp(-Pe_{i0})}{\exp(-Pe_{i1})} Pe_{i1} \right] \quad (A2.32)$$

Avec $E_1(u) = (Iv(u)/u) \exp(-u)$ où Iv est la fonction d'Ivantsov.

L'identité des deux expressions a été établie à l'aide du logiciel de calcul formel Maple 10. L'expression (A2.32) peut être simplifiée dans les cas limites. En effet, lorsque $Pe_{i0} \rightarrow 0$, $Iv(Pe_{i0}) \rightarrow 0$, la longueur de diffusion a une valeur indéterminée. Pour lever cette indétermination, on procède par développement limité au voisinage de ($R_0 = 0$) des fonctions E_1 et $\exp$:

$$\exp(x) = 1 + x + \frac{x^2}{2} + \varepsilon(x^3) \quad (A2.33)$$

$$E_1(x) = -\gamma - \ln(x) + \varepsilon(x) \quad (A2.34)$$

Donc

$$\begin{aligned} l_i^{l(0)/l(1)} &= \frac{R_0^4}{R_1^3 - R_0^3} \frac{1}{Pe_{i0}^3} \left[-Pe_{i1}^3 - Pe_{i0}^2 - Pe_{i0} + Pe_{i0} + Pe_{i0}^2 + \frac{1}{2} Pe_{i0}^3 - \frac{3}{2} Pe_{i1}^3 + \varepsilon(Pe_{i0}^4) \right] \\ &= \frac{R_0^4}{R_1^3 - R_0^3} \frac{1}{Pe_{i0}^3} \left(\frac{R_1^3}{R_0^3} - \frac{3}{2} \frac{R_1^2}{R_0^2} + \frac{1}{2} \right) Pe_{i1}^3 + \varepsilon(Pe_{i0}) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
&= \frac{R_0}{R_1^3 - R_0^3} \left(R_1^3 - \frac{3}{2} R_1^2 R_0 + \frac{1}{2} R_0^3 \right) + \varepsilon(Pe_{i0}) \\
&= \frac{R_0}{R_1^3 - R_0^3} \left(R_1^3 - R_i^3 - \frac{3}{2} R_1^2 R_0 + \frac{3}{2} R_0^3 \right) + \varepsilon(Pe_{i0})
\end{aligned} \tag{A2.35}$$

D'où :

$$l_i^{(0)/l^{(1)}}(R_0 \rightarrow 0) = R_0 \left(1 - \frac{3}{2} R_0 \frac{R_1^2 - R_0^2}{R_1^3 - R_0^3} \right) + \varepsilon(Pe_{i0}) \tag{A2.36}$$

A2.2.2. Croissance cylindrique

Dans un système de coordonnées cylindriques lié à un repère fixe, l'équation de diffusion d'un soluté i dans le liquide s'écrit :

$$\frac{\partial w_i}{\partial t} = \frac{D_i^l}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial w_i}{\partial r} \right) = D_i^l \left(\frac{\partial^2 w_i}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial w_i}{\partial r} \right) \tag{A2.37}$$

Dans le cas d'un repère lié à une interface mobile de vitesse v et sous l'hypothèse d'un régime quasi-stationnaire, l'équation (A2.37) devient :

$$\frac{d w_i}{dt} = \frac{d^2 w_i}{dr^2} + \left(\frac{v}{D_i^l} + \frac{1}{r} \right) \frac{d w_i}{dr} = 0 \tag{A2.38}$$

On intègre le profil de composition du soluté i, $w_i(r)$:

$$\frac{d^2 w_i}{dr^2} / \frac{d w_i}{dr} = - \left(\frac{v}{D_i^l} + \frac{1}{r} \right) \tag{A2.39}$$

$$\frac{d w_i(r)}{dr} = \frac{A}{r} \exp \left(- \frac{v}{D_i^l} r \right) \tag{A2.40}$$

$$w_i(r) = \int \frac{A}{r} \exp \left(- \frac{v}{D_i^l} r \right) dr = A \int \frac{\exp \left(- \frac{v}{D_i^l} r \right)}{\frac{v}{D_i^l} r} dr \tag{A2.41}$$

D'où :

$$w_i(r) = B - C E_1 \left(\frac{v}{D_i^l} r \right) \tag{A2.42}$$

A, B et C sont des constantes d'intégration telles que $C = Av/D_i^l$.

Les conditions aux limites utilisées sont :

La composition à la frontière à $w_i^{l(0)/l(1)}$:

$$w(R_0) = B - A E_1(Pe_{i0}) = w_i^{l(0)/l(1)} \quad (A2.43)$$

La composition moyenne du liquide $\langle w_i^{l(0)} \rangle^{l(0)}$:

$$\frac{1}{\pi (R_1^2 - R_0^2)} \int_{R_0}^{R_1} w(r) 2\pi r dr = \langle w_i^{l(0)} \rangle^{l(0)} \quad (A2.44)$$

Calculons l'intégrale dans l'équation (A2.44). On fait d'abord un changement de variable $u = (v / D_i^l) r$. L'équation devient :

$$\begin{aligned} \langle w_i^{l(0)} \rangle^{l(0)} &= \frac{2}{Pe_{i1}^2 - Pe_{i0}^2} \int_{Pe_{i0}}^{Pe_{i1}} (B - C E_1(u)) u du \\ &= B - \frac{2C}{Pe_{i1}^2 - Pe_{i0}^2} \left[\int_{Pe_{i0}}^{Pe_{i1}} u E_1(u) du \right] \end{aligned} \quad (A2.45)$$

Pour calculer l'intégrale dans l'expression (A2.45), on procède par double intégration par partie :

$$\begin{aligned} \int u E_1(u) du &= \frac{u^2}{2} E_1(u) + \int \frac{u^2}{2} \frac{\exp(-u)}{u} du \\ &= \frac{u^2}{2} E_1(u) + \frac{1}{2} \int u \exp(-u) du \\ &= \frac{u^2}{2} E_1(u) + \frac{1}{2} \left(-u \exp(-u) + \int \exp(-u) du \right) \\ &= \frac{1}{2} (u^2 E_1(u) - u \exp(-u) - \exp(-u)) \end{aligned} \quad (A2.46)$$

Ainsi,

$$\begin{aligned} \langle w_i^{l(0)} \rangle^{l(0)} &= B - \frac{C}{Pe_{i1}^2 - Pe_{i0}^2} \\ &\quad \left(-Pe_{i1}^2 E_1(Pe_{i1}) - Pe_{i0}^2 E_1(Pe_{i0}) - (1 + Pe_{i1}) \exp(-Pe_{i1}) + (1 + Pe_{i0}) \exp(-Pe_{i0}) \right) \end{aligned} \quad (A2.47)$$

Calculons maintenant le profil de composition. Pour ce faire, on calcule la dérivée du profil à l'interface $dw_i(r)/dr|_{R_0}$:

$$-\frac{\partial w_i}{\partial r}\bigg|_{R_0} = -\frac{\partial}{\partial r}\left(B - C E_1\left(\frac{r v}{D_i^l}\right)\right)\bigg|_{R_0} = -C \frac{v}{D_i^l} \frac{\exp(-Pe_{i0})}{Pe_{i0}} \quad (A2.48)$$

D'où :

$$l_i^{l^{(0)}/l^{(1)}} = \frac{w_i^{l^{(0)}/l^{(1)}} - \langle w_i^{l^{(0)}} \rangle^{l^{(0)}}}{-\frac{\partial w_i}{\partial r}\bigg|_{R_0} \frac{D_i^l}{v} Pe_{i0}} \quad (A2.49)$$

$$= -\frac{D_i^l}{Pe_{i1}^2 - Pe_{i0}^2}$$

$$\left[-(E_1(Pe_{i1}) - E_1(Pe_{i0})) Pe_{i1}^2 \exp(Pe_{i0}) - (1 + Pe_{i1}) \exp(Pe_{i0} - Pe_{i1}) + 1 + Pe_{i0} \right]$$

En introduisant la fonction d'Ivantsov :

$$l_i^{l^{(0)}/l^{(1)}} = \frac{R_0}{Pe_{i1}^2 - Pe_{i0}^2} \left[\frac{Pe_{i1}^2}{Pe_{i0}} \text{Iv}(Pe_{i0}) - Pe_{i1} \text{Iv}(Pe_{i1}) \exp(Pe_{i1} - Pe_{i0}) + (1 + Pe_{i1}) \exp(Pe_{i1} - Pe_{i0}) - 1 - Pe_{i0} \right] \quad (A2.50)$$

Pour tenir compte du cas où $Pe_{i0} \rightarrow 0$, on fait un développement limité d'ordre 1 des fonctions E_1 et $\exp$ au voisinage de $(Pe_{i0} = 0)$. En tenant compte de la relation $E_1(u) = \frac{\text{Iv}(u)}{u} \exp(-u)$, l'équation (A2.50) devient :

$$l_i^{l^{(0)}/l^{(1)}} = \frac{R_0^3}{R_1^2 - R_0^2} \frac{1}{Pe_{i0}^2} \left[-(E_1(Pe_{i0}) - E_1(Pe_{i1})) Pe_{i1}^2 \exp(Pe_{i0}) + (1 + Pe_{i1}) \exp(Pe_{i0} - Pe_{i1}) - 1 - Pe_{i0} \right] \quad (A2.51)$$

D'où :

$$l_i^{l^{(0)}/l^{(1)}} = \frac{R_0^3}{R_1^2 - R_0^2} \frac{1}{Pe_{i0}^2} \left[-Pe_{i1}^2 \ln\left(\frac{R_{i1}}{R_0}\right) + 1 + Pe_{i0} + \frac{1}{2} Pe_{i0}^2 - \frac{1}{2} Pe_{i1}^2 - 1 - Pe_{i1} + \varepsilon (Pe_{i0}^3) \right]$$

$$= \frac{R_0^3}{R_1^2 - R_0^2} \frac{1}{Pe_{i0}^2} \left[-Pe_{i1}^2 \ln\left(\frac{R_{i1}}{R_0}\right) - \frac{1}{2} (Pe_{i1}^2 - Pe_{i0}^2) + \varepsilon (Pe_{i0}^3) \right]$$

$$= \frac{R_0^3}{R_1^2 - R_0^2} \left[R_1^2 \ln \left(\frac{R_1}{R_0} \right) - \frac{1}{2} (R_1^2 - R_0^2) + \varepsilon (Pe_{i0}^3) \right] \quad (A2.52)$$

Enfin, l'expression de la longueur de diffusion du soluté i pour des faible valeurs de Pe_{i0} est :

$$l_i^{(0)/l^{(1)}} = R_0 \left(\frac{R_1^2}{R_1^2 - R_0^2} \ln \left(\frac{R_1}{R_0} \right) - \frac{1}{2} \right) + \varepsilon (Pe_{i0}) \quad (A2.53)$$

Annexe 3

Interpolation des coefficients de diffusion

Le calcul des coefficients de diffusion dans le liquide et la phase γ a été effectué en utilisant deux bases de données en mobilité : MOBNI1 et MOBNI2. Les coefficients de diffusion sont des données du modèle et peuvent être calculés directement par couplage du modèle avec la base de données en mobilité. Cependant, ce couplage engendre un temps de calcul plus élevé du modèle. Nous avons donc implémenté un programme indépendant du modèle permettant de calculer, à chaque température et à chaque composition les coefficients de diffusion à partir d'une base de données en mobilité choisie grâce à l'interface TQ.

En absence d'une modélisation à diffusion croisée, nous sommes intéressés uniquement aux coefficients de diffusion de la diagonale de la matrice de diffusion. Un coefficient de diffusion de la diagonale pour une phase α et un soluté i obéit à la loi d'Arrhenius donnée par la relation :

$$D_i^\alpha = D_{0i}^\alpha \exp\left(\frac{-Q_i^\alpha}{R T}\right) \quad (\text{A3.1})$$

où D_{0i}^α est un préfacteur, Q_i^α est l'énergie d'activation de l'élément i et R est la constante des gaz parfaits ($R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$). Ces lois d'Arrhenius permettent de déterminer pour chaque soluté i le coefficient de diffusion D_i^α à une température donnée. Ces coefficients de diffusion doivent normalement dépendre aussi de la composition de l'alliage. Étant donné que les lois d'Arrhenius pour chaque phase sont introduites en tant que données d'entrée au modèle, nous avons supposé qu'ils ne dépendent pas de la composition des phases qui change au cours de calcul du modèle. Ces coefficients sont alors initialement calculés à la composition nominale de l'alliage. Il est aussi important de tenir compte de toutes les phases existantes dans ce domaine de température au cours du calcul de ces coefficients. En effet, en présence de toutes les phases, Thermo-Calc calcule les coefficients de diffusion de chaque phase à partir de sa composition à l'équilibre. Cela est différent du cas où on suspend la phase solide par exemple pour calculer les coefficients de diffusion dans le liquide.

Pour calculer les lois d'Arrhenius, nous avons tracé, à partir des coefficients de diffusion calculés par le programme à plusieurs températures, des courbes linéaires $\ln(D_i^\alpha) = f(1/T)$ pour chaque soluté. Ensuite, nous avons interpolé les valeurs du préfacteur D_{0i}^α et de l'énergie d'activation Q_i^α pour chaque soluté i qui diffuse dans la phase α . Les courbes obtenues pour les deux bases de données sont présentées dans la Figure A3.1.

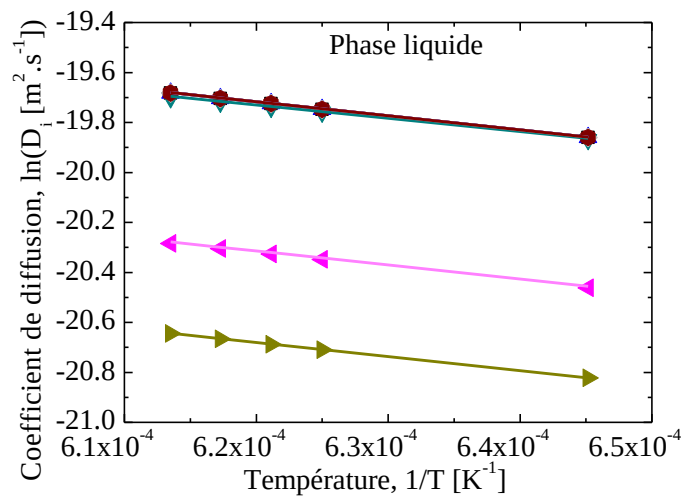
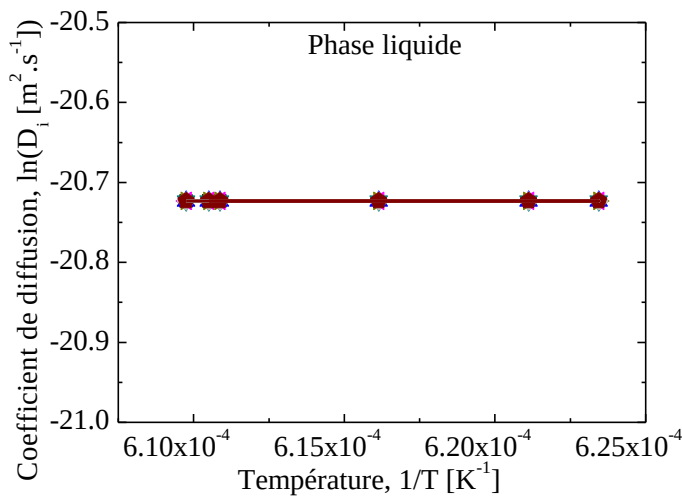
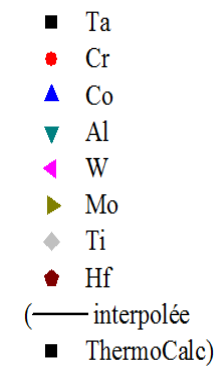
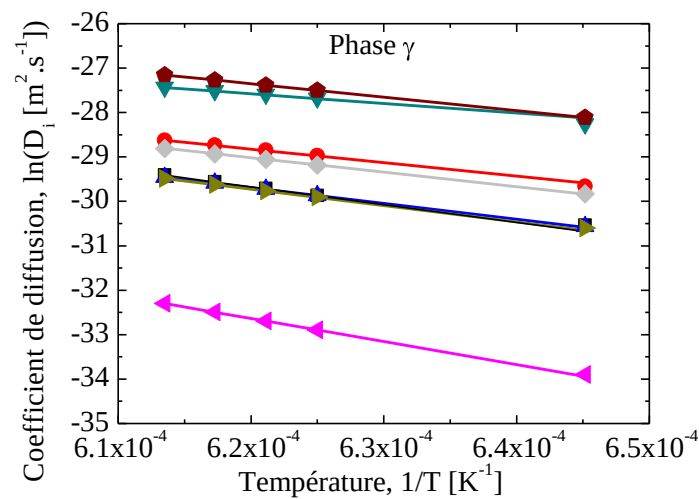
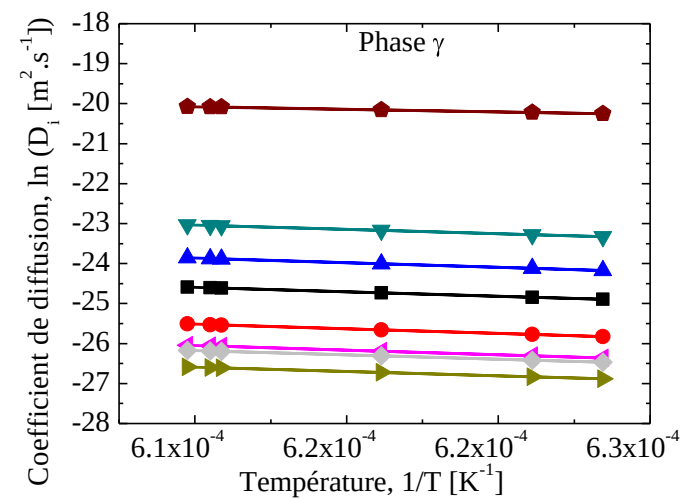


Figure A3.1 : Interpolation des lois d'Arrhenius pour chaque soluté de l'AMI dans les phases γ et liquide en utilisant deux bases de données en mobilité MOBNI1 et MOBNI2.

Annexe 4

Mise en données Procast pour le cas de la Colletterette et de l'aube de turbine

A4.1. Géométries et mise en données thermique

La mise en données thermique pour les calculs Procast de la colletterette et de l'aube de turbine est fournie par l'industriel. La Figure A4-2 montre la géométrie conçue pour la simulation de la colletterette. Il s'agit d'un prototype d'un four de type Bridgman contenant plusieurs composants jouant chacun un rôle dans le transfert thermique au cours de la solidification de la colletterette.

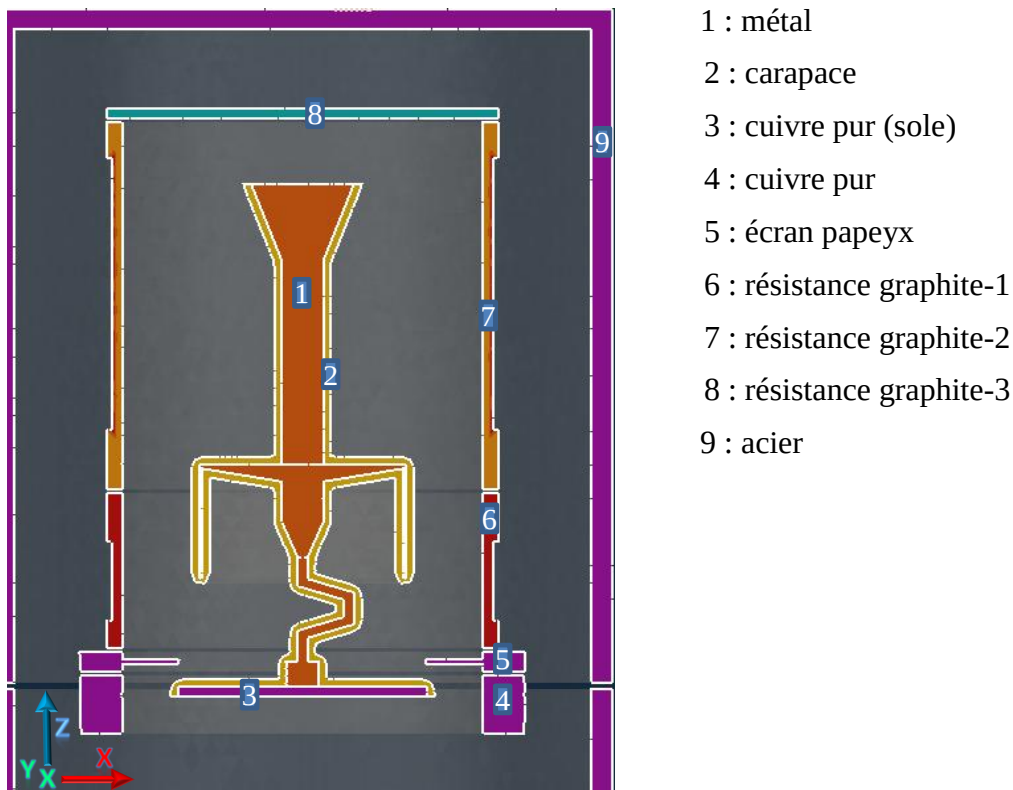


Figure A4-2: Coupe de la géométrie 3D de la colletterette selon le plan (xz)

Les différentes conditions imposées au cas de la colletterette sont données dans le tableau A3.1. Ce tableau donne les différents coefficients de transfert imposés aux composants du cas de la colletterette. Certaines données telles que le coefficient de transfert thermique sont variables en fonction de la température. Les variations sont données sur les Figure A4-3 et Figure A4-4. Enfin, la variation de la vitesse de tirage de l'ensemble {métal+carapace+sole} dans la zone de refroidissement est donnée par la Figure A4-5.

Pour le cas de l'aube de turbine, la géométrie est donnée par la Figure A4-6. Etant donné que l'élaboration de l'aube de turbine s'effectue par grappe de plusieurs aubes, la géométrie 3D de l'aube présentée montre une partie limitée à une seule aube de turbine. On remarque que le cas de l'aube contient les mêmes composants que ceux de la collerette. Les données de calcul sont également les mêmes utilisés dans le cas de la collerette (tableau A4.1).

Condition	Variable	Symbole		Unité
Convection :				
Métal-Cuivre (Sole)	Coefficient d'échange	h_{MR}	$f(T)$	$W.m^{-2}.K^{-1}$
Métal-Carapace		h_{MC}	$h(T)$	$W.m^{-2}.K^{-1}$
Carapace-Cuivre (Sole)		h_{CS}	42.5	$W.m^{-2}.K^{-1}$
Rayonnement :				
Ecran papeyx	Emissivité	e_E	0.4	-
Carapace		e_C	$3.3 \cdot 10^{-4} t+0.26$	-
Four		e_F	0.8	-
Température initiale :				
Sole	Température	T_S	20	°C(constante)
Métal		T_M	1540	
Résistance graphite-1		T_{G1}	1560	
Résistance graphite-2		T_{G2}	1530	
Résistance graphite-3		T_{G3}	1450	
Acier faible Carbone		T_a	100	°C
Ecran paypex		T_E	1000	
Cuivre pur		T_{Cu}	300	
Carapace		T_C	1520	
Acier		T_a	1000	

Tableau A4.1: Conditions aux limites imposées aux différents composants du cas de la collerette

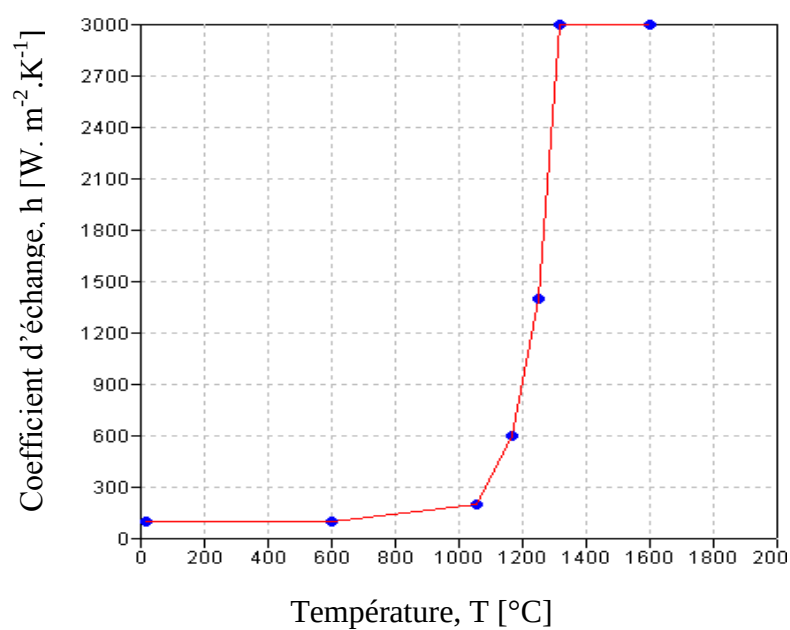


Figure A4-3: Variation $h(T)$ du coefficient d'échange par convection entre le métal et la carapace

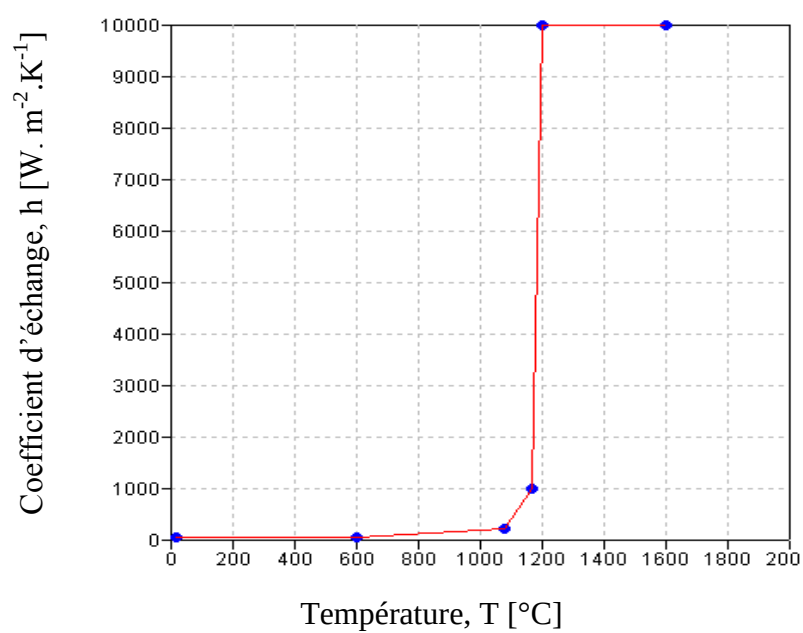


Figure A4 -4: Variation $f(T)$ du coefficient d'échange par convection entre le métal et la sole en cuivre.

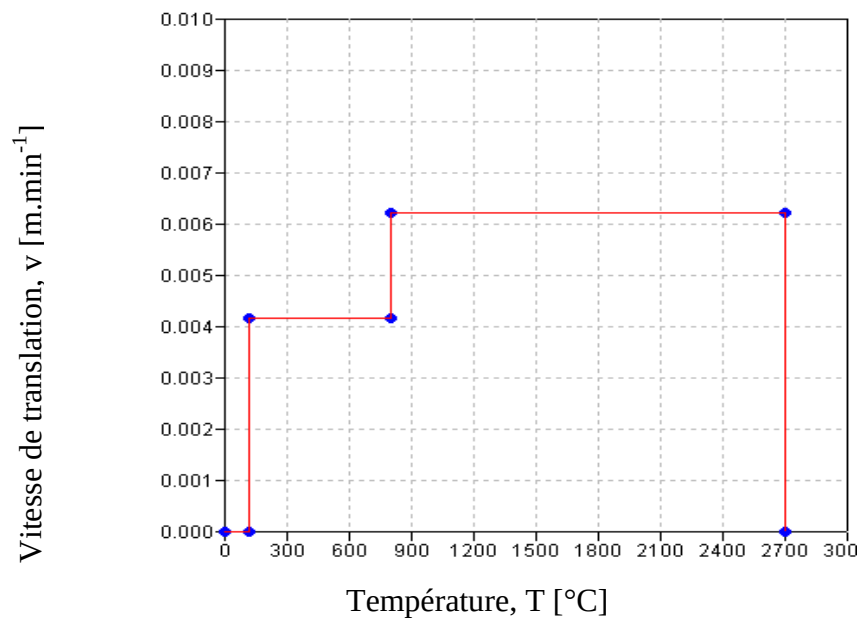


Figure A4-5: Vitesse de translation selon l'axe z imposée sur le bloc {1, 2, 3} au cours de la solidification.

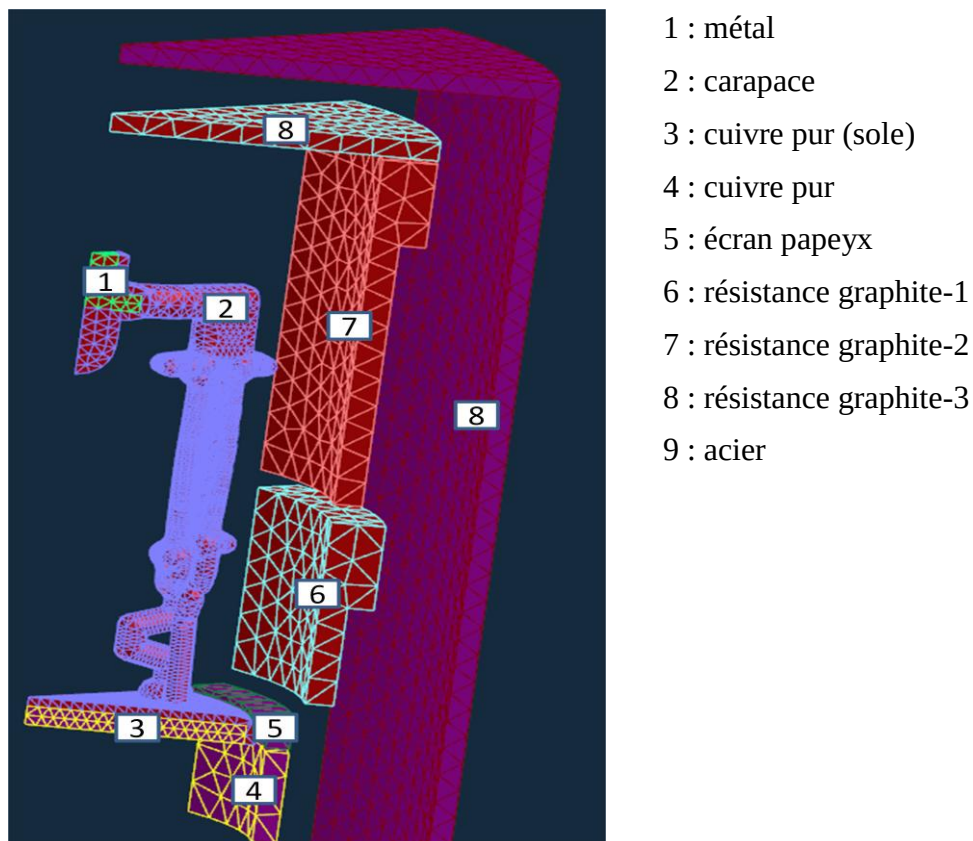


Figure A4-6: Géométrie 3D de l'aube de turbine

A4.2. Mise en données CAFE

La version Procast fournie dans le cadre de ce projet dispose d'un fichier exécutable précompilé pour le calcul élément fini pour la résolution du problème thermique. Par conséquent, l'accès à cette partie du code n'est pas autorisé. Il résulte alors que le calcul thermique et la conversion enthalpie-température n'utilisent pas le même fichier de tabulation. En effet, le calcul éléments finis résout le problème thermique en se basant sur un seul chemin de solidification et une seule courbe d'enthalpie du système en fonction de la température. A chaque opération, ce calcul retourne à l'automate la variation de l'enthalpie aux nœuds.

Comme nous avons besoin des enthalpies du solide et du liquide en fonction de la température pour la conversion enthalpie-température, nous avons tabulé un fichier indépendant baptisé « M3.txt ». Cela a permis de déduire à partir de la variation d'enthalpie les enthalpies du solide et du liquide correspondants au taux de refroidissement donnés pour chaque nœud. La structure du fichier est organisée comme indiqué ci-dessous. Il est important de noter que les tabulations devraient être introduites par ordre croissant du taux de refroidissement ($CR1 < CR_{n_{tab}}$). Aussi, pour chaque tabulation, les données sont tabulées par ordre croissant de température sur un intervalle de 0 à 2000°C.

<Nombre de tabulations n_{tab} >			
<Taux de refroidissement $CR1$ >		<Nombre de points p_{CR1} >	
<Colonne $T(CR1)$ >	<Colonne $g^S(CR1)$ >	<Colonne $\langle H^S \rangle^S(CR1)$ >	< Colonne $\langle H^L \rangle^L(CR1)$ >
.			
.			
.			
<Taux de refroidissement $CR_{n_{tab}}$ >		<Nombre de points $p_{CR_{n_{tab}}}$ >	
<Colonne $T(CR_{n_{tab}})$ >	<Colonne $g^S(CR_{n_{tab}})$ >	<Colonne $\langle H^S \rangle^S(CR_{n_{tab}})$ >	<Colonne $\langle H^L \rangle^L(CR_{n_{tab}})$ >

Exemple du fichier M3.dat :

5			
-2	60		
0	1	-2836580000	-769915307
1150	1	2457120650	3745575465
1151	0.9895	2461731888	3749508819
1195	0.9798	2664626338	3922576409
1196	0.9794	2669237575	3926509764
1215	0.9698	2756851088	4001243496
1227	0.96	2812185938	4048443748
1235	0.9507	2849075838	4079910583

1236	0.9493	2853687075	4083843937
1237	0.9479	2858298313	4087777291
1238	0.9464	2862909550	4091710646
1239	0.9449	2867520788	4095644000
1240	0.9433	2872132025	4099577354
1241	0.9416	2876743263	4103510709
1242	0.9399	2881354500	4107444063
1243	0.9381	2885965738	4111377417
1244	0.9362	2890576975	4115310772
1245	0.9343	2895188213	4119244126
1246	0.9322	2899799450	4123177480
1247	0.9301	2904410688	4127110835
1248	0.9279	2909021925	4131044189
1249	0.9256	2913633163	4134977543
1250	0.9232	2918244400	4138910898
1251	0.9208	2922855638	4142844252
1252	0.9191	2927466875	4146777606
1253	0.9178	2932078113	4150710961
1254	0.9163	2936689350	4154644315
1255	0.9149	2941300588	4158577669
1256	0.9134	2945911825	4162511024
1257	0.9119	2950523063	4166444378
1258	0.9104	2955134300	4170377732
1259	0.9088	2959745538	4174311087
1260	0.9071	2964356775	4178244441
1261	0.9055	2968968013	4182177795
1262	0.9038	2973579250	4186111150
1263	0.902	2978190488	4190044504
1264	0.9003	2982801725	4193977858
1300	0.8028	3148806275	4335578614
1319	0.7039	3236419788	4410312346
1320	0.697	3241031025	4414245701
1321	0.69	3245642263	4418179055
1322	0.6827	3250253500	4422112409
1331	0.6064	3291754638	4457512598
1340	0.5044	3333255775	4492912787
1347	0.4001	3365534438	4520446268
1352	0.3076	3388590625	4540113039
1353	0.2869	3393201863	4544046394
1354	0.2653	3397813100	4547979748
1355	0.243	3402424338	4551913102
1356	0.2197	3407035575	4555846457
1357	0.1955	3411646813	4559779811
1358	0.1703	3416258050	4563713165
1359	0.1441	3420869288	4567646520

1360	0.1168	3425480525	4571579874
1361	0.0883	3430091763	4575513228
1362	0.0586	3434703000	4579446583
1363	0.0277	3439314238	4583379937
1364	0	3443925475	4587313291
1365	0	3448536713	4591246646
1999	0	6376672525	7088926646
-1.01	33		
0	1	-2836573869	-769915000
1295	1	3144379659	4331815200
1296.9	0.979158	3153154803	4339300364
1302.15	0.956346	3177401912	4359983054
1306.8	0.931421	3198877923	4378302008
1311.64	0.900311	3221231448	4397369478
1314.57	0.878843	3234763644	4408912389
1318.31	0.848382	3252036823	4423646344
1323.16	0.80324	3274436533	4442753210
1326.39	0.769272	3289354278	4455477988
1328.72	0.742764	3300115376	4464657163
1332.55	0.694841	3317804219	4479745678
1336.09	0.645542	3334153698	4493691720
1338.32	0.611776	3344452946	4502476939
1340.25	0.580729	3353366645	4510080290
1342.27	0.546004	3362696009	4518038201
1344.4	0.507115	3372533408	4526429464
1345.82	0.479705	3379091673	4532023639
1348.16	0.43177	3389898956	4541242210
1348.26	0.429607	3390360806	4541636166
1349.88	0.393998	3397842771	4548018253
1351.81	0.349125	3406756470	4555621604
1353.74	0.301192	3415670169	4563224954
1355.58	0.252681	3424168203	4570473745
1357.41	0.200753	3432620053	4577683140
1359.78	0.127303	3443565890	4587019897
1359.88	0.123814	3444027740	4587413853
1359.98	0.120288	3444489590	4587807809
1360.09	0.116722	3444997625	4588241160
1360.19	0.113115	3445459474	4588635116
1362.46	0.0118332	3455943462	4597577918
1364	0	3463055948	4603644840
1999	0	6395801500	7105265440
-0.54	26		
0	1	-2836573869	-769915000
1300.78	1	3171074571	4354585857
1304.45	0.98162	3188024455	4369044042

1309.36	0.95266	3210701275	4388387282
1316.32	0.90003	3242846014	4415806619
1321.56	0.85108	3267046938	4436449914
1326.2	0.80032	3288476763	4454729472
1329.5	0.7598	3303717803	4467730020
1333.82	0.70043	3323669710	4484748919
1337.44	0.64474	3340388669	4499010126
1340.09	0.60022	3352627686	4509449960
1343.06	0.54612	3366344622	4521150454
1345.33	0.50161	3376828610	4530093255
1347.77	0.45065	3388097742	4539705781
1349.99	0.40093	3398350806	4548451604
1351.77	0.35852	3406571730	4555464021
1354.05	0.30121	3417101903	4564446218
1354.92	0.27827	3421119995	4567873635
1356.49	0.2353	3428371036	4574058744
1357.68	0.20134	3433867047	4578746821
1359.69	0.14122	3443150226	4586665336
1360.96	0.10008	3449015717	4591668578
1362.63	0.02145	3456728607	4598247643
1363.04	0.0011	3458622190	4599862862
1364	0	3463055948	4603644840
1999	0	6395801500	7105265440
-0.087	33		
0	1	-2836580000	-769915000
1319.82	1	3259008670	4429595079
1319.92	0.989585	3259470520	4429989035
1321.92	0.959178	3268707520	4437868155
1325.02	0.906478	3283024870	4450080791
1325.11	0.90486	3283440535	4450435352
1325.2	0.903239	3283856200	4450789912
1325.29	0.901616	3284271865	4451144472
1328.02	0.854178	3296880370	4461899471
1330.57	0.809271	3308657545	4471945349
1330.66	0.807672	3309073210	4472299910
1330.75	0.806073	3309488875	4472654470
1330.84	0.804474	3309904540	4473009030
1333.48	0.757918	3322097380	4483409469
1333.57	0.7563	3322513045	4483764029
1333.67	0.75468	3322974895	4484157985
1333.76	0.753059	3323390560	4484512546
1333.85	0.751437	3323806225	4484867106
1336.12	0.708659	3334290220	4493809907
1338.76	0.657379	3346483060	4504210346
1341.21	0.608061	3357798385	4513862268

1343.58	0.557319	3368744230	4523199025
1343.67	0.555286	3369159895	4523553585
1345.77	0.507646	3378858745	4531826661
1347.86	0.458168	3388511410	4540060342
1349.86	0.408906	3397748410	4547939462
1351.96	0.355177	3407447260	4556212538
1353.96	0.301479	3416684260	4564091658
1355.51	0.258344	3423842935	4570197976
1357.51	0.200292	3433079935	4578077096
1359.15	0.150857	3440654275	4584537974
1364	0	3463054000	4603644840
1365	0	3467672500	4607584400
1999	0	6395801500	7105265440
-0.001	44		
0	1	-2836580000	-769915000
1324	1	3278314000	4446062440
1325	1	3282932500	4450002000
1326	0.9873	3287551000	4453941560
1327	0.9668	3292169500	4457881120
1328	0.9462	3296788000	4461820680
1329	0.9253	3301406500	4465760240
1330	0.9041	3306025000	4469699800
1331	0.8828	3310643500	4473639360
1332	0.8613	3315262000	4477578920
1333	0.8395	3319880500	4481518480
1334	0.8175	3324499000	4485458040
1335	0.7952	3329117500	4489397600
1336	0.7727	3333736000	4493337160
1337	0.75	3338354500	4497276720
1338	0.727	3342973000	4501216280
1339	0.7037	3347591500	4505155840
1340	0.6802	3352210000	4509095400
1341	0.6564	3356828500	4513034960
1342	0.6323	3361447000	4516974520
1343	0.608	3366065500	4520914080
1344	0.5833	3370684000	4524853640
1345	0.5584	3375302500	4528793200
1346	0.5331	3379921000	4532732760
1347	0.5076	3384539500	4536672320
1348	0.4817	3389158000	4540611880
1349	0.4555	3393776500	4544551440
1350	0.4289	3398395000	4548491000
1351	0.402	3403013500	4552430560
1352	0.3748	3407632000	4556370120
1353	0.3471	3412250500	4560309680

1354	0.3191	3416869000	4564249240
1355	0.2908	3421487500	4568188800
1356	0.262	3426106000	4572128360
1357	0.2328	3430724500	4576067920
1358	0.2032	3435343000	4580007480
1359	0.1732	3439961500	4583947040
1360	0.1428	3444580000	4587886600
1361	0.1119	3449198500	4591826160
1362	0.0805	3453817000	4595765720
1363	0.0487	3458435500	4599705280
1364	0	3463054000	4603644840
1365	0	3467672500	4607584400
1999	0	6395801500	7105265440

Modélisation et Simulation de la structure de solidification dans les superalliages base-nickel : Application AM1

RESUME : L'alliage de première génération (AM1) est un superalliage base-nickel utilisé par la Snecma pour élaborer des aubes de turbine monocristallines de géométrie complexe capables de résister aux conditions extrêmes de température et de pression. Cependant, lors du procédé de solidification, le contrôle du flux de chaleur est difficile pour des raisons de complexité de la géométrie, de la mise en grappe des pièces ou de la cinétique de solidification de l'alliage. Par conséquent, le risque de germination parasite peut avoir lieu dans le liquide surfondu. Pour comprendre l'origine de la germination parasite, il est important d'identifier avec précision la variation des isothermes dans la pièce au cours de la solidification pour localiser les zones de surfusion critiques. Pour ce faire, nous avons prédit par simulation numérique la germination et la croissance des grains au cours de la solidification. Nous avons implémenté dans le module CAFE du code Procast un algorithme de couplage permettant de tenir compte de la transformation liquide→solide dans la résolution du problème thermique. Ce couplage a permis de prédire le phénomène de recalescence qui témoigne de la germination parasite. La conversion enthalpie→température dans ce couplage tient compte de plusieurs chemins de solidification qui dépendent du taux de refroidissement à chaque nœud du maillage éléments-finis. Ces chemins de solidification sont tabulés grâce à un nouveau modèle de microségrégation conçu pour les alliages multicomposés en solidification dendritique colonnaire et équiaxe. Ce modèle est basé sur les équations de conservation de la masse totale et de la masse des solutés moyennées sur un volume représentatif. Dans ce modèle, la diffusion des espèces chimiques est contrôlée dans toutes les phases. Le modèle est aussi couplé avec un logiciel de calcul thermodynamique et un modèle de cinétique de croissance dendritique conçu pour les alliages multicomposés. Les prédictions du modèle retrouvent d'expériences menées sur l'AM1.

Mots clés : Solidification dendritique multicomposée, CAFE, microségrégation, cinétique de croissance, AM1

Modelling and Simulation of solidification structure in nickel-based superalloys : Application AM1

ABSTRACT : AM1 is a nickel-based superalloy that Snecma relies on to elaborate single crystal turbine blades having complex geometry and high resistance to extreme conditions of temperature and pressure. However, controlling heat flux during solidification process is difficult because of many reasons such as the complex geometry, the way of clustering parts and the superalloy solidification kinetics. Consequently, stray grain nucleation can occur in the undercooling liquid. Therefore, it is important to precisely identify critical undercooled zones during solidification. To do this, a new coupling algorithm is integrated in Procast software through its CAFE module. This coupling considers liquid→solid transformation in solving thermal problem. Thus, predicted recalescence during stray grain nucleation can be observed. Enthalpy→temperature conversion is based on tabulated solidification paths depending on cooling rate computed at each Finite Element node. Solidification paths are calculated using a new microsegregation model based on total mass and solute mass conservation equations over a representative volume element. It includes both finite diffusion in phases and growth kinetics for multicomponent alloys. It is also coupled with a thermodynamic software for equilibrium computation. The microsegregation model fits experimental data provided by quenching tests on AM1 superalloy.

Keywords : Multicomponent dendritic solidification, CAFE, microsegregation, growth kinetics, AM1