



HAL
open science

Étude expérimentale quantitative de la solidification de l'inconel 718 en fonderie

Alexis Pautrat

► **To cite this version:**

Alexis Pautrat. Étude expérimentale quantitative de la solidification de l'inconel 718 en fonderie. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013. Français. NNT : 2013ENMP0082 . pastel-00998532

HAL Id: pastel-00998532

<https://pastel.hal.science/pastel-00998532>

Submitted on 2 Jun 2014

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

Alexis Pautrat

Date : 18 Juillet 2013

Étude expérimentale quantitative de la solidification du superalliage 718 en fonderie

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

Directeur de thèse: **Michel Bellet**

Jury

Mme. Anne-Françoise Gourgues, CDM, MINES ParisTech, Evry

M. Jacques Lacaze, directeur de recherche, CIRIMAT, CNRS, Toulouse

M. Franck Tancret, professeur, Université de Nantes, Nantes

Mme. Emelyne Renard, ingénieur, DLA, CNES, Paris

M. Daniel Cornu, ingénieur, DMS, SNECMA, Vernon

M. Michel Bellet, professeur, CEMEF, MINES ParisTech, Sophia antipolis

M. Charles André Gandin, directeur de recherche, CEMEF, MINES ParisTech, Sophia antipolis

Présidente

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

Remerciements

Je tiens à remercier M^r Jacques Lacaze et M^r Franck Tancret (rapporteurs) ainsi que la présidente du Jury M^{me} Anne-Françoise Gourgues pour l'attention portée à mon travail ainsi que pour les discussions constructives qui ont conduit ma soutenance de thèse. Je remercie M^{me} Emelyne Renard (CNES), M^r Daniel Cornu et M^r Raphaël Salapette (SNECMA) pour leur volonté à approfondir les connaissances dans le domaine de la solidification de l'Inconel 718, le suivi régulier des travaux et le soutien qu'ils m'ont apporté pendant ces trois années de thèse. Je remercie chaleureusement Charles-André Gandin et Michel Bellet pour toutes les connaissances scientifiques et les valeurs techniques et professionnelles qu'ils m'ont transmises au Cemef telles que la rigueur et la précision scientifique ainsi que la prise de recul nécessaire à la critique d'une méthode ou d'un résultat. Bien entendu, je n'oublie pas non plus les personnes avec lesquelles j'ai travaillé de longues heures au CEMEF, Lionel Freire, Marc Bouissou et Suzanne Jacomet particulièrement.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui m'ont entouré et soutenu pendant cette période au premier rang desquelles ma femme Emmanuelle. Par ses attentions, la peine de chaque jour s'évanouie. Je remercie mon ami Andres Garcia qui m'a énormément apporté tant sur le plan humain que sportif. Je termine ces remerciements par mes parents qui ont toujours été présents à tout niveau.

Table des matières

Table des matières.....	3
Avant-propos.....	6
Notions primordiales et études liminaires.....	10
I. La métallurgie de l’Inconel 718.....	10
1.1. Constitution métallurgique.....	10
1.1.1 Les phases cristallographiques.....	10
1.1.2 La composition chimique.....	12
1.2. Les atouts de l’Inconel 718.....	15
1.2.1 Les caractéristiques mécaniques et chimiques.....	15
1.2.2 Les phases durcissantes.....	15
1.2.3 Les traitements thermiques.....	16
1.3. Les défauts de solidification en fonderie de précision.....	19
1.3.1. Les intermétalliques.....	19
1.3.2. Les porosités.....	20
II. L’impact des conditions de solidification.....	21
2.1 Les phénomènes mis en jeu lors de la solidification.....	21
2.1.1 Equilibre thermodynamique.....	21
2.1.2 La solidification en front plan.....	23
2.1.3 Surfusion de germination et de croissance.....	26
2.1.4 Croissance dendritique et eutectique.....	27
2.2 Modélisation de la microségrégation.....	29
2.2.1 Modèle analytique avec surfusion de croissance.....	29
2.2.2 Modèle de microségrégation.....	31
Etude expérimentale.....	34
I. Les coulées expérimentales.....	35
1.1. Le four de fusion sous vide.....	35
1.2. Moule de fonderie pour coulée en source.....	40
1.2.1 Description du moule.....	41

1.2.2	La position des capteurs de température	43
1.3.	Les échantillons réalisés	44
1.3.1.	Caractéristiques des coulées.....	44
1.3.2.	Identification des paramètres	45
1.3.3.	Les échantillons	49
II.	Méthode d'analyse au microscope électronique à balayage	52
2.1	Identification visuelle des phases	52
2.2	Sélection d'une zone d'analyse.....	54
2.3	Mesure de la composition chimique	57
2.4	Détermination quantitative des fractions de phase par analyse couplée EBSD/EDS.....	61
III.	Les résultats	65
3.1	Les fractions des phases en fonction de la vitesse de refroidissement	65
3.2	Les défauts observés	69
3.2.1	Les macroporosités	69
3.2.2	Les microporosités	69
3.2.3	Les nitrures de titane.....	70
3.3	La répartition des intermétalliques et des carbures.....	71
3.4	Composition chimique des phases.....	76
3.4.1	Composition chimique des intermétalliques	76
3.4.2	Composition chimique de la phase Gamma	78
Etude numérique		82
I.	Simulation des coulées avec le logiciel Thercast	83
1.1.	La mise en données des simulations	83
1.1.1	La géométrie du moule.....	83
1.1.2	Les conditions thermiques	83
1.1.3	Les conditions mécaniques	85
1.1.4	Les conditions initiales	86
1.1.5	Le maillage.....	87
1.2.	Les résultats des simulations	88
1.2.1	La plaque de 5 mm.....	89
1.2.2	La plaque de 10 mm.....	89
1.2.3	La plaque de 25 mm.....	90
II.	Simulation de la microségrégation.....	92
2.1	Influence de la composition chimique sur les intermétalliques	92

2.2 Etude de l'impact de la vitesse de refroidissement à l'aide du modèle de microségrégation	95
III. Simulation de la structure de grains	98
3.1 Le modèle Automates Cellulaires- Eléments Finis.....	98
3.2 La mise en données	99
3.3 Les résultats	100
Discussion	103
I. Les paramètres influant la structure de solidification de l'Inconel 718.....	103
II. Les enseignements issus de la modélisation numérique.....	110
III. Perspectives	111
Conclusion.....	116
Annexes	118
Bibliographie	175

Avant-propos

Dans les domaines techniques et scientifiques, les progrès sont issus de recherches à dessein, sans exclure les découvertes fortuites où l'acte d'observer et comprendre est malgré tout toujours présent. Ceci pourrait assez bien résumer l'avènement des superalliages au cours du XX^{ème} siècle. En effet, afin de satisfaire ses besoins, l'homme a très vite compris qu'il aurait la nécessité de maîtriser des énergies bien plus puissantes que la simple traction animale. Les recherches et développements entrepris pendant le XVIII^{ème} et le XIX^{ème} siècle sur la maîtrise de la chaleur, de la combustion et de la transmission de mouvement à l'échelle industrielle sont les prémises de cette volonté. Au tournant du XX^{ème} siècle, les concepts de turbine à vapeur, moteur à essence et l'aviation prennent leurs envols. Ainsi, dans les années 1910-1915, pour répondre aux exigences croissantes des conditions d'utilisation des pièces de moteur en termes de contrainte mécanique, de température d'utilisation et d'environnement corrosif, une gamme d'aciers inoxydables austénitiques est développée. Cependant, le perfectionnement des moteurs d'avions pousse les ingénieurs à réfléchir sur les nouvelles contraintes dues à l'altitude. C'est la naissance des compresseurs qui permettent une mise en condition optimum du mélange air-essence.

Sur ces axes de développement, Pierre Chevenard des aciéries d'Imphy (APERAM Imphy aujourd'hui) est particulièrement actif avec notamment le développement d'un alliage pour turbine à gaz Fe-60%Ni-11%Cr durci par l'ajout de tungstène et de carbone. Un autre alliage sur le même principe fut déposé [1] peu de temps après en 1917 pour les turbines à vapeur, afin de répondre aux problèmes de corrosion intergranulaire. Cet alliage à base de fer contient 34% de nickel et 11% de chrome. Cependant, il subsiste toujours 0.3% de carbone afin d'atteindre la limite d'élasticité nécessaire. Or la formation de carbures de fer et de chrome diminue la résistance à la corrosion. L'idée de Pierre Chevenard fut alors de remplacer l'effet bénéfique du carbone par d'autres mécanismes connus dans les alliages légers. Cette démarche conduit à la découverte de l'effet durcissant par l'ajout d'aluminium et de titane. Le brevet est déposé en 1929 [2] et couvre les alliages austénitiques Fe-Ni-Cr avec une large proportion de nickel. Ces développements sont le point de départ de la large famille des superalliages. Elle est caractérisée par une phase principale γ à structure cubique faces centrées. Ces alliages sont composés principalement de Ni, de Cr ou de Co. La proportion de Cr est rarement inférieure à 12% afin de conserver de bonnes propriétés anticorrosion à haute température. Le tungstène et le molybdène sont souvent ajoutés dans l'objectif d'un durcissement structural. Comme évoqué plus haut l'ajout d'aluminium et de titane, toujours dans de faibles proportions, permet de former la phase cubique nommée γ' par transformation de phase à l'état solide lors de traitements thermiques. Cette phase sera réellement identifiée plus de 20 ans après la découverte de ses propriétés par diffraction de rayons X [3].

D'une manière générale, l'apparition de ces nouveaux matériaux va étendre considérablement le champ des possibilités grâce à une très bonne tenue mécanique à haute

température, à une grande stabilité dans des milieux corrosifs ou riches en oxygène ou hydrogène. Ainsi, au fil du XX^{ème} siècle les moteurs à réaction pour l'aviation vont devenir un domaine d'application privilégié compte tenu de la finesse et de la complexité magistrale des pièces conçues.

A la fin des années 1950, l'addition de niobium aboutit à la création d'un alliage aux propriétés exceptionnelles, l'Inconel 718. La particularité de ce matériau vient d'une phase unique, appelée γ' du type Ni_3Nb . Cependant, certaines limitations sont vite apparues pour cet alliage comme ceux de sa famille. En effet, leur forte résistance mécanique et leur dureté limitent les possibilités de transformation à chaud. Pour cette raison la plupart des pièces en Inconel 718 sont produites par fonderie. C'est le cas notamment de très larges pièces telles que les carters et les supports des moteurs [4]. Ce sont essentiellement des considérations économiques qui ont poussé à une utilisation massive de l'inconel 718 dans ce type d'application car les hautes propriétés mécaniques de l'alliage permettent des gains de masse importants vis-à-vis des aciers austénitiques. De plus, les bonnes propriétés de soudabilité de l'Inconel 718, couplées aux progrès importants réalisés dans les techniques de fonderie de précision, placent cet alliage comme incontournable dans la réalisation de pièces larges et complexes.

Une autre particularité de l'Inconel 718 est de posséder de bonnes propriétés mécaniques à la fois pour des faibles et hautes températures. Ceci en fait alors un matériau de choix pour la fabrication des moteurs cryogéniques qui équipent les fusées. C'est le cas notamment des deux plus illustres programmes spatiaux que sont la conquête de la lune par l'URSS et les États-Unis. Par exemple, le premier étage de la fusée soviétique était équipé de trente moteurs NK-33 fonctionnant au kérosène et l'oxygène liquide assemblés sur une couronne de 30 m de haut et 17m de diamètre. Cet étage fournissait une poussée de 4600 tonnes au décollage pour une fusée de 112.7 m de haut et 2700 tonnes. De l'autre côté de l'océan, la fusée Saturn V est aussi équipée de moteurs cryogéniques « F1 » alimentés entre autres à l'oxygène liquide. Ses mensurations sont proches de celle de la fusée soviétique à la différence que le premier étage n'est composé que de 5 moteurs qui consomment près de quatorze tonnes de carburant à la seconde. Dans ces moteurs, toutes les conditions sont réunies pour l'utilisation des matériaux décrits précédemment : haute température ($<600^{\circ}C$), basse température (oxygène liquide, $-253^{\circ}C$), très haute pression et nécessité de minimiser le poids des pièces ce qui réclame une très haute résistance mécanique.

Encore aujourd'hui la propulsion cryogénique est largement utilisée avec des technologies qui ont de nombreuses heures de vol. On citera le moteur Viking développé par Snecma Vernion et qui équipa massivement les fusées Ariane 1 à 4. Aujourd'hui, il trouve une seconde jeunesse dans une version améliorée sur le deuxième étage de la fusée indienne PSLV. Les moteurs très fiables RS-25D, qui équipaient les navettes spatiales états-uniennes, sont composés à 51% d'Inconel 718 dans plus de 1500 pièces différentes. Réutilisé sur les étages supérieurs du futur lanceur lourd américain SLS, ce moteur à oxygène et hydrogène liquides implique des conditions de fonctionnement variant entre $-253^{\circ}C$ et $+750^{\circ}C$ pour ces pièces [5]. Un autre bel exemple de propulsion cryogénique est la fusée Atlas V de la NASA qui est propulsée par des moteurs russes RD-180 pour son premier étage et par le moteur RL 10B-2 pour l'étage Centaur de Pratt & Whitney Rocketdyne. On retrouve aussi ce moteur sur certaines configurations de la fusée Delta IV du ministère américain de la défense. Bien entendu, même si cette liste est non exhaustive, on ne peut pas éluder le moteur Vulcain 2 qui équipe actuellement le premier étage propulsif de la

fusée Ariane V ainsi que le développement par la NASA du moteur J2-X, évolution des moteurs de la fusée lunaire Saturne V dans le cadre de la conception de l'étage principal du SLS.

Cependant, l'avenir de la propulsion cryogénique n'est pas assuré face au développement de la propulsion à poudre. Beaucoup moins stable, non réallumable, très toxique et d'une mise en œuvre délicate (remplissage des boosters) ce mode de propulsion a au moins l'avantage d'être très puissant et économique. C'est sans doute ces raisons qui expliquent sa présence de plus en plus fréquente sur les lanceurs. On citera par exemple le nouveau lanceur européen Vega dont le premier étage est à poudre, ainsi que les développements de la future Ariane 6 où plusieurs des configurations proposées font appel massivement à la propulsion à poudre au détriment des moteurs cryogéniques. À l'inverse, le défi technique que représente la maîtrise de la propulsion solide, sa dangerosité (en 2003 la fusée brésilienne VLS explosa dans son bâtiment d'assemblage et causa la mort de 21 personnes) et son caractère non réallumable l'écarte plus ou moins de nombreux projets des acteurs récents de l'industrie spatiale. On nommera l'essor des lanceurs chinois CZ et indiens GSLV dont des versions lourdes sont attendues d'ici deux à trois ans pour des vols habités, ainsi que l'Ukraine qui joua un rôle important dans l'industrie spatiale de l'ex-URSS et qui détient aujourd'hui une place de choix avec le lanceur Cyclone (propulsion entièrement liquide) et les lanceurs Zénit et Dnerp. Enfin, on ne peut oublier l'apparition d'acteurs privés comme la société SpaceX qui a doté le premier étage de son lanceur de référence, la Façon 9, de neuf moteurs cryogéniques Merlin 1D.

Toutefois, il ne faut pas perdre de vue que ces moteurs cryogéniques sont d'un très haut perfectionnement et qu'il suffit de peu de chose pour qu'un lancement tourne court. Prenons comme exemple le moteur RD-0110 de l'étage supérieur de la fusée Soyouz. La conception de ce moteur n'est plus à mettre en cause après les innombrables lancements couronnés de succès. Malgré tout, l'industrie spatiale russe connut du 5 décembre 2010 au 23 décembre 2011 une longue série d'échecs dont une large part est attribuée à la défaillance du moteur cryogénique du 3^{ème} étage et de son évolution, le RD-0124. Les soupçons se tournent alors bien évidemment vers la fabrication même de ces moteurs. Il est probable que les interrogations des ingénieurs russes ne soient toujours pas levées. Mais l'étude développée ici peut permettre de comprendre qu'une déviation aussi petite soit-elle des conditions de fabrication optimum des pièces de moteur peut conduire à une perte dramatique de fiabilité. En effet, lors de la solidification de l'Inconel 718, des phénomènes physiques présentés dans le chapitre 1 partie 2 provoquent la formation de phases fragilisantes. Ces phases de « Laves » sont dures et fragiles, elles vont donc favoriser l'apparition de fissures lors des sollicitations de la pièce et ce jusqu'à la rupture. Cependant, les ingénieurs constatèrent rapidement qu'une augmentation de la vitesse de refroidissement permettait de diminuer la quantité de ces phases fragilisantes [4]. Cette fragilité ne constitue pas l'unique raison de la défaillance d'un moteur cryogénique mais cet exemple démontre très bien toute l'importance à donner à la microstructure des pièces de fonderie. La figure 1 présente la microstructure d'une pièce du moteur Vulcain 2 en coupe. Cette image illustre la complexité des éléments obtenus en fonderie. On aperçoit notamment des blocs massifs constitués de grains colonnaire et équiaxe proche de zones de fine dimension où la taille de grain s'étend sur toute la largeur. Les travaux présentés ici ont pour but de mieux comprendre les phénomènes en action lors de la solidification afin de mieux maîtriser les défauts de fonderie et ainsi relever le défi posé par le développement des nouveaux moteurs cryogéniques.

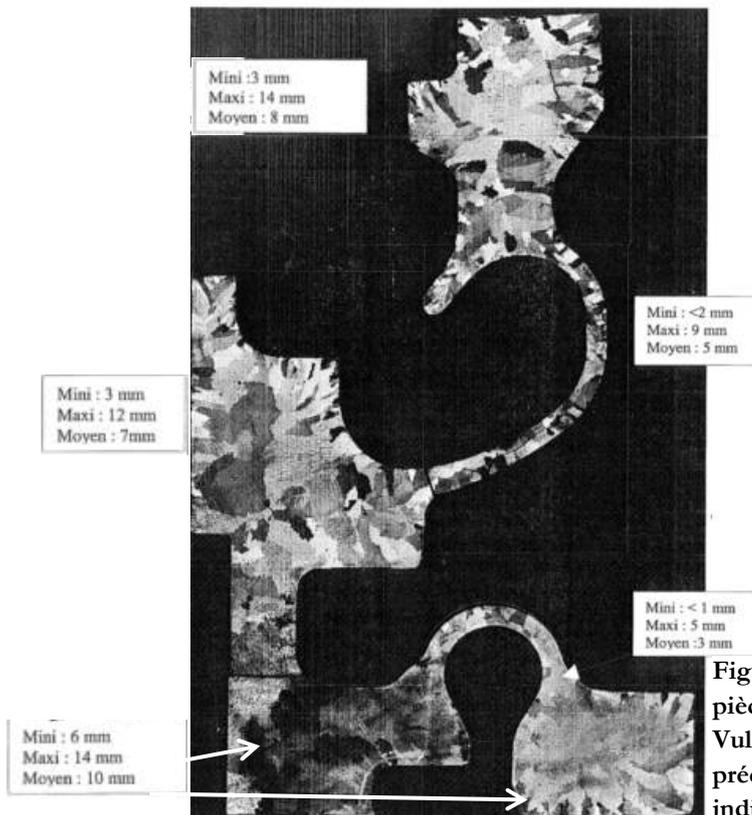


Figure 1: structure de grain d'une pièce en Inconel 718 du moteur Vulcain 2 produite par fonderie de précision. La taille de grains est indiquée dans les encadrés

Le premier chapitre passe en revue la plupart des éléments permettant de bien cerner la métallurgie de l'Inconel 718 puis développe les hypothèses et modèles utilisés dans cette étude. Le chapitre 2 évoque en détail la réalisation de l'étude expérimentale avec des informations supplémentaires dans les annexes 1 et 2. Cette étude expérimentale repose sur la mise au point graduelle tout au long de la thèse d'un four de fusion sous vide et d'un moule chauffé, instrumenté, permettant de couler en source des plaques de différentes épaisseurs. Cet outil a permis de réaliser plusieurs échantillons dans des conditions de refroidissement variées. Puis, on présente la méthode d'analyse quantitative des fractions de phase développée avec le microscope électronique à balayage FEG supra 40. Toujours dans la partie expérimentale, une large section est allouée à la présentation des résultats de ces observations qui constitue le support des discussions détaillées à la fin de ce manuscrit. Le troisième chapitre concerne les travaux numériques. La première partie traite des travaux réalisés sur le logiciel Thercast afin de modéliser les coulées expérimentales de manière macroscopique. On retrouve aussi en annexe 3 et 4 plus de détails sur la mise en donnée de ces simulations. Dans la partie suivante on aborde la simulation de la microségrégation, phénomène à l'origine de la formation des phases de Laves. Ces simulations travaillent à une échelle microscopique. Enfin, le dernier outil de modélisation utilisé est le modèle CAFE qui simule la germination et la croissance des phases solides en couplant une résolution aux éléments finis avec un automate cellulaire. Il est intéressant de remarquer que les trois outils utilisés ici travaillent sur des échelles complémentaires puisque le modèle CAFE calcule sur des volumes intermédiaires aux deux précédents. Mais surtout ces trois modèles abordent des domaines physiques très distincts et complémentaires à la description globale du phénomène de solidification. Enfin, le chapitre 4 concentre la plus grande partie des discussions et mises en perspective des résultats.

Notions primordiales et études liminaires

I. La métallurgie de l'Inconel 718

La définition commerciale de l'Inconel 718 remontant aux années 1950, de très nombreuses études ont été publiées depuis. Elles recouvrent tous les aspects de ce superalliage tant en termes de fabrication que d'utilisation. Dans cette revue bibliographique traitant de la métallurgie de l'Inconel 718, nous aborderons les domaines essentiels à la compréhension de l'étude développée dans les chapitres suivants. Nous discuterons également un nombre important d'autres sujets de manière non exhaustive, afin de mieux saisir les qualités de l'Inconel 718.

1.1. Constitution métallurgique

Ce superalliage a un liquidus établi à 1337 °C et un solidus, brut de fonderie, à 1075 °C [6]. Cependant, comme nous allons le voir dans cette étude, la température de solidus peut varier sensiblement.

1.1.1 Les phases cristallographiques

La principale phase cristallographique est la phase Gamma (γ). Étant essentiellement composée de nickel (voir partie suivante) avec d'autres éléments chimiques en substitution (Fe, Cr, Nb ...) elle possède la même structure que le nickel pur, cubique à faces centrées [7] avec un paramètre de maille $a=0,3608 \text{ nm}^1$. La proportion de cette phase varie entre plus de 98% pour du matériau brut de solidification obtenu sous des conditions particulières [6] et environ 80% après les cycles de traitement thermique qui seront abordés chapitre 1 partie 1.2.3. La phase Gamma étant fortement alliée, elle croît de manière dendritique sous forme colonnaire ou équiaxe (fig. 1). De tous les éléments d'alliage, le niobium et le molybdène sont ceux dont le rayon atomique est le plus important. Cette caractéristique est un des éléments qui explique une forte ségrégation lors de la solidification de la matrice Gamma. Ce phénomène induit un ample gradient de composition en Nb et Mo au sein même de la phase γ . Ce gradient se traduit par une augmentation du paramètre de maille de 0,0624 nm par % atomique supplémentaire du fait de la déformation de la maille cristalline par les atomes de Nb et Mo [8] [9].

¹ Donné pour la phase γ à température et pression ambiante

Les carbures constituent les phases secondaires. Ils sont d'une grande variété dans les superalliages [10] mais il n'y en a qu'un seul dans l'Inconel 718. Composé de niobium et dans une moindre mesure de titane, ce carbure a une structure cubique de paramètre $a=0,444$ nm très proche du NbC pur ($a=0,447$ nm) [11]. Dans la suite de ce manuscrit nous parlerons systématiquement de carbure de niobium (NbC) par simplification. Ces carbures se forment très tôt, vers 1280°C [6] soit 50°C sous le liquidus et 200°C au-dessus du solidus, mais leur apparition peut être grandement favorisée par la présence préalable dans le bain liquide de nitrure de titane [12]. La coulée sous vide de l'Inconel 718 a notamment pour objectif de réduire la quantité de TiN (voir chap. 2 partie 1.1). L'étude révèle également que, lors de la solidification dans le procédé VIM², les carbures sont retrouvés quantitativement à 80% dans la matrice et à 20% dans les espaces interdendritiques. Il n'a pas été montré que les carbures étaient rejetés par le front solide ou transportés par les mouvements de convection du liquide.

L'enrichissement progressif du liquide en éléments d'alliage comme le niobium et le molybdène, dû à la microségrégation, induit des équilibres thermodynamiques plus complexes à la fin de la solidification. Se forme alors pour au maximum 5% en poids (Pds), dans les poches de liquide résiduel, la phase de Laves (du nom de son découvreur). Elle a une structure hexagonale du type MgZn_2 [13]. Dans le Pearson [14] elle est considérée comme Ni_2Nb , hexagonale C14, groupe d'espace : $P6_3/\text{mmc}$. Ses paramètres de maille sont $a_0=0,47$ nm, $c_0=0,75$ nm [7]. La phase de Laves apparaît dès que la composition en niobium du liquide atteint 20% [6]. Elle se forme dans les espaces interdendritiques vers 1175°C sous forme d'eutectique avec la phase Gamma ou sous forme globulaire avec un aspect allant de sphérique à très accidenté [11] [15].

Une autre phase apparaît lors de la solidification ; il s'agit de la phase delta (δ), qui se forme aux mêmes lieux que la phase de Laves. Du type Ni_3Nb , elle est orthorhombique du type $D0_a$. Elle possède une morphologie fine et allongée (aiguilles de longueur de 1 à 8 μm pour un diamètre de 30 nm) ou globulaire (1 μm), de paramètres de maille $a=0,5107$ nm, $b=0,4220$ nm, $c=0,4526$ nm ; toutefois, ces dimensions varient fortement en fonction de l'histoire thermique du matériau. Il a aussi été remarqué au TEM³ que sa formation s'effectue avec un grand nombre de défauts [7]. A la différence de la phase de Laves, la phase delta peut germer aux joints de grains et croître sous forme d'aiguilles pendant les traitements thermiques sur l'intervalle $[750-1050]^{\circ}\text{C}$. Sa fraction peut ainsi passer de 1% en Pds pour un matériau brut de fonderie à plus de 5%. La température optimale pour sa croissance se situe vers 950°C [8] [16]. Cette phase n'est pas recherchée pour ses propriétés mécaniques en tant que tel mais pour sa localisation aux joints de grains qui permet de stopper la progression des dislocations et limite la croissance des grains pendant les traitements thermiques à haute température [17] [18] [19].

Les deux dernières phases majeures de l'Inconel 718 sont des précipités qui se forment à l'état solide dans la matrice γ ; elles sont par association nommées Gamma prime (γ') et Gamma seconde (γ''). Il s'agit de phases très importantes pour l'Inconel 718 car ce sont elles qui lui confèrent ses caractéristiques mécaniques exceptionnelles (chapitre 1 partie 1.2.1). La phase γ' est cubique de paramètre de maille $a=0,3592$ nm [8]. Du type $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ ($L1_2$) elle se trouve sous la forme d'un ellipsoïde oblong d'orientations cohérentes avec la matrice. On en découvre peu car

² Vacuum Induction Melting

³ Microscopie électronique en transmission

l'Inconel 718 n'est pas riche en aluminium et en titane. Après des traitements thermiques autour de 718°C, on parvient à générer jusqu'à 4% de phase γ' [7] [20] [19]. La phase γ'' est plus spécifique à ce superalliage. Tétraogonale centrée du type Ni_2Nb ($D0_{22}$), on les trouve sous forme d'ellipses très allongées d'une trentaine de nanomètres d'épaisseur, parallèles à la direction $\{100\}$ de la matrice γ . Ses paramètres de maille sont $a=0,3605$ nm et $c=0,7437$ nm. Afin de former cette phase métastable, il convient de stabiliser le matériau brut aux alentours de 850°C pendant plusieurs heures, ce qui permet d'en former jusqu'à 13% [21].

1.1.2 La composition chimique

Dans cette partie nous abordons la composition chimique des phases décrites auparavant puis l'impact de chaque élément sur la métallurgie de l'Inconel 718. Cependant, relativement au Tableau 1, précisons que la composition chimique de chaque phase varie fortement en fonction du matériau de base utilisé, les conditions de solidification et l'histoire thermique de ce dernier. Par exemple, on note une augmentation du solidus par calorimétrie différentielle à balayage au fil des traitements thermiques à haute température (>1000 °C). Ceci suggère une homogénéisation graduelle de la composition de la matrice par diffusion chimique jusqu'à disparition des intermétalliques. Il s'agit ici de la phase de Laves en particulier [22]. La phase Gamma est un cas typique car il existe un très important gradient de composition chimique entre le centre des dendrites et la composition des lamelles formées à l'eutectique Gamma/Laves. Dans le tableau ci-dessous apparaît donc la composition mesurée de chaque phase avec les maxima et minima relevés dans différentes études. Nous reviendrons sur ces aspects de composition chimique dans les chapitres suivants de ce manuscrit.

	%Pds	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Al	Ti	C	Si
Inconel Standard	Max	58,0	20,5	21,0	5,5	3,3	0,8	1,15	0,08	0,35
	min	46,0	16,5	17,0	4,8	2,8	0,2	0,70	0,02	0
γ	Max	58,4	25,5	22,0	9,6	4,0	1,44	1,6		0,6
	min	48,9	7,4	8,4	1,6	2,14	0,4	0,34		0,1
γ'	Max	68,8	2,2	0,86	10,4	0,40	10,8	9,40		0,35
	min		1,8	0,21	8,3	0,18	8,0	7,8		0,11
γ''	Max	70,0	2,3	1,53	25,1	1,36	5,6	8,5		0,13
	min		0,73	0,71	12,0	0,26	0,44	4,65		0,01
Laves	Max	49,5	15	15,3	29,0	10,2		1,6		4,9
	min	39,6	7,6	9,1	18,8	3,4	0,1	0,6		1,0
NbC TiC	Max	22,5	4,7	2,5	80,4	2,5	0,1	80,0		1,9
	min	1,5	0,5	0,73	12,5	0,0	0,0	5,1		0,0
delta		64,8	5,3	3,4	20,4	2,2	0,8	3,0		0,1

Tableau 1 : Compositions chimiques mesurées des phases cristallographiques de l'Inconel 718. [7] [22] [23] [24] [25]. Pour les carbures, deux types sont considérés : NbC et TiC d'où les fortes variations en Nb et Ti.

L'influence des différents éléments sur les propriétés finales de l'alliage a été déterminée par une expérimentation détaillée et individuelle depuis près de 60 ans. Ces nombreuses recherches ont été motivées par l'amélioration continue de la formulation de base de l'*International Nickel Corporation, (NY, USA)*. Un point majeur d'amélioration est bien évidemment en lien avec les défauts de fonderie tels que la réduction des porosités et des phases fragilisantes comme la phase de Laves.

L'élément le plus décrit est de loin le niobium. Il joue un rôle prédominant à la fois dans l'apparition des intermétalliques du à sa forte ségrégation chimique et dans les transformations de phase à l'état solide $\gamma/\gamma'/\gamma''$ [8]. Une étude détaillée à la microsonde de Castaing montre un rapport de 0,5 entre le cœur des dendrites (2,5% Pds) et la concentration nominale de l'alliage (5,1% Pds). Ce rapport est similaire lorsque l'on met en relation la solubilité maximale du niobium dans la matrice, 9,6% Pds par rapport à la concentration donnant lieu à l'eutectique γ /Laves, 19,6% Pds [23]. Au regard de ce comportement et de ces incidences la teneur maximale recommandée est de 5,5% Pds [26].

Mais il semble que la ségrégation du niobium ne soit pas une fatalité car l'augmentation de la concentration en carbone favorise la formation des carbures et ainsi neutralise suffisamment de niobium pour limiter, jusqu'à disparition totale, l'apparition des phases de Laves. Il convient donc de considérer avec attention le rapport C/Nb [27] [28] [29] [12]. L'ajout de carbone abaisse aussi la température de la précipitation $\gamma \rightarrow \gamma + \gamma'$. Cependant il est préférable de ne pas dépasser 0,1% si l'on souhaite conserver une bonne ductilité à froid [30]. À l'inverse, certaines études [31] [32] montrent qu'une diminution sous 0.01% de la teneur en carbone ne nuit pas à la résistance à la traction s'il est remplacé par du magnésium et permet de diminuer de ce fait la quantité de carbure dans le matériau final, ce qui peut être judicieux suivant les applications. Il n'y a pas de composition idéale à découvrir mais un compromis permanent suivant l'application pour laquelle est destiné le superalliage. Le carbone en est une parfaite illustration, et ceci s'avère être le cas pour presque tous les éléments.

Le fer est intéressant d'un point de vue économique. Il facilite aussi le travail à chaud mais réduit la résistance à la corrosion [30]. Le chrome et le molybdène augmentent la résistance à la corrosion de l'alliage. Dans d'autres superalliage moins riches en Cr et Mo, certaines terres rares sont ajoutées, comme Y, Hf, Zr, ou d'autres éléments comme Ce, Sc, La et Al [30].

L'aluminium et le titane sont deux éléments d'alliage importants dans la métallurgie de l'Inconel. Ils possèdent une influence positive sur les propriétés mécaniques de ce dernier car ils accentuent la fraction de phase γ'' et surtout γ' . Toutefois, il est conseillé de ne pas dépasser 1% en poids pour chacun de ces éléments. Au-delà, ils subissent une ségrégation aux joints de grains non négligeable lors des traitements thermiques, favorisant la phase Sigma [26] et détériorant les propriétés de soudabilité [33]. Si l'on recherche de bonnes propriétés de mise en forme à froid, on peut diminuer la proportion d'Al, à condition d'avoir suffisamment de Cr pour conserver les propriétés anticorrosives.

Le phosphore, le silicium et le soufre sont quasi inexistant dans la phase γ . Il a été montré que ces éléments ne modifient pas la chimie des phases mais favorisent la formation de celles dans lesquelles ils peuvent s'insérer, comme la phase de Laves et les carbures. Ils rendent l'interface Gamma/NbC plus faible et le soufre forme, s'il est présent en trop grande quantité,

des aiguilles néfastes aux propriétés mécaniques. Ces sulfures deviennent alors des sites privilégiés de formation de phases de Laves [24] [34] [35]. Le soufre a aussi tendance à migrer aux joints de grains lors de la déformation à chaud, ce qui augmente la taille des sulfures ou les chances de les rencontrer [29]. Cette ségrégation aux joints de grain que l'on retrouve aussi avec le phosphore dépend de la température, elle provoque un affaiblissement de la cohésion intergranulaire [36].

L'ajout de bore influe négativement la soudabilité du fait d'une ségrégation forte aux joints de grain lors de la solidification du cordon de soudure qui affaiblit les liaisons intergranulaires. Ce phénomène peut être contré par des traitements appropriés [37].

Cependant, l'addition de ces éléments mineurs n'a pas que des inconvénients ; les retombées sur le diagramme de phase ont d'ailleurs été investiguées en détail dans le cadre de la coulée de lingots [38]. On notera par exemple que le bore est ajouté volontairement pour augmenter la contrainte limite à la rupture et la ductilité à chaud. Il permettrait de diminuer la diffusion intergranulaire et ainsi éviter les zones pauvres en phases durcissantes [35] [29]. Une autre étude suggère l'influence du B et du P dans la mobilité des dislocations [39]. Le silicium et le manganèse sont parfois ajoutés car ils permettent une désoxydation du métal en phase liquide, ce qui améliore sa coulabilité. Toutefois le Mn diminue les propriétés de résistance à la corrosion s'il est présent en trop grande quantité [30]. Enfin, le magnésium et le calcium améliorent la ductilité à chaud et permettent de contenir la ségrégation du S [30] [40]. Le Mg est aussi connu pour augmenter la durée de vie avant rupture, en promouvant la phase delta et en affinant sa morphologie [41] ; il diminue la fraction des phases de Laves sur des échantillons coulés puis traités thermiquement. Cette diminution a été identifiée comme venant d'une diminution de la ségrégation du niobium ainsi que d'une réduction de l'espace interdendritique. Il permet aussi d'augmenter la résistance aux chocs [42].

Chacun de ces éléments chimiques subit une ségrégation lors de la solidification. Ce phénomène sera exposé chapitre 1 partie 2. La ségrégation chimique a un impact très fort sur la structure et la morphologie de l'alliage post solidification. Or le coefficient de ségrégation est différent pour chaque élément et dépend de ses affinités électroniques, la taille de l'atome etc...

Elément chimique	R.L. Kennedy <i>et al.</i> [43] Profil de composition	R.L. Kennedy <i>et al.</i> [43] Point aléatoire	Micro-Met Lab [44]	DeVries and Mumau [45]
Cr	1,46	1,23	1,18	1,80
Nb	5,68	5,58	5,10	5,60
Mo	3,62	1,51	1,13	1,60
Ti	3,14	2,52	2,14	1,70
Al	3,00	--	2,31	1,80

Tableau 2 : Rapport de ségrégation (C_{max}/C_{inf}) de plusieurs éléments chimiques composant l'Inconel 718. Ces coefficients sont mesurés sur un matériau brut de solidification dans chaque cas.

1.2. Les atouts de l'Inconel 718

1.2.1 Les caractéristiques mécaniques et chimiques

L'avènement des superalliages est issu des besoins des industries aéronautiques et spatiales. Ces deux secteurs ont eu très tôt l'utilité de matériaux dotés de caractéristiques particulières, la première d'entre elles étant de bonnes propriétés mécaniques à des températures élevées. On peut retenir par exemple des valeurs moyennes telles que 1000 MPa de limite élastique et 1200 MPa de contrainte à la rupture à 650°C [46] (limite d'utilisation de l'Inconel 718). Pour les applications aéronautiques, la résistance en traction, la tenue au fluage et à la corrosion sont recherchées [11] alors que les applications spatiales, comme dans le cas des moteurs cryogéniques, sont en quête de ductilité et de ténacité avant tout, et bien sûr de tenue sous hydrogène et oxygène [46].

Ce dernier atout (résistance à l'oxydation) est obtenu par une proportion importante de Cr dans la composition de l'alliage. Sous atmosphère oxydante une couche d'oxyde de Cr, Cr_2O_3 , se forme en peau, empêchant la diffusion de l'oxygène plus profondément dans la pièce, ce qui fragiliserait les joints de grains [47]. à haute température, soit à partir de 650°C, il a été montré que des oxydes du type $(\text{Cr,Fe})_2\text{O}_3$ et FeNbO_4 pouvaient se développer [48]. Cette oxydation provoque la contraction du paramètre de maille de la phase Gamma et la dissolution de la phase delta à proximité. Ces trois phénomènes conjugués semblent induire une forte augmentation du coefficient d'expansion thermique entre 650°C et 850°C qui passe de 16 à 28.10^{-6}K^{-1} .

Au vu des enjeux, de nombreuses études ont été menées afin d'améliorer les propriétés de base de ce superalliage telles que la résistance au fluage ou la limite d'élasticité [49]. Au-delà des traitements thermiques abordés à la fin de cette partie, l'une des principales techniques est la maîtrise de la taille des grains de solidification, que ce soit en refusion (VAR⁴ et ESR⁵) [50], en fonderie de précision [51] [52] [53] ou bien en métallurgie des poudres [54]. La diminution de la taille des grains s'accompagne d'une diminution de la taille de la microstructure intergranulaire et comporte l'avantage de fractionner et diminuer la quantité des défauts de solidification tels que les phases de Laves [55]. Cet affinement peut être obtenu par de nombreux procédés [56] ; on citera par exemple la solidification sous vibration [52] ou sous haute pression en centrifugeuse [57]. L'objectif de ces deux méthodes est de « casser » les structures dendritiques lors de leur formation et ainsi diviser les germes solides. Au fil du temps et des progrès techniques, la taille des grains est devenue cruciale pour optimiser la durée de vie des pièces en Inconel 718 en fatigue et leur résistance au fluage, notamment pour les applications aéronautiques [58].

1.2.2 Les phases durcissantes

Les propriétés mécaniques exceptionnelles de l'Inconel 718 décrites ci-dessus proviennent principalement des deux phases durcissantes : les phases γ' et γ'' . Elles se forment à haute température, soit environ 750°C et 900°C pour les phases γ' et γ'' [59], par précipitation à l'état solide lors des traitements thermiques. L'apparition de ces phases dans les pièces brutes de fonderie est localisée dans les espaces interdendritiques du fait de la ségrégation chimique du Nb,

⁴ Opération de refusions sous vide réalisée en appliquant une différence de potentiel entre l'électrode à refondre et le lingot définitif ce qui induit un arc électrique.

⁵ Opération de refusions sous laitier où le métal est fondu par le laitier lui-même chauffé par effet Joule.

Mo, Al et Ti. En effet, l'enrichissement important du liquide de fin de solidification permet la croissance d'une phase γ riche de ces éléments d'alliages propice à la précipitation des phases durcissantes. γ' et γ'' peuvent d'ailleurs se former dès le refroidissement post-solidification. Pauvre en Fe et Cr, la phase γ' est aussi favorisée par un enrichissement en Al et Ti alors que la phase γ'' ne peut se former que dans une phase γ riche en niobium [60]. Face à cette constatation, les rapports (Ti+Al)/Nb, Al/Ti et la somme (Ti+Al+Nb) ont été analysés en profondeur pour les corrélés aux fractions finales de phases durcissantes, à leur stabilité et à leur morphologie [61]. Par ailleurs, la teneur couplée en Al+Ti permet d'augmenter la stabilité de γ' en relevant son solvius pour des superalliages du type 80%Ni-20%Cr, ce qui gêne le déplacement des dislocations et retarde ainsi la recristallisation à haute température [62]. Il est possible qu'un phénomène similaire se produise dans le cas de l'Inconel 718. Etant donné l'importance de ces phases durcissantes sur les propriétés mécaniques de l'Inconel, des études très détaillées au TEM (microscope électronique à transmission) ont été menées sur leur structure [63] [64].

A la suite de traitements thermomécaniques appropriés, il est possible de produire au maximum environ 17% en volume de constituant ($\gamma' + \gamma''$). Cette quantité importante est obtenue avec 13% de γ'' et 4% de γ' [21]. Si le matériau est écroui, les γ'' ont tendance à précipiter sur les dislocations et ainsi subdiviser les grains principaux en une structure plus fine avec des désorientations relatives au sein même du grain d'origine [13]. L'histoire thermique du matériau a également un rôle dans leur morphologie, mais pas sur les paramètres de maille [65]. On peut citer comme exemple (pour un matériau donné [21]) qu'un traitement thermique de 10h à 725 °C donne un diamètre de 13,7 nm pour les ellipsoïdes γ' et une épaisseur de 23,2 nm pour les aiguilles de γ'' , ce qui se révèle très bénéfique pour la résistance à l'élongation. A l'inverse, si l'on souhaite augmenter la limite d'élasticité, un traitement à la même température mais pendant 15h grossit les précipités avec γ' de diamètre 15,5 nm et γ'' d'épaisseur 27 nm.

Enfin, ces structures peuvent aussi se former au cours du procédé de solidification, plus précisément pendant la phase de refroidissement à l'état solide qui suit la solidification. On peut ainsi obtenir le taux maximal avec un refroidissement lent de 2 °C/min. Cette vitesse de refroidissement peut être associée à un traitement thermique puisqu'il permet de passer dans la zone de stabilité des précipités. Il s'agit d'un effet important pouvant être utilisé à bon aissant. Ce point sera rediscuté dans le chapitre 4. Par exemple pour une vitesse de refroidissement de 5 °C/min, la quantité et la morphologie de γ'' et γ' font apparaître un pic de dureté [33].

1.2.3 Les traitements thermiques

Les traitements thermiques ont une importance capitale, car la structure post-solidification n'est pas dans une large majorité des cas celle qui confère toutes leurs qualités aux superalliages. Ces traitements sont d'une grande variété, s'étalant de 590 °C à 1150 °C pour l'Inconel 718 et ce sur une durée variant de 25 min à plus d'une centaine d'heures. Leur objectif principal est de diminuer la fraction des phases fragilisantes comme la phase de Laves ainsi que de précipiter les phases γ'' et enfin γ' [19]. Il est très important de noter que la température, la durée et la pression aux quelles est effectué un traitement thermique affectent non seulement la quantité des phases citées, mais aussi leur structure et leur morphologie, impactant les propriétés mécaniques finales. Bien entendu, la composition chimique de base influe également sur la réponse du matériau aux

traitements thermiques : on citera notamment l'une des premières études très approfondie sur le sujet, réalisée par Rizzo et Buzzanell [66].

Les premiers traitements après solidification sont les traitements d'homogénéisation. Ils se caractérisent par des temps longs et des températures élevées, entre 1100 et 1200 °C. Ils permettent de remettre en solution les précipités γ' , γ'' et δ , mais sans refondre les espaces interdendritiques où se trouvent les phases à bas point de fusion : la phase γ fortement alliée et les phases de Laves. Les hautes températures permettent une diffusion progressive du niobium et diminuent ainsi la fraction de phase de Laves. Ces phénomènes ont été constatés expérimentalement à la microsonde par une homogénéisation de la composition des phases de Laves ainsi qu'une élévation de T_{solidus} (Figure 2).

Pour les pièces de fonderie en Inconel 718, ce traitement est souvent suivi d'une opération de compaction isostatique à chaud (HIP, hot isostatic pressing) (1000-1100 °C). Ce traitement a l'avantage de travailler aussi sur les microporosités issues de la solidification. La Figure 3 donne un aperçu du gain généré par ce traitement thermique. Il est possible de regrouper le traitement d'homogénéisation et le HIP [13] [67] [68]. A titre indicatif, le traitement thermique standard appliqué à l'Inconel 718 brut de fonderie est le suivant : 3h à 1121 °C effectué en HIP (remise en solution), 1h30 à 1093 °C (homogénéisation), 1h30 à 953 °C (précipitation de la phase δ), 18h à 718 °C puis descente de 55°C jusqu'à 620 °C (8h de maintien) (précipitation de γ'' et γ') [57]. Ce traitement est notamment celui appliqué sur les pièces en Inconel 718 des moteurs principaux de la navette spatiale des Etats Unis [69].

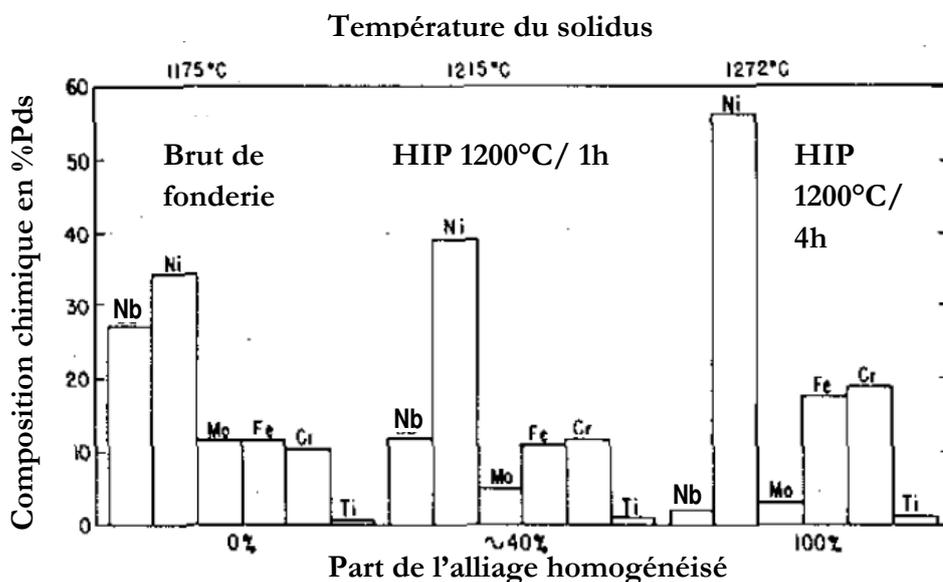


Figure 2: Evolution de la composition de la phase de Laves en fonction de la durée de la compaction isostatique à chaud [13] après solidification

Même si après remise complète en solution de la phase de Laves, il n'a pas été constaté qu'elle pouvait se reformer, ce n'est pas le cas des carbures. On peut les retrouver aux joints de grains, changeant profondément le mode de rupture qui passe de transgranulaire à intergranulaire [70]. Enfin, la phase sigma qui n'est pas aperçue post-solidification peut précipiter lors des traitements thermiques (Figure 4). Ce phénomène n'a pas été identifié comme diminuant la

contrainte à la rupture à haute température dans plusieurs superalliages [71]. Mais repérée proche de γ' , sa formation à haute température est facilitée par un fort taux de Fe et de Cr.

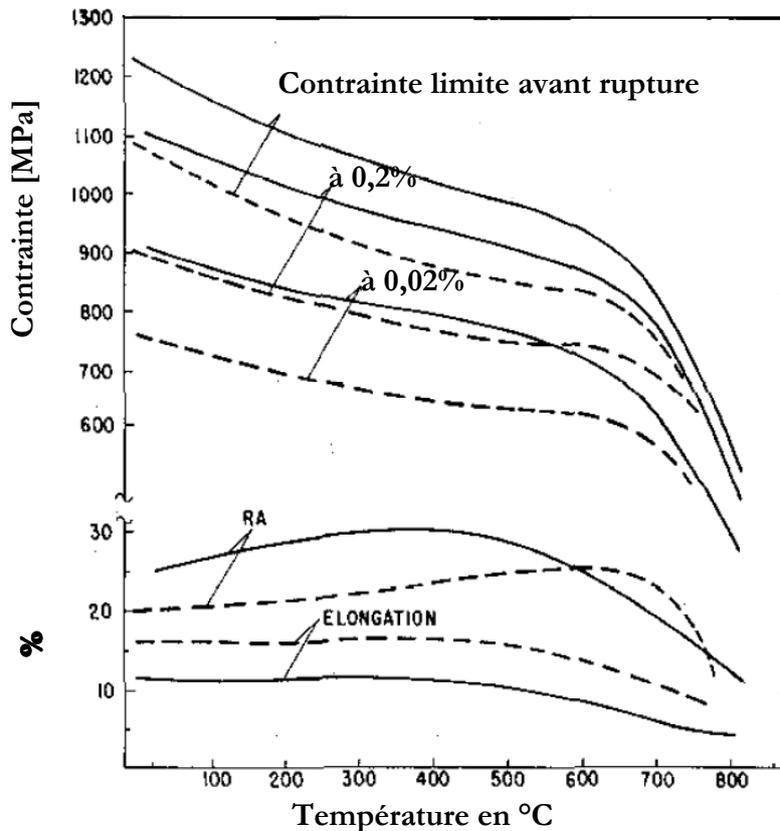


Figure 3: Caractéristique mécanique d'un échantillon en traction après HIP, 1200 °C/103 MPa/4 h (trait plein) par rapport à un échantillon ayant subi seulement 1093 °C/1h puis 982 °C/1 h (trait pointillé) [13] [113]. Deux résultats sont présentés dans la partie basse de la figure en terme d'allongement : l'allongement avant rupture RA, et l'élongation. Ces résultats sont à mettre en relation avec la contrainte limite avant rupture d'une part et le seuil d'élasticité à 0.2% et 0.02%.

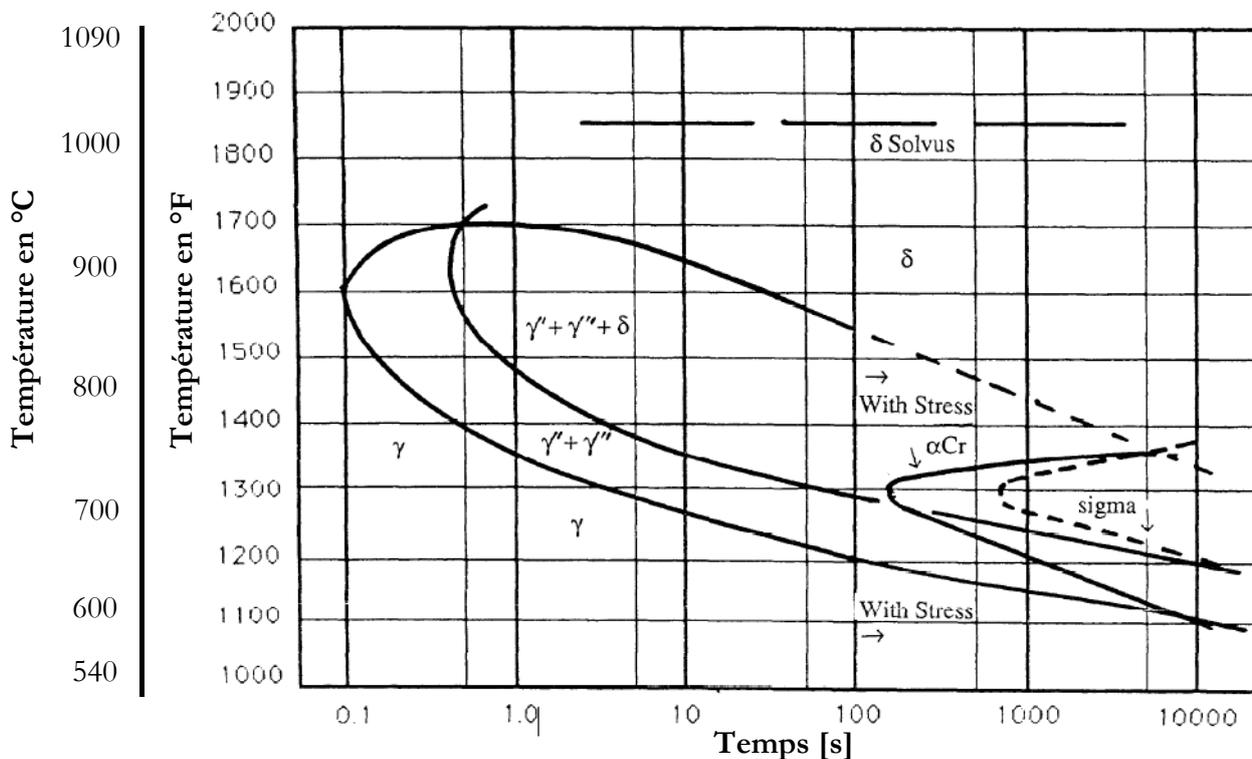


Figure 4: Courbes TTT de l'Inconel 718 [115].

1.3. Les défauts de solidification en fonderie de précision

1.3.1. Les intermétalliques

En sus de la phase γ et ses précipités γ' et γ'' , plusieurs autres phases peuvent apparaître. Cependant les inconvénients dus à leur présence surpassent bien souvent les quelques avantages qu'elles procurent. Dans cette catégorie, les nitrures de titane (TiN) sont les premiers à se former [6]. Ils apparaissent même bien avant la phase γ puisque la base de données thermodynamique NI20 [72] prédit leur équilibre avec le liquide vers 1400 °C. Ils se caractérisent par une géométrie cubique et apparaissent clairement noirs au MEB (microscope électronique à balayage) en électrons rétrodiffusés. Composés d'atomes de titane et d'azote, de faible masse volumique (5,22 kg/m³ [73]), leur numéro atomique réduit implique qu'ils ne renvoient que peu de signal. Le taux d'azote dissous dans le bain liquide joue directement sur la proportion de TiN, c'est d'ailleurs la raison pour laquelle l'Inconel 718 est coulé sous vide. Dans de nombreux alliages, une particule d'oxyde est souvent retrouvée au centre de ces nitrures tels que Al₂O₃. Néanmoins, dans l'étude présentée dans ce manuscrit, cette présence n'a jamais été constatée.

Du fait de leurs faibles dimensions et de leur éparpillement, les TiN affectent peu les propriétés du superalliage. Cependant ils consomment du Ti qui ne participera plus à la précipitation de γ' . De plus, ils jouent le rôle de germinant pour les carbures [12]. Les principaux carbures sont les carbures de niobium présentés précédemment ; ils existent dès que le taux de niobium excède 0,4% et sont du type MC. Leur répartition dans les pièces de fonderie est fonction de la taille des pièces [25] : contrairement à la solidification en VIM (vacuum induction melting) qui ne favorise pas la ségrégation des carbures [12], il a été retrouvé davantage de NbC dans les espaces interdendritiques lorsque les dimensions des pièces de fonderie sont grandes. D'autres carbures du type M₆C sont possibles avec le Mo et des borures M₃B₂ [74] suivant la composition initiale de l'alliage.

La fonderie de précision implique généralement de fondre préalablement le métal dans un creuset en alumine et oxyde de magnésium : c'est le cas pour l'étude expérimentale présentée au chapitre 2. Or le bain liquide peut réagir avec le creuset et notamment l'aluminium. On peut alors assister à la dispersion d'oxydes dans le bain liquide [75] et d'autres composés, tels que Al₂O₃, TiN, MgO et MgS [76], qui se retrouveront dans le matériau final suivant les quantités dissoutes.

Les précipités de phase δ , qui apparaissent pendant la solidification et les traitements thermiques, ne sont pas recherchés pour leurs propriétés mécaniques mais pour leur tendance à germer aux joints de grains et leur stabilité à haute température (voir chapitre 1 partie 1.1.1). La taille des aiguilles δ et leur répartition est à considérer avec attention dans les opérations de forgeage [77] car elles impactent directement la taille des grains et la mobilité des dislocations. Enfin, la phase δ possède une composition proche de la phase durcissante γ'' , et ces deux phases sont localisées dans les mêmes espaces riches en niobium. De ce fait, il a été montré distinctement que ces deux phases δ et γ'' entraînent en compétition [78]. C'est un point qui sera abordé dans le chapitre 4. Par ailleurs, ce phénomène n'a pas de conséquence sur γ' [79].

Enfin, la phase de Laves est la phase fragilisante que l'on cherche à minimiser. Elle diminue fortement la ductilité à chaud, la contrainte limite à la rupture et la résistance à la propagation de

fissures [80]. Ces effets sont rédhibitoires dans le cas des larges pièces de fonderie où apparaissent des freckles produisant des chaînes continues de phase de Laves [81]. Il a déjà été évoqué plus haut différents leviers permettant de diminuer la fraction de cette phase. Rappelons tout de même l'attention à porter au rapport C/Nb [29] : promouvoir la formation de NbC limite la ségrégation de Nb dans les espaces interdendritiques. Les traitements d'homogénéisation ont pour leur part un impact fort sur la phase de Laves [22] [82], même s'il apparaît que sur les larges pièces de fonderie, un maintien pendant 120 h ne suffit pas totalement si les intermétalliques sont de dimensions trop importantes [83].

Bien entendu, la quantité d'intermétalliques est marquée par les conditions de solidification. La vitesse de refroidissement, le gradient thermique et donc la structure de solidification, équiaxe ou colonnaire, jouent à la fois sur les fractions de phases mais surtout sur leur répartition [6] [25] [55] [84]. On comprend aisément qu'à fraction de phase de Laves égale, il est plus avantageux de la voir disséminée dans des espacements interdendritiques fins à la manière d'un matériau tissé où les intermétalliques seraient au centre de chaque maille, plutôt que sous la forme d'un plan épais monobloc situé entre deux grains équiaxes ayant engendré une très forte ségrégation dans l'espace intergranulaire. Ce sont des conséquences qui seront rediscutées dans le chapitre 4.

1.3.2. Les porosités

A l'état liquide, certains éléments de l'Inconel 718 sont fortement réactifs avec les gaz de l'atmosphère. La concentration en gaz dans le liquide peut alors augmenter jusqu'à favoriser la création de micro-porosités au cours de la solidification. Des travaux ont été menés pour modéliser cette occurrence et la quantifier. Ainsi lorsque la formule suivante est vérifiée, il y a création de microcavité de rayon r :

$$P_G > P + 2\sigma_{GL}/r.$$

avec P_G la pression de Sievert du gaz dissous [85], P la pression du liquide et $2\sigma_{GL}/r$ la pression due à la tension de surface liquide-gaz ou σ_{GL} est l'énergie d'interface liquide-gaz. Par leur forte réactivité avec O ou N, Al et Ti limite la formation des porosités, ça semble aussi être le cas pour le chrome. A l'inverse, il a été montré expérimentalement que le Co favorise ces défauts.

Le retrait de solidification est une autre hypothèse pour expliquer l'apparition de porosité. Très fine et souvent sphérique, la porosité de retrait va apparaître dans les poches de liquide isolées du fait de ce retrait. Il a été montré qu'une augmentation du taux de C diminuait le retrait de solidification [27] ; une autre étude suggère le remplacement partiel du C par du B, ce qui augmenterait la perméabilité de la zone pâteuse (basée sur la fraction solide/liquide et l'interface qui les lie) et ainsi limiterait les zones de liquide isolées [86]. Enfin, une étude [87] propose une relation directe entre les microporosités et les TiN, en leur faisant jouer le rôle d'obturateur des canaux d'alimentation, formant plus rapidement des zones de liquide isolées. Il est sans doute possible de déduire du taux de TiN la quantité de gaz dissous dans le bain liquide qui, pour une partie, créera des microporosités selon le premier mécanisme décrit. Enfin, les contraintes mécaniques formées lors du refroidissement peuvent devenir suffisamment importantes pour déchirer à chaud le matériau. Cet autre phénomène est appelé fissuration et génère des espaces vides souvent accidentés (rupture du matériau) et de taille plus importante que les microporosités. Autrement dit, la formation des microporosités résulte de phénomènes complexes qui méritent beaucoup d'attention, mais qui n'est pas le sujet de cette thèse. On rappellera qu'à défaut de pouvoir les éviter, on peut les réduire lors des traitements HIP.

II. L'impact des conditions de solidification

Les études présentées dans la partie précédente montrent toute l'étendue des actions à mettre en œuvre pour obtenir les propriétés désirées ou éviter la survenue de défauts. Cependant, les conditions dans lesquelles se déroulent l'une des premières étapes, la solidification, vont avoir une incidence sur celles qui suivent. La microstructure, la ségrégation chimique, les phases, les défauts... sont autant de caractéristiques du matériau solidifié avec lesquelles il va falloir composer lors des traitements thermomécaniques. Elles limiteront même dans une certaine mesure les performances maximales que pourra atteindre la pièce formée. Autrement dit, une attention toute particulière est à accorder aux paramètres qui influent sur le résultat de la solidification afin de s'assurer un matériau approprié aux futures utilisations ou traitements. La première partie de cette section présente les phénomènes prédominants durant la solidification de l'Inconel 718. Puis, nous aborderons la description de plusieurs modèles qui ont été élaborés pour simuler la solidification. L'objectif est de saisir la difficulté qu'il y a à rendre compte d'une physique complexe et de présenter les hypothèses qui ont été choisies afin de surmonter les difficultés. Est donnée entre autres une description du modèle de microségrégation développé au laboratoire MINES ParisTech Cemef.

2.1 Les phénomènes mis en jeu lors de la solidification

2.1.1 Equilibre thermodynamique

Un système peut être décrit par des variables d'état. Ces variables sont des grandeurs physiques intensives telles que la composition chimique, la température, la pression... On peut alors définir l'état du système (solide, liquide, gazeux) à l'aide des différentes variables d'état. La variance du système est le nombre de ces variables qu'il est nécessaire de fixer pour connaître l'état exact du système. Globalement, la règle de Gibbs définit la variance comme suit :

$$V = n + 2 - \varphi$$

φ est le nombre de phases présentes, n le nombre d'éléments chimiques indépendants et « 2 » correspond aux variables d'états indépendantes que sont la pression et la température. Dans le cas de l'Inconel 718 dans un état entièrement liquide ($\varphi=1$) le domaine d'existence peut être représenté par un volume avec autant de dimensions que d'éléments chimiques + 2 (température et pression). Pour clarifier la situation fixons la pression et choisissons un alliage NiNb (ce choix est motivé par l'impact fort du Nb dans la métallurgie du 718). La variance du système est donc de 2 si on travaille toujours sur un domaine entièrement monophasé (liquide ou phase gamma...). Ce domaine peut être représenté par un plan où la température et la composition en Nb évoluent indépendamment. C'est le début d'une représentation par un diagramme de phases. C'est un outil très puissant à la compréhension des domaines d'existence des phases et des équilibres thermodynamiques entre phases. Il peut être directement lu pour accéder aux compositions et fraction des phases en présence. Pour les autres cas comme l'Inconel 718, les équilibres sont représentés dans un espace avec autant de dimensions que de degrés de liberté. On ne peut alors que présenter des coupes de cet espace comme sur la Figure 5.

THERMO-CALC
 DATABASE: NI20
 N=1, P=1E5,

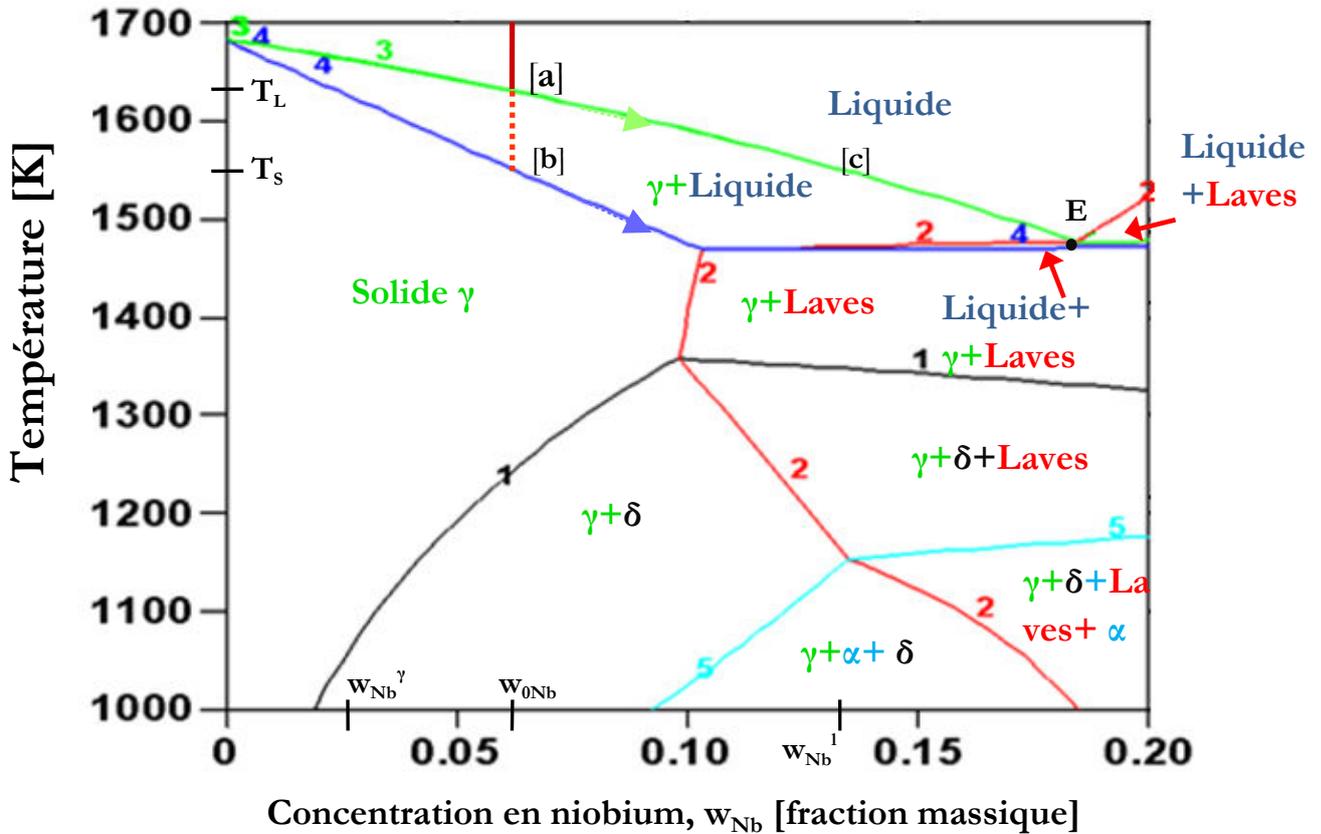


Figure 5: Coupe du diagramme de phase d'un quaternaire Ni-Fe(18.5)-Cr(19)-Nb(5) en fonction de la température et de la teneur en niobium. La composition choisie est quelconque dans le simple but d'offrir une représentation graphique, mais sans carbone pour ne pas voir apparaître les carbures de niobium. Le point E est le lieu de la réaction eutectique. En 3 la phase Gamma, en 2 la phase de Laves, en 1 la phase delta et en 5 la alpha (80% Cr, 17% Fe, 3% Ni [72]).

- 1: N13TA_D0A = δ
- 2: C14_LAVES = Laves
- 3: FCC_L12 = γ
- 4: LIQUID = liquide
- 5: BCC_B2#1 = α

La Figure 5 est une coupe du diagramme de phase de l'Inconel 718. Elle est établie en fixant toutes les compositions chimiques sauf celle du Nb et du complément en Ni. On aperçoit les domaines liquide et solide γ ainsi que les domaines multiphasés. Par le plan passe la composition nominale de l'alliage représentée par le trait continu rouge [a]. Chaque ligne numérotée est une frontière entre les domaines d'existence des phases dans ce plan. Par exemple, la ligne verte (3) est la frontière entre le domaine entièrement liquide et le milieu biphasé liquide+ γ . Cependant, dans l'espace de représentation des équilibres thermodynamiques de l'Inconel 718, cette frontière entre le liquide et une phase solide possède un nombre de dimensions égale à la variance, soit 8 si on ne prend en compte que les éléments présentés Tableau 1. Autre particularité notable, le point E est le point de transition entre un domaine liquide et un domaine triphasé liquide+ γ +Laves. Cette transformation est appelée réaction eutectique. Encore une fois, c'est un triangle sur cette représentation mais un domaine avec au

maximum 7 dimensions dans l'espace de représentation des équilibres thermodynamiques de l'Inconel 718.

Prenons maintenant un domaine biphasé, γ +liquide. Le système est refroidi en partant du point [a]. Progressivement, le liquide se solidifie sous forme de phase γ . Toutefois, cette solidification induit des phénomènes de ségrégation présentés dans la partie suivante, c'est-à-dire que les compositions chimiques du liquide et du solide vont évoluer et ce pour tous les éléments chimiques. On va donc quitter le plan de la Figure 5 suivant une courbe qui décrit le chemin de solidification. Cette courbe traverse le domaine biphasé jusqu'à rejoindre un autre domaine d'équilibre. Dans le cas de la composition de l'Inconel 718, il s'agit du domaine de réaction eutectique γ +liquide+ δ , événement qui n'aurait pas pu arriver dans la coupe de la Figure 5.

Dans les diagrammes de phases, la droite décrivant l'équilibre thermodynamique entre phases est appelée conode. Dans notre cas de l'alliage binaire NiNb, à une température fixée, si le chemin de solidification traverse le domaine liquide+ γ , les compositions chimiques en niobium de γ , w_{Nb}^{γ} et du liquide w_{Nb}^l correspondent aux extrémités de la conode. Si la composition chimique initiale en niobium est connue ($w_{Nb,0}$) il est possible de calculer la fraction de solide g^{γ} d'équilibre.

$$g^{\gamma} = (w_{Nb}^l - w_{Nb,0}) / (w_{Nb}^l - w_{Nb}^{\gamma})$$

Cependant, ces compositions ne figurent plus dans le plan de coupe de la Figure 5 établi à partir d'un alliage multiconstitué.

De manière générale, la détermination de ces équilibres thermodynamiques s'effectue par la minimisation des courbes d'énergies de Gibbs issues de lois thermodynamiques. Cependant, nous venons de décrire un cas très simple afin de pouvoir en faire une représentation. Pour un multicomposé, la résolution numérique du problème de minimisation de l'énergie d'un système est réalisée avec la méthode CALPHAD (CALculations of PHase Diagram) [88]. Le logiciel utilisé dans ce travail est Thermo-Calc [72]. Il fonctionne avec une base de données thermodynamiques dédiée aux superalliages base nickel (Ni20) [89]. On peut ainsi étudier les équilibres thermodynamiques de tous les superalliages base nickel en faisant varier les compositions chimiques, la pression et la température. D'autres logiciels existent [90] [91] [92].

2.1.2 La solidification en front plan

Reprenons la Figure 5 ci-dessus en l'interprétant comme un diagramme binaire approximant la solidification de l'Inconel 718, en se concentrant alors uniquement sur l'évolution de la composition en Nb. L'alliage entièrement liquide est représenté par le trait rouge vertical. En diminuant la température du système, on atteint le point (a) à la température du liquidus de l'alliage notée T_L si l'on fait abstraction des nitrures de titane déjà présents. Le liquide est à la composition $w_{Nb,0}^l$ et le solide γ nouvellement formé à la composition $w_{Nb,0}^{\gamma} = k_{Nb}^{\gamma/1} w_{Nb,0}^l$ où $k_{Nb}^{\gamma/1}$ est le coefficient de partage qui lie la composition du solide γ à celle du liquide à l'interface entre ces deux phases. Ce coefficient est inférieur à 1 dans notre exemple. Le refroidissement du système se poursuit avec une évolution conjuguée de la composition de la phase solide et de la phase liquide. On entre alors dans le domaine bi-phasé. La composition du liquide en fonction de

la température évolue suivant une pente décrite par $m_{Nb}^{\gamma/1} = (\partial T_L / \partial w_{Nb}^1)$. Les grandeurs $k_{Nb}^{\gamma/1}$ et $m_{Nb}^{\gamma/1}$ sont souvent choisies constantes, ce qui constitue une approximation raisonnable dans la plupart des cas. Le diagramme est alors dit linéarisé.

L'évolution continue jusqu'à ce que le système atteigne la température de solidus au point [b] où le solide formé est à la composition $w_{Nb,0}$ et le liquide à la composition $w_{Nb}^1 = w_{Nb}^{\gamma} / k_{Nb}^{\gamma/1}$. C'est la matérialisation de la conode où une croissance à distribution chimique stable se met en place (au centre Figure 6). L'excès d'éléments d'alliage en amont du front solide va diffuser dans le liquide. On repère à gauche le premier solide formé à la composition $w_{Nb}^{\gamma} = w_{Nb,0}^{\gamma} * k_{Nb}^{\gamma/1}$ dans le cas d'une diffusion négligeable dans le solide.

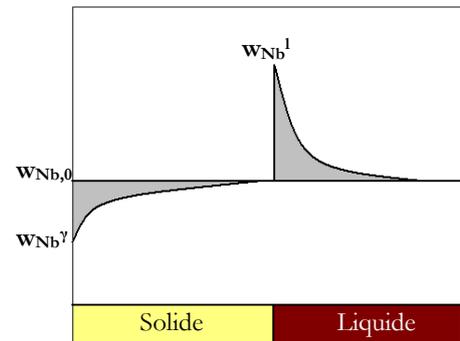


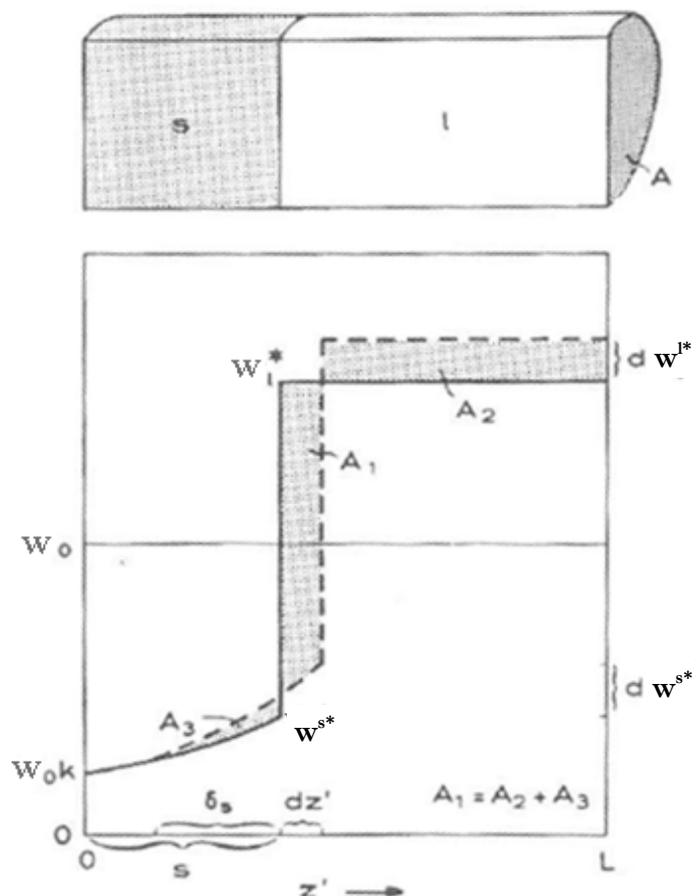
Figure 6: Profil de composition lors de la croissance du front solide

On touche ici un point fondamental dans le domaine de la solidification : la diffusion. On le voit, la solidification ne se déroule pas à composition chimique constante en tout point. Les gradients chimiques ont un impact sur l'équilibre thermodynamique global du système. La première hypothèse communément faite est de considérer la composition des phases homogène. Pour le liquide, cette hypothèse est généralement acceptable compte tenu des mouvements de convection qui viennent redistribuer et homogénéiser sa composition. De plus, les valeurs des coefficients de diffusion dans cette phase sont très grandes en comparaison de celles des solides. Le nombre de Fourier, α , caractérise la diffusion du soluté dans un système de dimension l_0 , de coefficient de diffusion D et pour un temps de solidification t_s

$$\alpha = \frac{Dt_s}{l_0^2}$$

Une définition du temps de solidification est donnée chap. 2 partie 1.3.2. Lorsque le nombre de Fourier est grand on considère que les solutés ont le temps de s'homogénéiser. C'est le cas pour la phase liquide où D^l est très grand devant l_0 comme pour le cas de la Figure 7.

Figure 7: Profils de composition chimique dans les phases solide et liquide au cours de la solidification. Il est considéré une évolution entre deux incréments de temps correspondant à une diminution de la température. Le front solide s'est déplacé de dz' . L'hypothèse d'un liquide homogène est appliquée ici, ce liquide s'est enrichi de dw^{s*} et le solide nouvellement formé est plus riche de dw^{s*} [95].



Considérons maintenant la diffusion dans le solide. La Figure 7 présente une légère diffusion dans le solide qui accroît la teneur en éléments d’alliage du solide déjà formé. Cette augmentation est illustrée par la surface A3 et diminue l’enrichissement du liquide. Cependant, l’excès d’éléments d’alliage ne pouvant s’homogénéiser sur de grandes distances dans le solide dans des temps raisonnables, l’avancée du front solide laisse des zones solides appauvries. Par répercussion, l’ensemble du liquide s’enrichit. Cette élévation de la concentration conduit le liquide à dépasser la concentration présentée comme terminale de w_{Nb}^1 (point [c] Figure 5). Dans le cas du diagramme de la Figure 5, cet enrichissement du liquide se poursuit jusqu’au point E, siège d’une transformation eutectique. En effet, le liquide résiduel a une composition telle qu’elle favorise l’émergence de la phase de Laves riche en Nb.

Cependant, la prise en compte de la diffusion dans le solide est délicate dans les modèles de solidification (chap. 1 partie 2.2.2). Indiquons simplement les deux cas antagonistes de cette question avec d’une part la possibilité donnée aux éléments d’alliage de diffuser intégralement dans le solide. Ce cas de figure correspond à une vitesse de refroidissement infiniment lente. On rejoint alors l’idée d’équilibre thermodynamique puisqu’on laisse le temps au système tout entier de s’homogénéiser. Ceci correspond à l’hypothèse dite de « loi des leviers ». On peut alors déduire la fraction de solide formée suivant la relation donnée précédemment. A l’opposé, Gulliver [93] et Scheil [94] ont été les premiers à proposer de négliger totalement la diffusion dans le solide. Cette hypothèse constitue une manière très simple de considérer la solidification d’un alliage. Le bilan de masse aboutit pour un diagramme de phase binaire linéarisé à :

$$g^s = 1 - (w^l/w_0)^{1/(k^s-1)}$$

Pour l’Inconel 718, l’impossibilité donnée aux éléments d’alliage de diffuser dans le solide (Gulliver-Scheil) provoque un enrichissement du liquide suffisant pour occasionner la formation d’eutectique (Figure 8).

En %Pds	Laves	delta	NbC
Loi des leviers	0%	0%	0.40%
Gulliver-scheil	1.89%	1.91%	0.45%

Tableau 3: fraction de phases

En configuration réel, la fin de la solidification aura lieu entre ces deux cas limites en considérant une diffusion finie. Cependant, d’autres phénomènes physiques influencent la quantité finale d’eutectique.

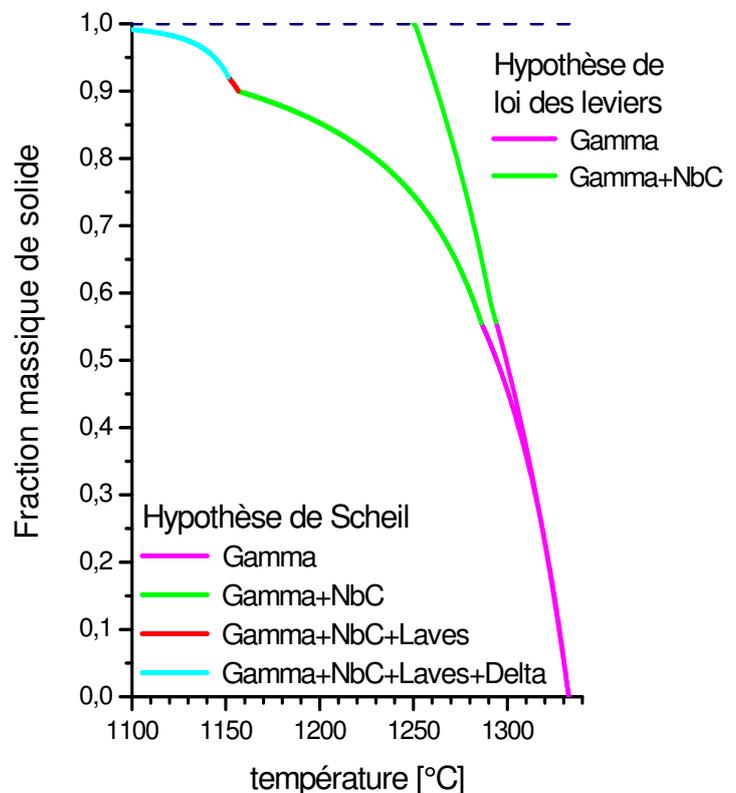


Figure 8: fractions massiques de phase calculée par Thermocalc avec la base de données Ni20. La composition simulée est prise à une valeur médiane des tolérances de composition présentées tableau 1 : Fe 18.5%, Cr 19%, Nb 5.1%, Mo 3%, Al 0.5%, Ti 1%, C 0.05%.

2.1.3 Surfusions de germination et de croissance

Le processus de solidification décrit dans la partie précédente débute par la création d'un premier germe solide formé dans le liquide et composé de quelques atomes. Ce phénomène dépend de la température car la probabilité qu'un atome du liquide intègre un germe solide est activée thermiquement. Ainsi, autour de la température de liquidus, les atomes ont tendance à se regrouper spontanément dans le système considéré. Mais tant que la température est supérieure à T_L , les premiers germes sont instables et se dissolvent dans le bain liquide. En dessous T_L , deux énergies opposées caractérisent la germination. La règle suivante permet de savoir si le germe formé sera stable ou non :

$$\Delta G = \sigma \cdot A + \Delta g \cdot V < 0$$

Ici, ΔG est la variation d'énergie libre du système. Δg est la différence d'énergie de Gibbs entre le liquide et le solide. Si la température du milieu est inférieure à T_L , cette énergie est négative. Elle est appliquée au volume V du germe que l'on peut considérer comme sphérique. Quant à σ , il s'agit de l'énergie d'interface entre les deux milieux. Cette énergie est positive et appliquée à la surface extérieure A du cristal. On a alors un terme positif qui dépend du rayon au carré et un terme négatif dépendant du rayon au cube. Pour une température fixée inférieure à T_L , on comprend que si un germe solide parvient à un rayon suffisamment grand pour que $|\Delta g \cdot V|$ soit plus grand que $\sigma \cdot A$, alors il sera stable et sa croissance se poursuivra. En d'autres termes, si ΔG augmente lorsque le germe croît, alors le germe n'est pas stable et son rayon diminuera jusqu'à disparition afin de minimiser l'énergie du système. A l'inverse, si avec l'augmentation du rayon, ΔG diminue, le germe est stable et sa croissance sera encouragée.

Ce phénomène implique la formation des premiers germes solides à une température T plus basse que la température de liquidus. Cette différence est appelée surfusion de germination et correspond ici à la contribution, $\Delta T_r = T_L - T$. Elle est décrite par la relation suivante [95] :

$$\Delta T_r = \frac{2\sigma}{r^0 \Delta S_f} = \frac{2\Gamma}{r^0}$$

ΔS_f est l'entropie de fusion du solide formé et r^0 son rayon. Γ est le coefficient de Gibbs Thomson. Cette relation indique que la surfusion est d'autant plus petite que le rayon du germe est grand et inversement. On aborde ici les limitations de cette surfusion, elle n'est jamais nulle mais n'est pas infinie non plus. Trois paramètres sont importants à retenir. Tout d'abord l'abaissement de la température de formation du premier solide implique son enrichissement en éléments d'alliage. Sur la Figure 5, la solidification peut démarrer en dessous du point [a], donc avec un solide plus riche en Nb. Ensuite la présence de particules solides (oxydes ou TiN, chap. 1 partie I) diminue la contribution de la surface car les premiers germes de γ peuvent être initiés au contact de ces particules. C'est la germination hétérogène. Enfin, l'augmentation de la vitesse de refroidissement augmente la valeur de la surfusion de germination du fait de la cinétique d'attachement et des longueurs de diffusion dans le liquide. En effet, la diffusion thermique étant de quatre ordres de grandeur supérieure à la diffusion chimique, la mobilité des atomes nécessaire à la formation du germe est plus lente que le refroidissement du milieu.

Lorsque l'on considère un germe, l'interface qui délimite les phases solide et liquide peut être approximée par une sphère. Cependant elle ne le reste pas longtemps (voir partie suivante) et la phase solide croît suivant une géométrie dendritique présentée Figure 9. La notion de surfusion existe toujours et est appliquée à l'ensemble de l'interface solide/liquide, c'est la surfusion de croissance. Plusieurs phénomènes se cumulent pour expliquer la surfusion de l'interface :

$$\Delta T_D = \Delta T_{th} + \Delta T_c + \Delta T_r$$

ΔT_D représente la surfusion totale. On retrouve dans cette expression ΔT_r défini page précédente, qui est maintenant appliqué au rayon de courbure de l'interface solide/liquide. ΔT_{th} et ΔT_c sont respectivement liées à la diffusion thermique et chimique dans le liquide. Une surfusion qui caractérise la cinétique d'interface liée à l'attachement des atomes du liquide à la structure cristalline du solide est parfois prise en compte mais est négligeable dans le cadre de notre étude.

2.1.4 Croissance dendritique et eutectique

La surfusion introduite dans la partie précédente n'a pas uniquement des conséquences sur la germination et la microségrégation, elle est aussi le moteur de la croissance de la phase solide. Comme expliqué précédemment la croissance du solide d'une distance dz' au cours d'un pas de temps dt s'effectue par rejet d'éléments d'alliage dans le liquide (Figure 7 pour le repère et l'illustration). Le flux J_1 est défini comme suit [95] :

$$J_1 = A \left(\frac{dz'}{dt} \right) (w^{l*} - w^{s*})$$

Les compositions du liquide et du solide à l'interface de surface A sont représentées par w^{l*} et w^{s*} . Par exemple, au point [a] de la Figure 5 pour une composition initiale w_0 , on a $w^s = w_0$ et $w^l = w_0/k^{s/l}$. Le volume de liquide transformé est égal à $A \cdot v$ avec $v = (dz'/dt)$. En négligeant le flux de diffusion dans le solide, cette accumulation de soluté est contrebalancée par sa diffusion dans le liquide représentée par un flux J_2 :

$$J_2 = -AD^l \left(\frac{dw^l}{dz} \right)$$

Avec $(w^{l*} - w^{s*}) = \Delta w_0$, le rapport des flux à l'interface s'exprime :

$$\left(\frac{dw^l}{dz} \right)_{z=0} = - \left(\frac{v}{D} \right) \Delta w_0$$

On obtient ainsi la pente du gradient de composition à l'interface illustrée Figure 10. Cette pente est très importante car l'enrichissement du liquide à la composition w^{l*} implique un abaissement du liquidus par la relation suivante :

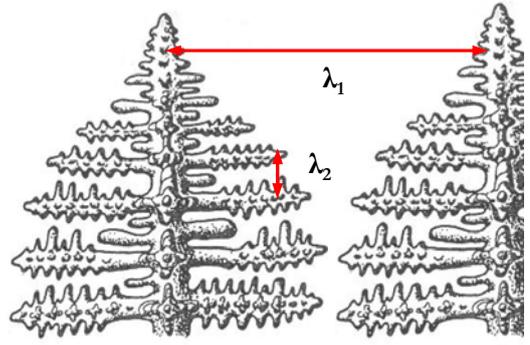


Figure 9: structure dendritique, λ_1 espacement entre deux axes primaires, λ_2 espacement dendritique secondaire [95]

$$T_L(w_0) - T_L(w^{l*}) = m^{s/l}(w_0 - w^{l*})$$

où $T_L(w_0)$ est la température de liquidus pour la composition initiale. L'hypothèse que l'interface solide-liquide est en équilibre est toujours retenue. La température de l'interface est égale à celle du solidus de l'alliage dans le cas de la croissance en front plan illustré Figure 10 :

$T_L(w^{l*}) = T_S(w_0)$. Le gradient chimique impacte directement la température de liquidus pour le liquide situé devant l'interface. Il est à comparer au gradient de température déduit de l'extraction de chaleur par l'extérieur du système. Ainsi, si à l'interface l'augmentation de la température de liquidus due au gradient chimique est plus importante que le gradient thermique, autrement dit si

$$m^{s/l} \left(\frac{dw^l}{dz} \right)_{z=0} > \left(\frac{dT_q}{dz} \right)_{z=0}$$

alors il existe une zone de liquide dite « en surfusion », hachurée sur la Figure 10. Cette zone de liquide métastable vient promouvoir la croissance de la phase solide. Il est possible de montrer [95] qu'à partir d'une certaine valeur de perturbation de la surface, celle-ci originellement plane n'est plus stable. La protubérance augmente le gradient thermique et le gradient chimique dans le liquide ce qui exacerbe la zone de surfusion constitutionnelle et ainsi accélère la solidification. Ce phénomène donne naissance à la structure dendritique illustrée Figure 9. Les longueurs λ_1 et λ_2 permettent de la caractériser.

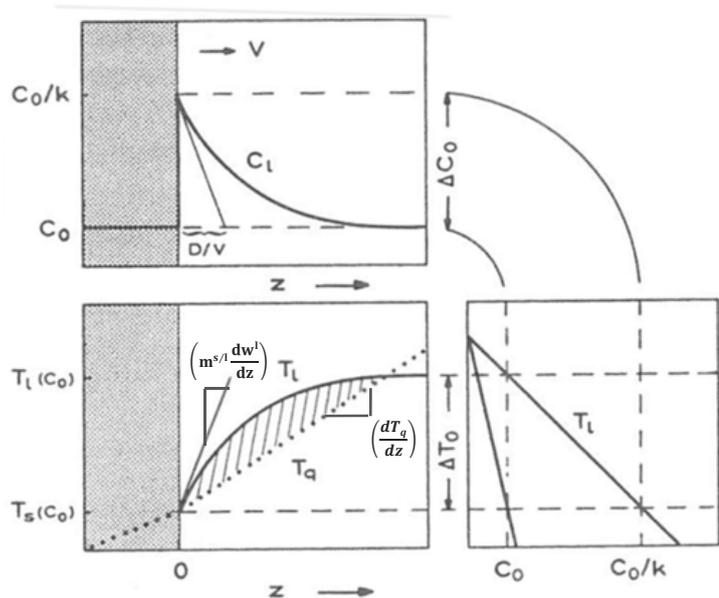


Figure 10: Surfusion constitutionnelle due à la ségrégation chimique lors de la croissance d'un front plan [95].

Le gradient thermique, les propriétés de l'alliage, les paramètres physiques qui influent sur la surfusion de l'interface s/l vont aussi jouer un rôle sur la morphologie de la phase solide en cours de solidification. Dernière particularité, cette croissance dendritique peut être retrouvée sur des structures colonnaires ou équiaxes. La croissance sous l'une des deux formes va être déterminée par le gradient thermique et les caractéristiques de l'alliage. Dans notre cas les deux structures sont observables (figure 1).

Les phénomènes physiques présentés partie 2.1.2 conduisent à un enrichissement suffisant du liquide pour atteindre le point E (Figure 5), lieu de la réaction eutectique. À ce point, ce n'est plus une phase qui croît dans le liquide mais plusieurs. Dans le cas de l'Inconel 718, d'après la Figure 8, les phases γ et NbC peuvent se trouver simultanément dans le liquide sous l'hypothèse de la loi des leviers. Dans l'hypothèse d'une absence de diffusion dans le solide, une séquence de réactions eutectiques plus compliquée est trouvée, impliquant les phases NbC, Laves et delta.

Une structure eutectique biphasée, couplée, régulière et périodique, de longueur caractéristique $\lambda/2$ est schématisée à la Figure 11, et se retrouve dans tous les espaces interdendritiques suffisamment enrichis en éléments d'alliage. Comme pour la croissance dendritique, plusieurs phénomènes vont écarter cette réaction de l'équilibre thermodynamique et créer une zone de surfusion ΔT_E .

Les phases qui croissent simultanément ont des compositions très différentes ce qui implique une diffusion perpendiculaire à la direction de croissance dans le liquide. Le terme ΔT_c correspond à l'impact de la longueur de diffusion. Sur la Figure 11 est illustrée la structure de solidification ainsi que les profils de composition et de surfusion associés.

Il a aussi été montré [95] que la courbure de l'interface qui intervient dans le terme ΔT_r est fonction de λ , tout comme l'influence de la diffusion. De ce fait la valeur de la surfusion va définir la valeur de λ donc la morphologie de la structure eutectique.

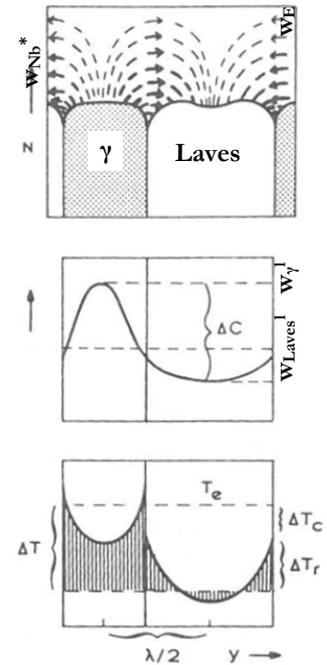


Figure 11: structure de croissance eutectique [95].

2.2 Modélisation de la microségrégation

2.2.1 Modèle analytique avec surfusion de croissance

Dans la partie 2.1.2 ont été introduits les résultats en loi des leviers ou suivant les hypothèses de Gulliver-Scheil en constatant que la non prise en compte de la diffusion dans le solide provoquait l'apparition d'intermétalliques en plus grande quantité. On observe expérimentalement qu'en configuration réelle, on se situe, pour l'Inconel 718, plus près de l'hypothèse de Gulliver-Scheil que de celle de la loi des leviers compte tenu de la diffusion limitée dans le solide (nombre de Fourier faible chap. 1 partie 2.1.2). J. A. Sarreal et G. J. Abbaschian [96] ont proposé un modèle analytique afin de rendre également compte de la surfusion de germination et de croissance appliquée aux hypothèses de Gulliver-Scheil illustré figure 12.

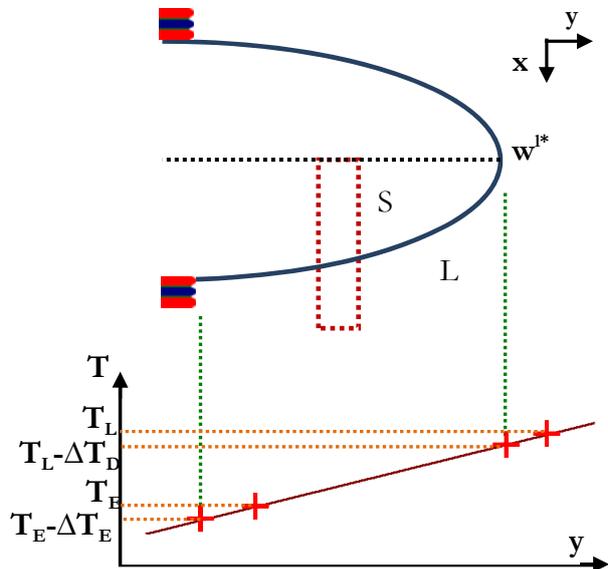


Figure 12: interface solide liquide. La zone étudiée par le modèle est encadrée en pointillé rouge. Les températures de liquidus T_L et d'eutectique T_E sont reportées sur l'axe en température. On visualise ainsi les surfusions.

La composition du liquide face à la pointe de dendrite est w^{l*} . On peut considérer qu'avec la progression de l'interface solide-liquide suivant y , w^{l*} va enrober immédiatement l'ensemble de

la dendrite. De plus, comme pour la configuration de la Figure 7, le liquide est supposé homogène suivant x . Isolons maintenant un élément de volume indiqué par les pointillés rouge où la fraction de solide g^s croît dans la direction x avec un coefficient de partage égal à k . Il est possible de réécrire le bilan de masse dans cette zone sur le même principe que ce qui est illustré Figure 7.

$$w^l(1 - k^{s/l})dg^s = (1 - g^s)dw^{l*}$$

Avec le membre de droite égal à A_2 et le membre de gauche égale à A_1 , le terme A_3 étant négligé. En intégrant cette équation de g_0^s à g_s^s entre w_0^{l*} et w^{l*} , il vient :

$$w^{s*} = kw_0^{l*} \left[\frac{(1 - g^s)}{(1 - g_0^s)} \right]^{k^{s/l}-1}$$

avec w_0^l et f_0^s les valeurs initiales de composition du liquide et de fraction de solide à la pointe des dendrites. De ce fait lorsque la composition du solide atteint la solubilité maximale des éléments d'alliage, on peut en déduire la fraction finale d'eutectique.

$$f_E = (1 - g_0^s) \left[\frac{w_{\max}^{s*}}{kw_0^{l*}} \right]^{1/(k^{s/l}-1)}$$

Déterminé par des mesures expérimentales sur l'Inconel 718 [23], cette solubilité est de 9,6% pour le Nb dans la phase Gamma. Ce modèle analytique permet de prendre en compte la surfusion constitutionnelle en considérant la composition du liquide à la pointe de dendrite (w_0^{l*}) et la fraction initiale de solide g_0^s , ici supposée donnée par la loi des leviers à w_0^l , et d'obtenir ainsi la fraction d'eutectique finale. L'hypothèse générale reste toujours l'exclusion de la diffusion dans le solide, mais la considération de la surfusion permet de ne pas trop surestimer la ségrégation chimique. La Figure 13 montre l'application de ce modèle au système Al-Cu. La fraction d'eutectique commence par croître sous l'effet de l'augmentation de la vitesse de refroidissement et de la diffusion limitée dans le solide. On s'écarte alors de la loi des leviers qui prévoit l'absence de la structure eutectique en ne laissant pas le temps à la diffusion chimique d'homogénéiser le domaine solide. Le rapport des concentrations moyennes dans le solide dendritique Figure 13 illustre ce phénomène. Puis f_E diminue du fait de l'augmentation de la surfusion de croissance (w^{l*} augmente).

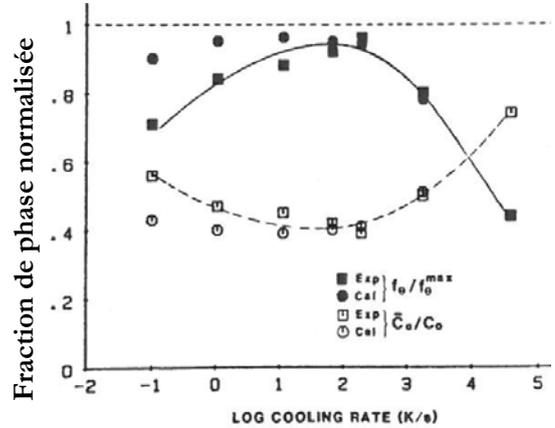


Figure 13: résultat du modèle analytique sur un alliage Al-Cu. Les corrélations entre les résultats expérimentaux et numériques sont bons tant en terme de fraction de phase eutectique (courbe noire) que pour la composition chimique (courbe pointillée) [96]. Les fractions de phase sont normalisées vis-à-vis de la fraction de phase maximale qu'il est possible d'avoir sous les hypothèses de Gulliver-Scheil.

La corrélation entre les résultats expérimentaux et numériques est assez bonne en gardant à l'esprit que ce modèle reste simple et facile à mettre en œuvre. Cependant, il ne s'applique ici que sur un alliage binaire. L'élaboration d'un modèle utilisable sur un alliage multicomposé et qui puisse donner une information sur plusieurs eutectiques successifs est d'une toute autre complexité.

2.2.2 Modèle de microségrégation

Le modèle présenté ici a été utilisé afin de simuler le chemin de solidification de l'Inconel 718. Cet outil a été développé au laboratoire MINES ParisTech CEMEF à Sophia Antipolis dans le cadre de la thèse de Haithem Ben Hamouda [97] [98] [99].

L'objectif de ce modèle est de simuler la solidification d'un alliage multicomposé en prenant en compte les phénomènes physiques présentés dans les parties précédentes. La première hypothèse majeure pour atteindre cet objectif est de réaliser ces calculs complexes sur un Volume Élémentaire Représentatif (VER) décrit Figure 14. La solidification de ce VER est généralisable à l'ensemble de la microstructure. La zone pâteuse est repérée par (1) où se trouvent le liquide $l^{(1)}$ et le solide $s^{(1)}$. Le liquide extradendritique $l^{(0)}$ est repéré par (0). Pour une grandeur Ψ , le modèle considère la valeur $\langle \Psi^\alpha \rangle$ moyenne dans la phase α sur le domaine V .

$$\langle \Psi^\alpha \rangle = \frac{1}{V} \int_V \chi^\alpha \Psi dV$$

avec χ^α la fonction de présence de la phase α . Est aussi utilisée la valeur intrinsèque $\langle \Psi^\alpha \rangle^\alpha = \langle \Psi^\alpha \rangle / g^\alpha$ avec $g^\alpha = V^\alpha / V$ la fraction volumique de la phase α dans le VER.

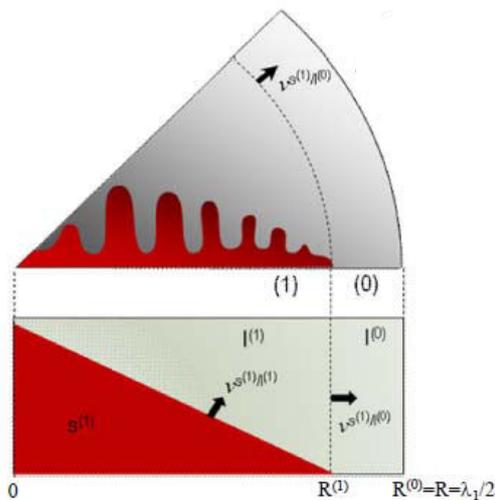
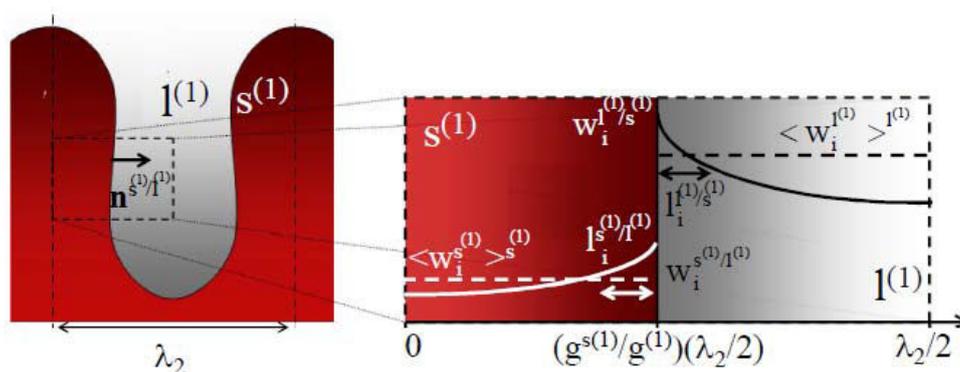


Figure 14: A gauche, schéma représentatif du VER : la zone pâteuse (1) contient le solide $s^{(1)}$ et le liquide $l^{(1)}$. Son enveloppe $l^{(1)}/l^{(0)}$ croît à la vitesse de la pointe de dendrite. A l'intérieur de la zone pâteuse, les bras de dendrite croissent à la vitesse de l'interface $s^{(1)}/l^{(1)}$. Le liquide $l^{(0)}$ représente le liquide extradendritique. Ci-dessous, l'interface solide $s^{(1)}/$ liquide interdendritique $l^{(1)}$ avec des profils de composition paraboliques. D'après Ben Hamouda [98]



Dans ce modèle plusieurs hypothèses sont utilisées :

- les masses volumiques sont supposées uniformes, constantes et égales dans toutes les phases,
- le terme de flux macroscopique entre VER, J^α est négligé par rapport aux termes microscopiques de diffusion entre phases dans le VER, il n'y a donc pas d'échange de matière aux frontières du VER,
- dans les alliages métalliques, la diffusion thermique est très rapide par rapport à la diffusion chimique (nombre de Lewis élevé) ce qui conduit à prendre pour hypothèse que la température du système est homogène à l'échelle du VER,
- le milieu est saturé, autrement dit le volume cumulé de toutes les phases est égal au volume du VER,
- le modèle ne tient compte que de la croissance dendritique de la phase solide. Le liquide entre les bras de dendrites (interdendritique) et le liquide à l'extérieur des bras de dendrites (extradendritique) sont différenciés car leur composition est très différente. Le système renferme donc au maximum trois phases : le solide $s^{(1)}$, le liquide interdendritique $l^{(1)}$ et le liquide extradendritique $l^{(0)}$,
- les interfaces entre les phases solide et liquide sont considérées à l'équilibre thermodynamique,
- il n'y a pas d'interaction entre les espèces chimiques au cours de la solidification.

Avec ces hypothèses, la prise de moyenne appliquée au bilan de masse totale et de masse de soluté locaux sur la phase α pour chaque soluté i se traduit par (voir [98] pour plus de détail) :

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

où α et β désignent des phases qui peuvent être $l^{(0)}$, $l^{(1)}$, ou $s^{(1)}$ dans notre cas. $\langle w_i^\alpha \rangle^\alpha$ est la composition moyenne, $w_i^{\alpha/\beta}$ la composition à l'interface, D_i^α le coefficient de diffusion à l'interface α/β et $S^{\alpha/\beta}$ correspond à la densité d'interface. Enfin, $v^{\alpha/\beta}$ est la composante normale de la vitesse à l'interface α/β . Le bilan moyenné de la masse de soluté i à l'interface α/β s'écrit :

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

Pour une phase, ici α , l'équation de conservation de la masse totale donne :

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

La même méthode de prise de moyenne est menée sur le bilan d'énergie qui s'écrit, en négligeant les termes de convection :

$$\frac{\partial \langle \rho H \rangle}{\partial t} = \langle \dot{Q}_T \rangle$$

Où H est l'enthalpie massique et le membre de droite correspond aux échanges du système avec l'extérieur au cours de la solidification. Si l'on prend en compte l'enthalpie de chacune des phases pour le membre de gauche et un échange avec l'extérieur (de température T_{ext}) du type convectif appliqué à une surface d'échange S_{ech} , l'équation devient alors :

$$\sum_{\alpha} g^{\alpha} \langle \rho^{\alpha} H^{\alpha} \rangle = -h S_{\text{ech}} (T - T_{\text{ext}})$$

Où T est la température du VER et h le coefficient de transfert thermique. Bien entendu, cette formulation prend en compte l'évolution de l'enthalpie en fonction de la variation de la température et de la composition chimique. Les autres configurations du modèle sont relatives à :

- La taille du domaine. Afin d'être représentatif, le VER est de longueur $\lambda_1/2$ dans la direction de propagation des bras de dendrite dans le liquide $l^{(0)}$ et de largeur $\lambda_2/2$ pour les échanges de masse depuis l'interface $s^{(1)}$ comme illustré Figure 14,
- les échanges de solutés aux bornes du domaine sont nuls pour des raisons de symétrie de la structure dendritique,
- les gradients chimiques au sein des phases $s^{(1)}$ et $l^{(1)}$ sont approchés à l'aide des longueurs de diffusion. Pour ce faire, les gradients sont considérés paraboliques, décrits par des polynômes dont les coefficients sont déterminés par les conditions aux limites comme celles indiquées ci-dessus. Le profil de composition doit aussi satisfaire l'équilibre thermodynamique à l'interface et son intégration sur le volume doit être égale à la composition moyenne, [98] pour la définition de $l_i^{\alpha/\beta}$,
- les échanges entre phases s'effectuent aux interfaces en considérant nulle la surface d'échange entre le solide et le liquide extradendritique $l^{(0)}$, [98] pour la définition de $S^{\alpha/\beta}$
- ces surfaces d'échanges caractérisent les densités d'interfaces entre les phases c'est-à-dire les aires des interfaces rapportées au volume de chaque phase,
- le modèle fait des appels ponctuels à Thermocalc afin d'exploiter les bases de données relatives aux superalliages. On extrait ainsi les coefficients de partage, la pente des liquidus, les enthalpies massiques et les capacités calorifiques de chaque phase,
- la surfusion de germination est prise en compte dans le modèle mais reste une donnée d'entrée,
- la croissance dendritique est établie en se basant sur plusieurs travaux. Le modèle de cinétique de croissance utilisé est celui développé par Rappaz et Boettinger [100]. La surfusion de croissance induite par chaque élément chimique est prise en compte ainsi que le rôle du coefficient de Gibbs-Thomson et du rayon de courbure de la pointe de dendrite. Une relation supplémentaire entre la cinétique de croissance et le rayon de courbure est utilisée en partant des mêmes travaux. Enfin, le profil de composition dans le liquide face à la pointe de dendrite est déduit de la relation d'Ivantsov [101].

Etude expérimentale

La modélisation de la solidification de l'Inconel 718 à l'échelle microscopique est un défi loin d'être relevé tant les paramètres et les lois sont nombreux et interdépendants. C'est la raison pour laquelle des données expérimentales sont essentielles afin de mettre en lumière les potentielles lacunes des modèles ainsi que de montrer les voies d'amélioration possibles. L'obtention d'échantillons ainsi que leur analyse constitue ainsi une large part de ce travail de thèse.

La première partie de ce chapitre présente le four de fusion sous vide développé au Centre de mise en forme des matériaux de l'Ecole des Mines de Paris à Sophia Antipolis. L'objectif de ce moyen de coulée est de pouvoir disposer dans une enceinte étanche de conditions comparables à celles utilisées dans l'industrie en termes de niveau de vide et de contrôle de l'atmosphère résiduelle. De profondes modifications ont donc été entreprises sur une installation préexistante utilisée par Abderrahman Chtourou [102].

Lors de cette étude, la structure d'un moule conçu au laboratoire été utilisé. Cette structure a été reprise pour réaliser les coulées expérimentales. Le moule et ses caractéristiques sont présentées partie 1.2 et notamment les modifications qui ont été apportées sur sa géométrie et les matériaux utilisés. Des données expérimentales ne sont intéressantes que si elles sont bien définies et reproductibles. C'est ce qui a motivé l'élaboration de ce moule solide, modulable et qui limite les interactions chimiques avec le métal.

L'autre axe présenté dans cette partie concerne l'analyse des échantillons grâce au MEB ZEISS Supra 40 installé au laboratoire en 2011. Des données expérimentales ne sont utilisables que si elles sont justes et fidèles. C'est pourquoi beaucoup de temps a été alloué à l'analyse de chaque coulée afin de disposer de résultats fiables et représentatifs. Un autre point important réside dans le choix des zones à observer. Les premières analyses se trouvent systématiquement proches du centre des échantillons car il s'agit de la zone où nous disposons de relevés de température. Cependant de nouvelles opportunités sont offertes par les simulations macroscopiques présentées dans le chapitre 3. Elles permettent d'étendre nos connaissances des conditions de solidification à l'ensemble des échantillons coulés. Quelle que soit sa localisation dans la plaque, il paraît essentiel d'apporter une attention particulière à la disposition de la surface étudiée vis à vis de la microstructure afin que cette zone soit représentative. Enfin une méthode a été mise au point et est utilisée pour toutes les analyses. Elle est basée à la fois sur une forte résolution et un temps de pose long pour les clichés EBSD tout en respectant un certain compromis concernant le temps nécessaire à sa réalisation. Dans la partie 2, nous présenterons la réalisation d'une analyse pas à pas. La dernière partie présente l'ensemble des résultats obtenus en termes de fraction de chaque phase, identification et localisation des défauts ainsi que la quantification de la microségrégation lors de la croissance des phases solides.

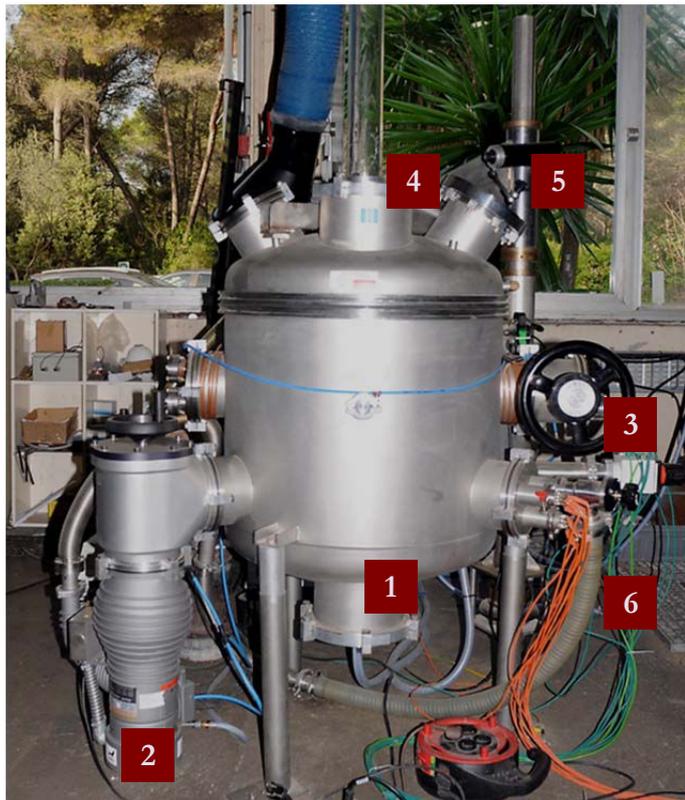
I. Les coulées expérimentales

1.1. Le four de fusion sous vide

Un des objectifs de la thèse est d'obtenir des données expérimentales sur l'évolution de la structure de l'Inconel 718 coulé en fonction des paramètres de solidification. Ceci nécessite donc de disposer au laboratoire d'un moyen de coulée fiable et performant. Ainsi l'amélioration d'un four de fusion sous atmosphère contrôlée (Figure 15) fut l'un des travaux primordiaux de la thèse.

Au démarrage du projet, le four était opérationnel pour effectuer des études de fonderie. Cependant, la pression minimale accessible lors d'une coulée était de 50 mbar. Le four n'était équipé d'aucune isolation électrique à l'intérieur. Enfin, des problèmes d'alimentation survenaient en amont de l'installation.

Figure 15: le four de fusion sous vide. En (1) la cuve principale à doubles enceintes du four, en (2) la pompe à diffusion d'huile, en (3) le levier permettant de manœuvrer le creuset à l'intérieur du four, en (4) la soupape de sécurité, en (5) le pyromètre infrarouge placé devant le hublot, en (6) plusieurs sorties pour les capteurs de température ainsi que deux vannes (remise à l'air et circuit de pompage primaire).



L'étanchéité :

La finalité du four de fusion est de pouvoir couler du métal dans les mêmes dispositions que celles utilisées dans l'industrie. Cela passe par des conditions atmosphériques précises: une pression inférieure à 10^{-3} mbar et une atmosphère pacifiée par un gaz neutre. Afin de réaliser ces exigences, un premier effort a été porté sur l'étanchéité. Les joints en caoutchouc (Figure 16) ont été vérifiés et graissés avec de la graisse à vide. Les joints métalliques constitués de rondelles de cuivre ont été changés. Le carreau du hublot a été serré de manière homogène à l'aide d'une clé dynamométrique en appliquant un couple de 4N.m sur chacune des 8 vis. Enfin, une nouvelle pièce en téflon (en noir Figure 16 à droite) a été montée à l'arrière du four en vue d'augmenter l'étanchéité de l'arrivée électrique dans le four. Par ailleurs, les tuyaux en cuivre amenant à la fois la puissance et l'eau nécessaire au refroidissement ont été démontés. De la pâte à filet a été appliquée lors du remontage de manière à écarter tout risque de fuite d'eau dans le four.



Figure 16: à gauche, le bridage du couvercle, en noir le joint d'étanchéité. À droite, l'arrivée de l'alimentation électrique à l'arrière du four

L'ensemble de ces modifications a eu un impact important sur l'étanchéité du four. Ainsi, après l'installation et l'étalonnage d'un capteur numérique Granville Phillips, un test a permis de montrer qu'au repos, en partant d'une pression de $4 \cdot 10^{-3}$ mbar, la pression était remontée à $12 \cdot 10^{-3}$ mbar au bout d'un mois.

Système de pompage et niveau de vide :

Une pompe à diffusion d'huile (Figure 17) a été adjointe à la pompe à palettes déjà présente sur l'installation (Figure 18). D'une capacité de pompage de 700 l/min entre 10^{-1} et 10^{-8} mbar, elle permet de descendre la pression du four rapidement sous 10^{-4} mbar, limite de la mesure du capteur numérique. Les conditions industrielles imposent un vide secondaire pour couler, c'est chose faite autour de 10^{-3} mbar. Un système de vannes permet de pomper en premier lieu avec la pompe à palettes jusqu'à la pression d'amorçage de la pompe à diffusion d'huile (0,8 mbar). A cet instant, le circuit est modifié afin que les deux pompes soient en série, la pompe à diffusion d'huile se trouvant alors entre le four et la pompe à palettes. De plus, une entrée à l'opposé des bouches de pompage permet de remplir partiellement le four avec de l'argon. Le remplissage partiel du four avec ce gaz entre deux phases de pompage permet de purifier l'atmosphère du four des quelques atomes d'azote ou d'hydrogène qui pourraient subsister, les deux gaz réagissant puis diffusant facilement dans le métal liquide alors que l'argon est un gaz neutre.



Figure 17: pompe à diffusion d'huile avec vanne Ø180.



Figure 18: pompe à palettes avec piège à vapeur d'eau fonctionnant à l'azote liquide.

Protections thermiques :

Au-delà des conditions atmosphériques régnant dans l'enceinte, plusieurs sous-systèmes ont été ajoutés afin d'augmenter la fiabilité du four. C'est le cas du système de refroidissement extérieur présenté Figure 19. Comme nous l'avons déjà indiqué, la paroi principale du four ainsi que le couvercle sont refroidis par une circulation permanente d'eau. Cependant les bouches latérales qui reçoivent notamment l'axe de rotation du creuset peuvent chauffer de manière excessive par couplage électromagnétique avec les spires de l'inducteur permettant la fonte du métal à couler. Il est donc nécessaire de refroidir ces extrémités pour éviter notamment une dégradation du joint d'étanchéité.

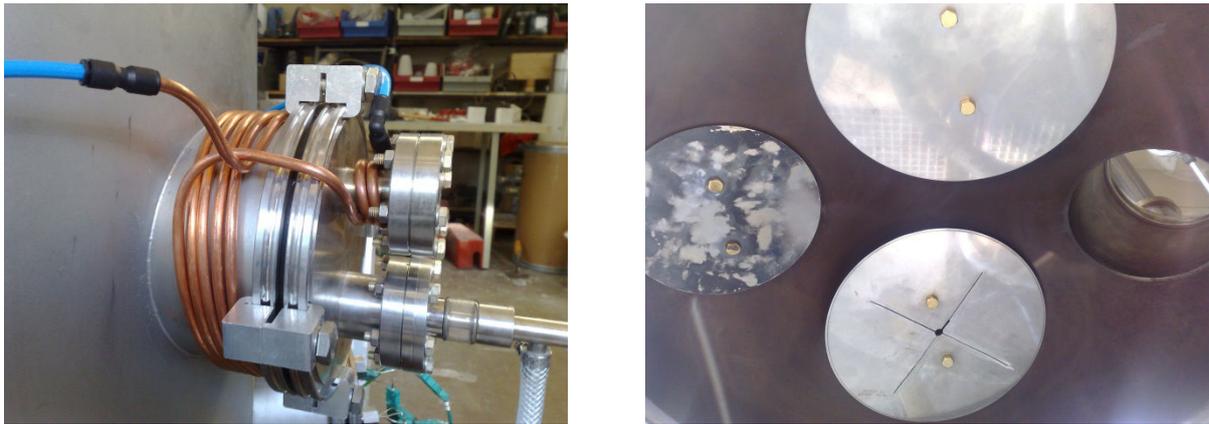


Figure 19: à gauche le circuit de refroidissement externe, à droite le bouclier thermique placé sous le couvercle

De manière similaire, des boucliers thermiques (Figure 19) ont été placés sous le couvercle afin de protéger l'extrémité des bouches des radiations envoyées par le métal en fusion. L'une d'entre elles est volontairement fendue car elle protège la soupape de sécurité (4 sur la Figure 15) et ne doit donc pas empêcher l'évacuation d'urgence d'une possible surpression. La dernière bouche non couverte est le hublot par lequel il est possible d'observer l'intérieur du four lorsque tout est fermé (5 sur la Figure 15) Les fonctionnalités du four n'ont pas permis de monter un cache sur le hublot. Ce manque produit deux inconvénients : l'échauffement du verre placé directement au-dessus du bain liquide et un dépôt progressif de suie qui peut gêner la visibilité.

Isolation électrique :

Le dernier ajustement majeur sur le four concerne l'isolation électrique. Peu de temps avant de couler, la puissance d'alimentation du four est à son maximum et l'atmosphère, bien que ténue, se réchauffe progressivement et se charge de particules issues du moule, du creuset ou du bain liquide qui sont tous les trois élevés à une température importante. Ces particules souvent métalliques peuvent aussi se déposer sur les surfaces. Ces effets conjugués augmentent la conductivité de l'atmosphère du four jusqu'à permettre des arcs électriques entre pièces conductrices. Ces décharges électriques perturbent la chauffe du métal, élèvent la température et ionisent l'intérieur du four jusqu'à ce qu'il soit entièrement rempli d'un plasma bleu ciel empêchant tout visibilité.

Pour parer tout risque d'arcs électriques, des feutres d'alumine dont la tension de claquage est de 4kV/mm ont été mis en place (Final Advanced Materials, www.final-materials.com). Sur la

Figure 20 apparaît l'arrivée de la puissance du fond du four par des tuyaux flexibles (1) jusqu'au cadre support du bobinage électromagnétique par liaison rigide (2). À droite, on visualise les mêmes pièces sur lesquelles a été disposé le feutre d'alumine avec en (3) l'extrémité des vis qui soutiennent le bobinage électromagnétique. Elles ont été recouvertes par du ruban adhésif en alumine car elles sont elles aussi sujettes aux arcs électriques entre elles.

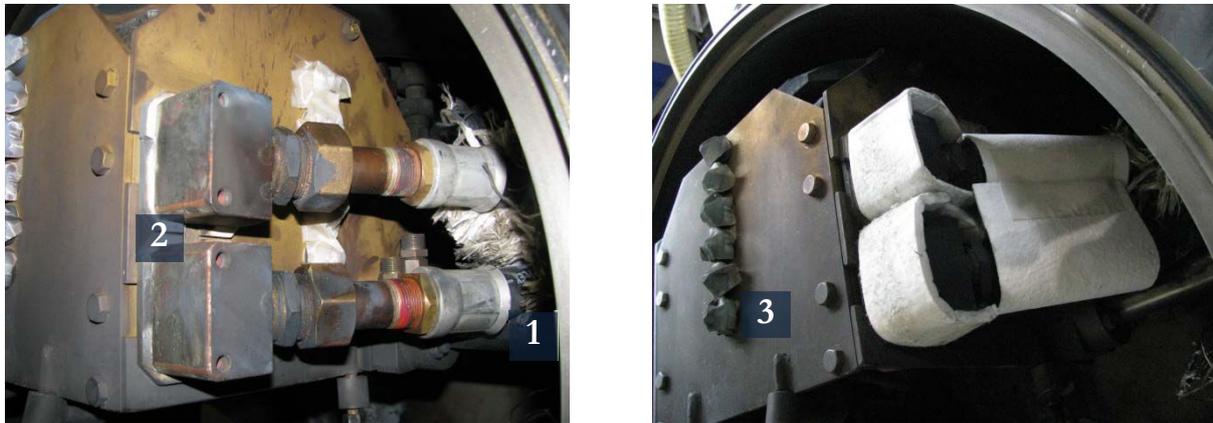


Figure 20: Description de l'amenée de puissance : (1) câble flexible, (2) raccord rigide, (3) ces câbles sont recouverts de feutre d'alumine (à droite) et les vis sont recouvertes de ruban adhésif en alumine

Afin de fondre le métal, on dispose d'un bobinage en cuivre (Figure 21) qui est parcouru par un courant alternatif. Ce bobinage est fait de tubes de cuivre dans lesquels circule de l'eau pour éviter leur échauffement. Ainsi disposés ils créent un champ magnétique homogène au centre du bobinage. Ce champ magnétique s'inversant avec le sens du courant alternatif, il brasse le métal présent au centre ce qui élève sa température jusqu'à la fusion et au-delà. Cependant, et pour les mêmes raisons qu'expliquées ci-dessus, des arcs électriques peuvent se former entre les tubes du bobinage. La solution a donc été d'isoler chaque tube par du feutre d'alumine. À noter qu'il existe un liant organique présent dans le feutre d'alumine. Or ce dernier se dégrade autour de 250 °C en émettant une fumée brune. Pour écarter toute émanation gazeuse lors d'une coulée, ce qui pourrait nuire à la qualité du vide, les feutres une fois en place sont brûlés au chalumeau. Ceci n'affecte pas l'alumine qui résiste à des températures de l'ordre de 1650 °C.



Figure 21: Bobinage électromagnétique sans isolant (à gauche). Avant une coulée, du feutre d'alumine est inséré entre chaque paire tube de cuivre (à droite).

Une fois l'isolation en place, on positionne le creuset de sécurité (Figure 22) [103]. Composé essentiellement d'alumine, il ne prend pas l'induction, et son rôle se limite à recevoir le métal liquide si jamais le creuset principal venait à se fendre. Ce creuset de sécurité repose sur une plateforme en alumine qui est assemblée de manière rigide avec le cadre support du bobinage.

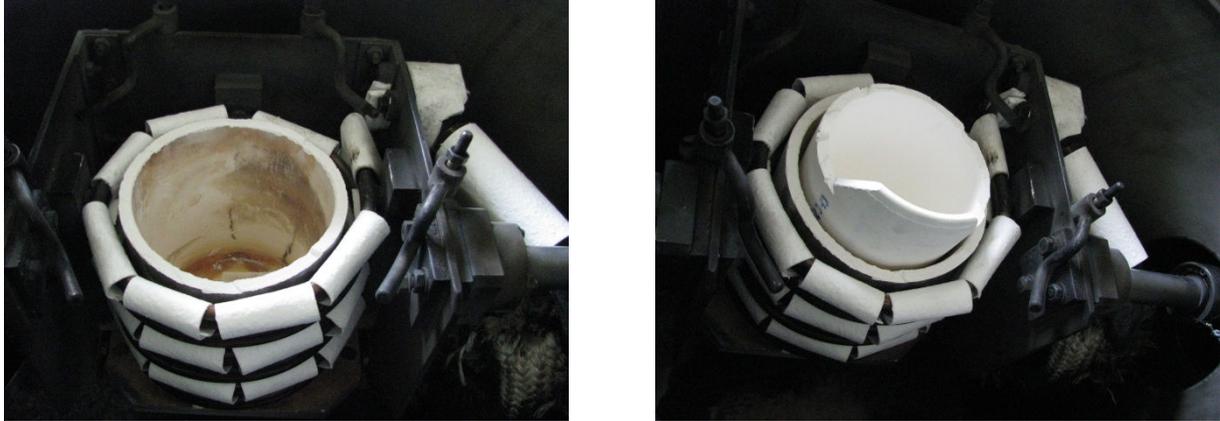


Figure 22: mise en place du creuset de sécurité à gauche puis du creuset principal à droite

Du même matériau que le creuset de sécurité, le creuset principal [103] est plus fin. Une découpe de ce creuset est réalisée afin de l'adapter au système de serrage de l'installation (Figure 23a). Les deux creusets, le bobinage et son cadre sont montés sur un axe de rotation qui est commandé manuellement de l'extérieur (en 3 sur la Figure 15). Ce mécanisme permet de verser le métal liquide dans le moule placé juste en dessous.

Mesure de température et procédure de coulée :

Avant de couler, lors du chauffage du métal, la température du bain est donnée par un capteur (flèche sur la Figure 23a) identique à ceux utilisés pour le montage du moule (Figure 24) mais logé dans une gaine en alumine afin de résister à une exposition prolongée à de fortes températures. Seule la gaine est changée à chaque coulée. Pour plus de fiabilité, la température est vérifiée par un pyromètre optique placé au niveau du hublot (5 sur la Figure 15). La procédure d'utilisation du four de fusion sous vide se trouve dans l'annexe 5. Elle détaille l'ensemble des opérations à effectuer pour couler sous vide de manière fiable et en toute sécurité.



Figure 23: (a) Des barres ajustables permettent un maintien rigide du creuset, de la charge de métal et du capteur de température (flèche). (b) Le hublot par lequel il est possible de mesurer la température du bain avec un pyromètre optique.

1.2. Moule de fonderie pour coulée en source

L'étude préliminaire menée par Abderrahman Chtourou dans le cadre d'un master spécialisé au Cemef [102] avait pour but d'effectuer des coulées dans un moule conçu pour pouvoir varier les paramètres de solidification et notamment la vitesse de refroidissement. Cette démarche a abouti à un moule produisant des plaques dont l'épaisseur est modulable d'une coulée à l'autre. Ces orientations ont été reprises dans notre travail, en mettant l'accent sur la fiabilité du moule, la qualité des pièces coulées ainsi que la possibilité de couler en source. Ce dernier point est important car il permet un remplissage doux et homogène de l'échantillon. Cette technique de remplissage en source est celle utilisée dans l'application industrielle.

La géométrie retenue est présentée Figure 24. Cette géométrie permet de couler en source un échantillon (3) à l'aide du chenal d'alimentation (2). Trois règles générales ont été appliquées afin de garantir la qualité des pièces. Les pièces métalliques constituant le moule et étant directement en contact avec le métal sont en acier doux. Ceci permet de garantir qu'elles ne vont pas fondre lors de la coulée et alors modifier la composition de l'alliage ou compliquer le démontage du moule. L'exclusion de matériaux en fibre d'alumine pour le cône de coulée a été motivée par le besoin de propreté du moule. Car au-delà de leur dangerosité pour les voies respiratoires, les fibres peuvent être entraînées dans le liquide lors de la chute du métal. De plus ces fibres ne vont pas fondre mais vont avoir le rôle de germinant, ce qui modifie la structure cristallographique finale. Enfin, les pièces en céramique qui se substituent aux pièces en fibre d'alumine ont une plus grande résistance mécanique ce qui autorise un meilleur serrage. Cependant, elles ont tendance à dégazer pour chaque élévation de leur température. Alors pour limiter la remontée de pression, on atténue le choc thermique qu'elles subissent lors du remplissage en les recouvrant d'une tôle en acier doux.

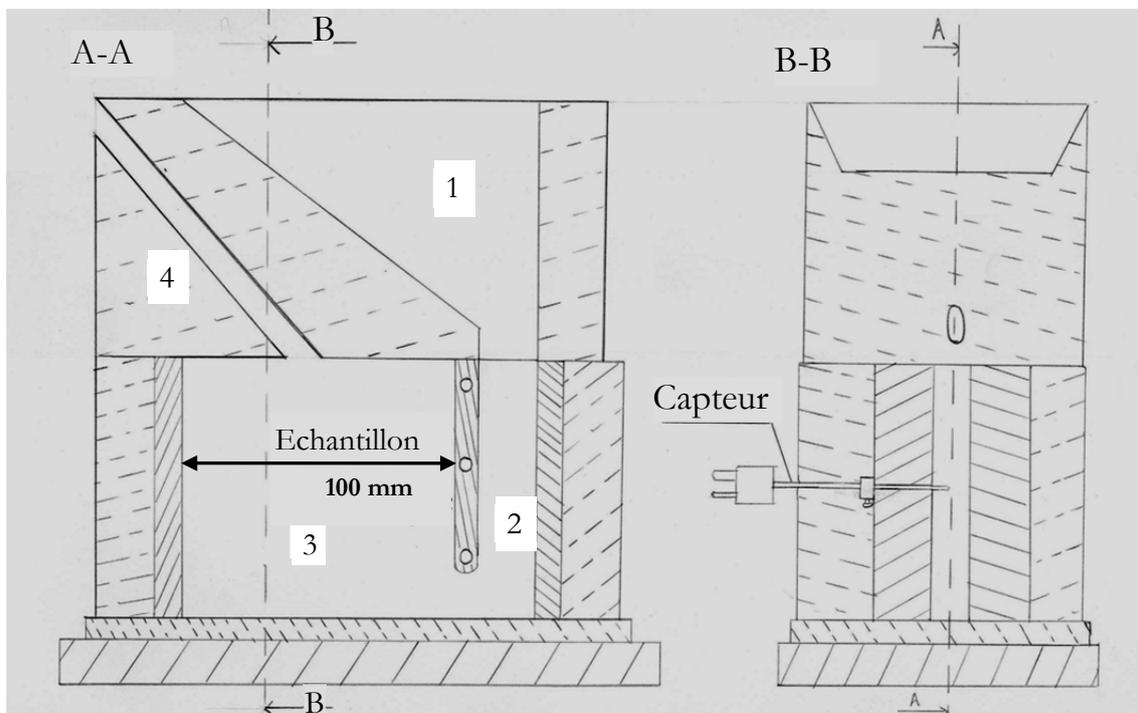


Figure 24: Vue en coupe de l'assemblage du moule (schéma). Les parties hachurées en traits pleins sont métalliques, celles en traits discontinus sont en céramique. Le cône de coulée est en (1). Le chenal d'alimentation, la plaque coulée et l'évent sont respectivement indiqués en (2), (3) et (4)

1.2.1 Description du moule

L'ensemble du moule repose sur une base en laiton, Figure 25. Le laiton a été choisi pour constituer la base rigide du moule ainsi que l'armature de serrage car il prend peu l'induction électromagnétique. Cette base ne repose pas directement sur le fond du four, composé d'une tôle très épaisse d'acier (>12 mm). Quatre vis utilisées dans l'assemblage du moule dépassent de la base, ce qui la maintient à environ 5 mm au-dessus du fond du four. Cet espace augmente l'isolation de l'ensemble du moule vis-à-vis du milieu extérieur. Sur la semelle en laiton, une dalle en béton réfractaire est déposée. Sa surface supérieure recevra le métal liquide, raison pour laquelle elle est recouverte d'une fine tôle d'acier, non représenté Figure 25.

Viennent ensuite les deux plaques chauffantes en acier (Figure 26) : elles sont composées de plusieurs couches entre lesquelles serpente un fil chauffant Thermocoax [104]. Ce fil chauffant a une résistance de 20 Ω . Il est composé d'un fil résistif noyé dans une gaine céramique elle-même recouverte d'Inconel 600. Ce fil peut chauffer jusqu'à une température de 1000°C. Toutefois, à haute température sa durée de vie est limitée. Nous avons donc toujours limité la chauffe du moule à des valeurs comprises entre 840 et 925 °C. Les fils sont réglés en angle de phase à l'aide d'un gradateur. L'installation électrique du moule est isolée du reste du secteur par un transformateur d'isolement. Ces plaques chauffantes ne sont pas en acier doux, or elles reçoivent le métal liquide sur une de leur face. On recouvre donc tout ou partie de cette face avec du feutre d'alumine (Annexe 4). Ce feutre, non représenté Figure 26, se présente sous forme de bande de 75 mm de largeur. Le remplissage du moule étant doux grâce au système de coulée en source, le feutre n'est pas détérioré par l'arrivée du métal, on évite ainsi une pollution du liquide par les fibres d'alumine.

Entre les plaques on insère trois pièces en acier doux. Visibles sur la Figure 27 ; les pièces placées aux extrémités permettent une fermeture rigide, étanche et solide du moule. Celle placée au milieu permet la coulée en source ; elle est percée de trois trous afin d'être maintenue en position à l'aide de pions qui pénètrent dans les plaques en acier. L'épaisseur de ces cales va déterminer l'épaisseur de la plaque coulée.

Cet assemblage métallique qui accueillera le métal liquide est entouré de briques céramiques, Figure 28 (voir

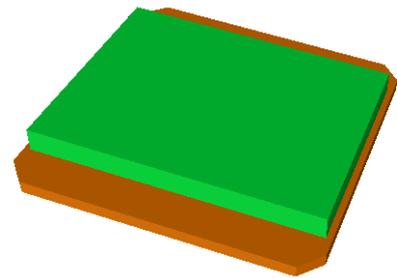


Figure 25: support en laiton du moule (orange) et semelle en béton réfractaire (vert)

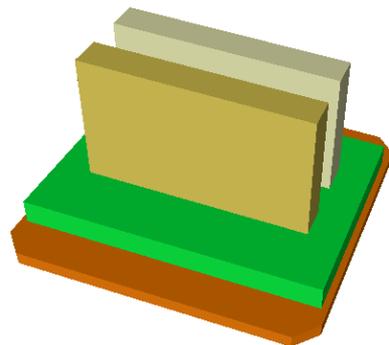


Figure 26: plaques chauffantes en acier

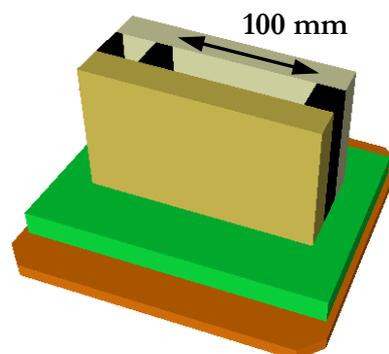


Figure 27: cale de fermeture du moule et insert pour la coulée en source

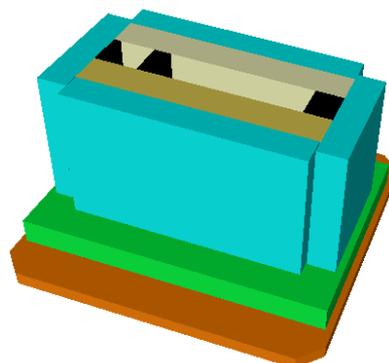


Figure 28: isolant en céramique

annexe 4). Leur fonction est d'augmenter l'isolation du moule et d'arrêter une éventuelle fuite de métal liquide de l'enceinte primaire afin d'éviter un écoulement jusqu'au fond du four. Ces pièces sont fabriquées sur mesure au laboratoire.

Composé de béton réfractaire (voir annexe 4), le cône de coulée est placé au-dessus de l'assemblage (Figure 29). Le réceptacle du cône de coulée est recouvert d'une tôle d'acier (non visible Figure 29) afin que lors de la verse, le métal liquide n'entre pas en contact direct avec le béton réfractaire. Par ailleurs le choix de ce matériau aux dépends d'un cône en fibre d'alumine permet d'éviter que la chute du métal liquide n'arrache des fibres d'alumine

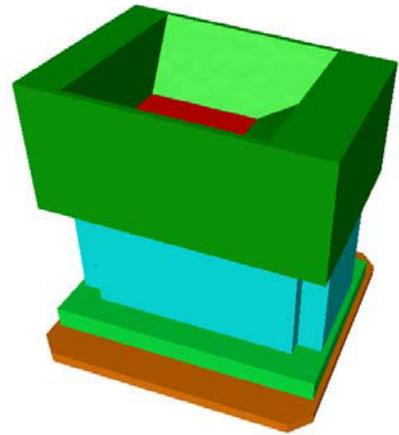


Figure 29: cône de coulée en béton réfractaire

Le montage se termine par l'installation d'une armature rigide en laiton sur deux étages (Figure 30 et Figure 31) qui vient serrer horizontalement le moule à l'aide de vis. Des lamelles en laiton sont intercalées afin que les vis ne s'appliquent pas directement sur les briques réfractaires trop friables. Dans le but de dégazer les céramiques du moule, on procède à des chauffes successives parallèlement aux phases de pompage. Or ces cycles de chauffe et refroidissement du moule provoquent la dilatation puis le retrait des matériaux. Ramenées à température ambiante, les lamelles peuvent ne plus être serrées. Il est donc important de les placer verticalement et reposant sur la semelle afin qu'elles ne chutent pas, ce qui provoquerait un jeu dans le montage du moule égal à l'épaisseur des lamelles. Ce défaut survenu plusieurs fois provoque de fortes fuites et l'échec de la coulée. Pour plus de sécurité on termine le serrage par un fil d'acier recuit qui fait le tour du moule (Figure 30). Le choix de matériaux céramiques, pour le cône comme pour les briques latérales, permet un serrage fort aussi bien vertical qu'horizontal.



Figure 30: les fils d'acier recuits (au centre de l'image) augmentent la sécurité de l'assemblage

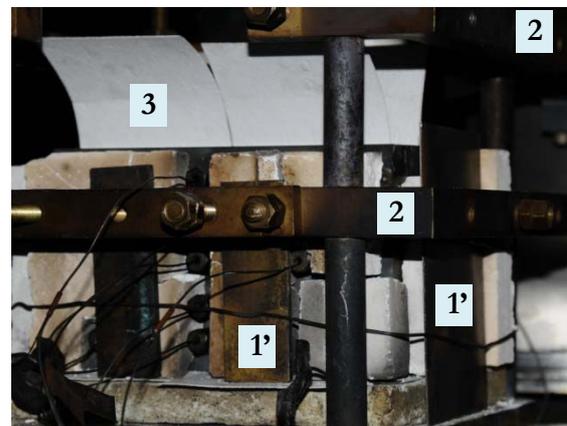


Figure 31: A gauche, le cône de coulée vu du dessus. La paroi interne métallique est insérée avant le moulage du béton. Les lamelles de laiton en 1 et 1' font partie de la chaîne de serrage du moule, sur le cône de coulée : elles permettent le serrage vertical du moule. À droite elles sont placées verticalement pour minimiser le risque de chute. En 2 les deux étages du cadre de serrage du moule. En 3 les bandes de feutre isolant encore visibles tant que le cône de coulée n'est pas monté

1.2.2 La position des capteurs de température

Les deux plaques chauffantes en acier sont différentes. L'une d'entre elles porte les capteurs (Figure 32) qui vont jusque dans l'échantillon alors que l'autre ne possède que des trous non débouchant qui permettent de placer des capteurs mesurant la température de la plaque proprement dite. Leur position, aussi bien ceux du moule que ceux de l'échantillon sont identiques et présentés Figure 33. La croix représente la localisation, le chiffre le numéro du capteur (valable pour toutes les coulées) et enfin les nombres entre parenthèses correspondent aux coordonnées du capteur.

Les thermocouples allant dans l'échantillon traversent de part en part la plaque chauffante. Ce sont des capteurs S composés de fils de platine pur et platine rhodium 5% soudés à l'extrémité : les fils sont glissés dans une gaine en alumine frittée qui les isole l'un de l'autre de plus d'1 mm (Figure 32). L'autre extrémité est une connectique. Chaque capteur est maintenu en position grâce à un élément de serrage visible sur la Figure 34 (1). Sur la figure 33, les extrémités des capteurs sont toutes au centre de la plaque (à mi-épaisseur) mais il est intéressant en terme d'information de les répartir sur plusieurs profondeurs, c'est ce qui a été réalisé sur la plaque d'épaisseur 25 mm. L'insertion des capteurs K pour le contrôle de la température du moule est visible sur la Figure 34 à droite. Ils sont maintenus en place par vissage.



Figure 32: capteur S

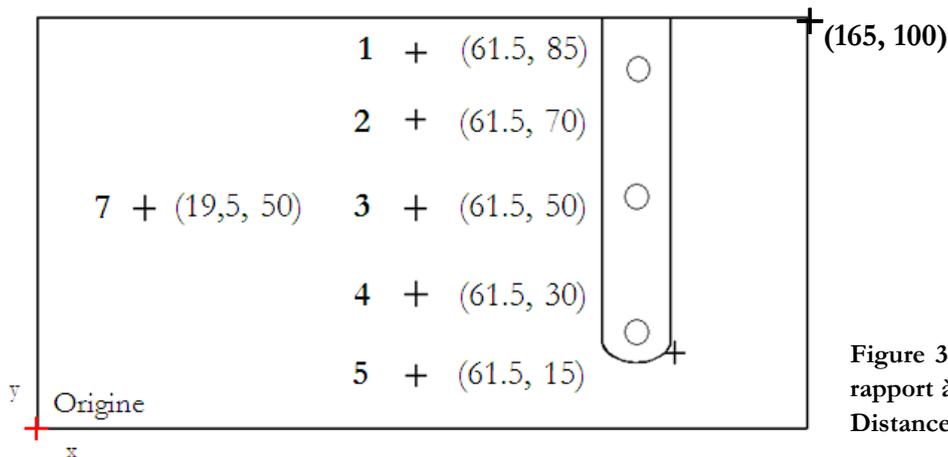


Figure 33: Position des capteurs par rapport à l'origine (en bas à gauche). Distance en mm



Figure 34: Insertion des capteurs S. A gauche en (1) pièce de maintien des capteurs. A droite le moule entièrement monté

1.3. Les échantillons réalisés

1.3.1. Caractéristiques des coulées

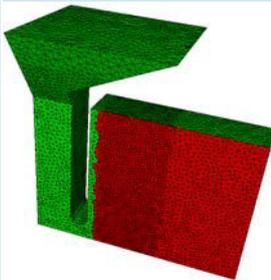
Numéro de coulée	#1	#2	#3	#4
Épaisseur de la plaque	5 mm	10 mm	10 mm	25 mm
Surchauffe à la coulée	30 °C	0 °C	30 °C	25 °C
Surfusion	De 35 °C à 50 °C	De 25 °C à 60°C	De 10 °C à 40 °C	17 °C
Vitesse de refroidissement au centre de la plaque	De 15 °C/s à 25 °C/s	De 6°C/s à 10 °C/s	De 2,4 °C/s à 3,4 °C/s	De 2,6 °C/s à 4,6 °C/s
delta de vitesse de refroidissement exploitable	De 7,7 °C/s à 30 °C/s	De 4°C/s à 30°C/s	De 2,4°C/s à 30°C/s	De 2,6 °C/s à 25°C/s
Temps local de solidification	De 85s à 160s	De 100s à 230s	De 155s à 330s	De 60s à 280s
Autres spécificités	<p>La plaque est isolée du moule par du feutre d'alumine sauf une bande d'1 cm de large représentée ci-dessous en rouge</p> 	<p>L'ensemble de la plaque est isolée à l'aide de feutre d'alumine</p>	<p>Une grande partie d'une des faces est laissée sans isolant (partie rouge). L'autre face ainsi que le reste de la plaque sont isolées.</p> 	

Tableau 4: Caractéristiques des quatre coulées réalisées au laboratoire entre mai 2011 et mai 2012. La définition de chaque données est présenté sur les pages suivantes.



Figure 35: plaque de 5 mm démoulée. Dans la partie supérieure se trouvent le cône de coulée et l'évent. Le chenal de coulée est reconnaissable grâce à l'insert en acier doux. Cette pièce est percée de 3 trous afin de la maintenir en place à l'aide de pions dans le moule fermé. Une tôle en acier est placée en dessous et au-dessus de l'espace à remplir de métal liquide afin que ce dernier ne se trouve pas en contact direct avec les pièces en céramique.

1.3.2. Identification des paramètres

Le montage décrit dans le chapitre précédent a permis de réaliser quatre coulées en source. Le niveau de pression avant les coulées était correct, environ 10^{-2} mbar, avec un pic de pression au moment de la coulée à 0,1 mbar. Ce pic de pression s'explique principalement par le choc thermique subi par les céramiques. Ce phénomène n'a pas lieu lors des coulées industrielles car le moule est chauffé à une température très proche de celle du métal à couler. À noter que lors de la coulée de la plaque de 25 mm, la pression est remontée à 1 mbar. Ceci est dû au volume très important de métal (le métal dégaze lui aussi), ce qui induit aussi un réchauffement du moule supérieur aux coulées de plaque plus fines et donc un dégazage beaucoup plus important.

Le Tableau 4 présente les caractéristiques de chacune des coulées ainsi que la configuration du moule. Comme détaillé page 41, afin de faire varier certains paramètres de solidification, plusieurs épaisseurs de plaque ont été coulées : 5, 10 et 25mm. De plus, l'isolation de l'Inconel 718 vis-à-vis du moule n'a pas toujours été la même, c'est ce qui est décrit dans la rubrique « Autres spécificités ». En effet, à l'origine, la plaque à couler était entièrement isolée du moule de fonderie par des feutres d'alumine (plaque de 10 mm). Cependant, pour tester l'influence d'une absence de

feutre, une plaque de 5 mm a été coulée avec une bande de 1cm de large, libre de feutre d'alumine (voir tableau 1). Ce test fut satisfaisant car il n'a pas généré de problèmes annexes. Il a donc été décidé de l'étendre à une autre coulée en laissant cette fois toute une face libre d'isolation (plaque de 25mm). L'objectif recherché par ce processus est de créer un fort gradient de vitesse de refroidissement dans l'épaisseur d'une même plaque grâce à une différence importante d'isolation entre les deux faces.

La « surchauffe à la coulée » désigne la température du métal lors du remplissage du moule. Elle est exprimée par rapport à la température de liquidus nominale. Entre la verse du creuset, la chute du métal et le parcours du chenal d'alimentation le métal perd entre 50 et 100 °C.

La surfusion désigne la différence de température entre T_{liquidus} et la température à laquelle la germination et/ou la croissance commence (voir Chapitre 1.2.2). Cette surfusion se mesure expérimentalement par un changement de pente brusque (Figure 36). Toutefois, pour des vitesses de refroidissement élevées, il est très difficile de déceler le changement de pente.

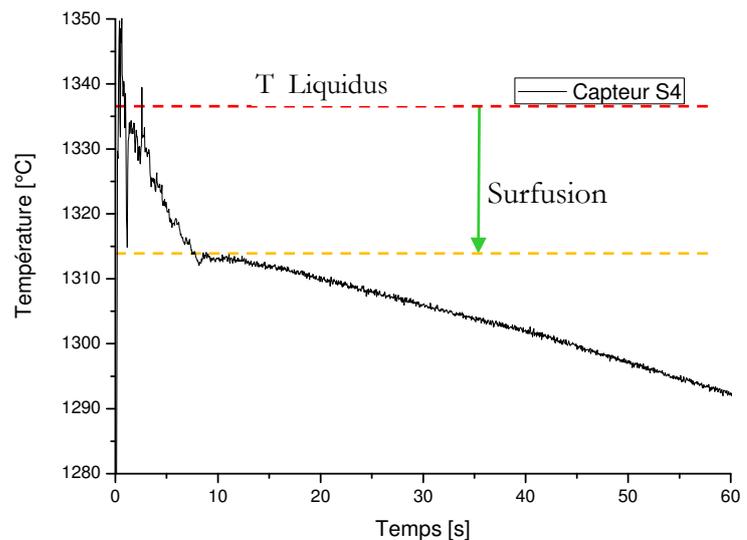


Figure 36: Evolution de la température du capteur 4 de la plaque coulée de 25mm. La surfusion est nettement visible ici

La « vitesse de refroidissement au centre de la plaque » est mesurée. Cette vitesse de refroidissement est déterminée par la tangente à la courbe temps-température juste avant le début de la solidification (figure 37). Il est souvent indiqué un intervalle. Autrement dit, les vitesses de refroidissement indiquées par les capteurs ne sont pas toutes identiques du fait de géométrie de la plaque et des coefficients d'échange différents suivant les pièces de moule proches.

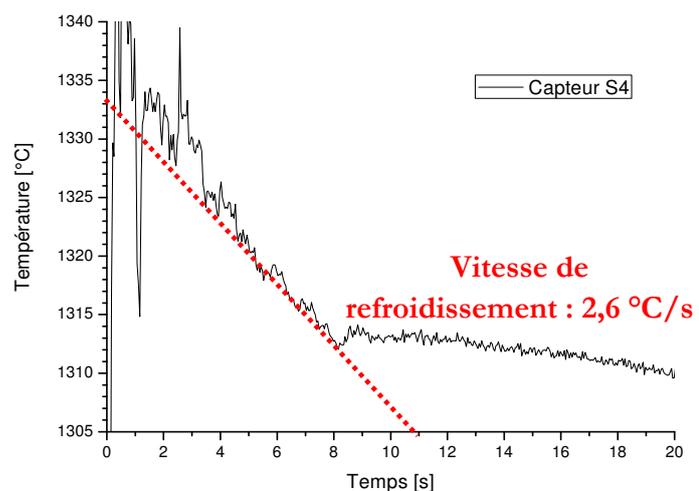


Figure 37: détermination de la vitesse de refroidissement sur le capteur 4 de la plaque de 25 mm.

Ce profil de température de la figure 37 s'explique par plusieurs phénomènes physiques. En effet le début de la solidification est identifiable par un changement de pente brutal sur la courbe temps-température. Afin de refroidir l'échantillon, il faut considérer un flux thermique extrait \dot{q}_e relativement à la géométrie du moule (rapport de la surface d'échange A au volume de métal V). Ce flux de sortie est égal à la variation d'enthalpie du système. Cette variation entraîne une diminution d'enthalpie du fait du refroidissement mais aussi de changement d'état entre les phases liquide et solide Δh_f .

$$\dot{q}_e \left(\frac{A}{V} \right) = +\rho c_p \left(\frac{dT}{dt} \right) - \rho \Delta h_f \left(\frac{dg^s}{dt} \right)$$

De cette équation peut être déduite la vitesse de refroidissement :

$$\dot{T} = \frac{dT}{dt} = +q_e \left(\frac{A}{\rho V c_p} \right) - \left(\frac{dg^s}{dt} \right) \left(\frac{\Delta h_f}{c_p} \right)$$

La fraction de la phase solide peut être exprimée non pas en fonction du temps mais en fonction de la température :

$$\frac{dg^s}{dt} = \left(\frac{dT}{dt} \right) \left(\frac{dg^s}{dT} \right)$$

En reprenant l'équation précédente, on peut écrire la vitesse de refroidissement pour une variation de fraction de solide :

$$\dot{T} = \frac{+q_e \left(\frac{A}{\rho V c_p} \right)}{1 - \left(\frac{\Delta h_f}{c_p} \right) \left(\frac{dg^s}{dT} \right)}$$

Dans le cas de la solidification $\frac{dg_s}{dT}$ est négatif lorsque l'on se trouve dans l'intervalle de solidification et nul ailleurs. Ainsi, dès le début de la solidification le dénominateur augmente, ce qui réduit la vitesse de solidification. Cette évolution est remarquable pour deux raisons :

-La surfusion de germination (plus d'une quinzaine de degrés sur la Figure 36) induit une évolution forte de fraction solide dans les premiers instants. Les premiers germes suffisamment gros pour être stables baignent dans un liquide surfondu qui facilite leur croissance (chapitre 1 partie 2.1.3)

-Cette évolution est beaucoup plus importante que les autres phénomènes tels que la variation de la chaleur spécifique avec la température.

Enfin, on peut remarquer sur la figure 37 une légère augmentation de la température après 8s, c'est à dire au début de la solidification. Ce phénomène est appelé recalescence. Il indique que le produit $\left(\frac{\Delta h_f}{c_p} \right) \left(\frac{dg_s}{dT} \right)$ est plus grand que 1 pendant un court instant.

« Le delta de vitesse de refroidissement exploitable » correspond aux extrema de vitesse de refroidissement qui ont dû avoir lieu lors de la solidification de l'échantillon. Ces vitesses de refroidissement sont estimées à l'aide de simulations 3D multi matériaux multi domaines comprenant les calculs mécaniques et thermiques de la pièce coulée à l'aide du logiciel Thercast. Ces simulations sont présentées chapitre 3 partie I.

Dernière section du tableau, le temps local de solidification exploitable dans la plaque. Il correspond au temps entre le début et la fin de la solidification. Le début est pris par défaut au moment où la température du métal franchit la température de liquidus. Pour être plus juste il faudrait prendre l'instant où a lieu le changement de pente décrit par la figure 37, véritable démarrage de la solidification. Toutefois, comme décrit précédemment le changement de pente est difficile à déceler de manière précise sur les fortes vitesses de refroidissement. La fin de la solidification est repérée quant à elle par le dernier incident sur la courbe de refroidissement.

Ci-contre un exemple de détermination de temps local de solidification. Dans le chapitre 1.1.1, il est expliqué que l'Inconel est composé de plusieurs phases. La formation de chacune d'entre elles donne lieu à une libération d'énergie détectable sur la courbe $T=f(t)$ par une diminution de la pente. Or la fin de la solidification survient avec la cristallisation, presque simultanée, des phases de Laves et phases delta. D'après les simulations de microségrégation présentées au chapitre 3 parti 2 leur apparition se situe autour de 1150 °C. Le changement de pente visible Figure 39 correspond donc bien au dernier phénomène de solidification, à savoir une réaction eutectique sur un très faible volume. La fin de la solidification intervient donc quelques degrés après, avant $t=270$ s, et sans doute plus tôt pour le capteur S3 que pour le capteur S4.

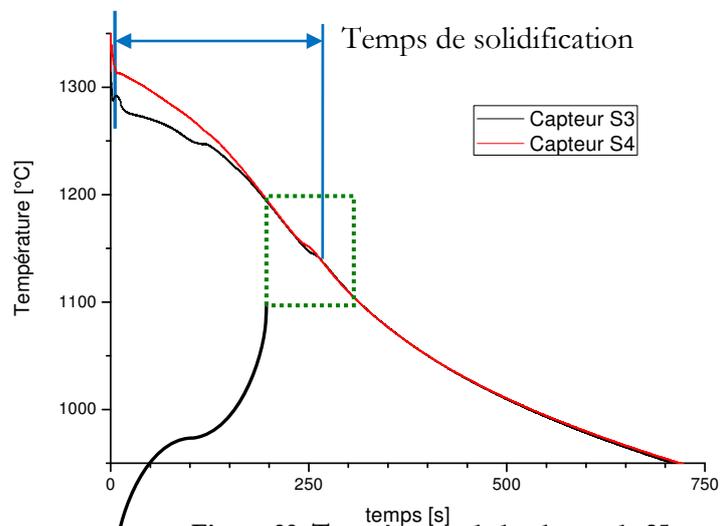


Figure 38: Température de la plaque de 25 mm. Le temps local de solidification est désigné par l'intervalle bleu.

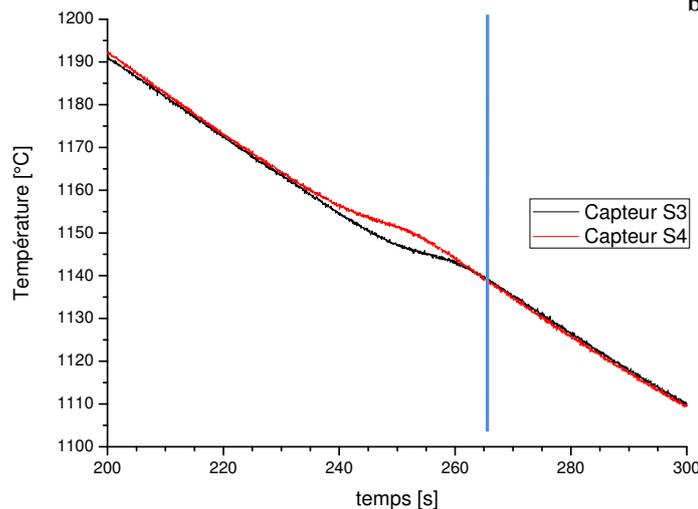


Figure 39: La fin de la solidification a lieu une dizaine de degrés après le début de la réaction eutectique.

1.3.3. Les échantillons

Le résultat qualitatif de ces coulées est montré ci-contre. Ce sont des cartes EBSD obtenues avec un MEB FEG Supra 40. Plus de détails sur ces cartes ainsi que l'origine des échantillons sont donnés en annexe 1. Pour les quatre illustrations qui suivent, les bords de la plaque coulée sont en haut et en bas de chaque image. C'est donc par-là que l'on extrait la chaleur. Les bords des échantillons n'apparaissent pas toujours car il est difficile de les polir convenablement. Dans ces conditions le signal reçu par le MEB n'est pas de qualité suffisante pour indexer les points analysés.

Les deux cartes EBSD figure 40 et 41 sont issues d'échantillons extraits des plaques de 10 mm. Les deux plaques de 10 mm ont en commun d'avoir été entièrement isolées du moule métallique. Autrement dit, l'extraction de chaleur a été identique sur les deux faces du moule. Il en résulte une structure assez homogène.

Cependant plusieurs remarques peuvent être faites. Sur la Figure 40, la zone de jonction des deux fronts solides est légèrement décalée vers le haut (décalage de moins d'1 mm en prenant en compte les bords de l'échantillon non visibles ici). Ceci vient d'une température initiale différente entre les deux plaques avant la coulée. Plusieurs zones sombres sont visibles. Les plus grosses en haut sont des retassures alors que les petites taches au centre sont des empreintes de micro dureté. Enfin, la Figure 41 montre des grains plus gros. Ceci vient d'une vitesse de solidification plus faible due à une surchauffe importante.

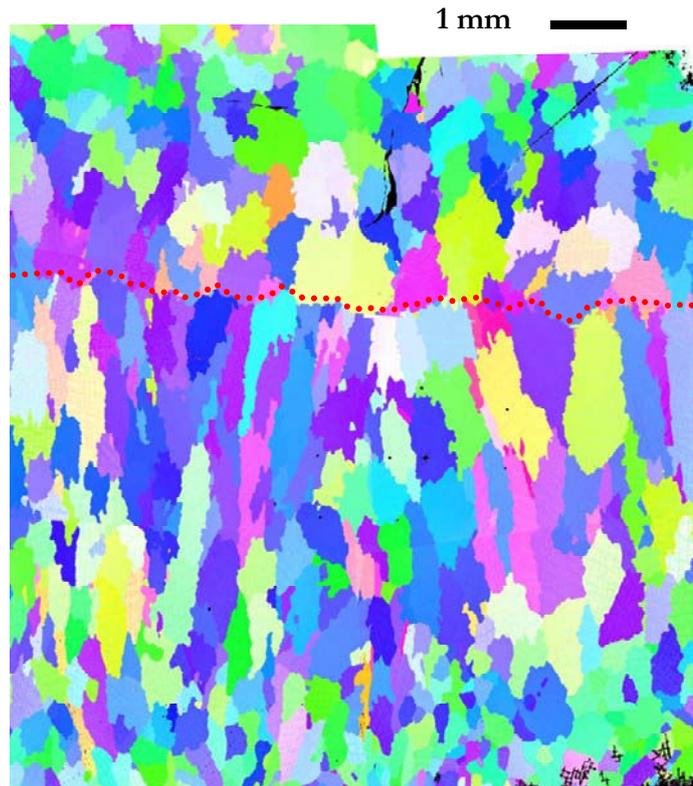


Figure 40: Structure granulaire d'un échantillon de la plaque de 10 mm sans surchauffe. En pointillé rouge la jonction des deux fronts solides. Carte EBSD.

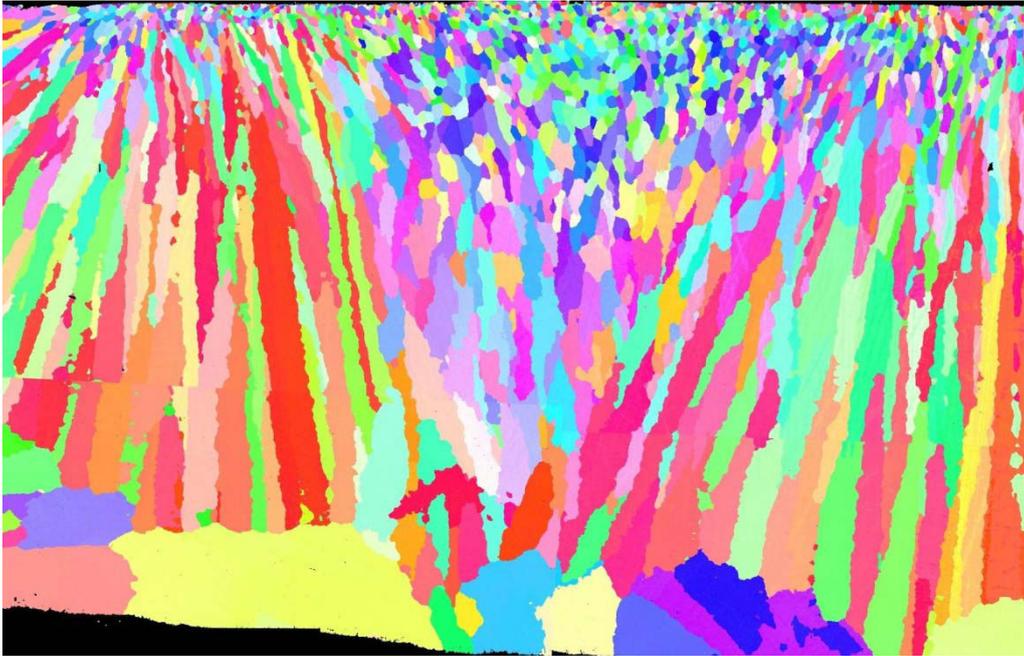


Figure 41: Structure granulaire d'un échantillon de la plaque de 10 mm avec surchauffe de 30°C. Carte EBSD.

Les deux images EBSD présentées Figure 42 et Figure 43 sont issues des plaques de 25 mm et 5 mm respectivement. La particularité de ces plaques a été présentée en bas du Tableau 4. Une des interfaces entre la pièce d'Inconel 718 et le moule est vierge d'isolement. La conséquence induite est une extraction de chaleur beaucoup plus importante sur la face non isolée (face supérieure pour les deux échantillons). Ceci crée une structuration granulaire particulière. La face qui est non isolée est en contact avec une surface métallique plane, donc l'échange thermique est très important. Cela produit une très intense densité de germination en surface et un fort gradient de température dans l'échantillon. Ce gradient de température prononcé engendre alors une croissance colonnaire des grains. Ensuite, par diffusion de la chaleur, ce gradient s'estompe et donne lieu à une transition colonnaire-équiaxe. Toutefois, sur la plaque de 5 mm, l'épaisseur de l'échantillon est trop faible pour laisser le temps à ce processus de se mettre en place. Sur l'autre face, la faible extraction de chaleur induit une vitesse de solidification plus lente qui génère des grains plus gros. La jonction des deux fronts solides est identifiable sur la Figure 42. Elle se situe à la hauteur des porosités (en bas à gauche) sur le cliché de la plaque de 25 mm.



Figure 42: Structure granulaire de la plaque de 25 mm avec surchauffe de 25°C. Carte EBSD. Les zones sombres en bas à gauche sont des porosités. L'assemblage d'une dizaine de clichés pour composer cette vue globale induit des déformations et des défauts qui ne proviennent pas de la structure



1 mm

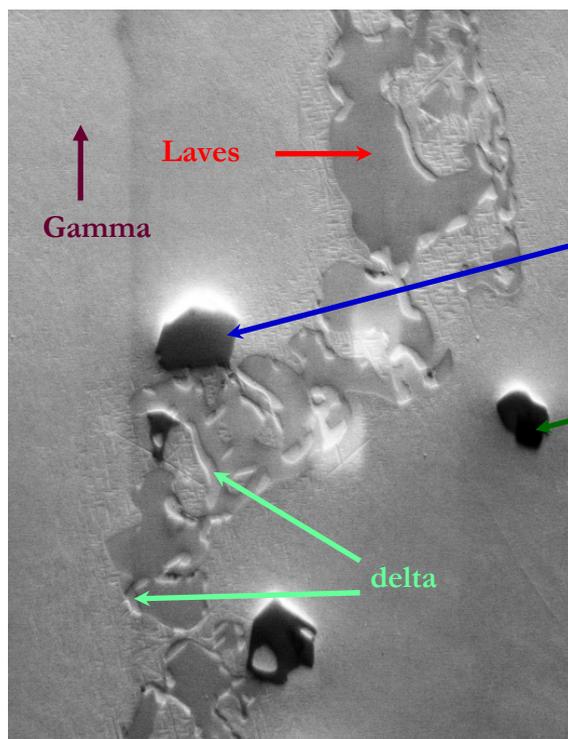
Figure 43: Structure granulaire de la plaque de 5 mm avec surchauffe de 30°C. Carte EBSD

II. Méthode d'analyse au microscope électronique à balayage

Sur les plaques coulées, le choix de l'échantillon à extraire est motivé par la qualité des données des capteurs de température. Comme déjà vu, la plaque est équipée de sept capteurs. Toutefois, leur grande fragilité implique qu'entre le moment du montage du moule et la coulée, entre un et trois capteurs s'avèrent défectueux. Sur ceux qui restent, les températures relevées sont parfois erronées pour différentes raisons pas toujours faciles à déterminer (faux contact, casse de la soudure à l'extrémité du capteur). Un échantillon est donc extrait près d'un capteur dont les mesures sont fiables, ce qui est le cas pour au moins deux capteurs pour chaque coulée.

La plaque est découpée à la scie pour éviter les très forts échauffements que provoquerait un découpage avec un disque. Plus de détails sur la localisation des échantillons analysés sont donnés en annexe 1. L'étape suivante est le polissage mécanique. Les échantillons sont polis mécaniquement pendant trois minutes sur chaque papier (120, 240, 320, 600, 1200, 2400, 4000 densité de grain au mm²). Une fois toutes les rayures effacées, les échantillons sont polis sur un drap en feutre avec une solution diamantée 3 µm. Puis sur un autre drap, on termine le polissage avec une solution « OP-S » de silice colloïdale. La dernière étape consiste à laisser pendant 1 à 2 heures les échantillons sur ce même drap avec de l'OP-S sur une polisseuse vibrante. Des polissages électrolytiques ont été tentés sans permettre d'atteindre les objectifs recherchés. Un bilan de ces tests est donné en Annexe 6.

2.1 Identification visuelle des phases



10 µm

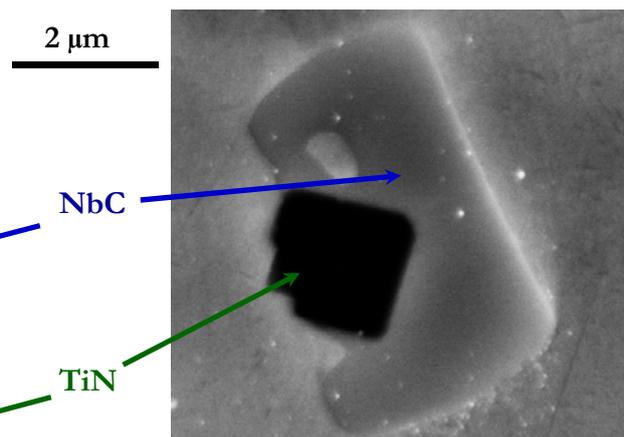


Figure 44: Image SE Inlens (détecteur électron secondaire dans le canon) d'un nitru de titane entouré d'un carbure de niobium. 20 kV, distance de travail de 15 mm.

Figure 45: Image en électrons secondaires (SE2) d'une zone inter dendritique où apparaissent des phases générées par la ségrégation chimique lors de la solidification. 20 kV, distance de travail de 15 mm.

Le besoin d'effectuer les coulées sous vide secondaire s'explique par la forte réactivité de l'azote avec le métal à l'état liquide. Rapidement, de l'azote gazeux peut se dissoudre dans le bain et provoquer la formation de nitrures de titane lors de la solidification. C'est ce que l'on peut observer Figure 44. Cependant, la présence d'azote est inévitable, l'objectif revient à limiter sa proportion. Ces TiN arrivent précocement lors de la solidification, plusieurs dizaines de degrés avant la formation de la matrice gamma (chap. 3 partie 2.1). Ces particules de géométrie cubique jouent alors un rôle de germinants. Elles doivent donc être considérées avec importance. Elle apparaît noire car sa masse molaire est très faible (Voir chap 1.1.2). On la retrouve aussi bien isolée dans la matrice gamma qu'enrobée dans un carbure de niobium. Ces derniers apparaissent en relief car les dernières étapes de polissage avec l'OP-S ne les affectent pas contrairement aux autres phases. Il a été constaté qualitativement que ces carbures de niobium se retrouvaient aussi bien au cœur des dendrites que dans les espaces inter-dendritiques accompagnés des phases de Laves et delta. Les régions majoritaires entourant l'ensemble des phases décrites sont constituées de la phase gamma, phase primaire de l'Inconel 718 (chap. 1 partie 0).

La ségrégation chimique au cours de la solidification provoque la formation d'intermétalliques. On peut distinguer ces phases sur la Figure 45 prises dans un espace interdendritique. Par expérience on peut repérer la phase de Laves sous forme de gros nodules de surface plane. De même les précipités de phases delta sont identifiables à leur géométrie en forme d'aiguille ou d'îlot bordant la phase de Laves ainsi qu'à leur aspect en creux. En effet, la phase delta est creusée par les dernières étapes de polissage sur la polisseuse vibrante. Ainsi si l'échantillon reste plus de deux heures sur la polisseuse vibrante, on constate une disparition des îlots de phase delta par dissolution ou déchaussement. La solidification des poches de liquide résiduel donne parfois lieu à la formation de microporosité, Figure 47. Ceci est la conséquence d'un défaut d'alimentation dû à l'isolement de la poche et au retrait de solidification. Enfin, la phase durcissante γ'' est visible Figure 46. Trop fine pour être quantifiée, sa structure est cohérente avec la matrice.

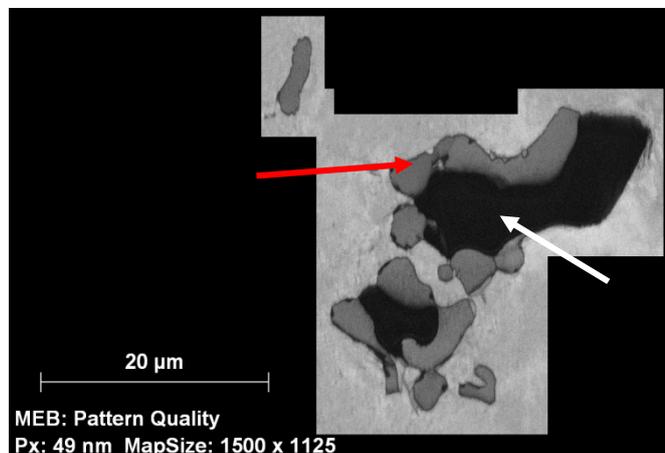


Figure 47: Microporosité en noir (flèche blanche). Elles apparaissent dans les espaces interdendritiques, donc aux abords des phases de Laves (flèche rouge).

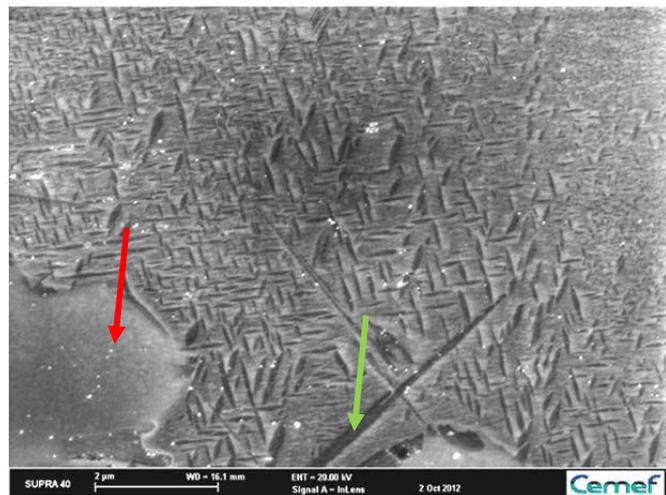


Figure 46: Au-delà des phases indiquées, les disques épais répartis dans des directions orthogonales sont des précipités de phases γ'' . Bruts de solidification, ils apparaissent dans les espaces interdendritiques car ils précipitent dans une phase Gamma riche en niobium. Précipités de phases delta (flèche verte)

2.2 Sélection d'une zone d'analyse

Deux zones ont été analysées sur la surface présentée Figure 48. Ces deux zones sont représentées par les encadrés bordeaux. Dans la suite de cette section, afin d'expliquer la méthode utilisée pour analyser une zone, nous prendrons comme exemple la zone 1. Par ailleurs, ces deux analyses sont les premières à avoir été faites, elles sont de taille assez réduite. Toutes celles qui ont été analysées par la suite sont au moins deux fois plus étendues. Enfin, cette image est issue de l'assemblage de nombreux clichés, ainsi certaines déformations peuvent apparaître lors du montage. Cette image est donc à considérer de manière qualitative.

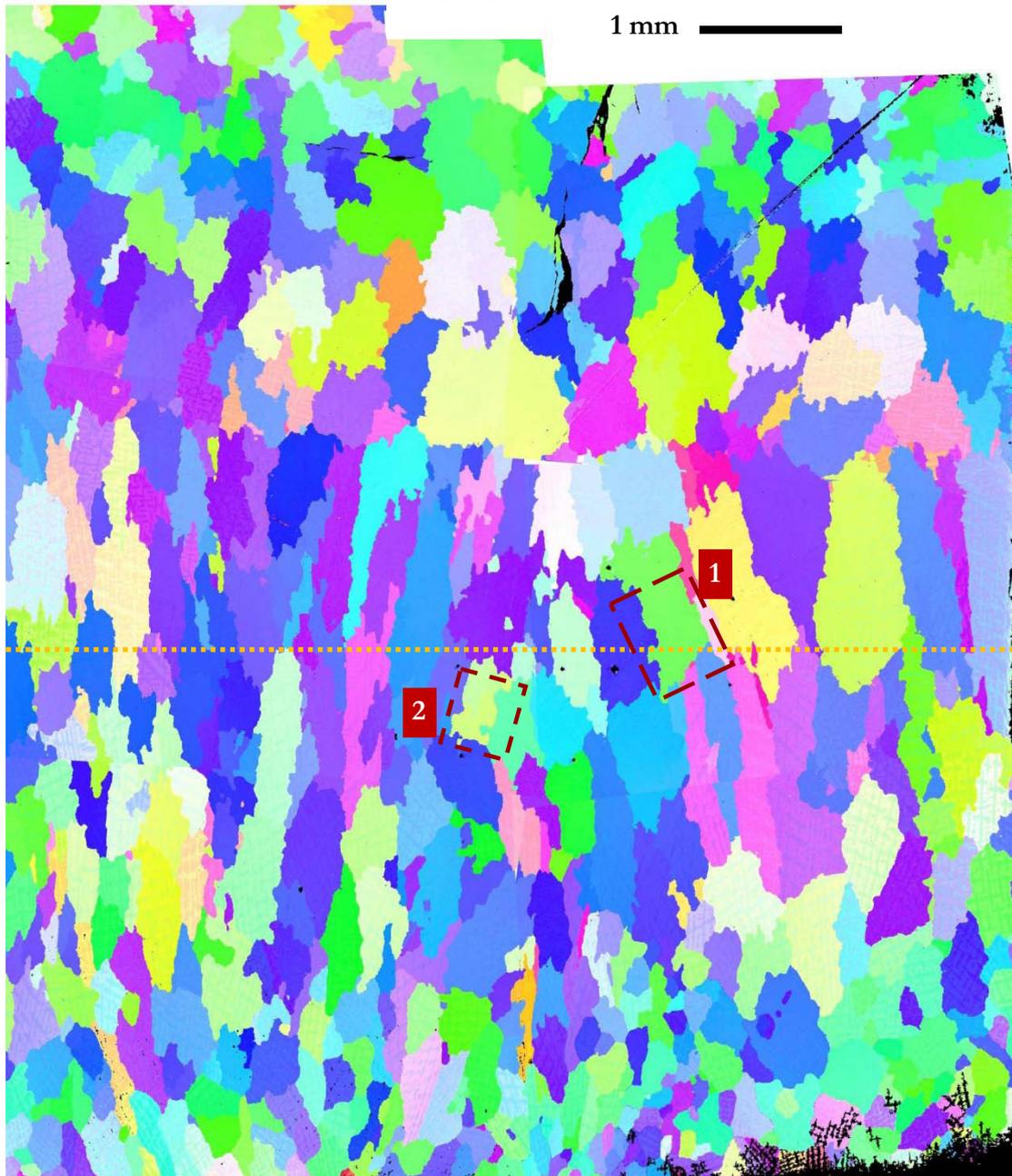


Figure 48: Image EBSD d'un échantillon de la coulée #2. Le milieu de l'épaisseur de la plaque est symbolisé par les pointillés orange. Les bords de l'échantillon sont donc en haut et en bas de l'image.

Après l'extraction des échantillons, la plaque est usinée au niveau des capteurs afin de connaître la position exacte de ces derniers. En général ils se situent au milieu de la plaque là où ils ont été montés, mais les dernières manipulations délicates du moule pour le déposer au fond du four peuvent légèrement les déplacer. Dans le cas de l'analyse de la zone 1, le capteur se trouvait bien au centre de la plaque. Ne disposant pas encore de simulation numérique permettant de connaître l'évolution de la température ailleurs dans la plaque, il a été choisi d'analyser une zone la plus proche possible du capteur.

Le champ sélectionné doit être le plus représentatif possible de l'ensemble de l'échantillon. Dans l'idéal il faudrait analyser un volume fermé à composition fixe qui se serait solidifié sans échange d'éléments chimiques avec l'extérieur. La surface présentée Figure 49 peut représenter cette surface idéale avec la croissance d'une dendrite depuis chaque bord. Il faut prendre l'hypothèse qu'il en va de même en 3D. Afin de s'approcher de cette zone idéale, les bords du champ étudié sont pris le plus souvent possible sur le centre d'une dendrite. Si la zone s'étend sur plusieurs grains, le centre de chaque grain est placé à une extrémité du domaine. Enfin, la surface retenue est en moyenne de 1 mm² afin d'obtenir des données statistiquement représentatives.

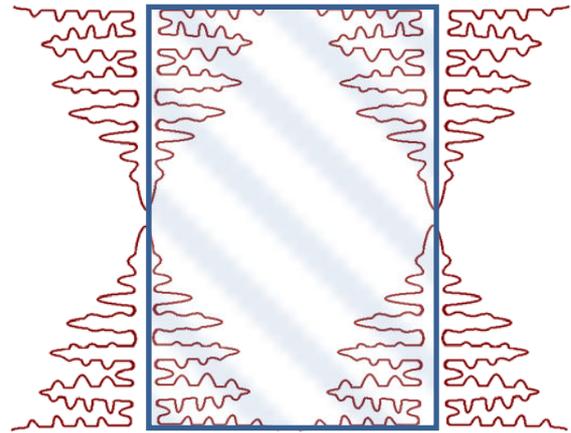


Figure 49: schéma d'un solide en croissance dans une zone liquide. Cette configuration est dite « idéale » pour l'analyse de la zone encadrée en bleu car minimisant les échanges de soluté vers l'extérieur de la zone.

Sur la Figure 50 est représentée la sélection de l'espace d'étude. Le bord en haut à droite se situe au centre des dendrites des grains de nuance rose. C'est aussi le cas du bord en bas à gauche. Les points multicolores en dehors de la zone sont des empreintes de micro dureté nécessaires au repérage de la zone.

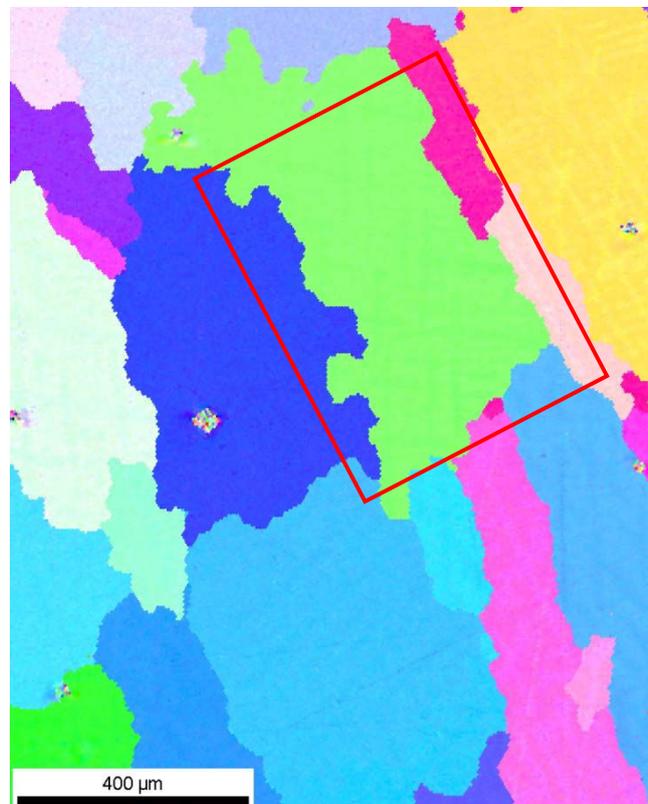


Figure 50: Encadré en rouge : la surface sélectionnée pour l'analyse. Carte EBSD.

Avant de procéder à l'analyse chimique, on réalise une image en électrons rétrodiffusés (Figure 51). Ceci permet de mettre en valeur les zones de présence des éléments lourds tels que le niobium et le molybdène dans les phases de Laves et delta (en blanc). Par une observation rapprochée on constate que les pixels noirs répartis sur toute l'image sont des nitrures de titane et deux microporosités sont aussi visibles.

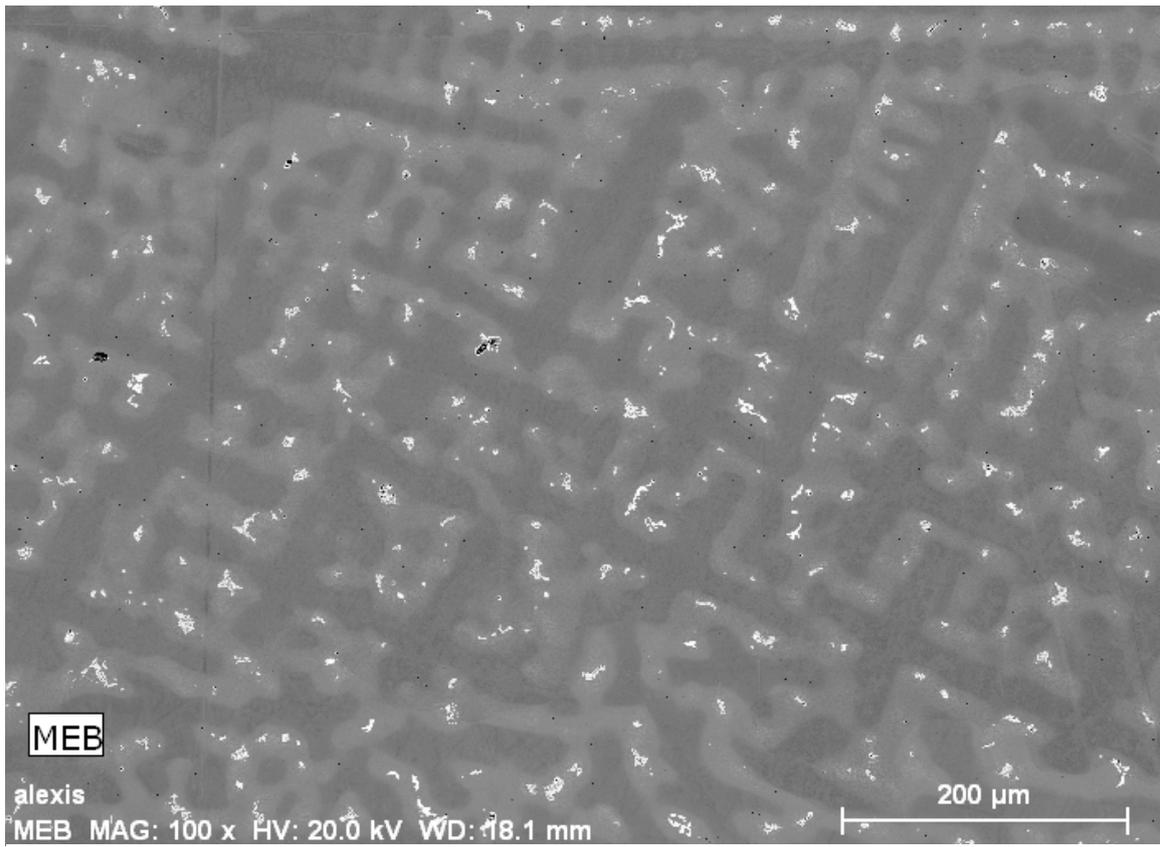


Figure 51: Image en électrons rétrodiffusés de la zone sélectionnée. En blanc les phases interdendritiques et en foncé le centre des dendrites.

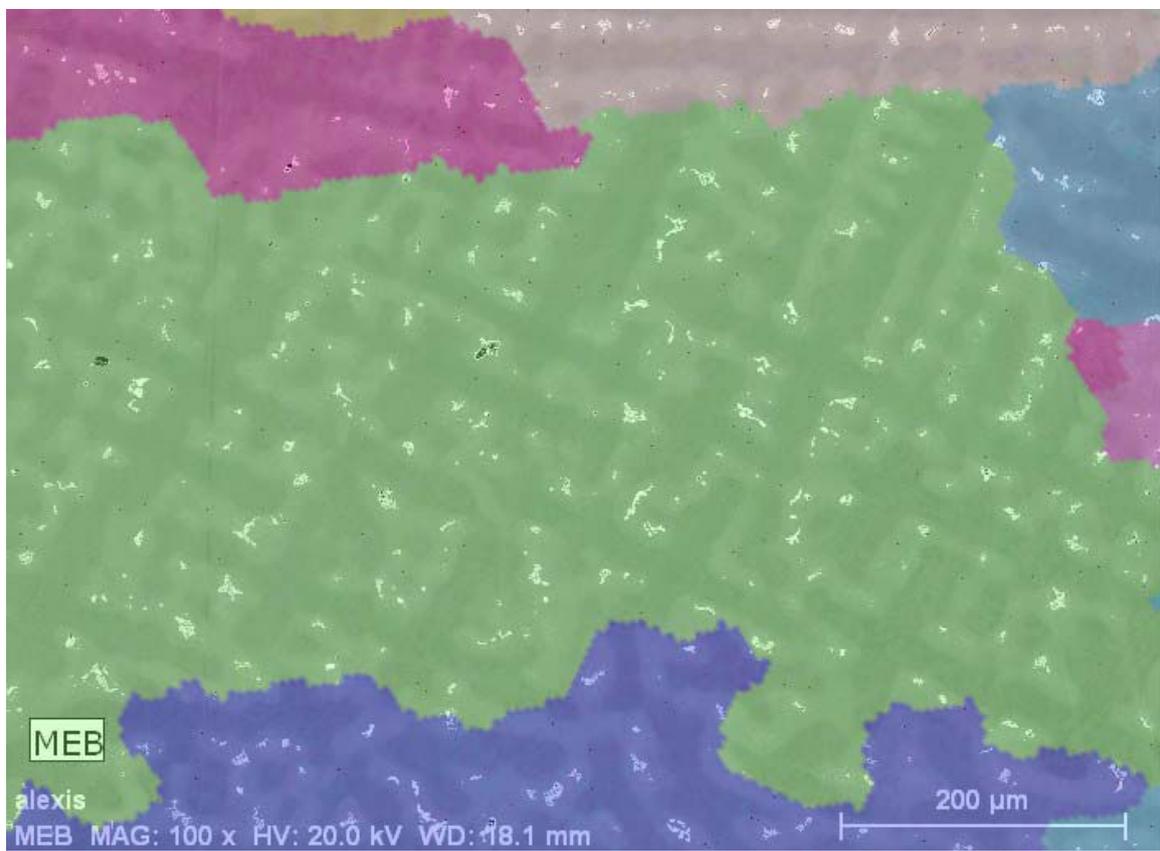


Figure 52: Superposition de l'image en électrons rétrodiffusés de la zone d'analyse avec l'analyse EBSD.

2.3 Mesure de la composition chimique

L'analyse de la composition se fait avec le capteur EDS à une distance de 8 mm en moyenne du canon et avec un diaphragme de 60 μm . Elle nous permet de connaître la composition des éléments lourds dans le champ. Nous n'avons donc pas d'information sur le carbone par exemple, et les résultats sur l'aluminium sont à prendre avec précaution.

Il faut noter par ailleurs que le logiciel Bruker qui permet de traiter les résultats du MEB a été conçu pour analyser des champs monophasés avec des compositions relativement homogènes. Par exemple, le logiciel utilise des coefficients correctifs et des algorithmes pour contrebalancer l'absorption de l'émission d'éléments chimiques par d'autres. Ces algorithmes ne peuvent être désactivés. Autrement dit, les résultats de ces analyses ne peuvent pas être aussi fiables que ceux obtenus avec une microsonde de Castaing même si ils paraissent cohérents à ceux obtenus d'après la littérature.

Lors d'une analyse de composition chimique, le canon du MEB bombarde une zone, ce qui excite les atomes. C'est un capteur dédié qui perçoit le rayonnement émis par la désexcitation de ces atomes, révélant ainsi leur nature. Le comptage de ces rayonnements permet par sommation de déduire la composition globale de la zone étudiée. Ce spectre correspond à la composition de la zone excitée qui ne se résume pas à un point mais plutôt à une poire. En effet, les électrons incidents peuvent pénétrer jusqu'à 1,3 μm de profondeur dans l'Inconel 718 en partant d'un faisceau de 20 keV, Figure 53. La profondeur des atomes dont on peut détecter la baisse de niveau d'énergie K_α peut être calculée avec la relation :

$$R(K_\alpha)(\mu\text{m}) = 0,033 \frac{E_0^{1,7} - K_{ab}^{1,7} A}{\rho Z}$$

E_0 est l'énergie des électrons incidents, K_{ab} le seuil d'absorption de l'atome considéré pour le niveau d'énergie K , A et Z respectivement la masse atomique et le numéro atomique moyen du matériau. L'analyse de composition n'est donc pas une information d'extrême surface. Autrement dit, les renseignements déduits ne doivent pas être jugés comme fiables relativement à ce que l'on observe en surface avec les électrons secondaires. Ajouté aux arguments exposés au paragraphe 2 de cette page, les résultats des analyses chimiques doivent par conséquent être appréciés comme semi-quantitatifs. Par contre, les analyses ont toutes été réalisées de manière scrupuleusement identique et recouvrent à chaque fois de vastes surfaces, ce qui minimise les erreurs. Il est possible de les comparer les unes aux autres. En général, le pas de mesure a été fixé à 1 μm .

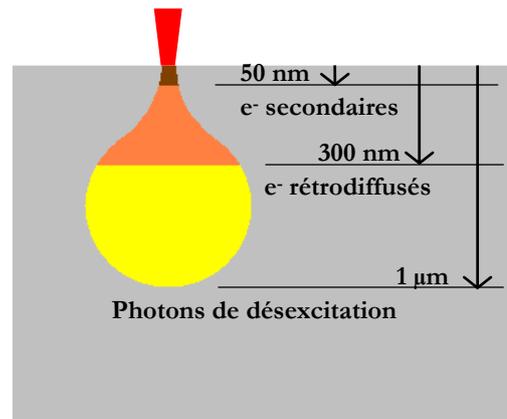


Figure 53: Ordre de grandeur de la poire d'interaction entre le faisceau incident en rouge et l'échantillon en gris. Les électrons secondaires sont utilisés pour l'imagerie et viennent d'une profondeur de 50 nm maximum. Les électrons rétrodiffusés sont exploités pour établir les cartes EBSD. Les photons dus à la désexcitation peuvent provenir de zones plus profondes suivant la nature de l'atome touché [117].

éléments		Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Ti	Al
Composition % poids		52.3	18.15	18.15	6.1	3.6	1.16	0.53
Tolérance de composition inco718 standard	min	57,97	16,50	17,00	4,80	2,80	0,70	0,20
	max	45,98	20,50	21,00	5,50	3,30	1,15	0,80

Tableau 5: Composition chimique moyenne mesurée sur la surface de la zone 50 sous un faisceau de 20keV. Les deux dernières lignes du tableau présentent les tolérances de composition relatives à l'Inconel 718 utilisées dans l'industrie. On remarque la mesure d'une composition forte en Nb et Mo qui sont les deux atomes les plus lourds ainsi que le titane qui est un des plus légers.

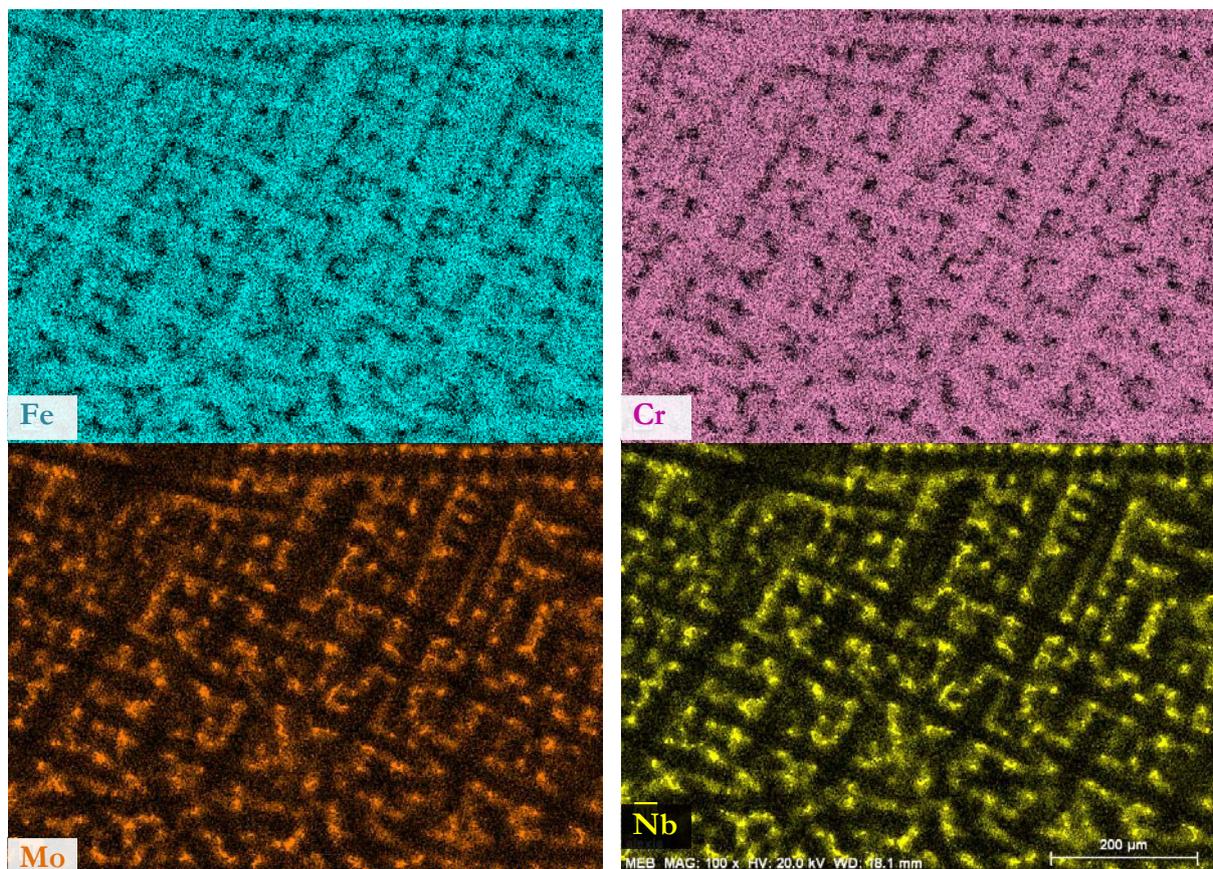


Figure 54: Répartition du fer, du chrome, du molybdène et du niobium dans le domaine sélectionné. Les espaces interdendritiques sont riches en Nb et Mo mais pauvres en Fe et Cr.

À l'issue d'une analyse, il est possible d'observer la répartition de chaque élément sur la zone. Un exemple pour les éléments Nb, Mo, Fe et Cr sur la surface sélectionnée est donné Figure 54. On remarque rapidement qu'en comparant ces quatre images avec l'image en électrons rétrodiffusés de la Figure 52, les zones riches en Nb et Mo sont les zones où se trouvent les phases interdendritiques. De même, ces zones sont pauvres en Fe et Cr ce qui était attendu si l'on considère la composition chimique des phases interdendritiques et du coefficient de ségrégation des éléments chimiques. Toutefois l'évaluation précise de la composition pour certains éléments manque de justesse. Ceci s'explique par plusieurs raisons décrites sur les deux pages suivantes.

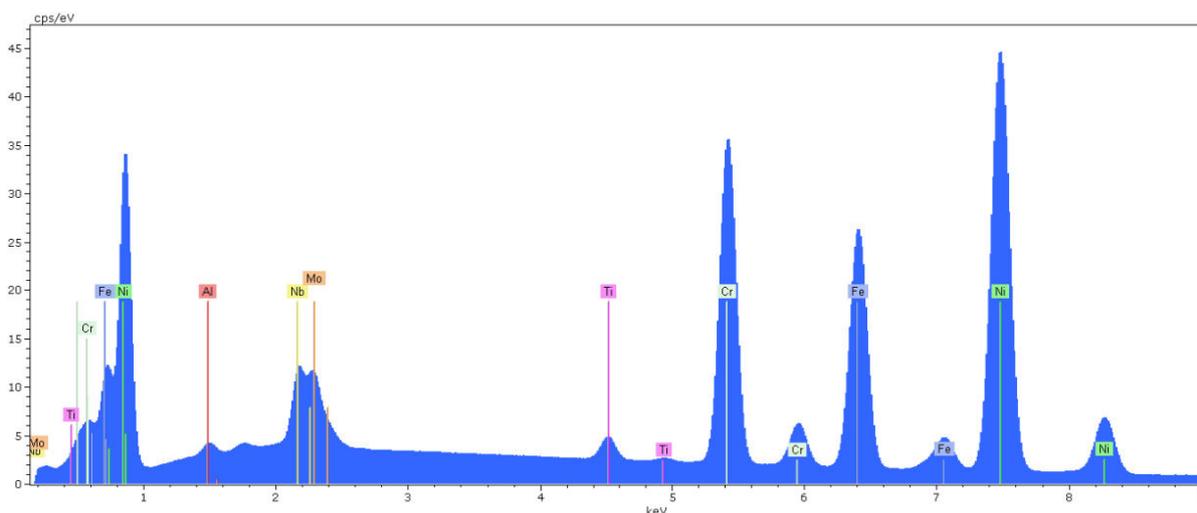


Figure 55 : Exemple de spectre d'énergie recueilli lors d'une analyse EDS. La position des pics permet d'identifier l'élément chimique à l'origine de l'émission du photon. Les éléments identifiés ici sont Ni, Fe, Cr, Nb, Mo, Ti et Al. Les éléments ayant des concentrations plus faibles ou un poids atomique inférieur à celui de l'aluminium ne sont pas pris en compte.

Afin de quantifier les éléments identifiés sur la Figure 55, il convient de soustraire le bruit de fond. Ce bruit de fond peut être calculé automatiquement mais, pour une plus grande maîtrise de l'analyse ainsi qu'une meilleure répétabilité, le fond continu est repéré en indiquant au logiciel des fenêtres d'énergie dans lesquelles il ne doit pas y avoir de signal. Les fenêtres d'énergie supprimées pour toutes les analyses sont : 1.057/1.287 keV; 1.627/1.657 keV; 2.937/4.226 keV et 8.805/16.224 keV. La soustraction du bruit de fond permet d'obtenir le spectre de la Figure 56 où la hauteur des pics est utilisée pour déterminer la proportion des éléments chimiques.

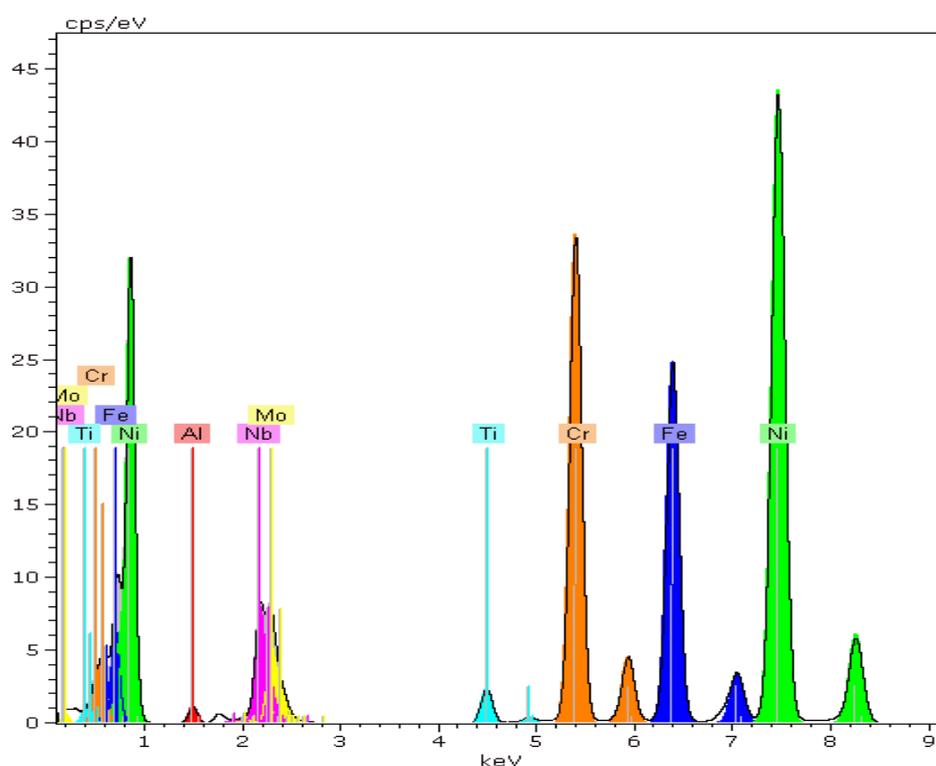


Figure 56: Spectre retraité de l'analyse EDS.

Les niveaux d'énergie illustrés Figure 56 à droite correspondent à la désexcitation des atomes due au comblement des niveaux d'énergie K. Toutefois, les atomes peuvent aussi perdre des électrons sur les niveaux de plus faible énergie comme le niveau L : le deuxième pic de Ni à gauche sous 1 keV illustre ce phénomène. Les atomes de Nb et Mo ayant un numéro atomique plus important, leurs électrons des basses couches sont plus stables. Par exemple, la raie observée entre 2 et 3 keV correspond au niveau d'énergie L du Nb et du Mo. Or, pour leur arracher des électrons sur les niveaux K il faut respectivement 16,6 et 17,5 keV, ce qui est très difficile à opérer avec un faisceau à 20 keV. C'est la raison pour laquelle la quantification du Nb et du Mo s'effectue sur les raies L et non K. C'est un élément supplémentaire qui vient amoindrir la précision de la mesure, uniquement pour le Nb et le Mo. Cependant, suite aux premières observations, des analyses complémentaires avec un faisceau de 30 keV ont été menées afin de quantifier ces deux éléments avec les raies K. Malgré tout, les pics des raies K obtenus avec un faisceau de 30keV restent faibles (Figure 57). Ils ne sont pas beaucoup plus élevés que les pics de somme du Ni, Fe et Cr, visibles à gauche de l'image. La quantification avec ces amplitudes n'est encore une fois pas totalement satisfaisante. Le Tableau 6 présente un exemple, pour une même surface, d'une quantification sous 20 et 30 keV.

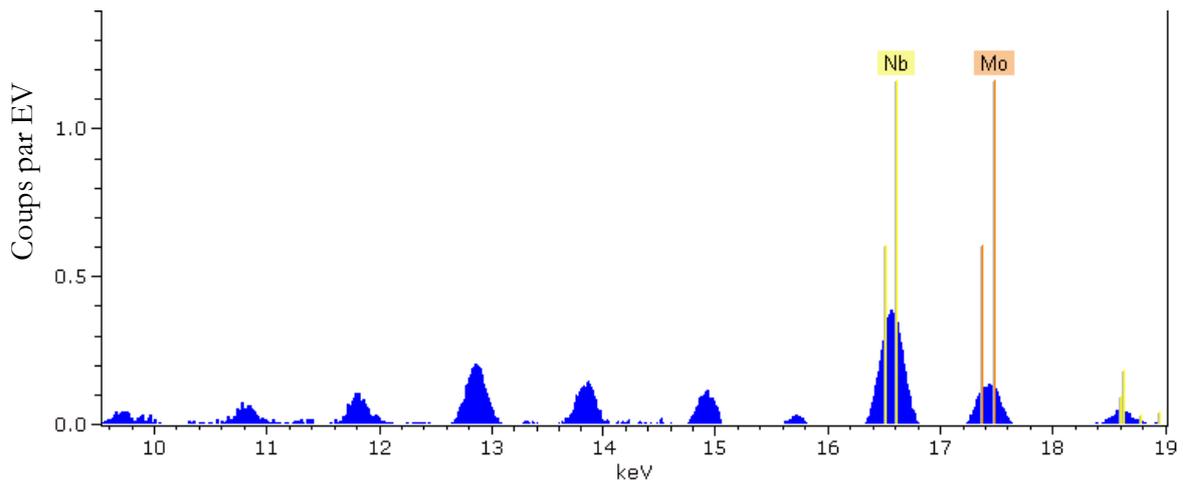


Figure 57: Signal de désexcitation des atomes de Nb et Mo faisant suite à l'arrachement d'électrons de niveau d'énergie K. Spectre obtenu avec un faisceau de 30 keV.

éléments	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Ti	Al
Composition %Pds 20 kv	52.0	19.3	18.3	5.3	3.16	1.15	0.65
Composition %Pds 30 kv	51.4	19.6	19.2	4.85	2.97	1.16	0.83

Tableau 6: Composition chimique d'une zone prise dans la plaque de 5 mm solidifiée à une vitesse de 17 °C/s.

2.4 Détermination quantitative des fractions de phase par analyse couplée EBSD/EDS

Pour accéder aux fractions de chacune des phases présentes, on incline l'échantillon de 70° afin d'établir des cartes EBSD. Grâce aux seules bandes de Kikushi, il est possible de discriminer les phases de Laves et les phases delta de la matrice gamma. Toutefois, l'information EBSD est d'extrême surface, or on souhaite mettre en rapport ces données avec la composition chimique issue de l'analyse EDS plus profonde. Il est donc indispensable de prendre de grandes surfaces afin de réduire le biais issu des différences de profondeur d'analyse ; le but étant d'avoir autant de chances d'analyser la composition par EDS d'une phase de Laves située sous la surface non détectée en EBSD que de mesurer la fraction d'une phase de Laves qui serait suffisamment fine pour que le signal EDS soit celui de la matrice située en dessous. Cependant, les nodules de phase de Laves font rarement moins d'une dizaine de μm^2 , ainsi les cas de figure extrêmes décrits ici arrivent rarement.

Afin de posséder une bonne résolution sans dépasser la taille maximale du fichier admissible par le logiciel, la surface totale est fragmentée en plusieurs zones d'étude (Figure 58). La carte d'analyse, c'est-à-dire le choix de la subdivision du champ global, est motivée par le cadrage du MEB et par un souci de gain de temps. Par exemple les zones dépourvues de phases interdendritiques ne sont pas analysées. On vient ainsi zoomer sur chaque région où des phases interdendritiques ont été repérées (taches blanches). La taille du pixel pour chaque image est comprise majoritairement entre 40 et 55 nm. Le choix de cette taille est un compromis entre précision du cliché et rapidité de réalisation.

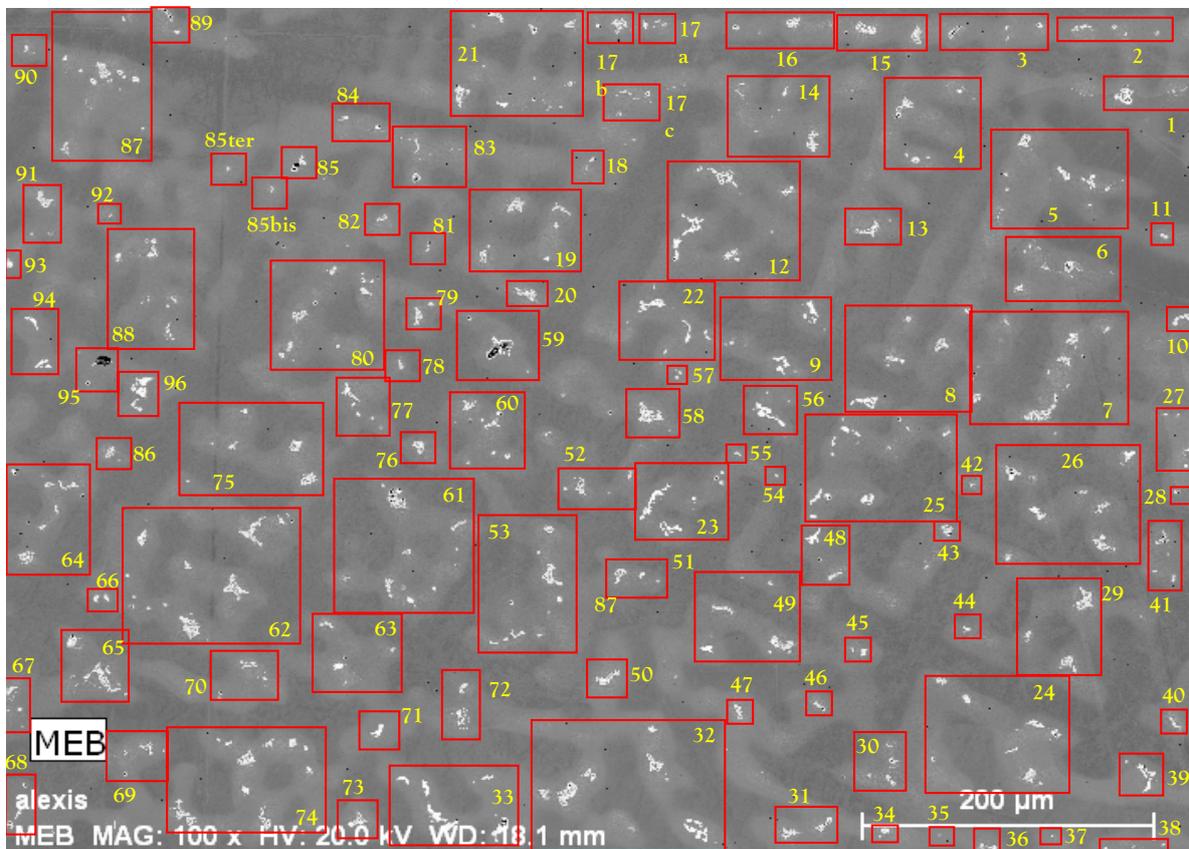


Figure 58: Carte d'analyse. Subdivision de la figure 50 en zones plus petites afin de procéder à une analyse couplée EBSD/EDS plus fine.

Au-delà de l'inclinaison de l'échantillon, pour analyser l'une après l'autre toutes les subdivisions de la Figure 58, on recule l'échantillon afin de passer à une distance de travail de 15 mm et on utilise un diaphragme de 240 μm . Avant de procéder à l'analyse, il convient de donner au logiciel une liste de phases qu'il utilisera pour indexer chaque point analysé. Dans notre cas, le logiciel utilise pour l'analyse de base les données relatives aux phases gamma, delta et les phases de Laves (Annexe 2).

L'un des premiers résultats fourni par l'analyse EBSD est l'orientation cristallographique des structures parcourues par le faisceau. Le figure 59 représente cette orientation. On s'aperçoit donc que l'on est au milieu d'un grain (violet) et qu'il existe plusieurs autres cristaux plus petits avec des orientations distinctes. Le logiciel est en mesure de faire cette distinction car avec les données fournies dans la liste de phases, il détermine en même temps la nature de la phase observée.

La carte de phase est présentée Figure 60. Elle fait figurer sur la zone étudiée les différentes phases présentes. Comme attendu, le logiciel a repéré la phase gamma en bleu ciel qui enveloppe intégralement deux autres phases, la phase de Laves en rouge et la phase delta en vert. De manière générale, la morphologie de ces phases est quasi systématiquement identique à celle représentée sur ce cliché. La phase de Laves se présente sous forme de gros nodules aux formes légèrement accidentées avec une orientation commune. Cette orientation commune s'étend sur des groupements allant jusqu'à plusieurs dizaines de micromètres. Ce détail est très important car il signifie que tous ces nodules ont une origine commune. Cette origine trouve sa source dans la germination d'un grain de phase de Laves possédant une orientation propre. Ce germe solide croît avec la poursuite de la solidification et les extensions de ce grain conservent l'orientation initiale. Autrement dit, les grains de phases de Laves présentés Figure 60 n'en sont qu'un seul. Les différents nodules ne sont que les bras ou lamelles d'une croissance eutectique (voir chapitre 1.2.4). De même, on retrouve à chaque fois les précipités de phases delta autour de la phase de Laves avec une orientation commune pour tous les morceaux visibles ci-contre, ce qui témoigne de la présence d'un seul et unique grain de phase delta.

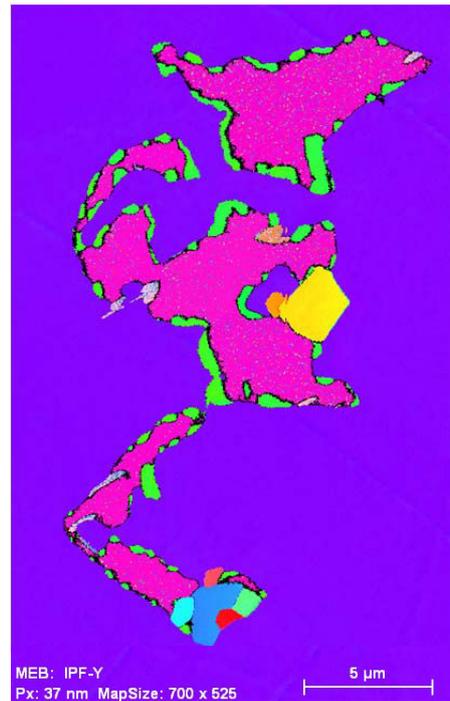


Figure 59: orientation cristallographique de la zone 96 Figure 58. Taille d'un pixel 37 nm, temps d'acquisition de la carte 35 min avec diaphragme 240 μm , 20 kV et distance de travail de 15 mm.

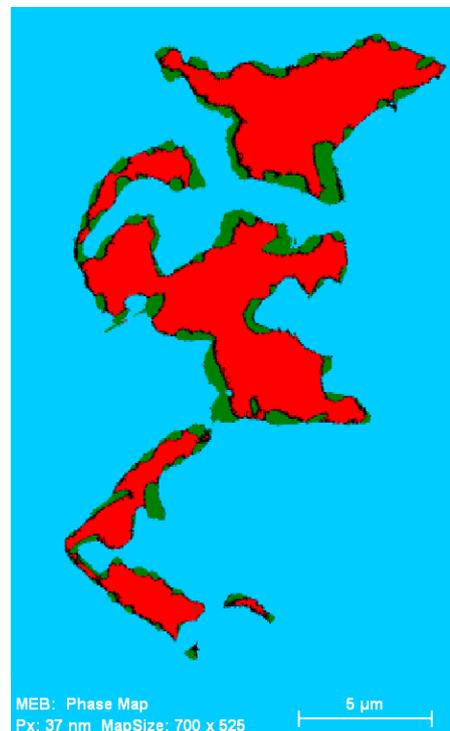
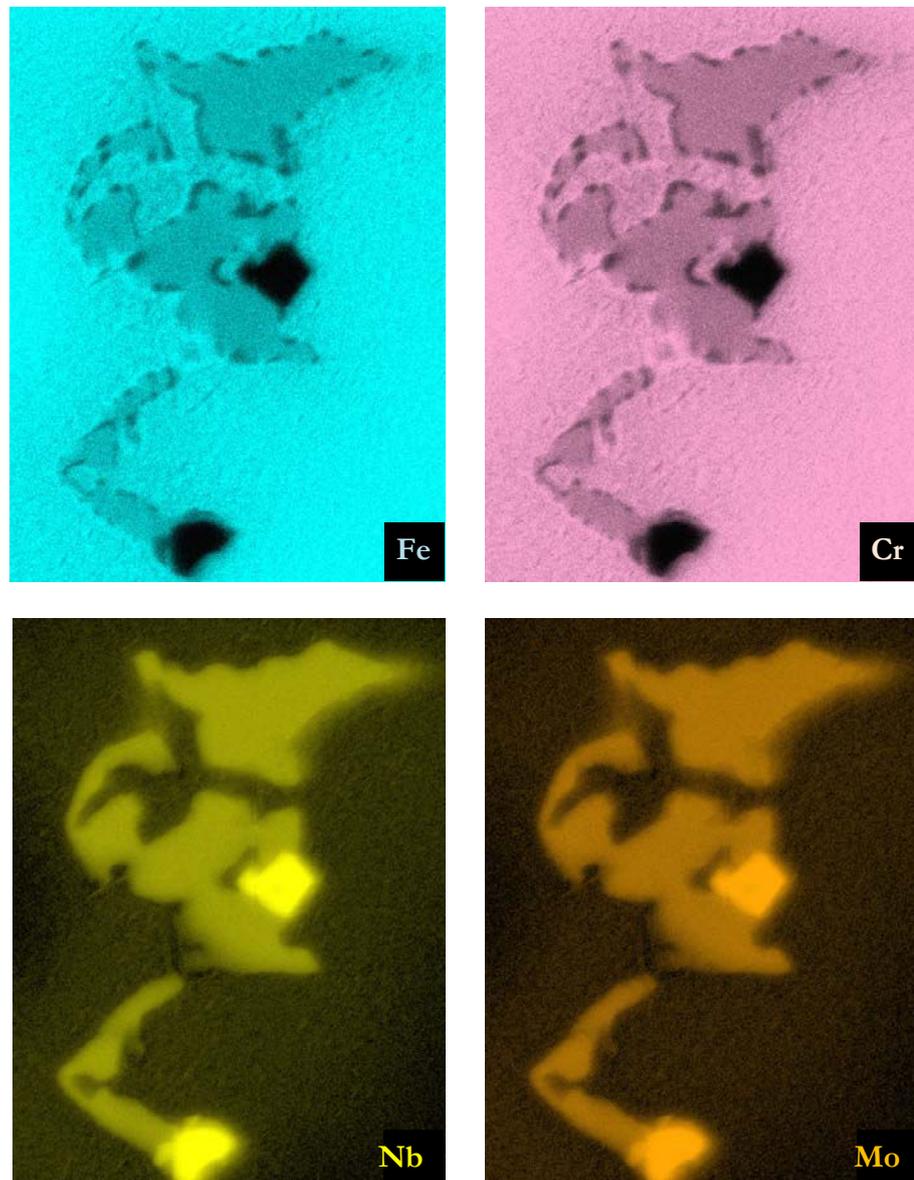


Figure 60: Carte de phase de la zone 96. En bleu la phase gamma, en rouge la phase de Laves et en vert la phase delta.

Cependant on remarque Figure 59 plusieurs petits cristaux qui ont une orientation différente de la matrice et qui ne sont pas référencés comme étant de la phase de Laves ou delta. L'un de couleur jaune et de forme rectangulaire, l'autre majoritairement bleu. C'est sur cette constatation que l'on analyse à nouveau le cliché en prenant en compte la composition chimique. En effet, lors de l'acquisition de chaque cliché EBSD, la composition chimique est relevée. C'est elle qui va permettre de dissocier la phase manquante de la matrice gamma.

La Figure 61 présente le résultat de cette analyse. Pour chaque élément choisi préalablement, le MEB fournit la composition chimique en chaque point analysé. Ces informations permettent d'établir une carte de répartition. Toutefois, le domaine d'interaction du faisceau avec l'échantillon pour une analyse quantitative est large et profond, comme nous l'avons vu précédemment (Figure 53). De plus l'échantillon est incliné de 70° ce qui rend l'information très peu fiable. C'est la raison pour laquelle premièrement on ne peut déduire la composition des phases par cette analyse et deuxièmement que l'on a la sensation que les distributions d'éléments chimiques présentées ci-dessous sont floues. Cela n'a pas d'influence sur les résultats car le logiciel utilise un seuillage pour établir les frontières de chaque phase.

Figure 61: Carte de répartition des éléments Fe, Cr, Nb et Mo. Le champ représenté est le même que celui de la Figure 59. Le choix des couleurs est arbitraire. On peut retrouver sur ce cliché la position des phases par leur différence de composition.



Les cartes de répartition des éléments chimiques permettent de repérer facilement les différentes phases d'après leur composition (chap 1 partie 212.1) : la phase gamma est riche en Fe et Cr et est pauvre en Nb et Mo. À l'inverse, la phase de Laves a une concentration en Nb et en Mo élevée. Il est même possible de la distinguer de la phase delta qui possède des taux de Nb et Mo proches de celles des phases de Laves mais qui par contre ne contient quasiment pas de Fe et de Cr. Les phases delta apparaissent alors très sombres sur les cartes de répartition en Fe et en Cr.

Le dernier indice laissé par ces cartes de phases sont les deux vastes zones très riches en Nb et Mo et totalement dépourvues de fer et de chrome. Il s'agit finalement de carbures de niobium dont la composition possède ces particularités. Ainsi le logiciel Bruker du MEB parvient à indexer cette nouvelle phase en lui faisant faire une réanalyse systématique des clichés. Pour ce faire, au-delà de la prise en compte de la composition chimique, il faut définir une nouvelle liste de phases où n'apparaît que la phase gamma et les carbures, d'où les zones en noir laissées vacantes car lieux de présence des phases de Laves et delta normalement, Figure 62. On n'utilise jamais toutes les phases en même temps : l'information en composition étant imprécise et la composition de certaines phases proches, le logiciel peut proposer des résultats de réanalyse beaucoup moins bons que l'analyse originale. Par contre, malgré ces défauts, la composition des carbures est si singulière par rapport à la matrice Gamma qu'il est possible de trancher sans hésitation.

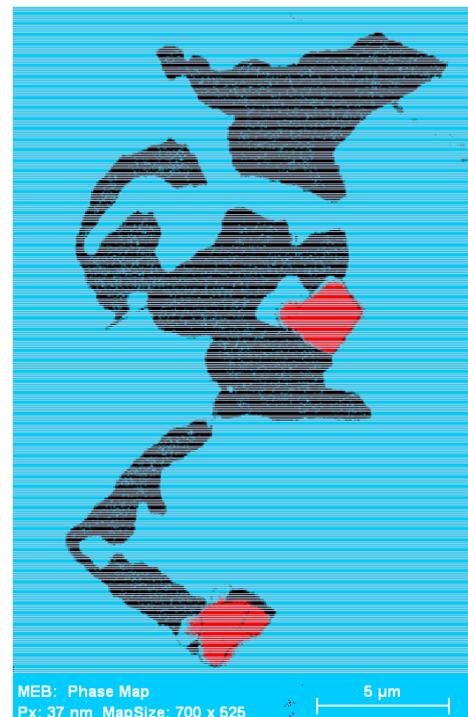


Figure 62: carte de phase. En bleu la matrice Gamma et en rouge les carbures de niobium.

À ce stade, toutes les informations nécessaires à la détermination de la quantité de chacune des phases sur le champ global sont obtenues. En effet, la dimension de la surface (Figure 52) est connue, soit ici $482\,200\ \mu\text{m}^2$. Or sur chacune des subdivisions de la Figure 58, la dimension de la zone est également connue et grâce au travail décrit plus haut, le logiciel est en mesure de donner le pourcentage de chaque phase. Ramené à la taille de la section, il est possible de déduire la fraction de chacune des phases en μm^2 . Pour la zone 96, prise pour exemple, il y a $72,3\ \mu\text{m}^2$ de phase de Laves, $19,3\ \mu\text{m}^2$ de phase delta et $12,3\ \mu\text{m}^2$ de carbure de niobium. Il ne reste plus qu'à additionner les fractions des phases de l'ensemble des subdivisions et à les rapporter à la surface totale pour obtenir un taux surfacique. Les résultats sont présentés dans la section suivante. Beaucoup de temps a été alloué à la réalisation de ces analyses, dans un but de précision et de fidélité. Des méthodes normalisées ont été créées pour quantifier les intermétalliques, mais n'ont pas été utilisées ici. La plus utilisée est l'ASTM E 562 [105] [25]. Elle consiste à comptabiliser le nombre de nodules de phases interdendritiques et à leur affecter une surface moyenne ce qui est très peu précis. Enfin, les équipes qui se sont penchées sur la quantification des intermétalliques dans l'Inconel 718 [106] ont rapidement identifié le biais des opérateurs qui « souhaitent trouver quelque chose » alors que les fractions sont faibles. Au vu de ces travers, les analyses ont été les plus neutres possibles.

III. Les résultats

3.1 Les fractions des phases en fonction de la vitesse de refroidissement

Le temps nécessaire à la réalisation d'une analyse, soit la démarche détaillée dans la partie précédente pour toutes les subdivisions de la Figure 58, est de 50 à 150 h de travail. Ce temps dépend notamment de la taille de la zone et de la quantité d'intermétalliques à quantifier. Ce travail a été réalisé à plusieurs reprises sur des échantillons provenant des quatre coulées décrites au chapitre 2.1. Les résultats relatifs aux fractions des phases de Laves (SL, car en % Surfaccique), delta (SD) et des carbures (SC) sont présentés sur la Figure 63 en fonction de la vitesse de refroidissement sont obtenu en sommant l'ensemble des surfaces d'intermétalliques mesurées sur la zone d'analyse.

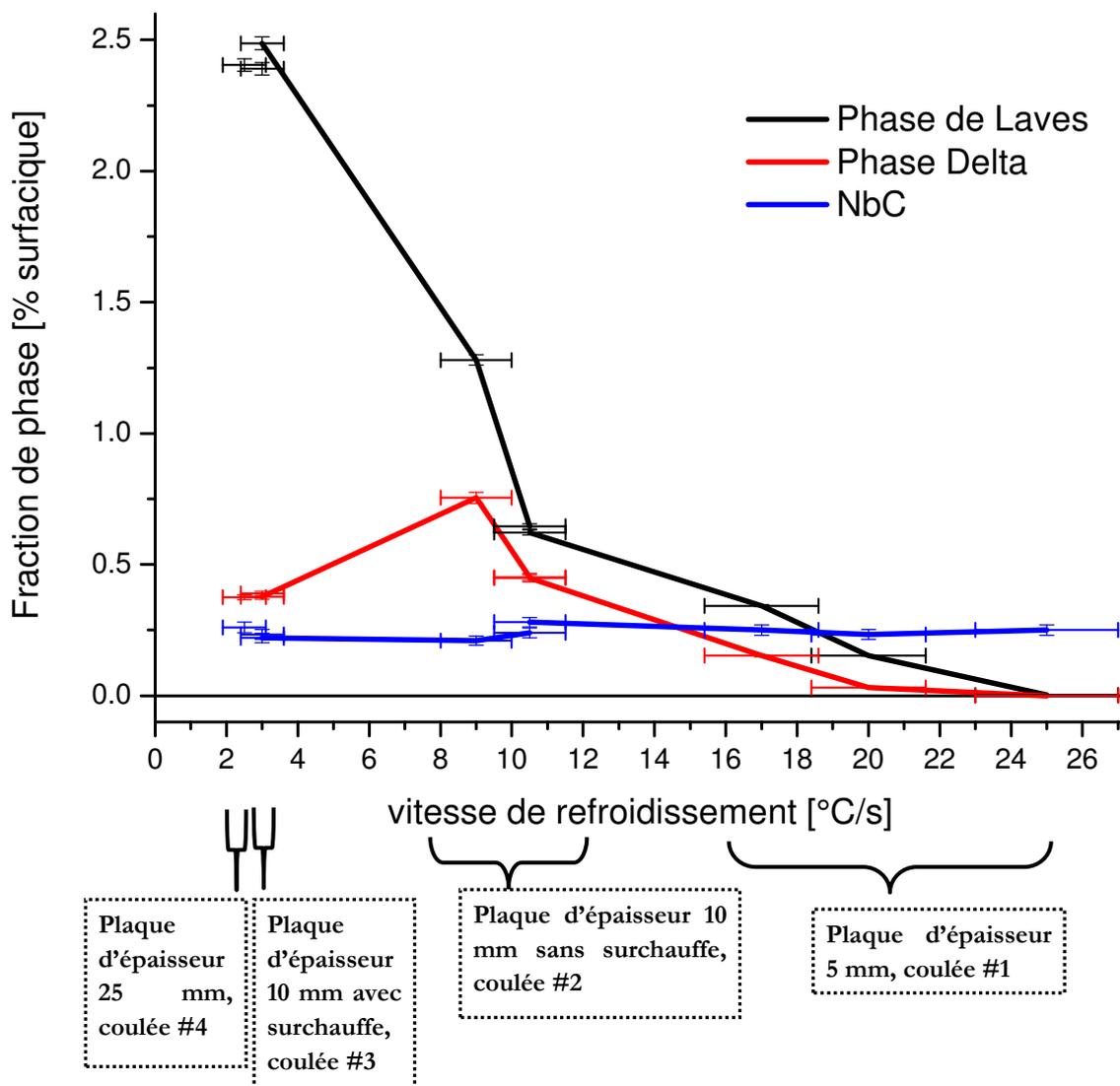


Figure 63: Fraction des phases interdendritiques en fonction de la vitesse de refroidissement. Il est indiqué en dessous du graphique l'origine de chaque triplé de points parmi les 4 coulées effectuées. Un triplé de points correspond aux données d'une analyse en terme de fraction des phases de Laves, delta et NbC.

Plusieurs points appartiennent à un même échantillon. Les différences d'isolation ayant permis d'obtenir dans une seule plaque des différences de vitesses de refroidissement, il a été possible de les exploiter afin d'augmenter l'éventail de vitesses de refroidissement disponibles sur chaque coulées. Cette possibilité est aussi donnée par les simulations numériques thermo-mécaniques effectuées avec Thercast, qui renseignent sur l'évolution de la température loin des capteurs expérimentaux. Deux exemples pour illustrer cette situation :

- Le triplet de points le plus à gauche est le seul à appartenir à la coulée de la plaque de 25 mm. On le rappelle, cette plaque, lors de la coulée, était isolée sur l'une de ses faces. Comme il est décrit Figure 37, la vitesse de refroidissement au centre de la plaque au niveau du capteur 4 est de 2,6 °C/s. Cependant, l'analyse a été réalisée non pas au centre mais un peu décalée du côté de la surface isolée ce qui signifie que la vitesse de refroidissement à ce point est plus faible, et déterminée par la simulation de la plaque de 25 mm à 2,5°C/s.
- Les trois triplets de points à droite sont issus de la même coulée, à savoir la plaque de 5 mm qui, au niveau de la bande de 1 cm de large laissée libre d'isolement, possède un fort gradient de vitesse de refroidissement. Ceci nous a permis de réaliser ces trois analyses, une au centre et une à chaque extrémité de l'épaisseur. Tous les détails sont fournis en annexe 1.

Coulée	Vitesse de refroidissement	λ_1	λ_2	Gradient de température	g^{NbC}	g^{Laves}	g^{δ}
Coulée #4	2,5 °C/s	130 μ m	43 μ m	4,6 °C/mm	0,26	2,40	0,375
Coulée #3	3,0 °C/s	182 μ m	48 μ m	0,5 °C/mm	0,23/ 0,22	2,39/ 2,48	0,389/ 0,377
Coulée #2	9 °C/s	84 μ m	32,3 μ m	1,5 °C/mm	0,21	1,28	0,764
	10,5 °C/s	73 μ m	25 μ m	1,5 °C/mm	0,24/ 0,28	0,645/ 0,622	0,452/ 0,448
Coulée #1	17 °C/s	46 μ m*	16 μ m	1,3 °C/mm	0,25	0,343	0,152
	20 °C/s	40 μ m*	15 μ m	4,5 °C/mm	0,23	0,153	0,031
	25 °C/s	40 μ m**		13 °C/mm	0,25	0,002	0

Tableau 7 : Caractéristiques de chaque zone d'analyse. λ_1 et λ_2 sont définies Figure 9, une mesure directe est réalisée sur les clichés présentés en annexe 1. Le gradient de température est celui constaté sur les simulations numériques faites avec le logiciel Thercast. Ce gradient de température est déterminé au point d'analyse pendant l'intervalle de solidification. * la mesure de λ_1 est rendue difficile par le fait que la majorité des grains ne sont composées que d'un seul bras principal, orienté dans la direction de solidification. ** à 25 °C/s avec un gradient de température très fort, les grains sont de petite taille et uniquement équiaxes. La valeur de λ_1 indiquée correspond au diamètre moyen des grains. À droite les fractions de phases observées, lorsque deux valeurs apparaissent dans la même case, c'est que deux analyses ont été conduites sur deux zones différentes.

Les résultats présentés Tableau 7 étaient dans l'ensemble attendus. Par exemple, on note clairement une diminution des espacements interdendritiques primaires λ_1 et secondaire λ_2 avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. Ces espacements interdendritiques supérieurs pour la coulée à 3 °C/s par rapport à celle à 2,5 °C/s s'expliquent par un temps local de

solidification plus long pour la première que pour la deuxième vitesse. Cette interversion est visible sur la Figure 65. Elle s'explique par une vitesse de refroidissement au début de la solidification inférieure pour la plaque de 25 mm du fait de l'épaisseur de la plaque. En effet l'analyse a été conduite proche du centre (voir Figure 142 et Figure 143 en annexe 1). Mais sur cette coulée #4, une des faces n'est pas isolée et est en contact direct avec le moule métallique. L'absorption de la chaleur générée par le changement d'état est donc facilitée, contrairement à la coulée #3 entièrement isolée. Sur cette plaque de 10 mm, l'énergie à capter est moindre ce qui implique une vitesse de refroidissement au départ un peu plus rapide. Mais à l'inverse, lors du changement d'état, la grande résistance thermique entre la plaque et le moule retarde la fin de la solidification. La conséquence est un temps local de solidification de 252 s pour la plaque de 25 mm contre 280 s pour la plaque de 10 mm.

Les gradients thermiques constatés sur les différentes analyses illustrent bien les types d'isolation choisis. Le gradient thermique est très faible sur la plaque de 10 mm qui est entièrement isolée par du feutre d'alumine. Le gradient de température le plus élevé se trouve sur la plaque de 5 mm sur l'analyse conduite à 1 mm du contact avec le moule en acier non isolé par du feutre. Cependant, il est surprenant d'observer, sur cette même plaque de 5 mm d'épaisseur, un gradient si faible à 1 mm de l'autre face en contact avec le moule en acier, mais isolé cette fois.

Pour chaque point, il est donné une marge d'erreur en \dot{T} . Cette marge d'erreur est évaluée qualitativement en fonction de la source utilisée, capteurs expérimentaux ou simulation. Elle est surtout variable en fonction de la coulée. En effet, le mode d'acquisition des données a évolué au fil des coulées. Il est jugé comme très satisfaisant pour la dernière coulée, la #4, mais médiocre concernant la coulée #1, or la qualité des données expérimentales joue naturellement sur la fiabilité des informations qui en sont issues.

La marge d'erreur, en termes de fraction de phase, provient de plusieurs considérations.

- La détermination de la surface d'une section peut être perturbée si elle contient une porosité.
- La détermination de la fraction des phases de Laves et delta peut souffrir de lacunes dans l'indexation, comme illustré Figure 64. Ces contours noirs viennent de l'inclinaison de l'échantillon ainsi que de la frontière entre les phases.
- De l'information sur les phases delta est perdue lors du traitement des images lorsqu'il s'agit de quantifier de fines aiguilles précipitées en phase solide (entourées en pointillés Figure 64)
- Les carbures sont quantifiés par couplage EDS. L'information EDS vient d'un volume important ce qui produit un flou dans la délimitation des phases.

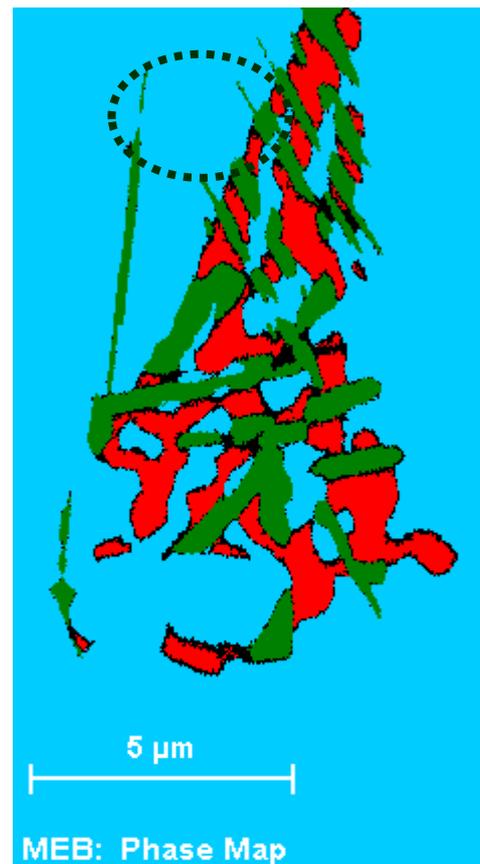


Figure 64: Zone 93 (à gauche Figure 58). En bleu la phase gamma, en rouge la phase de Laves, en vert la phase delta. La zone entourée est normalement composée de fines aiguilles de phase delta, effacées ici par le traitement d'image.

Les mêmes résultats que ceux de la Figure 63 sont montrés ci-dessous en fonction du temps local de solidification comme défini dans la section 1.3.2. Cependant, bien qu'il soit possible de déterminer la fin de solidification sur les capteurs expérimentaux (Figure 38 et Figure 39), il n'en va pas de même avec les résultats des simulations. En effet Thercast n'intégrant pas dans sa version actuelle un modèle de microségrégation suffisamment complexe, la fin de la solidification est repérée arbitrairement par le passage à la température de 1140°C. Cette température correspond à la fin de la réaction eutectique choisie indépendamment de \dot{T} .

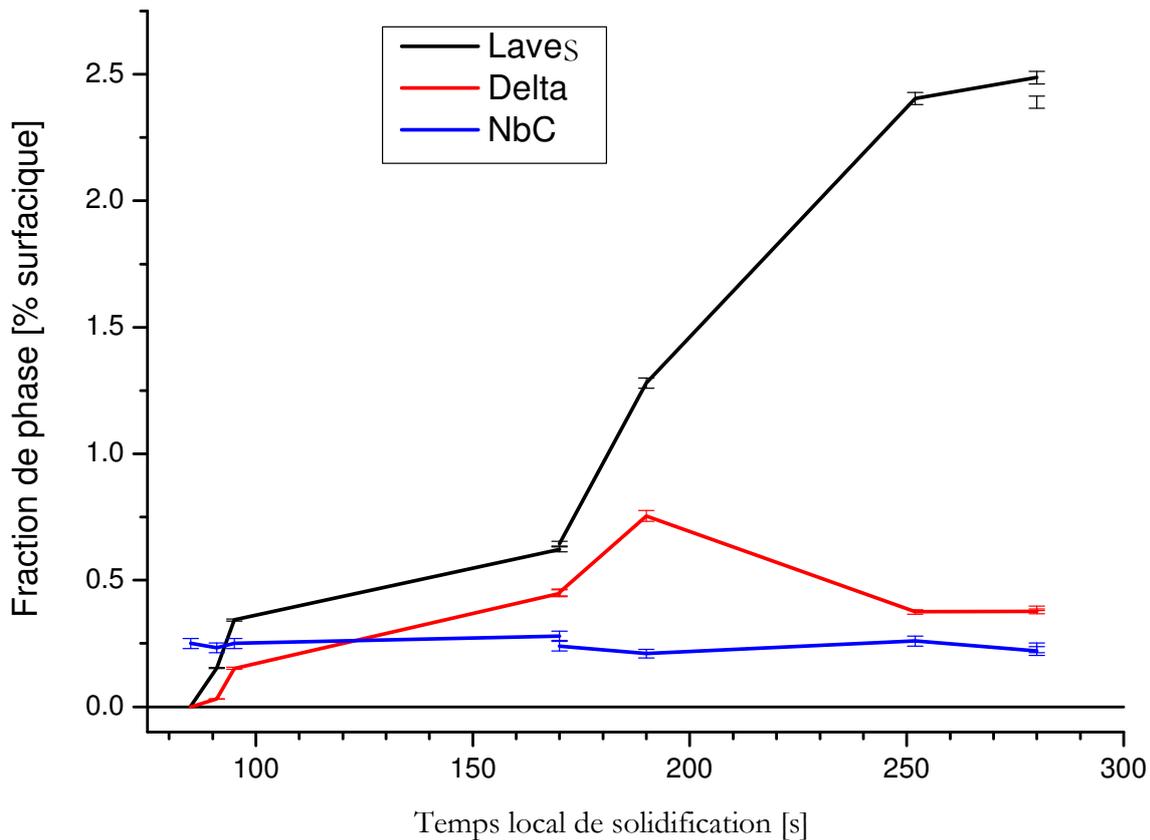


Figure 65: Fraction des phases interdendritiques en fonction du temps local de solidification.

Sur les deux types de représentations, il est possible de constater que la quantité de phase de Laves et de phase delta diminue fortement jusqu'à devenir nulle pour des vitesses de refroidissement élevées ou des temps totaux de solidification courts. Ceci est dû à la surfusion de croissance (chapitre 1 partie 2.2). La question sera approfondie dans le chapitre des discussions. Avec la diminution de la vitesse de refroidissement ou l'allongement du temps local de solidification, la quantité de phases de Laves et de phases delta augmente. Toutefois, on peut s'attendre à une diminution de leur quantité en dessous d'une certaine vitesse de refroidissement en considérant un rôle grandissant de la diffusion dans le solide. Cette constatation n'est pas possible ici faute de points suffisamment éloignés et de mesures pour des vitesses très faibles.

Quel que soit le type de représentation, aucune influence de la cinétique de solidification n'est observable sur les carbures. Ce résultat était attendu au vu de la faible influence de la diffusion chimique sur leur quantité comme présenté Figure 8.

3.2 Les défauts observés

3.2.1 Les macroporosités

Des macroporosités ont été décelées sur plusieurs échantillons des plaques de 10 mm au centre de la plaque près des capteurs (localisation Figure 33). Les bords de l'échantillon, 10% de l'épaisseur totale, sont relativement épargnés. Trois hypothèses peuvent expliquer ces défauts.

- D'après les résultats de la simulation, c'est dans cette zone que se solidifie en dernier le métal sur les plaques de 10 mm. Ces porosités seraient donc dues au retrait de solidification cumulé sur la longueur de la plaque.
- Autre possibilité, cette zone correspond à l'emplacement des capteurs. Le remplissage s'effectue donc de manière plus turbulente qu'ailleurs.

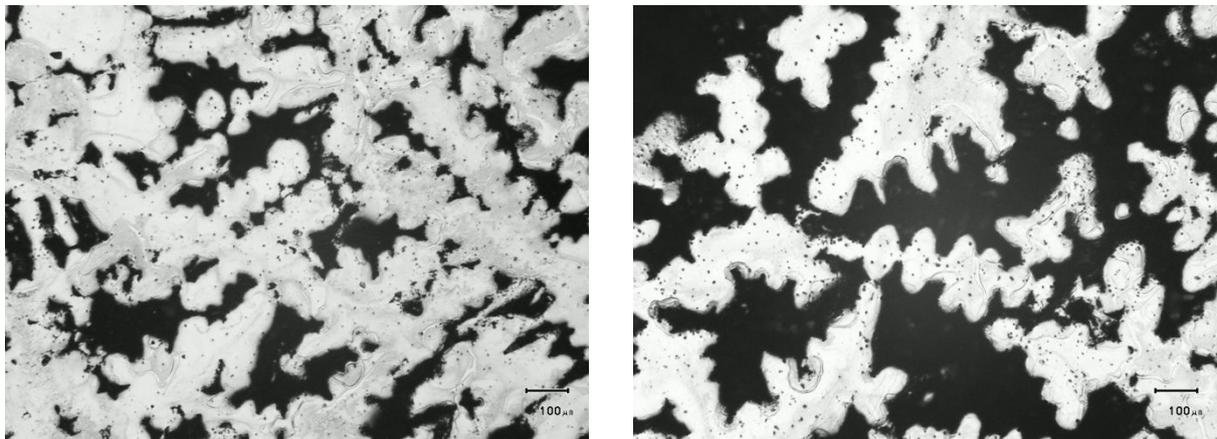
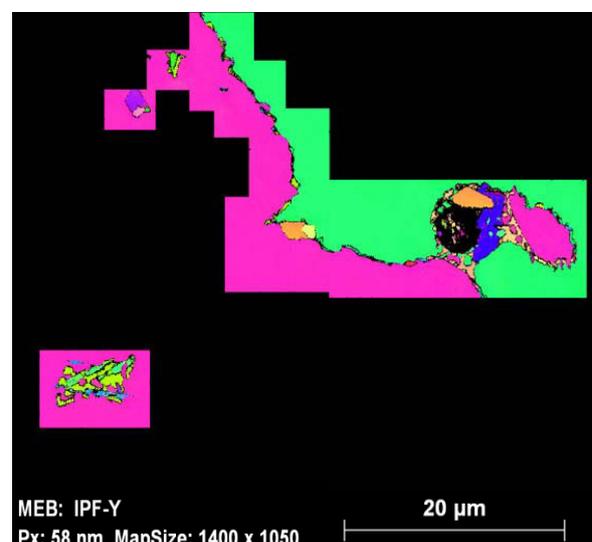


Figure 66: Macroporosité au microscope optique. L'échantillon a été extrait au niveau du capteur 3 d'une plaque de 10 mm.

Par ailleurs, aucune retassure n'a été aperçue sur les échantillons coulés, mais seulement un retrait de solidification dans la partie supérieure de la plaque. Ceci s'explique par le fait que le cône de coulée n'est pas chauffé : dès lors l'évent se solidifie avant le reste de la plaque. Il ne peut donc pas jouer son rôle en accompagnant le retrait du métal.

3.2.2 Les microporosités

Figure 67: Carte EBSD sur une plaque de 10 mm. Comme le montre l'orientation cristallographique cette zone se trouve à un joint de grain. Une microporosité est identifiable en noir.



Comme déjà évoqué dans ce chapitre partie 2.1, de nombreuses microporosités ont été trouvées dans les échantillons, aussi bien dans les zones intergranulaires qu'interdendritiques. Elles sont dès lors toujours entourées de phase de Laves et de phase delta, comme le montre la Figure 66. Elles sont certainement issues du retrait de solidification dans des poches de liquide isolées. De morphologie principalement sphérique, leur taille est variable. Elle peut être inférieure à 5 μm comme c'est le cas figure 67 ou parfois excéder 10 μm comme sur la zone d'étude n°59 (au centre de la Figure 58). Ce type de défaut était attendu et est couramment observé dans les pièces brutes de fonderie. Les traitements d'HIP permettent de les refermer (chap. 1 partie 1.3.2)

3.2.3 Les nitrures de titane

Malgré les efforts portés sur les conditions de coulée, l'analyse des échantillons révèle la présence de nitrures de titane. On peut les mettre facilement en évidence sur les clichés EBSD couplés avec une analyse quantitative comme ci-dessous. Il est nécessaire d'entrer les caractéristiques structurales et chimiques des nitrures de titane afin de les dissocier des carbures. Il a été constaté une diminution de leur présence avec l'amélioration des moyens de coulée entre les masters qui précédaient cette thèse et les coulées présentées dans ce manuscrit. Par ailleurs, la dimension de ces nitrures a été identifiée qualitativement comme dépendant de la vitesse de refroidissement. Ainsi, plus le refroidissement est rapide et plus les nitrures sont fins.

L'analyse du métal de base a été conduite et a permis de conclure que ces nitrures sont déjà présents dans la coulée mère. Les conditions de coulée obtenues au Cemef ne sont donc pas le seul facteur mais un vide poussé maintenu plusieurs heures sur un métal liquide peut permettre de dénitrurer en partie le bain liquide. Cependant, nous ne connaissons pas le taux d'azote initiale contenu dans la coulée mère et la présence de nitrure de titane n'a pas été indiqué comme étant un problème par l'industriel. Enfin, on remarque figure 68 que les nitrures de titane sont enrobés par un carbure de niobium. Ce phénomène déjà évoqué n'est pas systématique mais reste très courant.

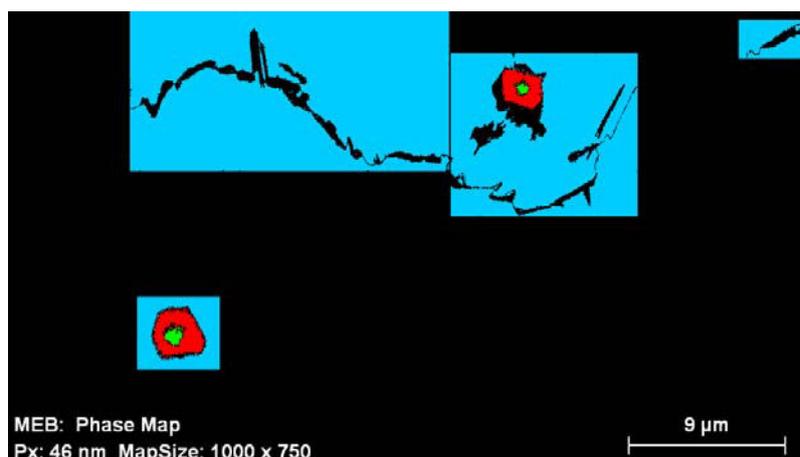


Figure 68: carte des phases du domaine n°17c de la Figure 57. En rouge les carbures de niobium, en vert les nitrures de Titane.

3.3 La répartition des intermétalliques et des carbures

Le but de cette section est de déterminer si les intermétalliques (par simplification on compte les carbures dans les intermétalliques) se forment de manière privilégiée dans les espaces interdendritiques ou intergranulaires. Les zones précédemment analysées ont été reprises et les joints de grains ont été surlignés (Figure 69). Puis ces délimitations ont été dilatées avec un algorithme de traitement d'image pour recouvrir une zone d'épaisseur λ_2 de chaque côté de la frontière initiale (Figure 70). On nommera cette zone « épaisseur du joint de grains ».



Figure 69: analyse de la coulée #4. Le joint de grain est surligné en noir.

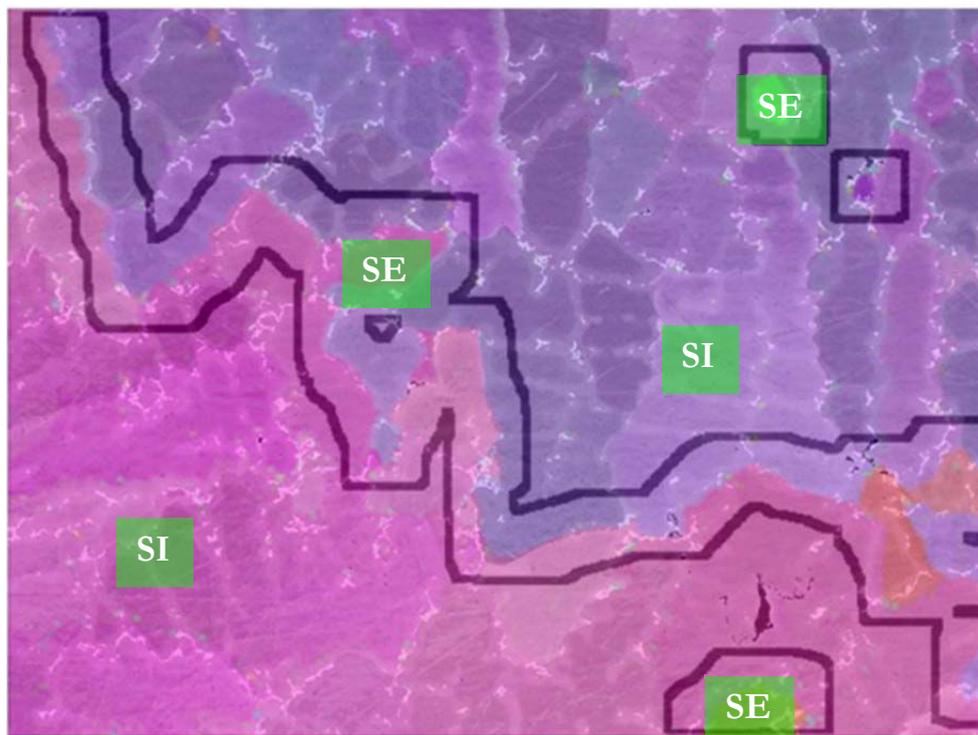


Figure 70: Par traitement d'image, une zone large de λ_2 est définie de part et d'autre du joint de grains. Ainsi, les zones délimitées par les traits noirs sont les Surfaces Extragranulaires (SE) appelées « épaisseurs de joint de grain ». Le reste est la Surface Intragranulaire (SI). $SE+SI=S$.

La taille de SE (épaisseur du joint de grains) est déterminée par une analyse d'image. On peut définir alors X_E comme la fraction de la zone extragranulaire par rapport à la surface totale. C'est cette donnée qui est présentée colonne 2 du Tableau 8. Il est possible d'exprimer X_I , la fraction de la zone intergranulaire, avec SI, le complément de SE.

$$X_E = S_E/S = 1-(S_I/S) = 1-X_I$$

Pour la répartition des intermétalliques, les données sources issues des analyses comme celle présentée Figure 58 ont été reprises. Autrement dit, on détermine si chaque subdivision appartient ou non à SE. Si oui, les surfaces en μm^2 de phase de Laves, delta et NbC mesurées dans cette subdivision sont comptabilisées comme appartenant à SE. Pour les phases de Laves,

cette surface est notée SL, si elle appartient à l'espace extragranulaire, on la nomme SLE. La proportion de phase de Laves appartenant à la zone extragranulaire, notée XL_E , est définie par :

$$XL_E = \frac{SLE}{SL}$$

Le même travail a été réalisé sur les phases delta (XD_E) et le NbC (XN_E). Ce sont ces informations qui sont présentées colonnes 3 du Tableau 8. A noter que l'on fait là l'hypothèse qu'il n'y a pas de joints de grains en-dessous ou au-dessus du plan de coupe observé. Il est évident qu'il n'est pas impossible qu'un joint de grains soit proche d'une zone intragranulaire dans la dimension orthogonale au plan d'observation mais cette présence n'est pas démontrable en l'état.

L'intérêt est maintenant de comparer les informations obtenues sur l'épaisseur du joint de gains à la distribution moyenne des intermétalliques sur la zone d'analyse. Dans cette optique, on retranche 1 au rapport des fractions d'un intermétallique au du joint de grains sur la fraction d'intermétalliques observé sur la surface totale ($X_E = SE/S$). La valeur obtenue, appelée XLS pour les phases de Laves caractérise la différence de densité de présence par rapport au niveau moyen :

$$XLS = \frac{\frac{SLE}{SE}}{\frac{SL}{S}} - 1 = \frac{\frac{SLE}{SL}}{\frac{SE}{S}} - 1 = \frac{XL_E}{X_E} - 1$$

Autrement dit, en prenant pour exemple les phases de Laves sur la coulée #1, il y a 0,9% de phase de Laves en plus dans la zone extragranulaire que le niveau moyen mesuré globalement sur la zone d'étude qui comprend à la fois SE et SI. Cet outil de comparaison a été privilégié vis-à-vis d'un rapprochement direct entre les résultats obtenus sur l'épaisseur du joint de grain et en dehors de ce dernier car la délimitation entre ces deux espaces complémentaires est arbitraire même si elle semble pertinente. A l'évidence, une comparaison directe aurait donné des résultats encore plus contrastés, mais en accumulant l'hypothèse de base : la définition de SL.

Enfin, on définit le taux moyen pondéré comme étant la différence de densité de présence pondérée par la présence surfacique de chaque phase sur la surface totale:

$$\text{Taux moyen pondéré} = XLS * \frac{XL}{(XL+XD+XN)} + XDS * \frac{XD}{(XL+XD+XN)} + XNS * \frac{XN}{(XL+XD+XN)}$$

Le taux moyen pondéré est une donnée généralisée à l'ensemble des intermétalliques. Elle permet de quantifier la propension de ces phases à se former dans les espaces extragranulaires. Toutefois, cette donnée qui permet d'avoir une vision globale ne permet pas de définir une tendance claire sur l'influence de la vitesse de refroidissement. Il semble que plus la vitesse diminue et plus les intermétalliques ont tendance à germer préférentiellement aux joints de grains, mais les résultats sur la coulée #3 nuancent cette conclusion.

Enfin, il est possible de remarquer que plusieurs analyses ne sont pas étudiées ici. C'est le cas de deux analyses conduites sur la coulée #1 et de l'analyse complémentaire réalisée sur la coulée #3. Pour cette dernière il n'y avait tout simplement pas de joint de grain présent dans la zone d'étude. Pour la coulée #1, les vitesses de refroidissement élevées induisent des grains

équiaxes très fins qui ne permettent pas de définir un λ_2 et donc une zone extragranulaire précise, sans compter l'absence quasi-totale de phase de Laves et de phase delta. Dans l'autre analyse, la forte vitesse de refroidissement couplée à un gradient thermique fort provoque la formation de grain colonnaire mais dont la croissance ne se fait que sur une seule dendrite. Les espaces extradendritiques et extragranulaires sont donc confondus. Cette analyse ne se prête donc pas à l'étude menée ici.

épaisseur de la plaque	X_E Epaisseur des joints de grains	% des phases aux joints de grains			rapport à la surface des joints de grains en %			Taux moyen pondéré
		Laves	delta	NbC	Laves	delta	NbC	
Coulée #1 (17°C/s)	29%	29,3	25,2	33,9	+0,9	-13	+16,9	+3,4%
Coulée #2* (10°C/s)	36%	32	35	42	-11,1	-2,7	+16,6	-3,2%
Coulée #2** (10°C/s)	41%	38	42	48	-5,3	+5,9	+19,5	+2,7%
Coulée #2 (9°C/s)	40%	50,2	56,5	54,3	+25,5	+41,3	+35,8	+31,9%
Coulée #3 (3°C/s)	20,5%	22	23	28	+7,3	+12,2	+36,6	+7,6%
Coulée #4 (2,5°C/s)	24,5%	33,2	32	26,6	+35,5	+30,6	+8,5	+32,6%

Tableau 8: Répartitions des intermétalliques en fonction de l'échantillon considéré. Les trois dernières colonnes permettent de comparer la proportion des intermétalliques appartenant à la surface des joints de grains relativement à la surface totale de l'analyse.

L'observation du taux moyen pondéré indique une augmentation sensible mais irrégulière de la quantité d'intermétallique aux joints de grains avec l'abaissement de la vitesse de refroidissement. Ce résultat est intéressant car ces phases rendent le matériau fragile, de plus les précédents résultats montrent que la quantité de phase de Laves augmente fortement pour les vitesses de refroidissement les plus lentes. Alors si en plus, cette phase fragilisante a tendance à être davantage localisées aux joints de grains pour ces mêmes conditions la tenue mécanique du matériau est fortement réduite.

L'objectif suivant a été de savoir si cette répartition préférentielle des intermétalliques aux joints de grains est corrélée avec une modification de la composition chimique.

Afin de mesurer la composition de SE et SI, elles sont subdivisées en formes géométriques simples, carrées ou rectangulaires. Cette méthode est imposée par le logiciel qui ne peut établir de carte de composition que sur des surfaces simples. Notons les parties de SI : PSI et celles de SE : PSE. Une réanalyse de la composition chimique de chaque PSI et PSE est réalisée. Puis la composition moyenne de SE et SI est déterminée par la moyenne de toutes les mesures par élément j , pondérées par la fraction surfacique de chaque PSE et PSI :

$$C_{j,SE} = \frac{\sum_{i=1}^n X_{Si} C_{j,PSE_i}}{N}$$

N est le nombre de parties utilisées pour mesurer la composition de SE. $C_{j,SE}$ la composition en élément j de SE et enfin XS_i la fraction surfacique de PSE_i, pour la surface A, il y a XS_A :

$$XS_A = \frac{S_A}{\sum_{i=1}^n S_i}$$

Ce travail est aussi réalisé pour SI. Le rapport des compositions C_{SE}/C_{SI} permet ensuite d'évaluer une ségrégation préférentielle entre les espaces interdendritique ou extragranulaire. Ces données ont été mises en relation avec la fraction d'intermétalliques globale présente aux joints de grains, le *taux moyen pondéré*.

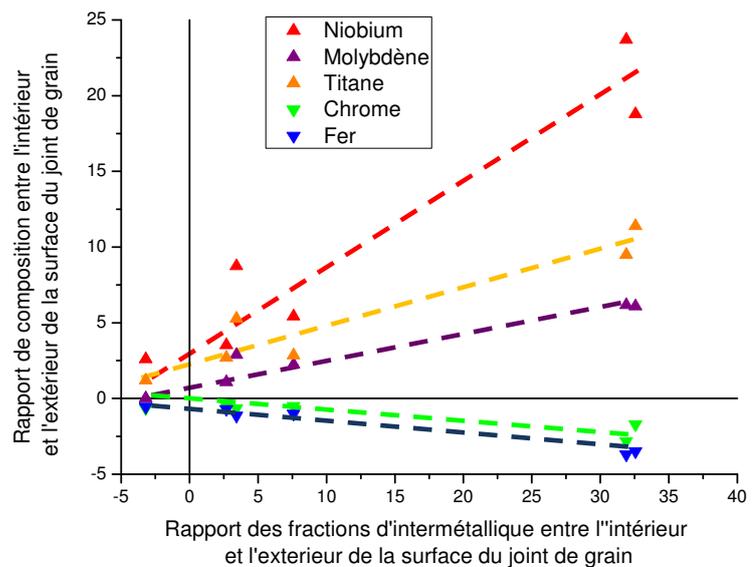


Figure 71 : évolution de la composition chimique en fonction de la fraction d'intermétalliques entre la surface de joints de grains et le reste de l'analyse. En pointillés les tendances générales. La mesure de la composition chimique ne recouvre pas intégralement les zones étudiées du fait de leur découpage complexe (Figure 70).

Il semble évident qu'une quantité importante de phase riche en Nb, par exemple, induise une composition locale plus importante en Nb. Cependant, il faut rappeler que l'ensemble des phases de Laves, delta et NbC ne représente jamais plus de 3% de la surface de coupe d'un échantillon. Ce taux peut monter à 4% au maximum dans le cas des analyses de la coulée #2 (9 °C/s) et la coulée #4 si on prend en compte le taux moyen pondéré, donc ce n'est pas un passage de 3% d'intermétallique à 4% qui peut expliquer une augmentation de 20% du taux de niobium au joint de grain. C'est-à-dire qu'une variation forte de la composition s'explique aussi par l'enrichissement de la phase gamma.

D'ailleurs une tendance nette se dessine entre la surface du joint de grains et l'espace intragranulaire. Les éléments chimiques qui ont un coefficient de ségrégation positif se retrouvent davantage ségrégés aux joints de grains que dans les espaces interdendritiques quelle que soit la quantité des phases fragilisantes. C'est le cas pour Nb, Mo et Ti, et inversement pour Cr et Fe dont la valeur de k est supérieure à 1. Mais de manière générale, plus ce phénomène est prononcé, plus il induit la formation d'intermétalliques. Il est à noter que la composition moyenne en Ni est relativement constante et homogène sur les différentes analyses. Par ailleurs, les données relatives à l'aluminium ne sont pas exploitées pour deux raisons : premièrement, le poids atomique faible de cet élément a pour corollaire une grande incertitude sur la mesure du capteur EDS du MEB ; ensuite la faible concentration de cet élément a pour conséquence qu'une faible variation de composition intra/extra granulaire induit une évolution vive du rapport sans fondement physique car pouvant provenir du manque de justesse de la mesure.

Un autre phénomène a été quantifié toujours en relation entre zones intra et extra granulaires, à savoir l'impact de la désorientation entre deux grains sur les chances de rencontrer un intermétallique aux joints de grains. Pour ce faire, les désorientations relatives entre tous les

grains apparaissant sur une zone d'étude ont été déterminées à l'aide du logiciel Brucker. Puis, en reprenant les travaux présentés pour établir les résultats du Tableau 8, on isole chaque joint de grains, on détermine la quantité d'intermétalliques présents sur sa surface et on fait le rapport avec le reste de l'échantillon à l'exception des autres zones extragranulaires. Pour reprendre les équations établies au début de cette partie et ce pour les phases de Laves par exemple, cette méthode revient à définir un X_{L_E} pour chaque joint de grain où la surface SE ne s'applique plus à tout l'espace extragranulaire mais seulement au joint de grain en question. Puis on définit le rapport XLS où le X_{L_E} spécifique se rapporte à un X_E défini sur l'espace intragranulaire avec en plus le joint de grain en question, contrairement au X_E global utilisé précédemment et défini sur l'espace intragranulaire et tout l'espace extragranulaire. Cette méthode permet de dissocier les caractéristiques de chaque joint de grain. Enfin on définit le taux moyen pondéré suivant la même méthode que précédemment. On peut alors comparer ce taux avec les proportions présentées au Tableau 8 qui ne discriminaient pas la désorientation cristallographique entre les grains et qui se basaient sur tous les joints de grains et non un seul spécifiquement. La Figure 72 présente les résultats de ces investigations avec en abscisse la désorientation entre les deux grains considérés et en ordonnée la comparaison des rapports d'intermétalliques entre le joint de grains étudié et le reste de l'échantillon, les autres joints de grains mis à part.

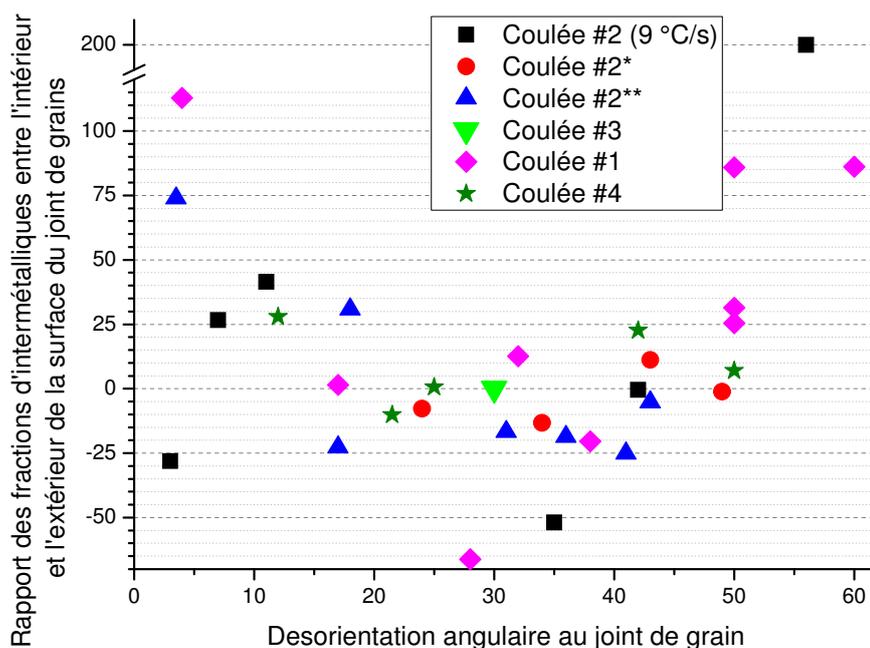


Figure 72: Le rapport des fractions d'intermétalliques pour chaque surface de joint de grains, indépendamment les uns des autres est présenté ici en fonction de la désorientation des deux cristaux considérés. $66,6^\circ$ constituent la désorientation maximale entre deux grains en prenant en compte les symétries.

Afin de comparer plus facilement les données issues de toutes les coulées, la moyenne des résultats pour chaque coulée ont été ramenés sur 0. Par exemple si l'on nomme TPM_G le taux moyen pondéré présenté dans la dernière colonne du Tableau 8 et TPM_S , le taux moyen pondéré singulier pour un joint de grain. Alors les résultats (TMP) représentés Figure 72 s'obtiennent simplement par : $TMP = TPM_S - TPM_G$. Cette méthode induit un centrage sur zéro pour l'unique joint de grain présent sur l'analyse de la coulée #3.

On peut tirer de ces résultats une certaine affinité des intermétalliques à cristalliser entre les grains fortement ou faiblement désorientés. Il apparaît clairement, pour une désorientation moyenne ($33,3^\circ$), une dépression dans la courbe, traduisant une proportion d'intermétalliques plus faible. En d'autres termes, ces résultats suggèreraient que l'orientation cristallographique entre les grains a un impact sur la présence des phases de Laves, delta et des carbures.

Cependant, il est difficile d'exprimer la raison de cette affinité des phases de Laves, Delta et des carbures à se former plus ou moins aux joints de grains en fonction de la désorientation relative des deux grains qui le compose. Les hypothèses présentées dans les discussions font intervenir la croissance privilégiée des grains suivant certains plans cristallographiques ou les orientations de cohérences pour lesquels le désordre aux joints de grains est minimum.

3.4 Composition chimique des phases

3.4.1 Composition chimique des intermétalliques

L'influence de la vitesse de refroidissement sur la quantité d'intermétalliques et leur répartition a été détaillée. Traitons maintenant l'impact sur leur composition. Pour ce faire, des analyses de composition locale ont été menées indépendamment des analyses EBSD développées chapitre 2.3.1. En effet, incliné de 70° pour acquérir les cartes de phases, le signal EDS est très faible. L'échantillon est donc remis à plat et certains nodules de phase présents dans la zone d'étude sont analysés. Il est à noter que peu de phases delta ont été mesurées du fait de leur faible taille. D'autre part, dans l'analyse des carbures, les teneurs en niobium et titane ont été regroupées du fait des formes NbC et TiC qu'ils peuvent prendre ainsi que de la fréquence d'apparition de TiN.

Enfin, il a été remarqué comme anticipé que les phases de Laves peuvent se présenter sous des formes différentes [11] [15]. Pour une vitesse de refroidissement inférieure à 9°C/s , les phases de Laves se présentent sous formes globulaires bordées de nodules de phase delta (Figure 73a). Pour une vitesse supérieure à 9°C/s , on retrouve ces deux phases sous une forme géométrique plus proche d'une structure eutectique à croissance couplée (Figure 73b). Ce détail est important lorsqu'il s'agit d'une mesure de composition avec une sonde EDS car la microstructure de la forme eutectique est souvent trop fine pour que la poire d'interaction dont est issu le signal ne soit entièrement contenue dans une phase de Laves. Autrement dit, la composition des phases de Laves relevée est souvent naturellement bruitée par la composition des phases gamma et delta environnantes.

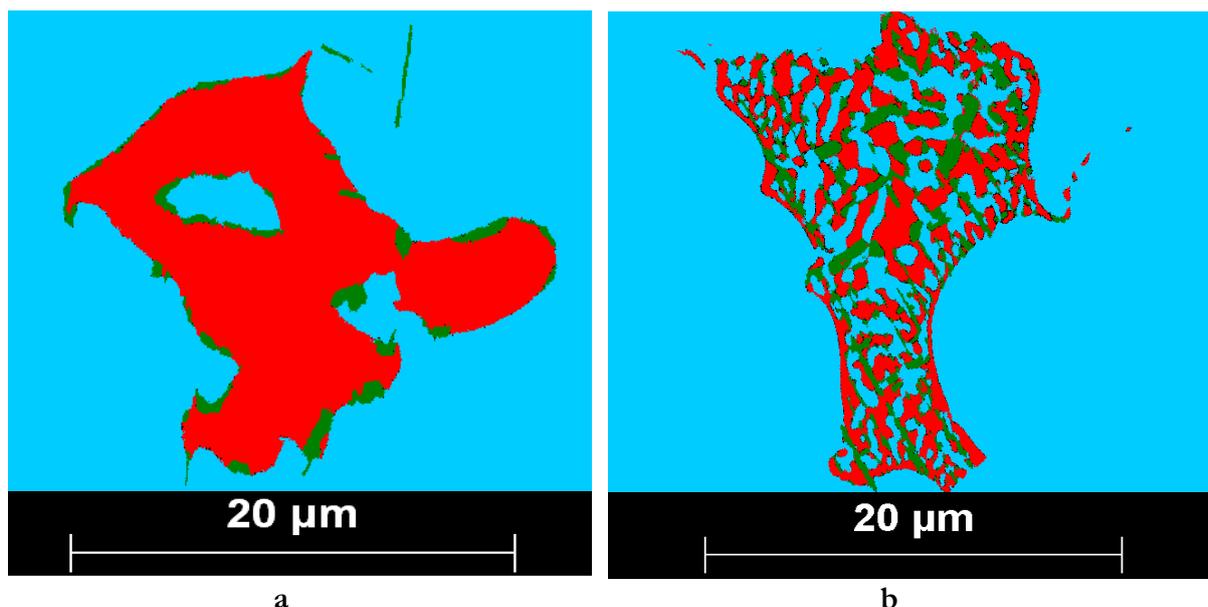


Figure 73: En bleu la phase gamma, en rouge la phase de Laves et en vert la phase delta, le pixel élémentaire mesure de 50 nm. a) phase de Laves globulaire issue de la coulée #4 avec un refroidissement inférieur à 3°C/s. b) cette fois, les intermétalliques ont une géométrie issue d'une croissance eutectique.

Phase	NbC				Laves eutectique		Laves globulaire			delta
	20°C/s	10°C/s	3°C/s	2,5°C/s	20°C/s	10°C/s	10°C/s	3°C/s	2,5°C/s	2,5°C/s
Cr	4,6	2,0	0,6	2,3	13,4	12,1	12,0	11,7	14,5	7,2
Fe	4,3	1,8	0,6	2,3	13,6	11,8	11,8	11,3	14,4	7,8
Ni	11,4	5,1	2,3	5,8	38,3	42,1	36,9	36,4	43,0	58,2
Nb *	75,0	86,5	90,0	84 ,5	26,3	25,7	30,7	31,2	20,6	19,0
Mo	4,7	4,6	5,5	5,1	6,9	6,6	7,4	8,17	6,2	4,0
Ti					1,3	1,5	1,0	1,0	1,3	3,6

Tableau 9: Composition des phases suivant la coulée dont elles sont issues. Pour le NbC, la concentration en Nb regroupe celle du Ti et du Nb. En % Pds.

Les résultats présentés dans le Tableau 9 n'indiquent pas d'évolution claire de la composition des phases en fonction de la vitesse de refroidissement. On remarquera la différence de composition entre les phases de Laves globulaire ou de type eutectique discutée précédemment. Seule la composition de la phase de Laves de la plaque de 25 mm (2,5°C/s) se distingue. La forte épaisseur de cette plaque induit un refroidissement lent y compris après la fin de la solidification. Ceci est notamment dû au fait que le volume du moule est identique pour toutes les coulées. Or pour la coulée #4 la chaleur à absorber est beaucoup plus importante. Le moule sature plus vite en température ce qui ralentit le refroidissement de la plaque coulée. Il est donc possible qu'un début d'homogénéisation ait eu lieu après la fin de la solidification.

3.4.2 Composition chimique de la phase Gamma

La composition de la phase gamma ne peut être mesurée comme les précipités précédents car il existe un fort gradient de composition chimique en son sein. L'origine de ce gradient est expliquée chapitre 1 partie 2.1.2. Une autre solution a été envisagée, à savoir le profil de composition. Sur les échantillons étudiés, la composition chimique a été mesurée sur une longue droite (plusieurs mm de long) traversant la zone étudiée et parallèle à la surface extérieure des plaques afin d'analyser une zone dont les vitesses de refroidissement sont similaires.

L'objectif n'est pas une détermination quantitative de la composition mais une évaluation qualitative de l'évolution de cette composition le long de la droite. Les données issues de cette analyse sont, pour tous les éléments, le nombre de coups enregistrés pour chaque point de la droite trahissant la présence de tel ou tel élément (Figure 74). Chaque point est espacé d'un peu plus d'un μm , le pas étant parfois légèrement modifié pour prendre en compte l'affinement ou le grossissement de la microstructure.

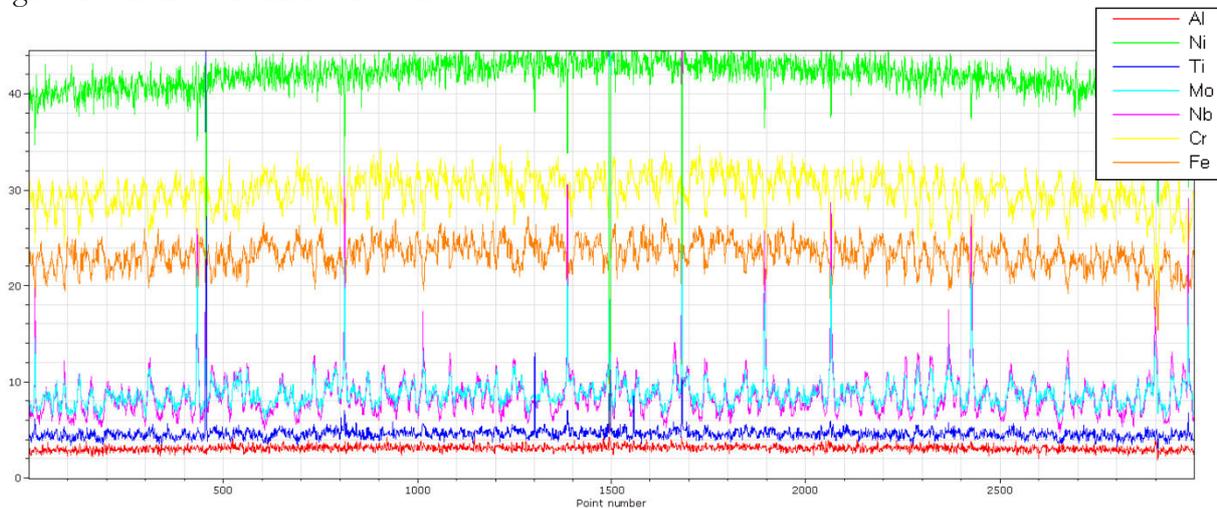


Figure 74: Profil de composition de l'échantillon extrait de la plaque de 5 mm au centre de l'échantillon soit pour une vitesse de refroidissement de 20°C/s . La courbure générale nettement identifiable sur le signal du Ni est due à l'inclinaison du faisceau aux extrémités de la droite analysée.

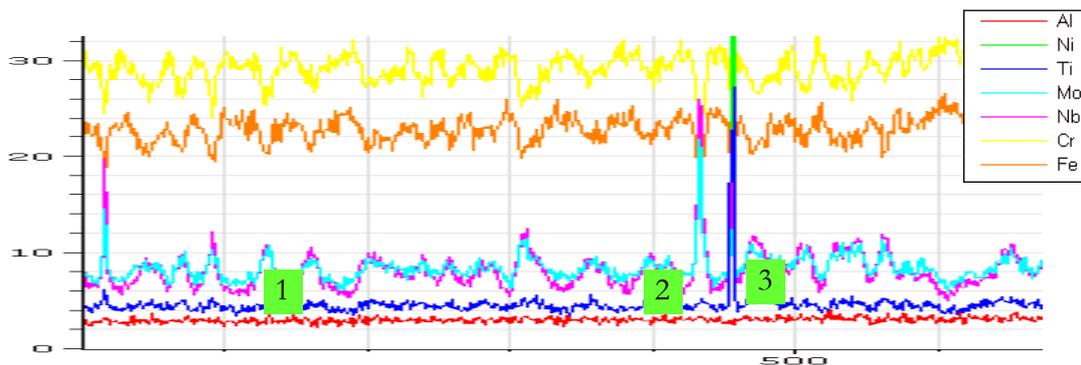


Figure 75: Agrandissement sur les premières données présentées Figure 74. En (1) on peut identifier la signature chimique de la traversée de bras de dendrites et d'espaces interdendritiques associés. L'indice majeur est l'évolution conjuguée mais antagoniste des compositions en Nb et Mo d'une part et Cr et Fe d'autre part. En (2) les pics en Nb et en Mo révèlent la présence d'un intermétallique. Enfin en (3), le pic en Ti trahit la présence d'un TiN.

L'idée est alors de retraiter ces valeurs suivant une méthode élaborée par Ganesan et al. [107]. Cette méthode de tri par rang à intervalles pondérés permet d'organiser les données mesurées d'une manière plus réaliste en procédant en trois étapes :

- La détermination du sens d'évolution du coefficient de partage pour chaque élément i ($k^{s/l} <$ ou $>$ à 1). Ces données ont été obtenues à l'aide du logiciel Thermocalc et peuvent être vérifiées facilement sur les résultats expérimentaux. Les ressources bibliographiques peuvent aussi fournir ces informations.
- Le tri des 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). On obtient ainsi une composition pondérée \bar{C}_i^j vérifiant :

$$\text{Ségrégation normale (k<1) : } \bar{C}_i^j = C_i^j - C_i^{\min}$$

$$\text{Ségrégation inverse (k>1) : } \bar{C}_i^j = C_i^{\max} - C_i^j$$

- Pour chaque élément i , la composition pondérée \bar{C}_i^j varie entre 0 et $C_i^{\max} - C_i^{\min}$. 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.
- On trie alors le vecteur affilié à chaque élément par le rang R_j de chaque point. On obtient ainsi pour un élément sa distribution en allant du centre des dendrites jusqu'aux espaces interdendritiques.

Cependant, l'outil EDS étant moins précis que la microsonde de Castaing et fournissant une information sur un volume non négligeable, il n'a pas été possible de déduire avec justesse la fraction de phases interdendritiques grâce aux résultats traités (objectif premier de cette méthode). Toutefois, en classant les vecteurs \bar{C}_i^j par le rang de chaque point, on peut extraire une courbe dont la croissance nous renseigne sur le taux de ségrégation chimique. L'opération a été effectuée avec le niobium qui est l'élément le plus fortement ségrégué.

La courbe de résultats type est présentée Figure 76. La méthode de classification permet de classer les signaux par la position du point d'analyse vis à vis des dendrites. Les premiers points sont au centre d'une dendrite. Au-delà de 2000, les points d'analyse sont sur l'extérieur des dendrites alors que les derniers points à droite sont le signal reçu d'intermétalliques présents dans les espaces interdendritiques. L'objectif étant de caractériser le niveau de ségrégation au sein de la phase Gamma, il faut pouvoir exclure les signaux reçus par l'analyse (entière ou partielle) d'intermétalliques. La stratégie a été de considérer qu'un niveau de signal est jugé appartenant à une dendrite si et seulement si il est représenté par au moins 1,5% des points d'analyses. Bien sûr ce niveau est arbitraire, mais sachant que les fractions d'intermétalliques cumulées ne dépassent pas 3%, ce critère permet une bonne délimitation de la frontière phase γ / intermétalliques. Il permet aussi d'exclure les points singuliers.

Après un traitement statistique des données afin de définir les niveaux de signaux venant des dendrites, l'intervalle de dénombrement est tracé en pointillés rouges. Ci-dessous, la comptabilisation minimale est de 10 coups/s et celle maximale estimée appartenant à une dendrite est de 20 coups/s. Autrement dit, pour l'échantillon extrait de la plaque de 25 mm refroidie à une vitesse de 2,6°C/s, on dénombre deux fois plus de signaux entre l'extérieur et l'intérieur des dendrites. Cette méthode a été appliquée à toutes les analyses afin de pouvoir comparer les niveaux de ségrégation. Les résultats sont présentés Tableau 10.

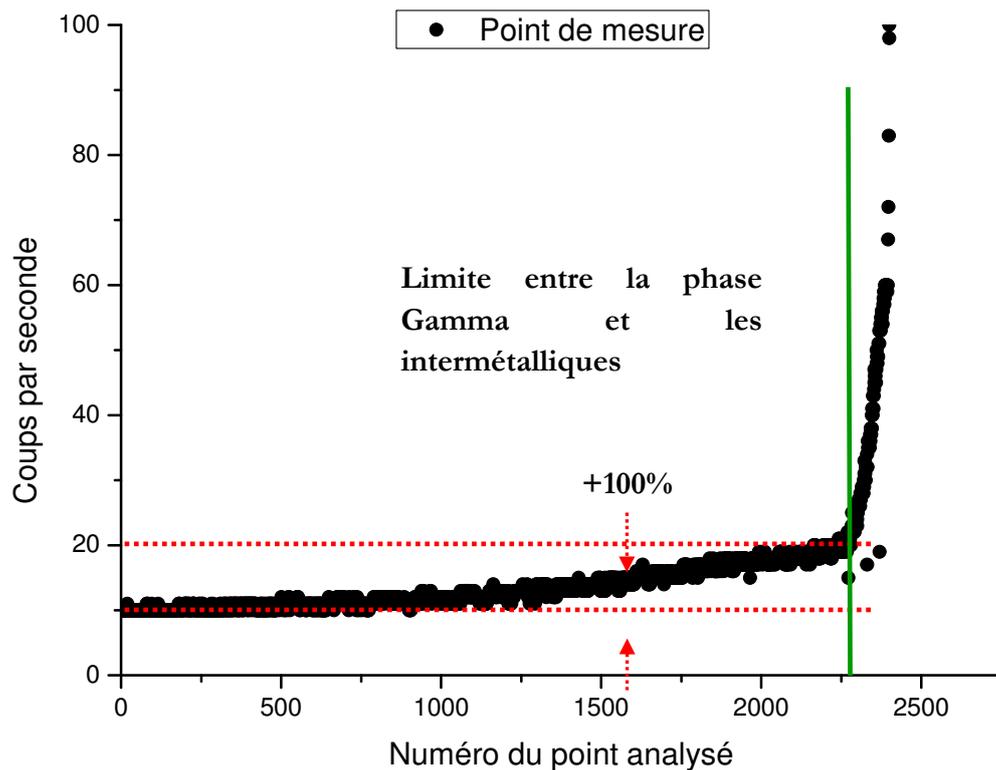


Figure 76: évolution du signal issu du niobium pour la coulée de la plaque de 25 mm. La méthode de classification permet de classer les signaux par la position du point d'analyse vis à vis des dendrites. Les premiers points sont au centre d'une dendrite. Au-delà de 2000, les points d'analyse sont sur l'extérieur des dendrites alors que les derniers points à droite sont le signal reçu d'intermétalliques présents dans les espaces interdendritiques.

Les données brutes ne sont pas d'assez bonne qualité pour en extraire des résultats précis. S'il y a physiquement une évolution de la ségrégation entre les 5 premières colonnes du Tableau 10, la marge d'erreur sur le résultat ne permet pas de le mettre en valeur. Cependant, on peut conclure que le niveau de ségrégation dans la phase Gamma pour les vitesses de refroidissement les plus élevées est visiblement plus faible.

Vitesse de refroidissement de la zone analysée [°C/s]	2,5	3	9	10,5	17	20	24
Augmentation du signal reçu entre le centre et l'extérieur des dendrites	100%	92%	100%	110%	100%	75%*	40%

Tableau 10 : évolution des signaux reçus entre la borne inférieure et la borne supérieure défini figure 76, soit entre le centre et l'extérieur des dendrites. La mesure sur la zone dont le refroidissement est estimé à 20 °C/s est une moyenne de plusieurs analyses. Pour illustrer la nature des valeurs inscrites ici, prenons par exemple l'analyse sur une zone dont le refroidissement est estimé à 10,5 °C/s. 110% signifie qu'il y a 110% de signal reçu en plus sur la limite extérieure des dendrites qu'au centre de ces dernières.

C'est un résultat très intéressant car on pourrait rapidement conclure que la diminution des phases fragilisantes aux fortes vitesses de refroidissement est due uniquement au raffinement de la microstructure et donc la diminution des distances sur lesquels les éléments chimiques sont ségrévés. Ce qui réduit du même coup le niveau de ségrégation final. Or ici on montre clairement que pour les vitesses de refroidissement les plus élevées le niveau de ségrégation entre le cœur et l'extérieur des dendrites est plus faible. La solubilité maximale de la matrice en niobium n'ayant pas de raison d'évoluer, c'est finalement le taux minimum trouvé au cœur des dendrites qui est plus fort. C'est la marque de l'impact de la surfusion de croissance qui a limité la ségrégation du niobium pendant la solidification.

Etude numérique

En parallèle aux coulées et observations expérimentales, des travaux de simulation numérique ont été entrepris. Ils répondent à deux objectifs : apporter des précisions sur les conditions de solidification des zones étudiées au MEB et participer à la validation de modèles de prédiction des structures cristallographiques et de ségrégations. À terme, le but de ces développements numériques est de posséder un modèle macroscopique qui puisse rendre compte aussi bien de la thermique et de la mécanique que de la structure et de la morphologie des grains ainsi que de la ségrégation intra et extra granulaire. En effet, pour atteindre des résultats quantitatifs, les observations expérimentales montrent que tous ces domaines sont liés dans la prédiction des caractéristiques finales du matériau. Par exemple, la ségrégation va avoir une influence sur la thermique par l'abaissement de la température de solidification. Les conditions thermiques globales vont avoir un impact sur la quantité et la répartition des intermétalliques qui à leur tour ont un rôle prédominant sur les propriétés mécaniques.

La première partie de ce chapitre concerne les simulations macroscopiques des coulées. Elles ont été réalisées avec le logiciel Thercast développé au CEMEF et par la société Transvalor. L'objectif est d'établir des simulations fidèles des coulées expérimentales afin d'obtenir des compléments d'information à celles des treize capteurs qui instrumentent le moule. Ces informations sont essentiellement relatives à l'histoire thermique. Les données sources sont les propriétés des matériaux et la géométrie de la coulée. Les échanges thermiques entre les pièces du moule et le métal liquide ainsi que les échanges avec l'environnement ont été déterminés à l'aide des mesures expérimentales. Ces coefficients d'échange sont les mêmes quelle que soit la coulée et sa géométrie. Les seules données d'entrée qui évoluent sont les températures initiales du métal et du moule.

La deuxième partie traite des simulations de la microségrégation. Il sera présenté d'une part les simulations suivant les hypothèses de Gulliver Scheil avec le logiciel Thermocalc et la base de données Ni20 et d'autre part les simulations réalisées avec le code Microseg. Présenté chapitre 1 partie 2.2.2, ce modèle a été stabilisé et exploité en collaboration avec Gildas Guillemot. Ces simulations se déroulent à l'échelle d'un VER et ont pour visée d'établir les fractions d'intermétalliques en fonction des conditions de solidification.

La dernière partie présente les résultats du modèle d'automate cellulaire couplé à une résolution élément fini (CAFE) développé au laboratoire en collaboration avec Tommy Carozzani [108]. Travaillant à l'échelle de plusieurs grains, ce modèle permet de simuler la germination et la croissance d'une structure solide dans le liquide. On peut ainsi prédire en fonction d'une loi de croissance, des conditions thermiques et des densités de germination, la distribution et la morphologie des grains.

I. Simulation des coulées avec le logiciel Theracast

1.1. La mise en données des simulations

1.1.1 La géométrie du moule

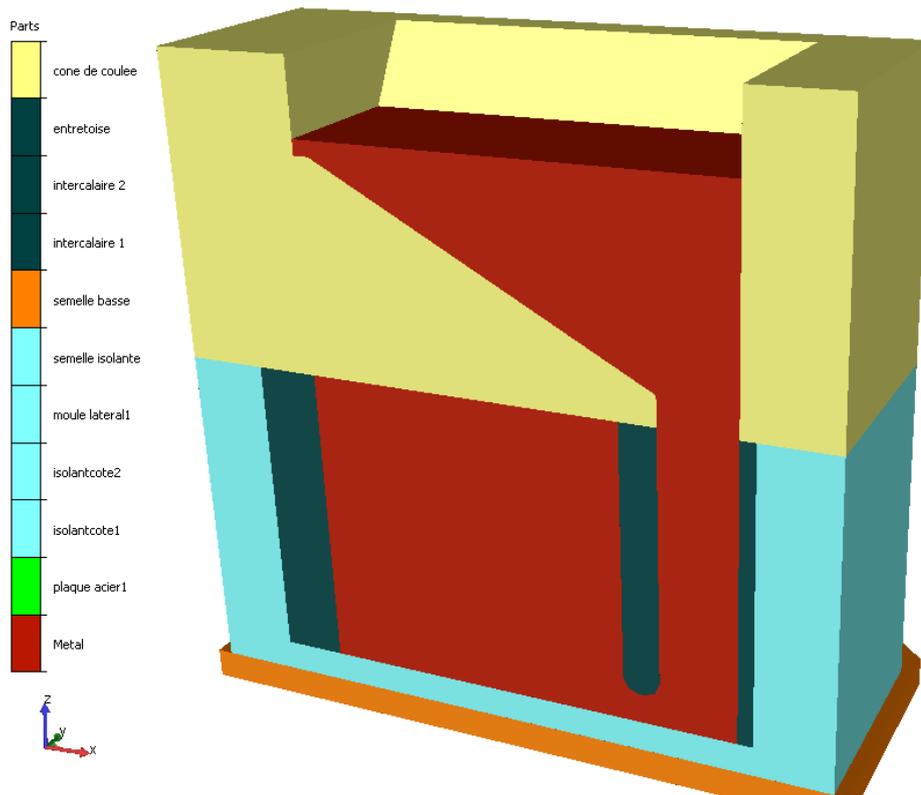


Figure 77: vue en coupe du moule de coulée modélisé avec Theracast. Le métal apparaît en rouge.

Chaque pièce de moule ainsi que le métal sont dessinés sur un logiciel de modélisation 3D industriel puis importés dans GLPRE, outil de mise en données des simulations faisant partie du logiciel Theracast. L'assemblage des pièces s'effectue par contact des surfaces. Les Figure 25 à Figure 29 donnent le détail de l'assemblage. À noter que l'évent n'est pas modélisé. Lors des simulations le moule est considéré comme rigide, c'est-à-dire que seuls les calculs thermiques y sont effectués. Par contre les calculs thermiques et mécaniques couplés ainsi que le remplissage sont résolus pour la pièce coulée.

1.1.2 Les conditions thermiques

Les propriétés physiques intrinsèques pour chaque matériau sont présentées en annexe 4. Pour les échanges thermiques, il faut distinguer trois entités distinctes : l'air ambiant extérieur, le moule et le métal coulé.

Les échanges entre l'atmosphère ambiante d'une part et le moule et la pièce coulée d'autre part s'effectuent par convection et rayonnement. Ces échanges sont définis par :

$$-k\nabla T \cdot n = h(T - T_{ext})$$

k est la conductivité thermique du matériau et n le vecteur normal extérieur au sous domaine.

$$h = h_{cv} + \varepsilon_r \sigma_r (T + T_{ext})(T^2 + T_{ext}^2)$$

h_{cv} est le coefficient d'échange par convection exprimé en $W.m^{-2}.K^{-1}$, ε_r l'émissivité du corps comprise entre 0 et 1 et définie dans le fichier matériau (0,3) et σ_r la constante de Stefan : $\sigma_r = 5.66961.10^{-8} W.m^{-2}.K^{-4}$.

Pour l'ensemble des coulées, $h_{cv} = 2 W.m^{-2}.K^{-1}$, sauf pour la coulée de la plaque de 25 mm ou $h_{cv} = 6 W.m^{-2}.K^{-1}$. À titre de comparaison, $h_{cv} = 15 W.m^{-2}.K^{-1}$ dans l'air calme. Nous utilisons ici une valeur plus petite en raison du vide partiel qui règne dans l'enceinte du four. Cependant, la valeur de $6 W.m^{-2}.K^{-1}$ a été choisie pour la plaque de 25 mm car une pression supérieure à la normale avait été constatée (1 mbar, voir chap. 2 partie 1.3.2 premier paragraphe).

Il est intéressant de comparer l'impact du transfert thermique par convection par rapport à celui par rayonnement. Si l'on se place peu de temps après le remplissage avec la pièce d'Inconel à 1300 °C sur sa surface libre, la température extérieure étant prise à 200 °C (donnée issue de mesures expérimentales) le coefficient d'échange purement radiatif est de 93,75 $W.m^{-2}.K^{-1}$. À l'autre extrémité, si l'on prend la surface libre du métal à 900 °C, le coefficient d'échange radiatif est de 44,78 $W.m^{-2}.K^{-1}$. Autrement dit, les échanges par radiation sont toujours largement supérieurs aux échanges par convection ($h_{cv} = 2 W.m^{-2}.K^{-1}$). Ceci est vrai même dans le cas le plus défavorable avec la coulée #4 déjà refroidie (900 °C) pour la laquelle la pression interne du four était légèrement supérieure aux objectifs.

Les échanges entre les pièces du moule sont définis par une résistance thermique de contact de $8.10^{-3} m^2.K.W^{-1}$ (soit un coefficient d'échange de $125 W.m^{-2}.K^{-1}$)

Enfin, les échanges entre le moule et le métal sont plus compliqués. Tout d'abord il existe deux types de contact : avec ou sans feutre d'alumine [Description du moule p41]. On rappelle que les plaques de 10 mm ont été coulées en étant entièrement isolées par du feutre d'alumine, la plaque de 5mm comporte sur une face une bande de 1 cm de large vierge d'isolant et sur la plaque de 25 mm c'est toute une face de la plaque qui n'est pas recouverte d'isolant, comme illustré Figure 78. Enfin, pour rendre compte d'échanges thermiques plus importants lorsque le métal est liquide (contact parfait), la résistance thermique de contact entre le métal et le moule a été volontairement diminuée en fonction de la température. Ainsi, lorsque le métal est au-dessus de la température de cohérence à l'interface⁶ (1280 °C), la résistance thermique est faible.

⁶ La température de cohérence est une température seuil comprise dans l'intervalle de solidification et en deçà de laquelle on considère que le métal se comporte comme un solide

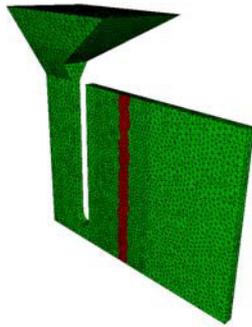
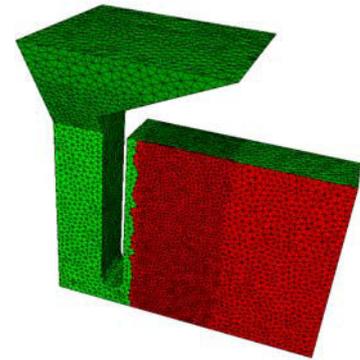


Figure 78: représentation des pièces coulées. A gauche la pièce d'épaisseur 5 mm, à droite celle de 25 mm.

Les surfaces vertes sont isolées du moule par du feutre d'alumine.



Résistance thermique de contact entre le métal et le moule couvert de feutre d'alumine		Résistance thermique de contact entre le métal et les pièces métalliques du moule sans feutre d'alumine	
1300 °C	0,01 m ² .K.W ⁻¹	1290 °C	7*10 ⁻⁴ m ² .K.W ⁻¹
1330 °C	0,0011 m ² .K.W ⁻¹	1300 °C	10 ⁻⁷ m ² .K.W ⁻¹

Tableau 11: évolution de la résistance thermique de contact entre le métal et le moule en fonction de la température déterminé par méthode inverse.

1.1.3 Les conditions mécaniques

Les calculs mécaniques ne sont effectués que dans la pièce d'Inconel 718. Les données de cet alliage sont renseignées dans l'annexe 3.

La mise en données de la simulation consiste aussi à définir le comportement à l'interface entre les différents matériaux. Ce comportement n'est à définir qu'entre le métal et le moule. Aucun calcul mécanique n'étant réalisé dans les pièces de moule, elles restent immobiles les unes par rapport aux autres pendant la simulation. Comme pour le paragraphe précédent, on fait la distinction entre le contact avec ou sans isolant en alumine.

Il y a le contact de la pièce coulée avec les pièces métalliques du moule d'une part qui est établi à bilatéral collant. Autrement dit, les nœuds de la pièce et ceux du moule ne peuvent ni se décoller ni glisser les uns par rapport aux autres. Cette hypothèse a été retenue en constatant que lors du démoulage d'une pièce, celle-ci est collée aux pièces métalliques du moule.

D'autre part, le contact de la pièce coulée avec le moule recouvert de feutre d'alumine suit une loi viscoplastique constante (loi de Norton)

$$\tau(v_g) = -\alpha_f K_f \|v_g\|^{p_f}$$

τ est la contrainte de cisaillement qui est fonction de la vitesse de glissement v_g . K_f correspond au K défini pour le matériau. α_f est le coefficient de frottement à définir et p_f est assimilable au coefficient de sensibilité à la vitesse. Dans nos simulations nous prenons $\alpha_f=100$ et $p_f=1$.

1.1.4 Les conditions initiales

Afin de réguler en température la chauffe du moule, des capteurs sont insérés dans les plaques chauffantes (Chap. 2 partie 1.2.2). Ces capteurs donnent donc une indication sur la température initiale pour les plaques chauffantes. Pour le reste des matériaux, l'idée a été de chauffer le moule dans les mêmes conditions que celles qui précèdent une coulée : montage du moule, température de chauffe, niveau de vide dans le four. Puis, basées sur un plan d'expérience prédéfini, une quinzaine de mesures manuelles ont été effectuées en ouvrant le four. Celles-ci ont permis de déterminer les températures extérieures de l'ensemble des pièces composant le moule.

Le résultat de cette campagne de mesures ainsi que la connaissance des propriétés thermiques des pièces ont permis d'établir les températures initiales du moule présentées Figure 79. La température des plaques en acier est supposée homogène dans l'épaisseur du fait de la forte conductivité thermique de l'acier, de la faible épaisseur des plaques ainsi que des résistances thermiques de contact élevées avec les pièces du moule. Afin de rendre compte d'un gradient de température au sein des autres pièces, deux choix sont possibles : la définition d'un gradient de température suivant un axe comme pour les pièces à gauche et à droite des plaques en acier ou la création d'une zone dont la température est différente comme pour le cône de coulée.

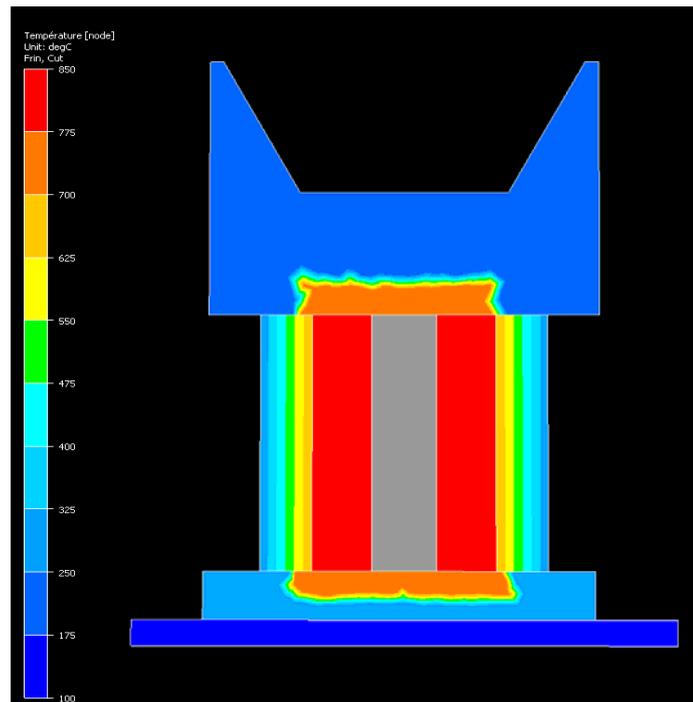


Figure 79 : température initiale du moule en °C. Cet exemple est pris sur la plaque de 25 mm. Le volume qui sera rempli par le métal liquide est en gris au centre.

L'illustration choisie ici Figure 79 correspond à la plaque de 25 mm pour laquelle la chauffe du moule était modérée : 850 °C dans les plaques en acier. La dernière température à définir est celle du métal avant le remplissage. Elle a été déterminée en se basant sur la température du métal dans le creuset avant la verse, la température du métal pendant le remplissage lorsqu'il atteint le premier capteur au pied du chenal d'alimentation et les résultats numériques des simulations. Pour cette simulation, la température initiale du métal est de 1350 °C.

Enfin, la vitesse de remplissage a été déterminée empiriquement car nous n'avons pas trouvé de moyen pour réguler la verse du métal liquide. Cette vitesse de remplissage s'appuie sur deux informations connues, à savoir le temps total pour verser l'intégralité du métal et le temps écoulé entre le contact du métal liquide avec le capteur en bas de la plaque coulée et celui le plus en haut. Ce qui donne pour les trois épaisseurs de plaque : 25 cm³/s pour celles de 5 mm, 40 cm³/s pour celle de 10 mm et 220 cm³/s pour celle de 25 mm.

1.1.5 Le maillage

Le maillage utilisé pour le calcul concerne toutes les pièces. Cependant, la taille de maille est loin d'être homogène. Un raffinement local va être utilisé pour les pièces parcourues par un gradient thermique important ou subissant un choc thermique sur l'une de leurs faces.

La Figure 80 présente le maillage en tétraèdres du moule de coulée pour la plaque d'épaisseur 5 mm. Le volume correspondant à la pièce d'Inconel 718 et le cône de coulée ne sont pas représentés ici par souci de clarté. Les pièces éloignées de l'échantillon d'Inconel ne subissent pas d'important gradient thermique ni de choc thermique. Pour des raisons d'économie de temps de calcul, leur maillage est plus grossier comme pour la « semelle basse » en laiton sur laquelle repose l'ensemble du montage. Les pièces du moule ne subissant pas de déformation mécanique pendant la simulation, leur maillage est fixe.

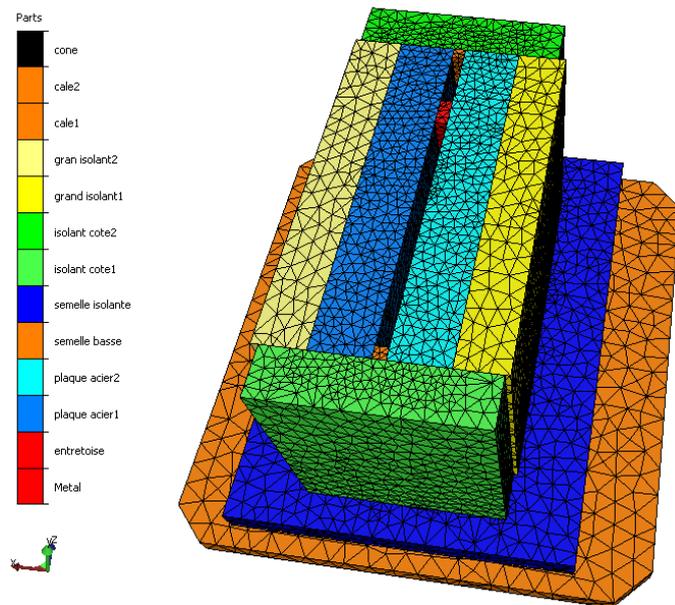


Figure 80: Vue du maillage du moule de coulée. Un remaillage est réalisé tous les 500 incréments de temps.

À l'inverse, les calculs menés dans la pièce coulée induisent des déformations suivies par le maillage. Pour éviter une déformation trop importante des tétraèdres qui nuirait à la résolution numérique, un remaillage est effectué. La Figure 81 présente ce maillage de la pièce à couler, à gauche positionnée dans le moule, à droite vue du dessus. Une précaution importante est de disposer de plus de deux éléments dans l'épaisseur. Pour respecter ce critère, la plaque de 5 mm est un cas extrême.

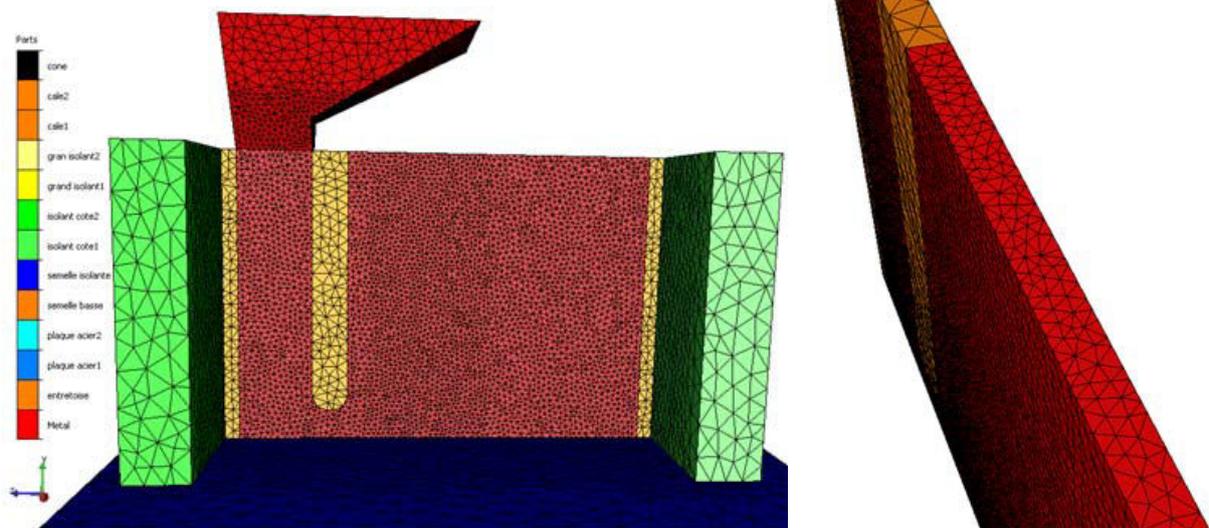


Figure 81: Maillage de la pièce d'Inconel 718 coulée. La taille de maille standard est de 2,2 mm. Cependant, le cône de coulée a un maillage plus grossier par souci d'économie de calcul, alors que la zone où sont présents les capteurs a une taille de maille inférieure à 1,9 mm.

1.2. Les résultats des simulations

Afin de connaître l'évolution des données physiques de la simulation, des capteurs virtuels ont été placés dans le moule et la pièce à couler. Ils sont aux mêmes lieux que ceux utilisés lors des coulées expérimentales. On rappelle Figure 82 la position de ces capteurs. Ces positions sont identiques pour la pièce d'Inconel 718 et pour la plaque chauffante en acier.

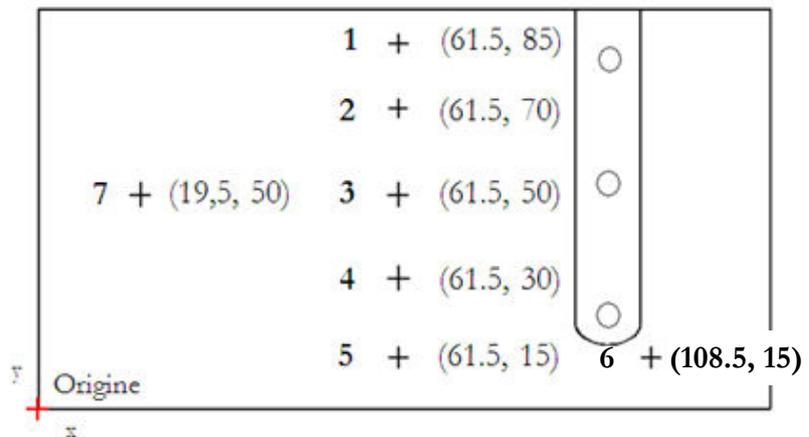


Figure 82: Position des capteurs par rapport à l'origine (en bas à gauche). Distances en mm. Concernant la troisième dimension, les capteurs ont toujours été placés au milieu de l'épaisseur sauf pour la coulée #4 (voir annexe 1 Figure 135).

Pour chaque plaque, les résultats vont être présentés dans les trois parties suivantes. Ces résultats seront sous forme de graphiques où seront comparées les données issues des capteurs lors des coulées expérimentales et des capteurs virtuels des simulations avec le logiciel Thercast. Les résultats de tous les capteurs ne seront pas utilisés mais seulement les résultats de deux capteurs pour la pièce d'Inconel et de trois capteurs pour le moule. Ce choix est motivé par des raisons de clarté des graphiques tout d'abord mais aussi par le faible nombre de capteurs expérimentaux de la plaque d'Inconel ayant fourni des données fiables, notamment dans les premiers instants.

Les résultats des simulations sont présentés sur les deux pages suivantes. L'évolution de la température dans les plaques coulées est illustrée sur les deux premiers graphiques (le premier est un agrandissement), le dernier concerne l'histoire thermique des plaques chauffantes.

Cependant, deux plaques de 10 mm ont été coulées mais seule la coulée #3 est modélisée ici. Les raisons qui n'ont pas permis d'établir les simulations sont multiples. Tout d'abord la microstructure des échantillons prélevés dans cette plaque (Figure 40) indique clairement une inhomogénéité de température entre les deux plaques chauffantes en acier, car la jonction des deux fronts solides est éloignée du centre. Or à l'époque de cette coulée, la régulation en température ainsi que les mesures de température dans le moule ne se faisaient que sur l'une des deux plaques. Donc ne connaissant pas les températures sur une grande partie du moule, les hypothèses pour réaliser une simulation juste sont nombreuses. Les trois autres simulations réalisées ayant permis de déterminer les coefficients d'échange en rapprochant leurs résultats, l'introduction d'une quatrième simulation basée sur des hypothèses incertaines n'aurait sans doute pas permis une détermination aussi juste de ces coefficients. Un problème supplémentaire est survenu pendant le remplissage de la plaque. Il faut rappeler que pour cette coulée la plaque d'Inconel est isolée des plaques en acier par quatre feuilles de feutre d'alumine. Il y en a deux de chaque côté, placées l'une à côté de l'autre sans recouvrement. La conséquence d'un manque probable de tension de l'une des quatre feuilles a permis au métal liquide de se glisser entre le feutre et la plaque en acier. La perturbation sur les échanges thermiques que ce problème induit pose une difficulté supplémentaire à la modélisation de cette coulée.

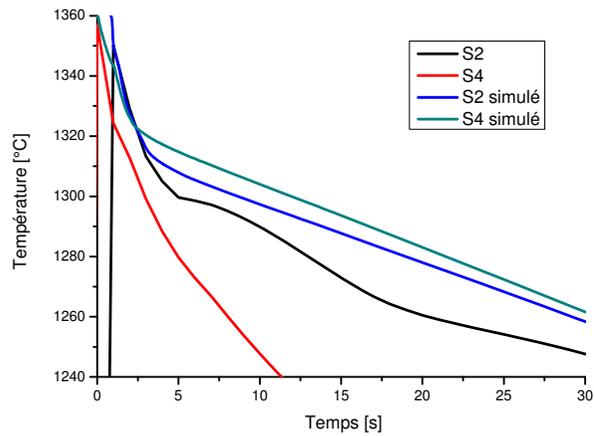


Figure 85: Evolution de la température sur les capteurs S2 et S4 de la plaque d'épaisseur 5 mm.

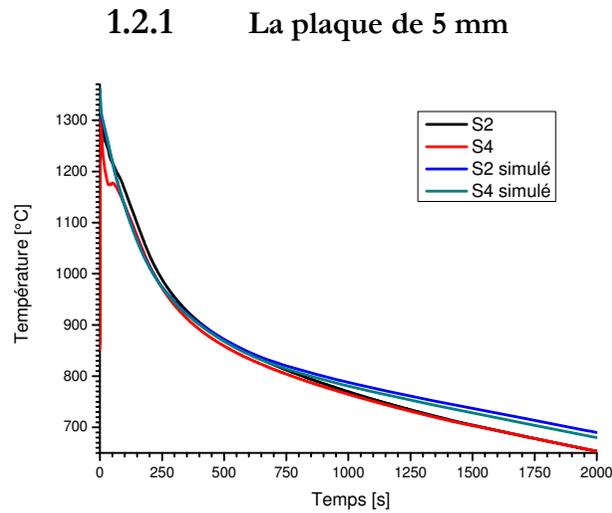


Figure 84: Evolution de la température de la plaque d'Inconel 718 sur les capteurs S2 et S4.

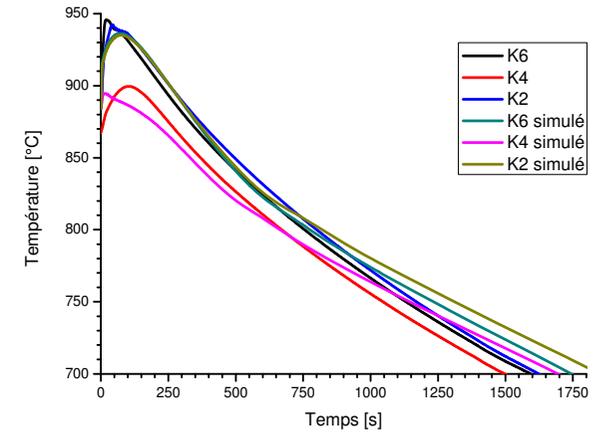


Figure 83: Evolution de la température du moule sur les capteurs K6, K4 et K2.

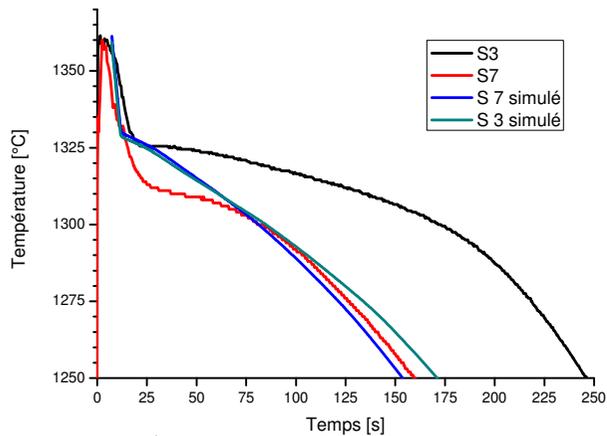


Figure 86: Zoom sur l'évolution de la température sur les capteurs S3 et S7.

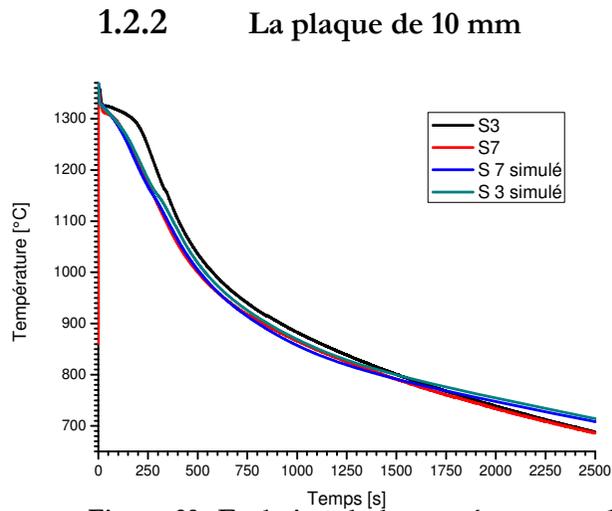


Figure 88: Evolution de la température sur les capteurs S3 et S7.

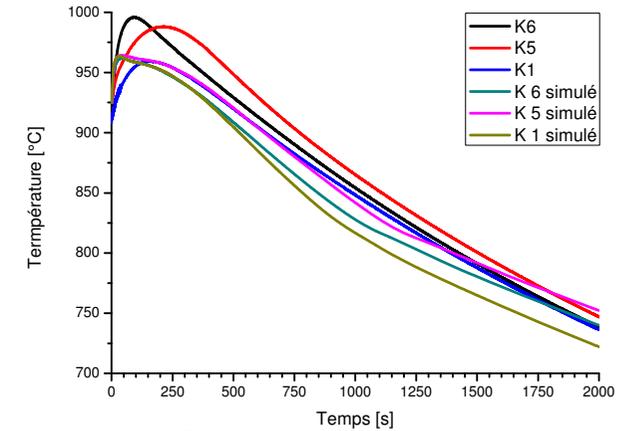


Figure 87: Evolution de la température des plaques chauffantes en acier sur les capteurs K1, K5 et K6.

1.2.3 La plaque de 25 mm

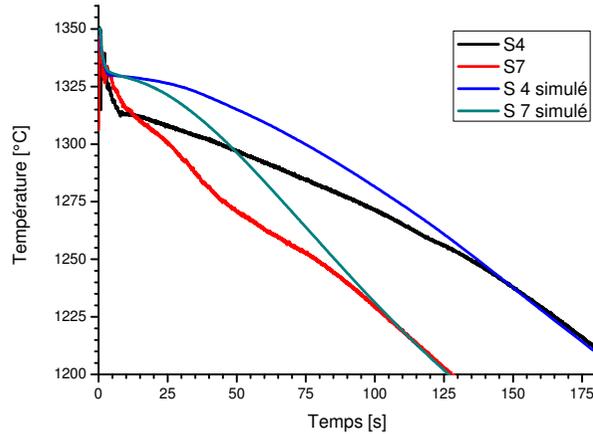


Figure 91: Zoom sur l'évolution de la température sur les capteurs S4 et S7.

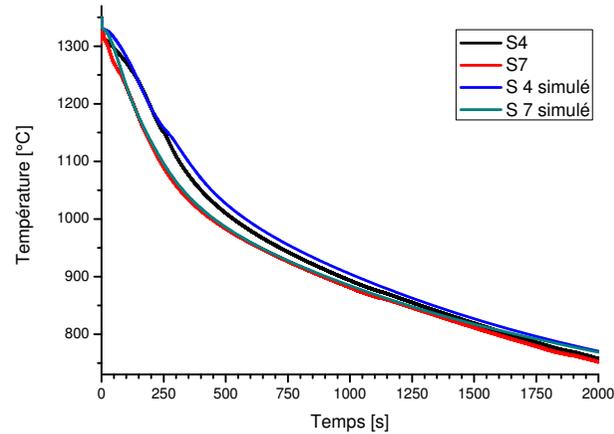


Figure 90: Evolution de la température sur les capteurs S4 et S7

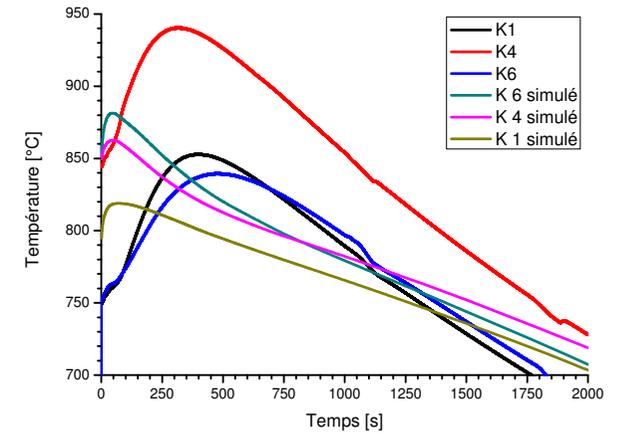


Figure 89: Evolution de la température des plaques chauffantes en acier sur les capteurs K1, K4 et K6.

Les Figure 85, Figure 86 et Figure 91 présentent l'évolution de la température des capteurs S dans les premiers instants. Sur les premières secondes, la température mesurée est systématiquement supérieure à 1330 °C. Le métal est donc liquide, ce qui induit des échanges thermiques importants avec le moule. Ce phénomène se traduit par une baisse très forte de la température mesurée sur les capteurs expérimentaux. Cet effet est retranscrit lors de la simulation grâce aux coefficients d'échange présentés Tableau 11. De plus, on aperçoit un décalage sur l'origine des courbes. Ce retard de 0,8 s pour la plaque de 5 mm entre S2 et S4 est dû au temps de remplissage. Ce phénomène est aussi observable pour les autres plaques. On constate que l'évolution des températures est similaire

sur les premières secondes entre les capteurs expérimentaux et numériques. C'est un point important car c'est dans cet intervalle que l'on détermine la vitesse de refroidissement des échantillons prélevés ailleurs dans la plaque (voire chapitre 2 partie 1.3.1). Une dernière observation très importante sur le premier graphique de chaque coulée est que dans chaque cas la température devient rapidement plus faible sur les capteurs expérimentaux que sur les capteurs numériques. Ce phénomène qui survient vers 4s pour la plaque de 5 mm, 20 s pour la plaque de 10 mm et enfin 6 s pour la plaque de 25 mm s'explique par la non prise en compte de la surfusion dans le logiciel Thercast. De ce fait, le modèle de ségrégation implémenté dans Thercast ne permet pas de rendre compte de ces évolutions.

Pour chaque plaque, les deux graphiques supplémentaires illustrent l'évolution de la température sur toute la durée de la simulation pour la plaque coulée d'une part et pour les plaques en acier d'autre part. On constate ainsi que la corrélation entre les résultats expérimentaux et numérique est assez bonne. Ceci est notamment vrai pour les capteurs S vers la fin de la solidification ce qui est fondamental pour une évaluation juste du temps local de solidification.

De même la similitude des températures mesurées et calculées dans les plaques en acier amène à la conclusion que les coefficients d'échange ont été déterminés avec justesse. Cependant, la comparaison des courbes d'évolution des capteurs K sur la plaque de 25 mm est moins bonne. Ceci provient sans doute d'une inhomogénéité de la température dans les plaques ainsi qu'un mauvais contact entre les capteurs expérimentaux et la plaque en acier proprement dit. Ce phénomène est dépendant de la mise en œuvre et donc survenir de manière ponctuelle comme cela semble être le cas ici.

II. Simulation de la microségrégation

2.1 Influence de la composition chimique sur les intermétalliques

Dans le chapitre 1 partie 1.1.2, l'impact des éléments chimiques composant l'Inconel 718 a été présenté. Il est question de l'ajout de tel ou tel élément pour obtenir une propriété particulière. Cependant, il est important de rappeler que la composition « commerciale » de l'Inconel 718 est définie par des tolérances sur chaque élément. D'où l'idée de commencer par connaître l'influence de chaque élément tout en restant dans l'intervalle de tolérance du superalliage.

Cette recherche a été focalisée sur le sujet principal de cette étude : la quantification des intermétalliques. Le logiciel Thermocalc avec la base de données Ni20 a été utilisé afin de simuler la solidification suivant les hypothèses de Gulliver-Scheil (chapitre 1 partie 2.1.2). On rappelle les tolérances de composition sur la définition commerciale de l'Inconel 718 utilisé par Snecma.

	%Pds	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Al	Ti	C	Co	Si
Inconel 718 Standard	Max	Base	20,5	21,0	5,5	3,3	0,8	1,15	0,08	1	0,35
	min	Base	16,5	17,0	4,8	2,8	0,2	0,70	0,02	0	0

Tableau 12 : tolérance de composition sur la définition commerciale de l'Inconel 718.

La démarche a consisté à simuler la solidification des compositions présentées Tableau 13. Chaque ligne a été testée. La première constitue la base de comparaison où tous les éléments d'alliage sont sur la borne basse de l'intervalle de tolérance. Sur les autres lignes, un élément et un seul est placé à sa valeur maximale suivant les spécifications.

Ni	Fe	Cr	Co	Nb	Al	Ti	Mo	C	Si	g^{NbC}	g^{Laves}	g^{delta}
Base	16,5	17	0	4,8	0,2	0,7	2,8	0,02	0	0,18	0,73	2,28
Base	20,5	17	0	4,8	0,2	0,7	2,8	0,02	0	0,18	1,28	1,93
Base	16,5	21	0	4,8	0,2	0,7	2,8	0,02	0	0,18	1,47	2,16
Base	16,5	17	1	4,8	0,2	0,7	2,8	0,02	0	0,18	0,81	2,29
Base	16,5	17	0	5,5	0,2	0,7	2,8	0,02	0	0,18	1,02	2,69
Base	16,5	17	0	4,8	0,8	0,7	2,8	0,02	0	0,17	1,02	1,75
Base	16,5	17	0	4,8	0,2	1,15	2,8	0,02	0	0,18	0,66	2,79
Base	16,5	17	0	4,8	0,2	0,7	3,3	0,02	0	0,18	0,73	2,42
Base	16,5	17	0	4,8	0,2	0,7	2,8	0,08	0	0,73	0,59	1,90
Base	16,5	17	0	4,8	0,2	0,7	2,8	0,02	0,35	0,18	0,74	2,80

Tableau 13: Compositions simulées avec Thermocalc et la base de données Ni20 sous les hypothèses de Gulliver-Scheil. A droite la fraction de phase obtenue en %. Les valeurs sont arrondies au centième. La phase sigma n'est pas indiquée car elle n'est pas observée dans les pièces obtenues dans les conditions industrielles.

Les résultats sont présentés Tableau 14. On retrouve l'impact sur les fractions de phase de tel ou tel élément qui avait pu être mis en évidence dans le chapitre 1 partie 1.1.2. Ces résultats montrent par ailleurs que tout en restant dans les spécifications commerciales de l'Inconel 718, les résultats de la solidification sous les hypothèses de Gulliver Scheil sont profondément modifiés. Par exemple, à la composition de base (ligne 1 du Tableau 13), la phase delta arrive 25 °C plus tôt que la phase de Laves. Cet écart devient nul lorsque Cr ou Fe sont au maximum, ce qui peut changer fortement la morphologie et la localisation de ces deux phases l'une par rapport à l'autre. À noter enfin l'impact très fort du Si malgré une très faible variation de composition. Sans effet sur la phase gamma et NbC, le silicium retarde de 20 °C l'apparition de delta et de 30 °C celles des phases de Laves et sigma. Cette dernière phase a été maintenue dans la présente étude même si elle n'est observable ni sur les pièces fabriquées par Snecma ni lors des observations expérimentales présentées au chapitre 2. Cependant, elle est clairement identifiée sur d'autres superalliages et les résultats présentés ici suggèrent que l'Inconel 718 « fortement allié » serait plus propice à l'apparition de cette phase.

Elément	Laves	delta	NbC	Sigma	Commentaire
Fe	↑↑↑↑	↓↓		↑	Impact proche mais plus faible qu'avec le chrome. Cependant T_{eut} gamma/laves est augmentée de 6 °C.
Cr	↑↑↑↑	↓		↑↑↑↑	Diminue le liquidus de 10 °C, la température des eutectiques de 40 °C pour delta, 10 °C pour NbC et 5 °C pour les Laves
Co	↑				Peu d'influence sur la solidification
Nb	↑↑↑	↑↑		↑	Même influence que le chrome sur la température d'apparition des phases
Al	↑↑↑	↓↓		↑↑	T_{eut} gamma/delta diminuée de 15 °C
Ti	↓	↑↑		↑↑↑	Diminue le liquidus et toutes les T_{eut} d'environ 5 °C
Mo		↑		↑↑↑	
C	↓↓	↓↓	↑↑↑↑		
Si		↑↑		↑↑↑↑	abaissement très important des températures d'eutectique (-20 °C)

Tableau 14 : Impact de chaque élément chimique dans l'intervalle de tolérance en composition. Sur les 4 premières colonnes est indiquée l'influence sur la fraction des phases. ↑ / ↓ indique une variation de +/- 5 à 15 % de la phase considérée du fait de la mise au maximum de composition de l'élément indiqué sur la ligne. ↑↑ / ↓↓ indique une variation de +/- 15 à 30 %, ↑↑↑ / ↓↓↓ indique une variation de +/- 30 à 60 %, ↑↑↑↑ / ↓↓↓↓ indique une variation supérieure à 60 %. Une variation comprise entre - et + 5% n'est pas repérée par un symbole.

L'étude de l'influence de la composition chimique a été poussée bien au-delà de l'intervalle de tolérance indiquée Tableau 14. Les objectifs étaient nombreux, conséquences de la complexité de l'Inconel 718, ses étapes d'élaborations et ses différentes utilisations [109] [110]. On citera notamment la recherche de l'impact de chaque élément chimique sur la détermination des températures de liquidus et solidus dont une première idée est donnée dans les commentaires du Tableau 14. De manière générale, il y a eu volonté d'établir des diagrammes de phase permettant la prédiction des structures brutes de solidification ou post traitement thermique. Plus proches de nos objectifs, ces démarches ont abouti à remarquer qu'une diminution de la quantité de phase de Laves était accessible en diminuant la concentration de Cr et Fe au profit de Ni. A terme, ces recherches ont conduit à l'élaboration d'un nouvel alliage aux propriétés supérieures, l'Inconel 718 ++.

Vis-à-vis des résultats expérimentaux, il n'y a que sur une seule analyse (coulée #2, 9 °C/s) où la composition est assez singulière avec un taux important de niobium, molybdène par exemple (Tableau 26). Ceci vient du fait que l'analyse a été conduite à la jonction des deux fronts de solidification.

Toujours en suivant les hypothèses de Gulliver-Scheil, la sensibilité des phases de Laves a une diminution de la teneur en Cr et Fe en partant de la spécification initiale de la ligne 1 du Tableau 13 est fournie Tableau 15. À noter que le taux de C se révélant positif à l'égard de la réduction des phases de Laves, toutes les simulations ont été menées avec 0,08% en poids de C. Autrement dit, la diminution de la quantité de phase de Laves repérée sur la case 17% Cr et 16,5% Fe (composition nominale) vient uniquement de la teneur en C.

Evolution de la fraction de phase de Laves		chrome en % poids			
		17	15,5	14	12,5
Fer en % poids	16,5	-16,5%	-37,2%	-53,1%	-67,2%
	15	-32,2%	-50,0%	-64,1%	-75,1%
	13,5	-45,7%	-60,6%	-72,4%	-81,5%
	12	-57,1%	-69,6%	-79,5%	-87,0%

Tableau 15 : Influence de la teneur en Cr et Fe sur la quantité de phase de Laves. La concentration de carbone est au maximum des spécifications commerciales, soit 0,08%. La base de comparaison est la ligne 1 du Tableau 13.

Tableau 15, on constate que sur des hypothèses de solidification égales, la fraction de phases de Laves peut être fortement diminuée par la variation du taux de Cr et Fe. Cependant, cette solution n'est pas sans conséquence. Si pour le chrome, un abaissement à une teneur limite de 12% n'impacte pas la résistance à la corrosion du matériau, l'abaissement du taux de fer engendre une augmentation non négligeable de la température de germination des phases durcissantes ce qui génère un surcoût lors des traitements thermiques [109].

2.2 Etude de l'impact de la vitesse de refroidissement à l'aide du modèle de microségrégation

Le modèle décrit chapitre 1 partie 2.2.2 a été utilisé afin de simuler la solidification de l'Inconel 718. Le modèle permet de prendre en compte notamment une diffusion finie dans le liquide et dans le solide ainsi que la surfusion de germination.

Ces simulations ont été réalisées en fixant la vitesse de refroidissement. Les éléments chimiques utilisés sont indiquée ici avec les valeurs de diffusion indépendante de la température issues de la base de données Ni20 développée par Nathalie Dupin et Johan Bratberg [89].

- Ni, la diffusion des autres éléments est considérée en fonction de cet élément de base.
- Cr, coefficient de diffusion dans le liquide : $2,65.10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$,
○ dans le solide : $6,14.10^{-13} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$
- Fe, coefficient de diffusion dans le liquide : $1,67.10^{-8} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$,
○ dans le solide : $3,78.10^{-13} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$
- Nb, coefficient de diffusion dans le liquide : $2,65.10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$,
○ dans le solide : $1,36.10^{-14} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$
- Mo, coefficient de diffusion dans le liquide : $2,65.10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$,
○ dans le solide : $1,35.10^{-13} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$
- Ti, coefficient de diffusion dans le liquide : $2,65.10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$,
○ dans le solide : $3,70.10^{-13} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$
- Al, coefficient de diffusion dans le liquide : $2,65.10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$,
○ dans le solide : $3,05.10^{-13} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$

Les autres données physiques fixées pour la simulation sont le coefficient de Gibbs Thomson à $3,65.10^{-7} \text{ m.K}$, lambda 1 à $180 \text{ }\mu\text{m}$ et lambda 2 à $30 \text{ }\mu\text{m}$. La température initiale est fixée à 1564 K .

Vitesse de refroidissement [K/s]	Surfusion [K] ΔT	Pas de temps [s]	Fraction massique d'eutectique
0,01	2,17	1	0
0,05	4,12	0,2	0,008697
0,1	5,43	0,1	0,067360
0,25	7,83	0,04	0,102102
2	17,95	0,005	0,121468
6	27,83	0,00166	0,11575
14	39,03	0,0007143	0,100201
20	45,00	0,0005	0,091413

Tableau 16 : Fraction d'eutectique finale issue de la simulation de la solidification de l'Inconel 718 par le modèle microseg [98] en fonction de la vitesse de refroidissement et de la surfusion.

La surfusion de germination présenté Tableau 16 est déterminée en ayant par avance défini une loi de croissance du type $v=A\Delta T^n$, où la vitesse est exprimée en fonction de la surfusion. Cette loi de croissance est établi avec d'une part les résultats expérimentaux établis sur toutes les

coulées avec le relevé de la surfusion sur les mesures de température et d'autre part un modèle de cinétique de croissance qui utilise les données de diffusion chimique et le coefficient de Gibbs Thomson ($A=6,42.10^{-7} \text{ m.s}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $n=2,506$). Cette loi de croissance est de nouveau utilisée dans le chapitre suivant et est issue de la littérature [100]. Puis à l'aide de la surfusion maximum et de la vitesse de croissance maximum, on définit un gradient thermique G car à tout instant $G.v=dT/dt$. Ce gradient est fixé pour le reste des calculs ce qui permet de calculer la surfusion pour chaque valeur de vitesse de refroidissement suivant la relation :

$$\Delta T = \left(\frac{|\partial T / \partial t|}{GA} \right)^{1/n}$$

La simulation de la solidification s'arrête dès l'apparition d'une phase intermétallique. A l'origine, le liquide est seul, puis germe la phase gamma, ce sont les deux phases avec lesquelles travaille le modèle. On néglige les nitrures ou oxydes qui sont présents dans le liquide dans un cas réel. La troisième phase apparaissant dans la métallurgie du superalliage est le carbure de niobium. Or ce carbure arrive précocement et il n'est pas impacté par l'évolution de la vitesse de refroidissement et reste largement minoritaire. L'idée a donc été de supprimer le carbone de la composition de base de l'alliage afin de ne pas voir apparaître ces carbures. Ce subterfuge permet au modèle de simuler la solidification jusqu'à une température beaucoup plus basse sans se priver d'informations importantes. Le Co et le Si n'ont eux aussi pas été pris en compte dans la mesure où la valeur minimale de ces éléments dans l'alliage est 0%. Ceci permet de simplifier les calculs sans modifier fortement la métallurgie de l'Inconel vu les faibles concentrations.

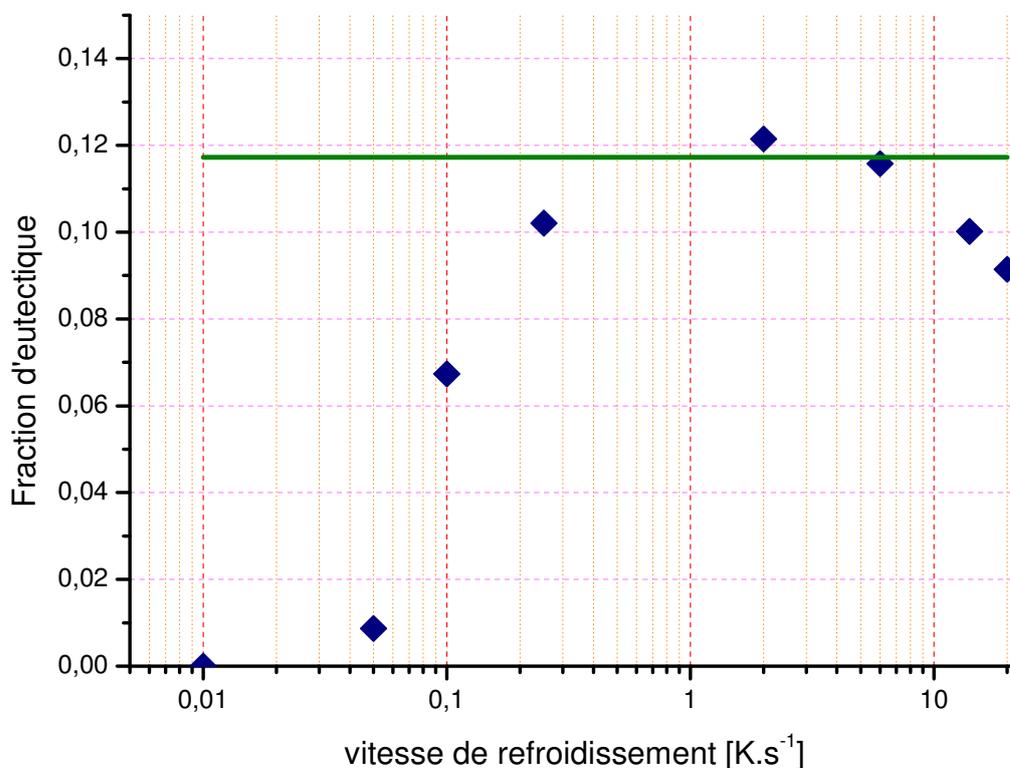


Figure 92 : Evolution de la fraction d'eutectique en fonction de la vitesse de refroidissement. La ligne verte continue correspond à la valeur théorique maximale.

À l'apparition d'une nouvelle phase le modèle s'arrête et l'un des résultats obtenus est la fraction de liquide résiduelle. La métallurgie de l'Inconel 718 nous permet d'affirmer que ce liquide résiduel se solidifiera suivant plusieurs réactions eutectiques mettant en jeu la phase gamma, la phase de Laves et la phase delta. C'est la raison pour laquelle on associe ce liquide résiduel à la fraction d'eutectique. Malgré tout, il faut rappeler que ces réactions eutectiques font notamment intervenir la phase gamma. Autrement dit, la quantité de phase gamma à la fin de la solidification ne correspond pas au complément de la fraction d'eutectique donné par le modèle. De même cette fraction d'eutectique ne correspond donc pas aux quantités de phase de Laves et delta cumulées.

L'évolution de la fraction d'eutectique résiduelle obtenue par le modèle illustre bien l'impact fort de la diffusion chimique pour les vitesses de refroidissement les plus faibles. Dans cet intervalle, le temps est donné à l'homogénéisation chimique par diffusion dans le solide empêchant la formation d'intermétallique à $0,01\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$. Puis la masse concernée par la réaction eutectique croît avec la vitesse de refroidissement jusqu'au maximum. On notera que théoriquement, ce maximum est défini par une simulation de la solidification où aucune diffusion ne serait autorisée dans le solide, ce qui maximise la quantité d'eutectique. Ce sont les conditions de Gulliver-Scheil. Toutefois, sur le point situé au-dessus de la limite théorique, le modèle rencontre des problèmes de convergence. Passé ce maximum, la vitesse de refroidissement augmente encore ainsi que la surfusion de croissance. Ceci induit une limitation de la ségrégation par enrichissement du solide formé (chapitre 1 partie 2.1.3). On assiste alors à une diminution de la fraction d'eutectique. Ces résultats sont comparés de manière qualitative avec les résultats expérimentaux dans le chapitre 4.

III. Simulation de la structure de grains

3.1 Le modèle Automates Cellulaires- Eléments Finis

Un modèle Automates Cellulaires- Eléments finis (CAFE) est développé à MINES ParisTech CEMEF, dont le dernier contributeur majeur est Tommy Carozzani [108]. La partie qui suit présente ses généralités. Il est basé sur des modèles physiques.

Le modèle CAFE a pour but de rendre compte de la croissance des structures solides lors de la solidification. Deux entités sont utilisées, à savoir le maillage éléments finis qui permet de résoudre les équations régissant les données physiques sur tout le système étudié et l'automate cellulaire. Cette autre subdivision est basée sur un découpage fixe du volume en cellules cubiques, plus fin que le maillage éléments finis.

L'état de ces cellules va permettre de suivre la croissance des structures solides dans le liquide. Cet état est noté I suivi d'un indice lié à la cellule, v dans l'exemple, I_v , peut être égal à 0, 1 ou 2 si la cellule est liquide, contient des grains en train de croître ou est entièrement solide. L'enveloppe de la structure est représentée par une forme octaédrique dont certaines frontières suivent la croissance macroscopique de la structure associée. Ce choix de représentation géométrique est motivé par le besoin de rendre compte des directions préférentielles de croissance des structures dendritiques des alliages métalliques à structure cubiques. Ainsi les pointes de dendrites sont orientées suivant la direction $\langle 100 \rangle$ coïncidant avec les sommets de l'octaèdre. Autrement dit, l'enveloppe est une représentation intégrale de la structure en s'appuyant sur les pointes des dendrites, mais l'intérieur de l'enveloppe est composé d'une phase solide qui croît dans le liquide.

Avant de suivre la croissance d'une structure solide, il convient de gérer la germination. La distribution des sites potentiels de germination est une donnée d'entrée, représentée en 2D par une gaussienne avec une densité de germination et une valeur de surfusion. Cette germination est gouvernée par deux critères. Tout d'abord, des conditions sur sa localisation sont posées en interdisant à une structure de germer s'il n'y a plus de liquide par exemple ou si cette structure existe déjà dans la cellule en question. Ensuite, un critère en température est déterminé en « tirant » une surfusion critique pour chaque site potentiel. Cette gestion aléatoire du critère en température ainsi que de l'orientation du germe créé permet de reproduire de manière satisfaisante la factualité.

La localisation et l'orientation du germe connues, sa croissance est régie par les équations et données physiques qui décrivent le système. À noter que si les directions de croissance privilégiées restent toujours sur les sommets de l'octaèdre originel, cette enveloppe peut naturellement se déformer sous l'effet du gradient de température. La croissance d'une structure est suivie au-delà de la cellule initiale par capture de cellules voisines. Cette capture est effective lorsque le centre d'une cellule voisine est atteint par l'enveloppe. Les conditions de cette capture restent la présence de la phase liquide propice à la croissance de la structure ou la non présence préalable de la structure. Afin d'éviter l'accroissement de l'octaèdre, repérant certaines frontières

de l'enveloppe, une nouvelle forme géométrique est définie afin de suivre toujours localement l'évolution de l'enveloppe. L'algorithme réalisant cette tâche a été introduit par Gandin *et al.* [111].

Enfin le choix de caractériser les cellules par des états élémentaires ainsi que des variables à valeur finie permet de réduire considérablement le temps de calcul en concentrant la puissance de calcul sur les zones de transition.

3.2 La mise en données

Les trois épaisseurs de plaques ont été simulées avec le modèle CAFE. Un volume est défini pour réaliser le maillage par élément fini. Pour la partie automate cellulaire, il y a plusieurs données d'entrée à fournir au modèle :

- Une loi de croissance : à l'aide d'un modèle numérique, en fonction du rayon de courbure de l'interface solide/liquide et des coefficients de diffusion des éléments d'alliage dans le liquide, le profil de composition chimique est établi en lien avec la vitesse de croissance du solide. Autrement dit, il est possible de déterminer la vitesse d'avance du solide en fonction de la surfusion. Ce travail est réalisé sur un échantillon de points afin de définir une loi du type :

$$v = A\Delta T^n$$

La corrélation des courbes a permis d'établir $A=6,42.10^{-7} \text{ m.s}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $n=2,506$.

- Une taille de cellule : elle est de 5 μm pour la plaque de 5 mm, 25 μm pour la plaque de 10 mm et 50 μm pour la plaque de 25 mm.
- Un pas de temps : 0,02 seconde pour la plaque de 5 mm et 0,05 pour les deux autres.
- Les conditions thermiques : le volume simulé correspond à un petit élément extrait de la plaque. Ce petit élément volumique comprend les faces extérieures des plaques (faces latérales verticales). Une condition adiabatique est imposée sur les 4 autres faces. Bien entendu, le petit élément de volume que l'on souhaite simuler est celui où se trouvent les analyses menées au chapitre 2. Les simulations réalisées avec Thercast ont permis d'accéder à l'histoire thermique de l'extrême surface de la plaque dans les lieux choisis (plus de détails sont donnés Chapitre 4 partie 2). Ce sont donc ces résultats qui sont implémentés dans le calcul.

Le dernier élément nécessaire est la densité de germination. Plusieurs observations peuvent nous permettre de l'estimer. Elles sont issues des cartes EBSD des échantillons étudiés (Figure 40Figure 43). Tout d'abord, l'observation attentive des côtés correspondant au contact entre la plaque d'Inconel et le moule permet d'établir par analyse inverse la densité de germination sur les faces extérieures. Deux types de contact sont définis, celui entre le métal et le feutre d'alumine et celui entre le métal et la plaque chauffante en acier. Pour chacun des types, la valeur moyenne des observations de tous les clichés disponibles est retenue. Puis, la densité de germination volumique est déterminée de la même manière en observant le résultat des simulations dans leur ensemble. Ces données ont été utilisées pour les trois simulations. Ces simulations sont différentes tant en termes de volume simulé, de type de contacts extérieurs et de conditions thermiques. La bonne corrélation entre les résultats des simulations et les cartes EBSD expérimentales permet de valider les lois de germination choisies.

La répartition de la densité de germination suit une loi normale d'écart type σ et de surfusion moyenne μ . La deuxième colonne du Tableau 17 exprime la densité maximale de sites de germination.

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} e^{\left\{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}\right\}}$$

Type de loi	Densité de germination [m ⁻³]	Surfusion moyenne [K]	Ecart type σ [K]
Surfacique : Inconel/feutre d'alumine	5.10 ⁵	1,5	0,5
Surfacique : Inconel/plaque chauffante en acier	2.10 ⁸	1,5	0,5
Volumique	8.10 ⁷	1,5	0,55

Tableau 17 : paramètres des lois de germination utilisés pour toutes les simulations en fonction du types de contacts.

3.3 Les résultats

Figure 93 : comparaison qualitative des résultats de la simulation à gauche sur une coupe centrale d'un volume de section 1 mm par 1 mm et de longueur 5 mm avec les résultats expérimentaux (Structure granulaire de l'échantillon extrait de la plaque de 5 mm).



1 mm

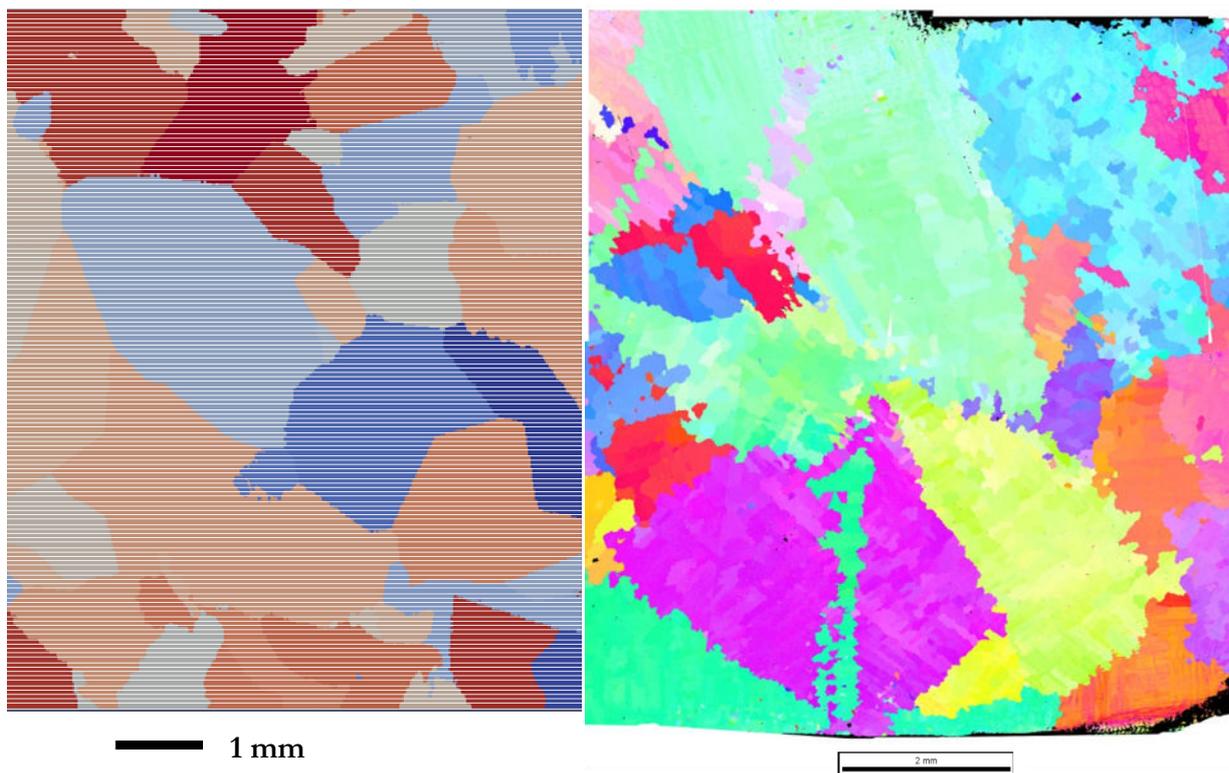


Figure 94 : comparaison qualitative des résultats de la simulation. A gauche une partie d'une coupe de la simulation correspondant à la plaque de 10mm. Le volume simulé est égal à un cube de 10 mm de côté. A droite, une carte EBSD issue de la plaque de 10 mm coulée sans surchauffe.

La comparaison des résultats expérimentaux et numériques permet de valider les lois de germination choisies. On retrouve notamment assez bien la transition colonnaire equiaxe ainsi que la densité de germination surfacique. Cependant, on peut remarquer que globalement, la germination en volume est sous-estimée dans les simulations. On peut poser l'hypothèse que la fragmentation des bras de dendrite lors de la solidification, puis la croissance de nouveaux grains à partir de ces débris provoque une augmentation importante du nombre de grains. Ce phénomène n'étant pas pris en compte dans la simulation, on obtient davantage de gros grains et jamais de très petits grains en volume.

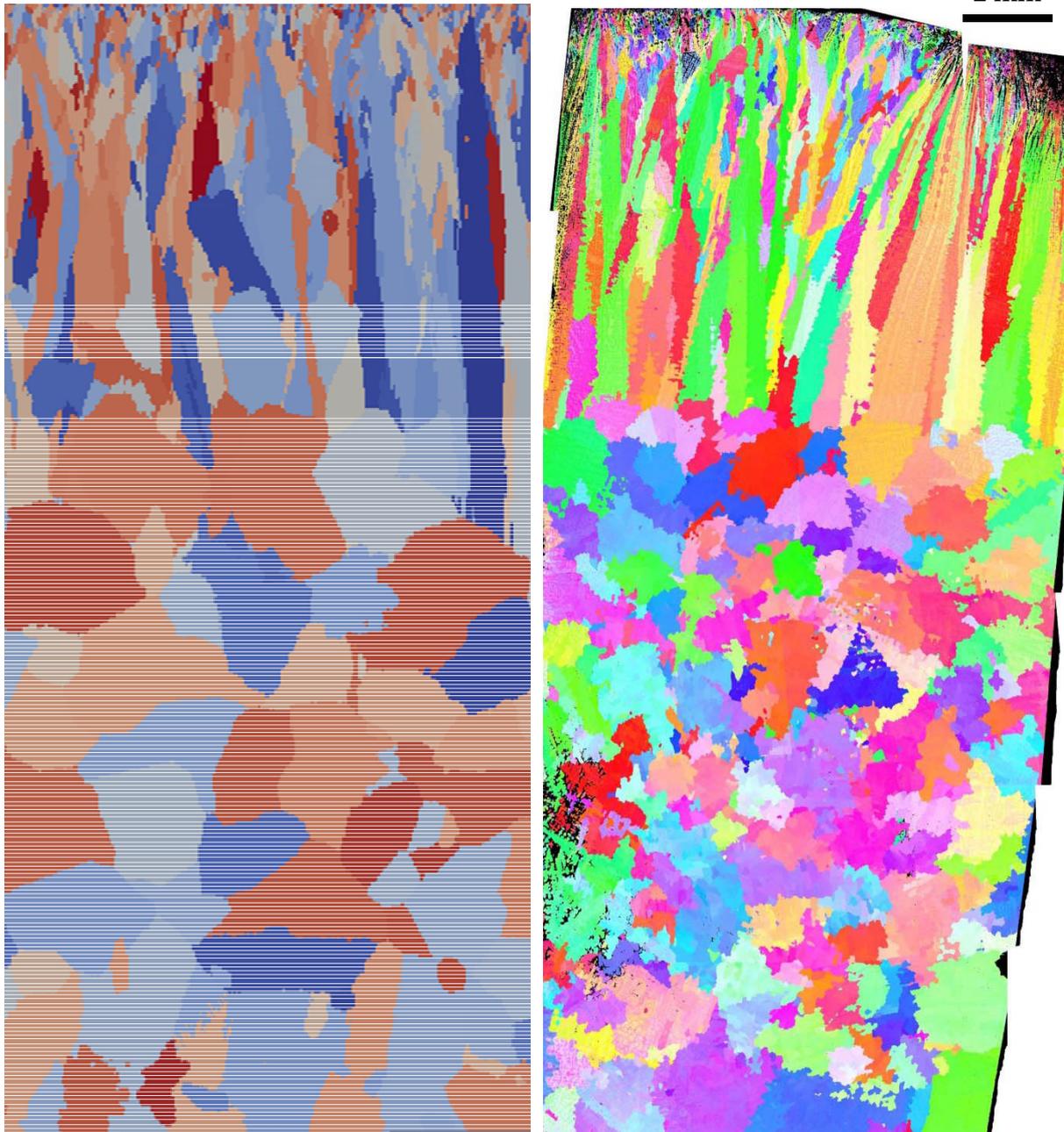


Figure 95 : comparaison qualitative des résultats de la simulation. À gauche une partie d'une coupe de la simulation correspondant à la plaque de 25 mm. Le volume simulé est un pavé de section 20 mm par 20 mm et de longueur 25 mm. À droite, une carte EBSD issue de la plaque de 25 mm

Discussion

I. Les paramètres influant la structure de solidification de l'Inconel 718

L'objectif de cette étude a été de tester l'influence de plusieurs paramètres sur la structure métallurgique de l'Inconel 718 brut de solidification. Par expérience, nous savons que la vitesse de refroidissement ou le temps local de solidification, le gradient thermique appliqué et donc la morphologie des grains, ainsi que la composition chimique initiale pouvaient avoir une influence. C'est pourquoi chaque point a été scruté en détail.

L'impact de la vitesse de solidification est l'un des thèmes directeurs de cette étude. Plusieurs documents laissent clairement entendre que ce paramètre avait un rôle à jouer [6] [28]. C'est ce qui a guidé les solutions techniques lors de la conception du moule. On rappelle le résultat en termes de vitesse de refroidissement obtenu après dépouillement des données expérimentales et numériques issues de quatre coulées distinctes : une diminution des fractions des phases intermétalliques est trouvée lorsque la vitesse de refroidissement augmente (Figure 63). Cette diminution est constatée dans l'intervalle de vitesse de refroidissement 2,5-25 °C/s.

Les données à fortes vitesses de refroidissement proviennent de la plaque de 5 mm. L'intervalle de tolérance élargi vient du fait que l'intervalle de temps entre deux enregistrements de température est trop important pour détenir une bonne fiabilité d'interprétation. Ceci concerne le point à 20°C/s situé au centre de l'échantillon proche du capteur. Pour les deux valeurs encadrant ce point, la vitesse de refroidissement est déduite des simulations Thercast avec l'incertitude associée. Le point important est que l'évolution de ces trois points à l'intérieur de leur intervalle d'incertitude est conjuguée. Il n'est donc pas possible de les imaginer se rapprocher les uns des autres. Les trois mesures faites autour de 10°C/s sont dans la même situation. L'intervalle d'incertitude impliquerait même de pouvoir considérer une interversion ce qui est donc impossible du fait de leur évolution liée. Cependant, ce n'est pas le cas des trois mesures à basse vitesse de refroidissement. Elles sont issues de deux coulées distinctes avec des intervalles d'incertitude qui se recoupent. D'ailleurs, ces points sont inversés sur la représentation basée sur le temps local de solidification.

Concernant les valeurs de fractions de phases, les intervalles d'incertitudes ont été explicités Chapitre 2 partie 3.1 et les fractions de phases sont exprimées en % surfacique. Ainsi, tout rapprochement avec des résultats de modèles, exprimé en % massique, doit être fait de manière qualitative. La raison unique n'est pas l'impossibilité d'une comparaison directe après conversion

des données expérimentales en % massique mais la nature non quantitative des résultats du modèle à l'heure actuelle.

À propos des carbures de niobium, la relative constance des valeurs trouvées expérimentalement était attendue d'après les résultats des simulations présentées Figure 8 et Tableau 3. La proportion de carbures étant presque la même que l'on prenne l'hypothèse de loi des leviers ou celle de Gulliver-Scheil, ceci signifie que la diffusion chimique a peu d'impact sur la quantité finale de carbures. Cependant, il n'y a pas d'évolution y compris pour des vitesses de refroidissement rapide, ce qui impliquerait que la surfusion n'a pas non plus d'influence. Une conséquence directe d'une forte surfusion est une diminution de la ségrégation chimique, notamment pour les éléments les plus ségrégués comme le niobium. Seulement la composition nominale de l'alliage, 5 % de niobium et 0.05 % de carbone (valeur moyenne en %pds) et celle des carbures, 66.5 % de niobium et 11.5 % de carbone (en %pds d'après la base de données Ni20) font clairement apparaître que le carbone est l'élément limitant dans la formation des carbures. Deux informations viennent appuyer cette hypothèse. D'une part la forte diffusivité du carbone dans le liquide et dans le solide pourrait expliquer la non influence de la surfusion dans la formation des carbures. D'autre part les résultats présentés Tableau 14 indiquent clairement le rôle du carbone, dans l'intervalle de tolérance, à favoriser, seul, la formation des carbures.

Ces carbures se présentent sous forme de cubes clairs en électrons rétrodiffusés. Suivant l'angle de coupe utilisé lors de la préparation de l'échantillon, ces cubes sont visibles tels des carrés ou triangles. Il n'est donc pas aisé de les caractériser en termes de taille, toutefois, qualitativement on peut affirmer que la taille des carbures diminue avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. Il n'est pas impossible que cette taille puisse être corrélée aux espacements interdendritiques présentés Tableau 7. Les carbures se forment assez tôt lors de la croissance de la phase Gamma. L'espacement entre deux branches de dendrites peut définir un volume dans lequel le carbone est très mobile pour former localement un carbure de niobium. La diminution de ce volume diminue la taille de chaque carbure mais en augmente le nombre.

La fraction de phase delta suit une évolution plus contrastée. On peut d'abord remarquer la grande homogénéité des mesures à basse vitesse de refroidissement. Avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement, on voit une augmentation significative de la fraction de phase. Ce résultat était attendu à la lumière des phénomènes mis en jeu lors de la solidification et présentés chapitre 1 partie 2.1.2. A partir de 9.5 °C/s, une série de neuf points indique clairement une diminution jusqu'à disparition complète de la phase delta. Ceci est l'illustration de l'impact de la surfusion de croissance et de germinations décrites chapitre 1 partie 2.1.3. Malgré tout, il n'était pas attendu une disparition totale de la phase delta pour une vitesse de refroidissement qui reste relativement faible.

Ces phases delta se présentent sous forme de nodules répartis sur le pourtour des phases de Laves ou bien sous forme d'aiguilles. Sur l'ensemble des observations menées une constante est apparue : tous les nodules observés dans un espace interdendritique ont la même orientation cristallographique. Les simulations présentées chapitre 3 partie 2.1 ont montré également que les phases delta apparaissaient dans la plupart des cas quelques degrés au-dessus des phases de Laves. Alors la réaction eutectique Gamma/delta/Laves, qui conduit dans la plupart des cas à des géométries identiques à celles montrées Figure 73a, peut s'imaginer en trois dimensions comme

une main tenant une pierre. L'air environnant est la phase gamma, la pierre la phase de Laves et enfin la main la phase delta. Le premier germe de phase delta est au niveau du poignet, puis la croissance de cette phase s'effectue par de multiples branches ou « doigts ». Cette disposition induit que tous les « doigts » de phases delta ont la même orientation cristallographique puisqu'ils ont la même origine. Ce premier germe apparaît dans un espace interdendritique suffisamment grand pour causer une ségrégation chimique permettant l'apparition de phase delta. Puis ce nodule va s'étendre jusqu'à rejoindre le front solide opposé.

Les résultats des simulations présentées Tableau 3 et Tableau 14 ont montré que, suivant les hypothèses de Gulliver-Scheil, quelle que soit la composition initiale choisie dans l'intervalle de spécification, la solidification produit une quantité comparable de phases de Laves et de phases delta. Or d'après les résultats expérimentaux, il y a un écart manifeste dans la proportion des deux phases. L'explication de ce phénomène est à trouver dans les transformations à l'état solide non prises en compte dans la simulation de solidification. En effet, la phase γ'' est la forme métastable de la phase delta. Or à l'issue de la solidification le matériau se refroidit lentement ce qui favorise la transformation à l'état solide de la phase delta en γ'' dans les espaces interdendritiques riches en niobium. Bien sûr, la cinétique de ce phénomène est dépendante de la température et démarre autour de 900 °C. Or on constate sur les Figure 83Figure 90 qui décrivent l'évolution de la température lors de la coulée des échantillons, que l'on passe au moins une dizaine de minutes à une température voisine de 900 °C. Cette situation favorise la formation des phases γ'' . On l'a vu dans le chapitre 1, la phase γ'' est une phase qui durcit fortement le matériau mais il n'est pas possible de la quantifier avec les outils utilisés pour l'étude expérimentale. L'idée a donc été de mesurer la dureté du matériau. Ces tests ont montré que le matériau fabriqué au laboratoire possédait une dureté comparable à celui ayant subi les traitements thermiques standards utilisés par SNECMA Vernon. Cette formation en quantité importante de γ'' est sans doute la raison pour laquelle la quantité finale de phases delta est inférieure à ce que l'on pouvait attendre au vu des simulations. Une étude présente en détail l'impact de la vitesse de refroidissement, et notamment en dehors de l'intervalle de solidification, sur les quantités couplées de phases delta et γ'' ainsi que sur leurs impact sur la dureté du matériau brut de solidification [33]. Les conclusions de l'étude conforte les hypothèses retenues. L'autre raison pour laquelle la fraction de phase delta est inférieure aux quantités obtenues par les simulations vient de sa morphologie. La phase delta est présente sous forme de petit nodule ou de fine aiguille ce qui amoindrit les possibilités de détection au MEB.

Si on observe maintenant l'évolution de la phase de Laves, il apparaît nettement que sa quantité décroît avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. Comme pour les phases delta, ce phénomène est l'illustration de l'impact de la surfusion de croissance décrit chap.1 partie 2.1.3. L'autre explication aurait pu être la composition chimique. Il est vrai que sur l'ensemble des coulées réalisées, la matière vient de deux lots différents. Le premier contenait manifestement plus de niobium que le second (pour plus de détails, voir annexe 1). Toutes les zones d'analyse ayant plus de 5.6 %pds de niobium proviennent du premier lot, toutes les autres, avec moins de 5.4 %pds, proviennent du second lot. Cependant il n'y a aucune corrélation entre la répartition des coulées entre ces deux lots matière et les vitesses de refroidissement. On retrouve des faibles taux de niobium à la fois sur les trois vitesses de refroidissement les plus rapides et sur celle la plus lente. Seul un point est affecté par une différence de composition, c'est celui mesuré à une

vitesse de 9 °C/s. Cette analyse révèle une composition à près de 6,7 % en niobium, ce qui est nettement au-dessus des spécifications mais aussi supérieur à la composition relevée sur la même plaque à 6,1 % en niobium pour les vitesses de 10,5 °C/s. C'est sans doute la raison pour laquelle la fraction d'intermétalliques progresse fortement entre 10,5 °C/s et 9 °C/s. L'explication de cette variation de composition dans un même échantillon vient de la localisation des zones étudiées. Alors que les deux analyses à 10,5 °C/s ont été conduites au milieu de l'épaisseur, celle à 9 °C/s se trouve à la jonction des deux fronts solides, soit légèrement décalée vers un bord. Or le gradient thermique mesuré à l'aide des simulations avec le logiciel Theracast et présenté Tableau 7, 1.5 °C/mm, induit une fin de solidification légèrement colonnaire (Figure 40Figure 48). Ce mode de solidification peut provoquer une légère macroségrégation. On peut donc émettre l'hypothèse qu'une macroségrégation a provoqué un enrichissement de la zone de jonction des deux fronts solides. Cette macroségrégation est également en accord avec l'idée d'une ségrégation différente entre les joints des grains menant à des taux de phases différents en comparaison de celles intragranulaires.

Ces résultats expérimentaux sont maintenant à comparer à ceux obtenus avec le modèle numérique de simulation de la microségrégation. Ce modèle prenant en compte la diffusion chimique et la surfusion lors de la solidification, il était intéressant de simuler un large intervalle de vitesses de solidification. Malgré tout, la comparaison des résultats expérimentaux et numériques reste qualitative, car d'une part le modèle s'appuie sur une base de données cinétiques calculant des coefficients de diffusion chimique dont la justesse n'est pas démontrée, d'autre part les résultats expérimentaux sont exprimés en % surfacique alors que les résultats numériques indiquent une quantité de liquide résiduel en % pds, siège de réactions eutectiques telles que liquide->Gamma+Laves+delta. Nous nous contenterons donc de discuter des tendances données par les deux travaux.

On l'a vu dans le chapitre 2 partie 3.1, la vitesse de refroidissement mesurée expérimentalement n'est pas une donnée très fiable car elle est établie sur quelques points de mesure mais surtout parce qu'elle ne caractérise pas de manière juste la vitesse de refroidissement durant toute la solidification. En effet, le rapport des volumes entre le métal coulé et le moule implique que le moule se réchauffe très vite, et donc la vitesse de refroidissement mesurée de manière presque instantanée juste avant le début de la solidification n'est pas représentative de la vitesse de refroidissement sur tout l'intervalle de solidification. Afin d'établir les vitesses de refroidissement utilisées pour la simulation, on a privilégié les mesures expérimentales de temps local de solidification rapportées à l'intervalle de solidification afin d'en déduire une moyenne en Kelvin par seconde. Par cette méthode, les coulées expérimentales ont été réalisées entre 0.3 et 1.3 K/s. Un des intérêts du modèle a été de pouvoir aller au-delà de ces bornes en termes de vitesse de refroidissement. Sur cette base, on s'aperçoit que là où le modèle prédit une allure en cloche, les résultats expérimentaux ne montrent qu'une diminution de la fraction d'intermétalliques. Dans l'intervalle considéré, cette diminution est même plus prononcée que celle prédite par le modèle. Plusieurs hypothèses peuvent expliquer ces différences. D'une part, le manque de données expérimentales pour les faibles vitesses de refroidissement et la proximité des trois analyses de ce côté de l'intervalle d'étude laisse penser, comme expliqué précédemment, que la baisse de la fraction des intermétalliques pour des vitesses de refroidissement encore plus lente existe mais n'est pas observable expérimentalement avec les résultats de cette étude. D'autre

part, la diminution plus forte et plus précoce des intermétalliques sur les résultats expérimentaux peut s'expliquer par un taux en niobium relativement faible sur les trois zones analysées sur la plaque de 5 mm (vitesses de refroidissement les plus élevées) et la non prise en compte par le modèle de la surfusion de la réaction eutectique.

Pour chaque simulation de vitesse de refroidissement, on opte pour une valeur de surfusion déterminée en fonction de celle observée expérimentalement. Enfin, les données de sortie du modèle évoluent très faiblement avec la modification des paramètres λ_1 et λ_2 .

La macroségrégation évoquée page précédente ne concerne pas tous les échantillons. Le Tableau 7 indique que les échantillons se sont solidifiés sous des gradients thermiques très différents. Ces résultats étaient attendus ; par exemple la plaque de 10 mm avec surchauffe présente une vitesse de refroidissement locale identique à celle de 25 mm. Les volumes et épaisseur de métal à solidifier étant très distincts, il était prévisible d'observer un gradient thermique fort dans la plaque de 25 mm. Le phénomène remarquable est de constater que tous les échantillons solidifiés sous un gradient thermique supérieur à 1 °C/mm présentent une zone à structure de solidification colonnaire dans une partie de l'épaisseur. Il n'y a que sur la plaque de 25 mm où le gradient thermique calculé est de 4.6 °C/mm alors qu'il s'agit d'une zone à structure de solidification équiaxe. En effet, la transition colonnaire/équiaxe a eu lieu plus tôt (Figure 42). Ceci suggère que le gradient thermique ne suffit pas pour prédire le type de structure de solidification, il faut notamment prendre en compte la vitesse de refroidissement.

Au regard des résultats présentés chapitre 2 partie 0, cette différence de structure de solidification, ainsi que de composition chimique globale n'a pas d'impact sur la composition chimique des phases. Ceci est vrai pour les intermétalliques dont la mesure de la composition ne révèle aucune particularité si ce n'est un début probable d'homogénéisation pour la vitesse de refroidissement la plus lente. Mais c'est aussi vrai pour la phase Gamma dont les gradients de composition mesurés ne montrent pas d'influence du type de structure, ni de la composition initiale alors que la vitesse de refroidissement a un rôle manifeste. Pour les deux vitesses de refroidissement les plus fortes, le taux de ségrégation dans la phase Gamma est diminué de 25% et 60% respectivement.

Sur une première approche du chapitre 2 partie 3.3, les résultats présentés Tableau 8 indiquent une germination privilégiée des intermétalliques aux joints de grains par rapport aux espaces interdendritiques, mais sans donner de tendance claire quant à l'influence de la vitesse de refroidissement sur ce phénomène. Cependant, la mise en rapport des proportions d'intermétalliques avec la désorientation relative des deux grains formant le joint auquel ils appartiennent, résultats présentés Figure 72, montre une germination privilégiée sur les joints de grains faiblement désorientés. En prenant en compte les symétries des structures cubiques à faces centrées, la désorientation relative entre deux grains va de 0 à 66.6 °. Or la répartition des points de mesures sur la Figure 72 ressemble à une parabole centrée sur 33 °. Ceci sous-entend que pour une très faible désorientation 0° ou une très forte désorientation 63 °, on retrouve davantage d'intermétalliques. Ce résultat est inattendu et peu d'hypothèses nous permettent aujourd'hui de l'expliquer. Il est certain que la croissance des grains s'effectue suivant des directions privilégiées. Cette différence de vitesse de croissance peut-elle expliquer une plus rapide ou plus lente fermeture de l'espace intergranulaire avec diminution ou augmentation de la quantité

d'intermétalliques qui l'accompagnent ? Dans ce cas, il faudrait pour conclure associer une désorientation relative entre les deux grains à leur orientation propre afin d'estimer leur vitesse de croissance suivant la normale au joint de grains étudié. A moins que ces deux informations couplées puissent expliquer la possibilité ou non donnée au liquide extragranulaire de s'échapper et générer ainsi de la macroségrégation. Quoi qu'il en soit, l'analyse conduite sur la zone refroidie à 3 °C/s ne possède qu'un seul joint de grains la traversant de part en part. C'est la raison pour laquelle cette analyse de la coulée #3 est placée sur 0 sur la Figure 72 car ce graphique présente les résultats "centrés" sur zéro pour pouvoir comparer les coulées entre elles. L'élément important est que les deux grains présents ont une désorientation relative d'environ 30°, soit le cas le plus favorable pour éviter la formation d'intermétalliques au joint de grains suivant les constatations faites dans ce paragraphe. Autrement dit, dans le Tableau 8, le taux moyen pondéré pour l'analyse de la coulée #3 est vraisemblablement minoré du fait de cette désorientation défavorable. Cette observation modifie les conclusions que l'on peut tirer du Tableau 8 car il apparaît désormais plus nettement qu'une diminution de la vitesse de refroidissement favorise la formation d'intermétalliques aux joints de grains quelle que soit la désorientation relative de ceux-ci. Dernière hypothèse émise est la présence à 23° et 36,9° d'angle de cohérence pour les structures cubique à face centré. C'est angle particulier implique un désordre minimum entre deux grains ce qui ne facilite pas la formation d'une structure cristallographique différente. Cependant un autre angle de cohérence majeur est à 63° or ce l'angle pour lequel il y a le plus d'intermétallique présent.

Plus généralement, on peut déduire de la Figure 71 que la diminution de la vitesse de refroidissement a une influence sur la ségrégation aux joints de grains. Quelle que soit la désorientation relative, la fraction totale d'intermétalliques ou la composition initiale, une augmentation de la fraction d'intermétalliques aux joints de grains s'accompagne d'une ségrégation plus forte dans cet espace. En effet, on observe une concentration plus élevée de tous les éléments ségrégés positivement et inversement pour ceux ségrégés négativement dans la surface du joint de grains. Bien entendu, par leur composition, ces intermétalliques ont une contribution dans cette observation. Cependant leur fraction reste toujours très largement minoritaire, quelques pourcents, alors que le rapport de composition entre l'intérieur et l'extérieur du joint de grains peut être supérieur à 15 %. Ceci est donc la preuve que la diminution de la vitesse de refroidissement augmente la ségrégation chimique aux joints de grains ce qui explique le précédent résultat : l'augmentation de la quantité d'intermétalliques pour ces mêmes conditions.

Cette constatation amène à se poser la question de l'impact de ces phénomènes sur les propriétés mécaniques de la pièce de fonderie. Des essais mécaniques sur des échantillons contenant des phases de Laves ont été réalisés par SNECMA Vernon. Les Figure 96 et 97 illustrent le résultat de ces tests sur des nodules de phase de Laves

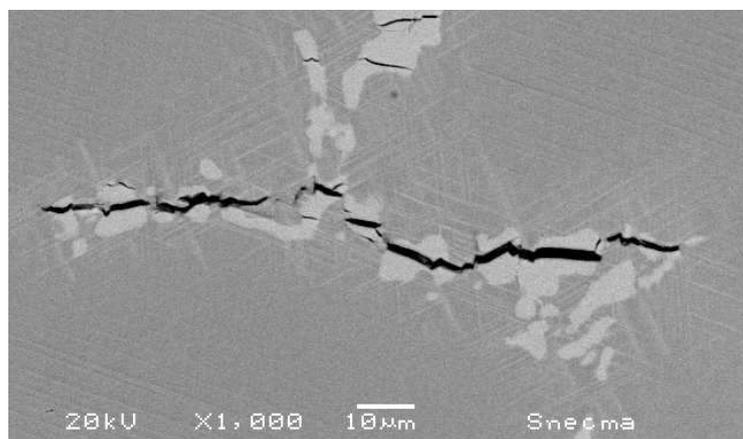


Figure 96 Nodule de phase de Laves soumis à un essai de traction.

en traction. On voit clairement que des fissures apparaissent dans les phases de Laves bien avant que la phase gamma soit endommagée. Ceci traduit le fait que les phases de Laves sont fragiles, couplé à leur géométrie accidentée elles sont le lieu d'amorces de fractures de la phase gamma en augmentant le coefficient de concentration contrainte à leurs extrémités. Maintenant, d'après les conclusions des derniers paragraphes, il y a davantage de phases de Laves aux joints de grain qu'à l'intérieur de ces derniers. Ceci

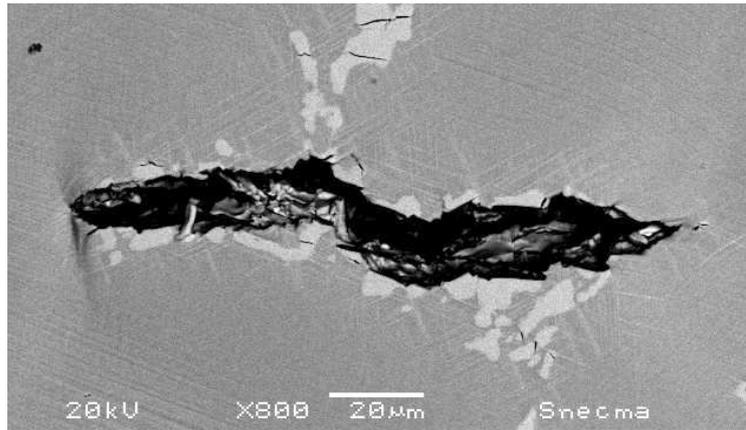


Figure 97: Début de fracture du matériau amorcée sur une phase de Laves

est problématique car généralement le joint de grain est un lieu de faible cohésion de la matière dans un matériau métallique. De plus, étant générées par la ségrégation chimique, les phases de Laves présentes aux abords des joints de grains ont tendance à se placer précisément sur ces derniers dans le sens de leur plus grande longueur. Ceci fragilise d'autant le joint de grain.

Cependant, il faut rappeler que la ségrégation chimique extragranulaire induit aussi une forte concentration en niobium aux joints de grains. Cet état de fait provoque la formation de phase γ'' qui renforce considérablement le matériau. Autrement dit, le joint de grain est loin d'être le point faible d'une pièce en Inconel 718 (Ce point a déjà été évoqué dans le chapitre 1 partie 1). Dernier atout, des travaux ont montré que sur des aciers au niobium, la présence de petits nodules de phase de Laves sous forme de chapelets le long des joints de grains augmentaient sensiblement la résistance au fluage [112]. On s'écarte ici de l'Inconel 718 et des utilisations pour moteur cryogénique même si il est possible d'obtenir des petits nodules après traitements thermiques mais il est intéressant de constater que les phases de Laves se comportent comme des barrières au déplacement des dislocations.

En conclusion les résultats de l'étude expérimentale ont mis en évidence le poids de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de l'Inconel 718 brut de solidification. Les phénomènes physiques présentés dans le chapitre 1 partie 2 permettaient d'anticiper le rôle de la vitesse de refroidissement sur la proportion d'intermétalliques. Malgré tout, nous ne nous attendions pas à voir la surfusion devenir si rapidement un phénomène prépondérant dans la description de la solidification. Cette constatation est aujourd'hui confirmée par le modèle de microségrégation présenté dans le chapitre 3 partie 2. L'autre aspect novateur est la description et la quantification de l'empreinte de la vitesse de solidification sur la ségrégation et la germination d'intermétalliques dans les espaces intergranulaires. Cependant, il reste très compliqué de définir des préconisations concernant l'amélioration de processus industriels. Mais une connaissance fine des vitesses de solidification et gradients thermiques permettrait néanmoins de situer les conditions de solidification utilisées par rapport aux données collectées dans cette étude.

II. Les enseignements issus de la modélisation numérique

Les résultats du modèle de microségrégation mettent en perspective les observations expérimentales. C'est donc un travail important pour cette thèse car il permet d'approfondir l'interprétation des résultats expérimentaux ainsi que de valider le modèle sur un cas aujourd'hui bien défini. Les conclusions sur ce modèle ont été détaillées dans la partie précédente et les perspectives seront développées dans la partie qui suit.

À une autre échelle, la simulation macroscopique de la coulée avec le logiciel Thercast revêt un caractère central dans cette étude. Tout d'abord, ce modèle a connu de substantielles évolutions ces trois dernières années et la simulation thermomécanique des coulées expérimentales est à la fois un sujet de validation ainsi qu'un bon exemple des fonctionnalités de ce logiciel. Ensuite les aboutissements de la mise au point des simulations ont été nombreux. Il a ainsi été possible de déterminer avec une certaine confiance les coefficients d'échange à chaque interface que ce soit pour les pièces de moule ou pour le métal coulé. Ces données ont été établies à l'aide des données thermiques des trois géométries de plaques coulées. En retour, les simulations ont permis de connaître l'histoire thermique de tout point pris dans la plaque coulée. Ces informations sont très intéressantes pour les analyses détaillées présentées chapitre 2 partie 2. Elles permettent d'accéder à un éventail de vitesses de refroidissement beaucoup plus vaste que celui fourni par les quelques capteurs. Un autre achèvement de la mise au point de ces solutions fut une réflexion globale portée sur le moule une fois les premières simulations achevées. Par une présentation claire, de nombreuses réponses ont été trouvées sur des sujets divers tels que l'isolation thermique du moule, la minimisation du volume des pièces en réfractaire, la répartition de la puissance dans les plaques chauffantes ou encore la position la plus intéressante pour les capteurs. Enfin, la visualisation des résultats a permis de quantifier les gradients thermiques pour toutes les plaques. Ces gradients thermiques sont présentés Tableau 7.

Les simulations sur le logiciel Thercast ont été aussi précieuses dans l'exécution des simulations de structure de grains. En effet, l'une des données d'entrée de ce modèle est la température aux interfaces du volume simulé. Si sur quatre faces du pavé, les conditions sont simplement adiabatiques, les deux dernières faces correspondent aux faces extérieures de la plaque. Or la température sur ces faces n'est pas connue par les capteurs expérimentaux mais par l'implémentation de capteurs numériques dans les simulations.

On le voit ici, beaucoup d'usages découlent des résultats des simulations Thercast. Il convient alors de rappeler que plusieurs éléments nuisent à l'exactitude des résultats. On citera par exemple la prise en compte par le logiciel d'une enthalpie de changement d'état fixe. Mais ce point peut être dépassé en incluant l'enthalpie de changement d'état dans la chaleur spécifique du matériau. L'un des enseignements de cette étude est que le chemin de solidification évolue progressivement avec la vitesse de refroidissement ; or Thercast ne prend qu'un unique chemin de solidification spécifié dans le fichier matériau. Enfin, ce logiciel est capable de calculer les lames d'air qui se forment au refroidissement et de les prendre en compte dans le calcul des échanges

thermiques. Cependant, ces lames d'air sont fonction des propriétés mécaniques de l'alliage. Or celles de l'Inconel 718 brut de fonderie à haute température ont été peu étudiées car cet alliage est toujours utilisé après les traitements thermiques provoquant la formation à l'état solide des phases durcissantes γ' et γ'' . La loi de comportement utilisée pour les simulations a été définie sur la base de résultats d'essais mécaniques en température suivant plusieurs vitesses de déformation. Mais les études utilisées ne sont jamais faites sur un matériau vierge de phases durcissantes. Du reste, il a été constaté et montré dans la partie précédente que les plaques coulées au laboratoire possèdent une fraction non nulle mais indéterminée de phases durcissantes. Enfin, par expérience, il était nécessaire d'ajuster les coefficients d'échange en fonction de l'état du matériau à couler (le coefficient est fort lorsque le matériau est liquide et devient plus faible pour le matériau solide). Même si cet ajustement semble adéquat au vu de la validation sur trois coulées et possède même une justification physique, la frontière et la transition entre les deux états a été définie de manière arbitraire. Ainsi, il convient de considérer avec précaution la justesse des résultats des simulations Thercast même si les comparaisons avec les mesures thermiques présentées chapitre 3 partie 1 sont très satisfaisantes.

Le modèle d'automates cellulaires couplé à celui des éléments finis a démontré son efficacité à simuler la croissance des structures granulaires. Au vu des résultats, il est possible que la valeur du taux de germination choisi soit légèrement inférieure à celle requise. Cependant un phénomène physique majeur n'est pas pris en compte par le modèle : la refusion des bras de dendrite. L'énergie libérée par le changement d'état peut provoquer localement la refusion du pied d'un bras de dendrite. Devenu libre, ce bras de dendrite peut être emporté dans le liquide ou simplement tourner sur lui-même sous l'effet des mouvements de liquide environnant. Il prend ainsi une nouvelle orientation puis continue sa croissance. C'est donc la naissance d'un nouveau grain dont l'origine n'est pas un germe tel que décrit dans le chapitre 1 partie 2.1. Ce phénomène est exacerbé pour les alliages à large intervalle de solidification comme l'Inconel 718. D'ailleurs, il n'est pas impossible qu'une grande majorité de dendrites soit touchées par ce phénomène sans pour autant générer un grain supplémentaire (Figure 143 dans l'annexe 1). On remarque sur cette figure de nombreuses nuances de couleur au sein d'un même grain illustrant le phénomène décrit ici.

III. Perspectives

Les points abordés ci-dessus constituent des perspectives intéressantes pour les évolutions futures du logiciel Thercast. Bien entendu, l'implémentation des modèles CAFE et Microseg serait un achèvement significatif. La résolution des équations de conservation à l'échelle micro et le calcul et le suivi des structures de grains couplé à la simulation macroscopique du procédé permettront une connaissance très fine de la structure brute de solidification sur un cas industriel. La possibilité d'anticiper la localisation et de quantifier les intermétalliques et notamment les phases de Laves en fonction de la structure de grain, permettrait de jouer sur les multiples leviers

tels que la vitesse de refroidissement, la géométrie initiale de la pièce, le gradient thermique, la surchauffe du métal ou encore faire évoluer les spécifications relatives à la composition chimique.

La Figure 98 donne un exemple d'un calcul prenant en compte à la fois la structure de grains, la mécanique des fluides, la thermique et la ségrégation chimique afin de simuler la solidification d'un alliage Al-7%*pds* Si.

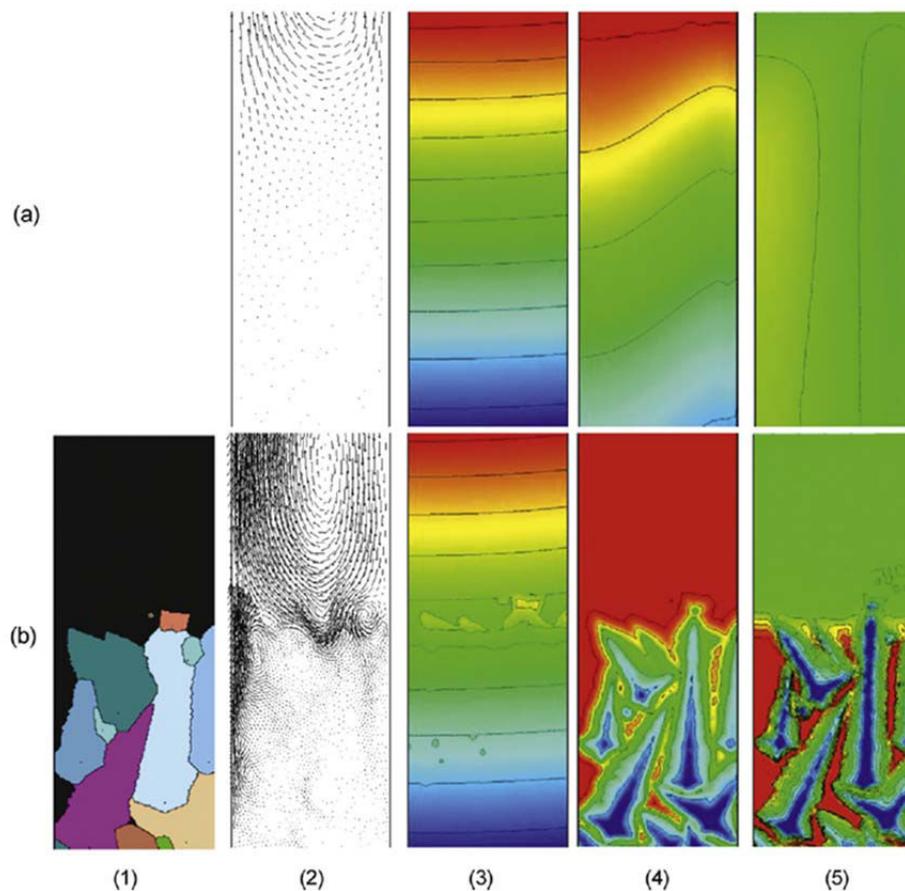


Figure 98: Résultats de simulation 2D par éléments finis couplée à la méthode des automates cellulaires pour la description des enveloppes de grains. Cas d'un alliage Al-7%Si en solidification dirigée dans un four Bridgman. Dans le cas (a), la répartition des solutés est définie par la loi des leviers. Le cas (b) prend en compte une diffusion finie dans le solide, la création et le développement de l'interface solide-liquide ainsi que les échanges au travers de cette interface. Les images (1) montrent les enveloppes des grains, non prédite dans le cas (a). Les images (2) décrivent la vitesse du liquide, (3) la carte de température sous la température du liquidus $T_L = 618 \text{ }^\circ\text{C}$, T [bleue : $608 \text{ }^\circ\text{C}$, rouge : $618 \text{ }^\circ\text{C}$, intervalle entre les contours : $1 \text{ }^\circ\text{C}$], (4) la fraction de liquide, g_l [bleue : 0.75, rouge : 1, intervalle entre les contours : 0.05], et (5) la composition moyenne du Si autour de la composition nominale de 7 %*pds* pour le silicium, [bleue : 6.5 %*pds*, rouge : 7.5 %*pds*, intervalle entre les contours : 0.1 %*pds*]. Vitesse de tirage du four Bridgman : $50 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, axe de symétrie vertical situé à gauche des figures et correspondant à l'axe longitudinal central du barreau. [118]

On aperçoit sur l'image 1b la structure granulaire en croissance. Cette structure solide ainsi que la ségrégation chimique associée influe notablement sur les mouvements de fluide, la thermique ainsi que la répartition des espèces chimiques. Ces phénomènes étant physiquement

couplés, on voit ici l'importance de pouvoir les modéliser simultanément. La Figure 99 permet d'apprécier l'influence de la vitesse de refroidissement sur la structure granulaire finale composée de grains fins équiaxes pour la vitesse la plus élevée contre des grains colonnaires plus gros pour la vitesse la plus lente. On constate aussi des extrema de compositions moins fortes pour le cas (2), dûs notamment à la subdivision de l'espace par une microstructure plus petite. Ce type de calcul peut être réalisé avec le modèle R2sol, développé au laboratoire, mais en 2D uniquement. L'implémentation de ce type de calcul dans Thercast permettrait des résultats similaires mais en 3D.

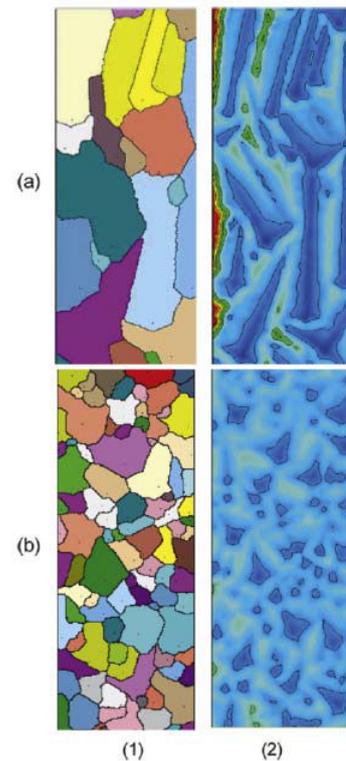


Figure 99: Résultat de simulation avec les propriétés décrites dans le cas (b) de la figure précédente. La vitesse de tirage du four Bridgman a été montée de $50 \mu\text{m/s}$ dans le cas (a) à $150 \mu\text{m/s}$ dans le cas (b). Distributions finales de (1) la structure de grains et (2) la fraction d'eutectique, g^E [bleue : 0.35, rouge : 0.95, intervalle entre contours : 0.05], Axe de symétrie vertical situé à gauche des figures et correspondant à l'axe longitudinal central du barreau [118].

Concernant les résultats des modèles de microségrégation proprement dits, il serait à terme intéressant d'avoir une prédiction quantitative de la fraction d'eutectique ainsi que la prise en compte d'une surfusion pour la réaction eutectique. En simulant la solidification du liquide résiduel suivant les hypothèses de Gulliver-Scheil il serait alors possible d'accéder aux fractions de chacune des phases avec une exactitude très intéressante. De plus, des calculs complémentaires en faisant varier la composition permettraient de connaître la sensibilité de la microstructure de l'Inconel 718 aux variations de composition. Ceci constitue un exercice similaire à celui présenté chapitre 2 partie 2.2 mais la diffusion étant non nulle dans le solide, tous les éléments chimiques ne ségrégeront pas de manière identique. Bien entendu, à terme, l'objectif serait de compléter le modèle afin qu'il puisse prendre en compte la germination et la croissance de plusieurs autres phases et même prendre en compte les transformations de phase à l'état solide comme $\gamma \rightarrow \gamma'$ et $\gamma \rightarrow \gamma''$. En attendant, si les résultats du modèle deviennent quantitatifs, on peut prolonger artificiellement la simulation grâce au silicium. En effet, les simulations présentées chapitre 3 partie 2.1 montrent qu'en passant du minimum au maximum de la spécification, le silicium fait baisser d'environ $20 \text{ }^\circ\text{C}$ la température d'apparition des premiers germes de phase delta. Or les simulations avec microseg ont été faites avec le silicium au minimum des spécifications, c'est-à-dire 0%.

Vis-à-vis de l'étude expérimentale, les perspectives sont nombreuses. La mise au point du four de coulée en source sous vide a été longue et complexe. Des problèmes de tous ordres sont apparus et ont été résolus (chapitre 2 partie 1). Aujourd'hui, mise à part la pompe à diffusion qui reste sous-dimensionnée, l'installation est enfin pleinement opérationnelle tant en termes de conditions de coulée que d'acquisition des données. Il serait donc fructueux d'entreprendre de nouvelles coulées pour des vitesses de refroidissement plus lentes. Cet objectif est atteignable

sans modifier la géométrie du moule. La première option serait d'isoler entièrement la plaque de 25 mm et pas seulement une face. Pour diminuer encore la vitesse de refroidissement il conviendrait d'utiliser des isolants en fibres d'alumine plus épais toujours sur la plaque de 25 mm. Dans le même matériau, des isolants de plus de 10 mm d'épaisseur sont produits industriellement.

La quantification des fractions d'intermétalliques repose sur une méthodologie permettant une grande justesse des résultats. Seulement, ces données sont mises en rapport avec la composition chimique du champ. Or cette composition chimique est obtenue avec un outil semi quantitatif. Il est donc essentiel de disposer d'une méthode d'analyse chimique fiable afin de quantifier précisément et systématiquement la composition chimique des zones étudiées. Une analyse d'un morceau de l'échantillon sur lequel est effectuée l'étude ne pourra se substituer à cette démarche car on négligerait les inhomogénéités de composition dues à la morphologie granulaire mises en évidence dans les conclusions de la première partie de ce chapitre. Pour terminer sur le sujet de la composition chimique, il serait aussi judicieux d'effectuer des coulées hors spécifications afin de tester les conclusions du chapitre 3 partie 2.1.

Concernant les résultats proprement dits, il ne faut pas omettre le fait que, dans des conditions similaires, la diminution de la vitesse de refroidissement s'accompagne systématiquement d'un grossissement de la microstructure : λ_1 et λ_2 augmentent (Tableau 7) ainsi que la taille des grains. Ainsi, la diminution de la vitesse de refroidissement grossit la microstructure, ce qui allonge les distances sur lesquelles la microségrégation a lieu. C'est donc un élément pour comprendre pourquoi la ségrégation aux joints de grains est plus forte pour les vitesses de refroidissement les plus faibles car les grains sont plus gros. Même s'il n'y a pas de germination préférentielle d'intermétalliques aux joints de grains pour les vitesses de refroidissement les plus élevées, donc pas d'effet de la taille de grains pour ces vitesses-là, la diminution de λ_1 et λ_2 diminue mécaniquement la ségrégation interdendritique. Bien entendu, les hypothèses avancées dans cette étude restent vraies, mais afin de connaître précisément le rôle de la surfusion de germination d'une part et de l'évolution de la microstructure d'autre part, il serait très intéressant de développer une expérience permettant d'obtenir des résultats en termes de fraction d'intermétalliques en pouvant dissocier ces deux paramètres.

D'autres phénomènes seraient à découpler afin d'en percevoir l'impact individuellement. Tout d'abord la surfusion et la vitesse de refroidissement. Il serait en effet intéressant de connaître le rôle de la surfusion d'une part et de la diffusion d'autre part de manière isolée et non cumulée comme sur les résultats expérimentaux et numériques. Ce travail est simple à mener dans le cas des modélisations de la solidification où à vitesse de refroidissement constante il suffirait de faire varier la valeur de la surfusion. Pour mesurer expérimentalement la dissociation de ces deux phénomènes physiques, la question reste entière. L'autre couple à étudier plus amplement est la tendance des intermétalliques à germer aux joints de grain suivant des désorientations particulières. Si les hypothèses à privilégier pour expliquer ce fait sont la croissance des grains suivant des directions cristallographiques privilégiées et des angles de cohérence qui implique un désordre minimum aux joints de grains. Cependant, la désorientation entre deux grains peut être exprimée suivant de nombreux plans et angles de rotation. Il serait donc judicieux de réaliser les mêmes travaux que ce présentés dans ce manuscrit mais dans des zones à croissance exclusivement colonnaire. Ce choix permettra de comparer des grains qui ont le même axe

principal et donc désorientés suivant un unique angle autour de ce même axe. Cette option définit un cadre de comparaison plus simple que l'étude d'une zone à croissance équiaxe où deux grains peuvent avoir une désorientation quelconque vis-à-vis de n'importe quel axe.

Un défaut n'a pas été quantifié dans ce travail : les zones vides de métal. Comme décrit dans le chapitre 2 partie 3.2, elles sont de deux types : les microporosités et les criques. La non prise en compte de ce défaut dans l'étude expérimentale pose deux questions. Quel rôle joue la présence de ce type de défaut sur la germination des phases que l'on a quantifiées ? Quel résultat sur la quantification des intermétalliques génère la surface totale occupée par les porosités sur les zones d'analyses. Dès le départ, les problèmes des porosités avaient été placés au-delà des bornes de l'étude. C'est la raison pour laquelle il a été évité autant que faire se peut la présence de criques et de microporosités dans le champ d'analyse. Mais d'une part, cette démarche a sans doute une influence sur la nature de la zone sélectionnée et d'autre part la réponse aux deux interrogations soulevées ici par les porosités n'est de toute évidence pas inconsistante.

Conclusion

L'Inconel 718 est un superalliage élaboré depuis les années 1960 et largement utilisé dans l'industrie aéronautique et spatiale. Mais le matériau utilisé est obtenu après des traitements thermomécaniques permettant une homogénéisation rapide. SNECMA Vernon utilise ce superalliage en fonderie de précision pour la fabrication de pièces massives de turbopompes de moteurs cryogéniques. Ce procédé induit l'impossibilité de transformer mécaniquement le métal démoulé, ce qui permettrait une dissolution rapide des intermétalliques dans la matrice riche en nickel. C'est la raison pour laquelle le besoin de mieux comprendre et maîtriser la solidification de ce superalliage a émergé. À terme, l'objectif est de disposer d'un modèle prédictif afin d'anticiper la localisation et la quantité des phases fragilisantes.

Pour mener cette étude, un four de fusion sous vide a été développé à partir d'une installation à atmosphère contrôlée. Cette installation a permis de travailler dans des conditions similaires à celles utilisées dans l'industrie. Puis un moule instrumenté adapté à l'installation a été modifié afin de couler en source des échantillons de différentes épaisseurs. Une méthode d'analyse quantitative des fractions d'intermétalliques a été élaborée afin d'étudier ces échantillons. Pour obtenir l'ensemble des résultats présentés chapitre 2 partie III, cette méthode a été appliquée à toutes les plaques coulées et bien souvent à plusieurs endroits dans une même plaque. Ceci a permis d'analyser un large éventail de conditions de solidification. Ce dernier travail est de loin celui qui a nécessité le plus de temps mais c'était la condition pour obtenir des données fiables.

Le traitement des données a permis de recueillir une grande diversité de résultats au premier rang desquels les fractions des phases de Laves, delta et des carbures en fonction de la vitesse de refroidissement d'une part, et du temps local de solidification d'autre part. Mais ces deux variables ne peuvent expliquer à elles seules la quantité et la localisation des intermétalliques. C'est la raison pour laquelle les paramètres caractéristiques de la microstructure ont été recherchés. De plus une étude plus poussée sur la répartition des intermétalliques et des éléments chimiques entre les espaces intra et extragranulaires a été menée ainsi que l'impact de la désorientation relative de deux grains sur ces éléments. Cette démarche nous a permis de conclure sur l'influence de la vitesse de solidification sur la tendance des phases fragilisantes à se localiser sur les joints de grains. Enfin, des mesures qualitatives de la composition des champs étudiés ainsi que de la ségrégation intra et extra granulaire ont été effectuées. La mise en relation de l'ensemble de ces composantes a permis d'expliquer et de mieux comprendre la solidification et la métallurgie de l'Inconel 718. Cependant, des éléments importants sont encore à explorer et sont discutés dans les perspectives.

La modélisation macroscopique multi-matériaux, multi-domaines de ces coulées a été entreprise afin de disposer du maximum d'information sur les conditions de solidification des

échantillons étudiés. Ce travail a été réalisé avec le logiciel Thercast par une mise en donnée rigoureuse et la simulation couplée des trois géométries de plaque afin de déterminer finement les coefficients d'échanges aux interfaces.

A l'aide de résultats issus de ces simulations, des modélisations de la croissance des structures granulaires ont été réalisées pour les trois épaisseurs de plaque à l'aide du modèle CAFE développé au CEMEF. Basés sur le couplage d'une résolution par éléments finis avec un modèle d'automates cellulaires, ces calculs ont donné un aperçu convaincant de la capacité d'un modèle numérique à simuler en 3D la structure granulaire de solidification d'un matériau à structure cubique centrée.

L'implémentation d'un tel modèle dans le logiciel Thercast permettra de fournir l'ensemble des informations macro et mésoscopiques nécessaires à la description de la solidification d'une pièce de géométrie et de taille industrielle. On rappelle que la quantité de phases de Laves ainsi que leur localisation sont des éléments essentiels à la prédiction de la résistance mécanique d'une pièce brute de fonderie. C'est donc aujourd'hui un objectif majeur pour le CNES et pour SNECMA Vernon dans l'optique de l'évolution ou du développement de nouvelles pièces de fonderie pour participer à la réalisation de nouveaux moteurs cryogéniques.

C'est donc pour répondre à cette attente que des travaux de modélisation de la microségrégation ont été entrepris au CEMEF. C'est le résultat de ces travaux, appliqué à l'Inconel 718, qui est présenté chapitre 3. Comme nous l'avons vu, ces résultats démontrent à la fois la capacité des modèles à rendre compte de la physique de la solidification par la comparaison avec l'étude expérimentale, mais aussi tout le potentiel d'une maîtrise des conditions de solidification. Les résultats expérimentaux sont là pour en attester : la vitesse de refroidissement pendant l'intervalle de solidification a un impact fort sur la fraction des phases de Laves.

Cette démarche de modélisation a pour objectif d'être applicable sur des pièces industrielles. C'est la raison pour laquelle l'implémentation du modèle de microségrégation dans Thercast est une nécessité. Par ailleurs, l'utilisation faite de Thercast dans cette étude illustre la capacité de ce logiciel à modéliser le remplissage, la solidification puis le refroidissement de pièces de plusieurs kilogrammes. Afin de localiser et quantifier les phases de Laves, les informations issues de la modélisation à l'échelle macroscopique serviraient localement à la détermination du chemin de solidification.

Enfin, les résultats expérimentaux révèlent que la vitesse de refroidissement a aussi un impact sur la ségrégation et la formation privilégiée d'intermétalliques aux joints de grains. Pour une estimation plus fine de la localisation des phases de Laves il est donc recommandé d'adjoindre à la simulation macroscopique le calcul des structures de grains. Présenté dans le chapitre 3 partie 3, le modèle CAFE répond à ces attentes. Même si comme il a été montré, ce modèle ne peut rendre compte de tous les phénomènes physiques, il constitue une avancée significative et est donc d'une importance notable dans la prédiction des défauts.

Annexes

Annexe 1

Détail sur la réalisation des analyses au MEB

Chaque analyse est décrite ici suivant un schéma identique :

- Position de l'échantillon extrait par rapport à la plaque coulée
- Carte EBSD de l'ensemble de la surface afin d'avoir une vue globale sur la morphologie et la répartition des grains ainsi que des défauts éventuels. La localisation des analyses réalisées est indiquée par un contour rectangulaire. Cette vue est parfois complétée par une carte EBSD plus détaillée.
- Vue de la zone en plan large afin de déterminer les espacements interdendritiques primaire et secondaire proches de la zone étudiée.
- Image en électrons secondaires de la zone afin de visualiser qualitativement la taille, la répartition et la quantité d'intermétalliques.
- Reprise de cette même image sur laquelle sont indiquées les subdivisions suivies pour l'analyse complémentaire des fractions de chaque phase en EBSD. Cette image est appelée carte d'analyse.
- Résultats de l'analyse et du retraitement des données relatives aux fractions de phase.
- Résultats de l'analyse EDS, composition chimique de la zone étudiée.
- Superposition de l'image en électrons secondaires et de la carte EBSD afin de repérer les grains ainsi que leur désorientation relative.

Les analyses sont présentées dans l'ordre ci-dessous :

La plaque de 5 mm :

- Vitesse de refroidissement de 25 °C/s
- Vitesse de refroidissement de 20 °C/s
- Vitesse de refroidissement de 17 °C/s

La plaque de 10 mm sans surchauffe :

- Vitesse de refroidissement de 9 °C/s
- Vitesse de refroidissement de 10,5 °C/s
- Vitesse de refroidissement de 10,5 °C/s

La plaque de 10 mm avec surchauffe puis la plaque de 25 mm

La plaque de 5 mm :

Coulée réalisée le 07/10/2011

Position de l'échantillon extrait :

Figure 100 : Position de l'échantillon extrait de la plaque de 5 mm. En vert la surface étudiée, l'analyse est conduite en observant cette surface du dessus.

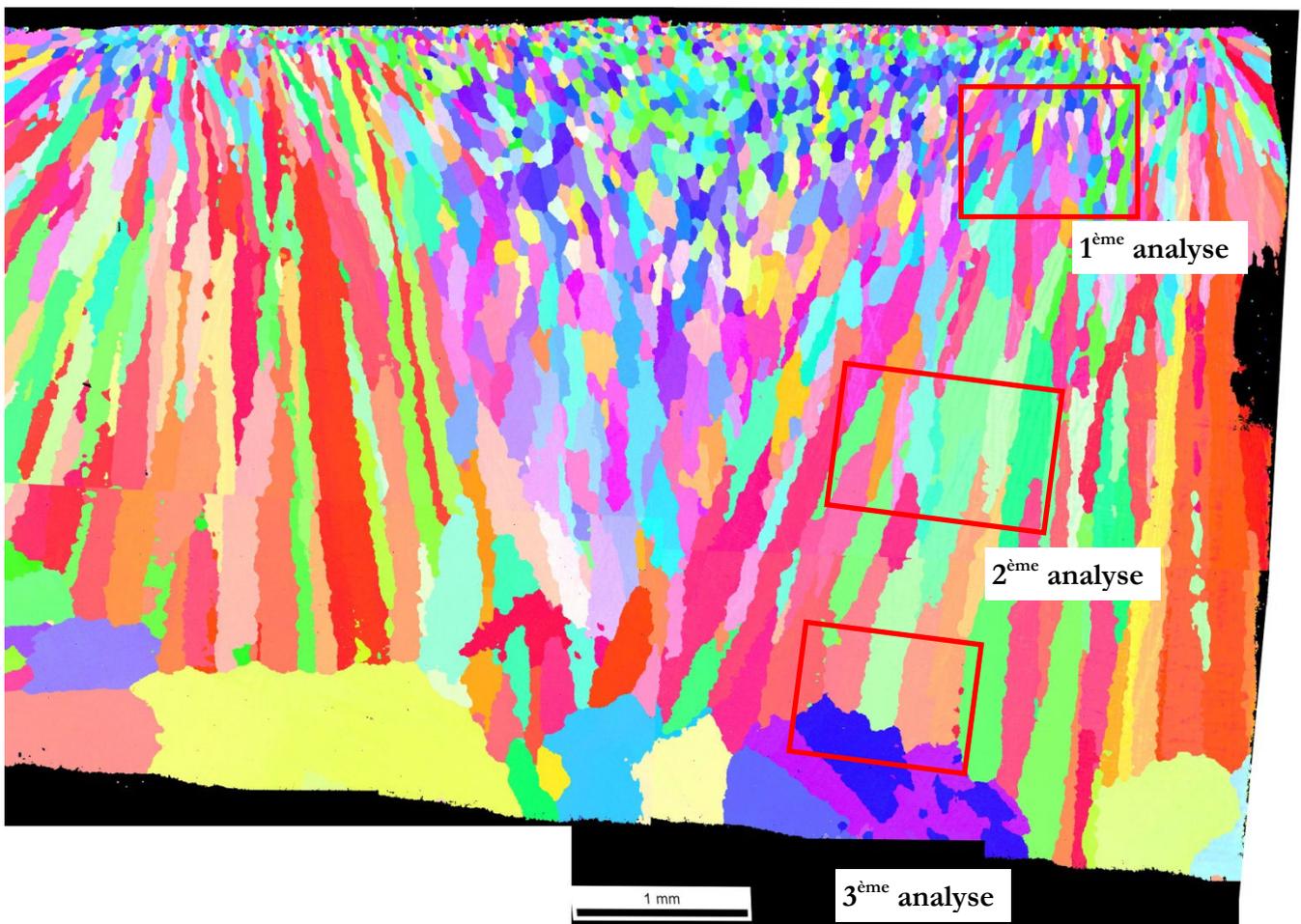
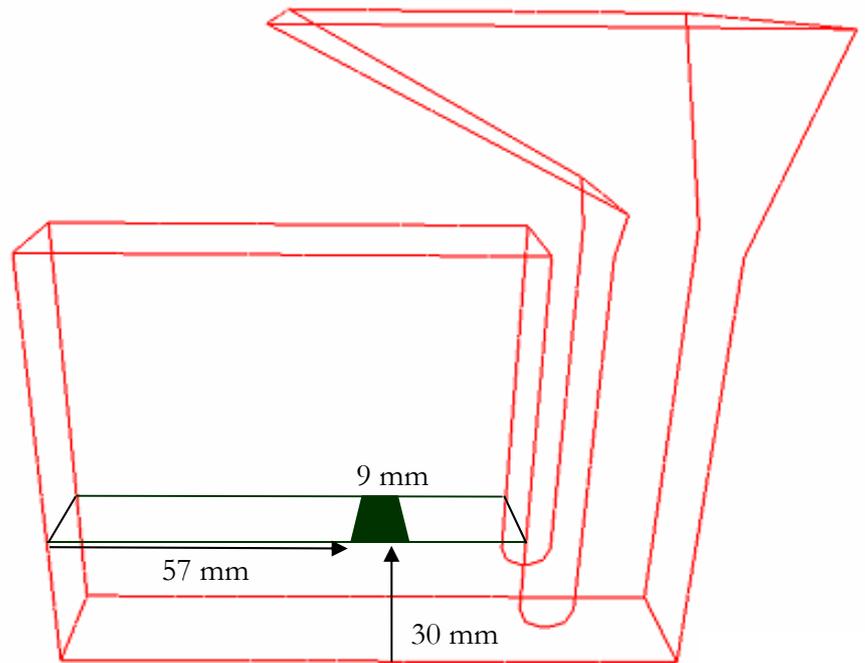


Figure 101: Carte EBSD reconstituée de la zone totale. Les encadrés en rouge est la localisation des 3 analyses conduites sur cet échantillon. Les parois extérieures de la plaque sont en haut et en bas. On constate aisément que la surface en contact direct avec la plaque chauffante en acier est en haut avec une structure granulaire très fine et structurée. La face isolée par le feutre d'alumine est en bas. La jonction des deux fronts solides est identifiable près de cette surface là où les grains colonnaires très fins et allongés rejoignent les gros grains globulaires.

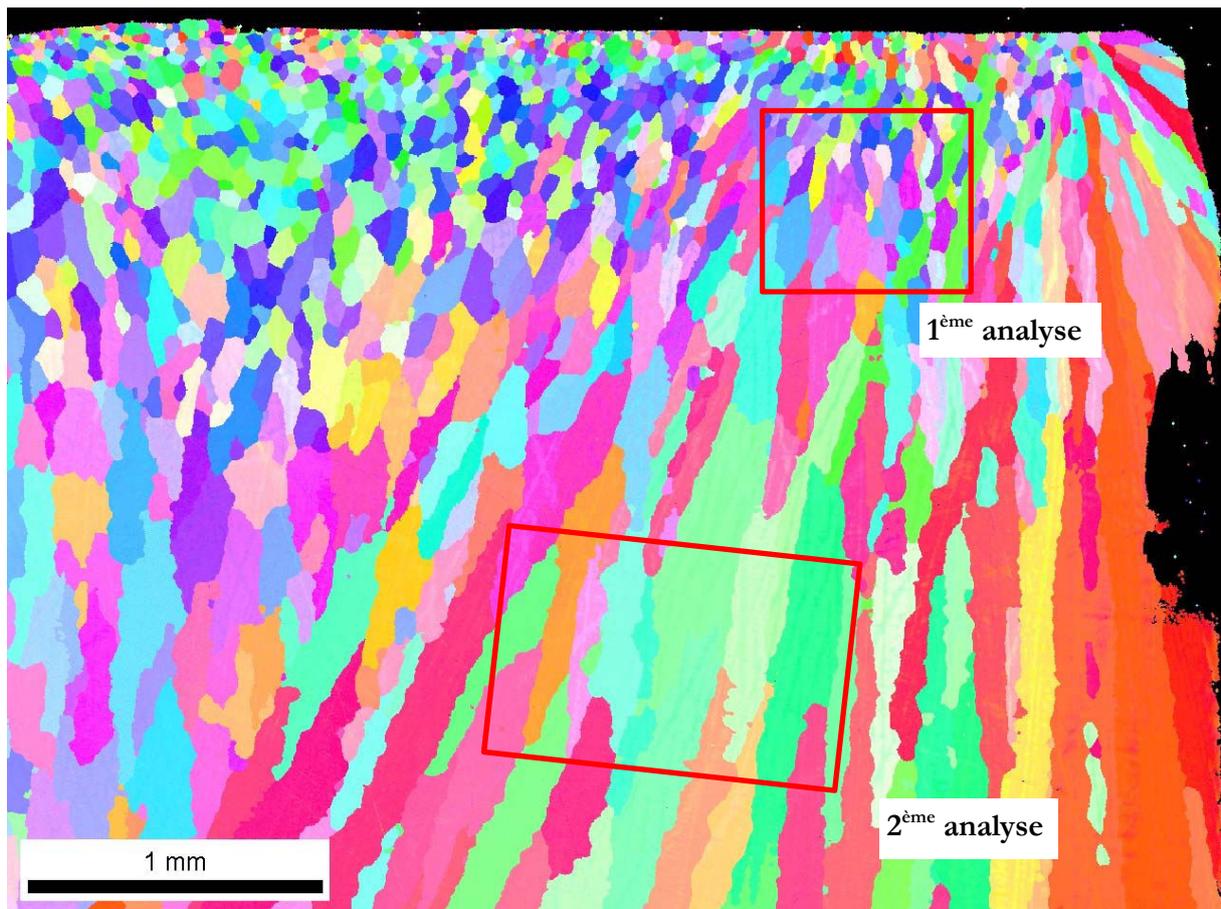


Figure 102: Image d'origine de la partie supérieure droite de la Figure 101. On retrouve sur cette zone la localisation des deux premières analyses.

1^{ère} analyse :

Cette analyse a été réalisée autour du 20 janvier 2012. Elle est située très proche du bord non isolé de la plaque. La vitesse de refroidissement constatée par les simulations numériques à cet endroit est de 25 °C/s. La zone d'étude n'est pas très étendue car la microstructure est fine, les intermétalliques sont quasi inexistantes et le gradient de vitesse de refroidissement dans l'épaisseur est très fort. Une zone trop large aurait englobé un delta de refroidissement trop important pour que l'analyse soit représentative d'une vitesse de refroidissement précise.

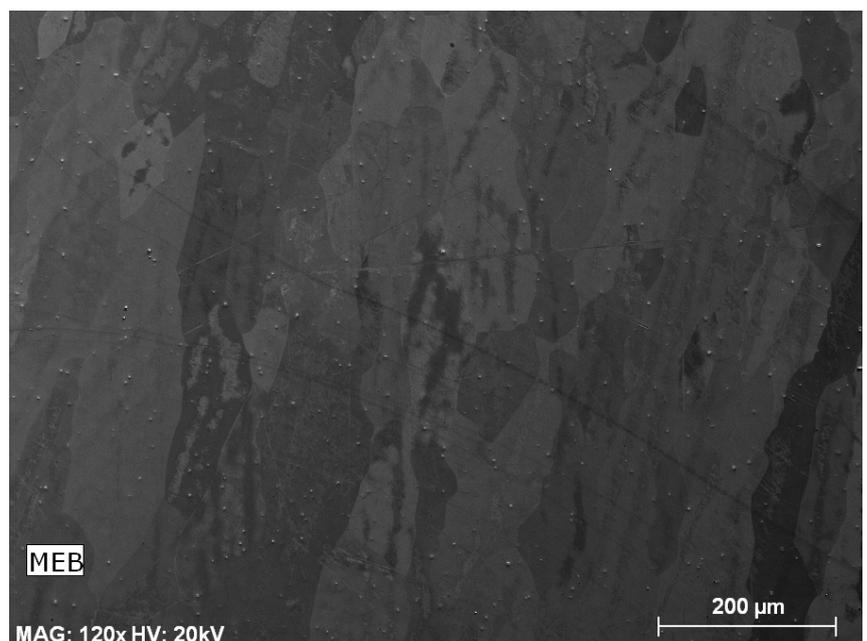


Figure 103: image en électrons secondaires de la zone étudiée

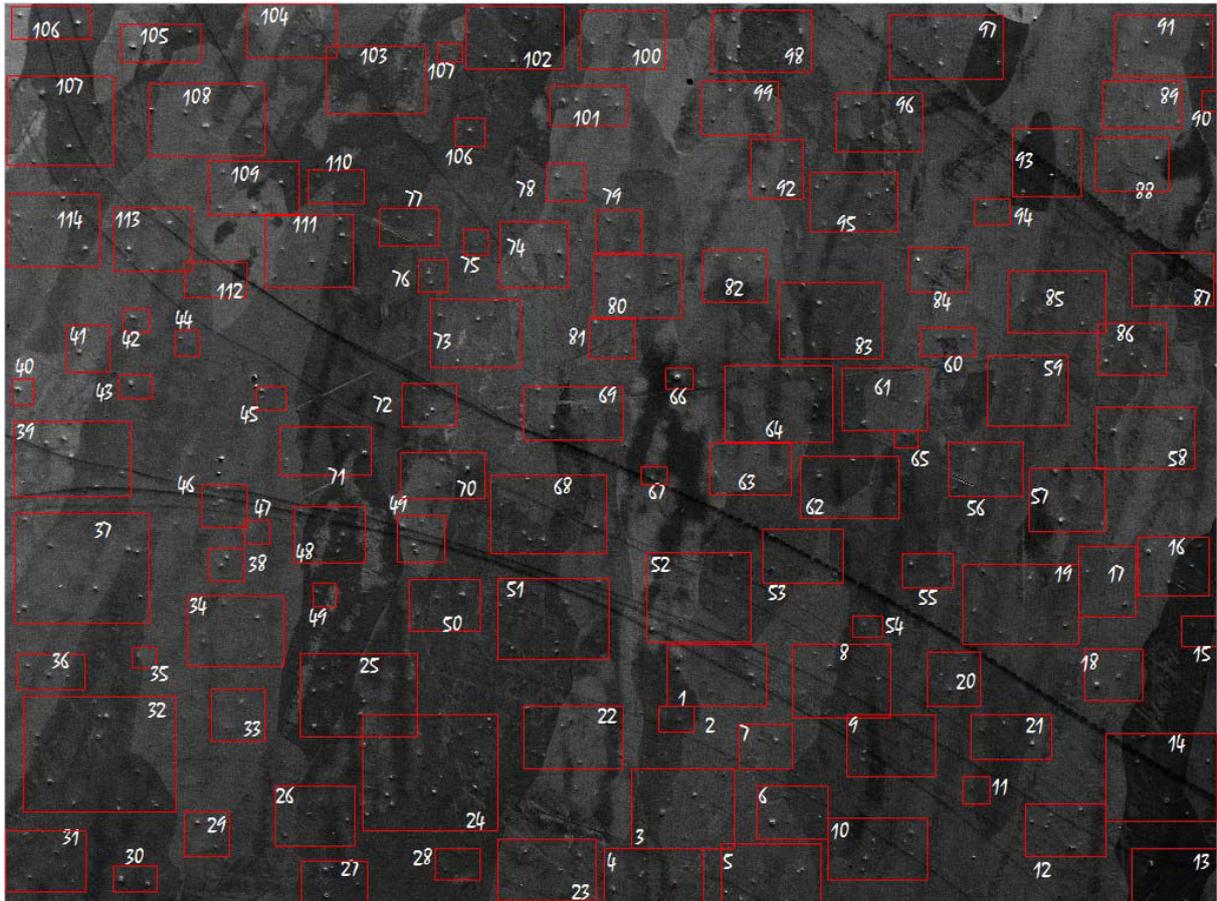


Figure 104: carte d'analyse. Les encadrés rouges correspondent aux subdivisions utilisées pour l'analyse EBSD. La numérotation permet de retrouver les données sources de chaque subdivision dans les archives des analyses.

<i>Phase</i>	<i>Laves</i>	<i>delta</i>	<i>NbC</i>
<i>Fraction en %</i>	<i>0.0018%</i>	<i>0.0000%</i>	<i>0.25%</i>

Tableau 18 : fraction des phases de Laves, delta et des carbures sur le champ de la Figure 103. Aucun nodule de phase delta n'a été trouvé et seul un nodule de phase de Laves sur un des clichés a été mesuré. Rapporté à l'ensemble de la surface la fraction de phase de Laves mesurée est très faible.

Sur cette surface, il n'a pas été conduit d'analyse de répartition de phases en fonction de la structure des grains et de leur désorientation du fait de la très faible fraction d'intermétalliques concernés et de la petite taille de la microstructure.

<i>Éléments</i>	<i>Ni</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Nb</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Al</i>
<i>Composition %Pds 20kV</i>	<i>52.3</i>	<i>19.1</i>	<i>18.3</i>	<i>5.4</i>	<i>3.2</i>	<i>1.15</i>	<i>0.66</i>
<i>Composition %Pds 30kV</i>	<i>51.4</i>	<i>19.4</i>	<i>19.1</i>	<i>5.0</i>	<i>3.0</i>	<i>1.15</i>	<i>0.95</i>

Tableau 19 : Composition chimique de la zone étudiée. Les résultats sont indiqués pour une tension d'accélération de 20 kV et 30 kV. Le nombre de chiffre significatif est déterminé en rapport à la valeur absolue.

2^{ème} analyse :

Réalisée le 15 avril 2012, cette surface d'étude ne se prêtait pas non plus à une analyse de répartition de phases en fonction de la structure des grains et de leur désorientation pour les mêmes raisons que l'analyse précédente. Sa position a été choisie au centre de l'échantillon.

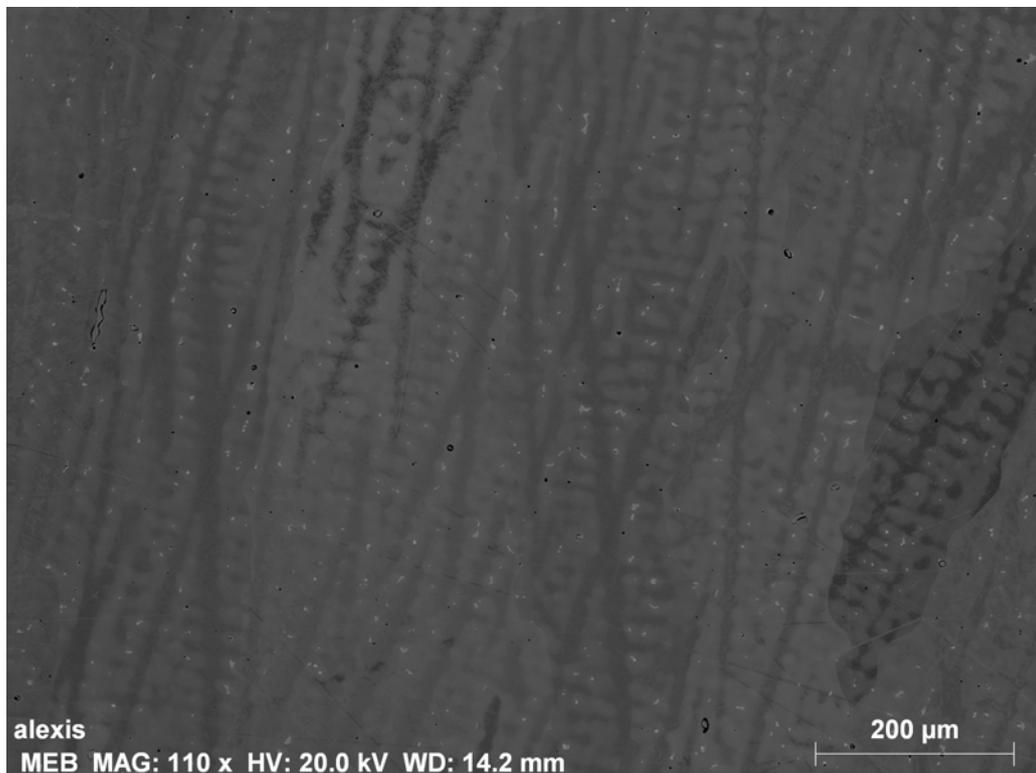


Figure 105 : Image en électrons rétrodiffusés de la zone étudiée. L'orientation haut-bas est inversée par rapport aux cartes EBSD Figure 101 et Figure 102

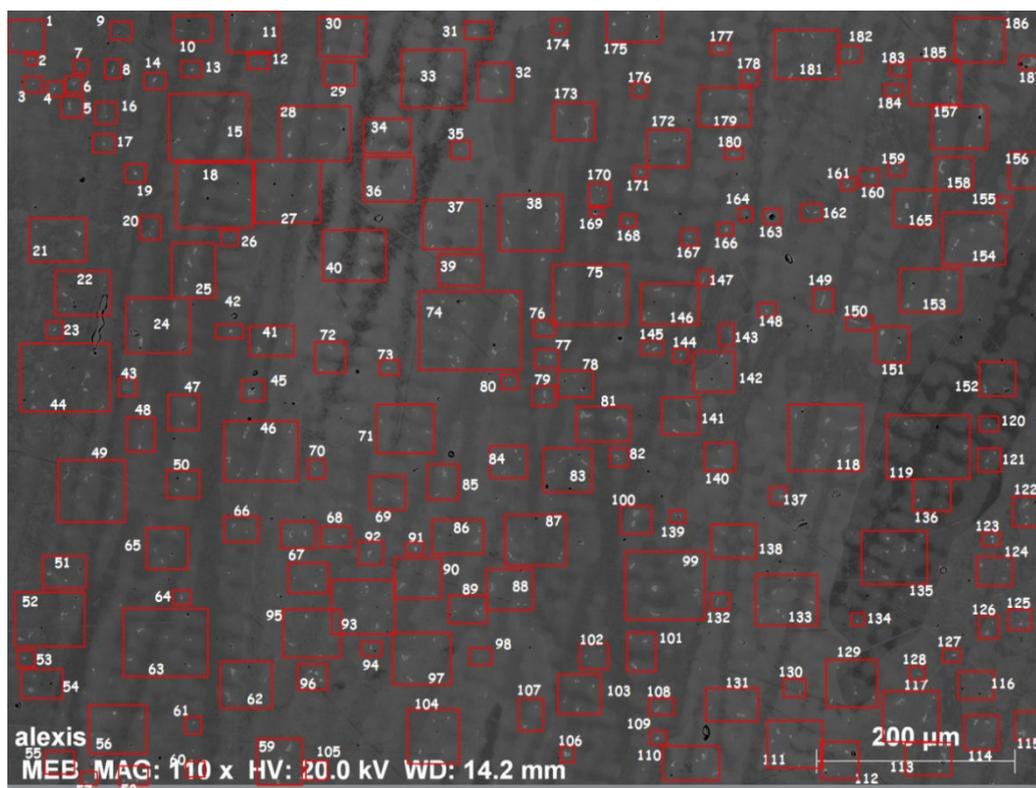


Figure 106: Carte d'analyse

<i>Phase</i>	<i>Laves</i>	<i>delta</i>	<i>NbC</i>
<i>Fraction en %</i>	0.152%	0.031%	0.23%

Tableau 20 : fraction des phases de Laves, delta et des carbures sur le champ de la Figure 106, le troisième chiffre est significatif

<i>Éléments</i>	<i>Ni</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Nb</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Al</i>
<i>Composition %Pds 20kV</i>	52.2	19.2	18.3	5.2	3.26	1.15	0.66
<i>Composition %Pds 30kV</i>	52.2	19.6	19.1	4.0	3.1	1.15	0.85

Tableau 21 : Composition chimique de la zone étudiée. Les résultats sont indiqués pour une tension d'accélération de 20 kV et 30 kV.

Comme pour la zone précédente, il n'a pas été conduit d'analyse de répartition de phases en fonction de la structure des grains et de leur désorientation du fait de la très faible fraction d'intermétalliques concernés et de la petite taille caractéristique de la microstructure.

3^{ème} analyse :

Réalisée autour du 26 janvier 2012, cette analyse est située très proche de la surface isolée avec du feutre d'alumine.

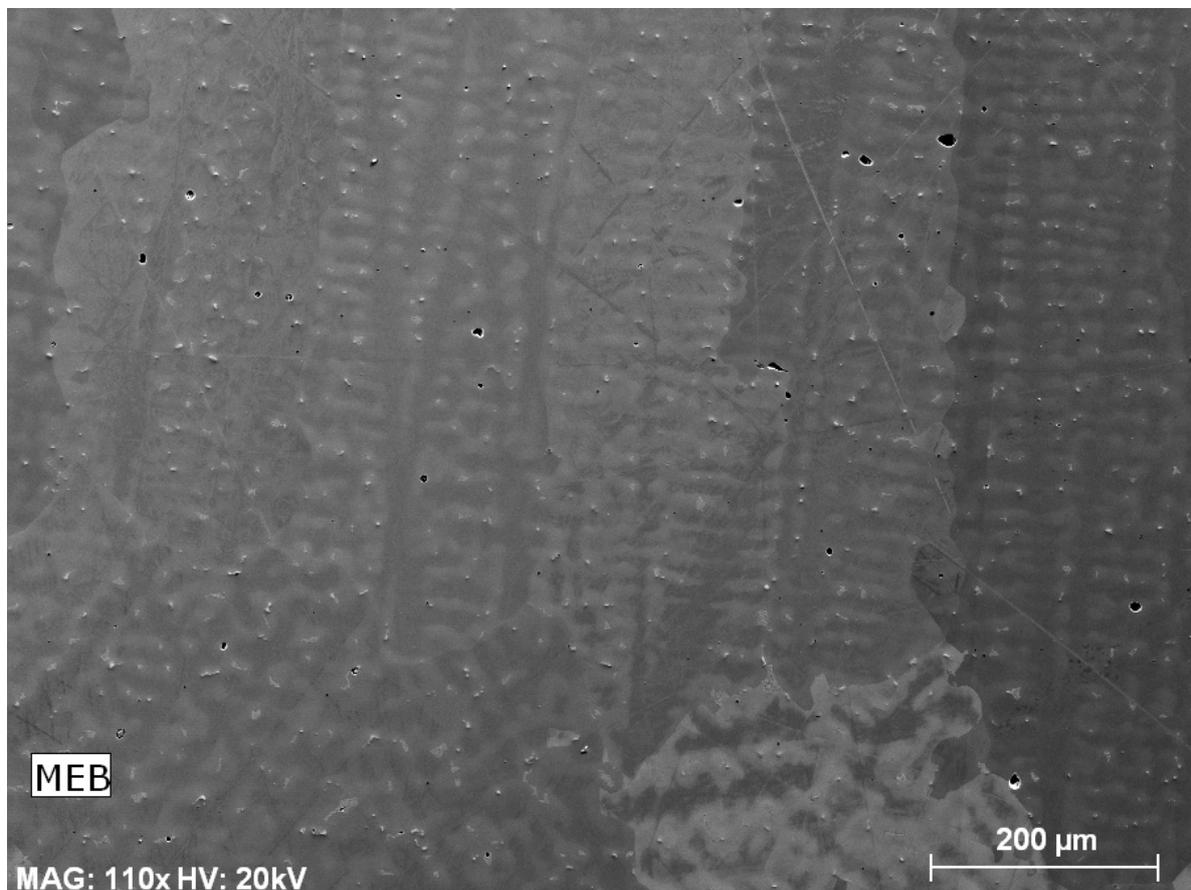


Figure 107: Image en électrons rétrodiffusés avec un capteur plus large que celui monté par défaut sur le MEB. Ceci permet d'obtenir une meilleure sensibilité.

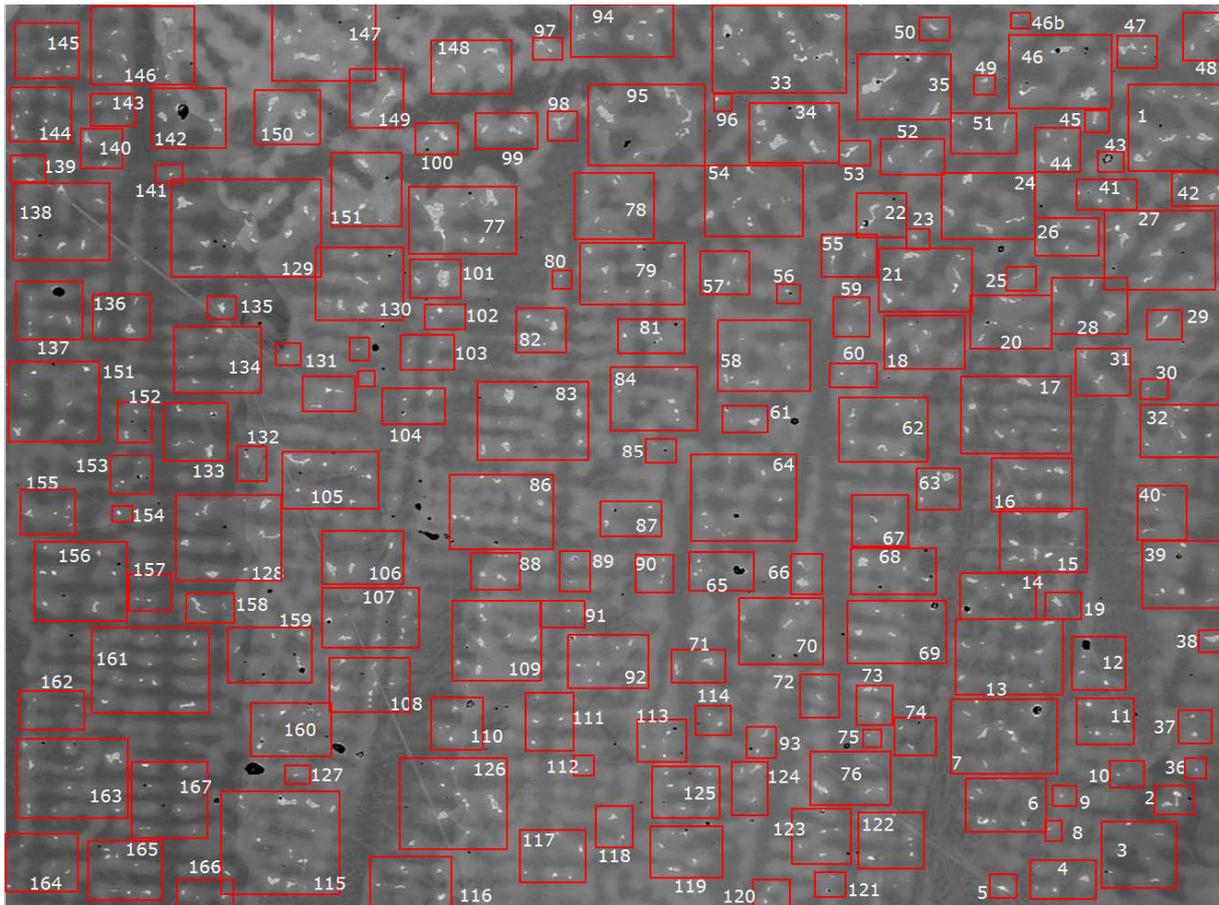


Figure 108: Carte d'analyse effectuée à partir d'une image en électrons rétrodiffusés. L'orientation de l'image est inversée par rapport à la Figure 107.

<i>Phase</i>	<i>Laves</i>	<i>delta</i>	<i>NbC</i>
<i>Fraction en %</i>	0.382%	0.178%	0.28%

Tableau 22: fractions de phases, les chiffres après la virgule sont significatifs. On rappelle que sur les phases de Laves l'incertitude est de 1% autour de la valeur. Donc la fraction réel de phase de Laves est comprise entre 0.378% et 0.386%

<i>Éléments</i>	<i>Ni</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Nb</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Al</i>
<i>Composition %Pds 20kV</i>	52.0	19.3	18.3	5.30	3.16	1.15	0.65
<i>Composition %Pds 30kV</i>	51.4	19.6	19.2	4.85	3.0	1.16	0.83

Tableau 23: Composition chimique de la zone étudiée

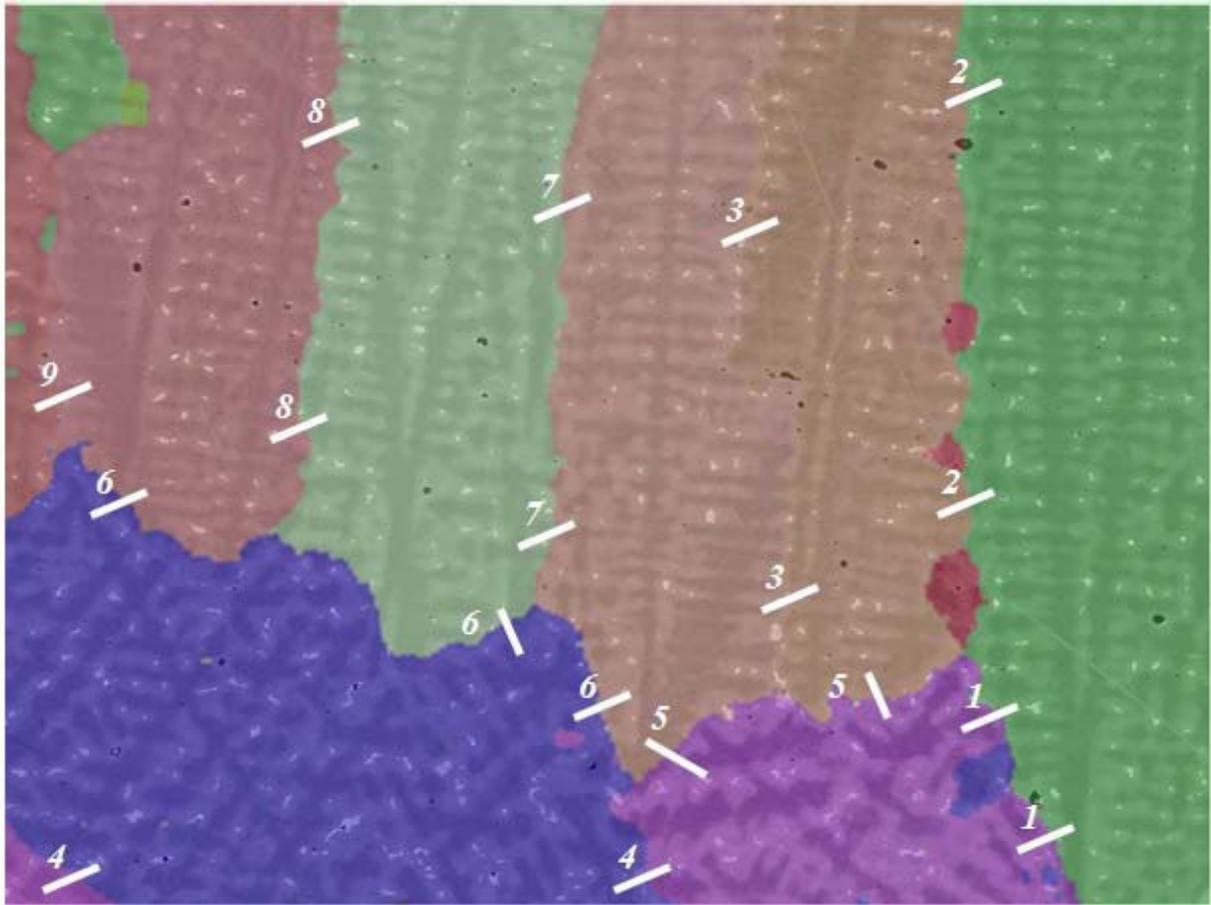


Figure 109: Superposition de l'image en électrons rétrodiffusés avec l'orientation cristallographique issue d'une carte EBSD. Les traits blancs numérotés sont des repères afin d'identifier chaque joint de grains. Certains joints comme le 3 et le 9 peuvent sembler être des sous joint, mais suivant un autre repère, il s'agit bien de joint de grain dont les désorientations sont loin d'être négligeables.

Ligne	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Désorientation	50°	32°	4°	50°	60°	50°	38°	17°	28°
Surface [%]	2.67	6.05	5.63	4.00	6.00	6.90	5.10	4.50	2.96
Fraction de phase [%]	3.60	7.02	12.18	7.57	11.37	8.89	4.23	4.28	1.10
Rapport [%]	34.8	16.0	116.3	89.3	89.5	28.8	-17.0	4.9	-62.8

Tableau 24 : Rapport d'analyse de la figure ci-dessus. Chaque joint de grains est repéré par un numéro. Pour chacun d'entre eux est présenté : la désorientation relative, la surface du joint de grains par rapport à l'ensemble du cliché, la fraction de phase appartenant au joint de grains et enfin le rapport entre ces deux données caractérisant une plus ou moins forte propension des intermétalliques à se former au joint de grains suivant une désorientation privilégiée.

Les joints de grains sont repérés par une barre blanche à proximité d'un numéro. Ce numéro référence un joint et un seul. Chaque grain étant représenté avec une couleur différente, il est possible de discerner la position et la longueur de chaque grain étudié.

La plaque de 10 mm :

Coulée réalisée le 29 avril 2011.

Position du premier échantillon extrait :

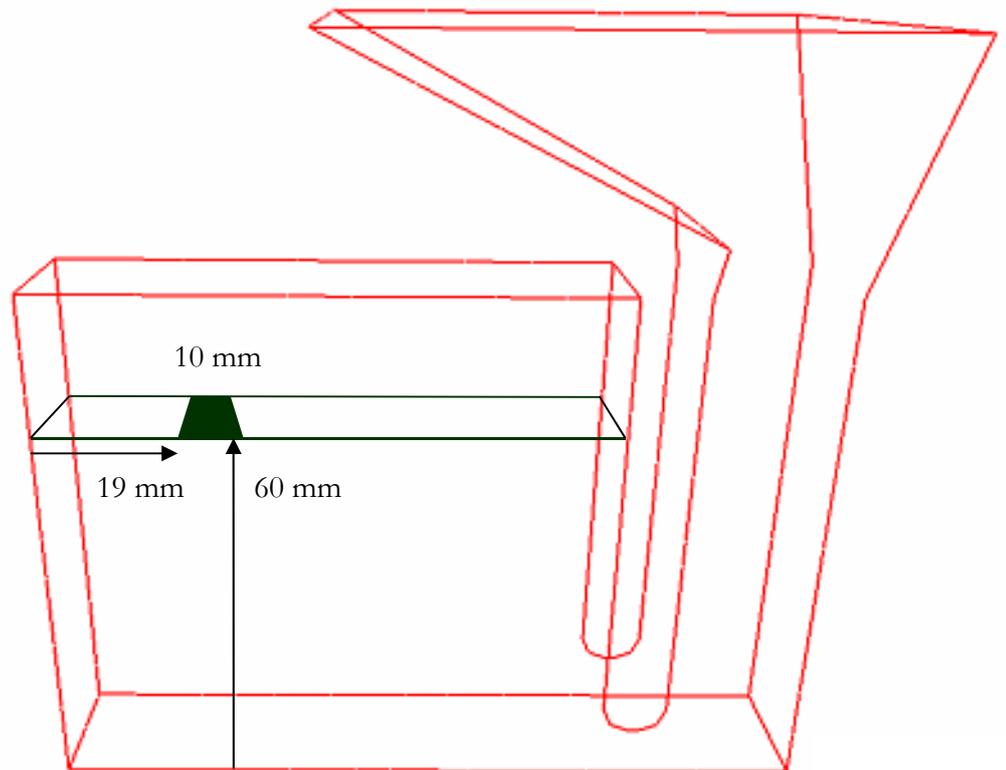


Figure 110: Position du premier échantillon extrait de la plaque de 10 mm. En vert la surface étudiée du dessus.

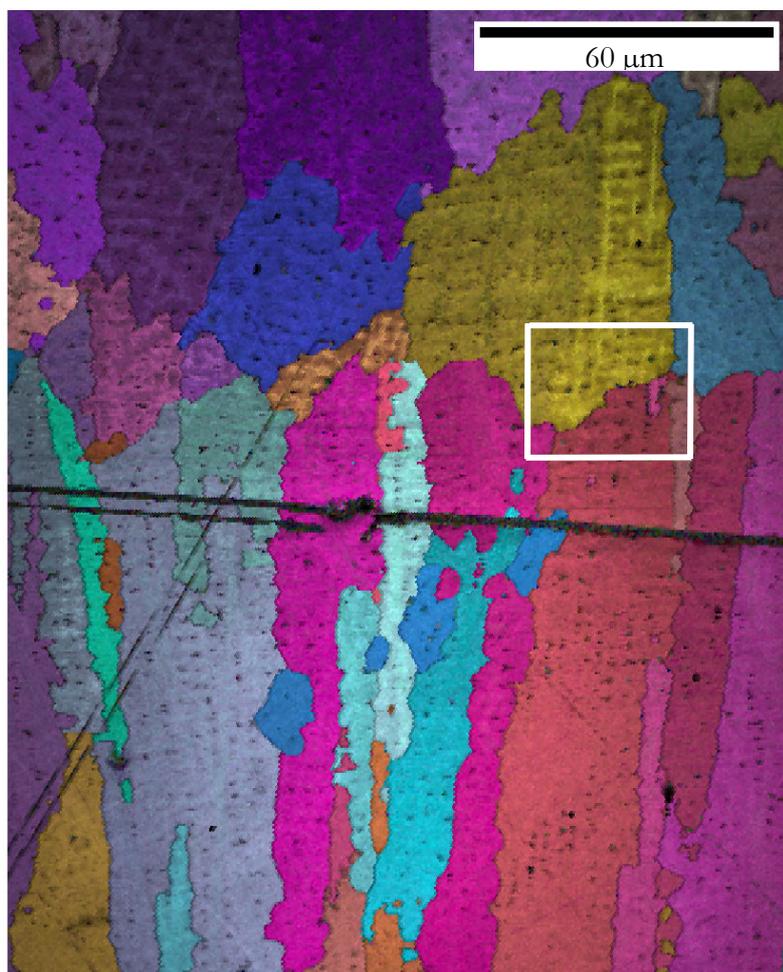


Figure 111: Carte EBSD avec indice de qualité en nuance de gris. La zone étudiée est encadrée en blanc. Cette analyse a été réalisée le 29 juin 2011.

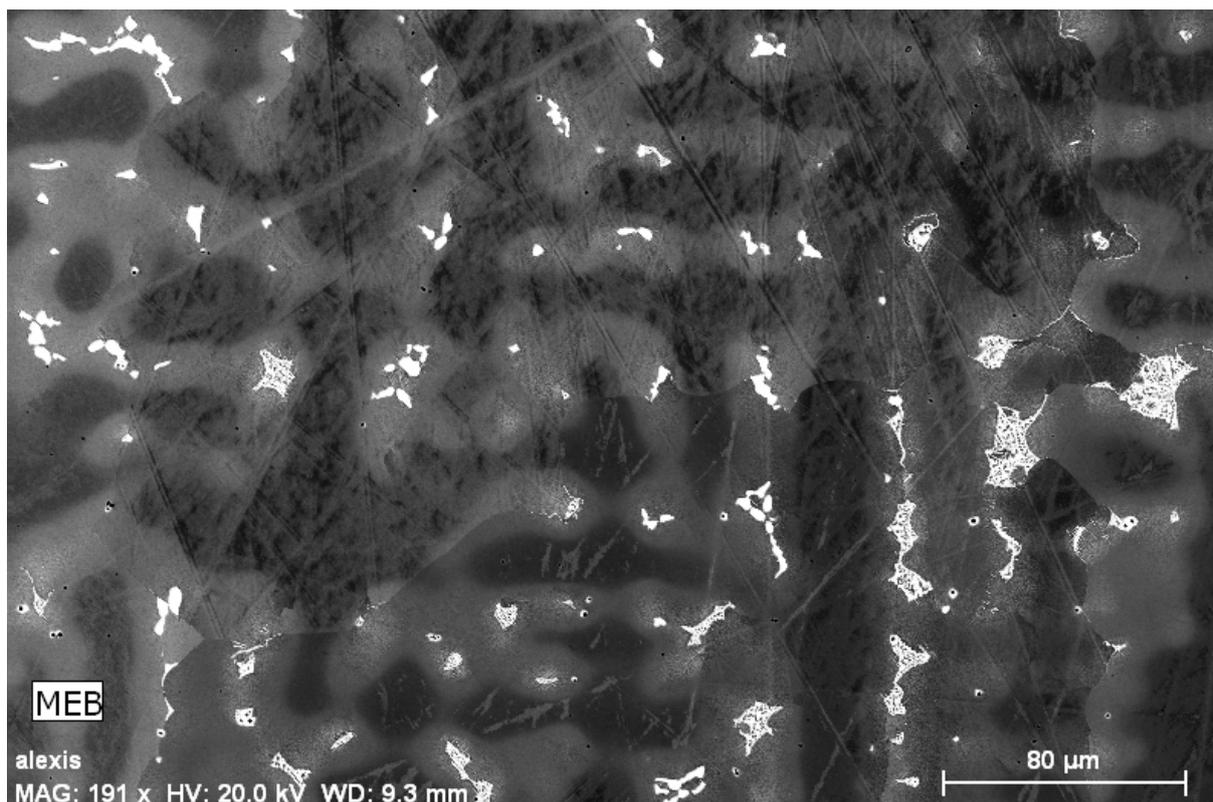


Figure 112 : Image en électrons rétrodiffusés de la zone étudiée

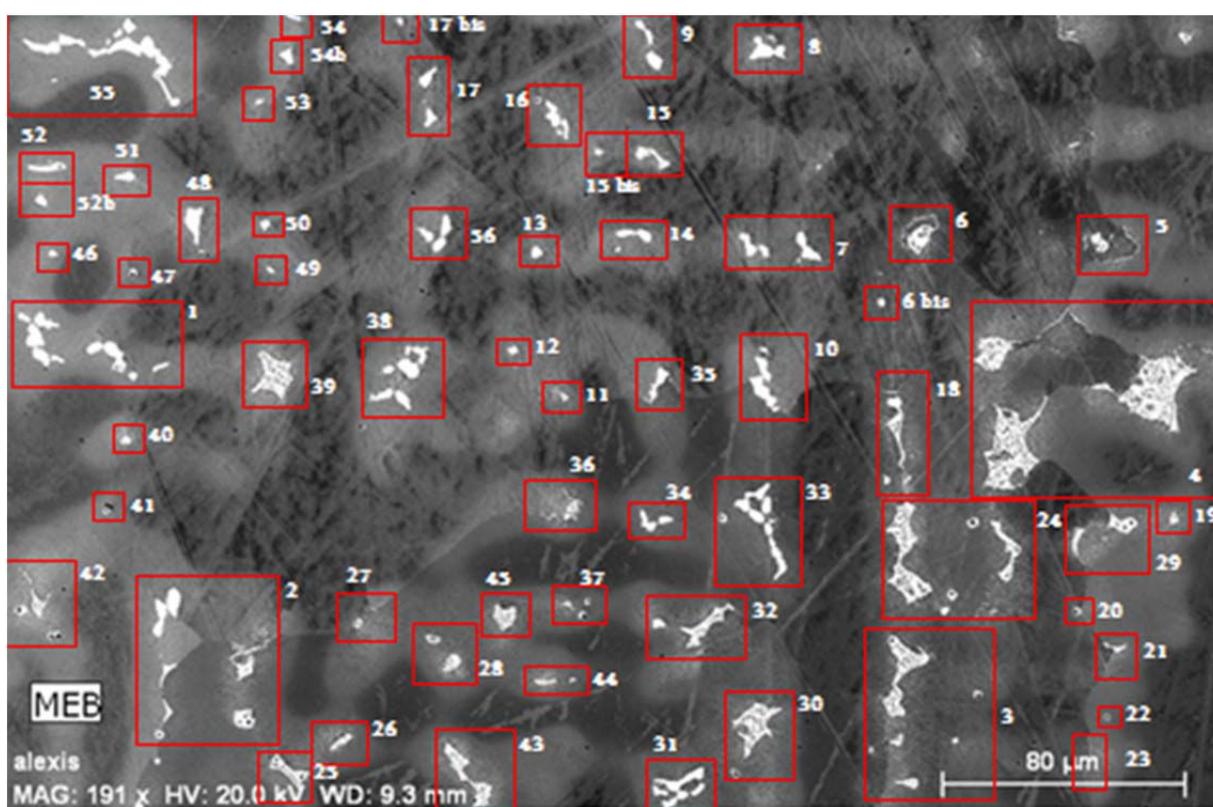


Figure 113 : Carte d'analyse

Phase	Laves	delta	NbC
Fraction en %	1.28%	0.754%	0.20%

Tableau 25 : fractions de phases

Éléments	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Ti	Al
Composition %Pds 20kV	52.2	17.8	17.9	6.7	3.7	1.20	0.55

Tableau 26 : Composition chimique de la zone étudiée, % Pds

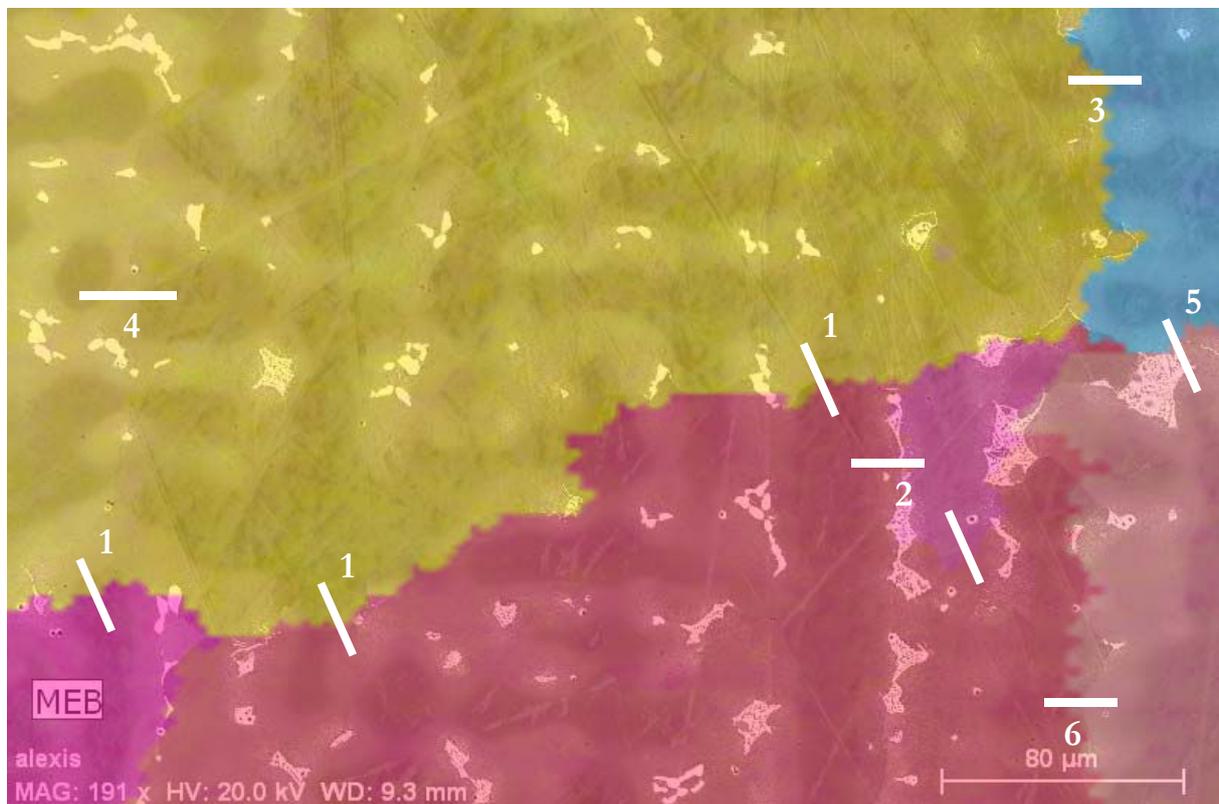


Figure 114 : Superposition de l'image en électrons rétrodiffusés avec l'orientation cristallographique issue d'une carte EBSD.

Ligne	1	2	3	4	5	6
Désorientation	35°	11°	42°	3°	56°	7°
Surface	22.83%	12.16%	7.50%	14.20%	2.50%	7.60%
Fraction de phase	18.27%	21.08%	9.86%	14.74%	8.30%	12.05%
Rapport	-20.0%	+73.3%	+31.5%	+3.8%	+232.0%	+58.6%

Tableau 27 : Rapport d'analyse de la figure ci-dessus

Toujours sur la même coulée, un autre échantillon a été extrait. Sa localisation est indiquée ci-contre

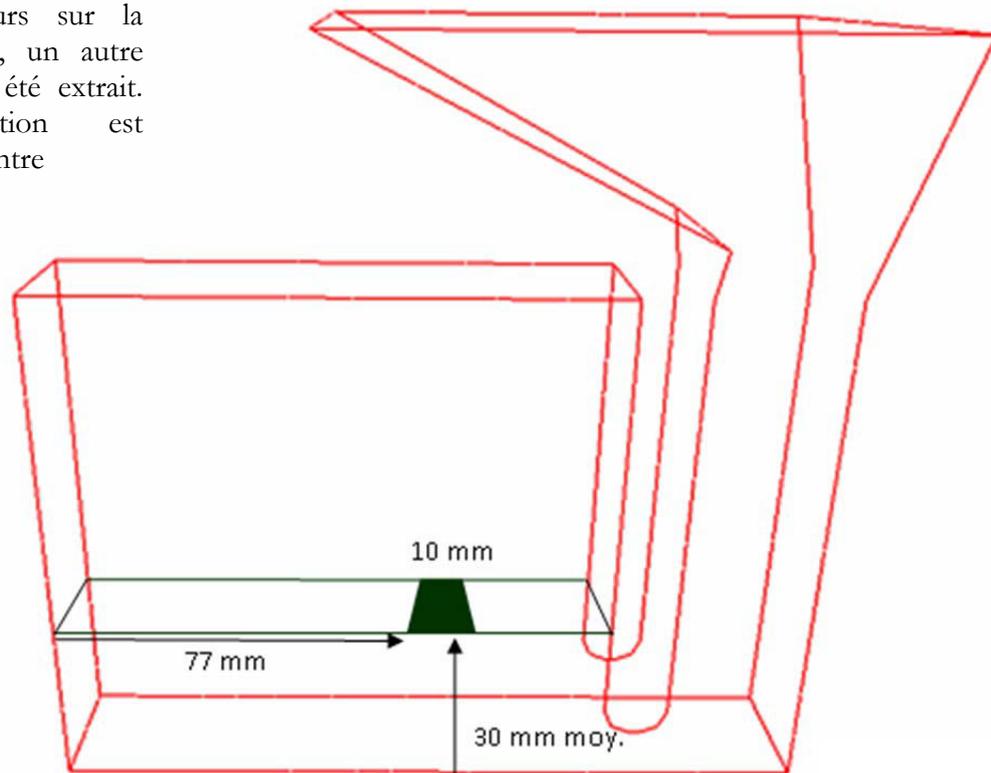


Figure 115: Position du deuxième échantillon extrait de la plaque de 10 mm. En vert la surface étudiée vue du dessus.

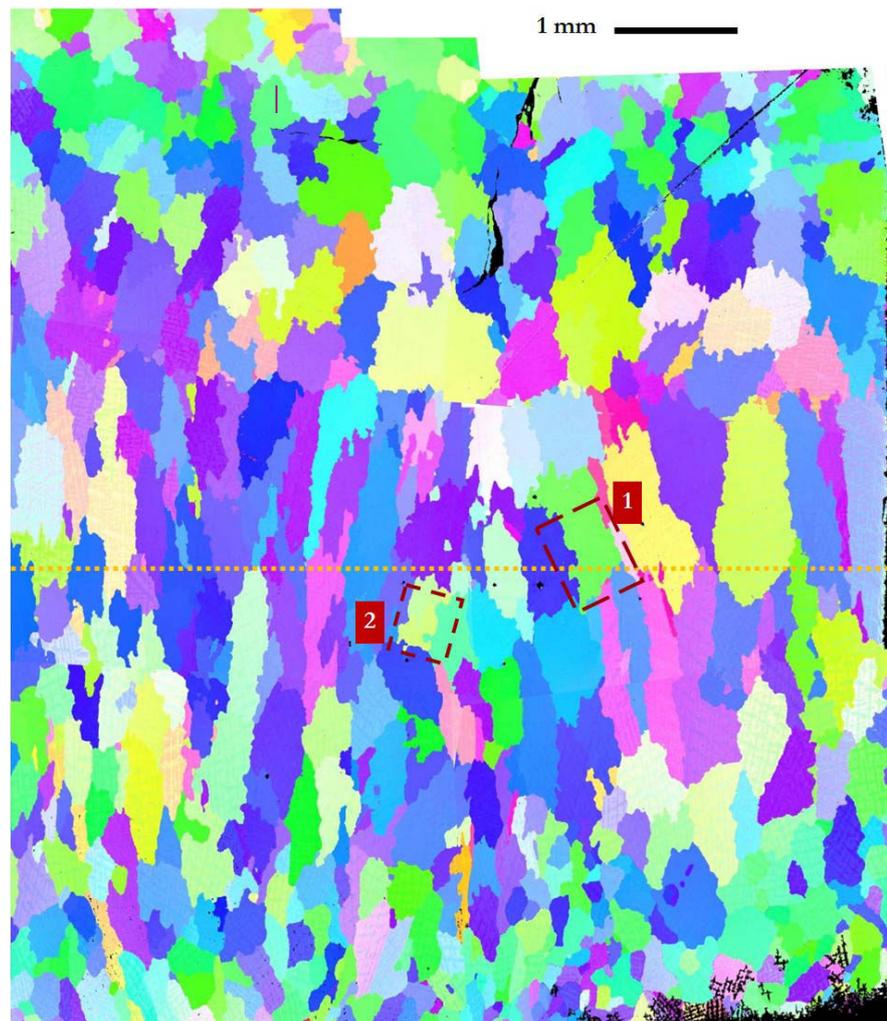


Figure 116: Carte EBSD de l'échantillon extrait. Les deux analyses sont encadrées en rouge. Les pointillés jaunes représentent le centre de la plaque. Ces deux analyses sont particulièrement petites comparativement aux autres. La raison vient du fait qu'elles ont été réalisées en premier, avant de savoir si la méthode d'analyse était pertinente.

1^{ère} analyse :

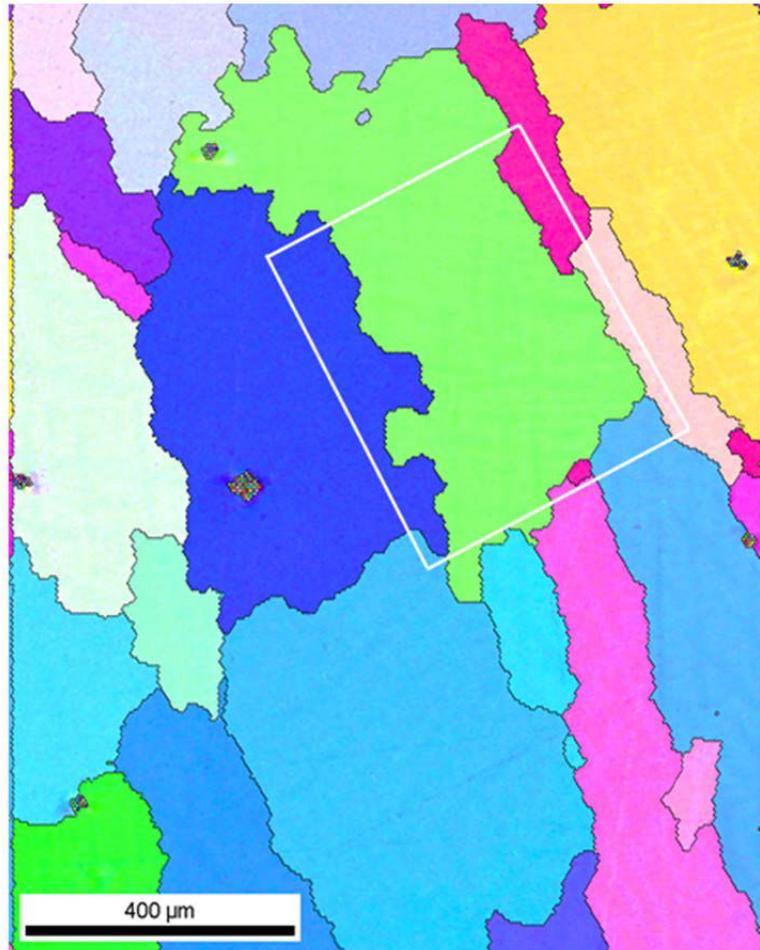


Figure 117: Carte EBSD de la première analyse.

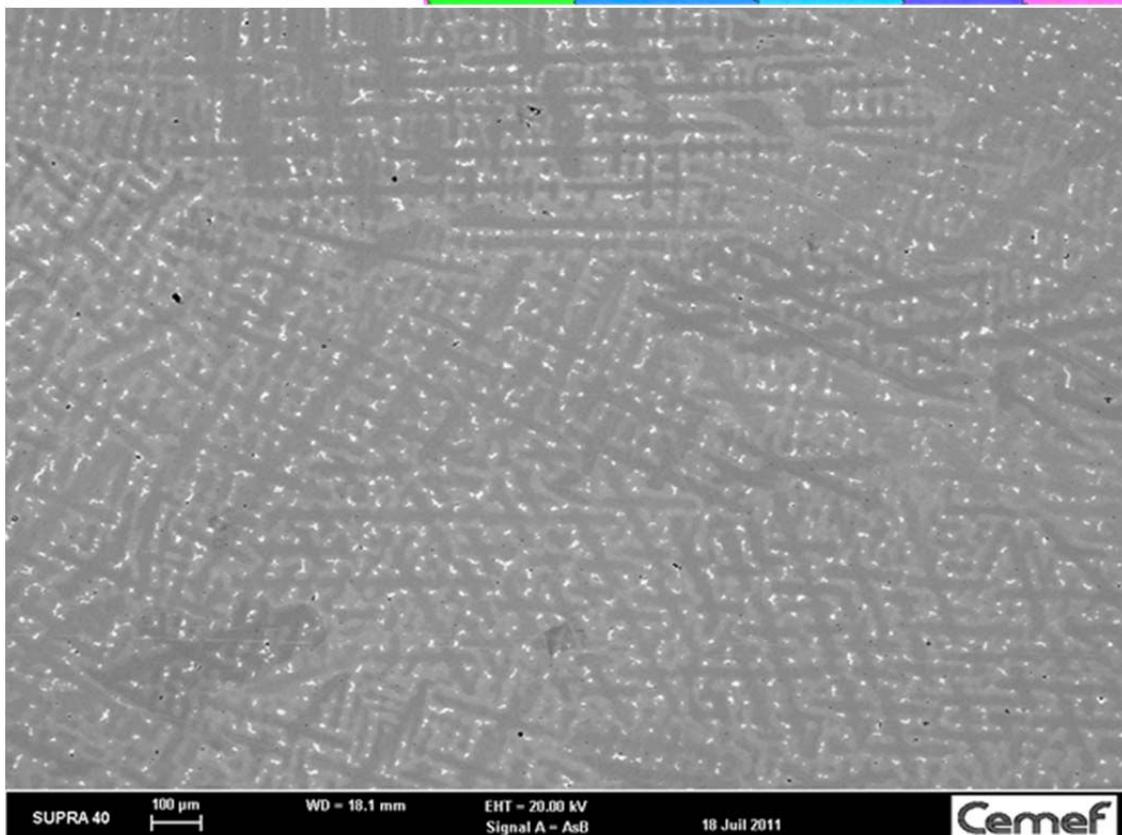


Figure 118: Vue large en électrons rétrodiffusés de la zone observée. La partie étudiée est au centre de l'image et présentée explicitement figure suivante.

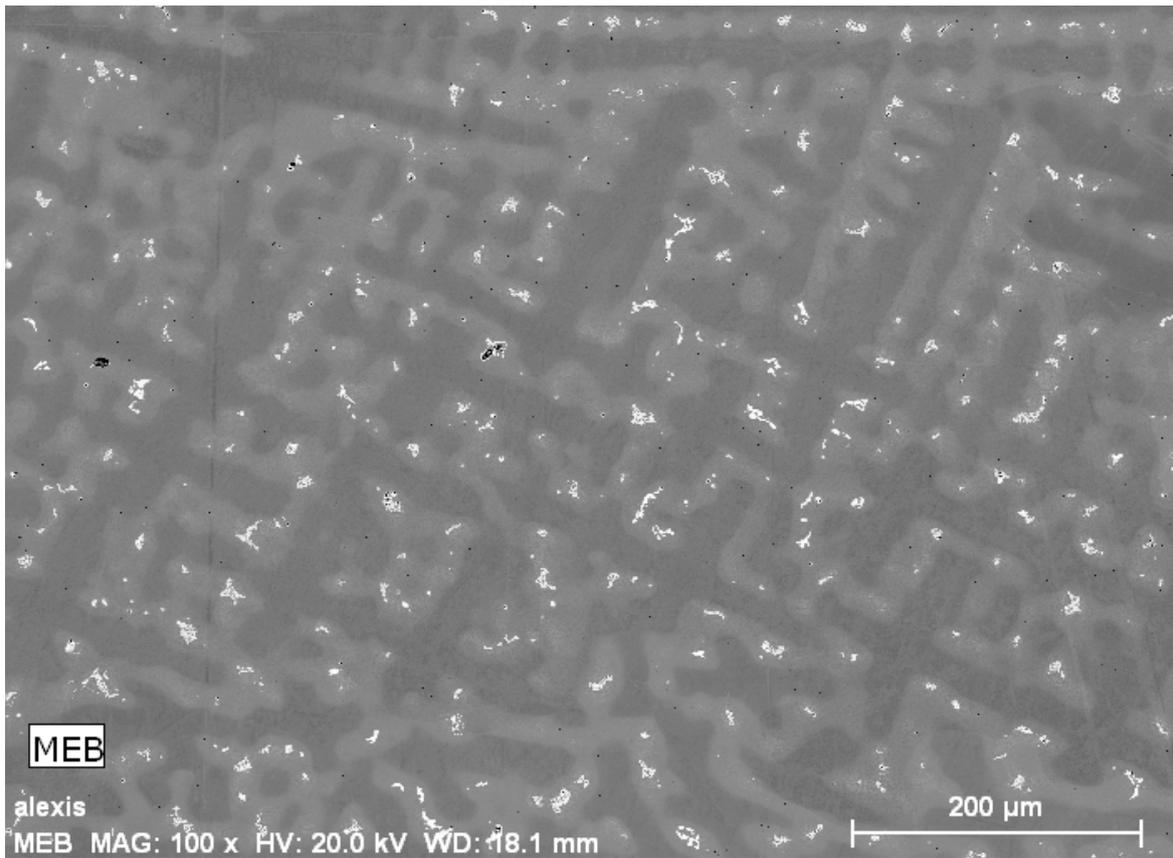


Figure 120 : Image en électrons rétrodiffusés de la zone étudiée

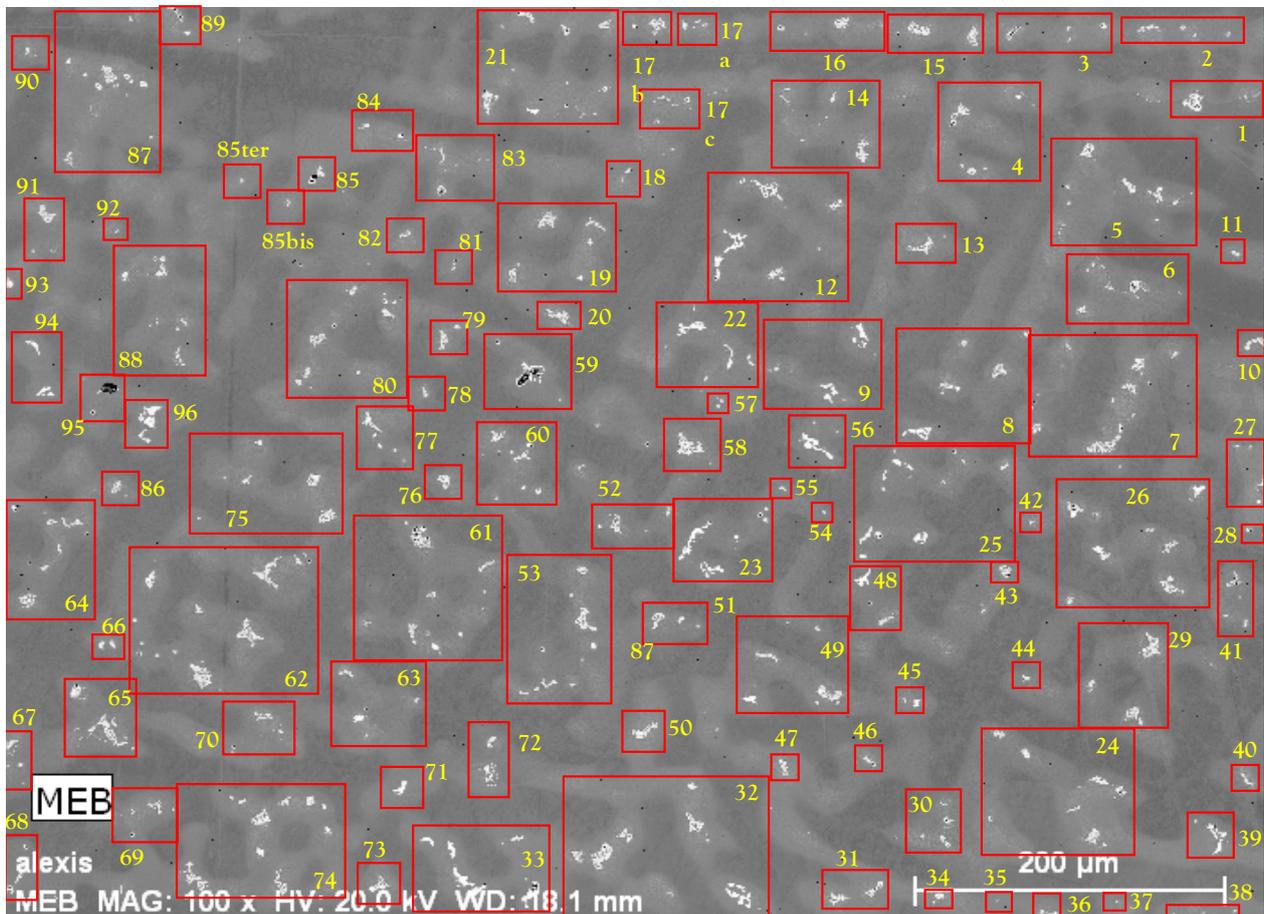


Figure 119: carte d'analyse

Phase	Laves	delta	NbC
Fraction en %	0.645%	0.448%	0.28%

Tableau 28: fractions de phases

Éléments	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Ti	Al
Composition %Pds 20kV	52.3	18.2	18.2	6.1	3.6	1.16	0.53

Tableau 29 : Composition chimique de la zone étudiée

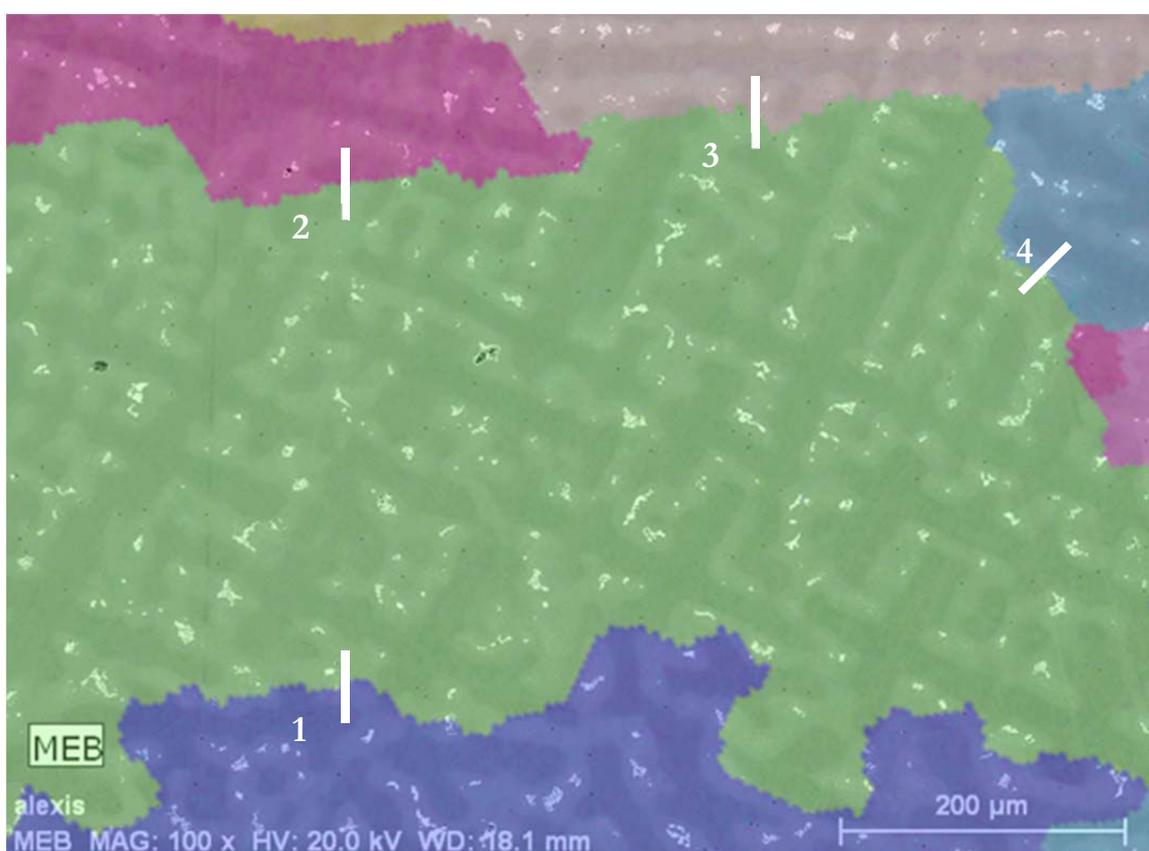


Figure 121 : Superposition de l'image en électrons rétrodiffusés avec l'orientation cristallographique issue d'une carte EBSD.

Ligne	1	2	3	4
Désorientation	43°	24°	49°	34°
Surface	25%	9.8%	6.3%	6.1%
Fraction de phase	27%	8.2%	6.02%	5.1%
Rapport	+8.0%	-10.9%	-4.4%	-16.4%

Tableau 30: Rapport d'analyse de la figure ci-dessus

2^{ème} analyse :

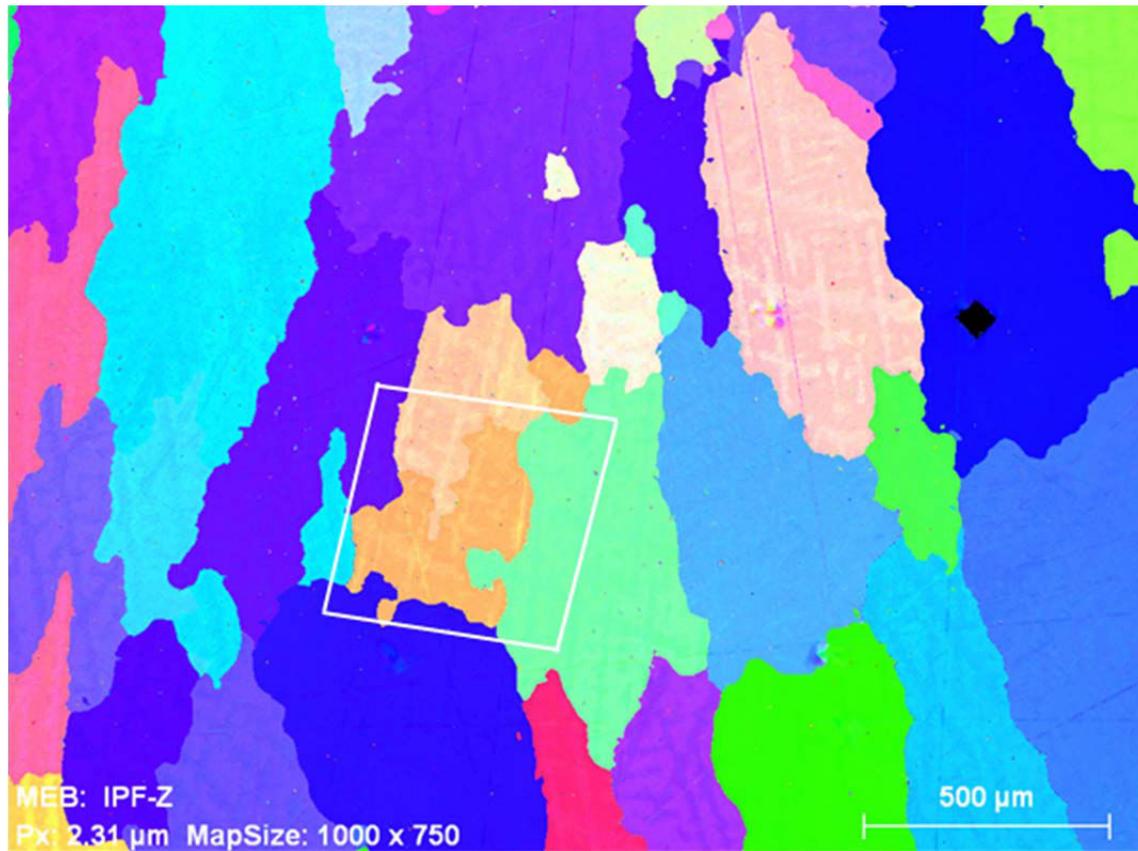


Figure 122: Carte EBSD

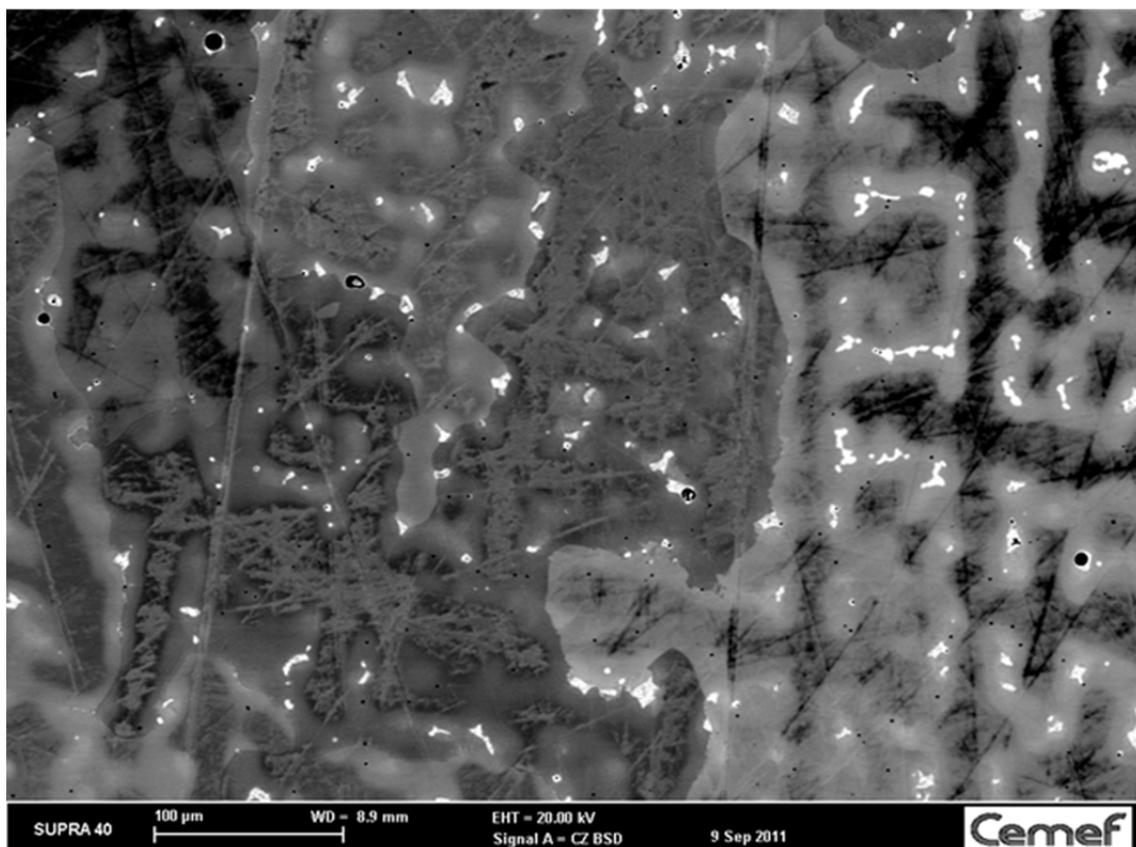


Figure 123: Image en électrons rétrodiffusés de la zone étudiée

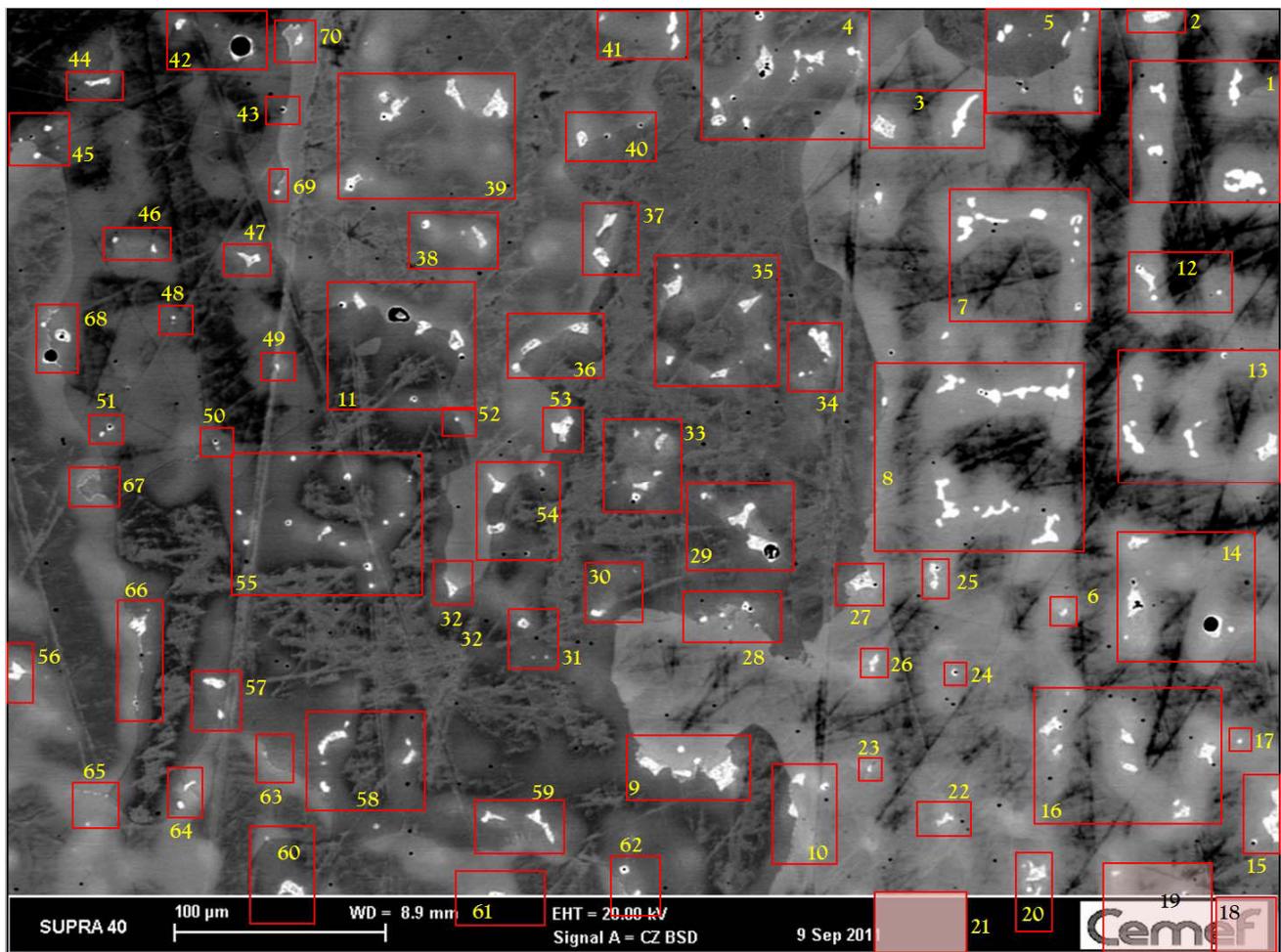


Figure 124: carte d'analyse

<i>Phase</i>	<i>Laves</i>	<i>delta</i>	<i>NbC</i>
<i>Fraction en %</i>	0.645%	0.448%	0.28%

Tableau 31 : fractions de phases de la zone étudiée

<i>Éléments</i>	<i>Ni</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Nb</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Al</i>
<i>Composition %Pds 20kV</i>	52.3	18.2	18.2	6.1	3.6	1.16	0.53

Tableau 32 : Composition chimique de la zone étudiée

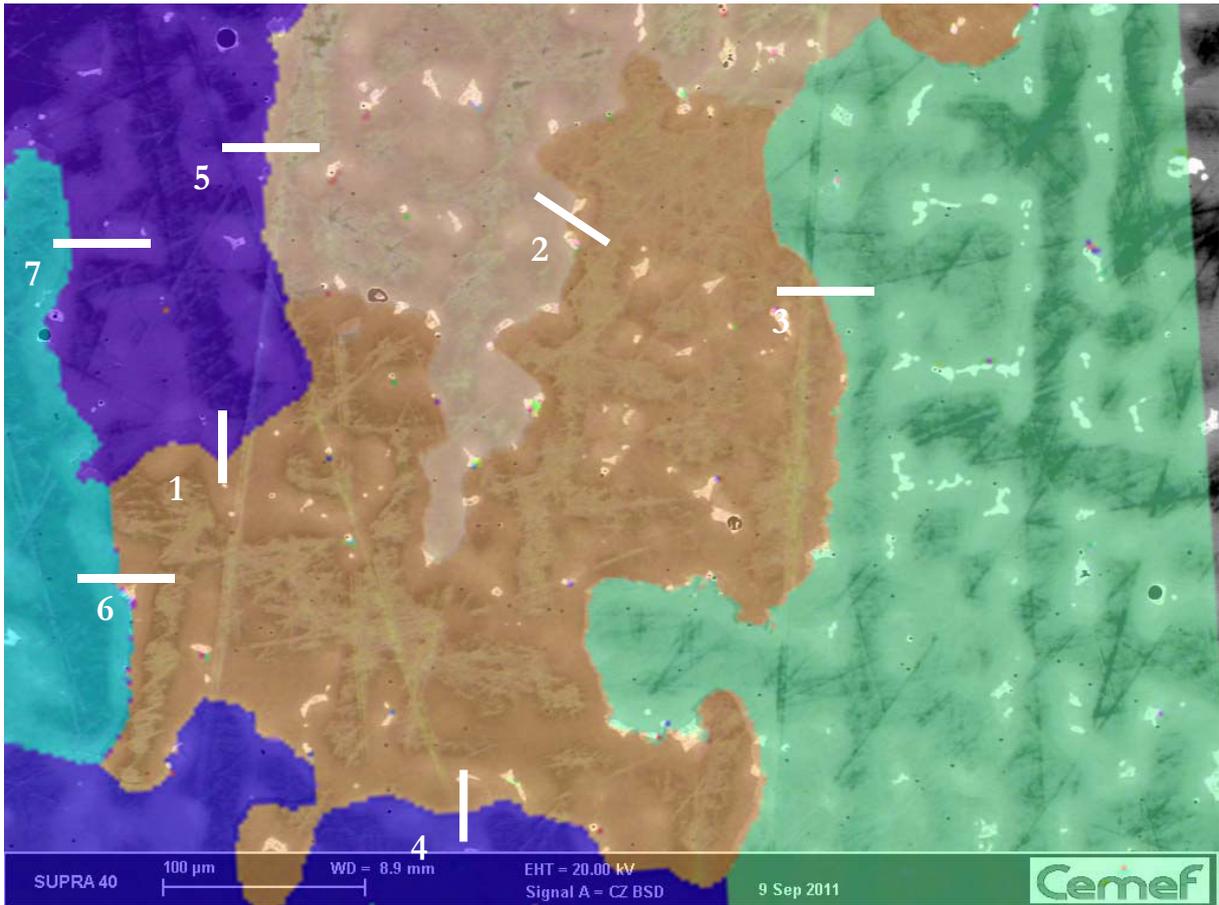


Figure 125: Superposition de l'image en électrons rétrodiffusés avec l'orientation cristallographique issue d'une carte EBSD.

<i>Ligne</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>
<i>Désorientation</i>	41,0°	3,5°	18,0°	31,0°	43,0°	36,0°	17,0°
<i>Surface</i>	5.8%	17.3%	23%	14.75%	4.58%	4.4%	5.0%
<i>Fraction de phase</i>	4.5%	30.55%	30.7%	12.69%	4.47%	3.7%	4.0%
<i>Rapport</i>	-22.4%	+76.6%	33.5%	-14%	-2.5%	-15.9%	-20%

Tableau 33 : rapport d'analyse de la figure ci-dessus

La plaque de 10 mm :

Coulée réalisée le 11 Juillet 2011. L'épaisseur de la plaque est identique à la précédente coulée. Cependant, la surchauffe du moule était supérieure de 30 °C. Une des conséquences est un refroidissement plus lent de métal et donc une solidification donnant des grains de taille supérieure.

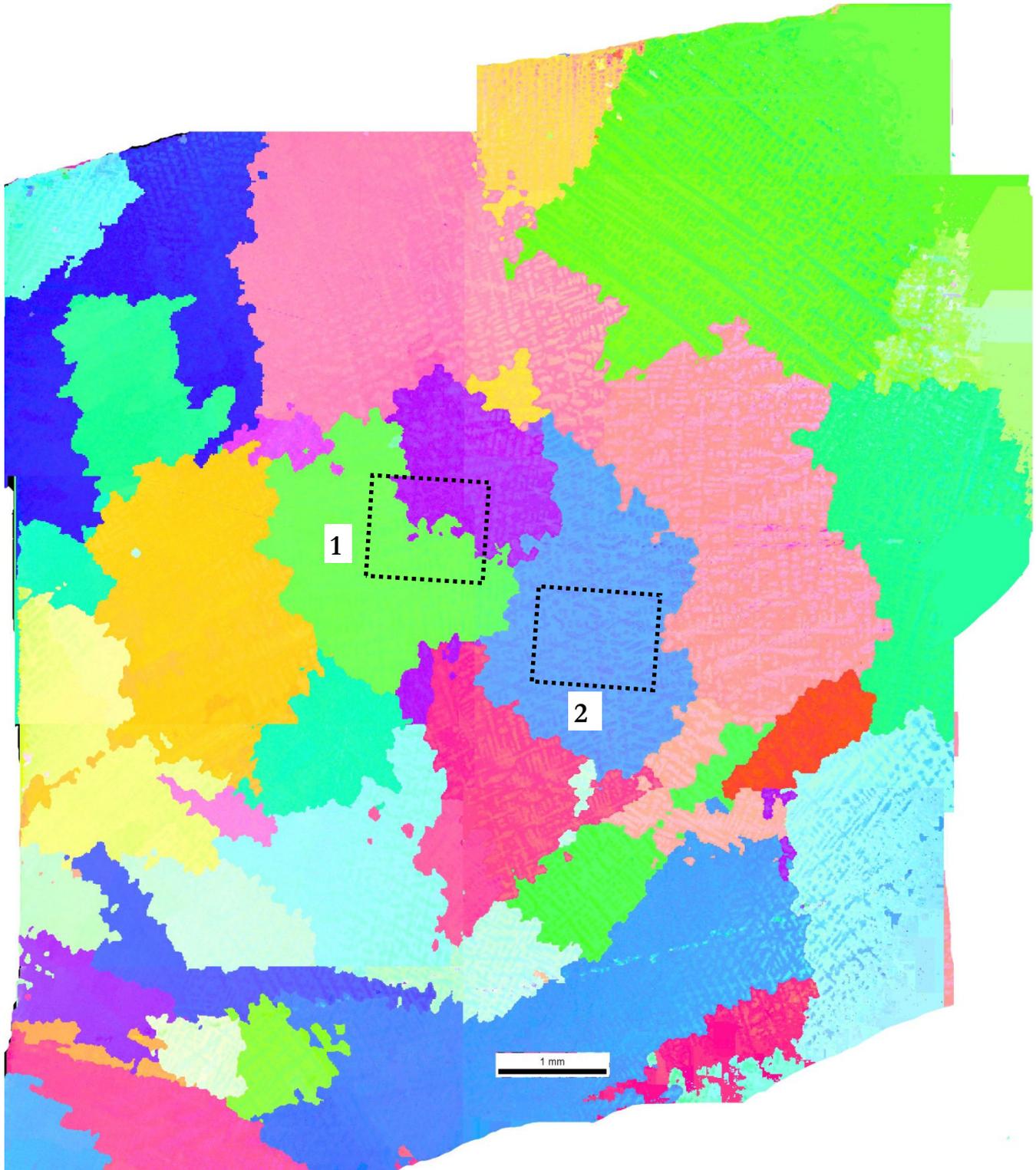


Figure 126 : Carte EBSD de l'échantillon extrait. Les bords de la plaque sont en haut et en bas de cette image. Deux analyses ont été conduites représentées par les encadrés en pointillés.

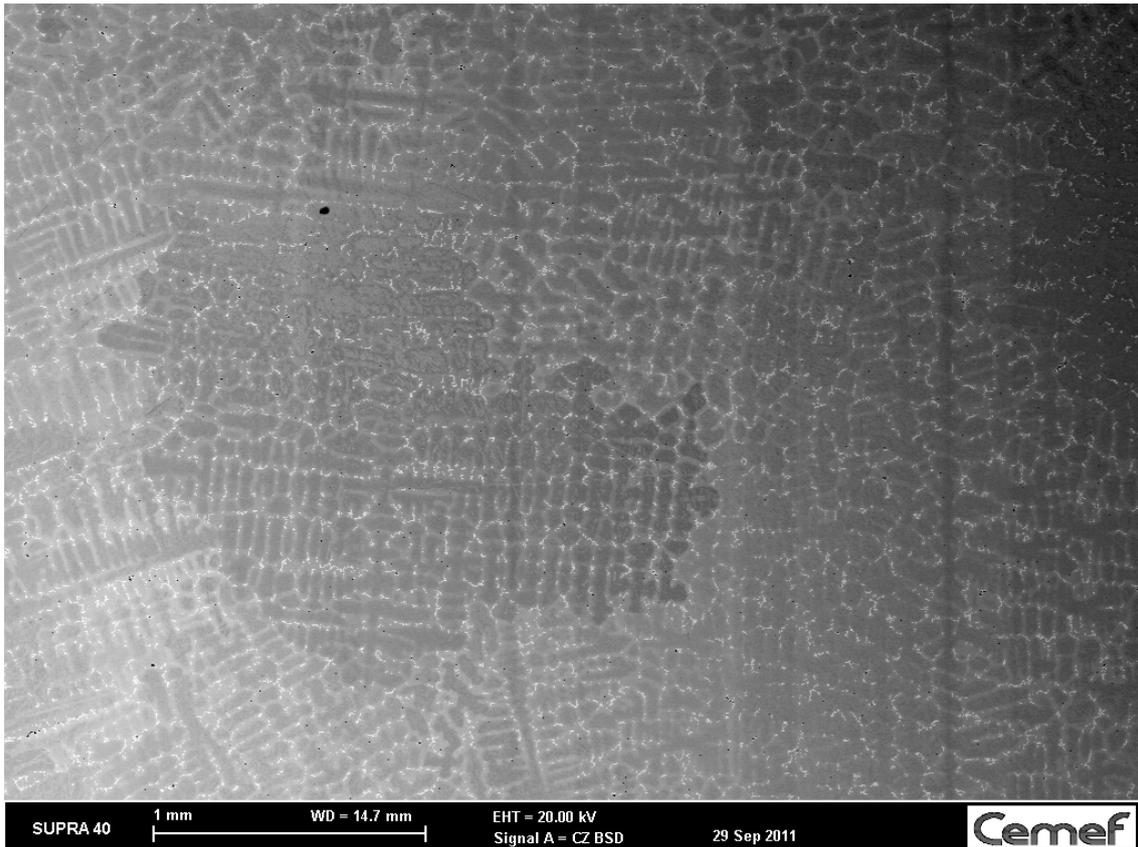


Figure 127: vue large en électrons rétrodiffusés de la zone étudiée. Cette vue permet de retrouver les paramètres λ_1 et λ_2 . Le grain plus sombre légèrement sur la gauche correspond au grain vert en partie analysé par la zone 1 sur la figure précédente.

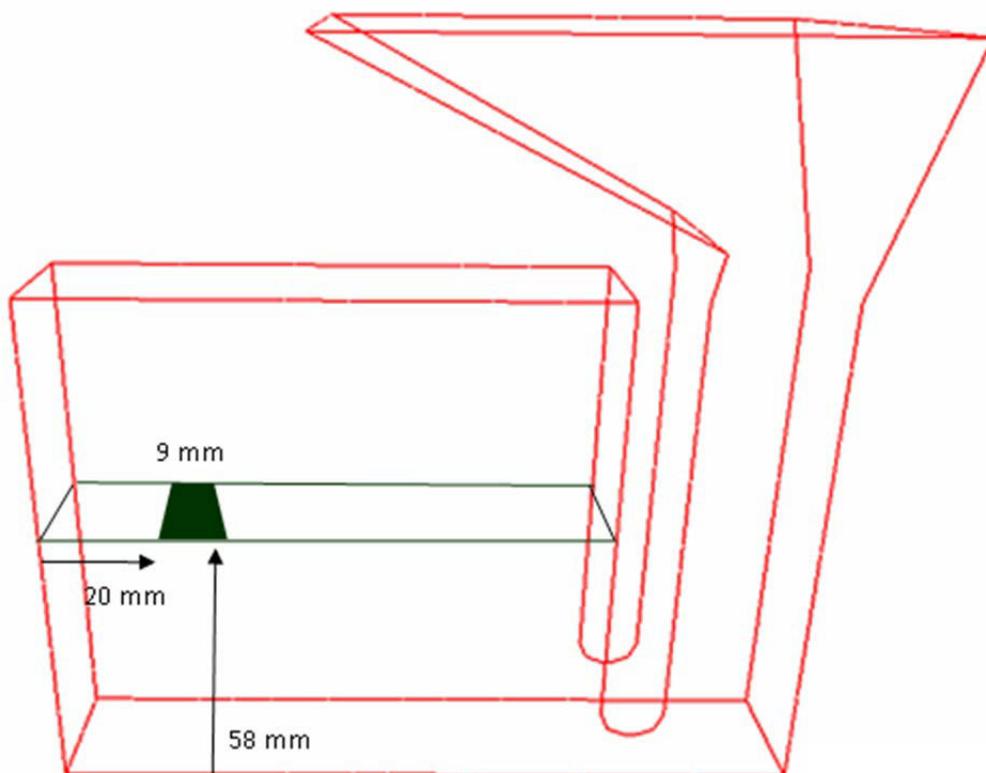


Figure 128: position de l'échantillon extrait

1^{ère} analyse :

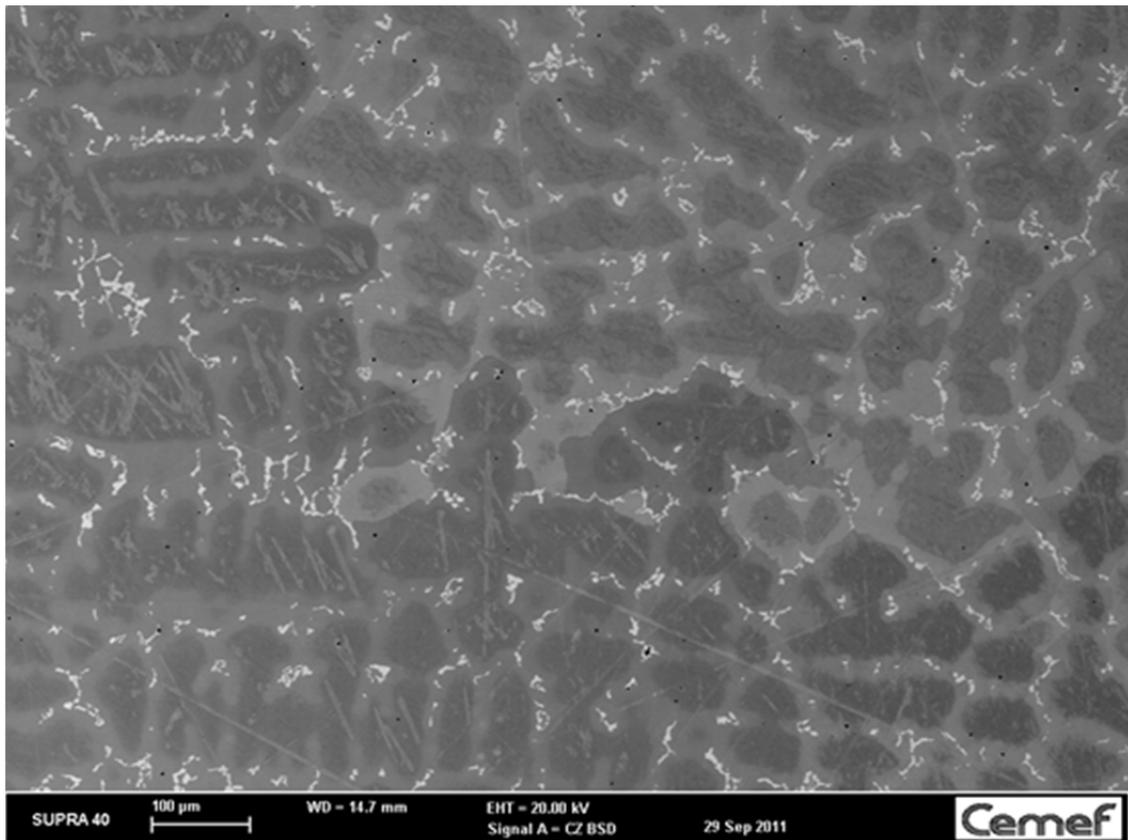


Figure 129: Image en électrons rétrodiffusés de la zone étudiée

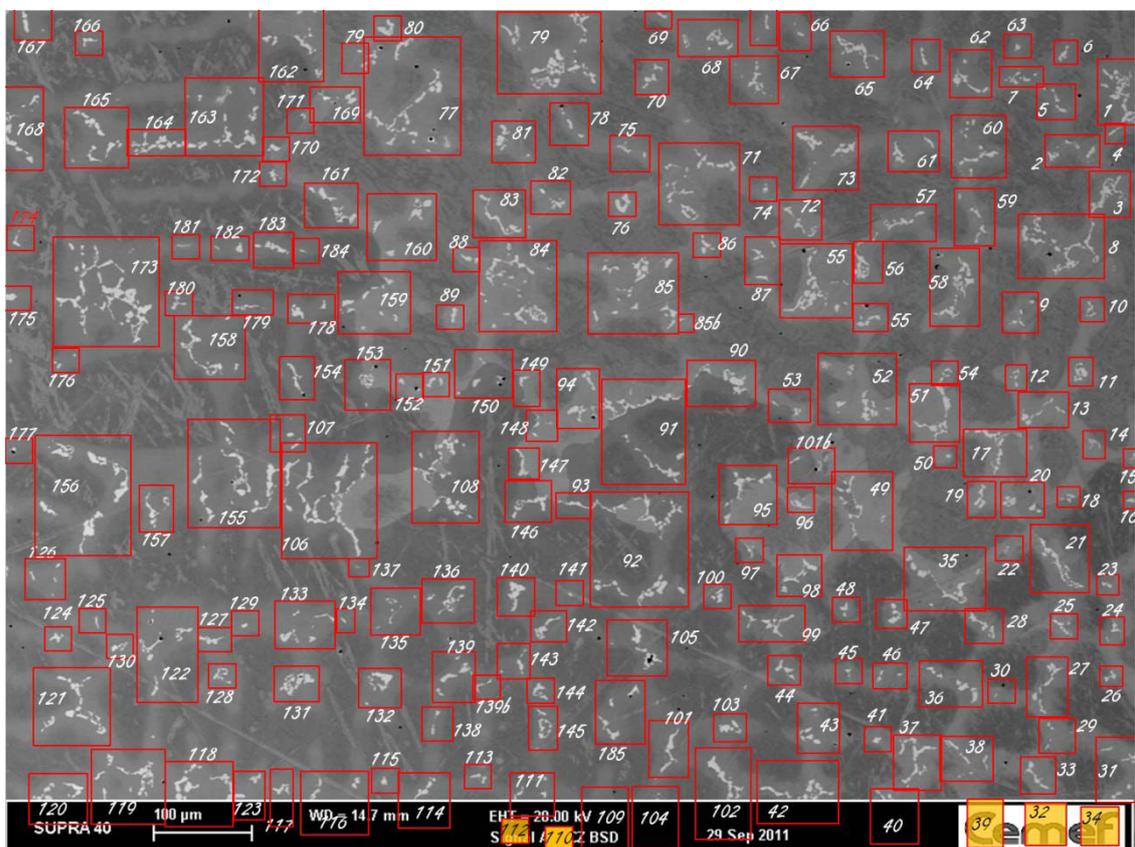


Figure 130: carte d'analyse

<i>Phase</i>	<i>Laves</i>	<i>delta</i>	<i>NbC</i>
<i>Fraction en %</i>	2.49%	0.378%	0.22%

Tableau 34: Fractions de phases sur la zone

<i>Éléments</i>	<i>Ni</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Nb</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Al</i>
<i>Composition %Pds 20kV</i>	52.6	18.1	18.0	6.0	3.6	1.14	0.60

Tableau 35: composition chimique de la zone étudiée

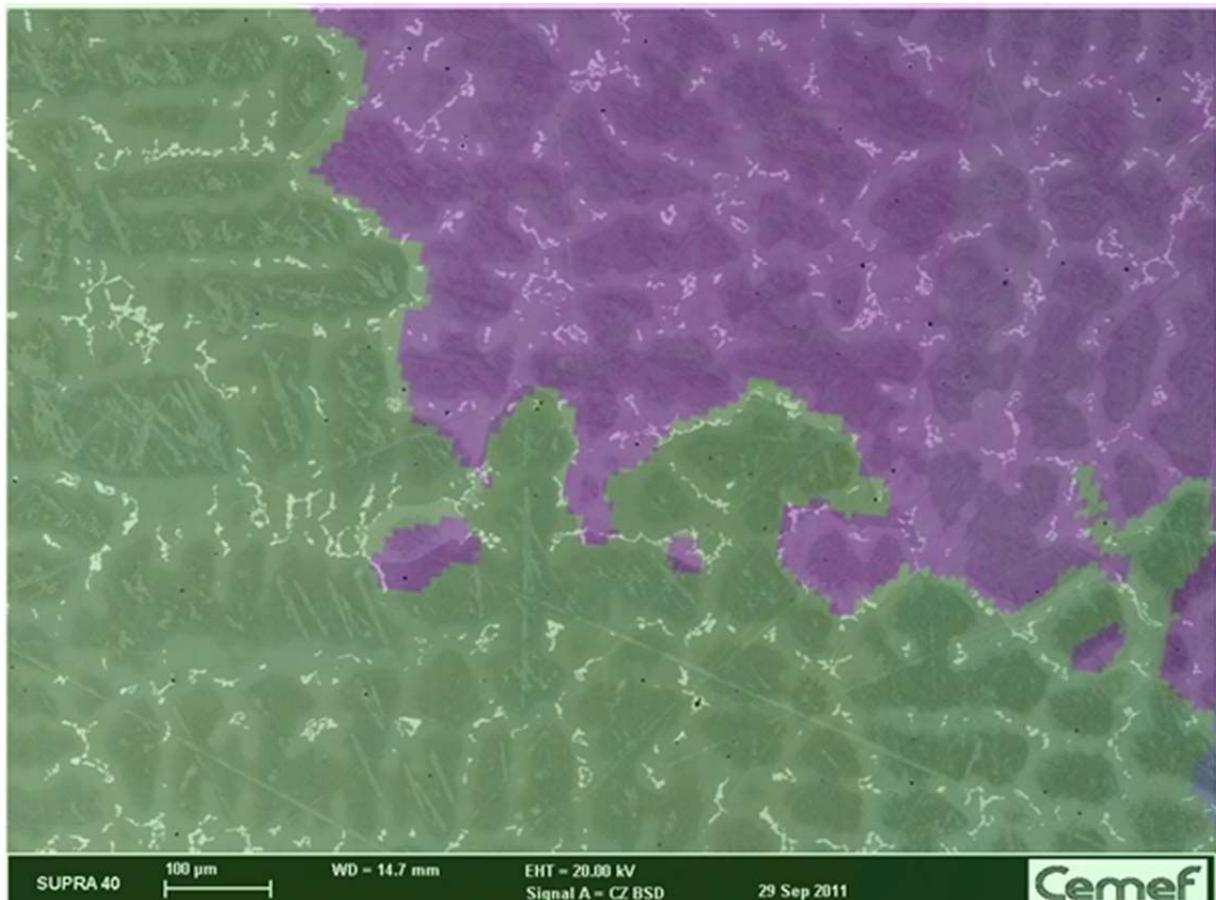


Figure 131: Superposition de l'image en électrons rétrodiffusés avec l'orientation cristallographique issue d'une carte EBSD.

<i>Ligne</i>	1
<i>Désorientation</i>	30°
<i>Surface</i>	20.5%
<i>Fraction de phase</i>	22.06%
<i>Rapport</i>	7.61%

Tableau 36: répartition des intermétalliques

2^{ème} analyse :

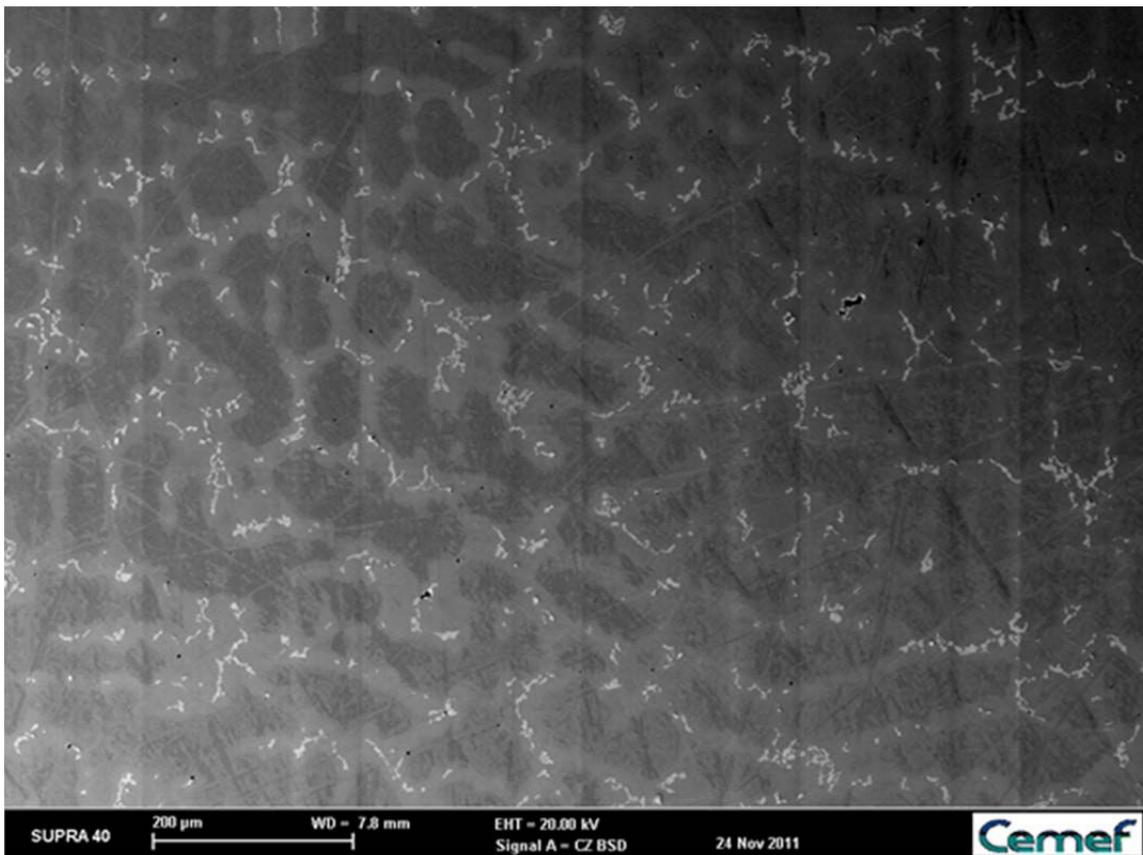


Figure 133 : Image en électrons rétrodiffusés de la zone étudiée

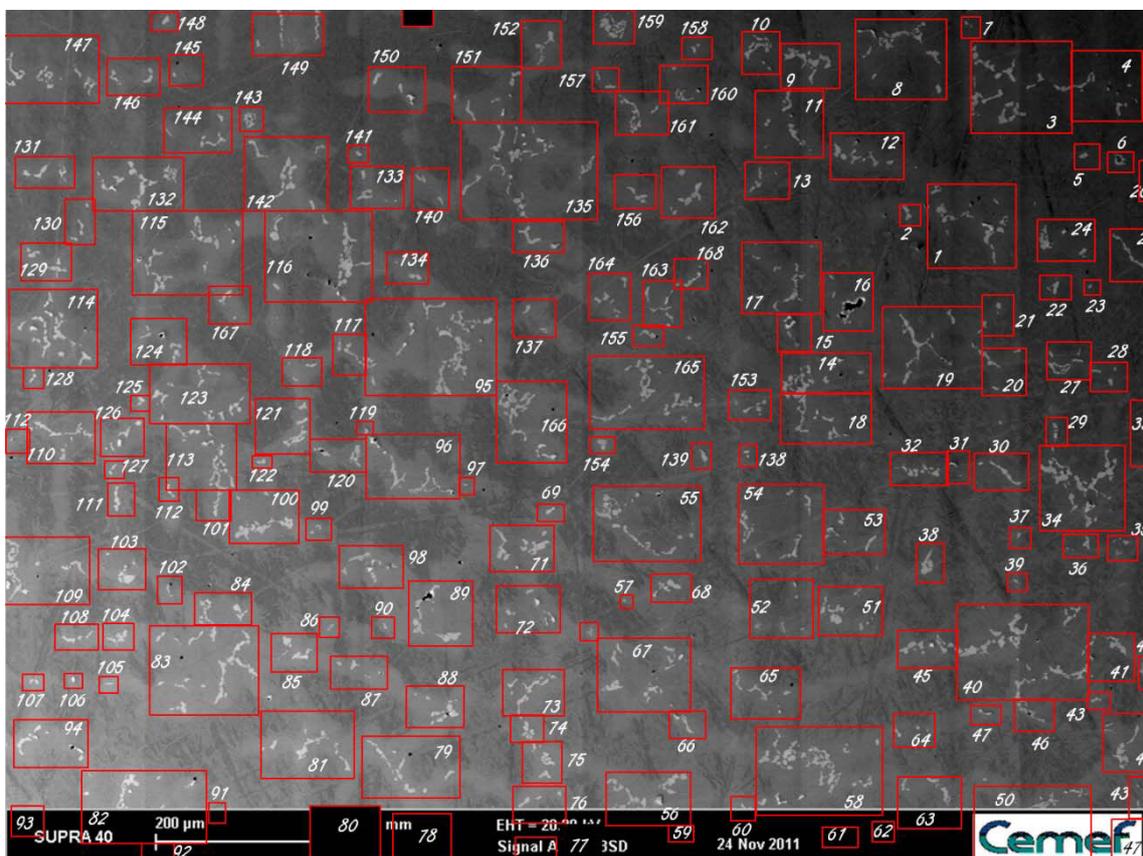


Figure 132 : carte d'analyse

<i>Phase</i>	<i>Laves</i>	<i>delta</i>	<i>NbC</i>
<i>Fraction en %</i>	2.39%	0.389%	0.23%

Tableau 37: fractions de phase sur la zone

<i>Éléments</i>	<i>Ni</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Nb</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Al</i>
<i>Composition %Pds 20kV</i>	52.9	18.4	18.2	5.6	3.3	1.12	0.54

Tableau 38: composition chimique de la zone

Cette analyse ne se prête pas à une étude de répartition des phases suivant les joints de grains puisqu'il n'y a pas de joint de grains dans le champ étudié.

La plaque de 25 mm :

Plaque coulée le 4 mai 2012. Une face est isolée avec du feutre d'alumine, l'autre non.

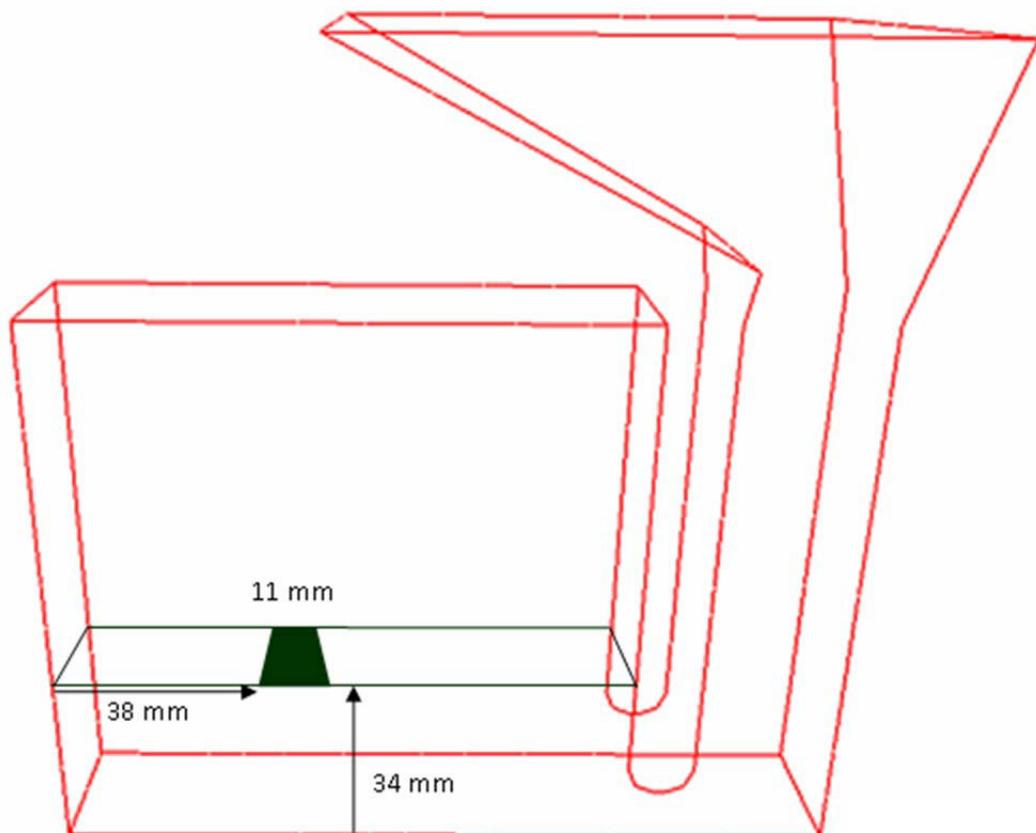


Figure 134: position de l'échantillon extrait

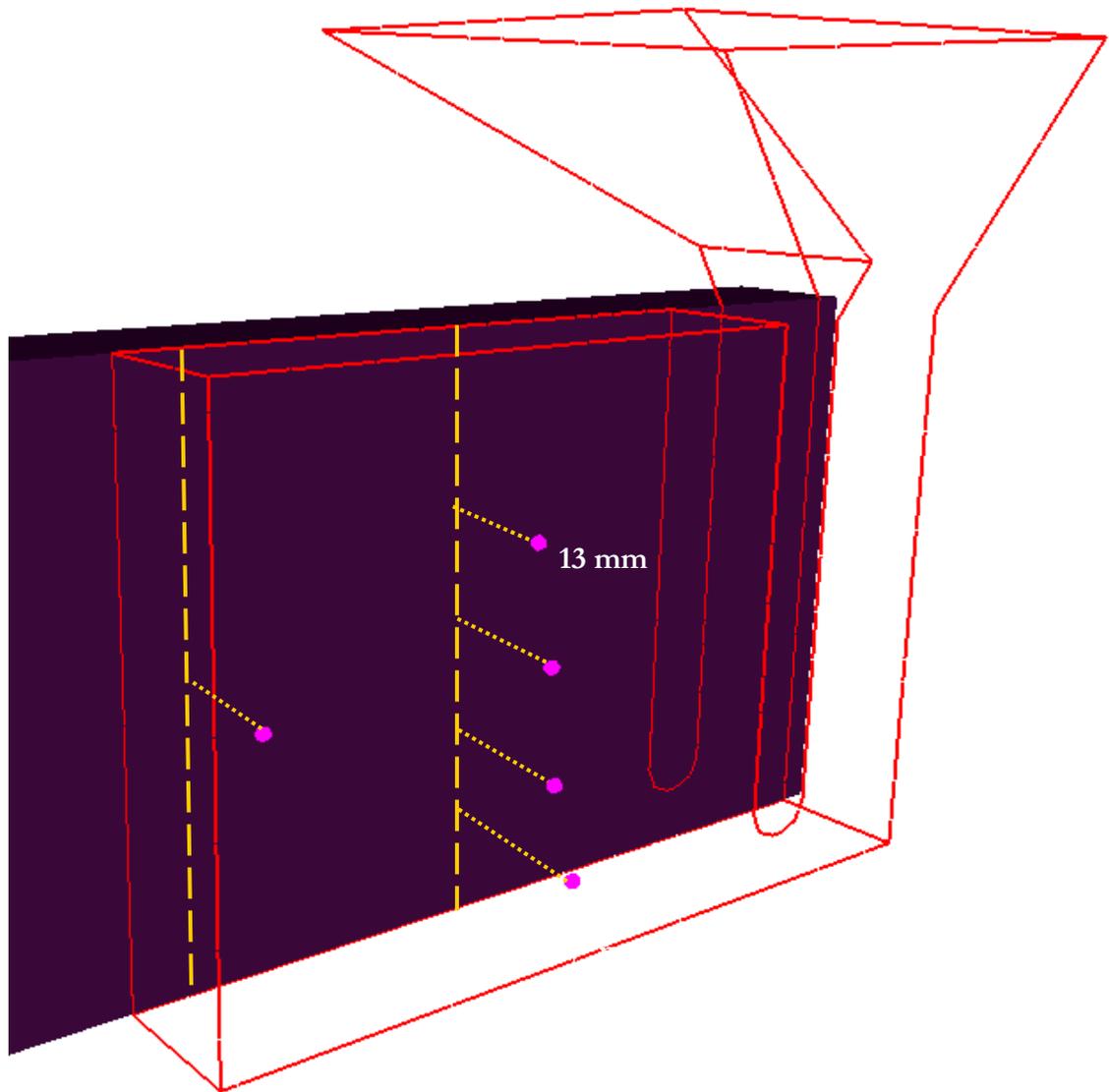
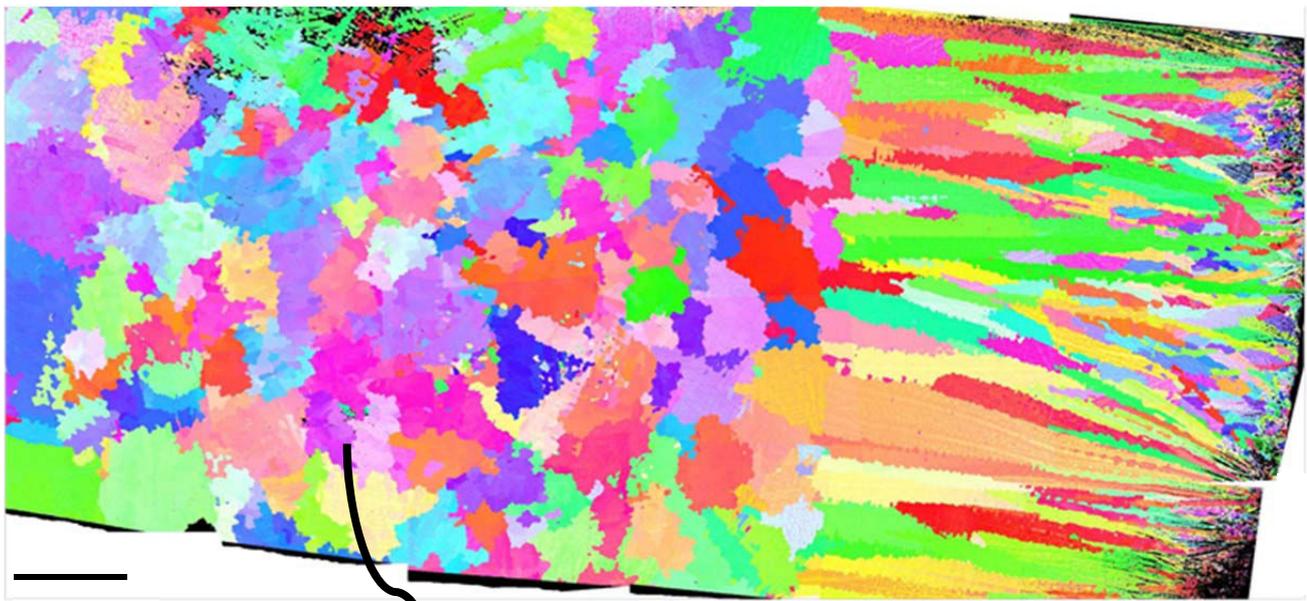


Figure 135 : position des capteurs dans la plaque de 25 mm. Les mesures indiquées correspondent à la profondeur des capteurs. S7 et S3 sont à la même profondeur. Pour la position suivant la hauteur et la longueur de la plaque, se référer au schéma de la Figure 33.



2 mm

Figure 136: Carte EBSD de l'ensemble de l'échantillon, le côté non isolé est à droite de l'image.

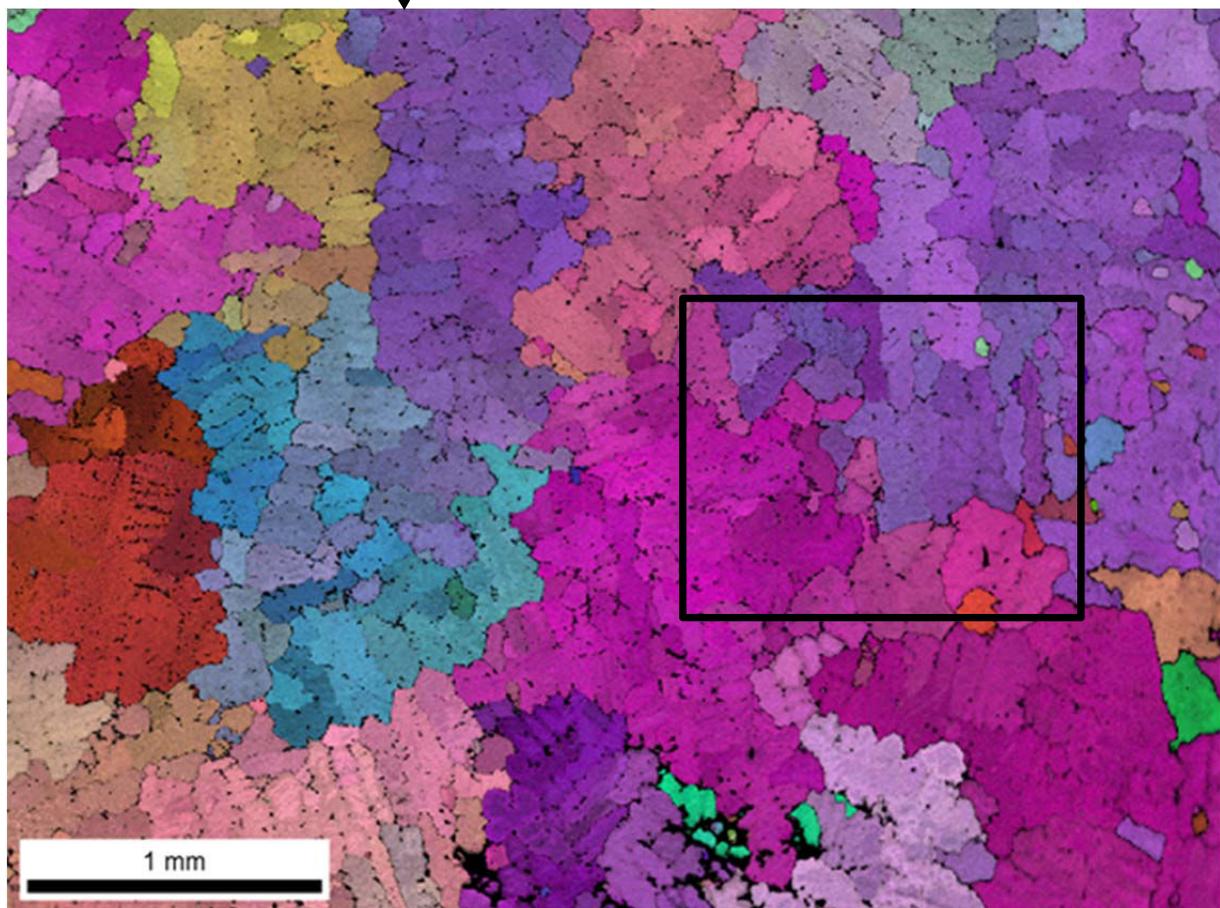


Figure 137: zoom sur la zone lus spécifiquement étudié de l'échantillon de 25mm. L'orientation suivant l'axe Z est conservée entre les deux image. il est donc possible de retrouver la position de cette image sur le plan large.

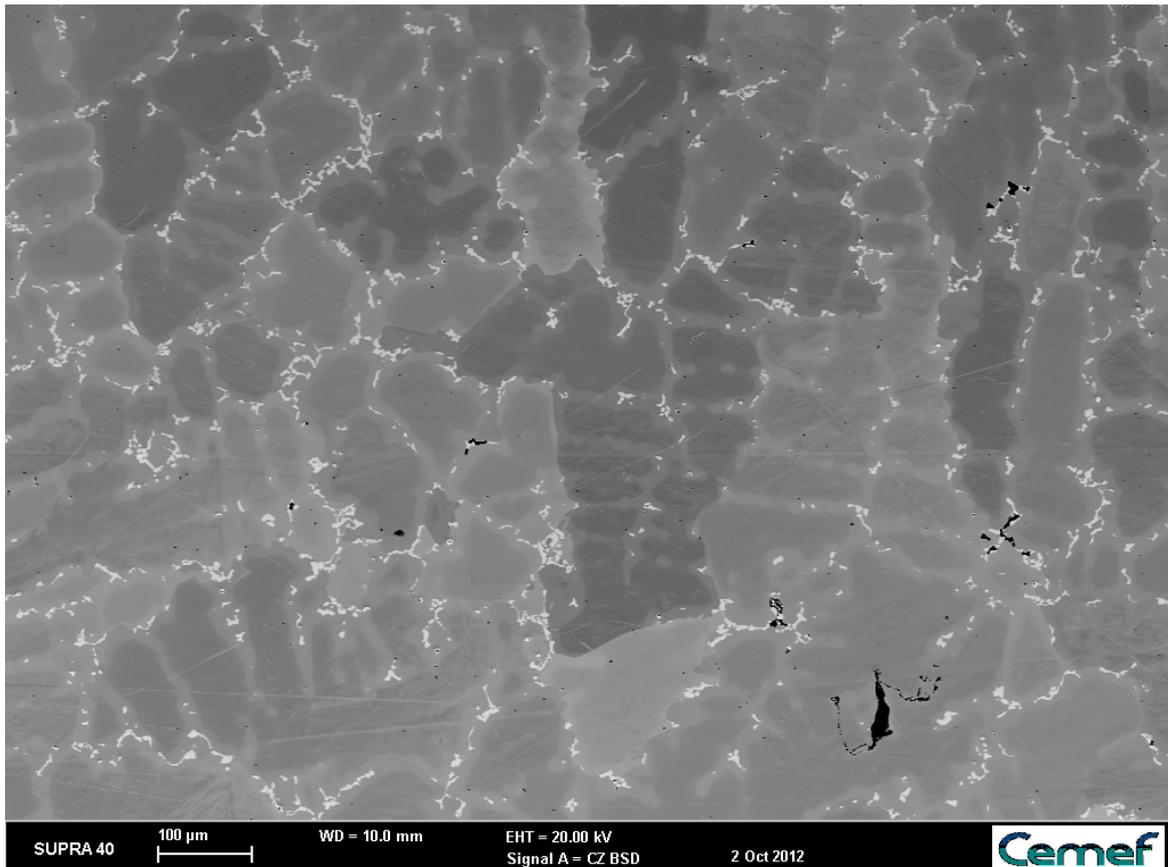


Figure 138: image en électron rétrodiffusés de la zone étudié

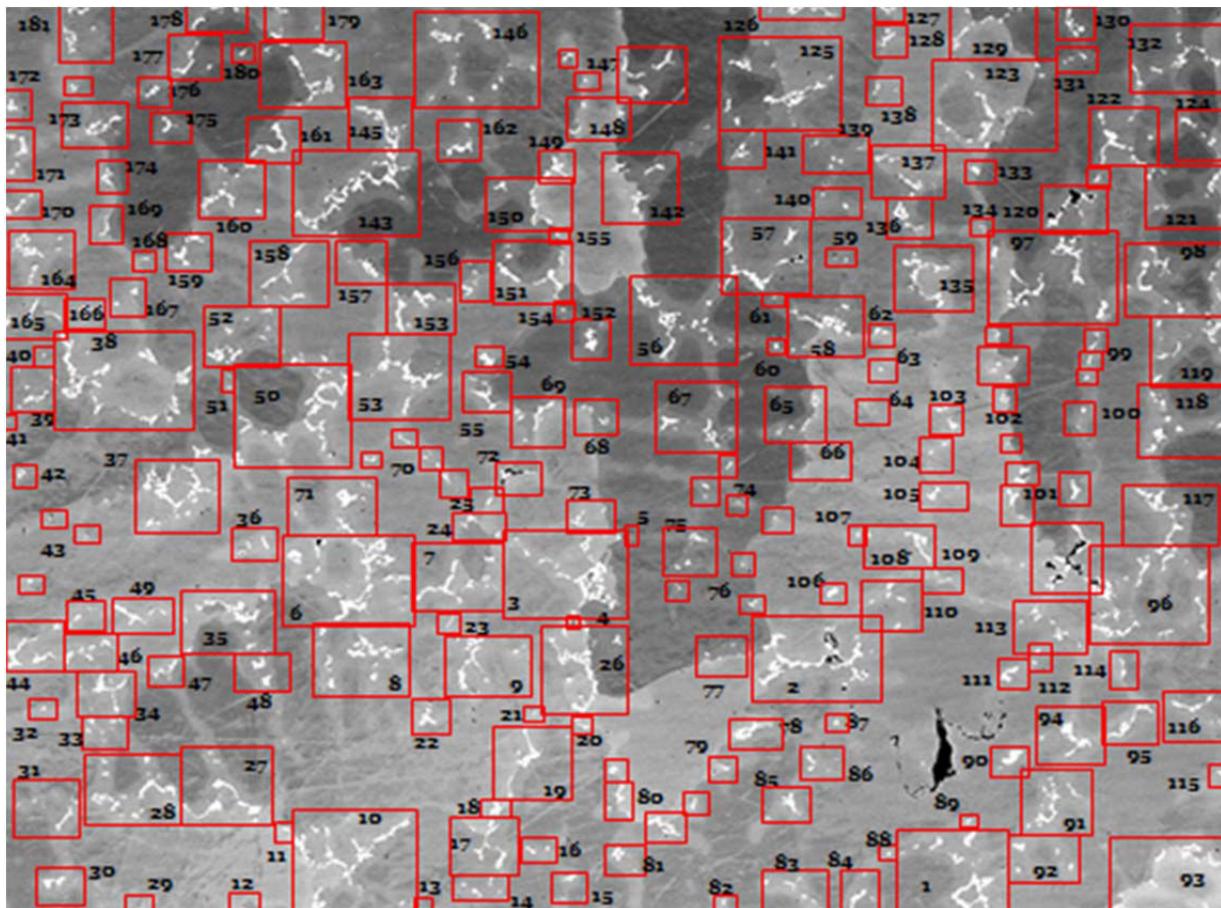


Figure 139: carte d'analyse

<i>Phase</i>	<i>Laves</i>	<i>delta</i>	<i>NbC</i>
<i>Fraction en %</i>	2.40%	0.375%	0.26%

Tableau 39: fractions de phase

<i>Éléments</i>	<i>Ni</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Nb</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Al</i>
<i>Composition %Pds 20kV</i>	52.6	19.3	18.4	4.9	3.2	1.12	0.42
<i>Composition %Pds 30kV</i>	52.4	19.8	19.3	3.9	3.1	1.12	0.40

Tableau 40: composition chimique de la zone

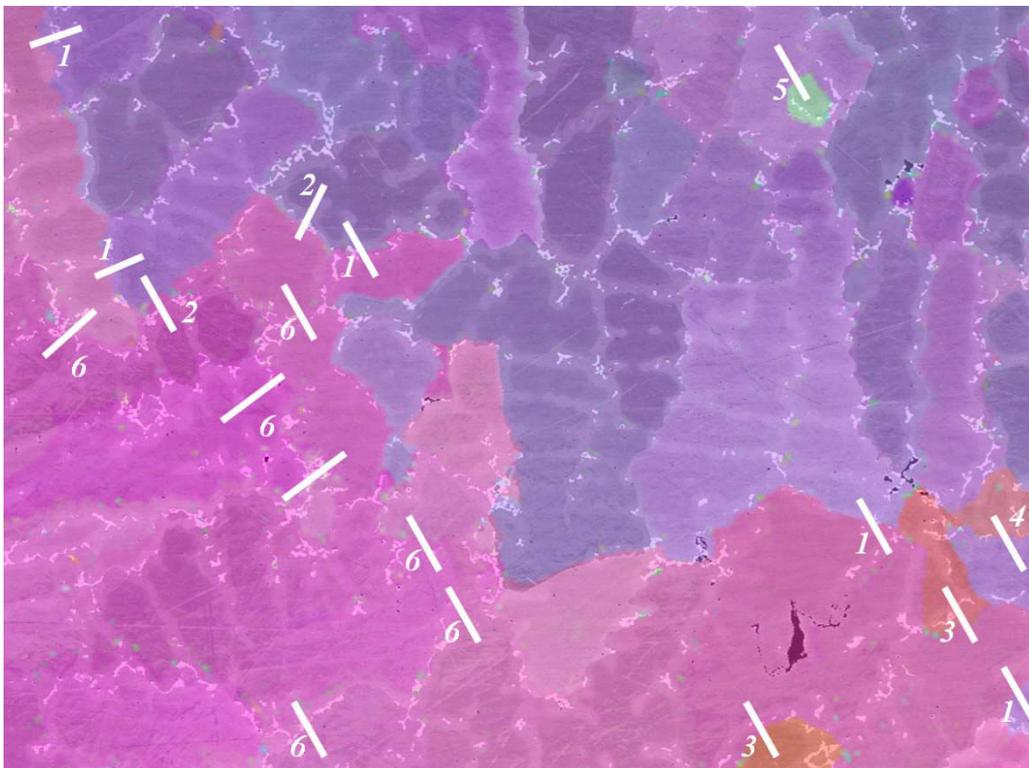


Figure 140: Superposition de l'image en électron rétrodiffusé avec l'orientation cristallographique issue d'une carte EBSD. La distinction de tous les grains n'est pas forcément visible suivant l'axe z.

<i>Ligne</i>	1	2	3	4	5
<i>Désorientation</i>	21,5°	42,0°	25,0°	50,0°	12,0°
<i>Surface</i>	23.57%	4.5%	4.63%	1.986%	1.456%
<i>Fraction de phase</i>	28.86%	6.99%	6.17%	2.773%	2.34%
<i>Rapport</i>	22.46%	55.24%	33.26%	39.57%	60.56%

Tableau 41: répartition des intermétalliques

Annexe 2

Microstructure de l'Inconel 718

La phase Gamma (γ) :

Structure cristallographique : cubique à faces centrées.

Paramètre de maille : 0,3608 nm [7].

Particularité : Le paramètre de maille peut augmenter de 0,0624 nm pour chaque % atomique supplémentaire de Nb et/ou Mo [8] [9].

La phase Gamma prime (γ') :

Structure cristallographique : cubique faces centrées ordonnée du type $Ni_3(Al, Ti)$.

Paramètre de maille : 0,3590 nm [8].

La phase Gamma seconde (γ'') :

Structure cristallographique : tétragonale centrée du type $Ni_3Nb (D0_{22})$ [21]

Paramètres de maille : $a=0.3624nm$ et $c=0.7406nm$, cette phase se présente sous forme d'ellipses allongées suivant la direction $\langle 100 \rangle$

La phase de Laves :

Structure cristallographique : hexagonale du type $MgZn_2$ [13]. Pearson [14]: Ni_2Nb hexagonal C14, groupe d'espace : $P6_3/mmc$, pearson S. hP24. Morphologie globulaire ou en étoile de mer.

La phase delta :

Structure cristallographique : orthorhombique du type $Ni_3Nb, (D0_a)$ [7].

Paramètres de maille : $a=0,5107$ nm, $b=0,4220$ nm, $c=0,4526$ nm [7].

Les Carbures :

Structure cristallographique : cubique, du type NbC et TiC, [11]

Paramètre de maille : $a=0.444$, proche de NbC pur avec $a=0.447nm$. [11]

Annexe 3

Implémentation de données issues du logiciel Thermocalc™ dans un fichier matériaux du logiciel Thercast™

1) Le chemin de solidification :

Dans un fichier matériaux de Thercast, il est nécessaire de renseigner la partie « FractionSolide » relative au chemin de solidification suivi. Cette information est très importante car elle implique d'autres données telles que l'enthalpie de changement d'état, la température de cohérence... qui auront un large impact sur les résultats des simulations. Il s'agit de la fraction de solide en fonction de la température. 1 correspond à 100% de solide et 0 à 0%.

Il est possible de retenir différentes hypothèses concernant le chemin de solidification. Prenons ici les hypothèses de Gulliver-Scheil où aucune diffusion n'est autorisée dans le solide. Il suffit alors d'aller, dans Thermocalc, dans le module Scheil et démarrer une nouvelle simulation. Dans le cas de l'Inconel 718, prenons pour exemple la base de données Ni20 avec un alliage de composition :

<i>éléments</i>	<i>Ni</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Nb</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Co</i>	<i>Al</i>	<i>C</i>
<i>Composition %Pds</i>	Base	18.5	19.0	5.1	3.0	0.96	0.5	0.5	0.05

Tableau 42:Composition retenue pour la simulation Thermocalc

Les phases retenues sont : liquid, FCC_L12, C14_Laves, Ni3TA_D0A. Une fois le calcul terminé, il est essentiel de sauvegarder les coordonnées des courbes dans un fichier texte afin de pouvoir les retravailler.

Le fichier texte obtenu nécessite d'être nettoyé pour être utilisable par des tableurs. Puis il faut en extraire un nombre significatif de valeurs afin de décrire le chemin de solidification comme ci-dessous. Par ailleurs, aucun équilibre thermodynamique n'étant identifiable à la fin de la solidification à une température raisonnable suivant les hypothèses de Scheil, il convient de

prendre une fraction de solide à 100% lorsque la fraction de solide calculée dépasse 99.5% (valeur arbitraire).

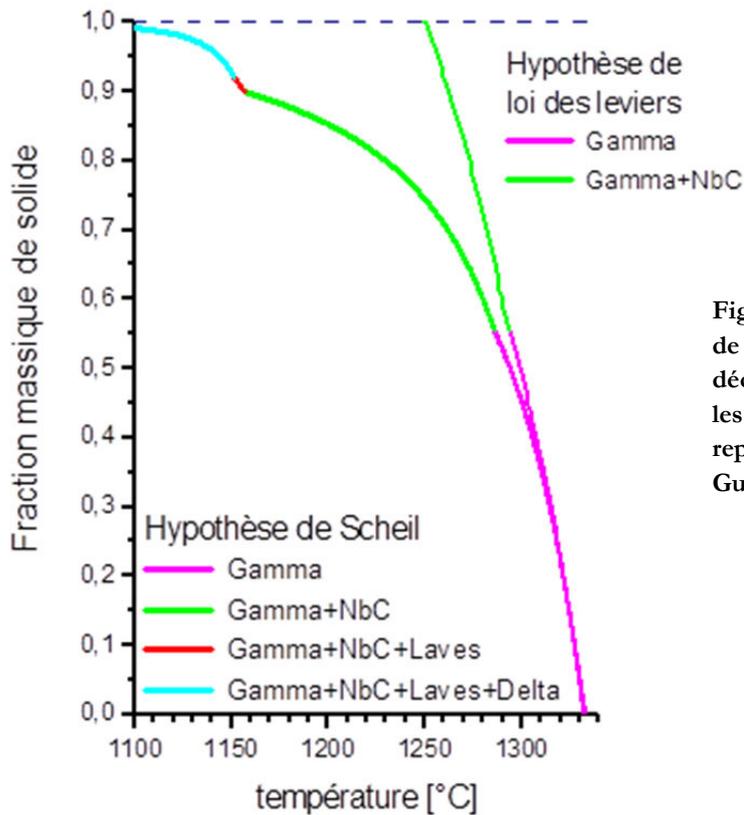


Figure 141: Chemin de solidification de l'inconel 718 pour la composition décrite ci-dessus. Les deux hypothèses les plus couramment utilisées y sont représentées : la loi des leviers et Gulliver-Scheil.

Cette partie est à remplir indifféremment pour le liquide et pour le solide. C'est le cas pour toutes les données matériaux ; il s'agit d'une structure mise en place par Transvalor pour des développements futurs. L'important est d'avoir les mêmes données dans le tableau liquide et solide ainsi que le nombre exact de données renseignées après « courbe tabulée ».

```
{ FractionSolide=
{ Liquide= CourbeTabulee 014
1080. 1.
1115 0.984
1138 0.958
1159 0.888
1192. 0.852
1220. 0.807
1250. 0.731
1270. 0.647
1290. 0.516
1300. 0.441
1310. 0.345
1320. 0.218
1324. 0.155
1330. 0.
}
```

2) Chaleur spécifique massique :

Concernant la chaleur massique, il est nécessaire de procéder en plusieurs étapes. Thercast a besoin de valeurs de C_p pour le solide à partir de la température de solidus et en dessous, et pour le liquide, à partir du liquidus et au-dessus. Dans l'intervalle de solidification, le logiciel interpole en fonction des valeurs données au solidus et au liquidus et en fonction de la fraction de solide à la température considérée. A noter que la chaleur latente de solidification est entrée séparément (voir chapitre 4 partie 2). Le logiciel therccast ne considère qu'une valeur unique d'enthalpie de changement d'état (210 kJ/kg pour l'inconel 718) non dépendante de la température.

Pour le C_p du liquide, il suffit de calculer un chemin de Scheil avec le matériau considéré. Une fois le calcul terminé ne pas demander d'autre graphique. On retombe alors dans le menu principal « SYS : ». Aller dans le menu poly-3 et taper liste_equilibrium.

```

Thermo-Calc
OUTPUT TO $SCREEN OR FILE /$SCREEN/:
Options /UWCS/:
Output from POLY-3, equilibrium = 1, label A0 , database: NI20

Conditions:
T=1605.15, W<CR>=WCR, W<FE>=WFE, W<NB>=WNB, W<MO>=WMO, W<TI>=WTI, W<AL>=WAL,
W<CO>=WCO, W<C>=WC, P=1E5, N=1
DEGREES OF FREEDOM 0

Temperature 1374.00 K ( 1100.85 C), Pressure 1.000000E+05
Number of moles of components 1.000000E+00, Mass in grams 6.30328E+01
Total Gibbs energy -9.17020E+04, Enthalpy 3.73410E+04, Volume 8.34606E-06

Component      Moles      W-Fraction  Activity   Potential  Ref.stat
AL              6.0991E-03  2.6100E-03  2.0532E-08 -2.0222E+05 SER
C              9.8637E-04  1.8795E-04  1.4594E-05 -1.2721E+05 SER
CO            3.2430E-03  3.0321E-03  5.2284E-06 -1.3893E+05 SER
CR            1.5219E-01  1.2554E-01  3.1541E-03 -6.5792E+04 SER
FE            1.3094E-01  1.1601E-01  4.1804E-04 -8.8879E+04 SER
MO            8.9336E-02  1.3597E-01  2.0873E-03 -7.0509E+04 SER
NB            9.6618E-02  1.4241E-01  2.9439E-05 -1.1919E+05 SER
NI            4.5943E-01  4.2777E-01  3.8426E-04 -8.9842E+04 SER
TI            6.1168E-02  4.6464E-02  2.0520E-06 -1.4962E+05 SER

LIQUID          Status ENTERED   Driving force 0.0000E+00
Moles 9.7041E-01, Mass 6.1191E+01, Volume fraction 9.7217E-01 Mass fractions:
NI 4.2728E-01 CR 1.2509E-01 CO 3.0281E-03
NB 1.4188E-01 FE 1.1559E-01 AL 2.6120E-03
MO 1.3742E-01 TI 4.6883E-02 C 1.8675E-04

FCC_L12#2       Status ENTERED   Driving force 0.0000E+00
Moles 1.8763E-02, Mass 1.1410E+00, Volume fraction 1.7290E-02 Mass fractions:
NI 4.5926E-01 MO 1.2550E-01 AL 3.8505E-03
CR 1.6821E-01 NB 7.1194E-02 CO 3.5102E-03
FE 1.3819E-01 TI 3.0255E-02 C 1.7323E-05

NI3TA_D0A       Status ENTERED   Driving force 0.0000E+00
Moles 5.9415E-03, Mass 3.7565E-01, Volume fraction 5.5956E-03 Mass fractions:
NI 6.1820E-01 FE 3.8546E-02 CO 1.0404E-03
NB 2.2296E-01 CR 3.2377E-02 AL 1.8317E-04
TI 6.1400E-02 MO 2.5277E-02 C 0.0000E+00

C14_LAUES       Status ENTERED   Driving force 0.0000E+00
Moles 4.8110E-03, Mass 3.2156E-01, Volume fraction 4.8809E-03 Mass fractions:
NB 3.9547E-01 CR 1.6821E-01 CO 4.4440E-03
FE 2.0776E-01 MO 2.7353E-02 AL 8.3532E-04
NI 1.9074E-01 TI 5.1621E-03 C 0.0000E+00

FCC_L12#3       Status ENTERED   Driving force 0.0000E+00
Moles 7.2075E-05, Mass 3.4296E-03, Volume fraction 6.1724E-05 Mass fractions:
NB 7.0332E-01 MO 1.9661E-03 NI 1.6233E-06
TI 1.7700E-01 CR 1.0997E-03 CO 6.2529E-08
C 1.1658E-01 FE 1.6553E-05 AL 1.4223E-11
POLY_3:

```

Figure 142: équilibre thermodynamique à l'issue du chemin de scheil

Apparaît à l'écran le résultat ci-contre. La composition indiquée n'est pas celle utilisée pour le calcul du chemin de solidification mais celle de chacune des phases à l'équilibre. L'intérêt ici est d'accéder à la masse molaire de chacune des phases car il est indiqué, pour chaque phase, le

nombre de mole et la masse. Attention, la masse est indiquée en **gramme**. Dans le cas de L'Inconel 718, dans l'ordre d'apparition :

- Liquide : 15.859 mol/kg
- Gamma: 16.444 mol/kg
- delta : 15.817 mol/kg
- Laves : 14.961 mol/kg
- NbC : 21.016 mol/kg

Pour accéder au Cp du liquide, il est nécessaire d'avoir uniquement du liquide, sinon la valeur du Cp est erronée. Donc en gardant la composition de base, faire dans poly3:

- Set_condition,
- State variable expression: T,
- Value: 1630k (T au-dessus de t liquidus)
- compute_equilibrium (Calcul d'un nouvel équilibre)
- list_equilibrium (Vérifier que l'on a bien que du liquide)

T (K)	Cp (Joule/K)	H (Joule)	S (Joule/K)	G (Joule)
1600.00	4.01695E+01	5.31064E+04	1.00005E+02	-1.06901E+05
1650.00	4.11266E+01	5.51386E+04	1.01256E+02	-1.11933E+05
1700.00	4.21437E+01	5.72201E+04	1.02498E+02	-1.17027E+05
1750.00	4.29426E+01	5.93510E+04	1.03734E+02	-1.22183E+05
1800.00	4.34070E+01	6.15097E+04	1.04950E+02	-1.27400E+05
1850.00	4.36661E+01	6.36877E+04	1.06143E+02	-1.32677E+05
1900.00	4.38552E+01	6.58758E+04	1.07310E+02	-1.38014E+05
1950.00	4.40309E+01	6.80730E+04	1.08452E+02	-1.43408E+05
2000.00	4.41926E+01	7.02787E+04	1.09569E+02	-1.48859E+05

Figure 143: données thermodynamique de liquide

Enfin, aller dans le menu tabulation en tapant « go tab », faire « tabulate substance », puis dans la suite d'appel de commande taper « liquid », « return », « 100000 », « 1600 » (pour 1600K, c'est la température à laquelle va démarrer le tableau, Theracast n'a besoin de valeur du Cp pour le liquide qu'au-dessus de la température de liquidus), « 2000 », « 50 », donner un nom de fichier pour sauvegarder les données, graphical output : « n ». S'affiche alors un tableau comme celui présenté tableau 2 ci-dessus. Attention, les valeurs de Cp sont indiquées pour une mole, donc en Joule/(mole.K). Il est donc nécessaire de multiplier ces valeurs par le nombre de mole par unité de masse calculé précédemment.

Dans le cas de l'Inconel 718, on obtient les valeurs ci-contre pour la chaleur spécifique.

<i>Température K</i>	<i>Cp en J/(kg.K)</i>
1600	637.05
1650	652.23
1700	668.36
1750	681.02
1800	688.39
1850	692.50
1900	695.50
1950	698.29
2000	700.85

Tableau 43: Chaleur massique du liquide

Pour les valeurs de Cp des différentes phases solides, il convient de procéder autrement. Il est nécessaire de rester dans le module poly-3. Prenons comme exemple le calcul du Cp de la phase delta nommée NI3TA_D0A dans Thermocalc. Dans le module Poly-3, définir un nouveau matériau

<i>élément</i>	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>Fe</i>	<i>Nb</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Co</i>	<i>Al</i>	<i>C</i>
<i>Composition en %masse</i>	61.82	3.24	3.86	22.29	2.53	6.14	0.1	0.01	0.00

Tableau 44: composition chimique de la phase delta

Les commandes à donner sont :

- Le choix de la base de données
- La composition chimique
- La température d'équilibre
- Rejeter toutes les phases
- Réintroduire uniquement la phase recherchée, ici NI3TA_D0A

Le nouvel équilibre est calculé automatiquement

- Faire Liste_Equilibrium, l'écran ci-contre s'affiche. On peut vérifier que l'on a bien uniquement la phase delta

```

Thermo-Calc
POLY_3:l_e
OUTPUT TO SCREEN OR FILE /SCREEN/:
Options /UWCS/:
  Output from POLY-3, equilibrium = 1, label A0 , database: NI20

Conditions:
T=1173.15, W(NB)=0.222967, W(TI)=6.14E-2, W(FE)=3.85466E-2, W(CR)=3.2377E-2,
W(MO)=2.5277E-2, W(CO)=1.04E-3, W(AL)=1.8E-4, P=1E5, N=1
DEGREES OF FREEDOM 0

Temperature 1173.15 K ( 900.00 C), Pressure 1.000000E+05
Number of moles of components 1.00000E+00, Mass in grams 6.32251E+01
Total Gibbs energy -8.32909E+04, Enthalpy -9.89486E+02, Volume 7.81274E-06

Component      Moles      W-Fraction  Activity    Potential  Ref.stat
AL              4.2178E-04  1.8000E-04  1.8729E-08  -1.7356E+05 SER
CO              1.1157E-03  1.0400E-03  9.0407E-06  -1.1328E+05 SER
CR              3.9369E-02  3.2377E-02  7.4456E-03  -4.7797E+04 SER
FE              4.3639E-02  3.8547E-02  9.0056E-04  -6.8401E+04 SER
MO              1.6658E-02  2.5277E-02  7.9068E-03  -4.7210E+04 SER
NB              1.5174E-01  2.2297E-01  2.0209E-05  -1.0544E+05 SER
NI              6.6598E-01  6.1821E-01  4.0711E-04  -7.6145E+04 SER
TI              8.1078E-02  6.1400E-02  1.2838E-06  -1.3232E+05 SER

NI3TA_D0a      Status ENTERED      Driving force 0.0000E+00
Moles 1.0000E+00, Mass 6.3225E+01, Volume fraction 1.0000E+00 Mass fractions:
NI 6.1821E-01 TI 6.1400E-02 CR 3.2377E-02 CO 1.0400E-03
NB 2.2296E-01 FE 3.8546E-02 MO 2.5277E-02 AL 1.8000E-04
POLY_3:s_v
State variable or symbol:HM(ni3ta_d0a).t
HM(NI3TA_D0A).T=33.119412
POLY_3:

```

Figure 144: image en électrons rétrodiffusés de la zone étudiée

Enfin taper « HM(NI3TA_D0A).T », par cette commande Thermocalc va sortir la valeur de la capacité calorifique de la phase indiquée, ici « NI3TA_D0A ». Cette valeur est en Joules/mole.kelvin. Il faut donc la multiplier par le nombre de mole par unité de masse calculé précédemment (Figure 136).

Soit $33.119 \times 15.817 = 524 \text{ J}/(\text{mole.K})$ pour cet équilibre à 900°C .

Pour disposer de valeurs de C_p pour une large plage de température il suffit de calculer de nouveaux équilibres à des températures distinctes. La routine est « set_condition », indiquer la variable T, puis rentrer la nouvelle valeur de température. Ceci fait, taper « compute_equilibrium » et aller rechercher de nouveau la valeur de C_p de la phase delta en tapant « HM(NI3TA_D0A).T ».

Cette opération est à faire pour toutes les phases, dans notre cas, Ni3ta_d0a (phase delta), C14_Laves (phase de Laves), Fcc_112#2 (phase Gamma) et Fcc_112#3 (NbC). A noter qu'il est nécessaire de faire « l_e » après chaque calcul d'équilibre afin de bien s'assurer que seule la phase dont on recherche la valeur du C_p est présente. Car dans bien des cas, des phases en sous réseaux apparaissent. Il est essentiel de les suspendre en faisant « change_status » puis « phase » et enfin le nom des phases en sous réseaux qui ne nous intéressent pas. Enfin entrer « suspend ». Elles sont susceptibles de réapparaître après chaque équilibre et l'indice à la fin du nom peut changer ! La phase fcc_112#2 peut voir son indice changé en #1, 3, 4 ou 5. Il faut donc repérer la phase qui nous intéresse non pas par son indice mais par sa composition. Toutefois, la composition de base rentrée au départ est celle de la phase recherchée, ceci implique que dans l'ensemble des phases en sous réseau proposé, celle qui nous intéresse est toujours largement majoritaire.

<i>Température</i>	<i>Ni3ta_d0a delta</i>	<i>C14_Laves Laves</i>	<i>Fcc_I12#2 gamma</i>	<i>Fcc_I12#3 NbC</i>
<i>100</i>	<i>412</i>	<i>399</i>	<i>428</i>	<i>436</i>
<i>200</i>	<i>423</i>	<i>410</i>	<i>440</i>	<i>473</i>
<i>300</i>	<i>435</i>	<i>422</i>	<i>452</i>	<i>497</i>
<i>400</i>	<i>449</i>	<i>432</i>	<i>465</i>	<i>515</i>
<i>500</i>	<i>463</i>	<i>444</i>	<i>480</i>	<i>530</i>
<i>600</i>	<i>477</i>	<i>457</i>	<i>496</i>	<i>544</i>
<i>700</i>	<i>491</i>	<i>471</i>	<i>511</i>	<i>558</i>
<i>800</i>	<i>507</i>	<i>487</i>	<i>529</i>	<i>572</i>
<i>900</i>	<i>524</i>	<i>504</i>	<i>546</i>	<i>584</i>
<i>1000</i>	<i>541</i>	<i>521</i>	<i>565</i>	<i>597</i>
<i>1100</i>	<i>560</i>	<i>538</i>	<i>582</i>	<i>602</i>

Tableau 45: Chaleur massique des phases de l'Inconel 718 brut de fonderie. La température est en °C et les Cp en Joule/(kg.K)

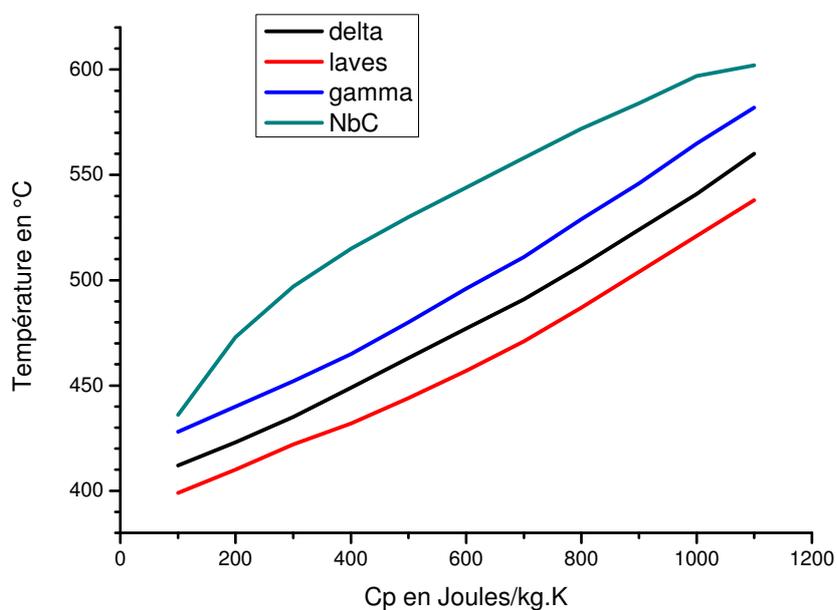


Figure 145: évolution de la capacité calorifique de chaque phase en fonction de la température.

3) Masse Volumique :

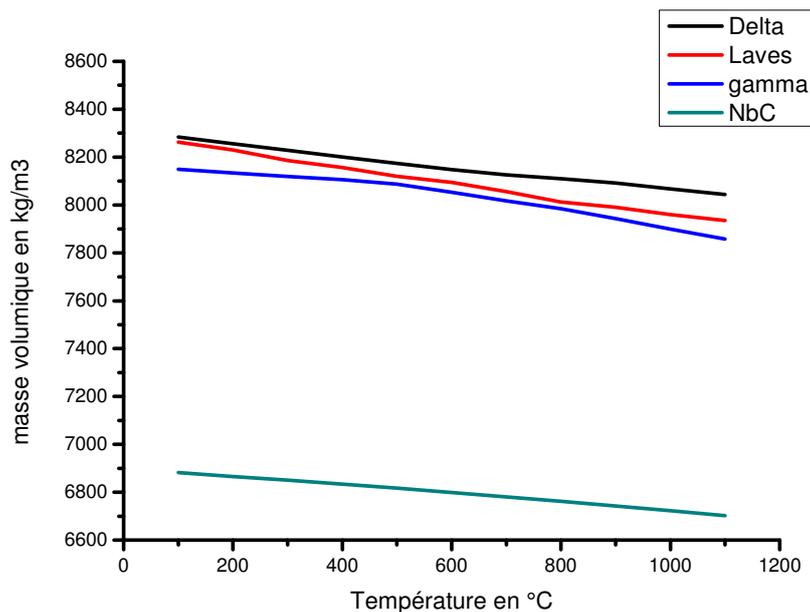
Afin d'accéder à la masse volumique de chaque phase il suffit de procéder de la même manière que pour les Cp. A la différence que pour une composition donnée d'une phase, en faisant « liste_equilibrium » la masse en gramme du système et le volume sont donnés dans le paragraphe au-dessus de la composition chimique du système. Le plus simple est donc de réaliser cette étape en même temps que l'acquisition des valeurs de Cp.

Pour l'instant Thercast n'a pas besoin de données dans l'intervalle de solidification pour la masse volumique. De plus la masse volumique moyenne du système post solidification suffit, indépendamment des phases qui le composent.

Tableau 46: Masse volumique des phases de l'Inconel 718 brut de fonderie. La température est en °C et la masse volumique en kg/m³

Température	Ni3ta_d0a	C14_Laves	Fcc_112#2	Fcc_112#3
100	8284	8263	8150	6882
200	8256	8230	8134	6866
300	8229	8186	8119	6850
400	8201	8156	8106	6834
500	8174	8120	8092	6817
600	8148	8105	8054	6799
700	8126	8056	8017	6781
800	8110	8013	7985	6762
900	8092	7990	7943	6743
1000	8068	7960	7899	6723
1100	8044	7935	7858	6702

Figure 146 : évolution de la capacité calorifique de chaque phase en fonction de la température.



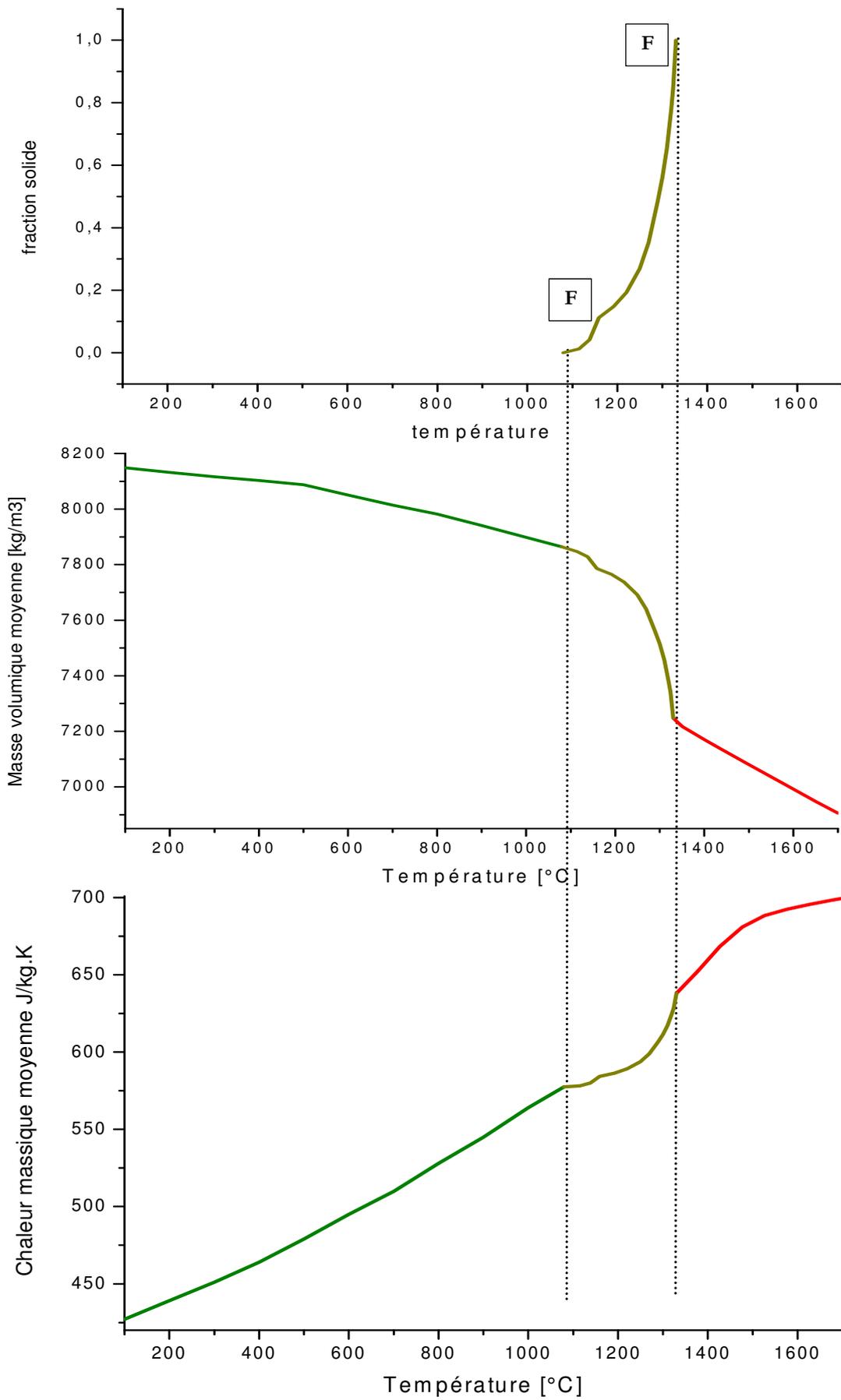
4) Forme des données nécessaires à Thercast :

Comme expliqué précédemment, Thercast n'a pas besoin de données matériaux dans l'intervalle de solidification. Il considère la valeur d'une donnée au point de solidus et au liquidus puis il fait une interpolation dans l'intervalle à l'aide du chemin de solidification (voir figure 8). Bien entendu cette méthode est simplificatrice car elle suppose que les phases présentes à la fin de la solidification sont apparues dès le début et ont atteint progressivement leur fraction définitive au cours de l'ensemble de l'intervalle. Cette hypothèse est fautive, notamment dans notre cas où les phases de Laves et phases delta apparaissent très tardivement lors de la dernière réaction eutectique.

La première étape consiste à générer une valeur globale de C_p et de masse volumique pour la phase solide sous le point de solidus. On établit cette valeur à l'aide des résultats présentés précédemment et de la fraction moyenne de chacune des phases. Cette fraction de phase est fortement susceptible d'évoluer sous certaines conditions telles que la vitesse de refroidissement, cependant il n'est pas possible de rentrer plusieurs chemins de solidification pour le moment. Dans notre cas, prenons une composition moyenne en masse avec 2% de phase de Laves, 2% de phase delta, 0.5% de NbC et 95.5% de phase Gamma. Le résultat obtenu est présenté ci-dessous, il est à inscrire dans le fichier matériaux de Thercast de la même manière que celle présentée pour le chemin de solidification. Les données ci-dessous correspondent au solide, les données du tableau 2 sont pour le liquide.

<i>Température</i>	<i>100</i>	<i>200</i>	<i>300</i>	<i>400</i>	<i>500</i>	<i>600</i>	<i>700</i>	<i>800</i>	<i>900</i>	<i>1000</i>	<i>1100</i>
<i>C_p</i>	<i>427</i>	<i>439</i>	<i>451</i>	<i>464</i>	<i>479</i>	<i>495</i>	<i>510</i>	<i>528</i>	<i>545</i>	<i>564</i>	<i>581</i>
<i>Masse volumique</i>	<i>8149</i>	<i>8132</i>	<i>8116</i>	<i>8103</i>	<i>8088</i>	<i>8051</i>	<i>8014</i>	<i>7982</i>	<i>7941</i>	<i>7898</i>	<i>7856</i>

Tableau 47 : Masse volumique moyenne en kg/m³ et C_p moyen en Joules/(kg.K) de l'Inconel 718 brut de fonderie avec 2% de phase de Laves, 2% de phase delta et 0.5% de NbC. La température est en °C.



{ Solide= CourbeTabulee 014
 1080. 1.
 1115 0.984

5) En Ligne de commande :

Chemin de solidification en Scheil (lorsqu'un espace est présent faire « entrée »):

```
Go
Scheil
1
Ni20
Ni
Y
Cr
19
Fe
18.5
Nb
5.1
Mo
3
Ti
0.94
Al
0.5
Co
0.5
C
0.05

2000
*
liquid fcc_l12 ni3ta_d0a c14_laves
NONE
Y
N
1
Y
NONE
N
Y
« files name »
n
```

Détermination du nombre de mole par unité de masse (Figure148):

```
go tab
tabulate substance
liquid
return
100000
1600
2000
50
screen
```

Chaleur massique et masse spécifique des phases solides (pour la phase de Laves):

Go poly

Define_material

Ni20

Ni

Y

Cr

19

Fe

18.5

Nb

5.1

Mo

3

Ti

0.94

Al

0.5

Co

0.5

C

0.05

1000

*

c14_laves

y

n

list_equilibrium « la masse volumique peut être calculée à partir des informations présentées »

show_value

H(c14_laves).T « donne la valeur du Cp de la phase à la température spécifiée par mole »

Set_condition

T

« nouvelle valeur » « à déterminer en fonction du point d'équilibre recherché »

compute_equilibrium « on se place à une nouvelle température afin de faire la même opération »

list_equilibrium « ces opérations sont à faire pour chaque point voulu et pour chaque phase présente »

show_value

H(c14_laves).T

Set_condition

T

« nouvelle valeur »

Annexe 4

Mise en donnée des simulations Theracast

1) Propriétés des matériaux :

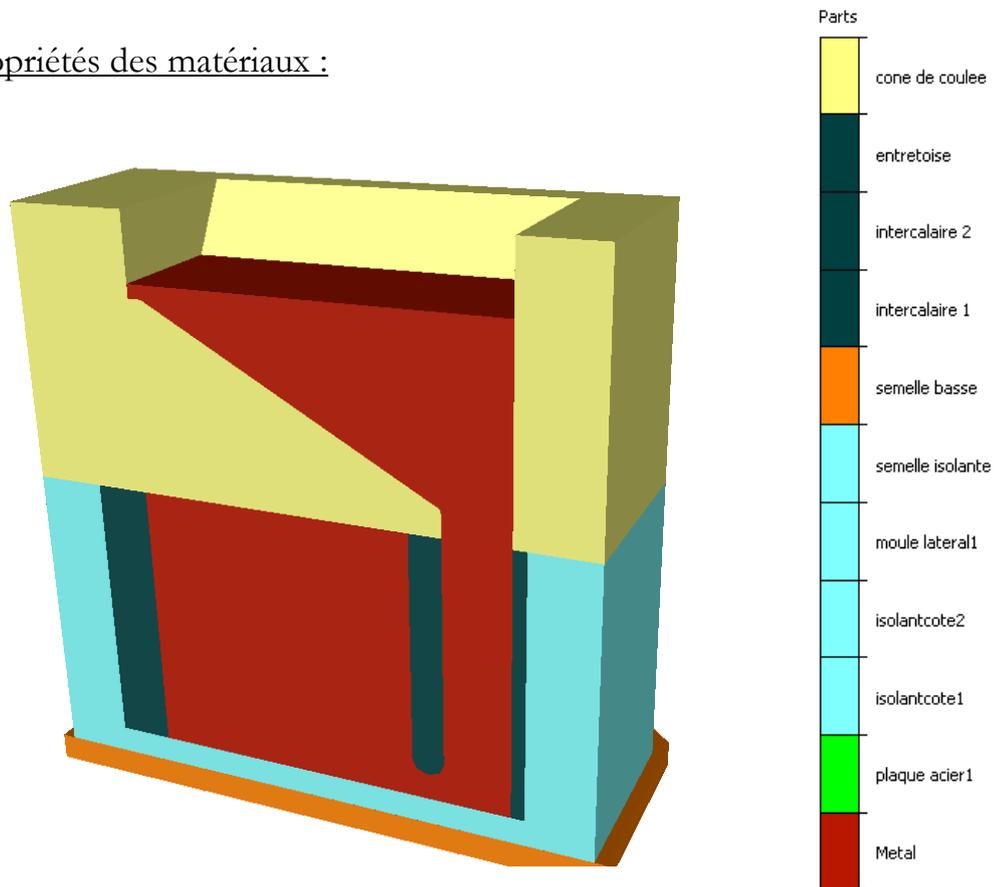


Figure 149: données thermodynamiques de liquide

2) Cône de coulée :

Pièce moulée au laboratoire à partir de béton réfractaire de la société Goetz SA. (92354 Le Plessis Robinson, France)

<i>Température en °C</i>	<i>Masse volumique kg.m⁻³</i>	<i>Chaleur massique J.kg⁻¹.K⁻¹</i>	<i>Conductivité thermique W.m⁻¹.K⁻¹</i>
<i>800</i>	<i>2870</i>	<i>1050</i>	<i>1.7</i>
<i>1200</i>	<i>2870</i>	<i>1050</i>	<i>2</i>

Tableau 48: Caractéristique du béton réfractaire

Pour l'ensemble des données matériaux, en dehors de l'intervalle de température, les données sont constantes, égales à celles des bornes de l'intervalle.

3) Brique réfractaire :

Pièces moulées au laboratoire, couleur cyan sur la figure 143. Elles sont constituées de Secar 80 de la société Lafarge (Paris, France), dont la composition moyenne est de 80% d'alumine et 20% de CaO.

<i>Température en °C</i>	<i>Masse volumique kg.m⁻³</i>	<i>Chaleur massique J.kg⁻¹.K⁻¹</i>	<i>Conductivité W.m⁻¹.K⁻¹</i>
500	2000	1000	2

Tableau 49: Caractéristique des briques réfractaires

4) Semelle basse :

Cette pièce constitue le support de l'ensemble du moule. Elle est en laiton.

ASM Handbook, Volume 15 Casting, pages 475, 476, Materials Park, Ohio 2008.

<i>Masse volumique kg.m⁻³</i>	<i>Chaleur massique J.kg⁻¹.K⁻¹</i>	<i>Conductivité W.m⁻¹.K⁻¹</i>
8960	493	345

Tableau 50: données physiques du laiton

5) Plaques chauffantes en acier :

<i>Température en °C</i>	<i>Masse volumique kg.m⁻³</i>	<i>Chaleur massique J.kg⁻¹.K⁻¹</i>	<i>Conductivité W.m⁻¹.K⁻¹</i>
0	7847		48.5
50	7833		
100	7818	490	46.4
200	7787	531	44.4
300	7753	576	42.2
400	7718	636	38.4
500	7681	708	35.5
600	7643	814	31.3
700	7603	988	28.8
800	7619	1061	25.9
900	7579	610	26.7
1000	7525	627	28.0
1100	7473	641	28.8
1200		657	30.1

Tableau 51: Données physiques de l'acier. Ces valeurs sont issues des bases de données Theracast

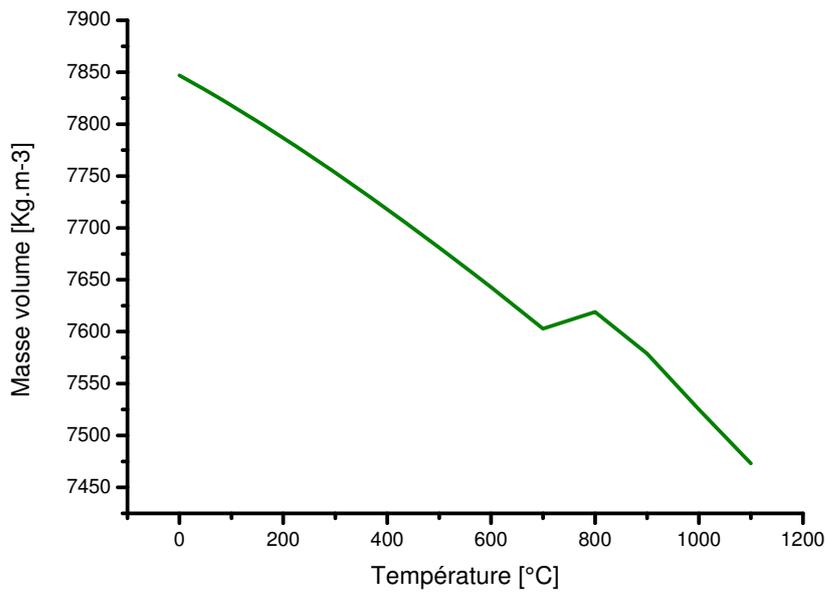


Figure 151 : évolution de la capacité calorifique de chaque phase en fonction de la température.

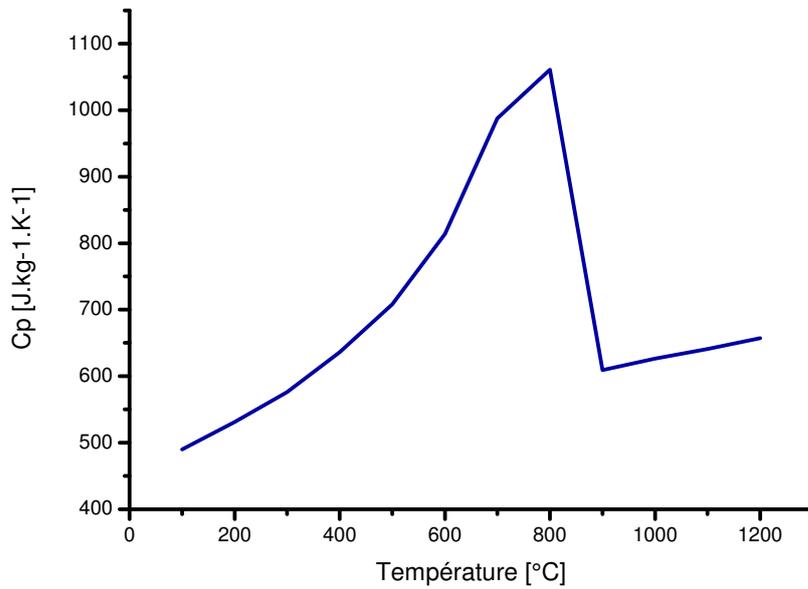


Figure 153: Evolution de la conductivité thermique de l'acier en W.m-1.K-1 en fonction de la température en °C

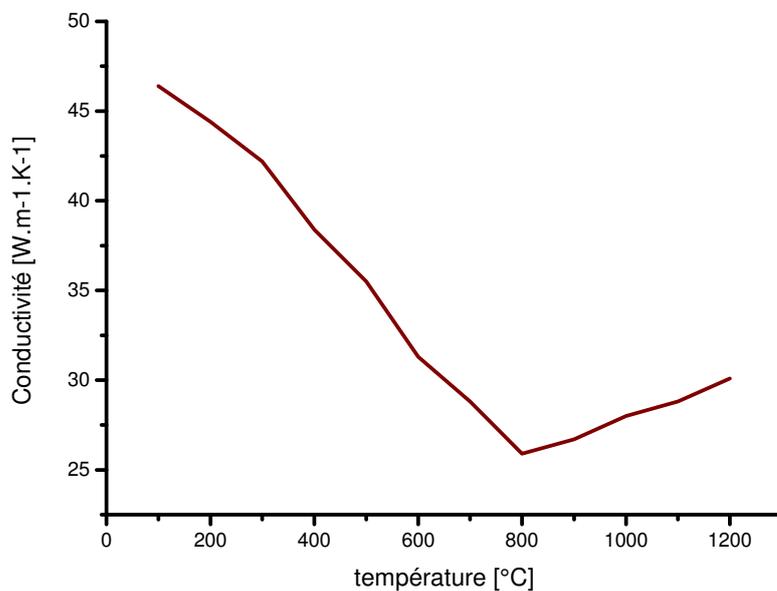


Figure 150: état d'équilibre à 900°C et affichage du Cp

6) Inconel 718 :

<i>Température en °C</i>	<i>Masse volumique kg.m⁻³*</i>	<i>Chaleur massique J.kg⁻¹.K¹*</i>	<i>Conductivité W.m⁻¹.K¹**</i>
100	8090	427	14.0
200	8062	439	
300	8056	451	
400	8043	464	
500	8028	479	
600	7991	495	
700	7954	510	
800	7922	528	
900	7881	545	
1000	7838	564	
1080	7804.5	577.5	19.0
1330	7247	639.05	22.0
1350	7217	644	
1400	7171	659.5	
1450	7125	674.5	
1500	7081	684.5	
1550	7036	690.5	
1600	6992	694	
1650	6948	697	
1700	6905	699.5	32.0

Tableau 52 : données thermophysiques de l’Inconel 718

* Données issues de Thermocalc (voir annexes 1)

** C. Cagran, W. Hohenauer, G. Pottlacher, Inconel 718—A Collection of Thermophysical Data from Quasistatic- and Transient-Measurement Techniques, in press.

** C. Cagran, W. Hohenauer, G. Pottlacher, Thermophysical properties of Ni80Cr20, Thermochemica Acta 494 (2009) 40–44

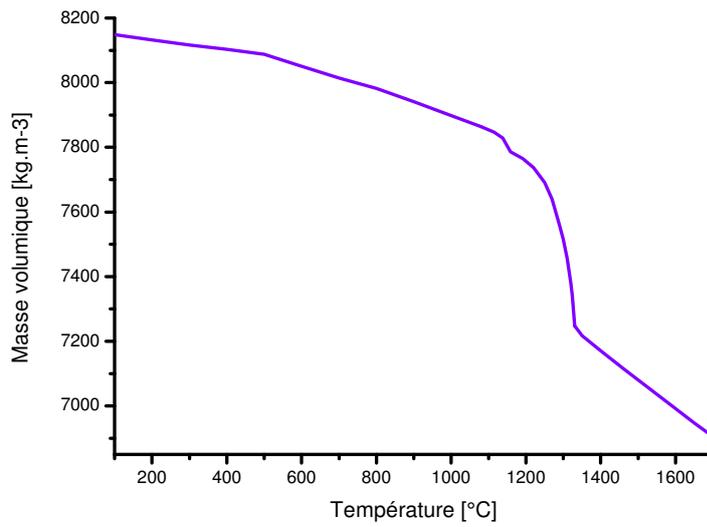


Figure 154: Chemin de solidification, Evolution de la masse volumique et de la chaleur massique moyenne (intégrant les différentes phases) prises en compte par le logiciel Thercast. Dans l'intervalle de solidification, le logiciel considère les valeurs aux bornes de l'intervalle et produit l'interpolation grâce au chemin de solidification.

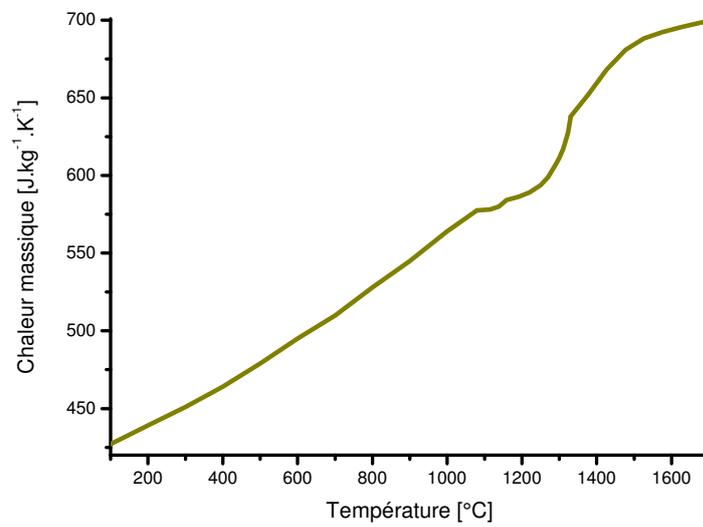


Figure 155: Evolution de la capacité calorifique de l'inconel 718 prise en compte par Thercast en J.kg-1.K-1 en fonction de la température

Chaleur latente et émissivité :

ASM Handbook, Volume 15 Casting, pages 475, 476, Materials Park, Ohio 2008.

<i>Chaleur latente [J.kg⁻¹]</i>	<i>Coefficient de Poisson</i>	<i>Emissivité</i>
<i>210000</i>	<i>0.3</i>	<i>0.3</i>

Tableau 53: données sur de l'Inconel 718

Module d'Young:

Source SNECMA

<i>Température en °C</i>	<i>0</i>	<i>100</i>	<i>700</i>	<i>800</i>	<i>900</i>	<i>1000</i>	<i>1100</i>	<i>1200</i>
<i>E [GPa]</i>	<i>200</i>	<i>200</i>	<i>150</i>	<i>110</i>	<i>70</i>	<i>40</i>	<i>15</i>	<i>0.2</i>

Tableau 54: données thermophysiques de l'Inconel 718

Seuil de plasticité:

Source SNECMA

<i>Température en °C</i>	<i>0</i>	<i>100</i>	<i>750</i>	<i>800</i>	<i>900</i>	<i>1000</i>	<i>1100</i>	<i>1200</i>
<i>Re [MPa]</i>	<i>400</i>	<i>400</i>	<i>400</i>	<i>320</i>	<i>150</i>	<i>60</i>	<i>30</i>	<i>6</i>

Tableau 55: données thermophysiques de l'Inconel 718

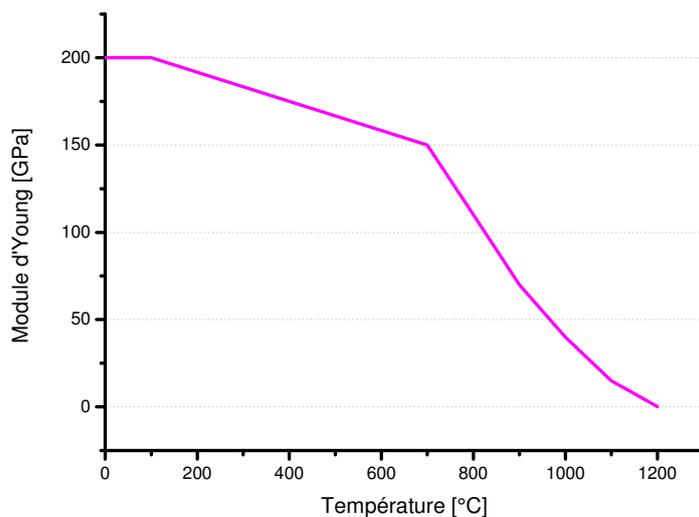


Figure 156: Evolution du Module d'Young en fonction de la température

Source Snecma

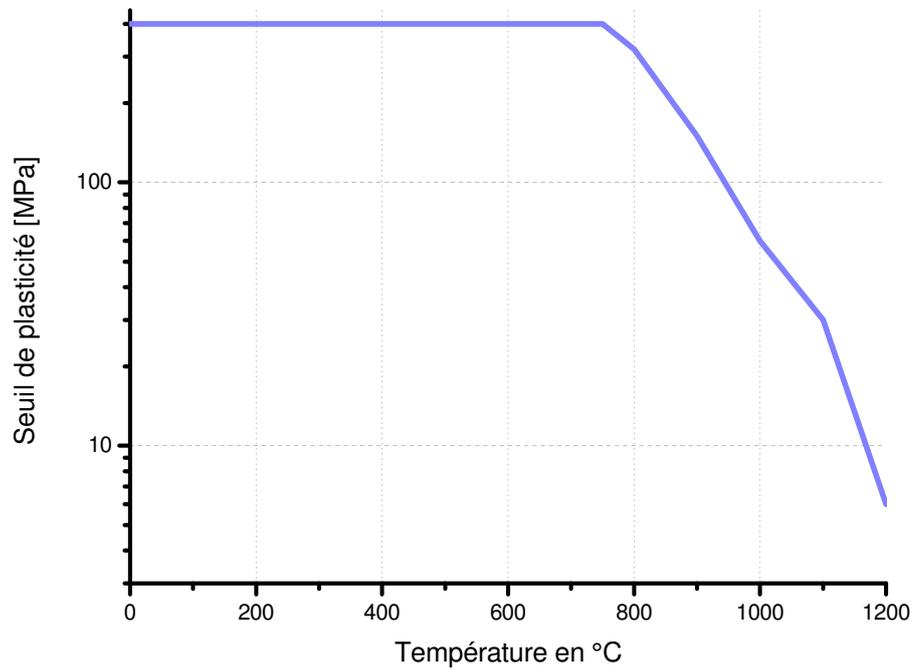


Figure 157 : Evolution du seuil de plasticité en fonction de la température

Valeurs utilisées dans le modèle de comportement :

Viscosité du liquide : 0.5 Pa.s. Fraction de cohérence : 0.6 (définit la transition entre le comportement viscoplastique du liquide et le comportement élastoviscoplastique du solide.

<i>Température en °C</i>	<i>K_{evp}</i>	<i>m_{evp}</i>	<i>n_{evp}</i>
<i>20</i>	<i>600</i>	<i>0,01</i>	<i>0.46</i>
<i>400</i>	<i>500</i>	<i>0,03</i>	
<i>600</i>	<i>350</i>	<i>0,06</i>	
<i>1000</i>	<i>180</i>	<i>0,18</i>	<i>0.46</i>
<i>1100</i>	<i>100</i>	<i>0,22</i>	
<i>1260</i>	<i>30</i>	<i>0,3</i>	<i>0.01</i>
<i>1600</i>	<i>30</i>	<i>0,3</i>	

Tableau 56: évolution en fonction de la température de K_{evp} , consistance du matériau, m_{evp} coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation et n_{evp} intervenant dans le calcul de la contrainte équivalente.

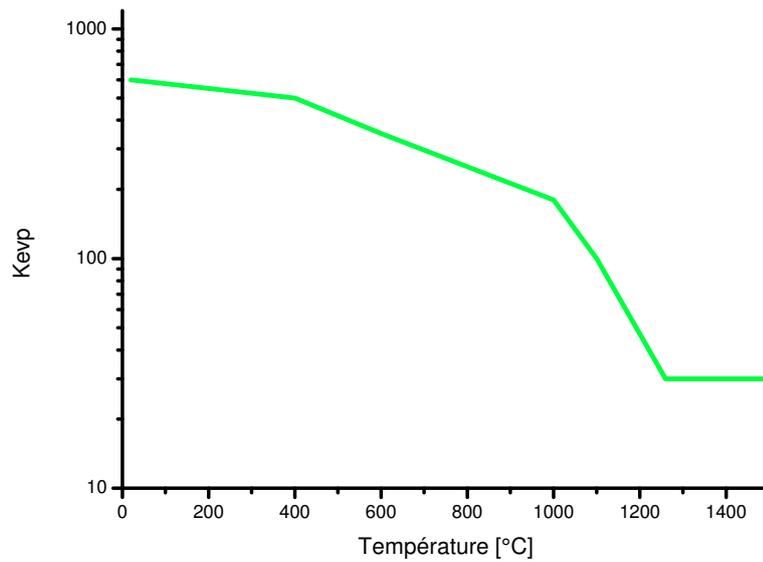


Figure 158: Evolution de la consistance du matériau en fonction de la température

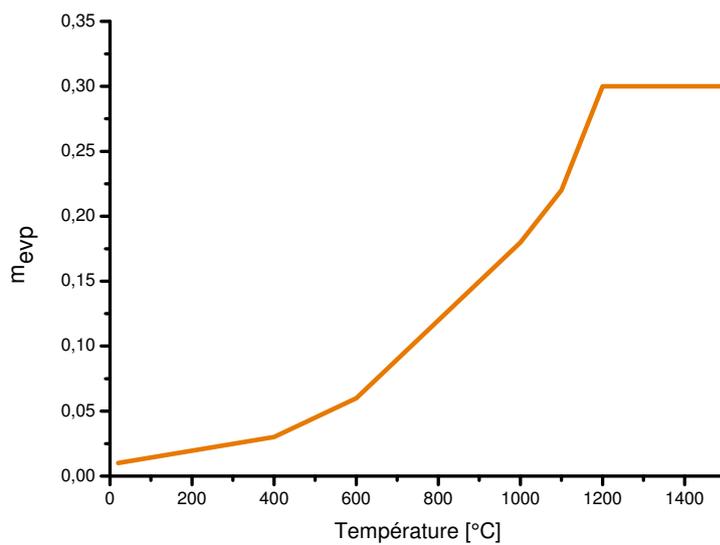


Figure 159: Evolution de la sensibilité à la vitesse en fonction de la température

Coefficients d'échange thermique et mécanique :

Les échanges thermiques avec l'atmosphère du four sont de type radiatif et convectif pour l'Inconel comme pour le moule:

Température extérieure fixe à 200 °C

Coefficient de convection et rayonnement : $2 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ($6 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ pour la plaque de 25 mm) pour plus de détails voir chapitre 3 partie 1.1.2.

Les échanges entre les moules sont caractérisés par une résistance thermique de $4.10^{-3} \text{ m}^2.\text{K}/\text{W}$

Les contacts entre le métal coulé et les pièces de moule sont spécifiques à la pièce de moule considérée. On distingue 3 types de contacts :

-Les contacts métal-métal qui ont lieu entre l'Inconel coulé et les cales en acier doux, l'entretoise ainsi que certaines parties des plaques chauffantes en aciers suivant la configuration de la coulée.

Condition mécanique : Bilatéral collant

<i>Température en °C</i>	<i>Résistance thermique de contact en $m^2.K.W^{-1}$</i>
<i>1290</i>	<i>5.10^{-4}</i>
<i>1300</i>	<i>5.10^{-8}</i>

Tableau 57 Echange thermique entre l'Inconel 718 et le moule en métal

La résistance thermique de contact est descendue à une valeur très faible que l'on peut associer à un contact parfait lorsque la température du métal est au-dessus de la température de cohérence. Ceci permet de modéliser le contact parfait qui existe avec le moule lorsque le métal est liquide. Cette technique est utilisée pour les deux types de contact métal/acier et métal/feutre.

-Les contacts entre l'Inconel 718 et les pièces du moule recouverte par un feutre d'alumine. C'est le cas du cône de coulée ainsi que d'une partie des plaques chauffantes en aciers suivant la configuration de la coulée.

Conditions mécaniques : frottement de type visqueux à coefficient constant, $\alpha=100$

<i>Température en °C</i>	<i>Résistance thermique de contact en $m^2.K.W^{-1}$</i>
<i>1290</i>	<i>0.05</i>
<i>1300</i>	<i>7.10^{-4}</i>

Tableau 58: Echanges thermiques entre l'Inconel 718 et le moule isolé avec du feutre d'alumine

- Le contact entre le métal et la plaque en céramique de support qui est posée au-dessus de la base en cuivre.

Conditions mécaniques : frottement de type visqueux à coefficient constant, $\alpha=100$

<i>Température en °C</i>	<i>Résistance thermique de contact en $m^2.K.W^{-1}$</i>
<i>1290</i>	<i>5.10^{-4}</i>
<i>1300</i>	<i>1.10^{-8}</i>

Tableau 59: Echanges thermiques entre l'Inconel 718 et la plaque en céramique de support

Annexe 5

Règles d'utilisation du four à induction électromagnétique

Le système de pompage du four est composé de deux pompes : une pompe à palettes qui constitue la pompe primaire et une pompe à diffusion d'huile. Ces pompes sont montées sur le four avec un système de vannes afin de pouvoir les placer soit en parallèle soit en série.

Position de repos du four :

Les pompes sont éteintes, les vannes qui isolent les pompes sont en position fermée. Le couvercle est fermé et bridé par 10 brides réparties de manière équilibrée sauf sur un diamètre perpendiculaire à celui passant par le vérin pneumatique d'ouverture du four où il est préférable de doubler les brides afin de lutter efficacement contre le défaut de planéité du couvercle. Il n'y a aucune circulation d'eau ni d'énergie et la vanne de remplissage d'air (près du capteur) est fermée. Il est intéressant de conserver un vide primaire dans le four afin de le garder propre.

Préparation du four :

Après s'être assuré de la propreté des parois internes du four, le moule peut être disposé sur le fond puis être connecté aux différents capteurs. Placer le creuset rempli de métal à fondre dans le creuset de sécurité, lui-même posé sur la plaque en alumine. Toutes ces manipulations doivent être réalisées avec des gants afin de ne pas déposer de gras sur les surfaces. De manière générale, le four doit être le moins possible exposé à l'air ambiant ainsi qu'aux poussières. Tout corps étranger se consumant à haute température sera susceptible de produire des gaz, dégradant de fait les conditions de vide dans le four. Il convient aussi de s'assurer que l'isolation électrique du bobinage électromagnétique interne du four par le feutre d'alumine est en bon état. Les autres systèmes d'isolation électrique comme les scotchs alumine sur les extrémités des vis ou les pièces en caoutchouc protégeant les deux tubes d'alimentation en eau et en électricité sont aussi à inspecter. Refermer et brider le couvercle. Il est important de vérifier les niveaux d'huile sur la pompe à diffusion et sur la pompe à palettes, la pression dans la bonbonne d'Argon et le bon fonctionnement des systèmes d'alimentation électrique du four et de régulation électrique du moule. Ces systèmes possèdent des fusibles qui peuvent être endommagés par la coulée précédente.

Préparation d'une coulée :

S'assurer que l'huile de la pompe à diffusion est froide, puis, si c'est le cas, ouvrir les deux vannes du circuit de pompage : celle entre la pompe primaire et le four et celle entre la pompe à diffusion et la pompe primaire. Allumer la ventilation puis allumer la pompe primaire et le capteur de pression. Ce mode opératoire permet de pomper dans l'enceinte du four ainsi que de mettre sous vide l'intérieur de la pompe à diffusion. Attention, à ce stade, la vanne entre la pompe à diffusion et le four est en position fermée. La pression diminuant dans l'enceinte du

four, il est utile de resserrer progressivement le bridage du couvercle. A noter que la pompe à palettes gagne à être arrêtée le moins souvent possible. De plus, avant et après chaque session de pompage il est utile de mettre la pompe primaire sur le mode lest d'air pendant une demi-heure, ceci permet de diminuer le taux de gaz dissous dans l'huile de la pompe.

Afin de faire dégazer les différents éléments insérés dans le four, il est indispensable d'effectuer des montées en température tout en laissant le système de pompage extraire les gaz. Toujours sur le mode de pompage primaire, une fois la pression du four sous 1 mbar, chauffer le moule et le métal graduellement pendant plusieurs heures, puis éteindre le chauffage tout en continuant le pompage. La chauffe du métal exige d'alimenter en eau l'armoire électrique ainsi que le couvercle du four afin de les refroidir. Cette étape de pompage est à réaliser sur une journée entière. L'objectif étant de parvenir à une pression inférieure à 1 mbar bien que le moule soit à sa température optimale, 900°C, et le métal autour de 800 °C. Dans cette situation, les liants organiques présents dans les feutres d'alumine composant le moule et les isolants ont brûlé, ainsi que les éventuelles traces graisseuses sur le métal à fondre. Autant d'émanations de gaz qu'il est important d'éviter par la suite. Le système de pompage ne pouvant rester allumé pendant la nuit en toute sécurité, il convient de couper la chauffe du moule et du métal 2h avant l'arrêt de la pompe primaire. Ceci permet de couper la pompe primaire avec un niveau de vide très satisfaisant dans le four avant la nuit et de couper l'alimentation en eau. En effet, la baisse de température du moule et du métal pendant ces deux heures diminue fortement la cinétique de dégazage des éléments céramiques ce qui permet de descendre rapidement la pression. Avant d'arrêter le pompage toujours refermer toutes les vannes.

Le lendemain, la pression sera naturellement remontée autour de 10 mbar. Ceci est dû à un dégazage lent pendant la nuit des éléments du moule ainsi que des surfaces internes du four. Une pression trop importante révélera une fuite, ce qui est à exclure pour la réalisation d'une coulée sous vide.

La deuxième journée débute comme la première. Le moule et le métal sont chauffés, la pompe à palettes pompe à l'arrière de la pompe à diffusion et dans le four. Quel que soit le temps passé à pomper, il subsistera toujours des molécules de gaz dans l'enceinte. L'idée est donc de chasser les molécules d'oxygène, d'azote et d'hydrogène par un gaz neutre, l'argon. Pour ce faire, fermer la vanne entre le four et la pompe primaire et ouvrir la vanne de remise à l'air préalablement dirigée vers la bouteille d'argon afin de remplir le four d'une cinquantaine de litres d'argon. Refermer la vanne puis reprendre le pompage. La valeur de la pression affichée par le capteur est alors biaisée pour des pressions supérieures à 1 mbar, se reporter à la fiche technique du capteur afin de convertir cette pression grâce à la courbe relative à l'argon.

Après plusieurs chauffes, si le dégazage devient faible (la pression ne remonte pas au-dessus de 1 mbar) il devient opportun d'utiliser la pompe à diffusion (une chauffe est une montée en température du moule, la puissance étant coupée chaque soir pour des raisons de sécurité plusieurs chauffe sont réalisées entre le début et la fin d'une manip). Allumer l'alimentation en eau de l'entrée supérieure de la pompe à diffusion et allumer la pompe. Il est nécessaire de la laisser chauffer 15 min. Passé ce délai, si la pression dans le four est inférieure à 0.5 mbar, refermer la vanne entre le four et la pompe primaire et ouvrir la grosse vanne (DN160) située entre la pompe à diffusion et le four. La vanne entre la pompe à palettes et la pompe à diffusion

doit toujours rester ouverte avec la pompe à palettes en marche. La pression va alors baisser fortement jusqu'à moins de 10^{-2} mbar en quelques minutes. Pour arrêter le pompage en fin de journée, commencer par fermer la vanne entre le four et la pompe à diffusion. Puis éteindre la pompe à diffusion. Une fois que l'huile de la pompe à diffusion est froide (cela prend au minimum 10 min) fermer la vanne entre les deux pompes et éteindre la pompe à palettes et l'alimentation en eau de la pompe à diffusion. Cette démarche pour l'arrêt du système doit être respectée en toute situation afin de garantir le maintien en état du système de pompage.

La stratégie de chauffe du moule et du métal pour accélérer le dégazage doit être poursuivie mais en prenant garde de ne pas laisser la pression remonter au-dessus de 0.8 mbar (pression d'amorçage de la pompe à diffusion d'huile). Il convient donc de procéder par palier de température. Dans cette situation, la pompe à diffusion est inefficace alors que la pompe primaire le devient de plus en plus, ceci crée un risque d'absorber l'huile de la pompe à diffusion avec la pompe primaire. Si la pression devait monter au-dessus de 1.5 mbar, il y a un risque de brûler l'huile de la pompe à diffusion. Alors, si la pression remonte trop, refermer la grosse vanne (DN160) afin d'isoler la pompe à diffusion et rouvrir la vanne entre la pompe primaire et le four. La vanne entre les deux pompes peut être laissée ouverte à condition que la pression dans le four ne remonte pas à plusieurs millibars. Ceci permettra de dégazer l'huile de la pompe à diffusion. Arrêter cette pompe le cas échéant.

Le dégazage des surfaces du four et du moule prend du temps notamment du fait des porosités fermées présentes dans les pièces céramiques dont le gaz qu'elle renferme diffuse très progressivement jusqu'à la surface. Il est inutile de pomper de manière continue. Une fois un vide secondaire atteint (inférieur à 10^{-4} mbar) arrêter le pompage et attendre que la pression remonte par dégazage. L'intervalle entre deux pompages peut être de 24h. L'objectif est d'obtenir un vide secondaire alors que le moule et le métal sont à leur température optimale. Cependant, il est déconseillé de monter la température du métal à couler trop haut ou plusieurs fois à l'état fondu car sous vide, sa composition va changer en perdant par exemple beaucoup de chrome.

Enfin, à une ou deux reprises, alors que le système de pompage est dans une configuration de vide poussé avec les deux pompes allumées en série, il est intéressant d'injecter un peu d'argon. En effet, la bouche d'aspiration de la pompe à diffusion et l'arrivée de l'argon ont été placées diamétralement opposées. Autrement dit, l'injection d'argon va permettre d'épurer le gaz présent dans l'enceinte du four des molécules de dioxygène, d'azote ou de dihydrogène encore potentiellement présentes.

Réalisation d'une coulée :

Après 4 jours de pompage actif, il est normalement possible de couler dans des conditions satisfaisantes. Il convient alors de procéder de manière méthodique :

- Chauffer le moule et le métal à la température désirée avec toutes les alimentations d'eau ouvertes.
- Couper l'alimentation électrique avant de couler mais conserver l'alimentation en eau.
- Refermer éventuellement la vanne entre la pompe à diffusion et le four s'il y a des projections de métal liquide dans le four ou une remontée de pression trop importante. Il convient alors de repasser en pompage primaire.
- Une fois le métal coulé, couper le chauffage du moule.

Dès que le métal est froid, on peut éteindre les pompes, refermer les vannes du système de pompage et effectuer la remise à l'air. L'alimentation en eau peut être réduite après le chauffage et la coulée mais ne doit pas être éteinte tant que le four n'est pas totalement refroidi.

Annexe 6

Observation au microscope optique d'échantillons d'Inconel 718 ayant subi des attaques chimiques

Plusieurs tests d'attaque chimique ont été conduits afin de déterminer la méthode la plus adéquate pour une analyse quantitative des fractions de phase. Cependant, après chaque attaque, la phase gamma ou les intermétalliques sont creusés. Or le relief sur la surface étudiée au MEB en EBSD nuit fortement à la précision de la mesure. L'échantillon étant penché de 70 °, ces reliefs induisent des effets d'ombre provoquant la non indexation de larges zones. C'est la raison pour laquelle le polissage mécanique, qui ne forme pas de reliefs trop importants a été privilégié.

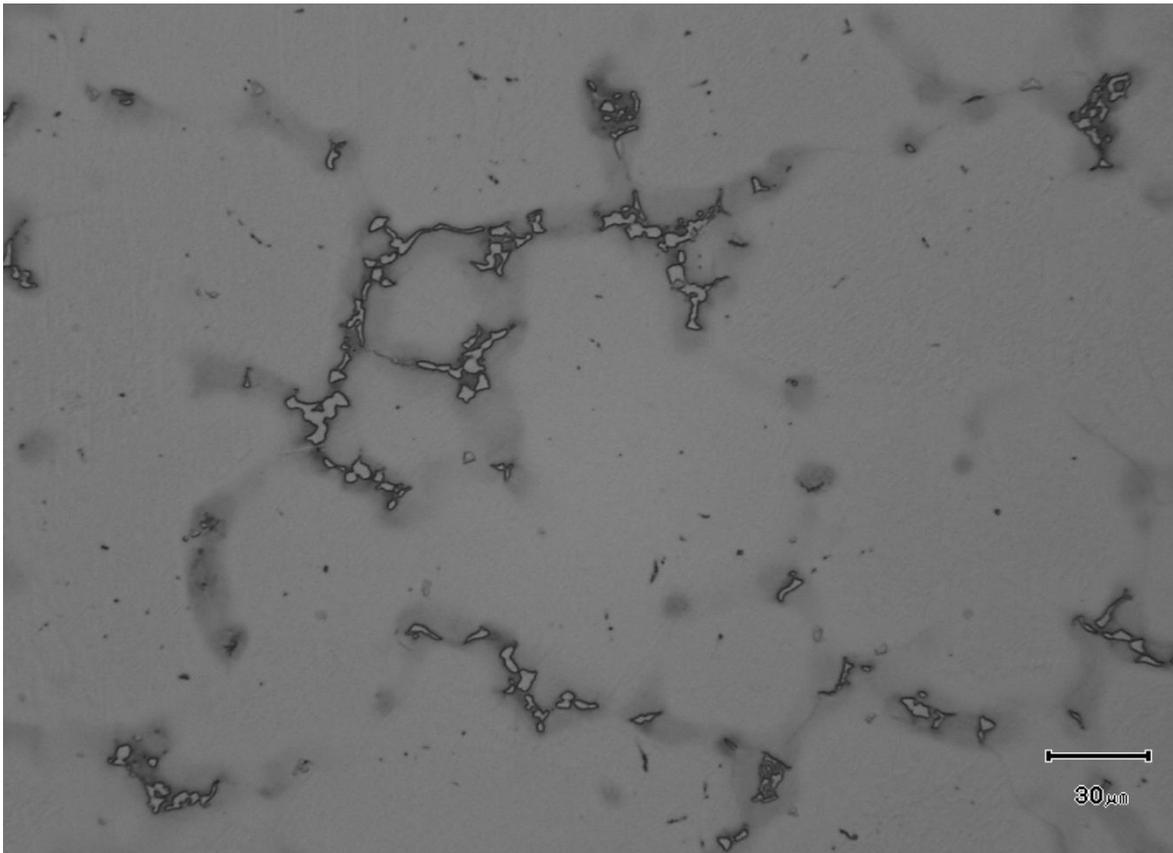


Figure 160 : l'échantillon observé a été attaqué avec une solution contenant de l'acide fluorhydrique.

La figure 151 illustre le résultat d'une attaque à l'acide fluorhydrique. Cette technique met nettement en valeur les intermétalliques en faisant apparaître un contour sombre en microscopie optique avec un éclairage venant du dessus. Ces contours viennent du relief créé par l'attaque et empêchant une analyse très fine en EBSD. Cependant, on peut imaginer qu'un tel cliché peut

permettre une quantification des phases très rapide en analyse d'image. Bien entendu, on ne pourra pas dissocier les phases de Laves des phases delta ou des carbures et mener une quantification très précise. De même, une partie de l'information est perdue ou imprécise avec cette méthode pour les nodules les plus petits et pour la prise en compte des contours.

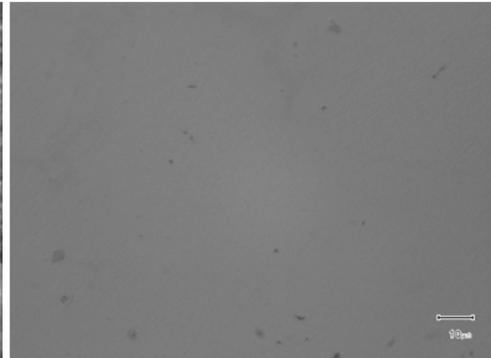
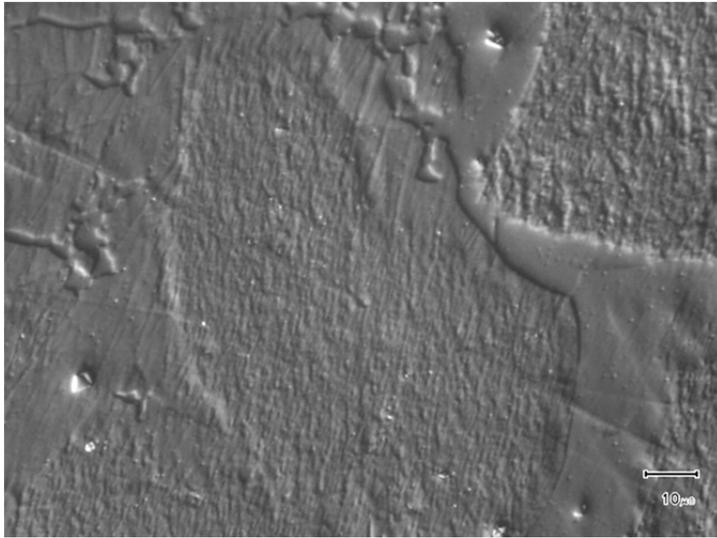


Figure 161: Observation au microscope optique en lumière rasante d'un échantillon d'Inconel 718 coulée au laboratoire après un polissage mécanique. En lumière rasante à gauche, du dessus en haut.

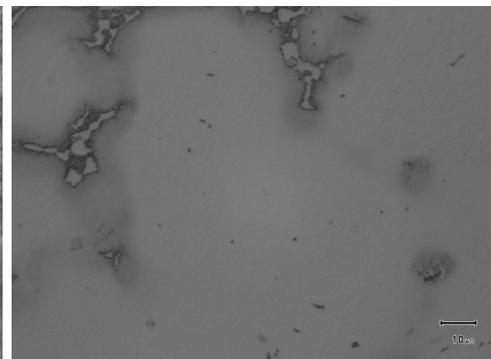
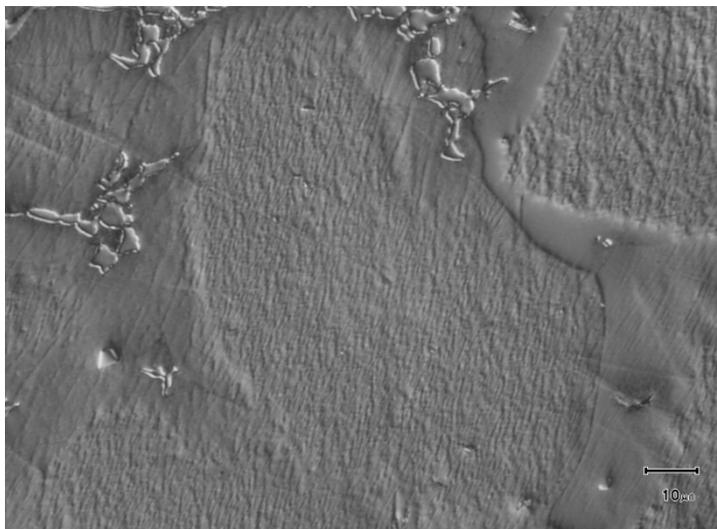


Figure 162 : La même observation est réalisée après une attaque à l'acide fluorhydrique. En lumière rasante à gauche et en éclairage de face au-dessus

La comparaison des clichés des Figure 161 et Figure 162 met en valeur l'impact de l'attaque chimique. En lumière rasante, les ombres sont modifiées et exacerbées. L'état de surface des intermétalliques est lui aussi affecté. On les distingue plus nettement en éclairage du dessus.

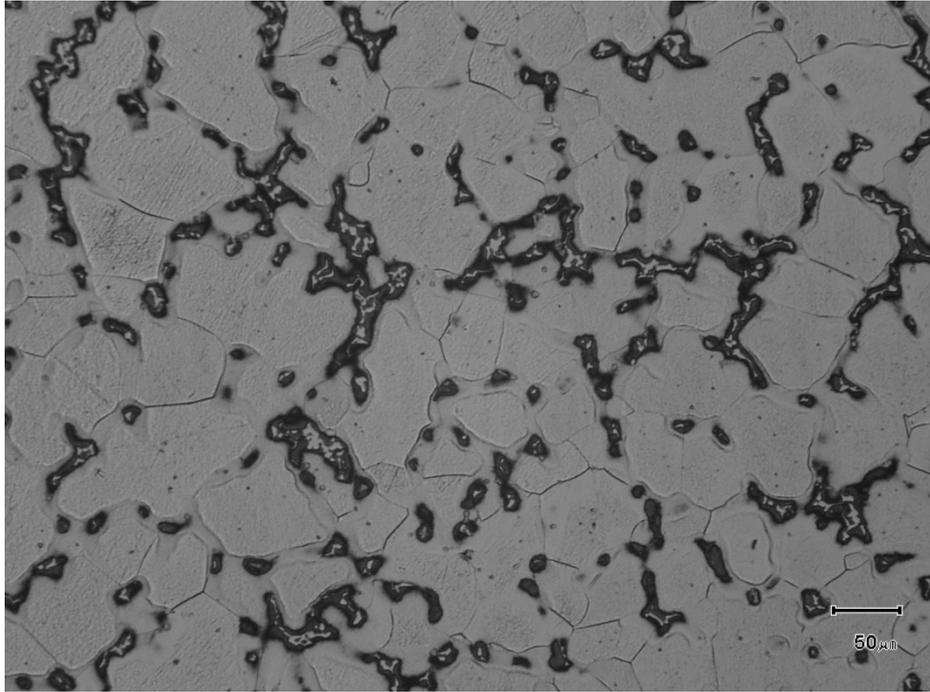


Figure 163 : Attaque chimique avec une solution kalling.

Source SNECMA

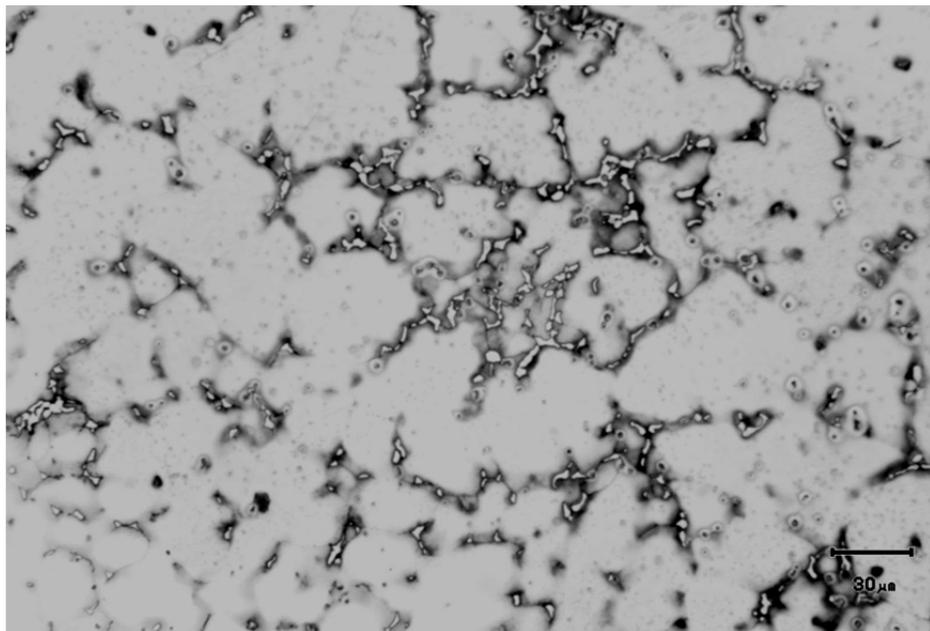


Figure 164: Attaque chimique avec une solution contenant une solution à l'oxyde de Chrome.

En résumé, chaque attaque révèle plus nettement au microscope optique les intermétalliques en ne réagissant pas de la même manière avec ces derniers qu'avec la phase gamma. Cependant ce phénomène induit des effets d'ombres, dépôt et modification ponctuelle de la profondeur de polissage qui faussent les mesures très précises du MEB sans apporter d'avantage significatif.

Bibliographie

- [1] P. Chevenard. France Brevet 496930, 21 12 1917.
- [2] P. Chevenard. France Brevet 698724, 11 10 1929.
- [3] W. Betteridge et A. Franklin, «The effect of heat treatment and structure on the creep and stress-rupture properties of Nimonic,» *J. Inst. Metals*, n° 185, pp. 473-479, 1956.
- [4] A. H. Jones, «An overview of alloy 718 in large structural castings,» *Superalloy 718*, pp. 307-318, 1989.
- [5] R. I. Jewett et J. A. Halchak, «The use of alloy 718 in the space shuttle main engine» *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, pp. 749-760, 1991.
- [6] T. Antonsson et H. Fredriksson, «The effect of cooling rate on the solidification of Inconel 718,» *Metallurgical and Materials Transactions b*, vol. 36B, pp. 85-96, février 2005.
- [7] Bruke et Miller, «Precipitation in alloy 718, a combined AEM and APFIM investigation,» *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, pp. 337-350, 1991.
- [8] Liu, Yao, Chen et Wang, «Niobium segregation in Inconel 718,» *Journal of materials science*, vol. 34, pp. 2583-2586, 1999.
- [9] C. Slama et M. Abdellaoui, «Structural characterization of the aged Inconel 718,» *Journal of Alloys and Compounds*, n° 1306, pp. 277-284, 2000.
- [10] H. E. Collins, «Relative stability of carbide and intermetallic phases in Nickel-base superalloys,» *Superalloys*, pp. 171-198, 1968.
- [11] M. Gao et R. P. Wei, «Grain boundary niobium carbides in Inconel 718,» *Scripta Materialia*, vol. 37, n° 112, pp. 1843-1849, 1997.
- [12] A. Mitchell, A. Schmalz, C. Schvezov et S. Cockroft, «The precipitation of primary Carbides in Alloy 718,» *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, p. 79, 1994.
- [13] G. K. Bouse et P. W. Schilke, «Process optimization of cast alloy 718 for Water cooled gas

- turbine application,» *Superalloys*, pp. 303-310, 1980.
- [14] Pearson, Pearson's Handbook, Desk edition éd., A. international, Éd., Pearson, 1997.
- [15] F. VerSynder et H. J. J. Beattie, «The Laves and Chi phases in a modified 12 Cr stainless Alloy,» *Transactions of the ASM*, vol. 47, p. 211, 1954.
- [16] C. Dayong, L. Wenchang, L. Rongbin, Z. Weihong et Y. Mei, «On the accuracy of the X-ray diffraction quantitative phases analysis method in inconel 718,» *Journal of Materials Science*, vol. 39, pp. 719-721, 2004.
- [17] S. Azadian, L.-y. Wei et R. Warren, «Delta phase precipitation in inconel 718,» *Materials characterization*, vol. 53, pp. 7-16, 2004.
- [18] R. S. Cremisio, J. F. Radavich et H. M. Butler, «Effect on thermomechanical history of the stability of inconel 718,» *Superalloys*, pp. 597-618, 1968.
- [19] W. J. Boesch et H. B. Canada, «Precipitation reaction and stability of Ni₃Nb in inconel 718,» *Superalloys*, pp. 579-596, 1968.
- [20] E. C. Guo et F. Ma, «The strengthening effect of Niobium on Ni-Cr-Ti type wrought superalloy,» *Superalloys*, pp. 431-438, 1980.
- [21] M. Chaturvedi et Y. Han, «Creep deformation of Alloy 718,» *Superalloys 718*, pp. 489-498, 1989.
- [22] W. Cao, R. Kennedy et M. Willis, «Differential thermal analysis study of the homogenization process in alloy 718,» *Superalloys 718, 625, 706 and various derivative*, pp. 147-160, 1991.
- [23] Cieslak, Knorovsky, Headley et Romig, «The solidification metallurgy of alloy 718 and other Nb-containing superalloys,» *Superalloys*, pp. 59-68, 1989.
- [24] W. Sun, S. Guo, D. Lu et Z. Hu, «Effect of sulfure on the solidification and segregation in inconel 718 alloy,» *Materials letters*, vol. 31, pp. 195-200, June 1997.
- [25] Y. Ko et J. Berry, «Characterization of the dendritic microstructure of investment cast alloy 718,» *Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives*, pp. 201-212, 1994.
- [26] S. Fu, J. Dong, M. Zhang et X. Xie, «Alloy design and development of inconel 718 type alloy,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 499, pp. 215-220, 2009.
- [27] L. Liu et e. al, «Effect of carbon additions on the microstructure in a Ni-base single crystal superalloy,» *Materials letters*, vol. 58, pp. 2290-2294, 2004.
- [28] L. Nastac et D. Stefanescu, «Computational modeling of NbC/Laves formation in INCONEL 718 equiaxed castings,» *Metallurgical and Materials Transaction A*, vol. 28A, pp.

1582-1587, Juillet 1997.

- [29] C. Chen, R. Thompson et D. Davis, «A study of effects of phosphorus, sulfur, boron and carbon on Laves and Carbide formation in alloy 718,» *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, pp. 81-96, 1991.
- [30] K. e. al..United states Brevet 6.852.177 B2, 8 Février 2005.
- [31] J. M. Moyer, «Extra low carbon alloy 718,» *Superalloys*, pp. 443-454, 1984.
- [32] L. Jackman, M. Boldy et A. Coffey, «The influence of reduced carbon on alloy 718,» *Superalloys*, pp. 261-270, 1991.
- [33] L. Geng, Y.-S. Na et N.-K. Park, «Continuous cooling transformation behavior of alloy 718,» *Materials letters*, vol. 30, pp. 401-405, Avril 1997.
- [34] J. T. Guo et L. Z. Zhou, «The effect of phosphorus, sulfure and silicon on segregation, solidification and mechanical properties of cast alloy 718,» *Superalloys*, pp. 451-455, 1996.
- [35] R. Thompson, M. Koopman et B. King, «Grain Boundary Chemistry of alloy 718-type alloys,» *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, pp. 53-70, 1991.
- [36] F. Fournier Dit Chabert, «Rechargement laser d'un superalliage à base de Nickel: Etude expérimentale et modélisation de l'endommagement,» Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2007.
- [37] Chen, Chaturvedi, Richards et McMahon, «Grain boundary segregation of boron in inconel 718,» *Metallurgical and materials transaction A*, vol. 29A, pp. 1947-1954, juillet 1998.
- [38] Y. Zhu, S. Zhang, T. Zhang, L. Lou, Y. Tong, X. Ning, Z. Hu et X. Xie, «Effect of P,S,B and Si on the solidification segregation of inconel 718 alloy,» *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, pp. 89-98, 1994.
- [39] J. Horton, C. McKamey, M. Miller, W. Cao et R. Kennedy, «Microstructural characterization of superalloy 718 with boron and phosphorus additions,» *Superalloy 718,625, 706 and various derivatives*, pp. 401-406, 1997.
- [40] J. J. deBarbadillo, «Effect of uncombined calcium and magnesium on the malleability of nickel alloys,» *Superalloys*, pp. 95-107, 1976.
- [41] X. Xie, Z. Xu, B. Qu, G. Chen et J. Radavich, «The role of Mg on structure and mechanical properties in alloy 718,» *Speralloys*, pp. 635-642, 1988.
- [42] G. chen, Q. Zhu, D. Wang, X. Xie et J. Radavich, «Effect of magnesium on niobium segregation and impact toughness in cast alloy 718,» *Superalloys*, pp. 545-551, 1989.

- [43] R. Kennedy, R. Davis et F. Vaccaro, «An evaluation of spray formed alloy 718,» *Superalloy 718-Metallurgy and Applications*, pp. 97-108, 1989.
- [44] J. Radavich, 1988.
- [45] R. DeVries et G. Mumau, «Importance of a relationship between dendrite formation and solidification in highly alloyed materials,» *Journal of metals*, vol. 20, n° 111, pp. 33-36, Nov. 1968.
- [46] R. Jewett et J. Halchak, «The use of alloy 718 in the space shuttle main engine,» *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, pp. 749-760, 1991.
- [47] E. Andrieu, R. Cozar et A. Pineau, «Effect of environment and microstructure on the high temperature behavior of alloy 718,» *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, pp. 241-256, 1989.
- [48] S. Badu, «Oxidation characteristics and thermal expansion of Inconel alloy 718 from 300K to 1273K,» *Superalloy 718, 625, 706 and various derivatives*, pp. 689-693, 1997.
- [49] Chang. Etats Unis Brevet US 5.087.305, 11 Février 1992.
- [50] K. Yu et J. Domingue, «control of solidification structure in VAR and ESR processed alloy 718 ingots,» *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, pp. 33-48, 1989.
- [51] D. A. Chang, R. Nasser-Rafi et S. L. Roertson, «Mechanical Properties of controlled grain structure (CGS) alloy 718,» *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, pp. 271-286, 1991.
- [52] M. Woulds et H. Benson, «Development of a conventional fine grain casting process,» *Superalloys*, 1984.
- [53] G. K. Bouse et M. R. Behrendt, «Mechanical properties of microcast-X alloy 718 fine grain investment castings,» *Superalloys 718*, pp. 319-328, 1989.
- [54] J. Radavich et D. Meyers, «Thermomechanical processing of P/M alloy 718,» *Superalloys*, pp. 347-356, 1984.
- [55] E. E. Brown, R. C. Boettner et D. L. Ruckle, «Minigrain Processing of Nickel-base alloys,» *Superalloys*, 1972.
- [56] P. D. Prichard et R. P. Dalal, «Spraycast-X superalloy for aerospace applications,» *Superalloys*, pp. 205-214, 1992.
- [57] G. E. Gapiniski et T. J. Devine, «Mechanical properties and microstructure of fine grain, centrifugally cast alloy 718,» *Superalloys 718*, pp. 533-544, 1989.
- [58] B. Pieraggi et J. F. Uginet, «Fatigue and creep properties in relation with alloy 718

- microstructure,» *Supralloy 718, 625 and various derivatives*, pp. 535-544, 1994.
- [59] M. Miller, S. Babu et M. Burke, «Intergranular precipitation in Alloy 718,» *Materials science and engineering A*, vol. A270, pp. 14-18, 1999.
- [60] M. Gao et R. P. Wei, «Grain boundary γ '' precipitate and niobium segregation in inconel 718,» *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 32, n° 17, pp. 987-990, 1995.
- [61] E. Guo, F. Xu et E. A. Loria, «Improving thermal stability of alloy 718 via small modifications in composition,» *Superalloys 718*, pp. 567-576, 1989.
- [62] R. Yoda, Y. Sato et T. Wanatabe, «Effects of additions of aluminium and titanium on recrystallization of 80Ni-20Cr alloys,» *superalloys*, pp. 80-114, 1968.
- [63] Y. Rong, S. Chen, G. Hu, M. Gao et R. P. Wei, «Predicition and characterization of variant electron diffraction patterns for γ '' and delta precipitates in an INCONEL 718 alloy,» *Metallurgica and materials transaction A*, vol. 30A, pp. 2297-2303, 1999.
- [64] He, Tang, Fukuyama et Yokogawa, «Boundary in γ '' precipitates in inconel 718 Nickel-base superalloy,» *Acta metallurgica mater.*, vol. 43, n° 112, pp. 4403-4409, 1995.
- [65] J. K. Tien, J. P. Collier et G. Vignoul, «The role of niobium and other refractory elements in superalloys,» *Superalloy 718*, pp. 553-556, 1989.
- [66] F. J. Rizzo et J. D. Buzzanell, «Effect of chemistery variations on the structural stability of alloy 718,» *Superalloys*, pp. 501-535, 1968.
- [67] Antony et Radavich, «The metallurgical aspects of hot isostatically pressed superalloy casting,» *Superalloys*, pp. 257-266, 1980.
- [68] Lamberigts, Diderrich, Coutsouradis, D. Lamotte, Drapier et Deridder, «HIP'ing various precision cast engine components in nickel-base superalloys,» *Superalloys*, pp. 285-295, 1980.
- [69] Bouse, Dunham et Lane, «Mechanical properties of fine-grain microcast-X alloy 718 investment castings for SSME, gas turbine engine, and airframe components,» *Superalloys 718,625, 706 and Various Derivatives*, pp. 459-468, 1997.
- [70] Sundararaman, Mukhopadhyay et Banerjee, «Carbide precipitation in nickel base superalloys 718 and 625 and their effect on mechanical properties,» *Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives*, pp. 367-378, 1997.
- [71] Moon et Wall, «The effect of phase instability on the high temperature stress-rupture properties of representative nickel-base superalloys,» *Superalloys*, pp. 115-133, 1968.
- [72] Andersson, Helander, Höglund, Shi et Sundman, «Thermo-calc & dictra, computational tools for material science,» *Calphad*, vol. 26, n° 12, pp. 273-312, 2002.

- [73] F. Beneduce, A. Mitchell, S. L. Cockcroft et A. J. Schmalz, «Primary carbide solution during the melting of superalloys,» *Superalloys*, pp. 465-469, 1996.
- [74] J. S. Slaney, «A general method for the prediction of precipitate compositions,» *Superalloys*, pp. 67-79, 1968.
- [75] W. H. Sutton et W. A. Johnson, «Reactions between Al₂O₃/MgO crucible materials and vacuum melted Hf-bearing superalloy,» *superalloys*, pp. 311-322, 1980.
- [76] A. Mitchell, «Melting processes and solidification in alloys 718-625,» *Superalloys 718,625 and Various Derivatives*, pp. 15-27, 1991.
- [77] J. P. Stroup et R. A. Heacock, «Effect of grain size variations on the long time stability of alloy 718,» *Superalloys*, pp. 544-578, 1968.
- [78] Z. Yun, H. Xuebing, W. Yong, Y. Weicheng et H. Zhuangqi, «Delta phase and deformation fracture behaviour of Inconel 718 alloy,» *Superalloys 718,625, 706 and Various Derivatives*, pp. 229-236, 1997.
- [79] Cremisio, Radavich et Butler, «The effect of thermomechanical history on the stability of alloy 718,» *Superalloys*, pp. 597-618, 1968.
- [80] J. J. Schirra, R. H. Caless et R. W. Hatala, «The effect of Laves phase on the mechanical properties of wrought and cast+HIP Inconel 718,» *Superalloys 718, 625,706 and various derivatives*, pp. 375-388, 1991.
- [81] Wlodek et Field, «Freckles in cast and Wrought products,» *Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives*, pp. 167-176, 1994.
- [82] Huang et Chaturvedi, «An investigation of microstructure and HAZ microfissuring of cast alloy 718,» *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, pp. 871-880, 1994.
- [83] Carlson et Radavich, «Microstructural characterisation of cast 718,» *Superalloy 718-Metallurgy and Applications*, pp. 79-95, 1989.
- [84] Mitchell, Cockcroft, Takahashi et Schmalz, «The columnar/equiax transition in In718 and Related alloys,» *Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives*, p. 79, 1994.
- [85] Sung, Poirier, Felicelli, Poirier et Ahmed, «Simulations of microporosity in Inconel 718 equiaxed investment castings,» *Journal of Crystal Growth*, vol. 226, pp. 363-377, 2001.
- [86] Ouichou, Lavaud et Lesoult, «Influence of the chemical composition of nickel-base superalloys on their solidification behavior and foundry performance,» *Superalloys*, pp. 235-244, 1980.
- [87] Mitchell et Schmalz, «The Role of TiN precipitation in determining microporosity in castings

- of IN718 alloy,» *Superalloys 718, 625,706 and Various Derivatives*, 1997.
- [88] P. J. Spencer, «A brief history of CLAPHAD,» *Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, vol. 32, pp. 1-8, 2008.
- [89] thermo-calc software , septembre 2010. [En ligne]. Available: <http://www.thermocalc.com/Databases.htm>.
- [90] Balea, Bélislea, Chartranda, Decterova, Erikssonb et Hackb, «Factsage thermochemical software and databases - recent developments,» *Tools for computational Thermodynamics*, vol. 33, pp. 295-311, 2009.
- [91] Davies, Dinsdale, Chart, Barry et Rand, «Application of MTDATA to the modeling of multicomponent equilibra.,» chez *Proceedings of the sixth international conference on high temperatures - chemistry of inorganic materials*, avril 1989.
- [92] Chen, Daniel, Zhang', Changb, Yanb, Xieb, Schmid, Fetzeff et Oatesd, «The pandat software package and its applications,» *Calphad*, vol. 26, n° 12, pp. 175-188, 2002.
- [93] G. H. Gulliver, *Metallic alloys*, Londre: Charles Griffin, 1922.
- [94] E. Scheil, «Z. Metallkd.,» n° 134:70, 1942.
- [95] Kurz et Fisher, *Fundamentals solidification*, Switzerland: Trans tech publications, 1998.
- [96] J. A. Sarreal et G. J. Abbaschian, «The effect of solidification rate on microsegregation,» *Metallurgical transactions A*, vol. 17A, pp. 2063-2071, 1986.
- [97] D. Tourret, «Modélisation de cinétiques de transformations multiples dans les alliages métalliques,» thèse de doctorat, Sophia Antipolis, 2009.
- [98] H. Ben Hamouda, «Modélisation et Simulation de la structure de solidification ndans les superalliages base-nickel : Application AM1,» thèse de doctorat, Sophia antipolis, 2012.
- [99] X. Zhang, C.-A. Gandin, H. Ben Hamouda, D. Tourret, K. Nakajima et J. He, «Prediction of solidification paths for FE-C-Cr alloys by a multiphase segregation model coupled to thermodynamic equilibrium calculations,» *ISIJ International*, vol. 12, n° 150, pp. 1859-1866, 2010.
- [100] Rappaz et Boettinger, «On dendritic solidification of multicomponent alloys with unequal liquid diffusion coefficients,» *Acta materialia*, vol. 47, n° 111, pp. 3205-3219, 1999.
- [101] Ivantsov, *Doklady Akademii*, vol. 58, 1947, p. 695.
- [102] A. Chtourou, «Propriétés structurales et défauts d'éprouvettes en superalliage à base de nickel,» Sophia antipolis, 2009.

- [103] [En ligne]. Available: www.cerafrance-industrie.com.
- [104] Thermocoax, *SEI 15/200-100/2xCP 15*, Suresnes, 92156, 2010.
- [105] «ASTM international», [En ligne]. Available: <http://www.astm.org/Standards/E562.htm>.
- [106] Thompson et Boutwell, «Microstructure analysis of fine grain alloy 718 Casting,» *Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives*, pp. 213-228, 1994.
- [107] M. Ganesan, D. Dye et P. Lee, «A technique for characterizing microsegregation in multicomponent alloys and its application to single-crystal superalloy castings,» *Metall. mat. Trans.*, vol. A 36, n° 18, pp. 2191-2203, 2005.
- [108] T. Carozzani, «Développement d'un modèle 3D Automate Cellulaire-Éléments Finis (CAFE) parallèle pour la prédiction de structures de grains lors de la solidification d'alliages métalliques,» thèse de doctorat, Sophi Antipolis, 2012.
- [109] S. M. Jones, J. Radavich et S. Tian, «Effect of composition on segregation microstructure and mechanical properties of cast alloy 718,» *Superalloy 718, Metallurgy and Applications*, pp. 589-724, 1989.
- [110] J. Groh et J. Radavich, «Effect of iron, nickel and cobalt on precipitation hardening of alloy 718,» *Superalloys 718,625 and Various Derivatives*, pp. 351-361, 1991.
- [111] C. Gandin et M. Rappaz, «A 3D Cellular Automaton algorithm for the prediction,» *Acta Materialia*, n° 145, p. 2187-2195, 1997.
- [112] N. Kanno, N. Takata et M. Takeyama, «effect of grain boundary Laves phase on mechanical properties of Fe-20Cr-30Ni-2Nb,» chez *TMS 2012*, orlando Fl, 2012.
- [113] J. F. Barker, *Metal progress*, vol. 81, p. 72, 1962.
- [114] Richards et Cook, «Factors influencing the stability of nickel-base high-temperature alloys,» *Superalloys*, pp. 1-25, 1968.
- [115] Oridei-basile et Radavich, «A current T-T-T diagram for Wrought alloy 718,» *Superalloys 718,625 and Various Derivatives*, pp. 325-335, 1991.
- [116] C. industrie, Ferrière en Bray, 76220.
- [117] D. Gali, 7 rue des cerisiers, ZI des églantiers CE 1546 Lisses, 2011.
- [118] C. a. Gandin, «Modeling of solidification: grain structures and segregations in metallic alloys,» *comptes rendu physique*, n° 111, pp. 216-225, 2010.

Etude expérimentale quantitative de la solidification du superalliage 718 en fonderie

RESUME : Cette étude financée par SNECMA et le CNES a pour objectif de mieux comprendre et caractériser la microstructure de l'Inconel 718 brut de fonderie. Cet objectif est motivé par le besoin grandissant de fiabilité sur les moteurs de spatiaux. Or, lors de la solidification, la ségrégation chimique provoque la formation de phases fragiles. C'est notamment le cas des phases de Laves. Des échantillons ont donc été coulés au laboratoire sous différentes conditions de solidification puis une méthode d'observation quantitative de la microstructure a permis de les caractériser. La proportion de phases fragiles a pu être déterminée ainsi que leur répartition vis à vis des joints de grains, l'impact de la désorientation entre chaque grain et la ségrégation chimique. Des travaux numériques ont été entrepris en parallèle. La simulation macroscopique des coulées a été réalisée avec le logiciel Thercast afin de déterminer les conditions de solidification de tous les échantillons coulés. La structure de grain a été simulée avec le modèle CAFE. Enfin, la simulation de la microségrégation a permis de valider notre compréhension des phénomènes prédominant lors de la solidification de l'Inconel 718. Ces simulations numériques apportent à la fois un éclairage sur les résultats expérimentaux mais aussi démontrent leurs possibilités dans l'optique de mettre en place un modèle global de solidification recouvrant ces trois échelles pour des pièces industrielles.

Mots clés : superalliage 718, Phase de Laves, Solidification, Microségrégation, Modélisation

Experimental quantitative studies that the solidification of the superalloys 718 in investment casting

ABSTRACT : The superalloy 718 is frequently found in aerospace and aeronautic components. In this study, it is used in the case of the main engine turbopump of the Ariane 5 launcher, obtained by investment casting. Thereby, a great focus is turned on as cast defect like detrimental phase. For example, the Laves phase, about 1%, has poor mechanical characteristics. Several samples were cast under vacuum. Various superheat and cooling rate are tested. After specific preparation, the microstructure was observed by scanning electron microscopy (SEM). On a surface representative of solidification phenomenon, the NbC phase, the Laves phase and the Delta phase were quantified and chemical segregation measurements were performed. The results give a tendency of the detrimental phases to form at the grain boundaries. This phenomenon is stronger as the cooling speed is lower. Furthermore, the grains boundaries disorientations are an impact. This experimental information is used to model the sample solidification at three different scales. At the macroscopic scale with Thercast software, at an intermediate scale with the simulation of the grain structure with the CAFE model. The last scale is the simulation of the microsegregation. This model takes into account thermodynamic equilibrium, cooling rate and microstructure geometries. This numerical work improved the comprehension of the solidification phenomenon. A global solidification simulation of industrial piece is the aim of Cnes (French space agency) and Snecma who support this work.

Keywords : Superalloys 718, Laves phases, Solidification, Microsegregation, Model