

# GDR « SAM »

## Solidification des Alliages Métalliques



### Journées Annuelles

10 – 11 décembre 2015

*Amphi. Charpak , UPMC*

*Campus Jussieu, 4 place Jussieu – Paris 5ème*

Ce rendez-vous, important pour le partage de l'information scientifique, est empreint de l'esprit de collaboration entre recherche académique et industrielle qui anime le GDR SAM depuis sa création. Différents thèmes seront abordés : précurseurs de la solidification, simulations multi-échelles, procédés innovants, observation in situ. Outre la présentation de résultats récents, la discussion sera ouverte sur les projets et les perspectives de la recherche en solidification.

#### Le Bureau

S. AKAMATSU, INSP - [silvere.akamatsu@insp.jussieu.fr](mailto:silvere.akamatsu@insp.jussieu.fr)

H. COMBEAU, IJL - [herve.combeau@ijl.nancy-universite.fr](mailto:herve.combeau@ijl.nancy-universite.fr)

D. DALOZ, IJL - [dominique.daloz@ijl.nancy-universite.fr](mailto:dominique.daloz@ijl.nancy-universite.fr)

Ch.-A. GANDIN, CEMEF - [Charles-Andre.GANDIN@mines-paristech.fr](mailto:Charles-Andre.GANDIN@mines-paristech.fr)

P. JARRY, Constellium - [philippe.jarry@constellium.com](mailto:philippe.jarry@constellium.com)

J. LACAZE, CIRIMAT - [Jacques.LACAZE@ensiacet.fr](mailto:Jacques.LACAZE@ensiacet.fr)

G. REINHART, IM2NP - [guillaume.reinhart@im2np.fr](mailto:guillaume.reinhart@im2np.fr)



Jeudi 10 décembre :

- 9h30 Introduction, *S. Akamatsu (INSP)*
- 9h45 Germination, *H. Combeau (IJL)*
- 10h15 Relations d'orientation aux interfaces cristal-quasicristal : apport des sciences des surfaces, *V. Fournée (IJL)*
- 10h45 Etude expérimentale et modélisation thermodynamique du corium - Application aux accidents graves dans un réacteur nucléaire à eau pressurisée, *S. Gossé (CEA)*
- 11h15 Upscaling : changement d'échelle dans la modélisation multi-échelles de la solidification, *M. Založnik (IJL)*
- 11h45 Simulations numériques: interactions mécanique/solidification, *M. Bellet (CEMEF)*
- 12h15 Phase-field modelling of nanowire growth, *T. Philippe (LPMC)*
- 12h30 Caractérisation des structures de solidification dans des gouttes d'Al-4,5%Cu solidifiées rapidement, *M. Bedel (ENSAM)*
- Déjeuner*
- 14h45 Fabrication additive : journées du RNM, *P. Peyre (ENSAM)*
- 15h15 Microstructures en fabrication additive, *J. Hugues (CIRIMAT)*
- 15h30 Présentations « flash » - Posters
- Pause*
- 17h00 Fonderie industrielle de précision, *V. Jaquet (SAFRAN)*
- 17h30 Compte-rendu d'activité de la commission thématique Coulée & Solidification de la SF2M, *P. Jarry (Constellium)*
- 18h00 Discussion
- Dîner*

Vendredi 11 décembre :

- 9h00 Expérimentation in situ – Forçages et maîtrise des microstructures, *G. Reinhart (IM2NP)*
- 9h30 Dynamique de joints de grains en solidification directionnelle, *S. Bottin-Rousseau (INSP)*
- 9h45 Caractérisation micro-structurale d'un alliage eutectique d'oxydes obtenu par solidification dirigée, *M. Cherif (SIMAP)*
- 10h00 The growth of crystals and eutectics with faceted interfaces, *P. Voorhees (NWU)*
- 10h30 *Pause*
- 11h00 Observation in situ de la solidification et de la convection dans un modèle de soudage GTAW, *A. Chiocca (LMGC)*
- 11h15 Procédés laser pour l'assemblage des matériaux métalliques de nature différente, *I. Tomashchuk (ICB)*
- 11h30 Discussion – Conclusion
- 
- 14h00 *Réunion du bureau*

## Participants

ABOUDI	Djaafar	IJL	djaafar.aboudi@univ-lorraine.fr
AKAMATSU	Silvère	INSP	akamatsu@insp.jussieu.fr
AUBRY	Pascal	CEA-ENSAM	pascal.aubry@ensam.eu
BALLOY	David	UMET	david.balloy@univ-lille1.fr
BEDEL	Marie	ENSAM	pascal.aubry@ensam.eu
BELLET	Michel	CEMEF	marie.bedel@ensam.eu
BILLOTTE	Thomas	IJL	thomas.billotte@univ-lorraine.fr
BOTTIN-ROUSSEAU	Sabine	INSP	bottin@insp.jussieu.fr
BOURDIE	Jacques	CIRIMAT	jacques.bourdie@ensiacet.fr
BUDENKOVA	Olga	SIMAP	olga.budenkova@simap.grenoble-inp.fr
CARTALADE	Alain	CEA Saclay	alain.cartalade@cea.fr
CHARMOND	Sylvain	A&D	sylvain.charmond@eramet-aubertduval.com
CHEHAB	Bechir	Constellium	bechir.chehab@constellium.com
CHERIF	Maya	SIMAP	maya.cherif@simap.grenoble-inp.fr
CHIOCCA	Alexis	LMGC	alexis.chiocca@umontpellier.fr
COLIN	Christophe	Centre des Matériaux	christophe.colin@ensmp.fr
COMBEAU	Hervé	IJL	herve.combeau@ijl.nancy-universite.fr
COSTES	Frédéric	Transvalor	frederic.costes@transvalor.com
DALLOZ	Dominique	IJL	dominique.daloz@univ-lorraine.fr
DEMURGER	Joëlle	ASCOMETAL	joelle.demurger@ascometal.com
DESCOTES	Vincent	APERAM	vincent.descotes@aperam.com
DUFFAR	Thierry	SIMAP	thierry.duffar@grenoble-inp.fr
FAIVRE	Gabriel	INSP	faivre@insp.jussieu.fr
FOURNÉE	Vincent	IJL	vincent.fournee@univ-lorraine.fr
GANDIN	Charles-André	CEMEF	Charles-Andre.GANDIN@mines-paristech.fr
GAUDRY	Emilie	IJL	emilie.gaudry@univ-lorraine.fr
GENESSON	Marvin	IJL	marvin.gennesson@gmail.com
GOSSÉ	Stéphane	CEA Saclay	stephane.gosse@cea.fr
GRANGE	David	SAFRAN	david.grange@safran.fr
GUNENTHIRAM	Valérie	ENSAM	Valerie.GUNENTHIRAM@ensam.eu
HANS	Stéphane	A&D	stephane.hans@eramet-aubertduval.com
HECQUET	Astrid	CTIF	hecquet@ctif.com
HENRY	Hervé	LPMC	herve.henry@polytechnique.edu
HUGUES	Jonathan	CIRIMAT	Jonathan.Hugues@ensiacet.fr
JAQUET	Virginie	SAFRAN	virginie.jaquet@safran.fr
JARRY	Philippe	Constellium	philippe.jarry@constellium.com

JDAY	Rawen	CIRIMAT	rawen.jday@ensiacet.fr
KENNEDY	Jacob	IJL	jacob-roman.kennedy@univ-lorraine.fr
LACAZE	Jacques	CIRIMAT	jacques.lacaze@ensiacet.fr
LE BOT	Cédric	ENSCBP	lebot@enscbp.fr
LEDIEU	Julian	IJL	julian.ledieu@univ-lorraine.fr
LHUISSIER	Pierre	SIMAP	pierre.lhuissier@simap.grenoble-inp.fr
LI	Zaidao	IJL	lizaidao@gmail.com
LIMODIN	Nathalie	EC-Lille	nathalie.limodin@ec-lille.fr
MASSON	Jean-Marcel	CTIF	masson@ctif.com
MÉTAIS	Alexandre	Arcelor-Mittal	alexandre.metais@arcelormittal.com
MOTA	Fatima	IM2NP	fatima.lisboa-mota@im2np.fr
NAGY	Csaba	SIMAP	ntsart@gmail.com
NAKA	Shigehisa	ONERA	shigehisa.naka@onera.fr
NGUYEN	Thi-Tuy-My	CEMEF	thi-thuy-my.nguyen@mines-paristech.fr
NIANE	Ngadia Taha	SAFRAN	ngadia-taha.niane@safran.fr
OLMEDILLA	Antonio	IJL	antonio.olmedilla@univ-lorraine.fr
PASTUREL	Alain	SIMAP	apasture@simap.grenoble-inp.fr
PEREDA	Jorge	IM2NP	jorge.pereda@im2np.fr
PERRUT	Mikael	ONERA	mikael.perrut@onera.fr
PEYRE	Patrice	ENSAM	patrice.peyre@ensam.eu
PHILIPPE	Thomas	LPMC	thomas.philippe@univ-rouen.fr
PILLAI	Suresh-Kumar	IJL	suresh-kumar.pillai@univ-lorraine.fr
PLAPP	Mathis	LPMC	Mathis.Plapp@polytechnique.fr
POITRAULT	Isabelle	INDUSTEEL	isabelle.poitault@arcelormittal.com
RAME	Jérémy	SAFRAN	jeremy.rame@safran.fr
RAPPAZ	Michel	EPFL	Michel.Rappaz@epfl.ch
REILLY	Nicole	IJL	nicole.reilly@univ-lorraine.fr
REINHART	Guillaume	IM2NP	guillaume.reinhart@im2np.fr
ROUAT	Bernard	IJL	bernard.rouat@univ-lorraine.fr
SALLOUM ABOU JAOUDE	Georges	Brunel Univ.	georges.salloum-abou- jaoude@brunel.ac.uk
STUCKY	Michel	CTIF	stucky@ctif.com
TANDJAOUI	Amina	EC-Lille	amina.tandjaoui@ec-lille.fr
TARPAGKOU	Roza	SIMAP	roza.tarpagkou@simap.grenoble-inp.fr
THOMAS	Marc	ONERA	Marc.Thomas@onera.fr
TOMASHCHUK	Iryna	ICB	iryna.tomashchuk@u-bourgogne.fr
VOORHEES	Peter	NWU	p-voorhees@northwestern.edu
YOUNSI	Amina	IJL	amina-math@live.fr
ZALOZNIK	Miha	IJL	miha.zaloznik@ijl.nancy-universite.fr

## RESUMES

### Germination

H. Combeau<sup>1</sup>

Equipes impliquées : IJL (2 équipes), CEMEF, LSMX, SIMaP

<sup>1</sup> Institut Jean Lamour UMR CNRS 7198, Nancy

La germination des grains primaires de solidification est un des premiers phénomènes à maîtriser pour contrôler les structures et de fait les propriétés d'une pièce. Pendant la première phase du GDR SAM des résultats très prometteurs ont été publiés par plusieurs équipes faisant partie du GDR. Ces résultats sont relatifs à l'effet de la germination à différentes échelles. Tout d'abord à l'échelle atomique, il s'agit de la possibilité d'affiner la taille de grain par l'ajout d'une espèce chimique qui même en faible proportion va favoriser l'apparition d'une phase précurseur présentant un ordre icosaédrique. Ainsi il a été montré que le chrome dans un alliage aluminium-zinc présente la propriété de former une phase  $Al_{45}Cr_7$  à partir de laquelle la phase primaire aluminium va croître de manière épitaxiale [Kurtuldu, 2013]. Le même effet a été mis en évidence avec un alliage or-cuivre, pour lequel une addition de moins de 200 ppm d'iridium diminue la taille de grain de 250 à 30 nm [Kurtuldu, 2014]. A l'échelle du procédé, à l'occasion de l'étude de la coulée semi-continue d'aluminium où des particules inoculantes comme le  $TiB_2$  ou le  $TiC$  sont introduites avec l'alliage, la nécessité de décrire l'histoire de ces particules y compris leur mouvement a été clairement mise en évidence [Bedel, 2015]. Pour les lingots d'acier, il a également été montré que seule la prise en compte de la fragmentation du tissu dendritique permettait de retrouver la position de la transition colonnaire-équiaxe [Leriche, 2015].

Pour la poursuite du GDR, Il s'agit maintenant d'explorer les alliages qui présentent la même propriété de favoriser l'apparition de phases précurseurs et d'étudier l'application de cette nouvelle méthode d'inoculation aux procédés de solidification comme la coulée semi-continue d'aluminium ou la coulée en lingot ou la coulée continue d'acier. Deux équipes vont venir renforcer le GDR pour travailler sur ce thème, l'équipe d'Alain Pasturel du SIMaP spécialiste en calcul ab initio et de l'étude de l'ordre à l'état liquide et l'équipe de Vincent Fournée de l'IJL spécialiste des quasicristaux.

Bedel M., Tveito K.O., Založnik M., Combeau H., M'Hamdi M., *Comp. Mater. Sci.* **102** (2015) 95-109.

Kurtuldu G., Jarry Ph., Rappaz M., *Acta Mat.*, **61** (2013), 7098-7108.

Kurtuldu G., Sicco A., Rappaz M., *Acta Mat.*, **70** (2014), 240-248.

Leriche N., Combeau H., Gandin Ch.-A., Založnik M., *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* **84** (2015) 012087.

### Quasicrystal-crystal interfaces : a surface science perspective.

V.Fournée<sup>1</sup>,

<sup>1</sup> Institut Jean Lamour UMR 7198 CNRS - Université de Lorraine, Parc de Saurupt, CS 50840

F-54011 Nancy cedex

Recent work by Kurtuldu *et al.* revealed spectacular grain refinement accompanied by an increase of twinned grain boundaries when minute amount of transition metal atoms (Cr, Ir) are added to either Al-Zn or yellow gold alloys [1,2]. It is suggested that pre-existing icosahedral particles in the liquid melt is at the origin of this strong effect on the nucleation of the alloy. In this presentation, we will review some of the facts about quasicrystal-crystal interfaces which can be deduced from surface science experiments [3]. These experiments consist in the growth of metal thin films or surface alloys on well-defined quasicrystalline surfaces prepared under ultra-high vacuum conditions and the determination of the orientation relationships between the crystalline films and the underlying substrates by diffraction or microscopy techniques.

[1] Kurtuldu, Jarry, Rappaz, *Acta Mat.* 61 (2013) 7098.

[2] Kurtuldu, Sicco, Rappaz, *Acta Mat.* 70 (2014) 240.

[3] Fournée, Ledieu, Thiel, *J. Phys. Condens. Matter.* 20 (2008) 310301.

## **Experimental study and thermodynamic modelling of corium mixtures – Application to severe accidents in Pressurized Water Reactors**

S. Gossé<sup>1</sup>, A. Quaini<sup>1</sup>, C. Guéneau<sup>1</sup>, T. Alpettaz<sup>1</sup>, D. Manara<sup>2</sup>, E. Brackxs<sup>3</sup>, R. Domenger<sup>3</sup>, A. Chocard<sup>3</sup>, F. Hodaj<sup>4</sup>

<sup>1</sup> CEA Saclay, DEN, DPC, SCCME, LM2T, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France

<sup>2</sup> European Commission, Institute for Transuranium Elements, P.O. Box 2340, 76125 Karlsruhe, Germany

<sup>3</sup> CEA Marcoule, DEN, DTEC, SGCS, LMAC – 30207 Bagnols-sur-Cèze, France

<sup>4</sup> SIMAP – UMR CNRS 5266, INP Grenoble-UJF, Domaine Universitaire, BP 75-1130, rue de la Piscine, 38402 Saint Martin d'Hères Cedex, France

During a severe accident in a nuclear reactor, extreme temperatures may be reached ( $T > 2500$  K). In these conditions, the nuclear fuel may react with the Zircaloy cladding and then with the steel vessel, forming a mixture of solid-liquid phases called in-vessel corium. In the worst scenario, this mixture may pierce the vessel and reach the concrete underneath the reactor. In the framework of the development of the TAF-ID thermodynamic database ([www.oecd-nea.org/science/taf-id](http://www.oecd-nea.org/science/taf-id)) on nuclear fuel and to predict the high temperature behaviour of the corium+concrete system, new high temperature thermodynamic data are needed. The LM2T at CEA Saclay centre started an experimental campaign of measure of phase equilibria at high temperature (up to 2400 K) on interesting corium sub-systems. Furthermore a new laser heating setup has been conceived. This technique allows very high temperature measures ( $T > 3000$  K) limiting the interactions between the sample and the surroundings. New phase equilibria data on the U-Zr-O system and on the U-Zr-Al-Ca-Si-O system will be presented. Moreover original melting temperature data on the PuO<sub>2</sub>-UO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> system obtained in collaboration with the JRC-ITU, will be also shown.

## **Upscaling : changement d'échelle dans la modélisation multi-échelles de la solidification**

Miha Založnik<sup>1</sup>,

<sup>1</sup> Institut Jean Lamour UMR CNRS 7198, Nancy

Les modèles multi-échelles macroscopiques ont atteint un degré de maturité qui permet maintenant d'accéder à une description fine des couplages entre les microstructures et le transport macroscopique et également aux liens entre les défauts de ségrégation chimique et les microstructures dans des procédés de coulée. La capacité des simulations de fournir des résultats prédictifs et quantitatifs est dans le plupart des cas limitée par une description incomplète de la cinétique de croissance des microstructures en présence de la convection et en tenant compte des effets collectifs. Un autre point ouvert sont les hétérogénéités à l'échelle mésoscopique, par exemple un front de blocage lors de la sédimentation de grains équiaxes. L'objectif du groupe de travail *Upscale* est de faire un « pont » entre les méthodes microscopiques (champ de phase) et macroscopiques. Les approches mésoscopiques (automates cellulaires, méthode d'enveloppe) sont une étape intermédiaire. Le progrès dans le développement des outils plus performants (mésoscopiques, champ de phase) et les premiers exemples de changement d'échelle seront présentés. Ces travaux sont liés aux efforts de développer une vraie méthodologie multi-échelles pour la simulation de matériaux (ICME : integrated computational materials engineering).

## **Simulations numériques : interactions mécanique/solidification**

Michel Bellet<sup>1</sup>, Takao Koshikawa<sup>2</sup>, Charles-André Gandin<sup>1</sup>, Hideaki Yamamura<sup>3</sup>, Manuel Bobadilla<sup>4</sup>

<sup>1</sup> MINES ParisTech, PSL Research University, CEMEF, CNRS UMR 7635, Sophia Antipolis, France

<sup>2</sup> Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation, Oita Works Equipment Division, Oita City, Japon

<sup>3</sup> The Japan Institute of Metals and Materials, Sendai, Japon

<sup>4</sup> ArcelorMittal Maizières, Research and Development, Maizières-lès-Metz, France

On s'intéresse à des essais de déformation de lingots d'acier (450 kg) au cours de leur solidification. La déformation est appliquée au moyen d'un poinçon. Deux phénomènes sont étudiés : d'une part la fissuration à chaud qui se traduit par l'ouverture de criques en fond de zone pâteuse sous l'effet des tensions exercées, et d'autre part la contribution de cette déformation du milieu semi-solide à la macroségrégation au sein du lingot. L'analyse est conduite en utilisant deux logiciels développés au Cemef : THERCAST® et R2SOL.

## **Phase-Field Modeling of Nanowire Growth**

Thomas Philippe

Physique de la Matière Condensée, PMC, Ecole Polytechnique, CNRS, 91128 Palaiseau, France

We use the phase-field (PF) method to model nanowire growth by the vapor-liquid-solid (VLS) mechanism. As major advantages, the PF method operates on the same length and time scales as experiments and naturally accounts for the Gibbs-Thompson effect. Moreover, the PF method can also account for elastic deformation and anisotropic interfacial energy. In this preliminary work, we investigate the role of tri-junctions on nanowire growth and compare our simulations to sharp-interface models. Our purpose is to understand the effect of anisotropy in both surface energy and mobility on growth directions, so that to elucidate complex mechanisms such as wire kinking.

## **Caractérisation des structures de solidification dans des gouttes d'Al-4,5%Cu solidifiées rapidement**

M. Bedel<sup>a</sup>, G. Reinhart<sup>a</sup>, A.-A. Bogno<sup>b</sup>, Ch.-A. Gandin<sup>c</sup>, S. Jacomet<sup>c</sup>, E. Boller<sup>d</sup>, H. Nguyen-Thi<sup>a</sup> and H. Henein<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Aix-Marseille Université & CNRS, IM2NP UMR 7334, Campus Saint-Jérôme, Case 142, 13397 Marseille Cedex 20, France

<sup>b</sup>AMPL, Department of Chemical and Materials Engineering, University of Alberta, Canada

<sup>c</sup>MINES ParisTech & CNRS, CEMEF UMR 7635, 06904 Sophia Antipolis, France

<sup>d</sup>ESRF – The European Synchrotron, CS 40220, 38043 Grenoble Cedex 9, France

Le procédé d'atomisation par impulsion développé à l'université d'Alberta permet de solidifier des gouttes métalliques en contrôlant les paramètres du procédé. La microstructure de gouttes d'Al-4.5%Cu formées avec cette technique est étudiée par micro-tomographie aux rayons X synchrotron et par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD). La reconstruction tridimensionnelle de plusieurs centaines de gouttes, obtenue par micro-tomographie, permet d'identifier différentes morphologies de grain dans des gouttes de même dimension et formées lors de la même expérience. De plus, deux orientations de croissance sont observées. Dans certaines gouttes, les dendrites croissent dans les directions cristallographiques <100> comme généralement observé dans les procédés conventionnels de solidification pour cet alliage. Cependant, dans la majorité des gouttes observées, les dendrites croissent dans les directions <111>. Une analyse EBSD est donc menée sur une sélection de gouttes représentatives après leur caractérisation par micro-tomographie. Les résultats confirment la corrélation entre directions de croissance des dendrites et orientation cristallographique. Enfin, l'effet de différents paramètres du procédé sur la morphologie et l'orientation cristallographique des gouttes est étudié.

## **Bilan des Journées "Métallurgie en fabrication additive"**

P. Peyre<sup>1</sup>, S. Akamatsu<sup>2</sup>

<sup>1</sup>PIMM (UMR 8006 CNRS – Arts et Métiers PariTech) ; <sup>2</sup>INSP, UPMC - CNRS UMR 7588, Paris

Organisées conjointement par le réseau National de Métallurgie (RNM), la société française de métallurgie et des matériaux (SF2M), la fédération francilienne de métallurgie (FERMI) et le GDR SAM, les journées "Métallurgie en fabrication additive" ont accueilli plus de 120 personnes à l'ENSAM de Paris les 18 et 19 Novembre derniers. Combinant présentations généralistes (dont celles de M. Rappaz sur la solidification rapide, celle de E. Aebly-Gauthier sur les alliages de titane ...) et interventions plus ciblées, ces deux journées scientifiques ont permis de dresser un état des lieux des problématiques spécifiques à la fabrication additive des matériaux métalliques, et des études actuelles dans la communauté francophone. Il en ressort la nécessité d'une mise à niveau des connaissances de base en métallurgie – solidification dans la communauté concernée, mais également le fort engouement actuel pour ces nouveaux modes de fabrication qui est en passe de susciter un véritable regain d'intérêt pour la métallurgie en France.

## **Microstructures en fabrication additive**

Jonathan Hugues, Eric Andrieu, Jean Marc Cloué, Alexandra Hilaire

Cirimat/ENSIACET, 4 Allée Emile Monso - CS 44362, 31030 Toulouse Cedex 4

Le procédé de fabrication additive permet, par empilements successifs de matière, de créer des objets de géométries complexes. Dans les procédés de fusion sur lit de poudre, la poudre est chauffée à l'aide d'un faisceau laser ou d'un faisceau d'électrons. La matière est ainsi fondue puis refroidie très rapidement dans un creuset de quelques centaines de microns. Les microstructures résultant de ce procédé de fabrication différent de celles obtenues par des procédés de transformations classiques. Il est proposé ici de faire une revue rapide des microstructures observées sur des alliages base aluminium, titane et nickel et d'en illustrer leurs spécificités.

## **Fonderie industrielle de précision**

V. Jaquet ; SAFRAN

## **Compte-rendu d'activité de la commission thématique Coulée & Solidification de la SF2M**

P. Jarry ; Constellium, Voreppe

### **Observation in situ : Journée « Techniques d'imagerie in situ »**

G. Reinhart

IM2NP, Univ. Aix-Marseille, Marseille

Il est désormais bien établi que l'observation in situ et en temps réel des alliages en cours de solidification est une méthode de choix pour révéler la dynamique de structuration aux échelles d'espace et de temps pertinentes. Les moyens d'investigation adaptés à ces études partent de la microscopie optique standard pour l'étude, par des méthodes légères et flexibles, de matériaux transparents à la lumière visible, à l'utilisation de l'imagerie par rayons X (radiographie, topographie, tomographie 3D) tirant parti des avantages des sources synchrotron disponibles sur le territoire français et environnant (ESRF à Grenoble, SOLEIL à Paris, SLS en Suisse) ou des récents progrès des sources de laboratoires.

Dans le cadre du Thème transverse : Expérimentation in situ – Forçages et maîtrise des microstructures, une journée de rencontre a été organisée dans le but de réunir les groupes de recherche membres du GDR SAM les plus impliqués dans l'étude de la solidification d'alliages par application de techniques d'imagerie in situ et en temps réel. Il a de la sorte été possible d'obtenir une vision globale des compétences disponibles dans le domaine de l'observation in situ de la solidification au sein du réseau du GDR, ainsi que des développements expérimentaux en cours. Un résumé de cette journée sera présenté ainsi que les perspectives d'actions dans le cadre de l'animation du thème et quelques récents résultats tirant parti de ce type de technique expérimentale.

### **Dynamique de joints de grains en solidification directionnelle**

S. Bottin-Rousseau, G. Faivre, S. Akamatsu

INSP, UPMC – CNRS UMR 7588, Paris

Nous présentons une étude expérimentale in situ de la solidification directionnelle d'alliages dilués en échantillons minces en présence de sous-joints de grains. Les sous-joints ont une forte anisotropie interfaciale, ils sont essentiellement immobiles dans le solide, et ne croisent en général pas l'interface solide-liquide à angle droit. On connaît la condition d'équilibre : l'angle d'inclinaison est tel que le vecteur tension superficielle de Cahn-Hoffman est parallèle à l'axe du gradient thermique, pour des raisons de symétrie. On observe qu'en cours de solidification à faible vitesse (front plan), les sous-joints gardent cette inclinaison. En revanche, lorsque que la vitesse de solidification se rapproche du seuil de surfusion constitutionnelle, l'interaction du mouvement de dérive du sous-joint avec le champ de diffusion tend à redresser sa trajectoire, et le sous-joint s'aligne avec l'axe du gradient. Nous donnerons, en plus des observations expérimentales, des arguments théoriques qui prédisent cette dynamique. Nous proposerons un moyen expérimental (solidification en rotation) permettant d'obtenir des informations sur l'anisotropie des joints de grains.

### **The Growth of Crystals and Eutectics with Faceted Interfaces**

A. Shahani, P.W. Voorhees

Department of Materials Science and Engineering, Northwestern University, Evanston IL

With the advent of high-energy x-ray sources it is now possible to follow microstructural evolution in three dimensions and as a function of time. The ability to observe and quantify the solidification process in metals provides fundamentally new insights into this complex phase transformation. We have examined the growth of primary Si particles in Al-Si alloys, as well as the growth of the Al-Ge irregular eutectic. We find that twin defects play an essential role in the growth of the primary Si phase from an Al-Si liquid. The Al-Ge eutectic, which consists of a Ge plate-like phase and an isotropic Al phase, grows in cooperative manner as in non-faceted eutectics but with defects that play a critical role in the development of structure. For example, the eutectic propagates in a direction that is perpendicular to slow-growth direction of the Ge plates via the growth of the Al phase through holes in the Ge plates.



## **Caractérisation micro-structurale d'un alliage eutectique d'oxydes obtenu par solidification dirigée**

Maya Cherif<sup>1,2</sup>, Gourav Sen<sup>2,3</sup>, Vicky Vikram Das<sup>2</sup>, Laurent Carroz<sup>1,3</sup>, Omar Benamara<sup>4</sup>, Michel Parlier<sup>5</sup> and Thierry Duffar<sup>\*2</sup>

<sup>1</sup> SNECMA Villaroche, Rond-point René Ravaud, 77550 Réau, France

<sup>2</sup> SIMaP-EPM, UMR 5266 CNRS, 38402 Saint Martin d'Hères, France

<sup>3</sup> RSA, 380 Rue Rn 85 BP 16, 38560 Jarrie, France

<sup>4</sup> ILM, UMR 5306 CNRS, 69622 Villeurbanne, France

<sup>5</sup> Onera, Chemin de la Hunière et des Joncherettes BP 80100, 91123 Palaiseau, France

Leurs propriétés mécaniques à haute température et leur stabilité thermique font des céramiques eutectiques d'excellentes candidates pour des applications en matériaux de structure. Les travaux présentés portent sur la solidification dirigée de l'alliage eutectique ternaire  $Al_2O_3$ -YAG- $ZrO_2:Y$  par trois procédés : EFG, Bridgman et Micro-pulling down. La diversité des techniques permet d'explorer un large panel de conditions de croissance telles que la vitesse de solidification et le gradient de température. Présentant une microstructure complexe et interconnectée, les matériaux obtenus ont été caractérisés par MEB et par micro-tomographie à haute résolution. Différents paramètres de la microstructure tels que l'espacement eutectique, la taille des colonies, la forme et la continuité des phases ont été calculés à l'aide de « Image J », un logiciel libre d'accès. Des tests statistiques ont permis de valider la pertinence des paramètres calculés et d'étudier l'influence des conditions de croissance.

## **Etude de la solidification et des écoulements en cours du soudage TIG sur un alliage binaire Cu30Ni**

Alexis Chiocca

LMGC (Laboratoire de Mécanique et Génie Civil), Université de Montpellier

Dans le but d'étudier les phénomènes physiques autour de l'interface solide/liquide pendant le soudage, un dispositif expérimental a été développé. L'étude se concentre sur l'observation in-situ en face envers de l'arrière d'un bain liquide traversant lors de la réalisation d'une ligne de fusion à l'aide d'une torche de soudage TIG (Tungsten Inert Gas). Le front de solidification et les écoulements dans le bain ont été observés à l'échelle microscopique par une caméra rapide. A l'échelle macroscopique, le bain est observé en entier par une caméra infra-rouge et deux caméras dans le visible. La première permet d'obtenir le champ de température en face envers tandis que les deux autres donnent une vision globale du bain sur les faces supérieure et inférieure. Les observations ont permis d'extraire une grande quantité de données permettant une meilleure compréhension de la solidification en soudage. De plus la comparaison à des modèles analytiques et numériques permet de discuter plus en détail l'influence des écoulements sur la solidification.

## **Procédés laser pour l'assemblage des matériaux métalliques de nature différente**

I. Tomashchuk

Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne, Université Bourgogne – Franche Comté, équipe Laser et Traitements des Matériaux, 12 rue de la Fonderie, 71200 Le Creusot

La réalisation des assemblages par fusion entre des matériaux métalliques de nature différente présente un défi technologique important. Afin de pouvoir obtenir un assemblage avec les caractéristiques mécaniques équivalentes voir meilleures que le matériau le plus faible d'une couple hétérogène, il est nécessaire de comprendre les phénomènes métallurgiques ayant lieu lors de la solidification de l'assemblage et ensuite d'optimiser la composition de la zone fondue d'une manière à éviter la fragilisation de la jonction. Les lasers d'haute puissance représentent un outil précieux pour la réalisation de ce type d'assemblages, puisqu'ils permettent l'apport de la chaleur très local et bien maîtrisé. Les cycles thermiques courts (de l'ordre de ms) ont une conséquence importante sur la formation des phases dans les zones fondues, ainsi que sur des phénomènes de convection. Quelques couples hétérogènes faisant l'objet des études récentes du laboratoire sont présentés, en vue d'illustrer l'influence du soudage laser sur le processus de solidification. Les perspectives d'utilisation de DSC pour l'étude de microstructure des assemblages dissimilaires sont présentées.