



Institut Jean Lamour

Matériaux-Métallurgie-Nanosciences-Plasmas-Surfaces
UMR 7198 - CNRS – Nancy-Université – UPV-Metz

Nancy-Université
INPL

Apport des sondes électroniques pour l'étude de la Solidification d'alliages

GN MEBA – SF- μ Juin - 2009

Dominique Daloz – Institut Jean Lamour – Dpt SI2M
Gr. 302

Sommaire

- Introduction : Solidification
- Procédés d'assemblages
- Développement d'alliages
- Procédé de production de grand Volume
- Conclusion

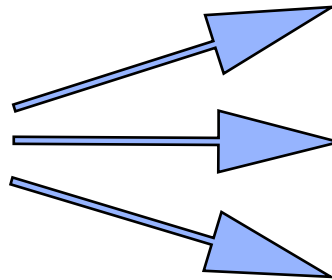
IJL - Equipe 302 « Solidification »

C. Bourgraff – H. Combeau – D. Daloz – G. Lesoult

UNE INSPIRATION :

DES THÉMATIQUES :

**QUALITÉ DES PRODUITS
MÉTALLURGIQUES
BRUTS DE COULÉE**



**HÉTÉROGÉNÉITÉS CHIMIQUES
AUX DIFFÉRENTES ÉCHELLES :
DENDRITE, GRAIN, PRODUIT**

**STRUCTURE ET TEXTURE DE
GRAINS**

PEAU

UNE DÉMARCHE :

DE L'ÉCOUTE ET DE L'OBSERVATION DANS L'USINE

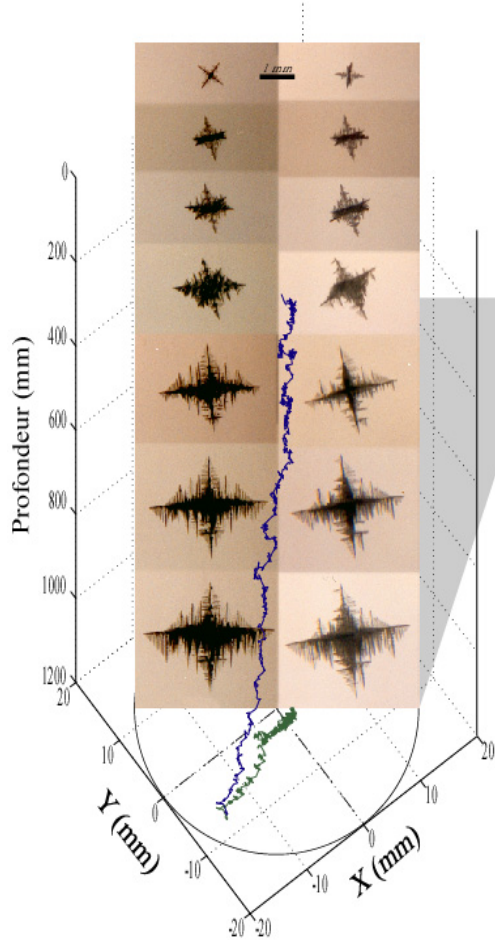
À LA PROPOSITION DE VOIES D'AMÉLIORATION DES PROCÉDÉS

EN PASSANT PAR LA MODÉLISATION PHYSIQUE, MATHÉMATIQUE ET NUMÉRIQUE

ET LA SIMULATION EXPÉRIMENTALE ORIGINALE EN LABORATOIRE

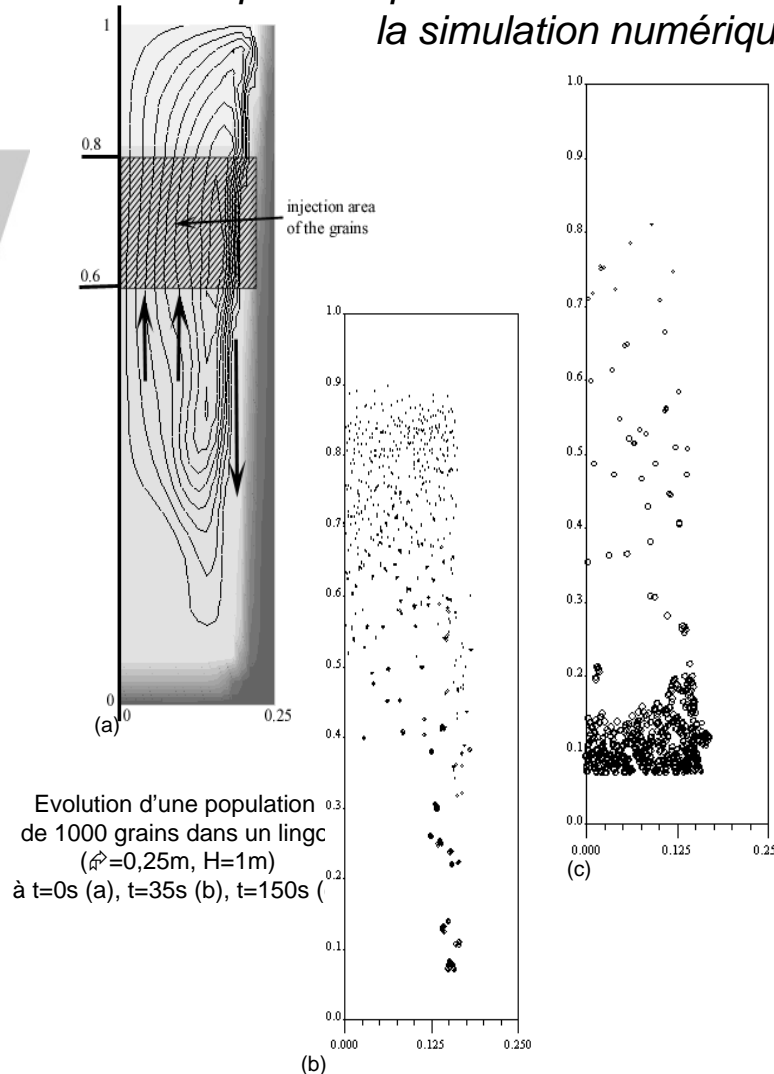
LA SOLIDIFICATION DES LINGOTS : SÉGRÉGATIONS ET STRUCTURES DE GRAINS

Du laboratoire...

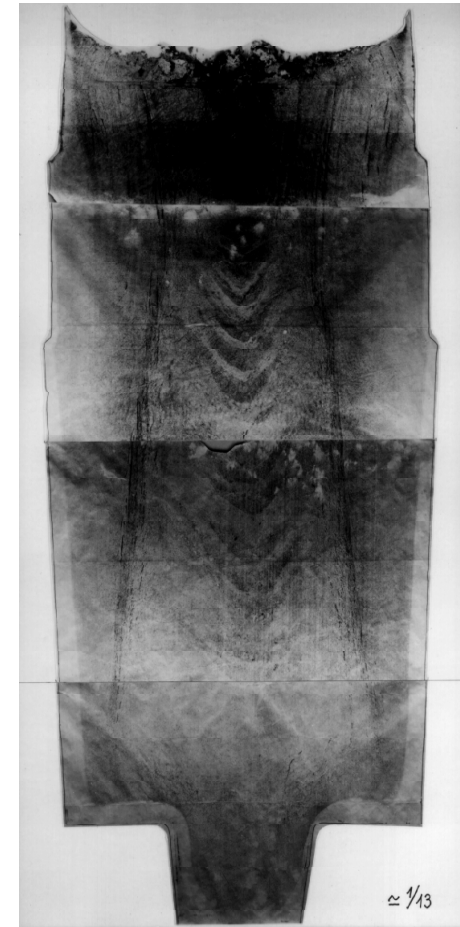


Croissance d'un cristal équiaxe NH_4Cl sédimentant dans un liquide en surfusion

en passant par
la simulation numérique



... à l'aciérie

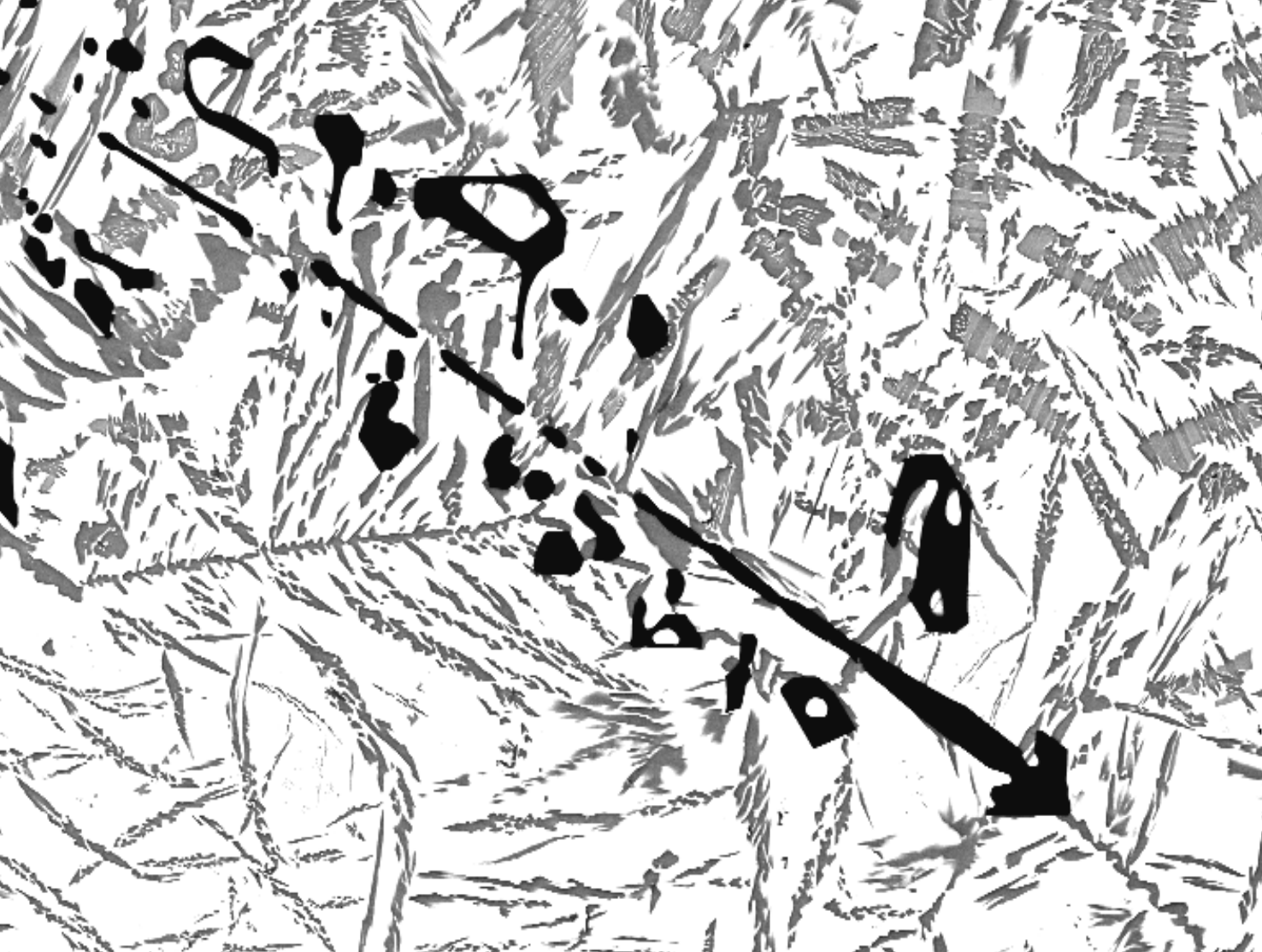


Empreinte Baumann révélant les macroségrégations dans un lingot d'acier

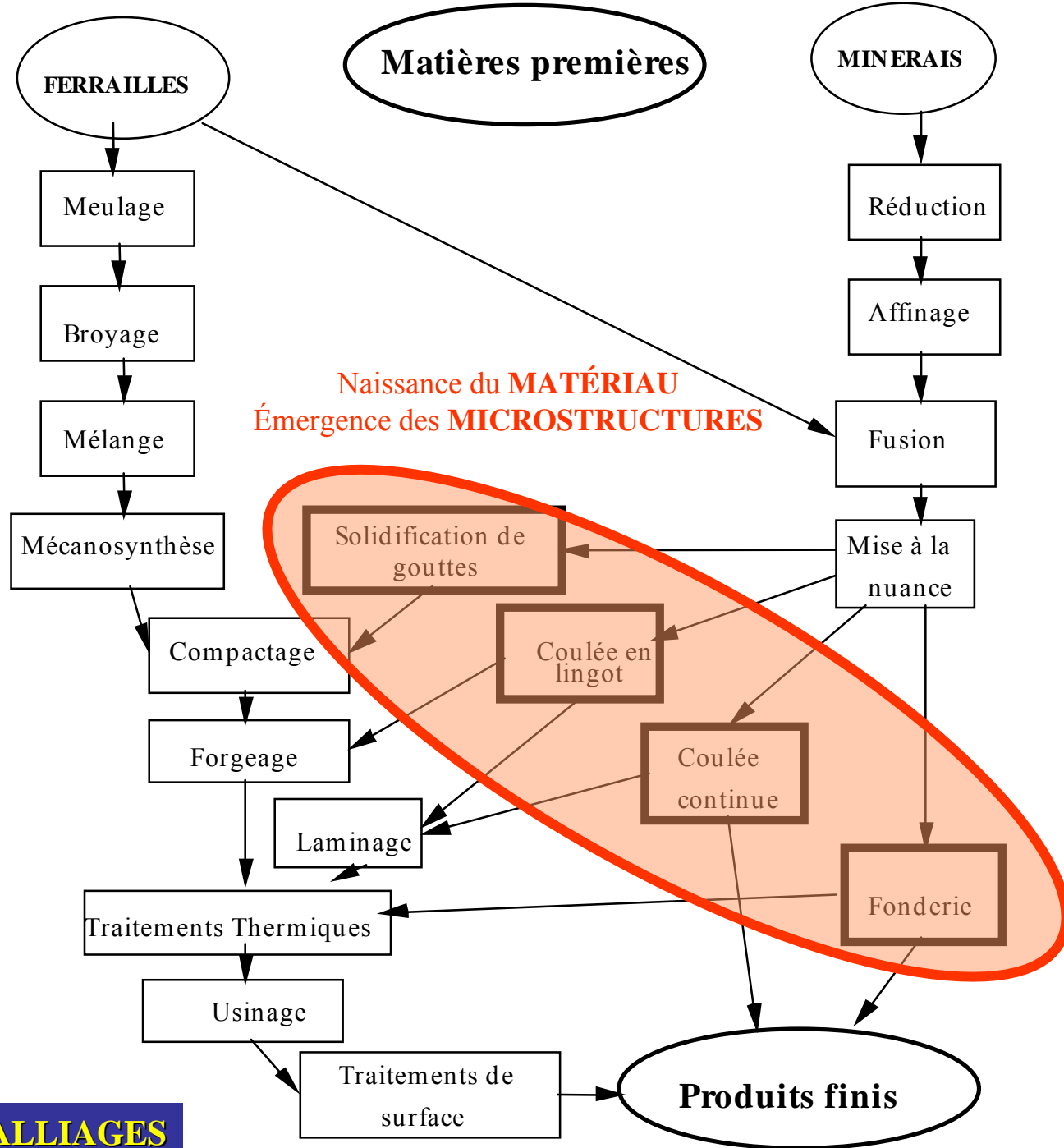
4 thèmes de recherche

- I. Mise en place des structures de solidification et des macroségrégations
- II. Evolution des structures de solidification dans des conditions thermiques non standard
- III. Solidification d'alliages en développement
- IV. Solidification sous conditions extrêmes

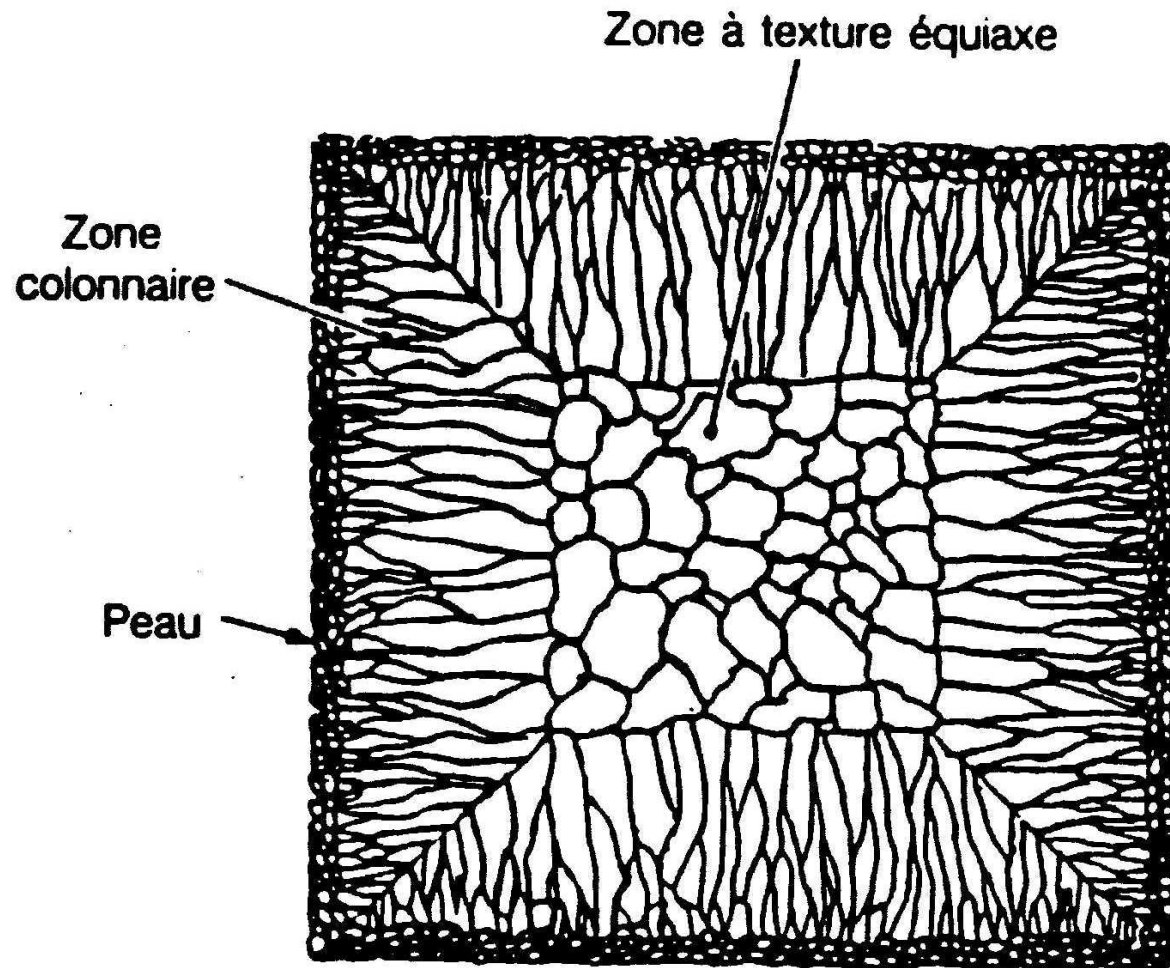
Pourquoi étudier la solidification ?



pour suivre la voie...

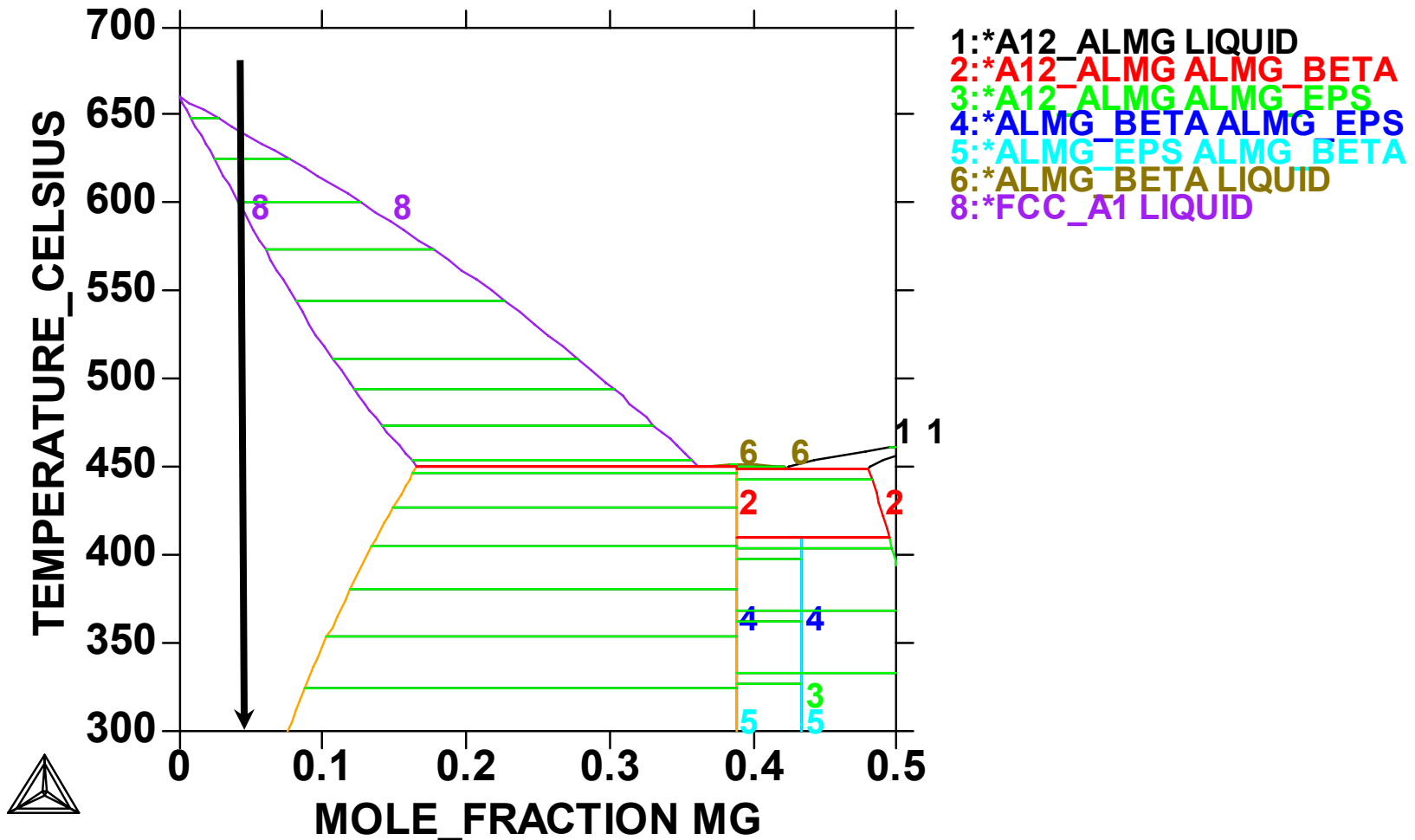


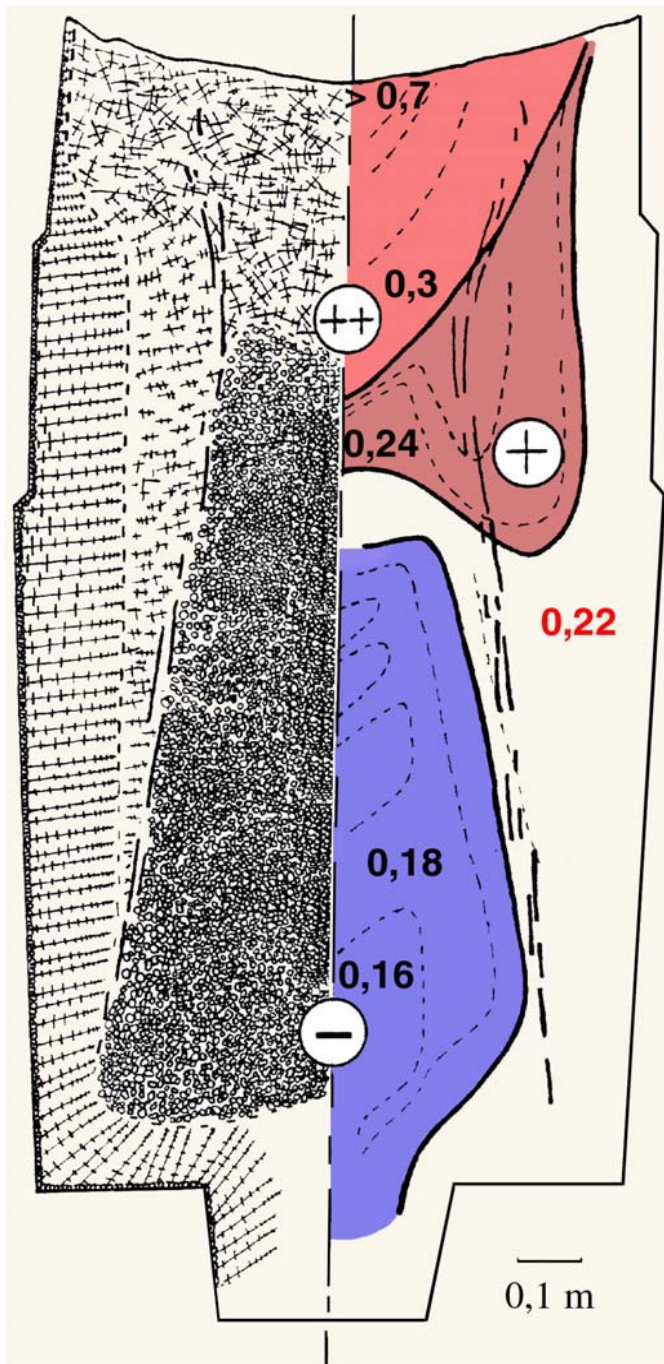
Emergence des structures





Naissance des hétérogénéités chimique : solidification hors équilibre : micro - macroségrégation





Pourquoi utiliser une sonde électronique ?

Solidification



Sondes électroniques

- Germination
- Croissances
- Grains
- Ségrégations

- Résolution Spatiale
- Profondeur de champ
- Analyse chimique
- Analyse cristallographique

Trois exemples d'applications.

1. Compréhension de procédés complexes :
Assemblage hétérogène / Fissuration
2. Développement de familles d'alliages :
Aluminiures de titane, de fer
3. Maîtrise de Procédé Industriel : Coulée-Semi continue d'aluminium

Formation des structures au cours du soudage du tantale avec l'alliage de titane TA6V

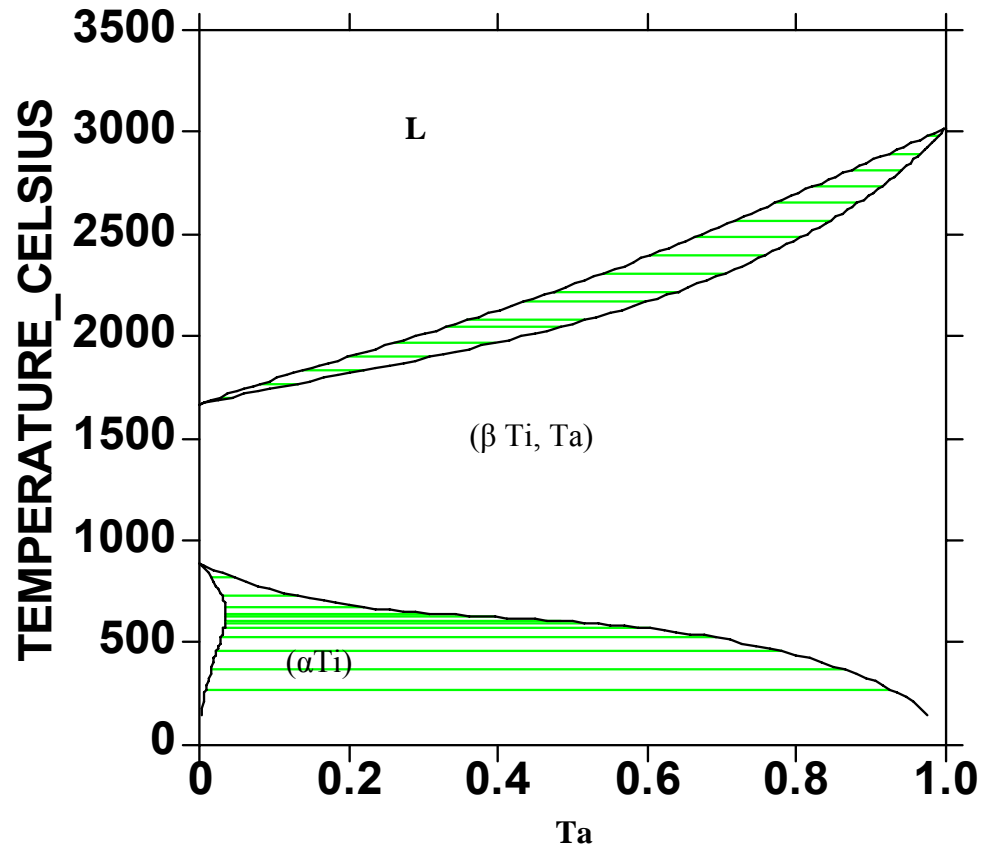
A. Malicot¹, D. Daloz², D. Grevey³, A. Mathieu³, D. Bonina², P. Naudy¹

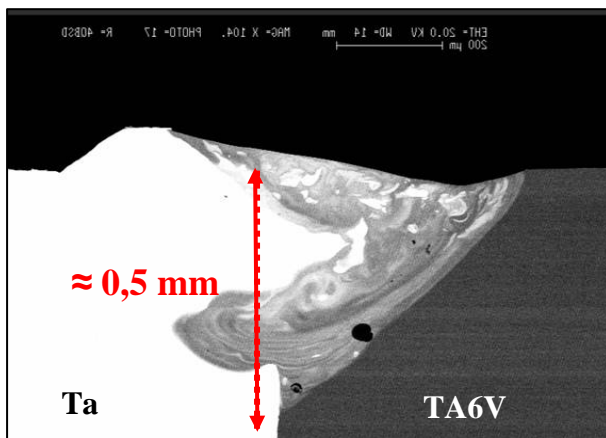
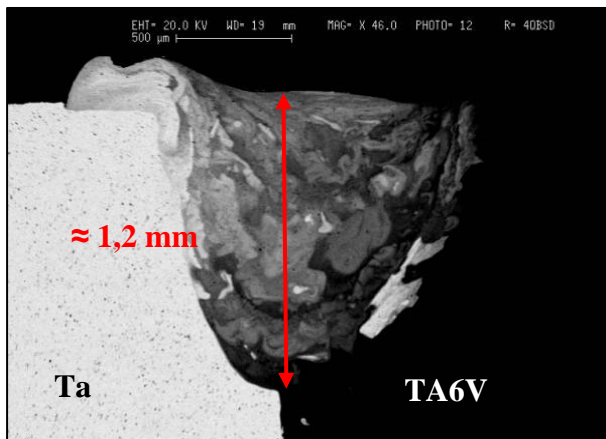
1 – CEA Valduc -21120 Is-sur-Tille

2 – Laboratoire de Science et Génie des Matériaux et de Métallurgie – UMR 7584 - INPL-UHP – Nancy
Université - Ecole des Mines – 54042 Nancy

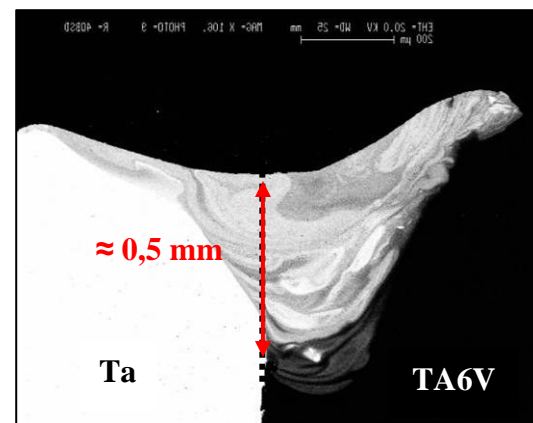
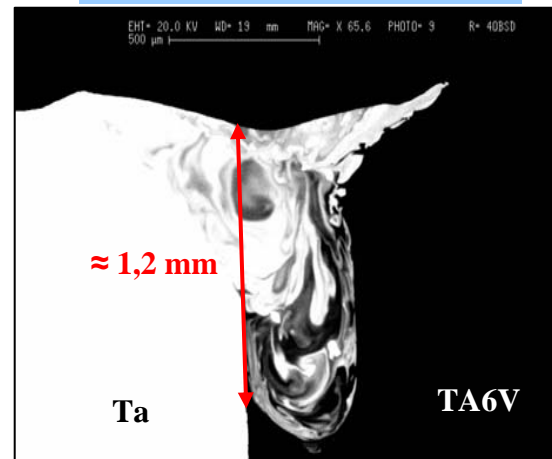
3 – Institut Carnot de Bourgogne – UMR 5209 CNRS – Université de Bourgogne 71200 Le Creusot

Compatibilité métallurgique entre le Ta et le TA6V





- ZF larges (cordon volumineux)
- Léger décalage du côté du TA6V
- $\approx 40\%$ de Ta impliqué



- ZF étroites (Cordon moins volumineux)
- Décalage plus prononcé du côté du TA6V
- $\approx 25\%$ de Ta impliqué

ZF symétriques
(axe de révolution)



Forte influence du procédé et de la paramétrie de soudage sur :

La morphologie des ZF

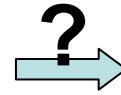
La quantité de Ta mise en jeu

1) Caractérisation des hétérogénéités majeures

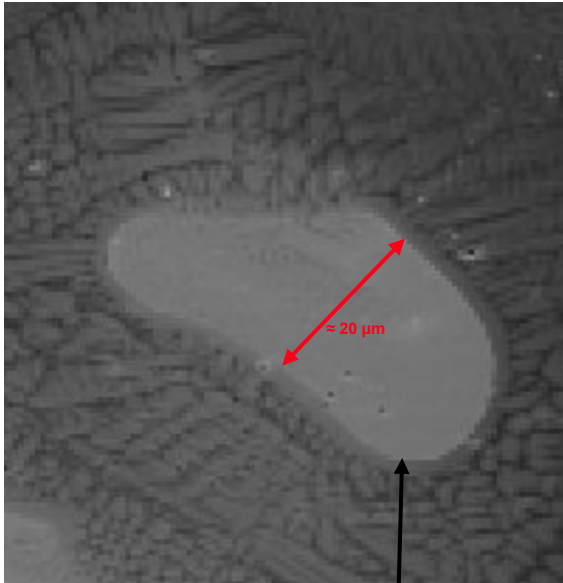
**Etat physique du Ta lors de l'interaction
laser-matière :**

origine des inclusions

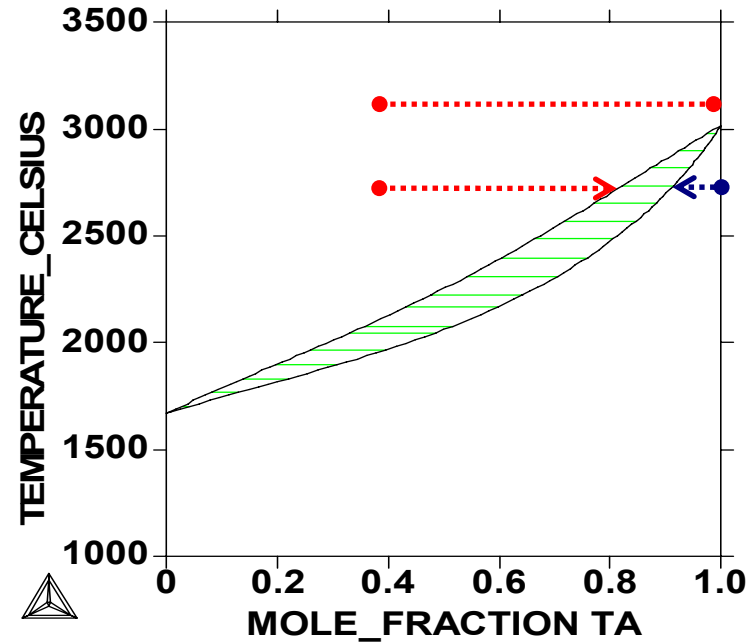
**Absence de structure
de solidification**



Absence de fusion



Présence d'un saut de contraste
(BSE) : saut de composition



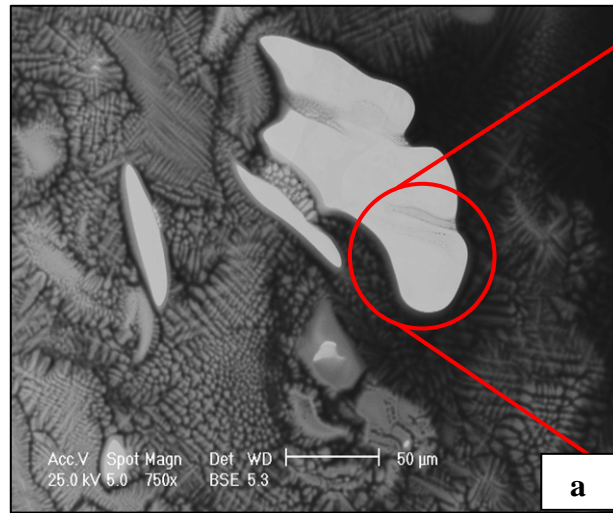
**Inclusions de Ta maintenues à
l'état solide :**

« érosion – fragmentation »

Localement : existence d'une structure de solidification

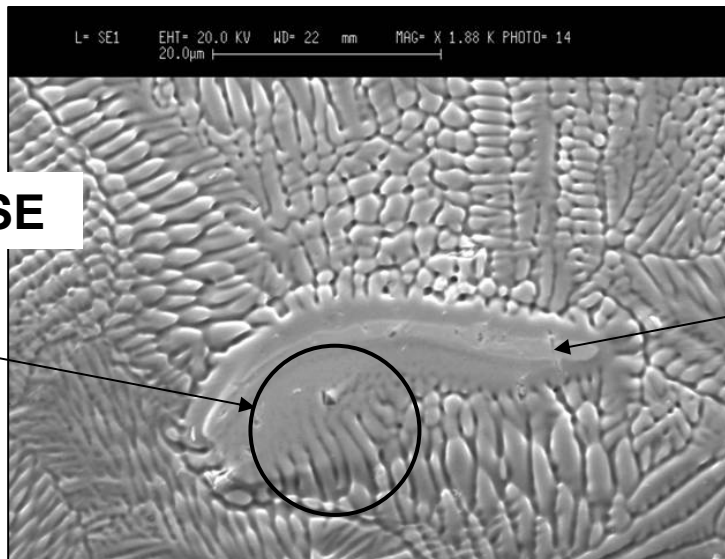
(zones concernées par la fusion)

Mode BSE



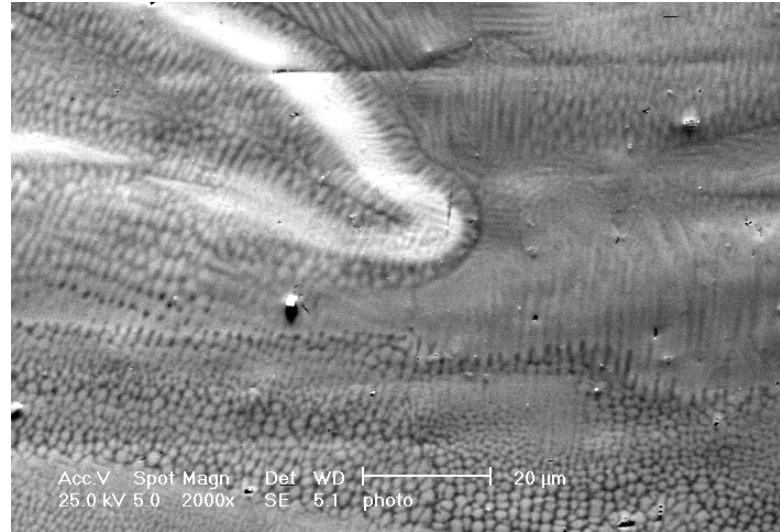
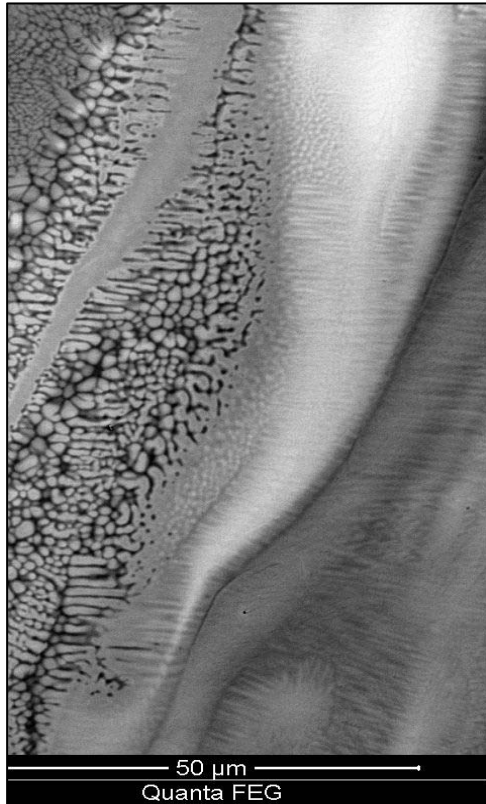
Mode SE

**Fusion
(mélange)**



**Ta maintenu
à l'état solide**

**Inclusions de Ta
partiellement fondus**



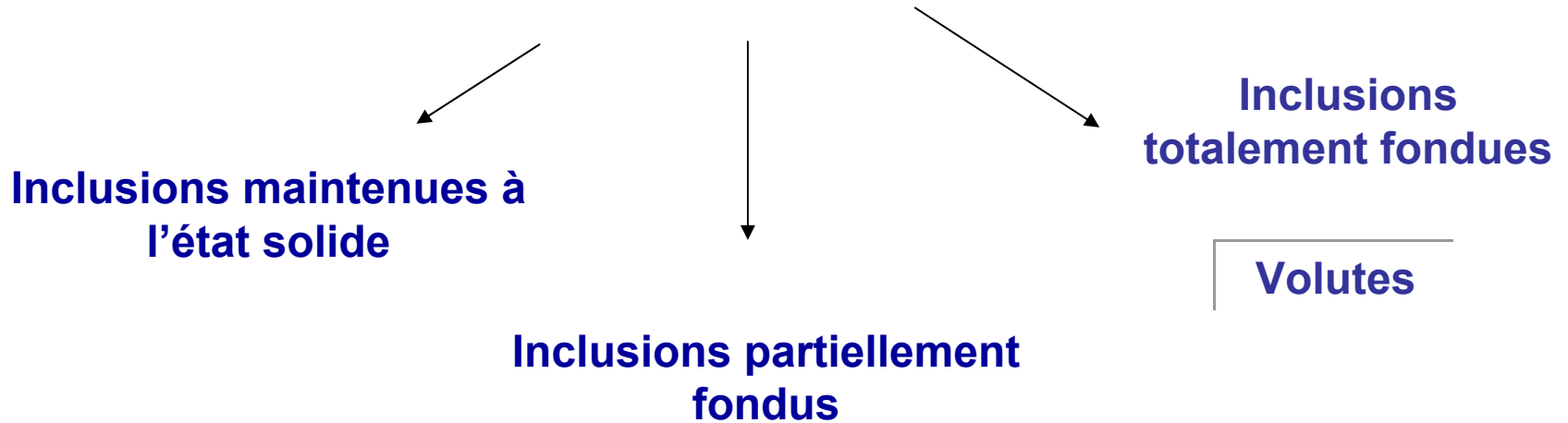
Volutes

De 90 à ≈ 40% Ta

(participation du Ta à la formation d'un mélange homogène)

Inclusions de Ta totalement fondues

3 catégories



2) Formation des structures ?

- **Formation d'une jonction > 90 % chimiquement homogène.**
 - Continu : Ti~40 Ta
 - Impulsionnel : Ti ~30 Ta
- **Hétérogénéités majeures : inclusions de tantale**
 - Mécanisme d'érosion / fragmentation du Tantale solide sous l'action des mouvements de convection
 - Mélange imparfait de « lame » de tantale liquide dans un bain de TA6V (temps de mélangeage/ vitesse de solidification)
- **Structure de grain**
 - Majoritairement équiaxe, distribution de taille dispersée
 - Nombreuses origines possibles de germes identifiées , associées à la présence de l'hétérogénéité en tantale couplé à la convection importante.

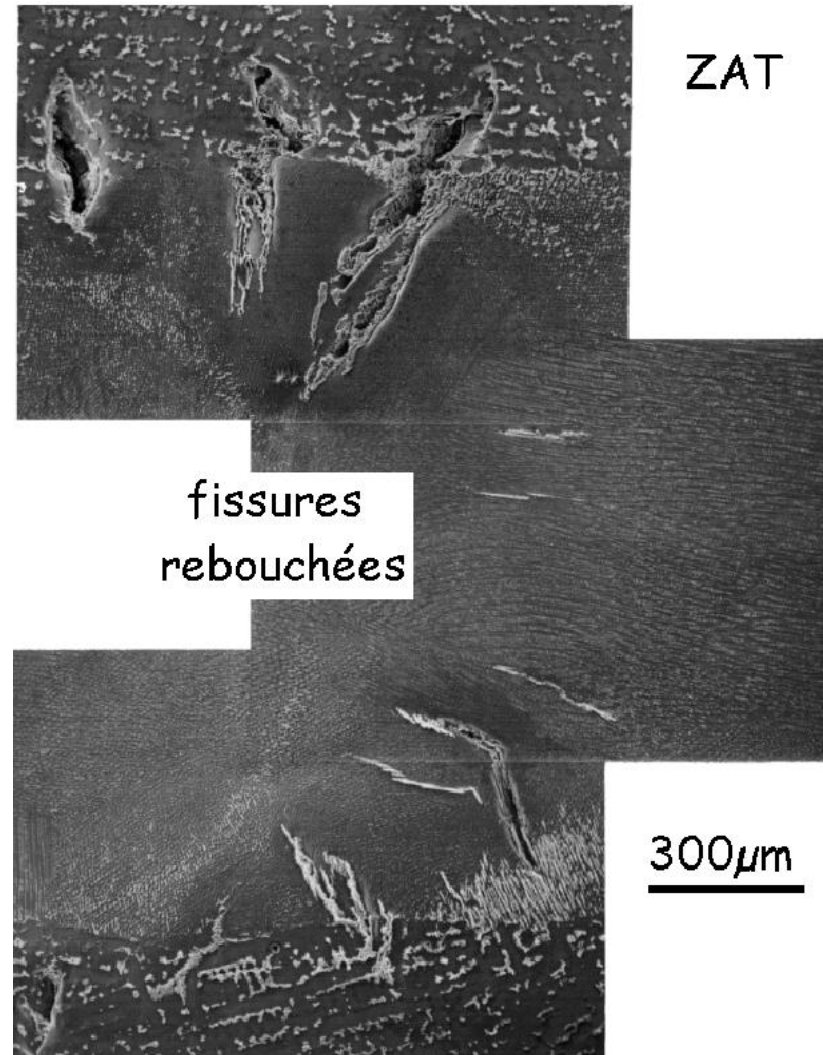
Influence de la composition chimique et des conditions de refroidissement sur la fissuration à chaud d'alliages de nickel

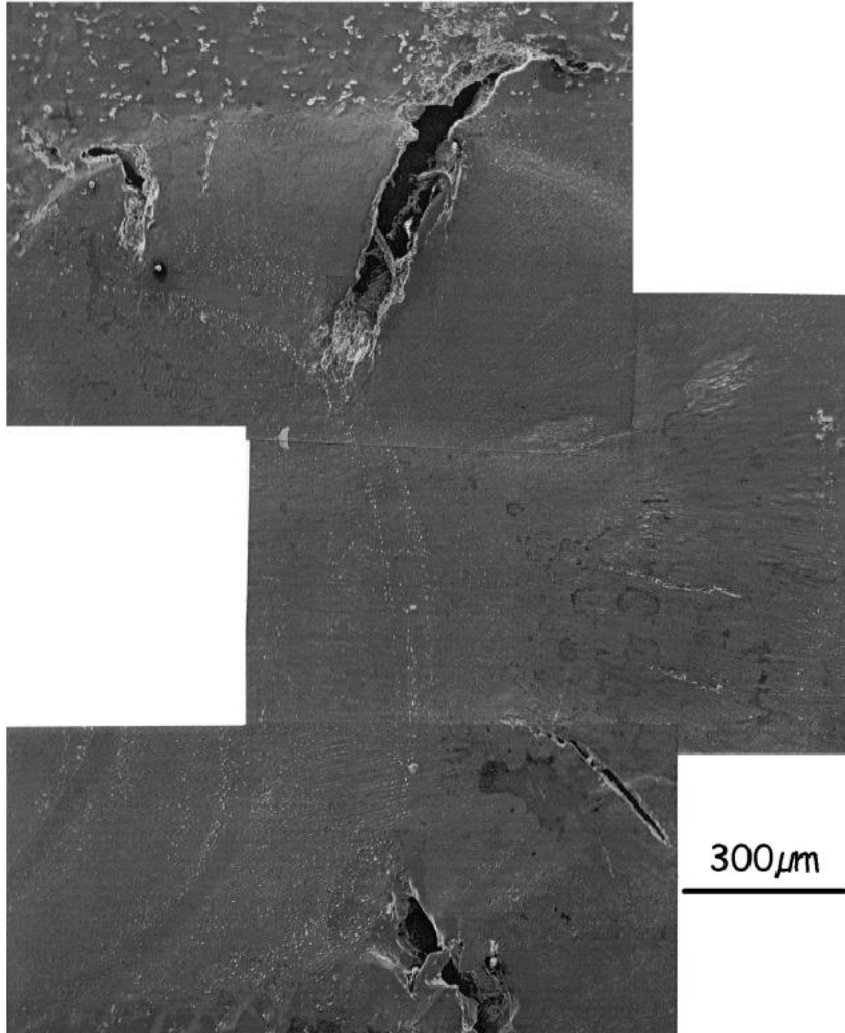
Thèse de S. De Vitto

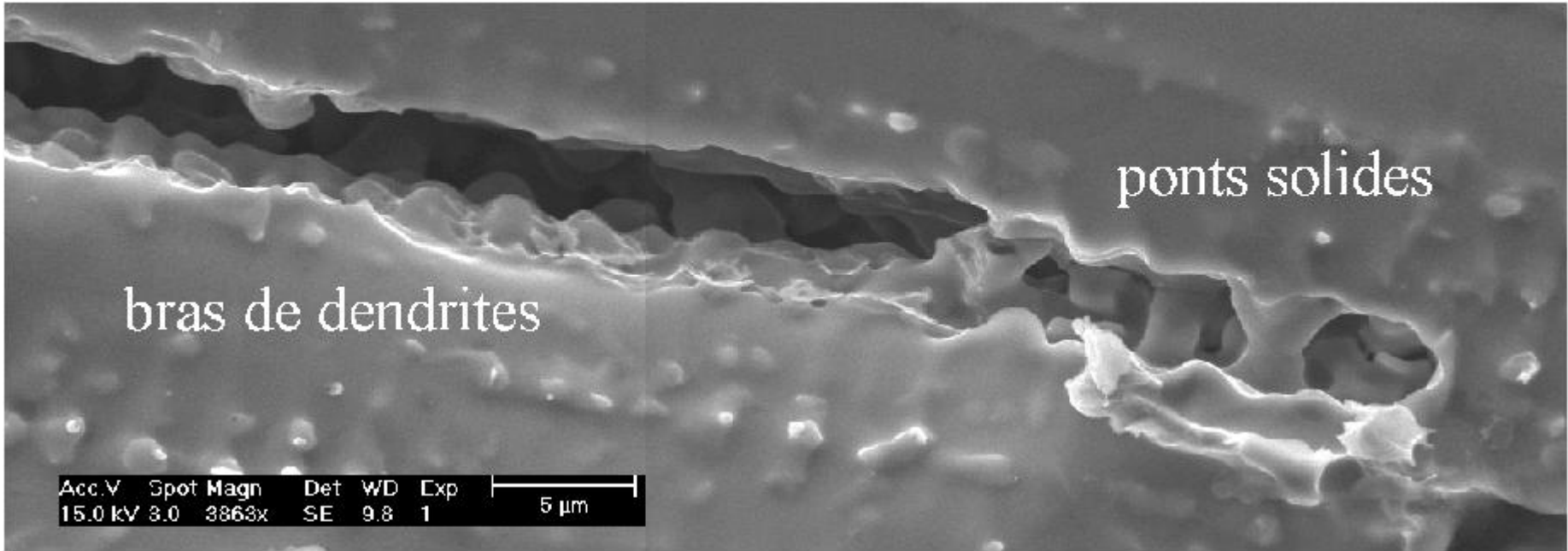
24 Octobre 2000

LSG2M – CEA- EDF

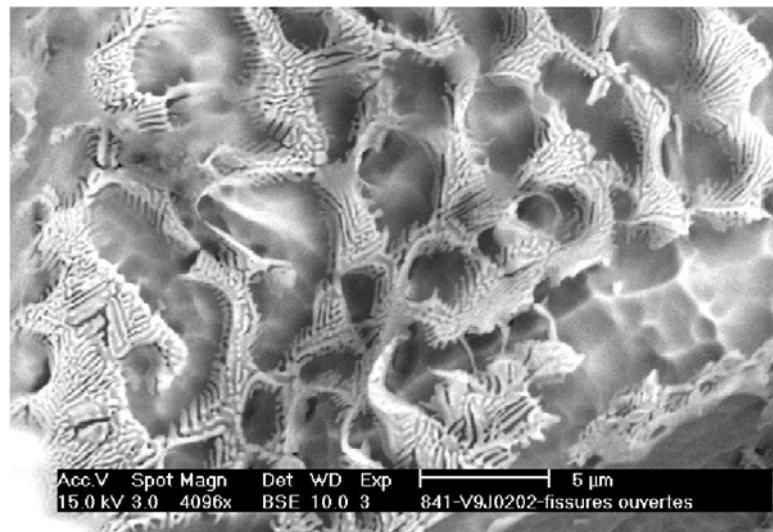
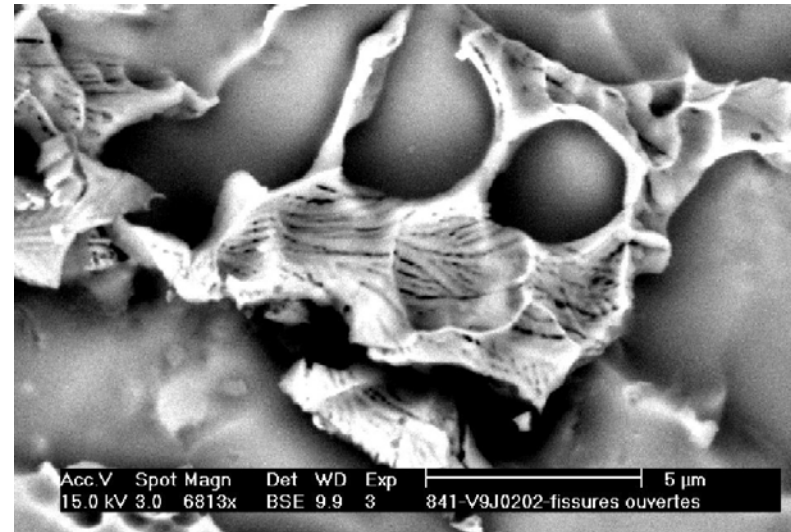
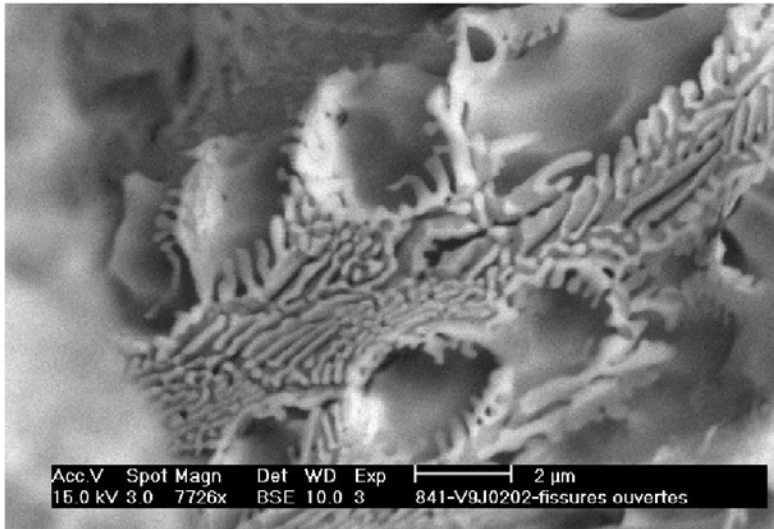
Formation des fissures par application de contrainte en cours d'assemblages







Ouverture de fissure par séparation interdendritique.
Fermeture de fissure par pontage interdendritique.



- Réseau eutectique en font de fissure

2. Alliages en Développement : Aluminiures de Titane

M. Charpentier, N. Jean, L. Héricher, J. Zollinger, D. Daloz

- **Comportement de Si, W et Re, au cours de la solidification de l'alliage TiAl - G4**

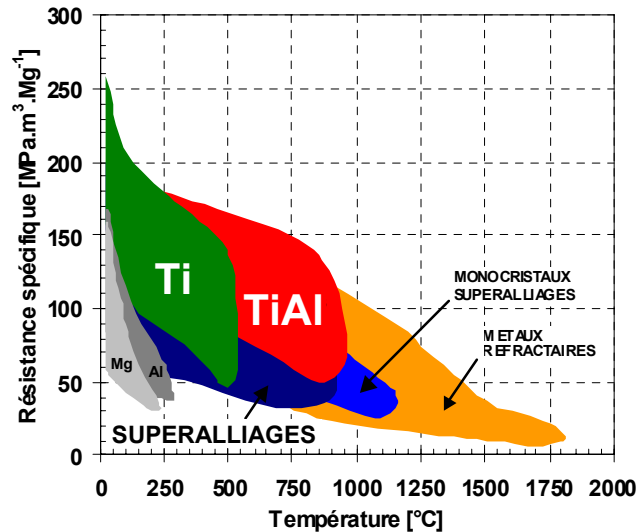
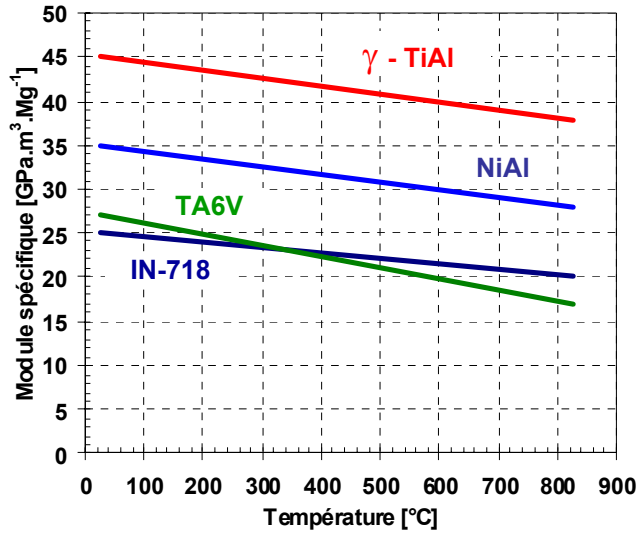
(LSG2M N. Jean – ONERA M. Thomas)

- Effet de l'ajout de B sur la formation des grains dans l'alliage Ti-48AL-8Nb

(Access – Aachen)

➤ Intérêt des alliages intermétalliques de base γ -TiAl

Dimiduk, McQuay et Kim, *Titanium* '99, 1999



Propriétés	Alliages base Ti	Alliages γ -TiAl	Superalliages base Ni
ρ [g/cm^3]	4,5	3,8 - 4,0	8,3
E $^{20^{\circ}\text{C}}$ [GPa]	95 - 115	160 - 180	190 - 210
$R_{p0,2}$ $^{20^{\circ}\text{C}}$ [MPa]	350 - 1150	400 - 750	800 - 1200
R_m $^{20^{\circ}\text{C}}$ [MPa]	450 - 1200	600 - 850	1250 - 1450
K_c $^{20^{\circ}\text{C}}$ [$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]	12 - 50	12 - 35	30 - 100
A $^{20^{\circ}\text{C}}$ [%]	10 - 20	1 - 4	3 - 5
A $^{660-870^{\circ}\text{C}}$ [%]	12 - 50	10 - 60	10 - 20
T_{max} fluage $^{1\% / 100\text{MPa}}$ [$^{\circ}\text{C}$]	600	850	1100
T_{max} oxydation [$^{\circ}\text{C}$]	600	850	1100

Kim, *JOM*, 1994 ; Huang et Chesnutt, *Intermetallic Compounds*, 1995

- 👍 Densité
- 👍 Caractéristiques mécaniques
- 👍 Tenue en fatigue
- 👍 Résistance au "feu Ti"

✓ Applications structurales : $500^{\circ}\text{C} < T < 800^{\circ}\text{C}$

➤ Faiblesses des alliages intermétalliques de base γ -TiAl

👎 Ductilité

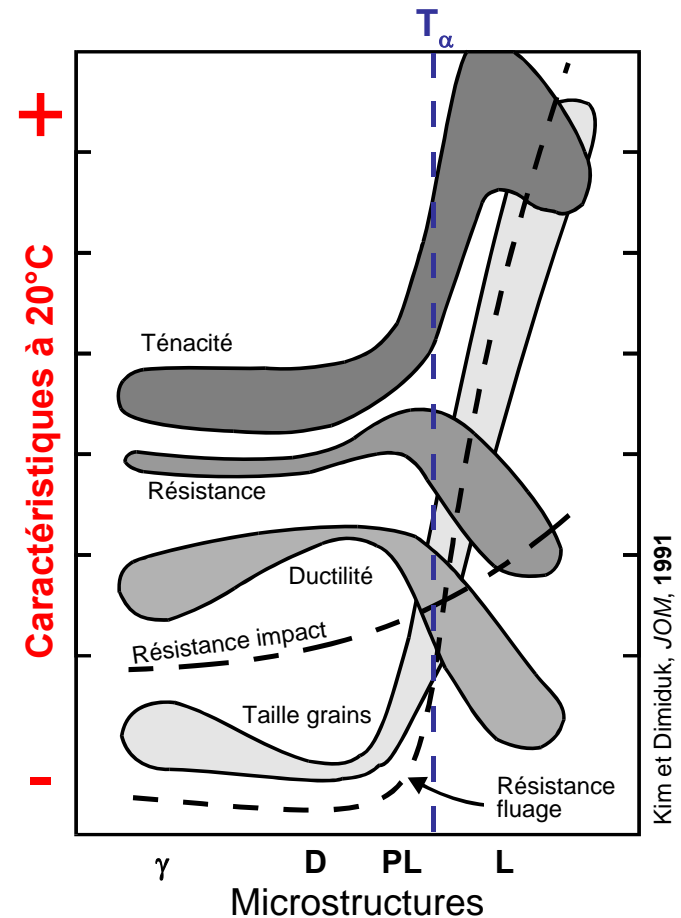
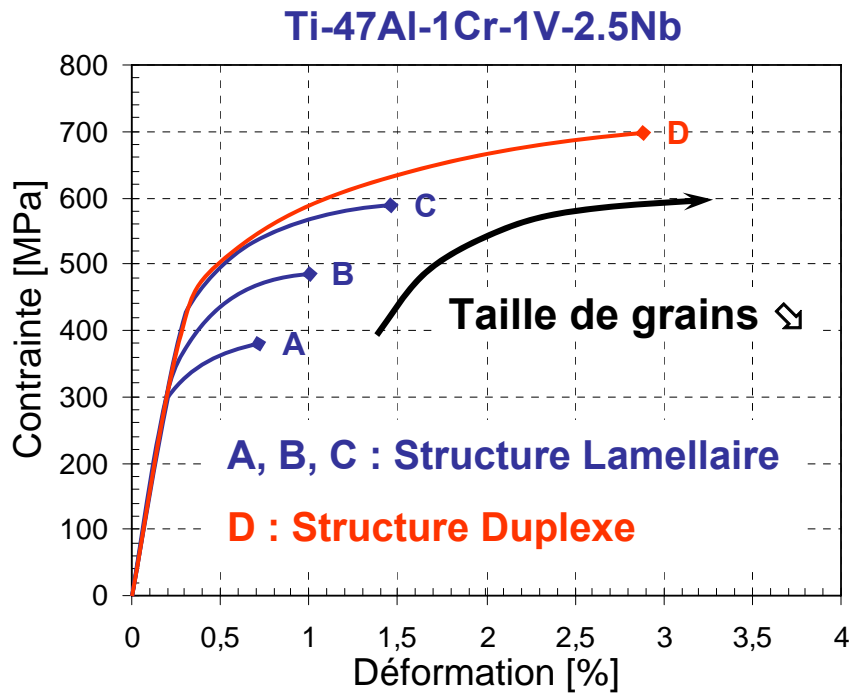
👎 Résistance à la fissuration

👎 Usinabilité

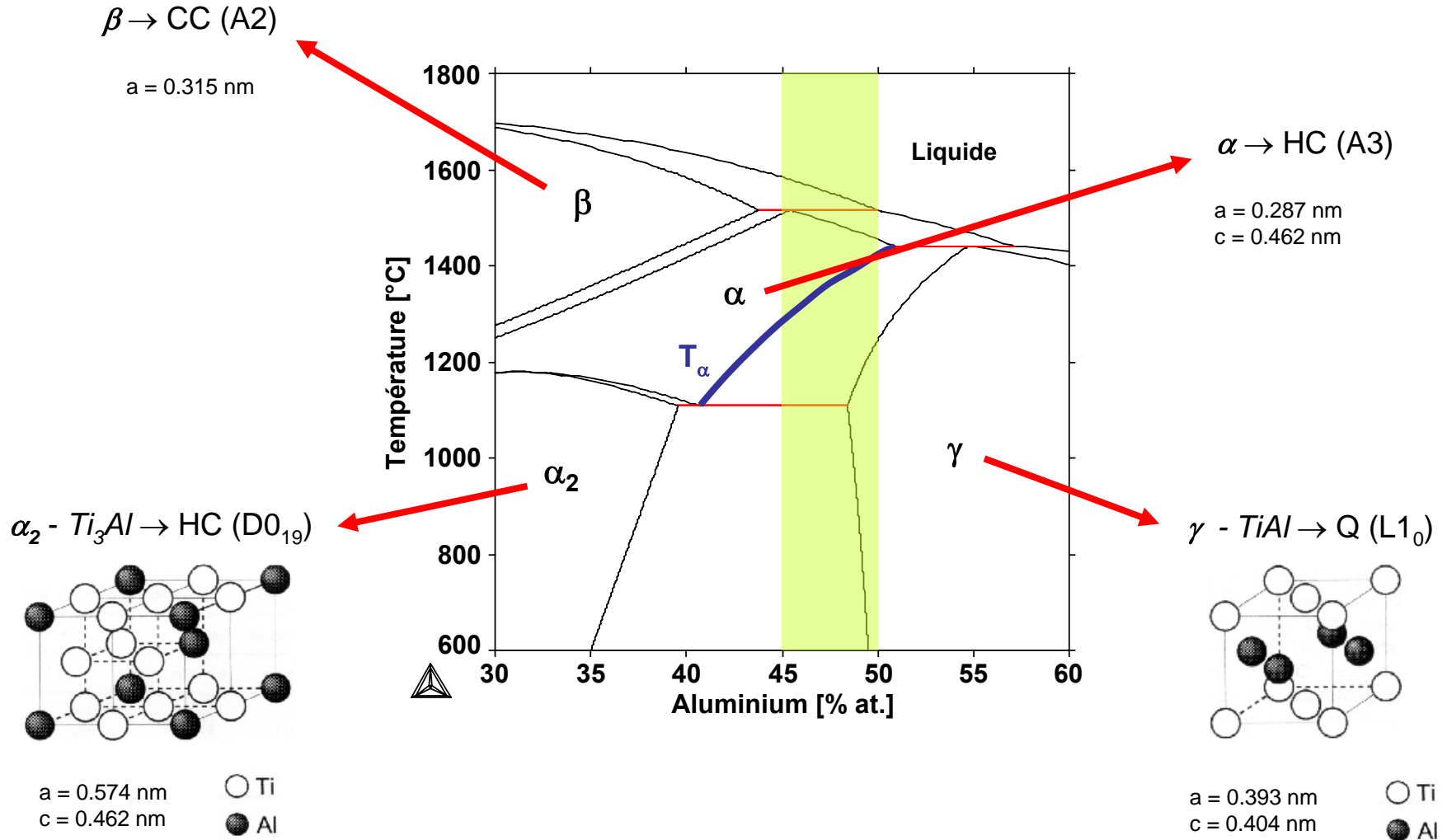
👎 Coût

👎 Variabilité des propriétés

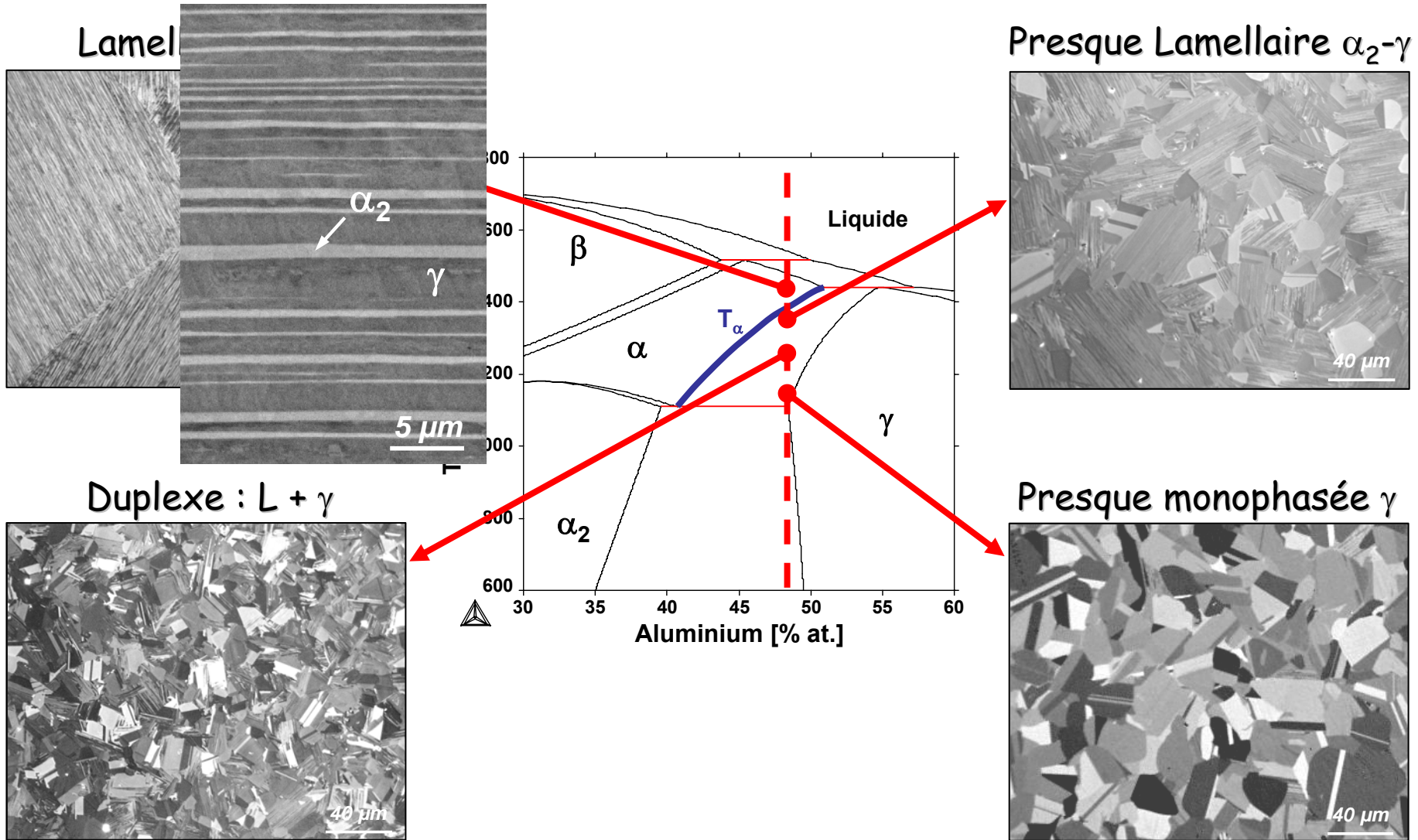
👎 mécaniques en fonction des microstructures



➤ Diagramme d'équilibre Ti-Al - Constituants



➤ Traitements thermiques - Microstructures



Alliages de base Ti-AL - Matériau Innovant ?

Applications envisagées

- *Soupapes (échappement)*
- *Turbo - compresseur*
- *Aubes de turbine*
- *Carter de compression*



Procédés d'élaboration

Fonderie - HIP

Métallurgie des poudres

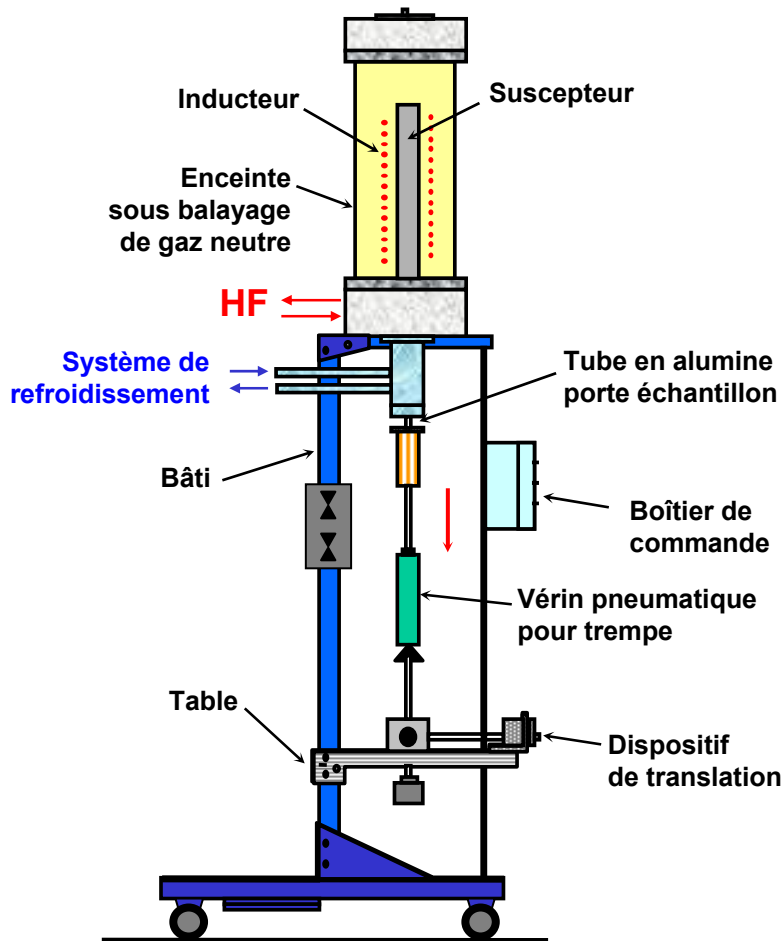
Forgeage

+ O₂ ?

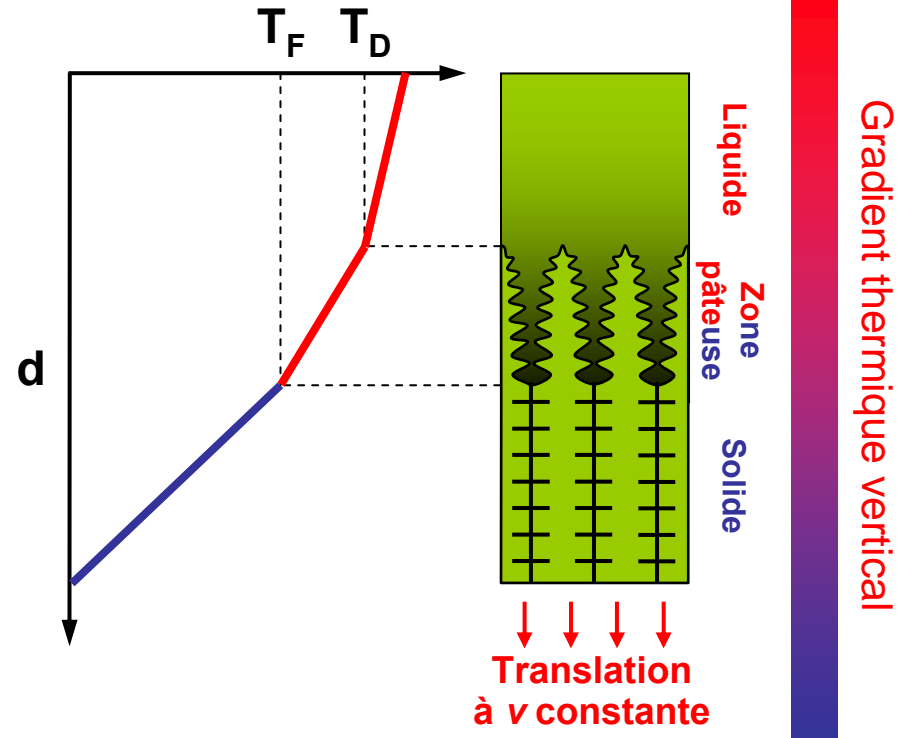


Comportement des éléments d'alliages, au cours de la solidification de l'alliage G4 : Ti 47Al 1Re 1W 0,2Si

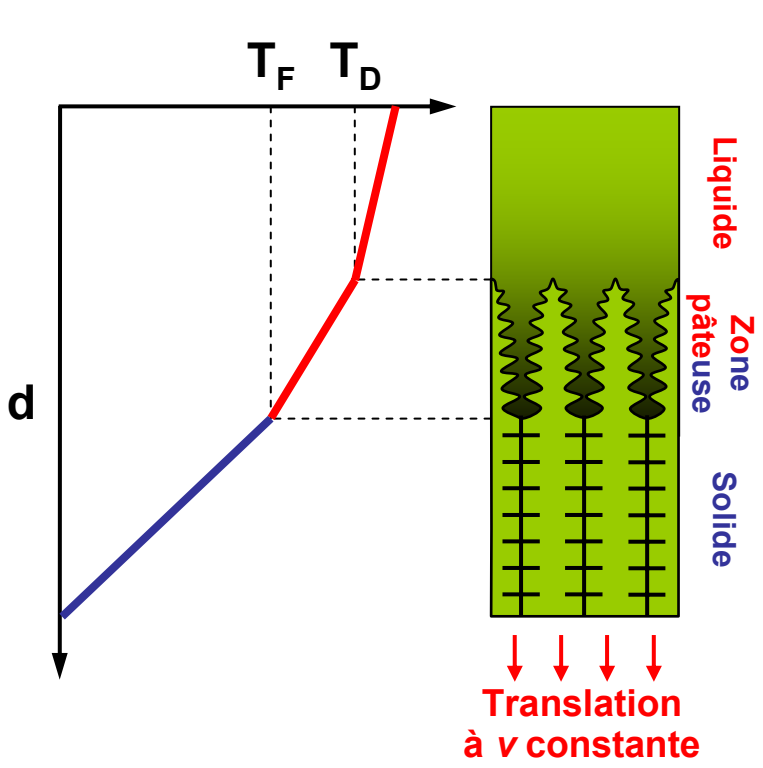
Caractérisation de la solidification par des essais de Trempe en Cours de Solidification Dirigée



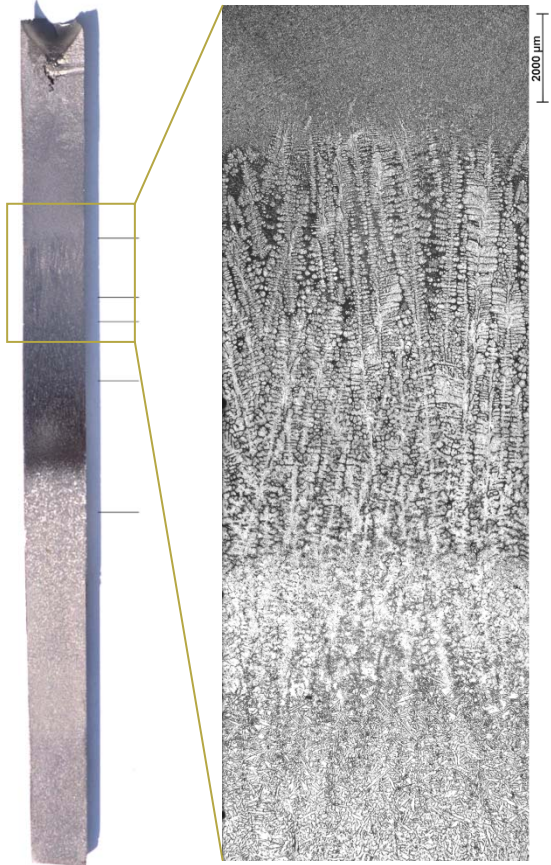
Dispositif expérimental



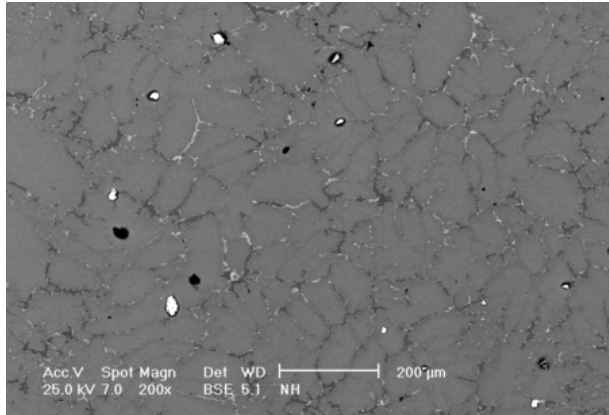
G_T et v indépendants
Histoire thermique via un thermocouple



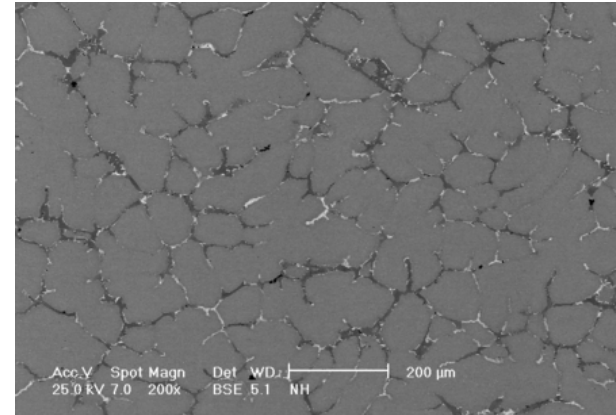
Translation
 à v constante



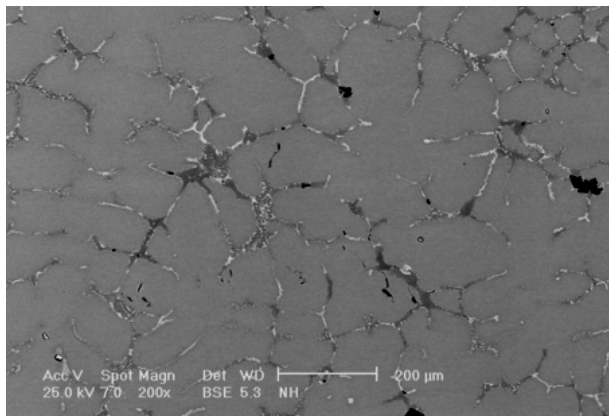
Sections transversales trempées depuis différentes températures



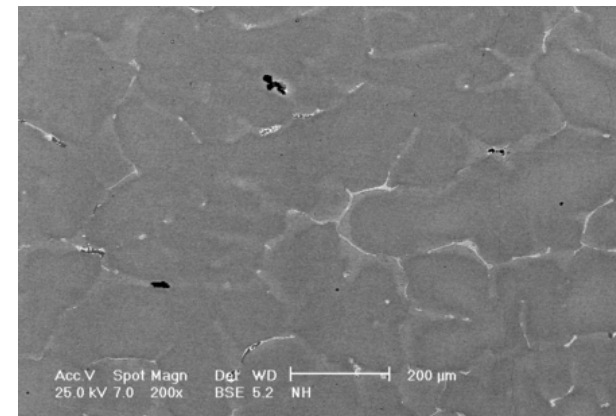
1465°C



1442°C

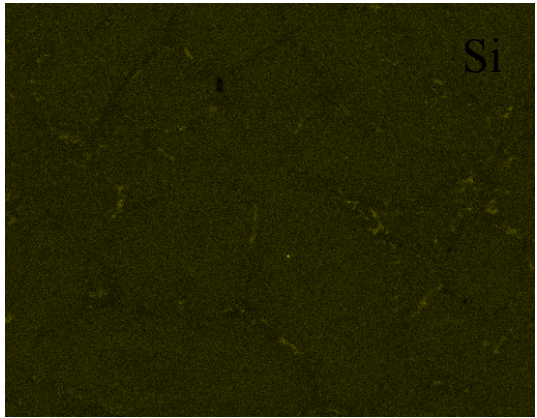
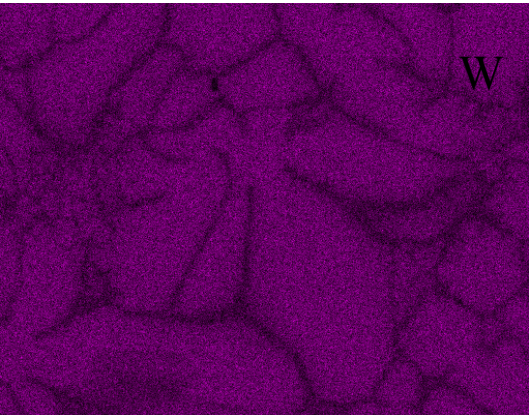
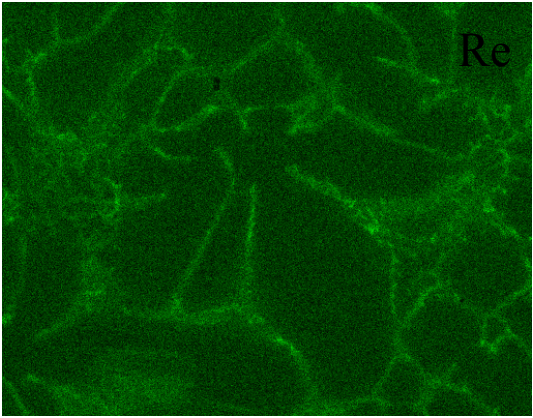
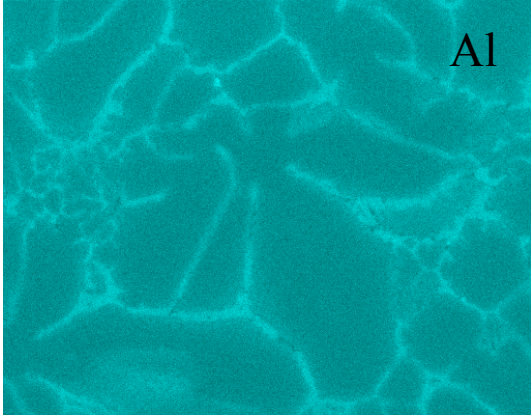
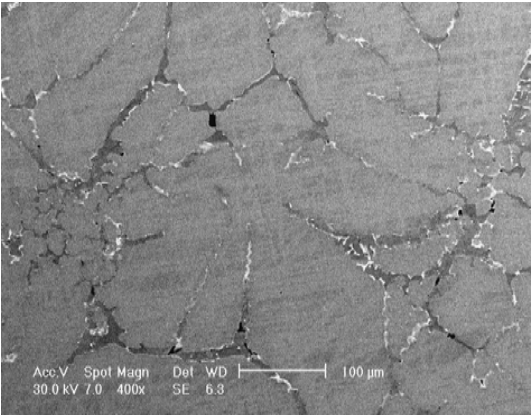


1430°C



1397°C

TSD 3 – Microségrégations : Cartographie chimique - Coupe transverse – 1454 °C



Conclusions

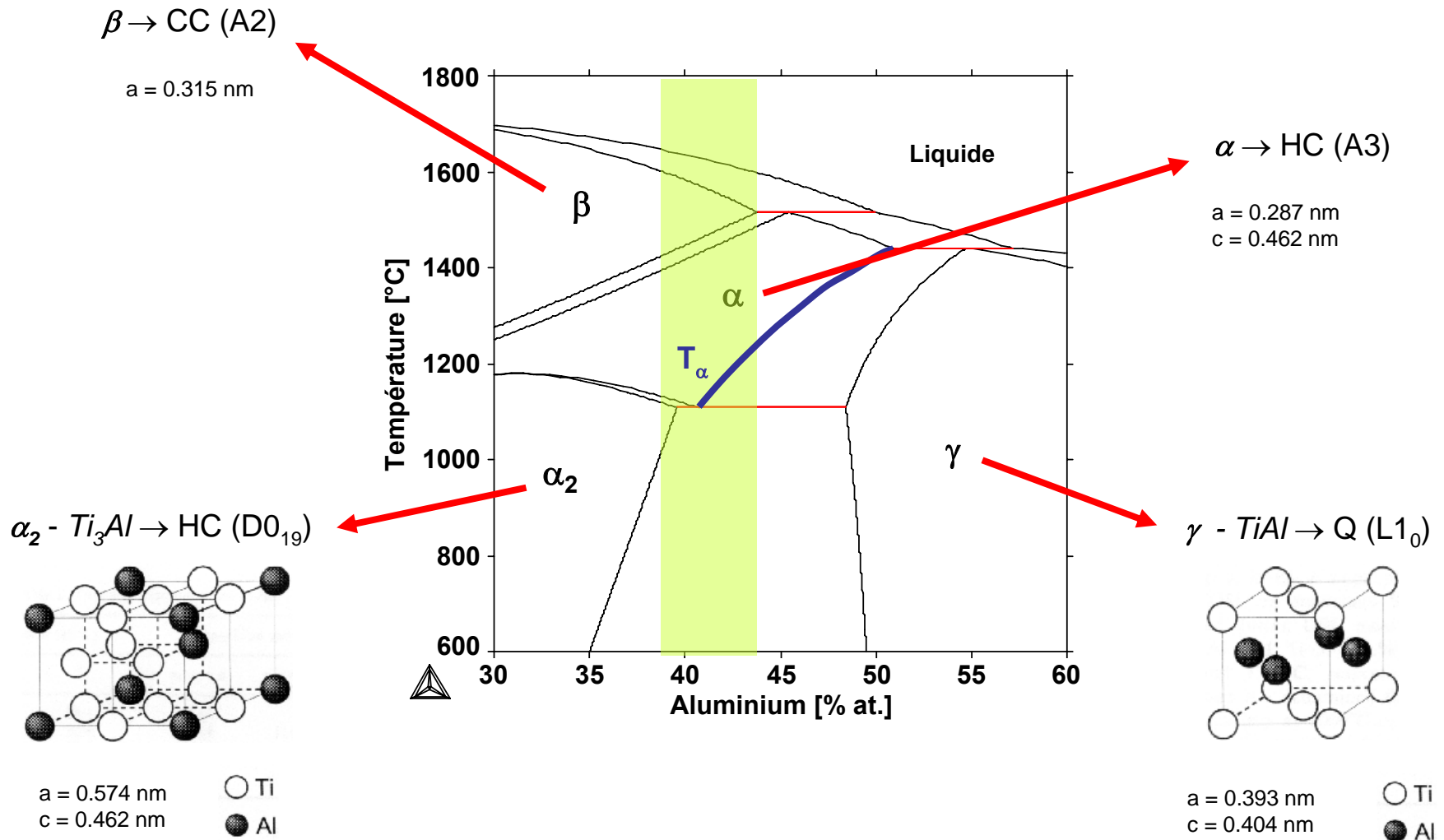
- *TSD : visualisation + quantification des microségrégations.*
- *Partage préférentiel de Ti, Al, Si, W et Rh (Coefficients de partage) :
Explication du renforcement de l'alliage : Inter/ Extra dendritique.*
- *Informations sur la diffusion de Ti, Al, Si et W et Rh dans le solide en cours de solidification..*
- *Degré d'hétérogénéité relevé dans les produits de fonderie après transformations à l'état solide corrélé avec niveaux de ségrégation héritée de la solidification.*

Affinage *in-situ* des structures de solidification par ajout de Bore :

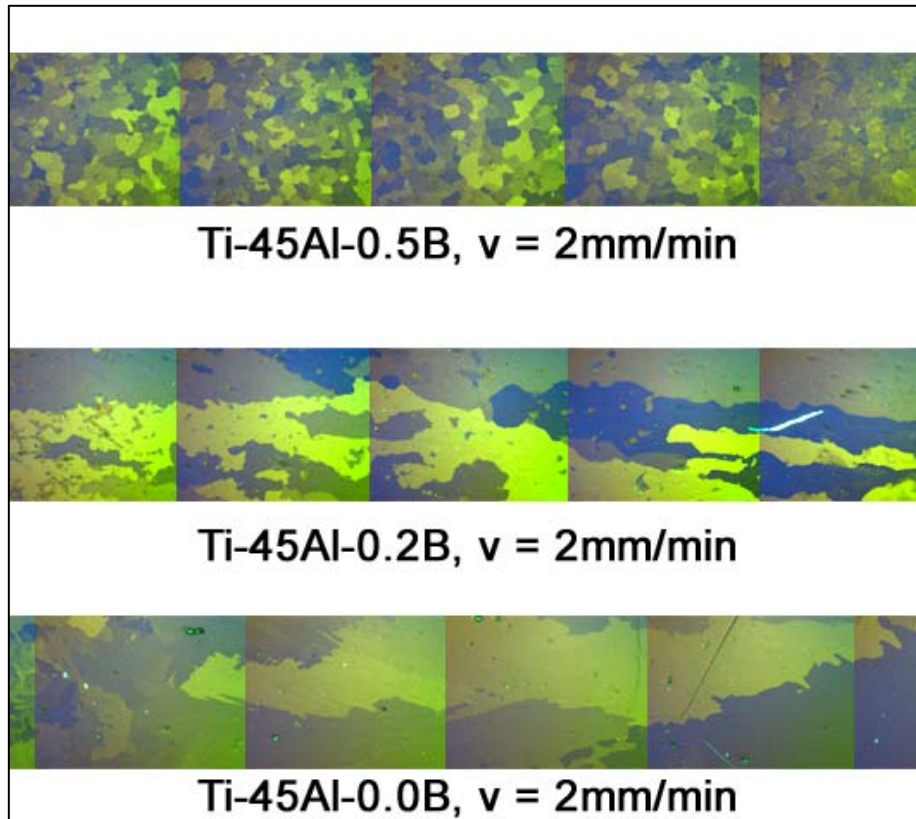
Identification des mécanismes et contrôle des microstructures des aluiniures de Titane

(U. Hecht, V. Vitusiewicz, A. Drevermann et J. Zollinger
- Intermetallics 16 – 2008 – 969- 978)

➤ Alliage Ti-Al - Nb : Solidification primaire en phase bêta

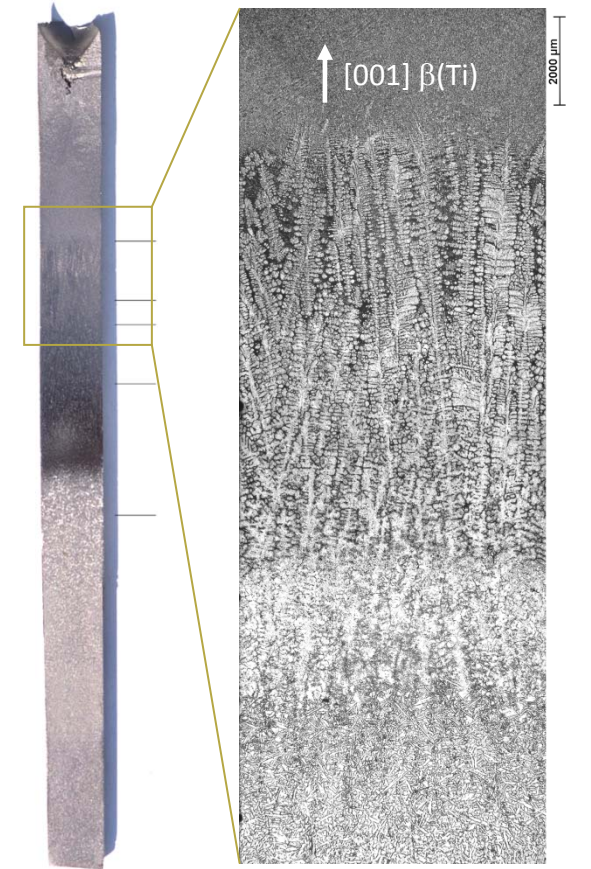


Solidification dirigées avec trempe.



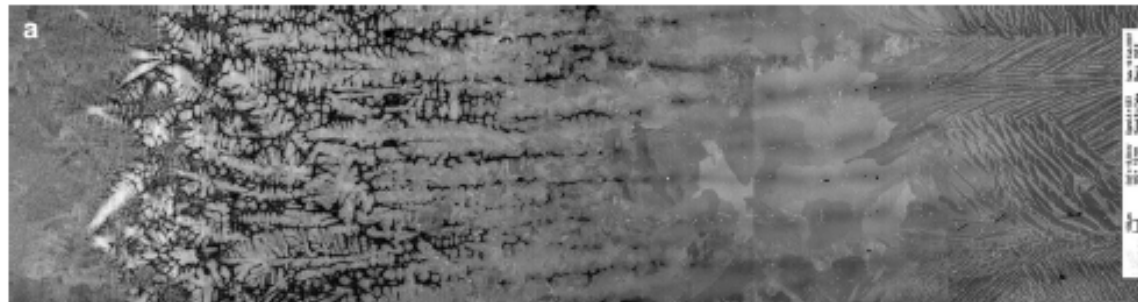
Relation d'orientation de Burgers:

$$\{110\}_{\beta} // \{0001\}_{\alpha}, \quad \langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle_{\alpha}$$



méthode d'identification
de l'origine des grains α

microstructure des échantillons de trempe en cours de solidification dirigée

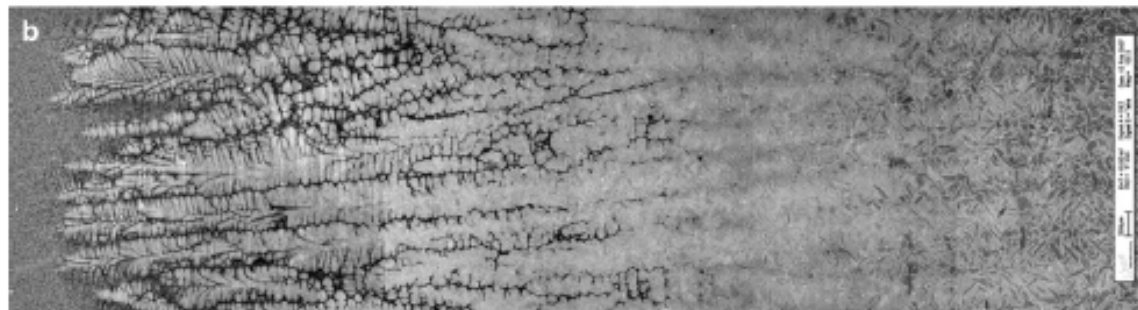


Liquid + $\beta(\text{Ti})$

$\beta(\text{Ti})$

$\beta(\text{Ti}) + \alpha(\text{Ti})$

Sample TiAl-458-00

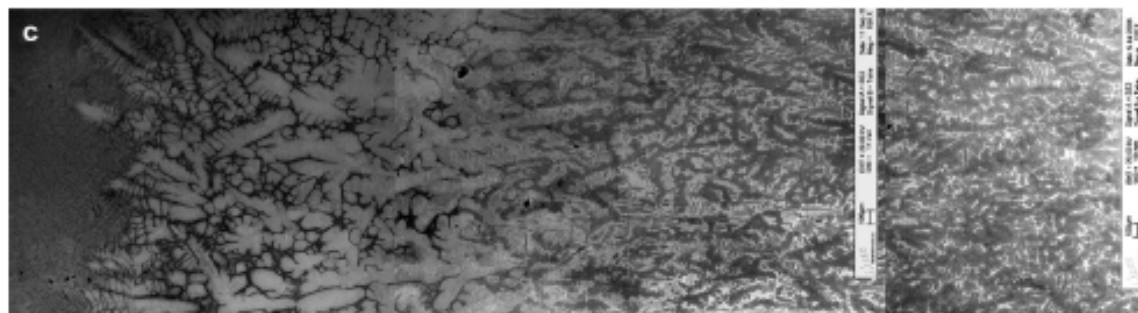


Liquid + $\beta(\text{Ti})$

$\beta(\text{Ti}) + (\text{Ti,Nb})\text{B}$

$\beta(\text{Ti}) + \alpha(\text{Ti}) + (\text{Ti,Nb})\text{B}$

Sample TiAl-438-CB



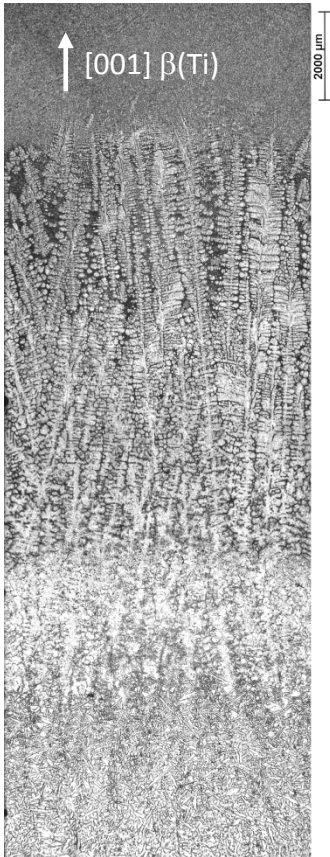
Liquid + $\beta(\text{Ti})$

Peritectic

$\beta(\text{Ti}) + (\text{Ti,Nb})\text{B} + \alpha(\text{Ti})$

Sample TiAl-435-CB

Identification de l'origine des grains alpha : Cartographie d'orientation par EBSD



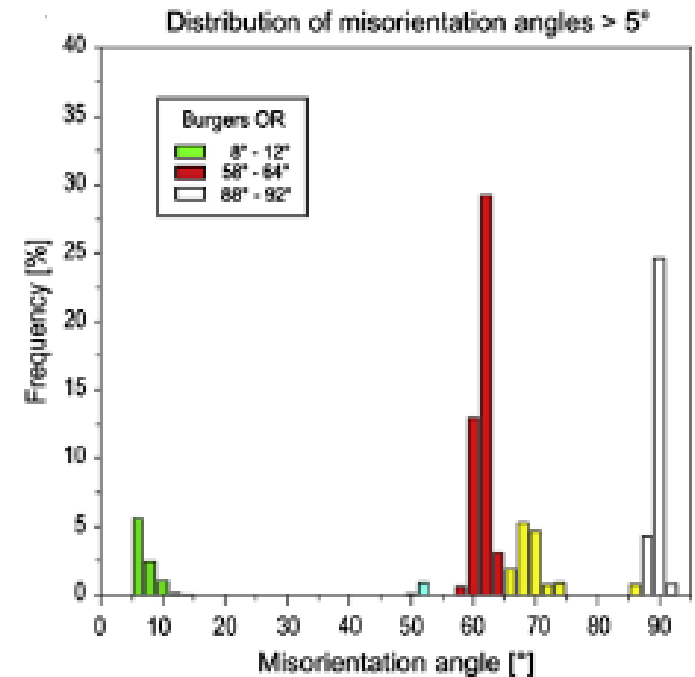
+

Relation d'orientation
de Burgers:

$$\{110\}_{\beta} // \{0001\}_{\alpha}$$

$$\langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle_{\alpha}$$

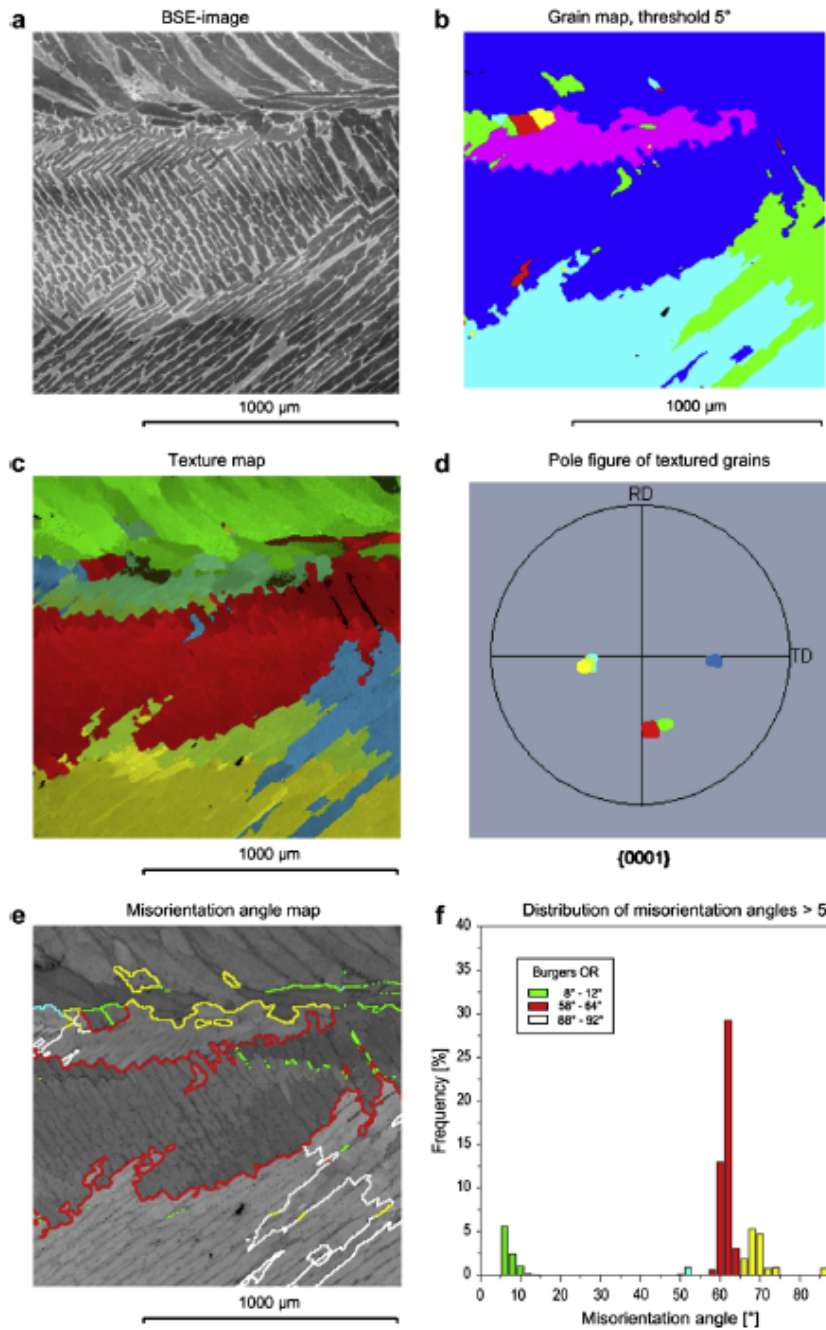
=



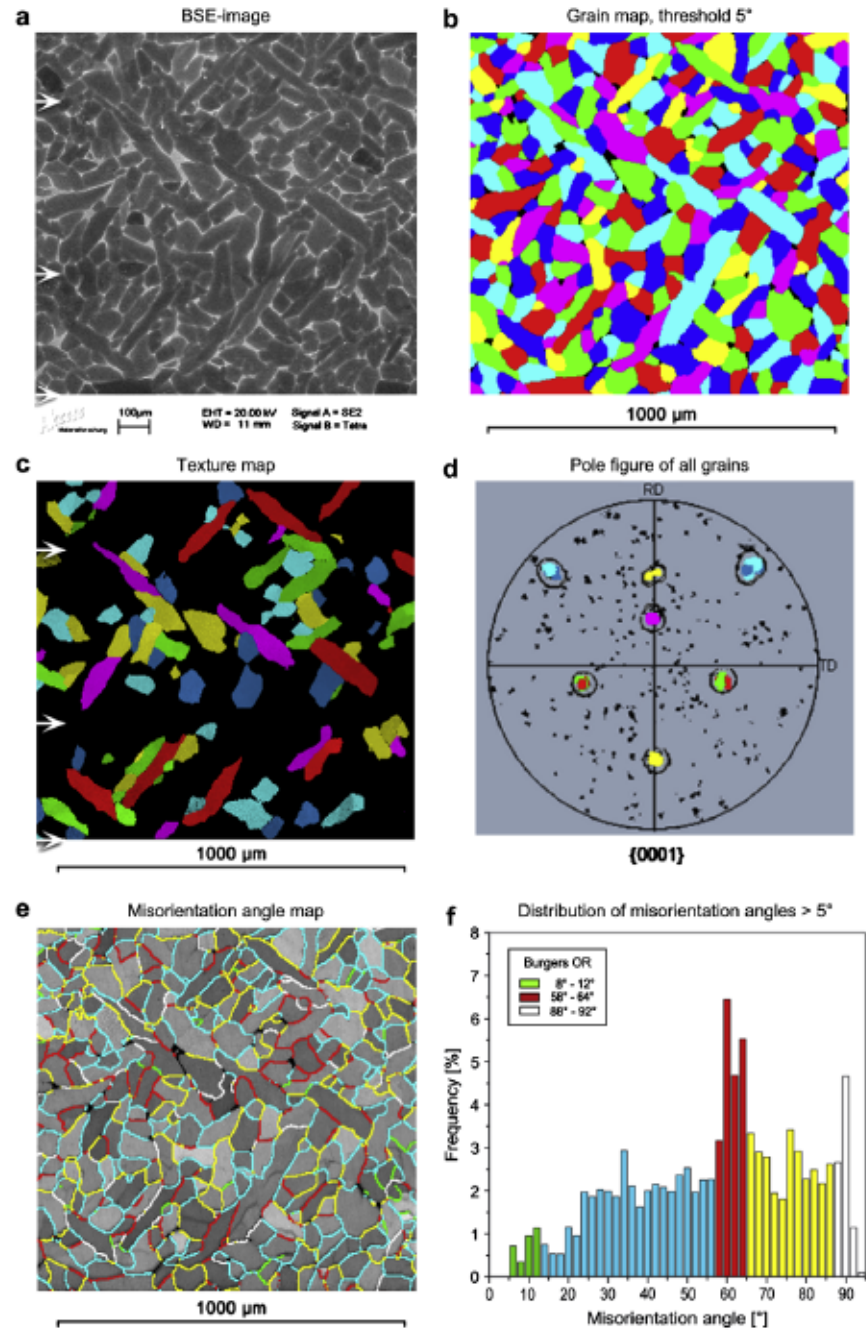
TSD

EBSD

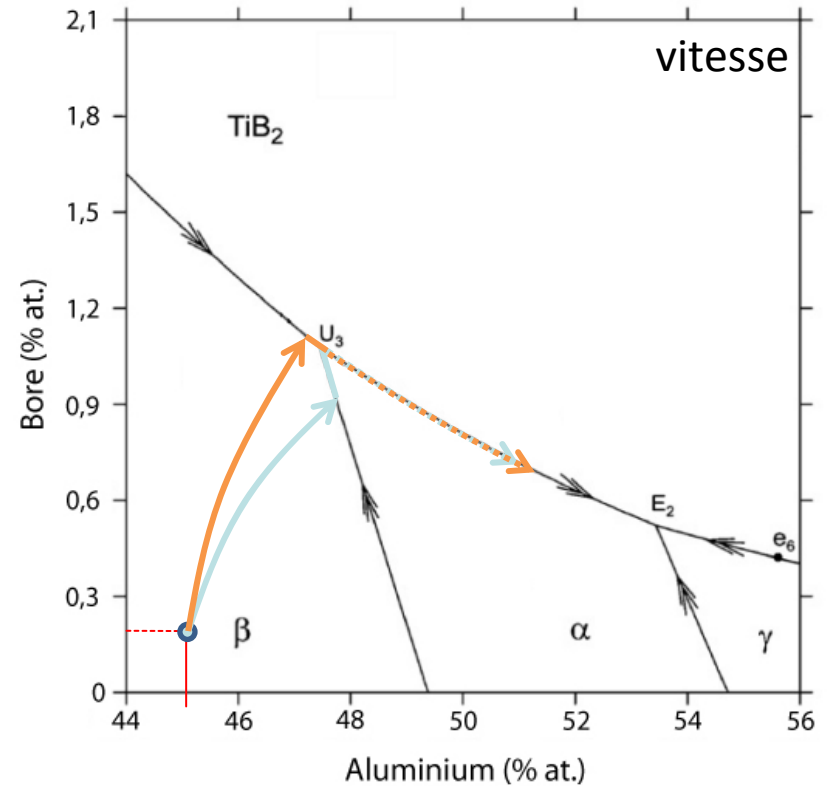
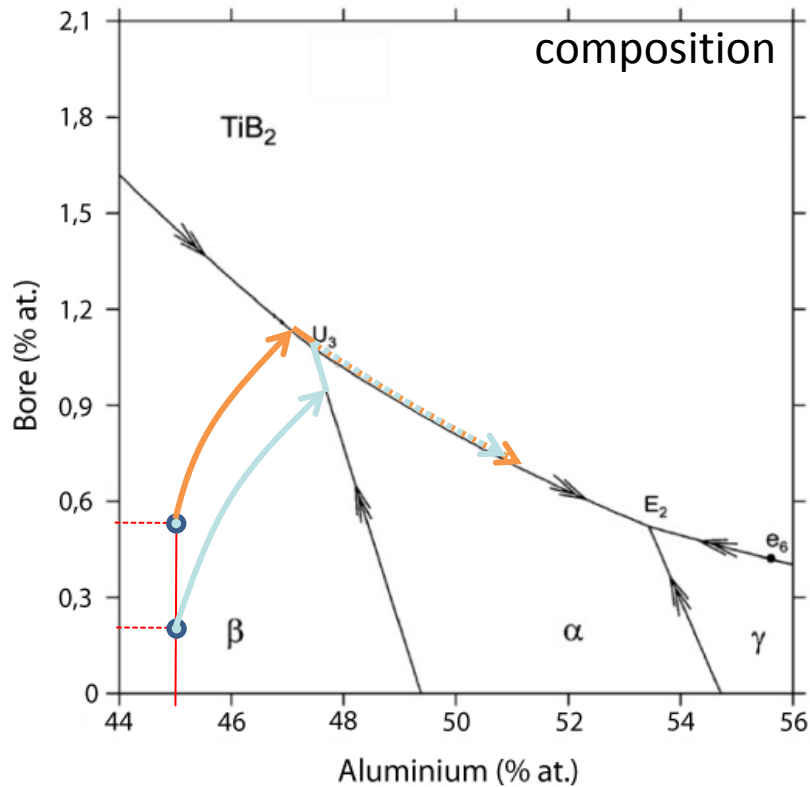
sans bore



0,5% at. de bore



Affinage des structures brutes de solidification : contrôle des microstructures



Nouvelles voies de développement

Conclusion

- Le Bore permet d'affiner la structure de grain par germination de la phase α au cours de la transformation péritectique.
- Pour être efficace, le traitement doit conduire à la précipitation de Borure de titane avant la transformation péritectique
- Rôle critique de la teneur en Bore
- Influence de la microségrégation et des conditions d'élaboration

3. Coulée Semi-Continue Aluminium Alliage 5182 : Al-Mg-Mn-Fe

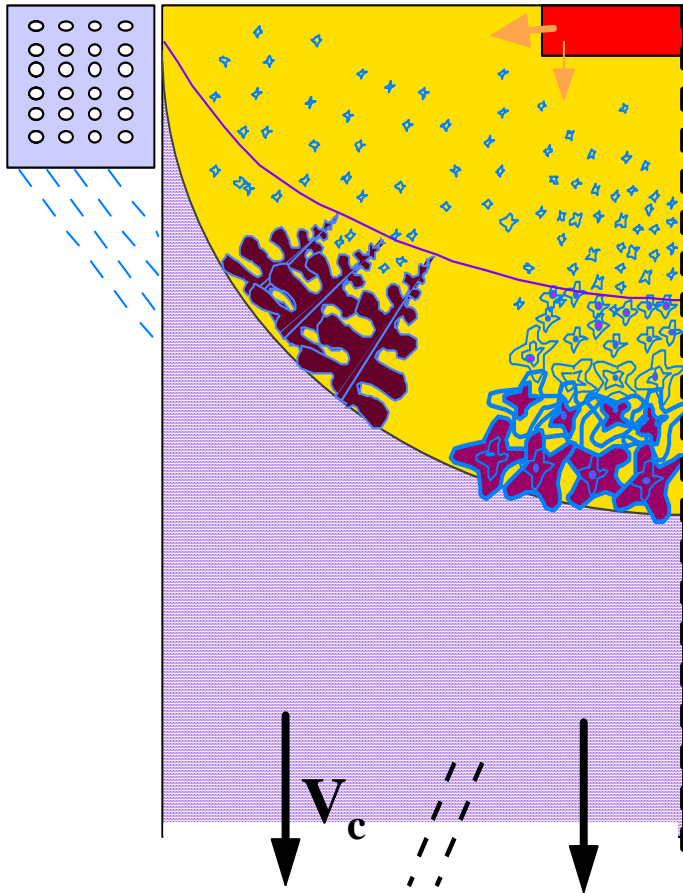
Etudes des Macroségrégation

Influence de la
convection du liquide
sur la formation de la
macrosegregation.

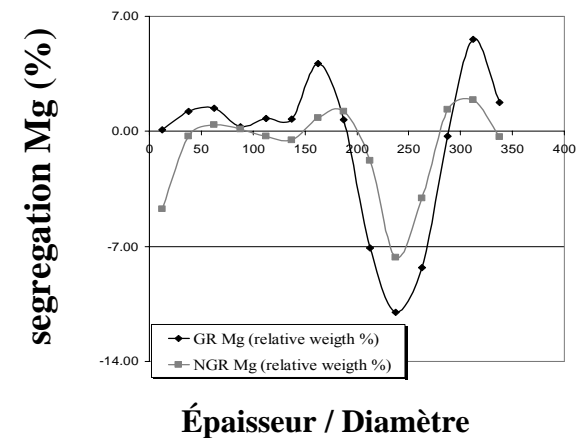


Programme Brite Euram
EMPACT

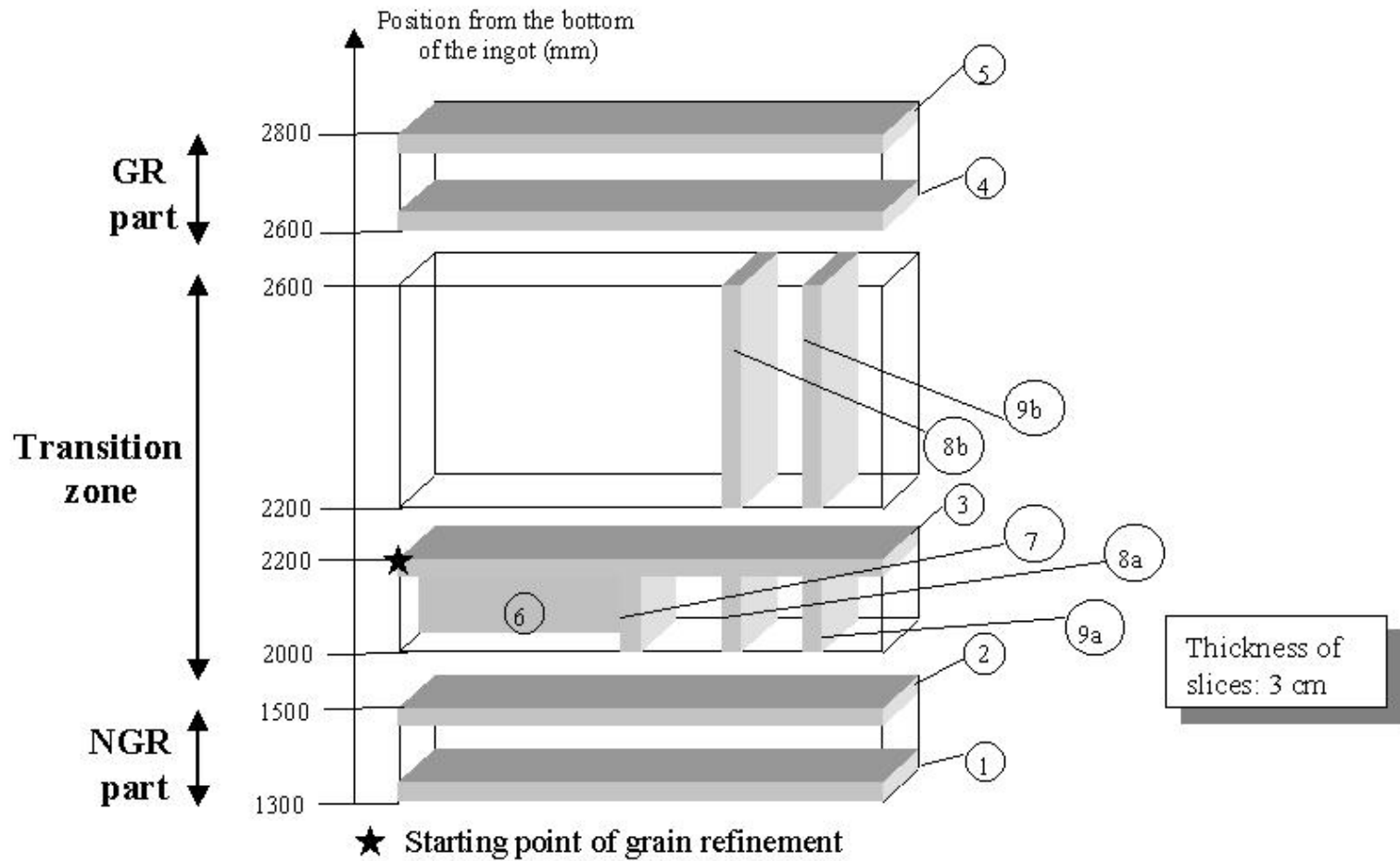
Établissement de la macroségrégation



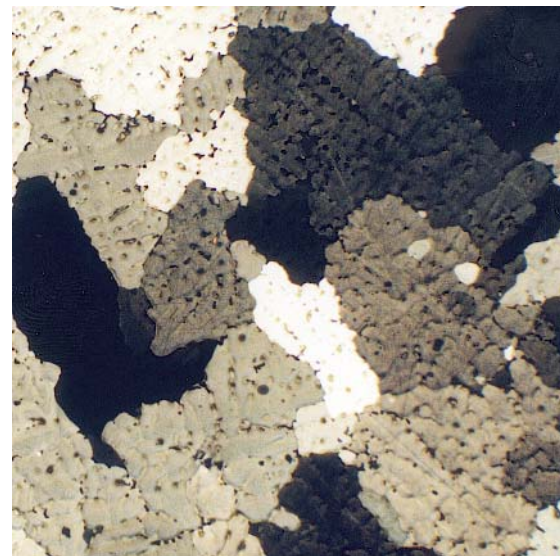
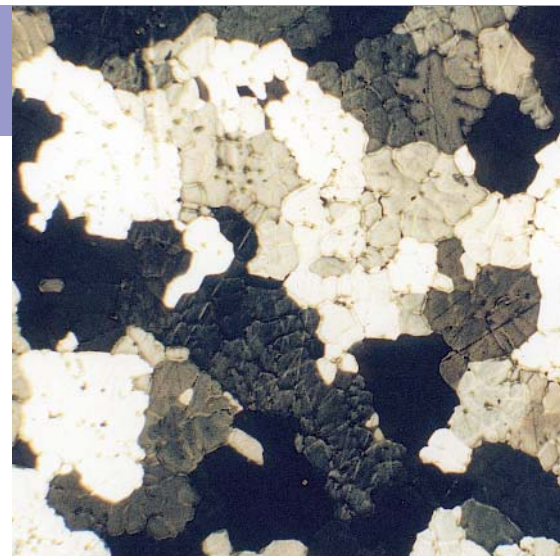
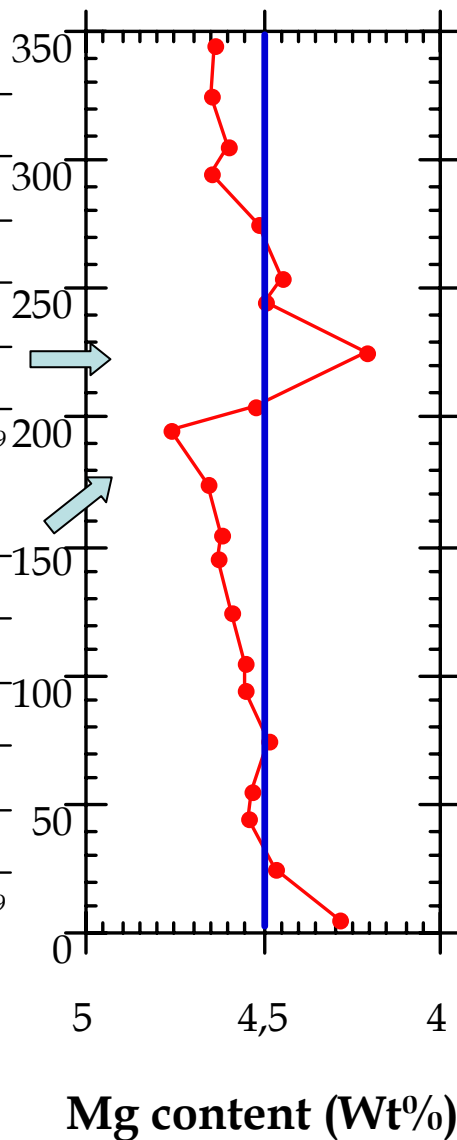
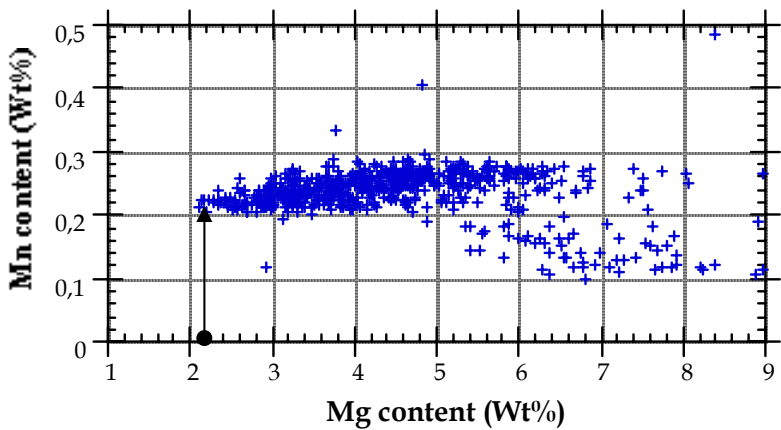
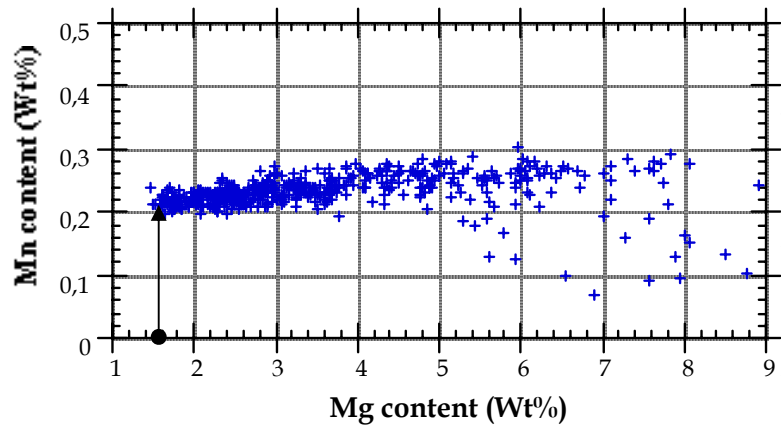
- Mouvement relatif du liquide / solide.
- Mouvement du liquide interdendritique
 - ✓ Thermosolutale
 - ✓ Forcée
 - ✓ Thermo-mécanique
- Influence de la microstructure
- Littérature : profils - 1D



Découpes Réalisées



Analyse des microségrégations



1 mm



Conclusion - Macroségrégation Centrale en Coulée Semi-Continue

• **L'analyse « statistique » de la microségrégation par MICROSONDE a permis de conclure que le profil de la Macroségrégation était associé au profil de composition du cœur des cristaux :**

... Importance de la germination et du mouvement des cristaux

Conclusion : Apport des techniques de microscopie et microanalyses

Solidification



Sondes électroniques

- Germination
- Croissances
- Grains
- Ségrégations

- Résolution Spatiale
- Profondeur de champ
- Analyse chimique
- Analyse cristallographique

Du μm jusqu'à la taille de la pièce réelle... ces techniques sont.. **IRREEMPLACABLES !**

Merci pour votre attention.