



HAL
open science

Refusion à l'arc sous vide du superalliage 718 : modélisation du procédé et étude de la formation des "white spots"

Aude Soller

► **To cite this version:**

Aude Soller. Refusion à l'arc sous vide du superalliage 718 : modélisation du procédé et étude de la formation des "white spots". Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2006. Français. NNT : 2006INPL019N . tel-01752547

HAL Id: tel-01752547

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752547>

Submitted on 29 Mar 2018

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.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

**Refusion à l'arc sous vide du superalliage 718 :
Modélisation du procédé et étude de la formation des
« white spots »**

THESE

Présentée et soutenue publiquement le 17 mai 2006

Pour l'obtention du grade de

Docteur de l'Institut National Polytechnique de Lorraine

(Science et Ingénierie de Matériaux)

par

Aude SOLLER
Ingénieur civil des Mines

Composition du jury :

Monsieur P. Archambault	Président
Monsieur Y. Fautrelle Monsieur J.B. Guillot	Rapporteurs
Monsieur D. Ablizer Monsieur A. Jardy Monsieur G. Reiter	Examineurs

À S. Bayi et C. Girault

Avant-Propos

Cette étude a été réalisée au Laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux Métalliques à l'Ecole des Mines de Nancy au sein de l'équipe de Monsieur Denis Ablitzer, Professeur à l'Ecole des Mines de Nancy, en partenariat avec la société Böhler Edelstahl.

J'exprime ma sincère gratitude à Monsieur Archambault, directeur du Laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le jury de cette thèse.

Je remercie sincèrement Monsieur J.B. Guillot, Professeur à l'Ecole Centrale de Paris et Monsieur Y. Fautrelle, Professeur à l'ENSHMG à Grenoble, d'avoir accepté d'examiner ce travail et d'en être les rapporteurs.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur A. Jardy, Directeur de Recherche au CNRS, qui a dirigé l'exécution de ce travail. Je lui exprime toute ma reconnaissance pour la confiance qu'il m'a témoigné. Je le remercie pour ses conseils, sa grande rigueur, pour son soutien et son amitié.

Je suis très reconnaissant à Monsieur D. Ablitzer, Professeur à l'Ecole des Mines de Nancy, qui a co-dirigé ce travail. Je tiens en particulier à le remercier pour l'aide qu'il m'a apportée pour réaliser et traiter mes expériences.

Cette thèse a été réalisé en étroite collaboration avec la société autrichienne Böhler Edelstahl. Je tiens donc à remercier Messieurs G. Reiter, W. Schützenhöfer et C. Sommitsch pour la confiance qu'ils m'ont témoignée tout au long de cette thèse, pour leur aide et enfin pour leur grande gentillesse.

Je tiens à remercier Messieurs R. Larue, Ingénieur d'Etude, J.P. Houin, O. Devisme, Assistant Ingénieur pour leur aide indispensable à la réalisation des expériences de trempage, ainsi qu'à l'atelier FER qui nous a toujours soutenu « techniquement » dans les moments plus difficiles.

Je remercie également Monsieur B. Dussoubs, Ingénieur Calcul, pour les conseils qu'il m'a donné pour réaliser mes modèles.

Je voudrais également remercier tous mes amis du laboratoire, mes compagnons de bureau pour leur bonne humeur et pour les secrétaires qui m'ont témoigné beaucoup de gentillesse.

Table des matières

INTRODUCTION.....	1
CONTEXTE DE L'ÉTUDE	2
PLAN DU MÉMOIRE	3
CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.....	4
I. 1- L'ALLIAGE 718 : CARACTÉRISTIQUES GÉNÉRALES ET ÉLABORATION	4
I. 1-1 <i>Composition chimique et microstructure</i>	4
I. 1-2 <i>Processus de solidification</i>	5
I. 1-3 <i>Elaboration et mise en forme</i>	6
I. 2- LE PROCÉDÉ VAR.....	8
I. 2-1 <i>Bref aperçu</i>	8
I. 2-2 <i>Défauts potentiellement formés pendant la refusion VAR de l'alliage 718</i>	9
I. 2-3 <i>Modélisation mathématique du procédé VAR</i>	12
I. 3- LES WHITE SPOTS	13
I. 3-1 <i>Classification et description</i>	15
I. 3-2 <i>Mécanismes de formation</i>	20
I. 3-3 <i>Modélisation mathématique des mécanismes de formation des white spots discrets et dendritiques</i>	28
CHAPITRE II : MODÉLISATION NUMÉRIQUE DE LA REFUSION À L'ARC SOUS VIDE DE L'ALLIAGE 718.....	32
II. 1- AMÉLIORATIONS APPORTÉES À SOLAR 3.0	32
II. 1-1 <i>Le calcul de l'écoulement : le problème de la turbulence</i>	33
II. 1-2 <i>Modifications des conditions limites</i>	34
II. 1-3 <i>Résumé</i>	37
II. 2- SIMULATION D'UNE FUSION TEST ET VALIDATION DU MODÈLE.....	37
II. 2-1 <i>Présentation de la fusion de validation et détermination expérimentale de la profondeur du puits liquide</i>	37
II. 2-2 <i>Détermination des paramètres d'entrée du modèle</i>	40
II. 2-3 <i>Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques</i>	42
II. 2-4 <i>Résumé</i>	45
II. 3- UTILISATION DU MODÈLE NUMÉRIQUE : INFLUENCE DES CONDITIONS OPÉRATOIRES SUR LE COMPORTEMENT DU LINGOT VAR.....	46
II. 3-1 <i>Influence de la séquence de fusion</i>	47
II. 3-2 <i>Influence du refroidissement</i>	53
II. 3-3 <i>Résumé</i>	59
II. 4- CONCLUSION	60
CHAPITRE III : OBSERVATION EXPÉRIMENTALE ET CARACTÉRISATION DES SOURCES POTENTIELLES DE PRÉCURSEURS DE WHITE SPOTS.....	61
III. 1- PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE.....	62
III. 2- LES SOURCES POTENTIELLES DE PRÉCURSEURS DE WHITE SPOTS DENDRITIQUES	63

III. 2-1 La structure métallurgique générale de l'électrode	63
III. 2-2 La retassure	66
III. 2-3 Le film liquide	66
III. 2-4 Conclusion	68
III. 3- LES SOURCES POTENTIELLES DE PRÉCURSEURS DE WHITE SPOTS DISCRETS	68
III. 3-1 Le bourrelet de l'électrode.....	68
III. 3-2 La « shelf » du lingot	69
III. 3-3 La collerette du lingot.....	72
III. 4- CONCLUSION	76
CHAPITRE IV : ETUDE DE LA FUSION D'UN PRÉCURSEUR DE « WHITE SPOT » DISCRET IMMOBILE ET IMMERGÉ DANS UN BAIN LIQUIDE	78
IV. 1- L'EXPÉRIENCE « DE TREMPAGE ».....	78
IV. 1-1 Dispositif et protocole expérimentaux	78
IV. 1-2 Résultats expérimentaux.....	83
IV. 2- MODÉLISATION DE LA FUSION/SOLIDIFICATION D'UNE PARTICULE	92
IV. 2-1 Présentation du modèle.....	92
IV. 2-2- Résultats numériques	95
IV. 3- CONCLUSION	104
CHAPITRE V : SIMULATION NUMÉRIQUE DU COMPORTEMENT D'UN PRÉCURSEUR DE « WHITE SPOT » DISCRET PENDANT LA REFUSION VAR DE L'ALLIAGE 718	106
V. 1- MODÈLE GLOBAL « WHITE SPOT »	106
V. 1-1 Modélisation de la trajectoire d'un précurseur dans le puits liquide	106
V. 1-2 Principe du modèle global.....	108
V. 1-3 Améliorations ultérieures du modèle « white spot »	110
V. 2- APPLICATION À UNE REFUSION VAR RÉELLE	111
V. 2-1 Calcul de l'écoulement et du transfert de chaleur dans le liquide.....	111
V. 2-2 Comportement de différents précurseurs	113
V. 3- DISCUSSION/CONCLUSION	124
CONCLUSION GÉNÉRALE	127
ANNEXE : PROPRIÉTÉS THERMOPHYSIQUES DE L'ALLIAGE 718.....	131
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	135

Nomenclature

Lettres romaines

A_p	section transversale de la particule	m^2
C_D	coefficient de traînée	
C_p	chaleur spécifique du matériau	$J\ kg^{-1}K^{-1}$
D_p	diamètre de la particule	m
\vec{F}_d	force de traînée	N
\vec{F}_i	force de masse ajoutée	N
e_{sl}	épaisseur de la couche limite	m
g	gravité	$m\ s^{-2}$
\vec{g}	accélération gravitationnelle	$m\ s^{-2}$
gl	fraction liquide	
G_k	dissipation/création de la turbulence	$W\ m^{-3}$
h	profondeur au centre du puits	m
I	intensité du courant de fusion	A
J	profil de densité de courant	$A\ m^{-2}$
k	énergie cinétique turbulente	$m^2\ s^{-2}$
k_t	conductivité thermique du matériau	$W\ m^{-1}s^{-1}$
L	chaleur latente du matériau	
Nu	nombre de Nusselt	
P_{He}	pression d'hélium	$mbar$

P_k	création d'énergie cinétique turbulente	$W m^{-3}$
Pr	nombre de Prandtl	
r	position radiale	m
R	rayon de la particule	m
Re	nombre de Reynolds	
Re_l	rayon de l'électrode	m
R_l	rayon du lingot	m
Re_p	nombre de Reynolds particulaire	
S	surface du lingot	m^2
T	température	K
T_l	température de la surface latérale du lingot	$^{\circ}C$
$T_{\text{lingotière}}$	température de la lingotière	$^{\circ}C$
T_{liq}	température de liquidus	$^{\circ}C$
T_{sol}	température de solidus	$^{\circ}C$
T_0	température de l'électrode loin de son extrémité inférieure	$^{\circ}C$
T^*	température du gaz	$^{\circ}C$
t	temps	s
$t.l.s.$	temps local de solidification	s
t_m	durée de la fusion de la particule	s
\vec{u}_l	vitesse du fluide au niveau de la position de la particule	$m s^{-1}$
\vec{u}_p	vitesse de la particule	$m s^{-1}$
u_r	vitesse moyenne radiale	$m s^{-1}$
u_z	vitesse moyenne axiale	$m s^{-1}$
V	tension	V
$V(t)$	volume du puits liquide	m^3
v_c	vitesse de consommation de l'électrode	$m s^{-1}$

V_{in}	volume du puits liquide	m^3
V_{max}	volume du puits liquide en régime permanent	m^3
V_p	volume de la particule	m^3
x	distance entre la position considérée et l'extrémité inférieure de l'électrode	m
z	hauteur de lingot	m

Lettres grecques

\square	diffusivité thermique du matériau	$m^2 s^{-1}$
β_T	coefficient d'expansion thermique du fluide	K^{-1}
ΔT	surchauffe	$^{\circ}C$
ε	vitesse de dissipation de l'énergie cinétique turbulente	$m^2 s^{-3}$
λ_{He}	conductivité de l'hélium	$W m^{-1} K^{-1}$
μ	viscosité dynamique	
μ_t	viscosité turbulente du fluide	$kg m^{-1} s^{-1}$
σ_T	nombre de Prandtl turbulent	
v_p	vitesse de la particule	$m s^{-1}$
ρ	densité du matériau	$kg m^3$
ρ_l	densité du fluide	$kg m^3$
ρ_p	densité de la particule	$kg m^3$
τ	constante de temps qui caractérise la durée du régime transitoire	s

Introduction

L'alliage 718 est l'un des superalliages les plus utilisés pour réaliser une partie des éléments des rotors des turbines à gaz qui subissent de fortes contraintes. Ce superalliage base nickel allie une forte résistance aux contraintes pour des températures moyennes, à la corrosion et à l'oxydation, et une bonne résistance au fluage et à la fatigue. Il a été développé dans les années cinquante par la Huntigton Alloys IN Company (Eiselstein, 1965). L'alliage 718 est fabriqué principalement pour réaliser des disques de turbine ; et dans le domaine de l'aérospatiale, aucun autre superalliage n'est autant utilisé.

Ces dernières années, grâce à une forte motivation économique, les performances et l'efficacité des moteurs ont été améliorées. Les propriétés des disques de turbine en termes de sollicitation mécanique et de température ont également fait l'objet d'améliorations. Ceci implique, entre autres paramètres, de réduire l'apparition des défauts provenant des différentes étapes de la filière d'élaboration de cet alliage, en particulier pendant l'étape finale de fusion (le plus souvent le procédé de refusion à l'arc sous vide (VAR)).

Dans ce procédé, un arc en courant continu est établi sous vide entre une électrode consommable et une lingotière de cuivre refroidie par eau. La chaleur apportée par l'arc fond l'électrode (cathode) et les gouttelettes de métal fondu qui tombent de l'électrode forment un lingot (anode) qui se solidifie au contact de la lingotière. Le but de la refusion VAR est de former un lingot sans défaut, uniformément propre et chimiquement homogène.

L'industrie a pour objectif de fabriquer un produit sans défaut ; par conséquent, une partie de son attention est concentrée sur la compréhension des mécanismes de formation d'un défaut typique généré pendant la refusion VAR, connu sous le nom de « white spot » (appelé aussi « tache blanche » en français). Les white spots sont des zones appauvries en éléments d'alliage et sont déficients en phases durcissantes. Leur nom est directement relié à l'utilisation classique de techniques d'attaque chimique, durant lesquelles les phases durcissantes sont attaquées de façon préférentielle, laissant les zones appauvries en éléments d'alliage blanches ou brillantes. Les white spots réduisent la durée de vie des composants ; de ce fait, il est important de les caractériser et d'étudier les possibilités permettant de les éliminer.

Une distinction classique est faite entre trois types de white spots : les white spots discrets, dendritiques et de solidification. On suppose habituellement que les deux premiers types de défauts proviennent de la chute de morceaux solides de métal (appelés dans cette thèse précurseurs de white spots) dans le puits liquide d'un lingot VAR lors de sa croissance (Jackman, 1994). Les white spots de solidification, quant à eux, résulteraient de perturbations thermiques au niveau du front de solidification.

Contexte de l'étude

Ce travail fait partie d'une étude réalisée en partenariat entre le LSG2M et Böhler Edelstahl. Ce dernier est un important aciériste européen, qui produit actuellement des lingots VAR d'alliage 718. Dans le cadre de ses activités de recherche, Böhler utilise la modélisation mathématique et la simulation numérique des procédés afin d'améliorer de façon continue ses produits.

Durant ces 20 dernières années, le LSG2M a effectué un important travail de recherche pour développer des modèles complets des procédés de refusion et d'affinage, afin de comprendre l'influence des paramètres opératoires sur le comportement du métal liquide et des conditions de solidification sur le produit final. En 1995, un code numérique appelé SOLAR (qui signifie SOLidification d'un Lingot refondu à l'ARc) a été mis au point (Hans, 1995). Il résout les équations de transferts de chaleur, de quantité de mouvement et de soluté en supposant un régime turbulent de l'écoulement du métal liquide dans le lingot refondu. Le modèle mathématique a tout d'abord été validé en comparant les résultats expérimentaux et numériques obtenus pour des lingots refondus d'alliage de Ti et de Zr (Hans, 1994 ; Jardy, 2001). Le but de ce travail est d'appliquer et de valider le code SOLAR 3.0 à la refusion d'alliage 718, puisque auparavant le modèle a été principalement utilisé pour simuler la refusion de matériaux réactifs et réfractaires.

En outre, une étude a été entreprise dans le but de comprendre avec plus de précision les mécanismes de formation des white spots pendant la refusion. La caractérisation des sources potentielles de précurseurs de white spots dans des électrodes et des lingots d'alliage 718 constitue l'une des voies expérimentales choisies pour confirmer les différentes hypothèses avancées dans la littérature. De plus, la partie la plus importante de cette étude est consacrée au travail numérique et expérimental qui a permis le développement d'un modèle mathématique destiné à simuler la formation de white spots discrets.

Plan du mémoire

Ce manuscrit de thèse est composé de cinq parties, brièvement décrites ci-dessous:

La voie d'élaboration usuelle de l'alliage 718 fait l'objet de la revue bibliographique. La refusion à l'arc sous vide et la formation des white spots sont bien sûr abordées en détails.

Le second chapitre est consacré à quelques améliorations de SOLAR 3.0, qu'il s'est avéré nécessaire de réaliser pour appliquer ce code numérique à la refusion de l'alliage 718. Nous présentons la validation du modèle, au moyen d'une fusion test spécialement réalisée par Böhler, ainsi que l'étude permettant de déterminer l'influence de certains paramètres opératoires sur le comportement du lingot.

Les observations et les analyses expérimentales sur des matériaux fournis par Böhler font l'objet du chapitre suivant, qui est consacré à la caractérisation des sources potentielles de précurseurs de white spots pendant le procédé VAR.

Dans la quatrième partie, les études numériques (transfert de chaleur/modèle de changement de phase) et expérimentales (« expériences de trempage ») concernant la cinétique de fusion d'un white spot discret dans un bain de métal liquide sont détaillées.

Enfin, le chapitre V décrit le modèle « white spot » global, qui simule le comportement d'un précurseur de white spot discret dans un puits liquide VAR et la formation potentielle d'un défaut pendant la refusion à l'arc sous vide d'alliage 718.

Une conclusion générale résume les principales contributions de ce travail et propose quelques perspectives pour continuer la présente étude.

Chapitre I : Revue bibliographique

Le but de ce chapitre est de donner un aperçu rapide des étapes de l'élaboration de l'alliage 718, tout en insistant sur les thèmes principaux abordés dans cette thèse, i.e. l'étape de refusion à l'arc sous vide (V.A.R.) et la formation des défauts appelés white spots.

Nous rappellerons tout d'abord les caractéristiques générales de l'alliage 718 : sa composition chimique, sa microstructure et son processus de solidification, ainsi que sa filière d'élaboration. Ces informations sont en effet nécessaires pour bien comprendre et quantifier les mécanismes de formation des white spots pendant la refusion VAR.

Ensuite, nous présenterons l'opération de refusion à l'arc sous vide, étape clé de l'élaboration de l'alliage 718, ainsi que les défauts qui peuvent être générés pendant cette phase d'élaboration et enfin un état de l'art de la modélisation du procédé VAR.

Enfin, la troisième partie est consacrée aux défauts de type white spots : la classification et la description de ces défauts y sont exposées en détails ; de plus, les mécanismes possibles de leur formation y sont indiqués et les modèles qui ont été développés pour prédire leur formation sont passés en revue.

I. 1- L'alliage 718 : caractéristiques générales et élaboration

I. 1-1 Composition chimique et microstructure

L'alliage 718 est un superalliage base nickel caractérisé par sa forte teneur en niobium. Le tableau I. 1-1 ci-dessous donne une composition chimique type de la nuance actuellement élaborée par Böhler Edelstahl :

Élément	Ni	Fe	Cr	Mo	Nb	Ti	Al	B	C
% massique	52,10	18,50	18,00	3,00	5,30	0,95	0,50	0,005	0,02

Tableau I. 1-1 : Composition chimique moyenne de l'alliage 718 (Böhler)

L'alliage 718 est faiblement allié au titane et à l'aluminium, éléments qui participent au durcissement par précipitation en formant la phase γ' .

Le carbone se combine avec le niobium, le titane et le molybdène pour former des carbures primaires ainsi que des carbures secondaires qui améliorent le durcissement du matériau à haute température. En outre, le chrome assure à l'alliage une bonne résistance à l'oxydation en formant en surface une couche d'oxyde Cr_2O_3 .

Enfin, le niobium est le principal élément contribuant au durcissement par précipitation en formant avec le nickel les précipités γ' et δ . La forte teneur en niobium est responsable de la formation de phases de Laves.

La structure métallurgique de l'alliage 718 est ainsi caractérisée par une matrice γ contenant des éléments en solution solide (nickel, chrome, fer, niobium, molybdène, titane et aluminium), et par la présence de diverses phases secondaires (Keiser, 1976) :

des précipités durcissants γ' et γ'' métastables,

des précipités intermétalliques δ stables,

des carbures primaires issus de la solidification,

des carbures secondaires précipités au cours des traitements thermiques ultérieurs,

des phases de Laves.

I. 1-2 Processus de solidification

Le processus de solidification de l'alliage 718 est semblable à celui du système simple Ni-Nb-C, où les éléments de la matrice (Fe, Ni, Cr) forment le « solvant » γ , et où les éléments Nb et C sont les solutés. Une variation faible des quantités de niobium influence fortement les températures de la transformation eutectique (Dupont, 1999).

La séquence de solidification se fait en trois étapes :

la solidification primaire $L \rightarrow \gamma$, qui conduit à un enrichissement du liquide en Nb et en C,

la réaction eutectique tri-phasique $L \rightarrow \gamma + \text{NbC}$,

la solidification finale de l'eutectique γ/Laves $L \rightarrow \gamma + \text{Laves}$.

Knorovsky et al. (Knorovsky, 1989) ont construit un diagramme de solidification en fonction de la concentration des constituants de la même manière qu'un diagramme de phase (figure I. 1-1). Celui-ci réactualise un diagramme similaire développé par Eiselstein (Eiselstein, 1965) une vingtaine d'années auparavant à partir de techniques analytiques moins sophistiquées. La combinaison des données obtenues par microscopie électronique analytique (MEA), microsonde et analyse thermique différentielle (ATD) a permis de déterminer les compositions clés et les températures de réaction en prenant la teneur en niobium comme variable de composition. Comme beaucoup de ces informations ont été obtenues à partir d'échantillons élaborés par soudage, celles-ci ne peuvent être traitées que dans le cadre de la solidification hors équilibre. Un tel diagramme permet de visualiser clairement la différence d'évolution qui peut résulter d'une modification de la concentration en niobium lors de la solidification de l'alliage 718.

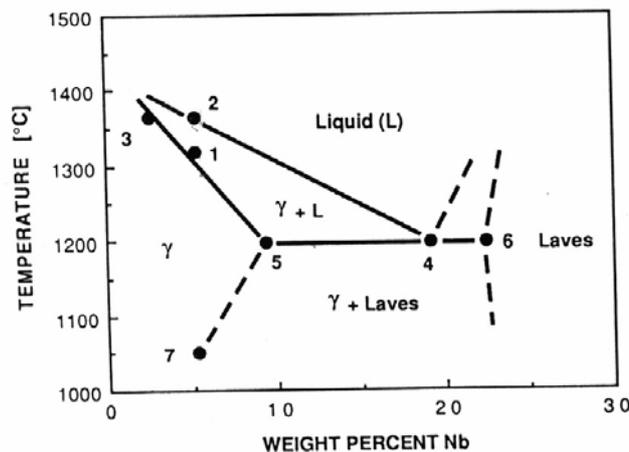


Figure I. 1-1 : Diagramme de solidification de l'alliage 718 (Knorovsky, 1989)

I. 1-3 Elaboration et mise en forme

Lors de l'élaboration des superalliages base nickel, les matières premières doivent être mélangées pour obtenir un produit solide qui satisfasse les exigences requises en ce qui concerne la composition chimique, les propriétés mécaniques, les normes de micro- et macrostructure. De plus, le produit obtenu ne doit pas présenter de porosité ni d'inclusions à l'inspection par ultrasons. L'alliage 718, comme la majorité des superalliages utilisés pour des applications de forgeage, est élaboré selon la séquence détaillée dans la figure I. 1-2.

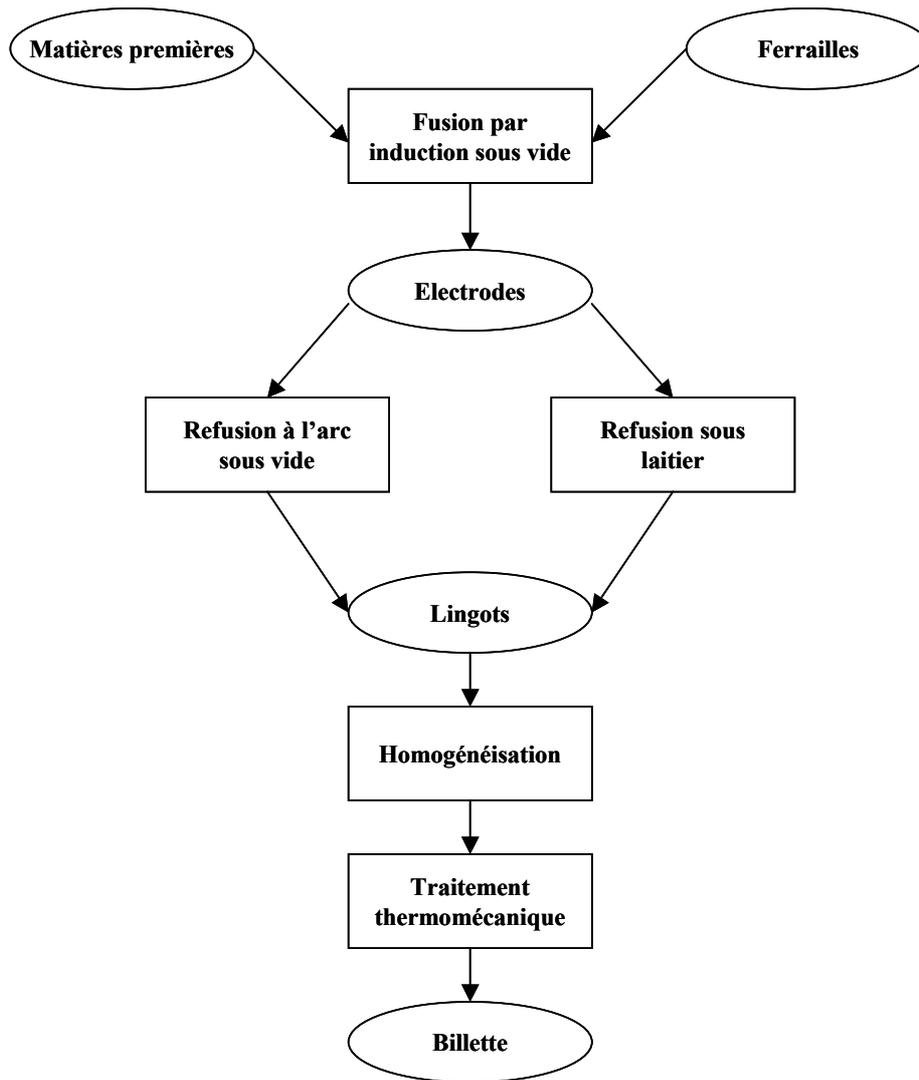


Figure I. 1-2 : Organigramme de la filière d'élaboration de l'alliage 718

a) Fusion primaire (VIM) et secondaire (VAR/ESR)

Un superalliage dont la filière comprend une étape à l'état liquide doit présenter une grande propreté inclusionnaire et une structure homogène. L'alliage 718 est le plus souvent réalisé en deux opérations de fusion successives : une fusion par induction sous vide (VIM) suivie d'une refusion à l'arc sous vide (VAR) (Maurer, 1989).

Pendant la fusion VIM, les matières premières sont fondues dans un four à induction sous vide, et coulées en lingots cylindriques destinés à servir d'électrodes pour la fusion VAR. La fusion VIM permet d'obtenir la composition chimique recherchée, et d'avoir une faible teneur en carbone et en oxygène.

Le principe du procédé VAR, quant à lui, est de convertir l'électrode élaborée au four VIM en un lingot cylindrique. La fusion de l'électrode dans une lingotière en cuivre refroidie à l'eau permet d'améliorer considérablement son homogénéité chimique et physique.

La refusion sous laitier (ESR) peut aussi être utilisée comme procédé d'élaboration secondaire. Elle diffère du procédé VAR par le fait que l'électrode fond dans un laitier. Ce dernier a un rôle d'affinage puisqu'il permet de filtrer les agglomérats d'oxydes. L'amélioration de la propreté inclusionnaire est un avantage majeur de ce procédé (Maurer, 1989; Yu, 1989). Cependant, les lingots refondus par ESR peuvent présenter des zones où la ségrégation chimique est très forte, en particulier au centre du lingot.

Depuis les années 80, les avantages des procédés VAR et ESR ont été combinés dans un procédé unique composé de trois étapes (Moyer, 1994) : une étape de fusion ESR est introduite entre les fusions VIM et VAR (VIM + ESR + VAR). Cependant, cette fusion triple augmente évidemment le coût global du produit et doit donc être réservée aux applications critiques telles que les disques de turbine devant subir de fortes pressions.

b) Etapes suivantes

Les traitements thermiques d'homogénéisation éliminent les derniers défauts de microstructure. Un traitement thermomécanique permet ensuite d'améliorer la structure métallurgique du lingot refondu. Il consiste en différentes étapes de mise en forme et de traitements thermiques. Il est réalisé dans le but d'obtenir une microstructure homogène (Choudhury, 1990) et de former des précipités donnant au matériau les propriétés mécaniques requises. Dans le cas de l'alliage 718, la phase secondaire γ'' permet le durcissement par précipitation primaire. Tous les défauts qui demeurent après solidification du lingot VAR peuvent influencer la taille de grain obtenue durant le traitement thermomécanique et altérer la régularité de la structure, ainsi que la fraction de phase précipitée.

I. 2- Le procédé VAR

I. 2-1 Bref aperçu

Le procédé, illustré figure I. 2-1, consiste à fondre une électrode consommable sous vide poussé (de 10^{-3} à 10^{-2} mbar) pour former un lingot secondaire (Bungardt, 1964). Pendant la

refusion, un arc électrique est généré par un courant continu entre l'électrode (le plus souvent la cathode) et le haut du lingot secondaire, pour chauffer suffisamment l'électrode afin qu'elle fonde. La vitesse instantanée de fusion dépend de la puissance électrique totale apportée (courant et tension). Les gouttes de métal liquide qui tombent de l'électrode se solidifient au contact du creuset en cuivre refroidi par eau. Le lingot secondaire, ainsi formé, se compose de trois zones distinctes : le puits liquide, le lingot solide et une zone mi-liquide/mi-solide, appelée zone pâteuse.

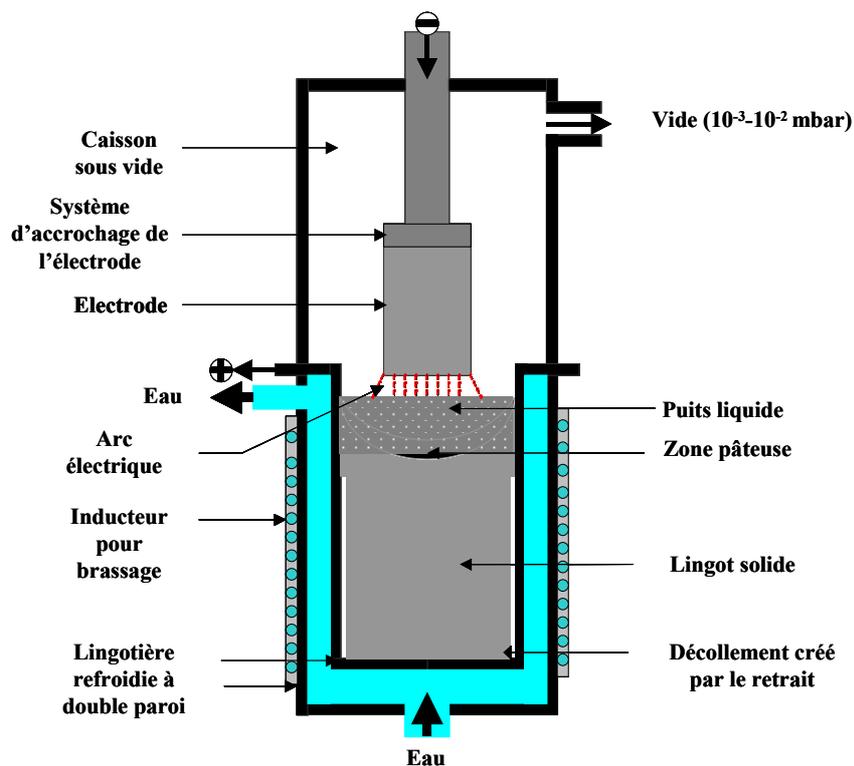


Figure I. 2-1 : Représentation schématique du procédé VAR

I. 2-2 Défauts potentiellement formés pendant la refusion VAR de l'alliage 718

La nécessité d'augmenter la performance de certaines parties des turbines à gaz a conduit à porter une plus grande attention à l'homogénéité structurale des superalliages base nickel tel que l'alliage 718. Les exigences en matière de propriétés mécaniques, particulièrement celles liées aux caractéristiques de fatigue et de propagation des fissures, ont ainsi accru la nécessité

de contrôler la macro- et microstructure du produit et d'éviter la formation de tout défaut qui puisse être source d'initiation d'une fissuration précoce.

Après la refusion de l'alliage 718, les défauts observés dans le lingot présentent principalement des hétérogénéités chimiques à l'échelle de la dendrite (microségrégation) et à l'échelle du lingot (macroségrégation) i.e. les « tree rings », « freckles » et white spots. Enfin, les inclusions tels que les oxydes, nitrures et sulfures amorcent souvent des fissures en fatigue. Les white spots étant le principal thème de ce travail, nous présenterons ces défauts en détail au § 1. 3. Les autres défauts principaux générés pendant la refusion VAR sont traités dans les paragraphes suivants.

a) Structure dendritique

La solidification des lingots VAR conduit généralement à la croissance de grains dendritiques colonnaires, et la microségrégation chimique est directement reliée au procédé de solidification. De ce fait, lorsque le temps local de solidification est important, l'espacement interdendritique est grand (Yu, 1989; Siddall, 1991) et la ségrégation associée peut conduire, dans le cas des structures forgées, à une structure dendritique résiduelle.

b) « Tree rings »

Les “tree rings” sont des zones composées de nombreux petits grains équiaxes qui interrompent la continuité de la structure colonnaire des lingots VAR (Xu, 2002). Sur les macrographies de coupes transversales de lingots attaqués, ils apparaissent comme des anneaux concentriques alternativement noirs et blancs (figure I. 2-2), similaires en apparence aux anneaux de croissance que l'on trouve dans les troncs d'arbre (d'où leur nom). A ce jour, il n'a jamais été signalé d'effet préjudiciable de la présence de « tree rings » sur les propriétés mécaniques du matériau. La différence de réponse de ces défauts à l'attaque chimique est liée à des gradients mineurs de composition chimique ou à des variations de l'orientation dendritique. Xu et al. ont montré que les orientations cristallographiques des grains constituant les « tree rings » semblent distribuées au hasard et que leur composition est similaire à celle des grains colonnaires. Ils en ont conclu que les “tree rings” germent quand les conditions favorables à la croissance colonnaires sont altérées pendant une courte durée. Après le rétablissement de ces conditions, les grains colonnaires initiaux croissent de nouveau rapidement et bloquent le développement de la plupart des grains « tree-rings ».

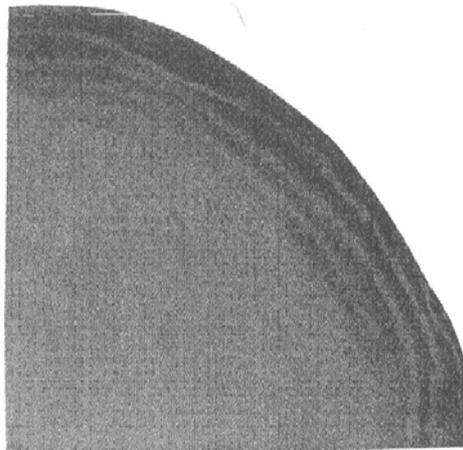


Figure I. 2-2 : Macrographie d'un ensemble de "tree-rings" (Maurer, 1989)

c) « Freckles »

Les « freckles » sont des défauts courants, trouvés dans les pièces coulées en superalliages base nickel. Situés dans une région localisée à mi-rayon des billettes forgées, ils ressemblent à de longues traînées de grains équiaxes (figure I. 2-3), beaucoup plus grands que les branches de dendrites dans les lingots bruts de coulée (Yu, 1989). Ils contiennent beaucoup trop de zones enrichies en niobium, telles que des phases de Laves, et sont fortement indésirables puisqu'ils tendent à baisser la limite d'élasticité et la ductilité. Du fait de leur grande taille et de la faible vitesse de diffusion du niobium à l'état solide, il est pratiquement impossible de faire disparaître des « freckles » par traitement thermomécanique. Il est généralement admis que ces défauts sont causés par la migration de solutés par convection thermosolutale dans la zone pâteuse. Ce phénomène est directement relié aux variations de densité du liquide qui provient de la ségrégation interdendritique (Flemings, 1967 ; Kou, 1977 ; Kou, 1978).

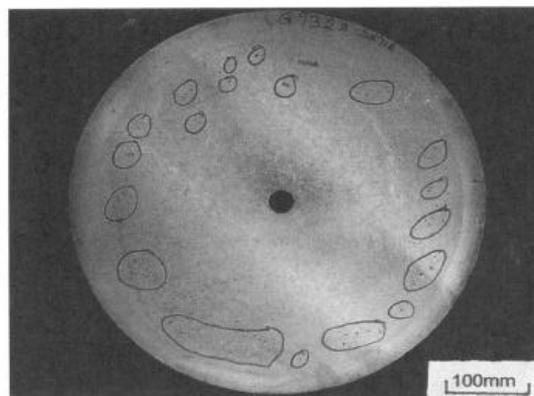


Figure I. 2-3 : « Freckles » présents dans un lingot VAR (Subba Rao, 1997)

d) Inclusions non métalliques

Un lingot d'alliage 718 peut contenir principalement quatre types d'inclusions : Al_2O_3 , TiN , MgO , et MgS (Mitchell, 1991; Cockcroft, 1992). Les particules de MgS se trouvent uniquement dans l'espace interdendritique parce qu'elles précipitent pendant les dernières étapes de solidification du matériau. Dans la plupart des cas, les nitrures de titane germent et croissent sur les précipités de MgO (figure I. 2-4). Ils sont ensuite agglomérés par des particules d' Al_2O_3 . Ces oxydes peuvent avoir plusieurs origines et provenir en particulier des matières premières et de l'environnement de la fusion (VIM ou réfractaires de coulée). Les « clusters » d'inclusions sont fortement préjudiciables pour le matériau puisqu'ils réduisent la tenue en fatigue cyclique des superalliages.

Comme nous l'avons déjà dit, les carbures (Mitchell, 1994, Mitchell, 1996) précipitent à la fin de la solidification. Ils proviennent de la ségrégation dans l'espace interdendritique des éléments suivants : niobium, molybdène et titane. Ils sont très stables et, pendant toutes les étapes ultérieures, ils demeureront dans l'état obtenu à la fin de la solidification. Il est très important de contrôler le processus de précipitation des carbures car les défaillances en cycle de fatigue proviennent souvent de fissurations initiées par des « clusters » de carbures.

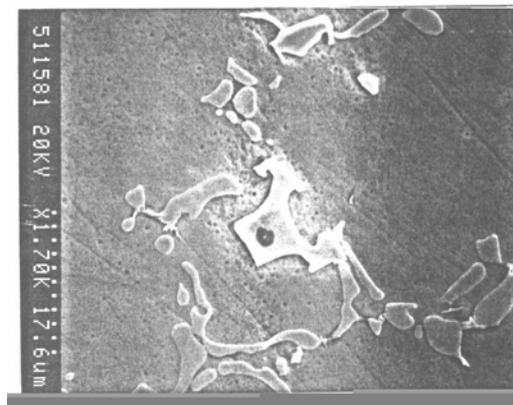


Figure I. 2-4 : Partie centrale d'une inclusion de TiN avec une particule de MgO en son centre (Mitchell, 1989)

1. 2-3 Modélisation mathématique du procédé VAR

Pendant ces 30 dernières années, des modèles numériques du procédé VAR ont été développés pour mieux comprendre la relation qui existe entre les paramètres opératoires et la

qualité du produit. Cette dernière est en effet dépendante du transfert thermique et de l'écoulement au sein du liquide pendant la refusion.

Les premiers modèles du procédé VAR ne considéraient que le transport de chaleur (Ballantyne, 1977 ; Ballantyne, 1978 ; Jardy, 1984), et leur but était principalement de prévoir l'évolution des profils de puits liquides. Ensuite, l'attention s'est portée sur la prédiction de l'écoulement au sein du puits liquide et sur l'influence des forces électromagnétiques en régime permanent (Bertram, 1980, Zanner, 1989, Jardy, 1990). Les premiers résultats numériques ont montré que, pendant la refusion, un mouvement de recirculation, causé par les forces de Lorenz et opposé à la boucle de convection naturelle, entraîne le métal le long de la surface du bain et le fait redescendre au niveau du centre du lingot.

Le modèle développé par Hans (Hans, 1995) réunit ces deux approches. Il résout de façon couplée les équations de transfert de chaleur, de soluté, de quantité de mouvement en écoulement turbulent. Ces dix dernières années, plusieurs codes de calcul (tels que SOLAR à l'Ecole des Mines de Nancy et BAR aux laboratoires nationaux de Sandia), ont permis de relier les paramètres opératoires aux profils des puits liquides, au mouvement du métal liquide au sein du puits et à l'intensité de la macroségrégation.

Ces résultats sont très utiles pour prévoir le risque d'apparition de veines ségréguées (Gu, 1999; Auburtin, 2000) et de certains white spots (Zhang, 2000). D'autre part, ils permettent également de prévoir les effets probables d'un changement des paramètres opératoires sur la microstructure lors de la solidification. Par exemple, le couplage d'un modèle du procédé VAR et d'un modèle d'automates cellulaires (CA) réalisé par Xu et al. permet de prédire la formation de la structure des grains dans un lingot VAR (Xu, 1999). Le modèle (Xu, 2002 (2)) montre qu'une forte variation des paramètres opératoires modifie suffisamment l'écoulement macroscopique prédit pour générer une transition colonnaire-équiaxe et former une chaîne de grains équiaxes que sont les « tree rings » dans une structure majoritairement colonnaire.

I. 3- Les white spots

Les "white spots", défauts propres au procédé VAR, sont des zones appauvries en soluté, fréquemment trouvées dans les lingots des superalliages 718, 706 (Thamboo, 1994), 901 (Takachio, 1996) et Waspaloy (Samuelsson, 1990). Dans le cadre de cette revue bibliographique et de celui de notre étude, nous porterons notre attention sur l'alliage 718. Ce

dernier est en effet très utilisé et le grand intervalle entre sa température de solidus et sa température de liquidus (environ 75°C), sa forte teneur en niobium (environ 5,3 % massique, voir tableau I. 1-1) favorisent la ségrégation lors de sa solidification.

Ces défauts sont souvent difficiles à détecter avant traitement thermique et forgeage. Ils apparaissent en blanc après avoir été attaqués, comme on peut le remarquer figure I. 3-1, car ils sont fortement appauvris en éléments d'alliage durcissants. L'absence de « marquage » à l'attaque chimique de ces zones est dû à leur appauvrissement en phase γ' et en carbures primaires (Wadier, 1985). Les lingots élaborés à faible vitesse de fusion sont plus souvent affectés par ce genre de défauts et les problèmes apparaissent en général en haut du lingot, dans la zone qui subit l'influence du masselotage à la fin de l'opération de refusion (Yu, 1986). L'étude des white spots est d'autant plus importante qu'ils ont une influence très néfaste sur les propriétés mécaniques des alliages et qu'ils réduisent la tenue en fatigue cyclique.

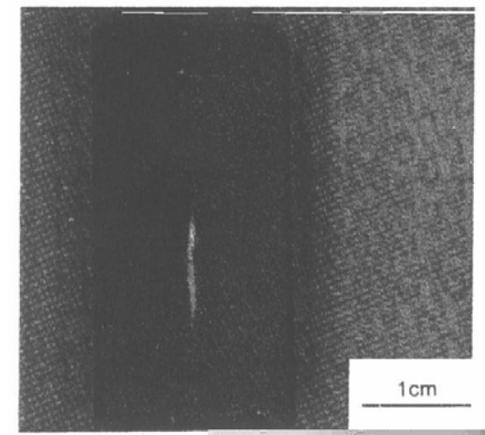


Figure I. 3-1 : White spots dans une billette élaborée par refusion VAR (Yu, 1986)

On classe généralement les white spots en trois catégories (Jackman, 1999) qui sont fonction de leur composition et de leur morphologie. On suppose que les deux premiers types de white spots sont formés par des morceaux de métal appauvris en soluté, tombés dans le puits liquide VAR et piégés dans la zone pâteuse avant d'être dissous ou refondus dans le liquide, tandis que le dernier type de white spot serait la conséquence d'une diminution locale de la vitesse de solidification favorisant le grossissement des branches primaires dendritiques.

I. 3-1 Classification et description

a) Les white spots discrets

Sur la photographie d'une section attaquée, les white spots discrets ressemblent plus ou moins à des sphères, dont le diamètre peut être supérieur à 10 mm (Maurer, 1989). De plus, la figure I. 3-2 montre que leur interface avec la matrice est bien distincte (Jackman, 1994), d'où leur nom. A l'intérieur du défaut, la taille de grain est souvent plus grande que dans la matrice mais est dépendante du traitement thermomécanique subi par le lingot après la refusion. Cette taille de grain plus grande est due à la faible teneur en niobium dans le défaut qui conduit à une très faible précipitation ou à une absence complète de phase δ aux joints de grains pendant le traitement thermomécanique (Evans, 1989).

Les white spots discrets se trouve le plus souvent entre le centre et la moitié du rayon du lingot ou de la coupe transversale d'une billette. Dans le cas de l'alliage 718, ils sont appauvris en niobium et en moins grande proportion en titane et en aluminium. La composition chimique typique d'un white spot est donnée dans le tableau I. 3-1. L'appauvrissement en niobium dans le défaut est compris entre 0,75 et 3%. La teneur en carbone y est aussi plus faible comme le montre la densité réduite en carbures. De plus, du fait de l'appauvrissement en éléments durcissants, les températures de liquidus et solidus sont plus élevées que dans l'alliage standard (figure I. 3-3).

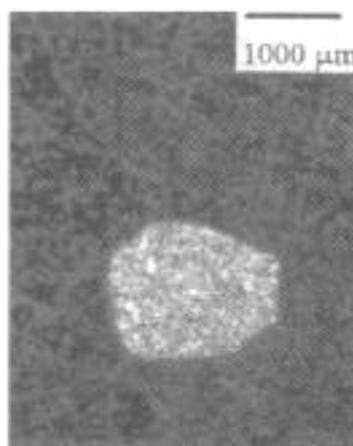


Figure I. 3-2: White spot discret dans la coupe d'une billette d'alliage 718 (Jackman, 1994)

Élément	Défaut (% massique)	Matrice de l'alliage (% massique)
Ni	55,70	54,97
Fe	19,21	17,75
Cr	17,71	17,50
Mo	3,20	3,18
Nb	2,96	5,10
Ti	0,62	0,81
Al	0,41	0,49

Table I. 3-1: Analyse chimique d'un white spot discret dans l'alliage 718 (Samuelsson, 1990)

Les white spots discrets sont parfois entourés d'agglomérats de particules d'oxyde, de nitrure, et/ou de carbonitride : dans ce cas, ils sont souvent appelés « dirty » white spots discrets et il est possible de les détecter par inspection ultrasonique pendant le processus de transformation en billette (Yu, 1989).

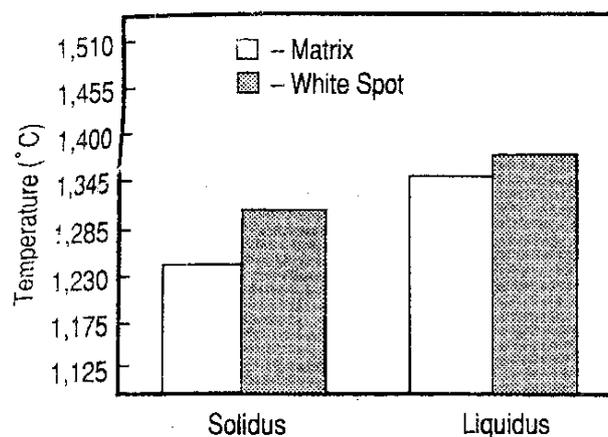


Figure I. 3-3: Températures de fusion et de solidification d'un white spot discret et de la matrice correspondante dans l'alliage 718, obtenues par analyse thermique différentielle (Samuelsson, 1990)

La faible teneur en éléments durcissants diminue évidemment la quantité de phase γ' à l'intérieur du défaut et supprime pratiquement la formation de carbures et de nitrures. De ce fait, la dureté du défaut est bien plus basse que celle de la matrice comme le montre la figure I. 3-4. De plus, lorsque des white spots discrets sont « propres » (ce qui signifie non associés à des inclusions), la limite d'élasticité et la résistance à la traction de l'alliage contenant le défaut sont plus basses mais la ductilité est beaucoup plus grande que celle de la matrice, contrairement aux « dirty » white spots discrets qui présentent une chute significative de ductilité (Jackman, 1994). La durée de vie sous fatigue cyclique est considérablement diminuée en présence de « dirty » discrete white spot à cause des agglomérats d'inclusions, sites initiateurs de fissures. Les white spot discrets « propres » n'ont pas un effet majeur sur la tenue en fatigue cyclique mais ils peuvent la faire diminuer s'ils ont une taille de grain supérieure à celle de la matrice (voir ci-dessous).

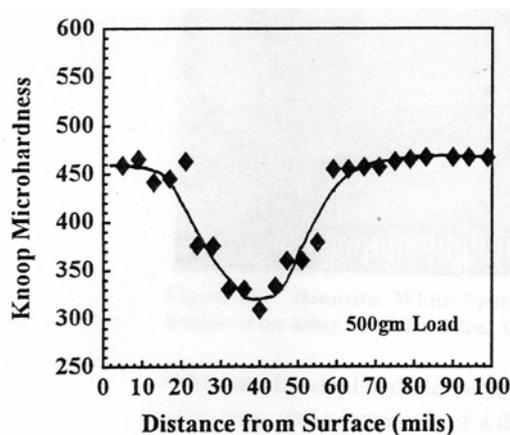


Figure I. 3-4 : Profil de microdureté d'un white spot discret (Jackman, 1994)

b) Les white spots dendritiques

Les white spots dendritiques ou diffus, visibles sur les figures I. 3-5 et I. 3-6, existent principalement dans l'alliage 718. Ils sont situés au niveau du centre de la section transversale des billettes et sont le plus souvent « clean ». Ils ressemblent à des grosses dendrites dont l'interface avec la matrice est diffuse et dont la longueur peut atteindre plusieurs centimètres (Jackman, 1994). Ils sont typiquement appauvris en Nb et en autres éléments d'alliage de quelques dixièmes de pourcents (figure I. 3-7) selon certains auteurs (Jackman, 1994) alors que d'autres chercheurs (Samuelsson, 1990) affirment que la teneur en Nb d'un tel défaut n'est que de 2,3% au lieu de 5,3% dans la composition nominale de l'alliage.

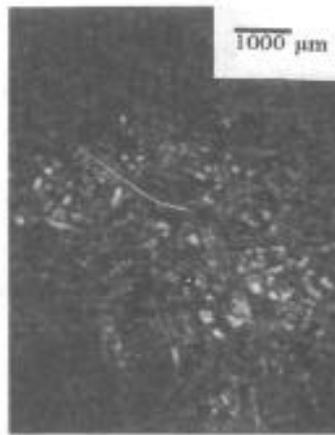


Figure I. 3-5 : White spot dendritique présent dans la coupe d'une billette d'alliage 718 (Jackman et al., 1994)

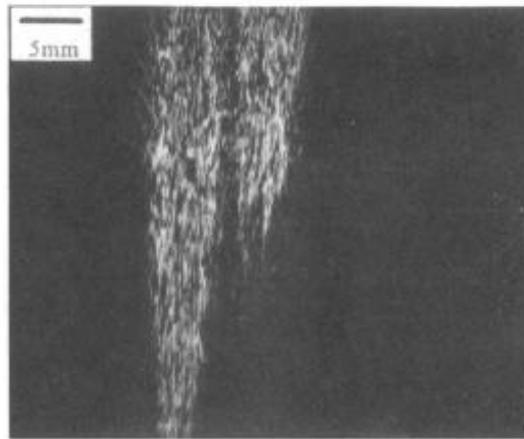


Figure I. 3-6 : Groupe de deux white spots dendritiques présents dans la coupe d'une billette d'alliage 718 (Jackman et al., 1994)

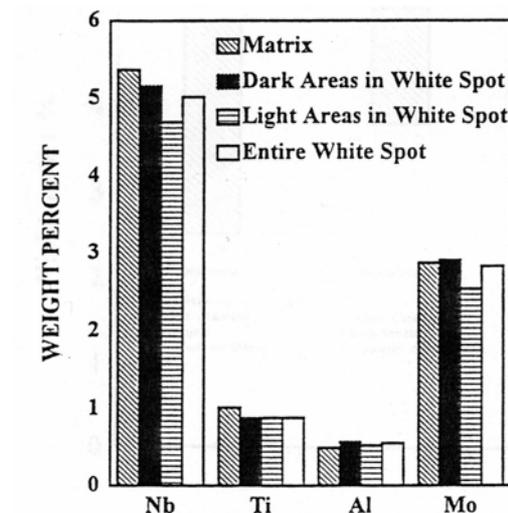


Figure I. 3-7 : Analyse chimique (EDX) d'un white spot discret dans l'alliage 718 (Jackman, 1994)

Le profil de dureté à travers ces défauts, en cohérence avec la morphologie dendritique, est une alternance de valeurs hautes et faibles. La résistance à la traction et la ductilité de l'alliage contenant des défauts sont faiblement affectées par la présence du white spot dendritique. La tenue en fatigue cyclique n'est pas diminuée si le white spot dendritique est « propre » du fait que sa composition diffère très peu de celle de la matrice et qu'il ne contient pas d'inclusions.

c) Les white spots de solidification

Les white spots de solidification, appelés aussi « light etching areas », « mini white spots » ou « ring white spots » en anglais, ont une forme longiligne (ils sont longs de quelques millimètres et larges de 0,1 mm environ) et sont associés au « ring pattern » (figure I. 3-8). Ils peuvent aussi avoir la forme d'un crochet dont la face concave est toujours tournée vers le centre, d'un cercle plein ou bien d'un donut (Maurer, 1992). L'interface entre ces défauts et la matrice est plutôt diffuse que distincte (Jackman, 1994). Les white spots de solidification sont toujours situés entre le bord et la moitié du rayon du lingot, et plus fréquemment à sa base.

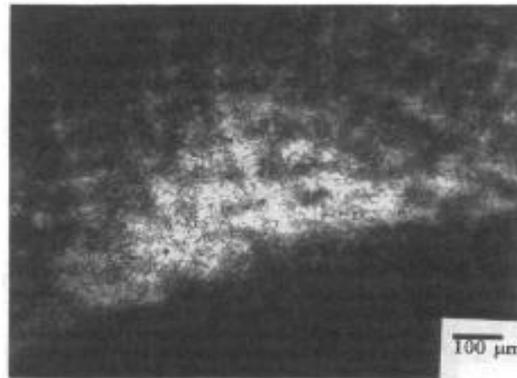


Figure I. 3-8 : White spot de solidification sur la coupe d'une billette d'alliage 718 (Jackman, 1994)

La composition chimique de ces défauts est proche de celle de l'alliage, comme le montre la figure I. 3-9. En effet, la teneur en niobium d'un white spot de solidification pour l'alliage 718 refondu à l'arc sous vide respecte le plus souvent le cahier des charges. D'autre part, les white spots de solidification ne sont pas associés à des inclusions non métalliques, si bien qu'ils ont très peu d'effet sur la limite d'élasticité, la résistance à la traction et sur la durée de vie sous fatigue cyclique du produit.

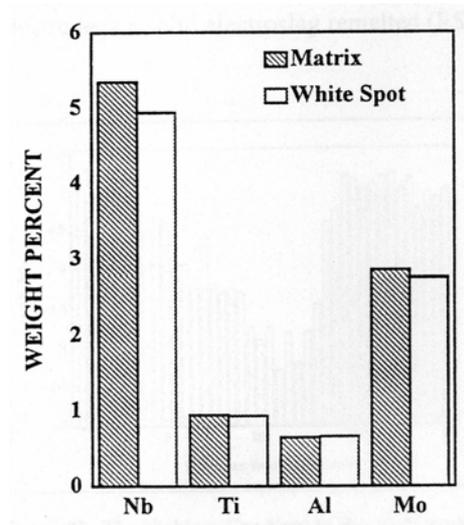


Figure I. 3-9 : Analyse d'un white spot après forgeage de l'alliage 718 (EDS) (Jackman, 1994)

1. 3-2 Mécanismes de formation

Dans le but de minimiser l'apparition des white spots, il est nécessaire de déterminer leurs mécanismes de formation. Comme nous l'avons mentionné auparavant dans ce chapitre, les white spots discrets et dendritiques sont supposés provenir de la chute de matériaux solides dans le puits liquide, ceux-ci atteignant la zone pâteuse en cours de solidification sans être complètement fondus ou dissous (Mitchell, 1985; Wadier, 1985). En effet, si ce morceau de métal solide (on l'appellera désormais précurseur de white spot dans ce manuscrit) est appauvri en éléments d'alliage, sa température de fusion est plus élevée que celle de l'alliage de base. Cet état de fait peut empêcher la fusion complète de ce précurseur et conduire à sa « survie » au fond du puits. Les white spots de solidification, quant à eux, seraient formés par des perturbations thermiques qui peuvent avoir lieu au niveau du front de solidification (Maurer, 1992).

Les caractéristiques des différentes catégories de white spots (emplacement dans le lingot, composition chimique, structure de solidification et propreté) que nous avons décrites dans le précédent paragraphe sont des indications importantes pour déterminer les mécanismes qui sont à l'origine de leur formation.

a) Les white spots discrets

Dans la littérature, on suppose que les white spots discrets seraient les « restes » de différentes sortes de précurseurs n'ayant pas été dissous ou refondus : parties de la collerette, de la « shelf » ou du bourrelet de l'électrode (figure I. 3-10).

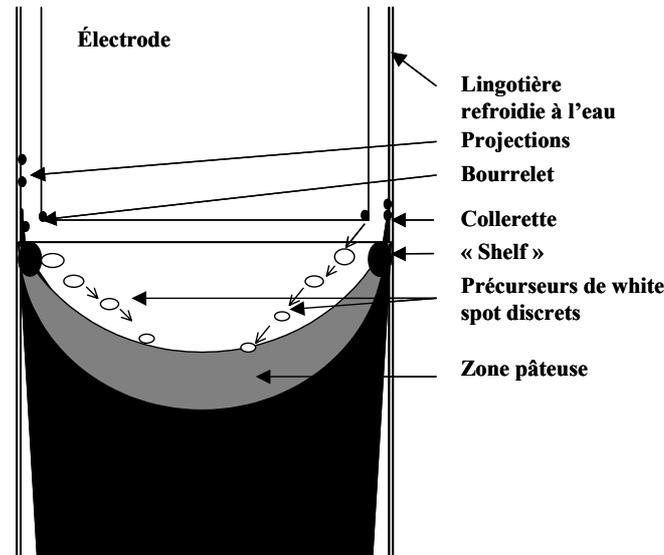


Figure I. 3-10 : Origines possibles des précurseurs de white spots discrets dans un four VAR

Le matériau de la collerette est supposé être formé par la condensation de matériaux volatils et de dépôts provenant d'éclaboussures des « drip shorts » ou des bulles de gaz. D'après la littérature, certaines gouttelettes sphériques provenant des éclaboussures seraient appauvries en éléments d'alliage (Mitchell, 1985), alors que la composition moyenne des projections serait celle de l'alliage (Damkroger, 1994). Enfin, certains auteurs affirment que la collerette pourrait être formée par des vagues ou des perturbations à la surface du bain liquide (Zhang, 2000).

Dans la collerette et dans les white spots discrets, les teneurs en manganèse et en cuivre volatils sont similaires, et plus grandes que celles mesurées dans la matrice de l'alliage (cf. tableau I. 3-2). Ceci montre que la chute de morceaux de la collerette est un mécanisme possible de formation des white spots discrets (Mitchell, 1985). Cette hypothèse est accréditée par l'observation de trous dans la collerette (figure I. 3-11), qui permet de supposer que certaines parties de la collerette se détachent (Samuelsson, 1990). De plus, certains des white spots discrets que l'on peut trouver dans les billettes, possèdent une forme rappelant la

courbure de la collerette (Mitchell, 1985). Des parties de la collerette peuvent être découpées par l'arc lorsqu'il est instable (Yu, 1989) ou bien détachés mécaniquement par le métal liquide qui s'écoule dans le bain (Jackman, 1994).

Zone	Mn (% massique)	Cu (% massique)
Collerette	0,11	0,08
white spot discret	0,10	0,08
Matrice de l'alliage	0,06	0,04

Table I. 3-2: Teneurs en manganèse et en cuivre dans la collerette, le défaut et la matrice dans le cas de l'alliage 718 (Mitchell, 1985)

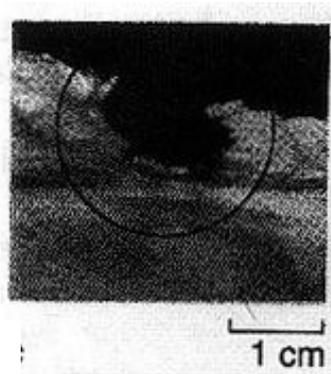


Figure I. 3-11: Trou observé au niveau de la collerette (Samuelsson, 1990)

La « shelf » est formée par la solidification du métal provenant du bain liquide dans un très fort gradient thermique au voisinage de la lingotière de cuivre refroidie à l'eau (Mitchell, 1985). Ce fort gradient favorise la formation d'une interface plane de solidification et un très petit espacement interdendritique. Certaines parties de la « shelf » peuvent être appauvries en éléments d'alliage (figure III. 3-12) : en effet, le soluté est d'autant plus rejeté devant les dendrites primaires que du métal liquide « frais » (non enrichi en éléments d'alliage) est continuellement apporté devant le front de solidification sur le bord du puits (Zanner, 1989).

Zanner et al. (Zanner, 1989) ont montré que, pour des valeurs intermédiaires de la pression du gaz, de la distance interélectrode, et du courant de fusion, la « shelf » peut se développer pendant la croissance des lingots VAR car le plasma d'arc est concentré au niveau de l'axe. Pour des pressions et des distances interélectrodes plus grandes, l'arc est constrié et le puits liquide devient asymétrique, si bien qu'une « shelf » épaisse de 50 à 100 mm peut se former d'un côté du lingot. La formation de la « shelf » est aussi tributaire du coefficient de remplissage (diamètre de l'électrode/diamètre de lingot) : si le coefficient de remplissage est petit, l'espace entre l'électrode et le moule est grand si bien que peu de chaleur est apporté par l'arc sur le bord du lingot et la formation de la « shelf » est alors favorisée. La relation entre le coefficient de remplissage, i.e. la croissance de la « shelf », et l'apparition de « dirty » white spots discrets a été clairement établie : le nombre de défauts est considérablement réduit quand le coefficient de remplissage est grand (Takachio, 1996).

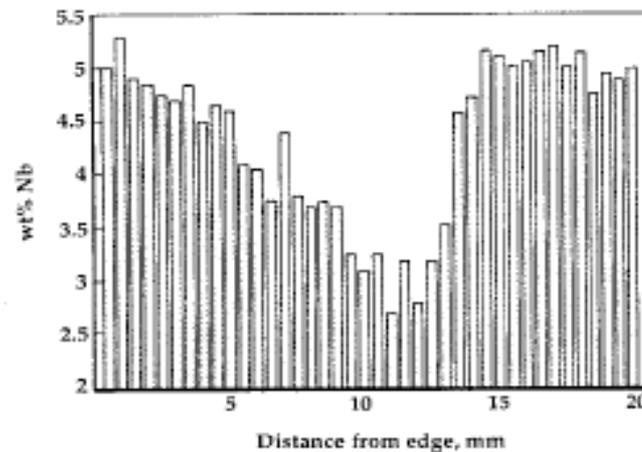


Figure I. 3-12: Teneur en niobium au niveau de la « shelf » dans un lingot d'alliage 718 refondu à l'arc sous vide (VAR) (Jackman, 1994)

Comme on peut le voir sur la figure I. 3-13, la collerette avec ses fissures et ses trous est un substrat instable pour la « shelf » (Damkroger, 1994) et une source potentielle de décohésion mécanique. L'instabilité de l'arc et/ou le mouvement du métal liquide peuvent aider à détacher des pièces de la « shelf ». L'arc peut simplement couper des morceaux de la « shelf » ou bien dans le pire des cas, il peut devenir constrié (opposé à l'arc diffus souhaité) et rendre un puits liquide asymétrique (originellement symétrique) : ceci rend la « shelf » instable et aide à sa décohésion d'un côté du lingot tandis que de l'autre sa formation est favorisée

(Zanner, 1989). Damkroger rapporte que les petits vortex localisés juste sous la « shelf » pourraient aider à la couper, provoquant la chute de gros morceaux dans le bain liquide.

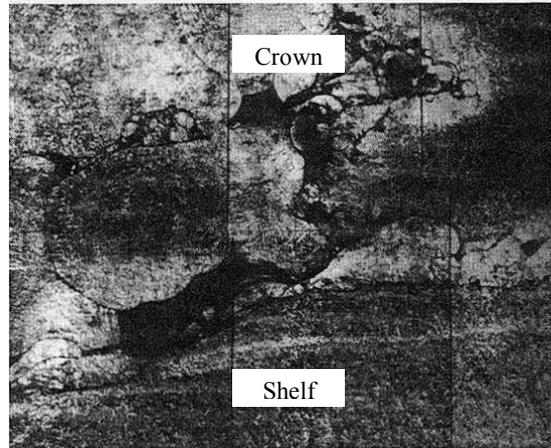


Figure I. 3-13 : « Restes » de la collerette accolée à la « shelf » montrant une source potentielle de décohésion mécanique (Damkroger et al., 1994)

En théorie, il devrait y avoir une abondance d'inclusions dans la collerette et la « shelf » du fait du mouvement de convection naturelle dans le bain liquide. Le mouvement radial centrifuge du bain devrait en effet pousser les inclusions vers la lingotière, où elles précipiteraient pendant le refroidissement et elles seraient donc présentes dans la collerette et la « shelf » (Takachio, 1996). Ceci montre que les white spots discrets formés à partir de pièces de métal provenant de la collerette ou de la « shelf » doivent être « dirty » dans la majorité des cas.

Le bourrelet de l'électrode est un petit dépôt de métal qui se forme tout autour de son extrémité et qui peut être constitué par des fragments de dendrites éjectées de son centre (Maurer, 1989) ou formé par une solidification à interface plane dans un gradient thermique très élevé de la même manière que la « shelf » (Jackman, 1994). Des morceaux du bourrelet appauvris en éléments d'alliage peuvent être « coupés » pendant la fusion et tomber dans le bain liquide. En outre, les fissures et les trous, observés figure I. 3-14, peuvent favoriser le détachement de parties du bourrelet. En effet, les analyses EDX ont montré que la teneur en niobium est d'environ 3,9%. Ceci confirme l'hypothèse que la chute de parties du bourrelet peut provoquer la formation de white spots (Samuelsson, 1990).

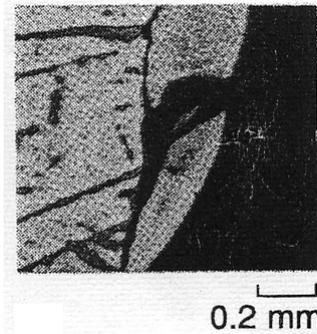


Figure I. 3-14: Fissures et trous au niveau du bourrelet de l'électrode (Samuelsson, 1990)

b) Les white spots dendritiques

La chute dans le bain liquide de dendrites provenant de l'électrode est le mécanisme le plus largement admis dans la littérature afin d'expliquer la formation des white spots dendritiques.

Afin de confirmer cette hypothèse, Wadier et al. (Wadier, 1985) ont mis au point une expérience afin de déterminer les modifications structurales qui pourraient avoir lieu à l'intérieur de l'électrode et à sa surface sous l'influence de l'arc et par là même former des précurseurs de white spots dendritiques. Ils ont utilisé une électrode rotative comme système modèle. Dans l'expérience, décrite schématiquement dans la figure I. 3-15, l'arc électrique qui chauffe et fond l'extrémité de l'électrode rotative se déplace latéralement d'un côté vers l'autre pour former un front de fusion régulier. Le métal liquide est expulsé à la périphérie sous forme de gouttelettes qui se solidifient en vol dans la chambre d'atomisation.

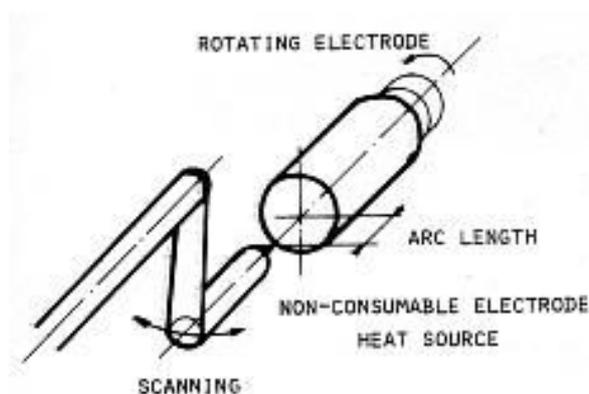


Figure I. 3-15 : Schéma de l'expérience de l'électrode rotative (Wadier et al., 1985)

Après avoir examiné la surfaces de plusieurs électrodes fondues dans des conditions différentes, les auteurs ont conclu que les zones appauvries en éléments d'alliage sont formées

à l'extrémité de l'électrode lorsque la fusion est irrégulière, lorsque la longueur d'arc est grande ou que la fréquence de balayage est basse, ceci favorisant des séquences multiples de fusion/solidification.

Les conditions de fusion dans le procédé VAR sont telles que des configurations similaires à celles de cette expérience peuvent se produire soit du fait de la longueur d'arc, de l'hétérogénéité de l'électrode ou à cause d'incidents sur le système de régulation. Dans ce cas, les précurseurs de white spots dendritiques seraient des squelettes de dendrites, provenant de métal resolidifié, qui coalescent avec les gouttelettes formées à l'extrémité de l'électrode.

La relation entre l'apparition des white spots et la structure de l'électrode accrédite cette hypothèse. Comme nous l'avons dit auparavant, les électrodes VAR sont souvent élaborées par fusion par induction sous vide (VIM) et elles présentent une retassure importante au centre (canal), avec des « ponts » irréguliers entre chaque côté. Les « ponts » et l'intérieur de la retassure sont bordés de dendrites autour desquelles le liquide interdendritique a été drainé pendant la solidification (Mitchell, 1985). La retassure conduit à une moins grande stabilité de l'arc et à une fusion irrégulière. De plus, il a été observé que la probabilité moyenne de trouver des white spots est diminuée si un lingot VAR ou ESR est utilisé comme électrode consommable pour le procédé VAR (comme dans la séquence triple de fusion).

c) Les white spots de solidification

Généralement, on admet que ces défauts proviennent d'une diminution locale (ou même d'un arrêt) de la vitesse de solidification (Samuelsson, 1990). Cette diminution est provoquée par des fluctuations thermiques au-dessus du front de solidification. Une vitesse plus faible ou un arrêt de la solidification peuvent favoriser le grossissement des branches primaires dendritiques, comme le montre la figure I. 3-16. Ceci peut favoriser le transport d'une partie du liquide interdendritique, et par conséquent conduire à une certaine ségrégation à l'échelle mésoscopique (~ 0,1 mm – 1 mm). Ce mécanisme explique que l'interface soit diffuse le long de certaines parties du white spot (Jackman, 1994). D'autre part, un tel mécanisme est cohérent avec les observations réalisées montrant que les white spots de solidification sont fréquemment associés avec les « tree rings ». On suppose en effet que ces derniers proviennent aussi de modifications de la vitesse de solidification.

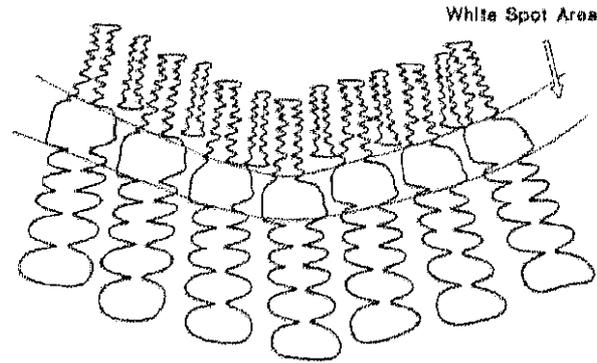


Figure I. 3-16 : Grossissement de la structure dendritique dû à une interruption ou à un ralentissement de la vitesse de solidification (Maurer, 1992)

Les fluctuations thermiques peuvent avoir plusieurs causes : des instabilités du transfert de chaleur, du chemin emprunté par le courant électrique, ou des perturbations externes provoquées par des particules qui agissent comme des micro-agents refroidissants. Ces particules pourraient être des éclaboussures déposées sur l'électrode ou la lingotière (Samuelsson, 1990) : une gouttelette solidifiée rebondit contre la lingotière et tombe dans le puits peu profond. Dans un premier temps, ceci provoque localement au niveau de l'interface de solidification une diminution de la température et donc une augmentation locale de la vitesse de solidification (espacement interdendritique plus petit), puis, dans un deuxième temps après la fin de la perturbation, une chute locale de la vitesse.

Damkroger et al. (Damkroger, 1994) ont montré que des perturbations suffisamment longues sont requises pour vaincre l'inertie thermique du bain. Aussi les bains liquides peu profonds sont-ils plus sensibles aux perturbations thermiques : ceci expliquerait le fait que les white spots de solidification sont situés le plus souvent au bas des lingots, là où le puits liquide est très peu profond. De plus, la refusion de plusieurs électrodes selon une même séquence de fusion réalisée par Bertram et al. (Bertram, 1999) a démontré que les white spots de solidification ont également la possibilité d'être générés par le seul fait d'une vitesse de fusion suffisamment faible et ceci sans nécessité qu'il y ait de modifications rapides de la valeur de la vitesse de fusion.

I. 3-3 Modélisation mathématique des mécanismes de formation des white spots discrets et dendritiques

Afin de comprendre – et d’essayer de prévenir – la formation de white spots, les chercheurs ont d’abord entrepris des études de caractérisation de ces défauts. Ensuite, des modèles simulant le comportement de précurseurs de white spots discrets et dendritiques dans le puits liquide VAR ont été développés avec deux objectifs principaux:

valider les mécanismes supposés de leur formation,

déterminer précisément les paramètres opératoires de fusion susceptibles d’empêcher l’apparition de ces défauts.

Le contenu de ces modèles était évidemment dépendant des progrès réalisés dans le domaine de la simulation numérique du procédé VAR. De ce fait, le premier modèle développé il y a 20 ans était plutôt simple (Erdeljac, 1985). On y considère le processus de fusion de précurseurs sphériques et solides, complètement immergés dans un bain liquide d’alliage 718, où la température et la vitesse sont supposées constantes. Le transfert de masse est supposé négligeable du fait du court temps de séjour des particules dans le bain surchauffé, avant qu’elles n’atteignent le front de solidification. Le transfert de chaleur entre la sphère et le métal liquide est décrit par l’intermédiaire d’un coefficient de transfert de chaleur dérivé de corrélations établies en écoulement laminaire ou turbulent (Eckert, 1950 ; Whitacker, 1972), en utilisant une méthode de différences finies explicite. Le modèle calcule la durée totale de la fusion de la particule dans le puits liquide. Ensuite, en comparant celle-ci avec le temps de séjour de la particule, calculée à partir de la vitesse de remplissage et de la hauteur supposée du puits, les auteurs déterminent si la particule fondra ou non avant d’être piégée par la zone pâteuse.

Les résultats du modèle ont montré que la taille initiale et la vitesse relative de la particule, ainsi que la température du puits ont une influence sur la durée de sa fusion alors que sa température initiale semble avoir peu d’effet. D’après l’estimation des températures (Ballantyne, 1978) et des vitesses (Zanner, 1981) dans le puits liquide VAR, Erdeljac et al. ont conclu que des white spots peuvent être formés lorsque la surchauffe du puits est faible. En effet, quelque soit la taille des particules, la température de fusion des précurseurs est plus élevée que celle de l’alliage de base à cause de leur appauvrissement en éléments d’alliage.

Ensuite, un macromodèle du procédé VAR en régime transitoire (Lee, 1996) a été adapté (Zhang, 1999 ; Zhang, 2000) : il inclue le mouvement d'une particule sphérique dense (précurseur de white spot discret), ainsi que sa fusion et/ou sa dissolution potentielle dans un puits liquide VAR. Ainsi, trois équations permettent de décrire le mouvement de la particule, le transfert de chaleur et de masse à l'intérieur de la particule et dans le métal liquide qui l'entoure. Afin de prendre en compte les formes non-sphériques de particules (petites plaques, disques), un facteur correctif (Heywood, 1962) de la force de traînée est introduit. Dans tous les cas, le transfert de chaleur et de masse est résolu par une méthode de discrétisation par volume finis explicite dans une géométrie à une dimension. Le précurseur est supposé piégé dans la zone pâteuse une fois qu'il a atteint une région où la fraction solide est plus grande que 0,01. Cependant, l'évolution des conditions aux limites des équations de transport de chaleur et de masse en fonction de la position de la particule n'est pas clairement expliquée, de même que la prédominance relative du transfert de chaleur ou de masse sur le comportement du précurseur n'est pas discutée.

Ce modèle prédit la taille minimum des précurseurs susceptibles de survivre à un séjour dans le puits liquide en fonction de leur position (hauteur de chute et position radiale), température et forme initiales. Dans les résultats présentés, les particules solides ont une composition identique à l'alliage 718. Ainsi, l'augmentation des températures de solidus et de liquidus ne sont pas prises en compte. Contrairement à ceux d'Erdeljac, ces résultats montrent que la température initiale a une influence sur la cinétique de fusion/dissolution de la particule, quelque soit sa position initiale. En outre, les auteurs affirment que la collerette serait la source la plus probable de précurseurs conduisant à la formation de white spots. En revanche, la retassure à l'extrémité de l'électrode, ainsi que sa surface externe (burrelet) sont des positions initiales ne permettant pas la formation de défaut, i.e. que les particules qui tombent de ces zones disparaissent avant d'atteindre la zone pâteuse.

Plus récemment, le même groupe de recherche (Zhang, 2002) a développé un modèle dont le but est de décrire le comportement de « clusters » de dendrites, tombés dans le puits liquide VAR, qui pourraient conduire à la formation de white spots dendritiques. Un facteur correctif du coefficient de traînée (Mo, 1994) permet de prendre en compte la porosité de ces « clusters » de dendrites. Celui-ci dépend du diamètre du « cluster » supposé sphérique et de sa perméabilité. Le modèle de dissolution/fusion du « cluster » de dendrites, représenté sur la figure I 3-16, utilise deux échelles spatiales différentes : le transfert thermique est modélisé à l'échelle du « cluster » (géométrie sphérique) tandis que la diffusion de soluté est simulée à

l'échelle des branches individuelles des dendrites qui forment le « cluster » (géométrie cylindrique). Dès que le « cluster » entre dans le puits liquide, le métal liquide qui l'entoure est supposé emplir complètement les porosités. De plus, on présume que les températures des phases solide et liquide à l'intérieur du « cluster » sont identiques.

Les résultats indiquent que la « survie » de ces précurseurs et donc la formation potentielle de white spots dendritiques, est influencée par la porosité du « cluster », de sa teneur en niobium, de sa hauteur de chute et de sa température initiale avant de tomber. Parmi tous ces paramètres, ce sont la hauteur de chute et la porosité qui ont l'influence la plus importante sur l'évolution du « cluster » de dendrites.

Enfin, Patel et al. (Patel, 2004) ont proposé d'estimer de façon simple la durée de fusion de particules qui tombent dans le puits liquides en utilisant une relation simple ou un modèle analytique. Pour une particule dont le rayon est de 5 mm, la durée de la fusion t_m est estimée par la relation suivante:

$$t_m = \frac{(h^2 + R^2)^{1/2}}{v_p} \quad (\text{I. 1})$$

où h est la la profondeur au centre du puits, R le rayon du lingot et v_p la vitesse de la particule.

De même que Erdeljac et al. l'avaient déjà proposé, ils postulent que l'étude de la fusion d'un précurseur de white spot peut se limiter à la détermination du champ de température en régime transitoire à l'intérieur de la particule dont l'enveloppe extérieure est mobile. Une solution analytique est obtenue en utilisant une méthode enthalpique intégrale (Goodman, 1958), qui utilise une approximation polynomiale au quatrième degré pour la distribution de température dans la particule.

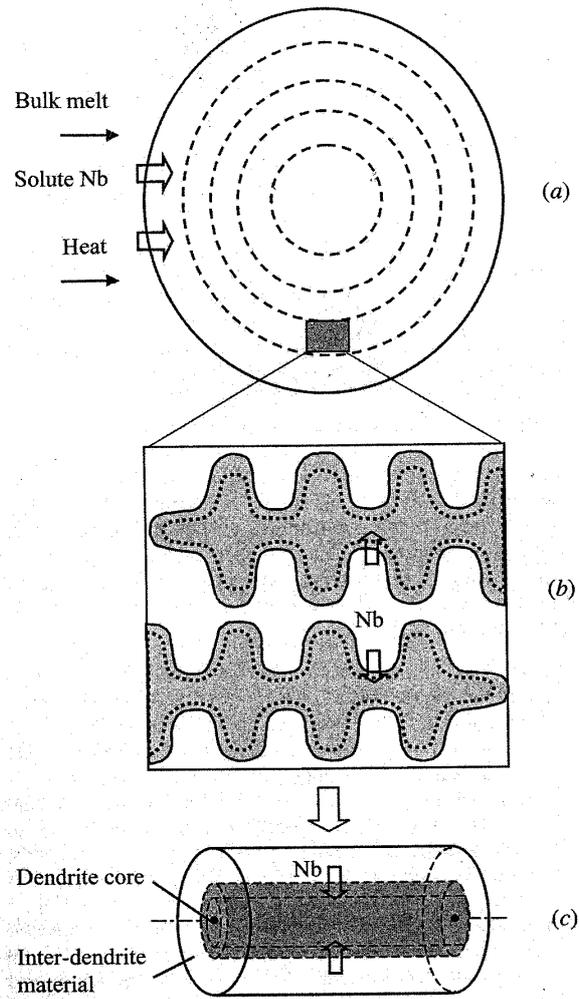


Figure I. 3-16: Représentation schématique du modèle de dissolution/fusion d'un « cluster » de dendrites (Zhang, 2002)

Chapitre II : Modélisation numérique de la refusion à l'arc sous vide de l'alliage 718

Depuis le début des années 80 (Jardy, 1984), un important travail de recherche a été entrepris au LSG2M dans le but de développer des modèles de plus en plus complets de l'opération de refusion VAR. En particulier, les travaux réalisés dans le cadre d'une thèse (Hans, 1995) ont conduit à la création du logiciel numérique SOLAR (SOlIdification d'un Lingot refondu à l'ARc). Ce dernier résout de façon couplée les équations de transfert de chaleur, de quantité de mouvement et de soluté en régime transitoire pendant la refusion d'un lingot cylindrique. Depuis sa première version, le logiciel a été continûment amélioré, et il peut être considéré aujourd'hui comme l'un des outils les plus performants mis à disposition des élaborateurs pour simuler ce procédé. Les Sandia National Laboratories aux Etats Unis (Bertram, 2002) et l'université de Birmingham conjointement avec l'Imperial College en Grande Bretagne (Xu, 1999 ; Ward, 2001) ont également développé des modèles performants du procédé VAR.

Le modèle mathématique du logiciel SOLAR tient compte des phénomènes suivants :

le transfert de chaleur dans le lingot secondaire au cours de la refusion et du refroidissement en lingotière,

l'écoulement du métal liquide, en régime laminaire ou turbulent, dans le puits liquide et la zone pâteuse,

l'influence des forces électromagnétiques induites par la circulation du courant électrique dans le lingot, et par un éventuel brassage électromagnétique créé par une bobine extérieure,

la ségrégation en éléments d'alliage, qui est liée au partage pendant la solidification ainsi qu'à la volatilisation au niveau de la surface libre du métal liquide.

II. 1- Améliorations apportées à SOLAR 3.0

Le modèle utilisé pour simuler la refusion VAR de l'alliage 718 dans le cadre de la présente étude est la version 3.0 du code SOLAR. Ce code de calcul avait été validé en comparant les prédictions du modèle et les observations expérimentales dans le cas de refusions d'alliages

de zirconium et de titane. Il s'est donc avéré nécessaire de réaliser certaines améliorations du logiciel afin de simuler avec précision et de façon fiable cette étape de l'élaboration des superalliages base nickel. La structure de SOLAR a déjà été présentée de façon détaillée (Hans, 1995). De ce fait, seules certaines caractéristiques du modèle, ayant donné lieu à des modifications dans le cadre de cette thèse, seront discutées ici.

II. 1-1 Le calcul de l'écoulement : le problème de la turbulence

Le régime de l'écoulement du métal liquide au sein du puits peut être turbulent. Dans SOLAR 3.0, cette turbulence est modélisée par un modèle k-ε simplifié, qui est probablement le plus classique des modèles hydrodynamiques dits RANS (Reynolds-Averaged Navier-Stokes).

Dans le modèle k-ε, la turbulence est prise en compte par l'intermédiaire des diffusivités (i.e. viscosité, conductivité thermique et coefficient de diffusion) turbulentes, déduites de l'énergie cinétique turbulente k et de sa vitesse de dissipation ε. k et ε sont elles-mêmes calculées par la résolution couplée des équations de transport en régime transitoire qui figurent ci-dessous :

$$\rho_f \frac{\partial k}{\partial t} + \rho_f \left(u_r \frac{\partial k}{\partial r} + u_z \frac{\partial k}{\partial z} \right) = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(\left(\mu_f + \frac{\mu_t}{\sigma_k} \right) r \frac{\partial k}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\left(\mu_f + \frac{\mu_t}{\sigma_k} \right) \frac{\partial k}{\partial z} \right) + P_k + G_k - \rho_f \varepsilon \quad (\text{II. 1})$$

1)

$$\rho_f \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} + \rho_f \left(u_r \frac{\partial \varepsilon}{\partial r} + u_z \frac{\partial \varepsilon}{\partial z} \right) = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(\left(\mu_f + \frac{\mu_t}{\sigma_\varepsilon} \right) r \frac{\partial \varepsilon}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\left(\mu_f + \frac{\mu_t}{\sigma_\varepsilon} \right) \frac{\partial \varepsilon}{\partial z} \right) + (c_1(P_k + c_3 G_k) - c_2 \rho_f \varepsilon) \frac{\varepsilon}{k} \quad (\text{II. 2})$$

où u_r et u_z sont les vitesses moyennes radiale et axiale de l'écoulement, c_1 , c_2 , c_3 , σ_k et σ_ε sont des constantes du modèle, μ_t est la viscosité turbulente et P_k un terme de création d'énergie cinétique turbulente générée par les phénomènes de cisaillement de l'écoulement moyen.

G_k est un terme de dissipation/création de la turbulence due à la fluctuation des forces de convection naturelle:

$$G_k = - \frac{\mu_t}{\sigma_T} g \beta_T \frac{\partial T}{\partial z} \quad (\text{II. 3})$$

où σ_T est le nombre de Prandtl turbulent, $\frac{\partial T}{\partial z}$ le gradient vertical de température, β_T le coefficient d'expansion thermique du fluide et g la gravité.

Dans la première version de SOLAR 3.0, le terme de dissipation n'était pas implémenté. Cependant, dans le cas de la refusion de l'alliage 718, contrairement à celui de la refusion de zirconium ou de titane, l'intensité de la production de turbulence par cisaillement est faible (voir ci-dessous). Aussi le terme dû à la convection naturelle devient-il très important et la turbulence surestimée s'il n'est pas pris en compte.

Lors de l'élaboration VAR des superalliages base nickel, aucun brassage électromagnétique externe n'est imposé. Des travaux récents (Jardy, 2004) ont montré que l'écoulement du métal, gouverné principalement par la convection naturelle, est alors très lent et que son régime est pratiquement laminaire puisque la création de turbulence par cisaillement de l'écoulement moyen est limitée. De ce fait, la modélisation de la turbulence a été supprimée pour simuler la refusion de l'alliage 718.

II. 1-2 Modifications des conditions limites

a) Surchauffe au sommet du lingot

Pendant la fusion de l'électrode et la croissance du lingot, les gouttelettes de métal liquide surchauffées qui tombent dans le puits, ainsi que l'échauffement direct par l'arc (rayonnement), apportent de l'énergie à la surface du bain liquide. Ces phénomènes sont modélisés dans le logiciel SOLAR 3.0 en fixant la valeur de la température au sommet du lingot. Le modèle suppose que la température T de la surface du puits est indépendante de la position radiale. Elle est calculée en fonction de la température de liquidus T_{liq} et de la surchauffe ΔT , elle-même reliée à l'intensité du courant et à la tension :

$$\text{pour } 0 \leq r \leq R_l, T = T_{liq} + \Delta T \quad (\text{II. 4})$$

$$\Delta T = \left(a + b \frac{VI}{S} \right) \quad (\text{II. 5})$$

où a et b sont des constantes, V est la tension, I l'intensité du courant de fusion et S la surface du lingot.

Dans les simulations réalisées antérieurement à notre étude, les valeurs typiques de a et b étaient respectivement de 0°C et $0.015^{\circ}\text{C}\cdot\text{m}^2/\text{kW}$, valeurs appropriées pour la plupart des refusions de zirconium et de titane.

Pour la refusion d'alliage 718, de telles valeurs conduisent à une très faible surchauffe au sommet du lingot (moins de 15°C), et donc à des puits liquides très peu profonds. Après de nombreux tests numériques, nous avons conclu qu'une surchauffe constante, indépendante des paramètres opératoires et de la taille du lingot, permet de mieux décrire l'évolution de la profondeur et du volume du puits liquide. Par conséquent, b est fixé à $0^{\circ}\text{C}\cdot\text{m}^2/\text{kW}$ et $\Delta T = a$ est un paramètre ajustable du modèle, à déterminer (voir § II. 2-2).

b) Densité de courant au sommet du lingot

La distribution de densité de courant au sommet du lingot dépend théoriquement du comportement magnétohydrodynamique du plasma qui constitue l'arc électrique. Le modèle suppose simplement que l'arc est diffus et que son comportement n'est pas dépendant de la position radiale en dessous de l'électrode (cathode).

Dans la précédente version de SOLAR 3.0, cette hypothèse était également appliquée dans la zone annulaire située entre le bord de la cathode et la lingotière. La densité de courant était donc constante sur tout le rayon:

$$J_{old} = \frac{I}{\pi R_l^2} \quad (\text{II. 6})$$

où I est l'intensité du courant de fusion et R_l le rayon du lingot.

Afin d'améliorer cette hypothèse grossière et de mieux prendre en compte l'influence du diamètre de l'électrode, nous proposons de modéliser la distribution de la densité de courant par le profil représenté sur la figure II. 1-1.

Le "nouveau" profil de densité de courant J_{new} dépend de la position radiale comme suit :

$$\begin{aligned} &\text{pour } 0 \leq r \leq R_{el}, J_{new} = J^* \\ &\text{pour } R_{el} \leq r \leq R_l, J_{new}(r) = J^* \frac{r - R_l}{R_{el} - R_l} \end{aligned} \quad (\text{II. 7})$$

La constante J^* est calculée à partir de l'intensité totale :

$$\int_0^R J_{new} \cdot 2\pi r dr = I \quad (\text{II. 8})$$

Après calculs, on obtient :

$$J^* = \frac{I}{\pi R_l^2} \frac{3}{1 + \frac{R_{el}}{R_l} + \frac{R_{el}^2}{R_l^2}} \quad (\text{II. 9})$$

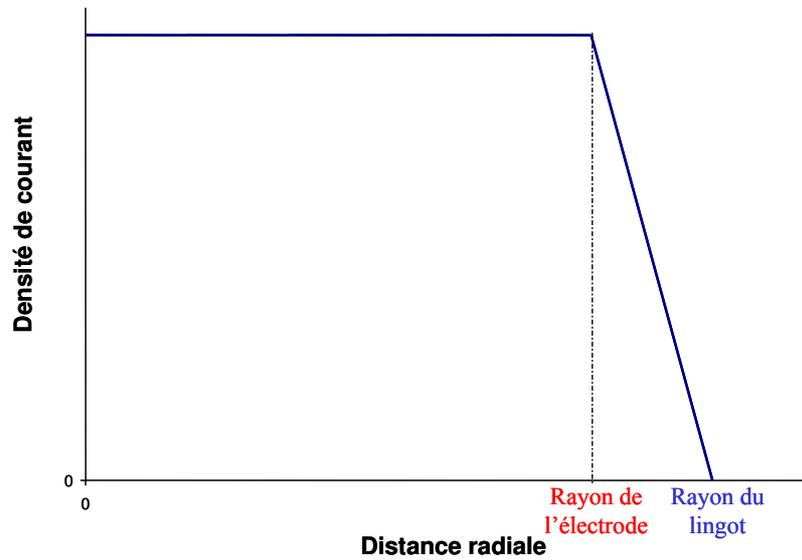


Figure II 1-1 : Profil de densité de courant imposé au sommet du lingot

c) Transfert thermique latéral

Pendant la refusion, le métal se rétracte en se refroidissant et un espace se forme entre le lingot et le moule. Pour les refusions de superalliages, il est courant d'injecter un gaz neutre (hélium) dans cet espace afin d'améliorer le refroidissement latéral. A partir de la démarche adoptée dans plusieurs modèles thermiques simplifiés du procédé VAR (Ballantyne, 1978 ; Jardy, 1984), le transfert de chaleur à l'interface lingot/lingotière est simulé par un coefficient de transfert thermique prenant en compte le rayonnement et la conduction de la chaleur au sein du gaz. SOLAR tient compte de la dépendance de la conductivité de l'hélium avec la température et la pression (Ballantyne, 1978) :

$$\lambda_{He} = \frac{P_{He}}{P_{He} + 1,02} \times \left(1,55 \cdot 10^{-1} + 2,72 \cdot 10^{-4} \times T^* \right) \quad (\text{II. 10})$$

où T^* est la température du gaz, P_{He} la pression du gaz (mm Hg) et λ_{He} sa conductivité (W/m/°C).

La température du gaz est estimée comme suit :

$$T^*(z) = \frac{T_l(z) + T_{\text{lingotière}}(z)}{2} \quad (\text{II. 11})$$

avec T_l la température de la surface latérale du lingot et $T_{\text{lingotière}}$ la température de la lingotière à la même hauteur de lingot z .

Comme le montre l'équation (II. 10), la conductivité du gaz et donc l'efficacité du refroidissement dépendent fortement de la pression effective dans l'espace de retrait. L'influence de ce paramètre opératoire est discutée au § II. 2-2.

II. 1-3 Résumé

Dans ce paragraphe, nous avons brièvement indiqué les modifications dans le calcul de l'écoulement du métal liquide et les conditions aux limites thermique et électrique qui ont permis d'améliorer le logiciel SOLAR 3.0 pour prédire le comportement d'un lingot d'alliage 718 pendant la refusion. A ce stade, il reste à déterminer la valeur de plusieurs paramètres, i.e. la surchauffe au sommet du lingot et la pression d'hélium dans la zone de retrait. Notons d'autre part que, parmi toutes les données d'entrée du modèle, les valeurs choisies pour les propriétés thermophysiques semblent avoir une grande influence sur les résultats numériques (voir annexe) comme Quested et al. (Quested, 1997) l'avaient suggéré.

II. 2- Simulation d'une fusion test et validation du modèle

II. 2-1 Présentation de la fusion de validation et détermination expérimentale de la profondeur du puits liquide

Une fusion test d'alliage 718 a été réalisée par Böhler afin de valider les prédictions du logiciel SOLAR et de déterminer les valeurs des paramètres d'entrée inconnus (surchauffe au sommet du lingot, pression d'hélium dans l'espace de retrait). Les paramètres géométriques de cette fusion, qui ne sont pas ceux d'une refusion standard de Böhler, sont les suivants :

diamètre de l'électrode : 300 mm

diamètre du lingot : 410 mm

hauteur initiale de l'électrode : 3398 mm

hauteur finale du lingot : 1819 mm

La séquence de fusion prévue (intensité du courant et vitesse de fusion en fonction du temps) est composée de 4 étapes, comme le montre la figure II. 2-1. Pendant les trois premières étapes, le courant et la vitesse de fusion augmentent, tandis qu'une diminution finale doit ramener ces paramètres à leurs valeurs initiales.

Afin de faciliter la validation du code, une technique classique a été employée pour marquer plusieurs profils de puits liquide successifs. Des trous ont été percés à différentes positions dans l'électrode et remplis de soufre. Sur la figure, les moments précis de la fusion des zones enrichies en soufre sont indiqués par la lettre « S ».

Au cours de la refusion réelle, cette consigne n'a pas pu être suivie exactement. Le courant et la vitesse de fusion ont donc été enregistrés pendant la fusion et ces enregistrements ont servi de données d'entrée pour les simulations par SOLAR.

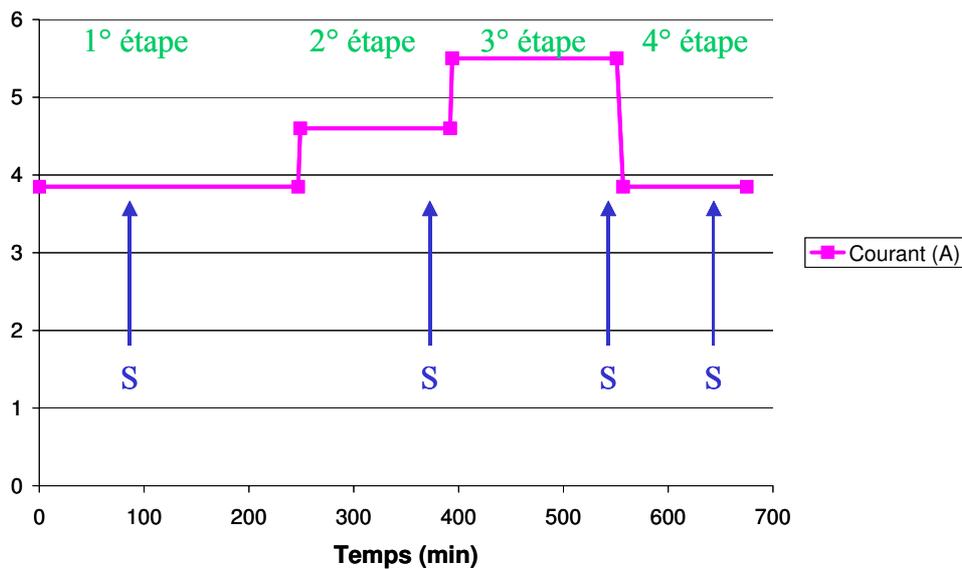


Figure II. 2-1 : Fusion test – Séquence de fusion prévue initialement

Le lingot était refroidi par injection d'hélium pendant toute la fusion test. La pression mesurée est restée sensiblement constante pendant toute la refusion, inférieure à 10 mbar. Par ailleurs, la localisation précise des points de mesure rend probable le fait que la pression réelle d'hélium dans l'espace de retrait ait été inférieure à la valeur enregistrée.

Pour comparer les prédictions du modèle aux résultats expérimentaux, le lingot refondu pendant la fusion test a été découpé et attaqué (réactif chimique: 400 ml « salt acid » 37% +

30 ml peroxyde d'hydrogène). Les discontinuités de microstructure, repérables sur la figure II. 2-2, permettent de marquer les profils des puits liquides.

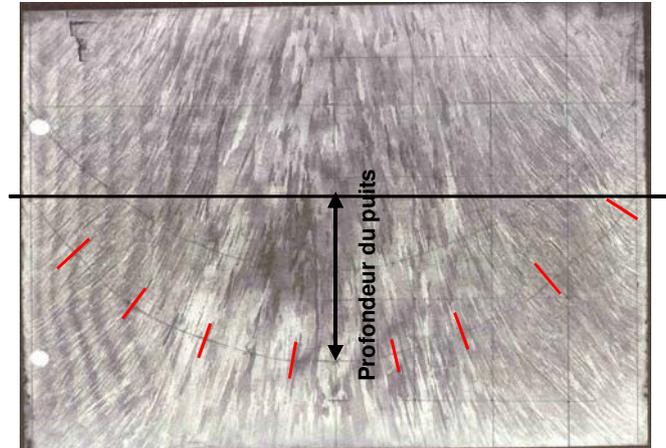


Figure II. 2-2 : Coupe longitudinale du lingot après attaque chimique – Détermination du profil du puits liquide

La détermination précise des profils de puits s'est avérée difficile près du bord du lingot (largeur de la zone: environ 6 mm). En effet, c'est à cet endroit que la « shelf » se solidifie pendant la refusion (cf. §III. 3-2). De ce fait, la profondeur de puits liquide retenue au centre du lingot correspond à la mesure de h (voir figure II. 2-3).

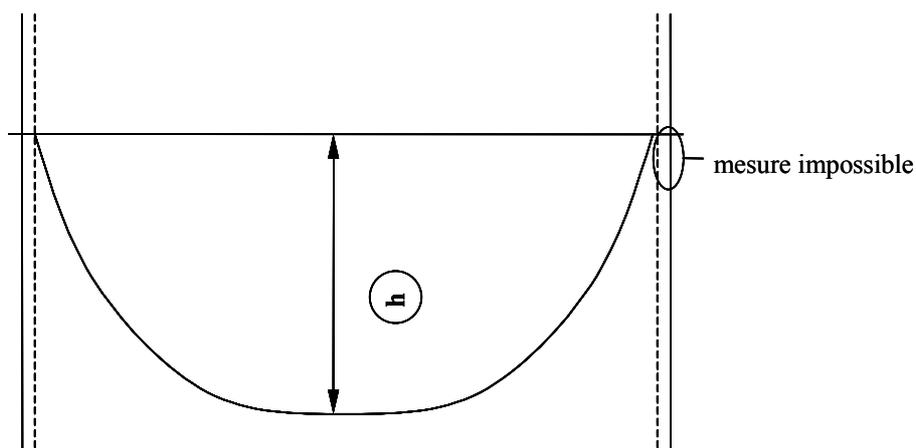


Figure II. 2-3 : Représentation schématique de la mesure de la profondeur du puits liquide au centre du lingot

II. 2-2 Détermination des paramètres d'entrée du modèle

Comme nous l'avons vu ci-dessus, certaines données d'entrée du modèle (la surchauffe au sommet du lingot et la pression d'hélium utilisée pour le refroidissement), qui peuvent avoir une influence sur les résultats des simulations, ne sont pas connues. Il s'avérerait donc nécessaire de déterminer les valeurs de ces paramètres qui conduisent à des résultats numériques proches de l'observation du lingot fondu.

a) Influence de la surchauffe au sommet du lingot

Nous avons ainsi déterminé l'influence de la surchauffe pour différentes valeurs de la pression d'hélium. Dans tous les cas, on constate que la valeur de la surchauffe n'a que peu d'influence sur les résultats du modèle. Pour une pression donnée, cette faible influence est mise en évidence dans la figure II. 2-4, qui représente l'évolution prédite de la profondeur du puits liquide au centre du lingot en fonction du temps. Dans toute la suite de ce chapitre (voir § II. 2-3) et de ce manuscrit, la profondeur prédite (i.e. la position du front de solidification) est assimilée à une valeur critique de la fraction liquide $g_l = 0,5$.

Dans le modèle, un bilan thermique global permet de calculer la puissance totale apportée au sommet du lingot. Cette dernière ne peut être supérieure à la puissance électrique efficace, ce qui fournit une limite à la valeur de la surchauffe. Par exemple, à la fin de la première étape de fusion, l'intensité du courant enregistrée est de 4.2 kA, d'où une puissance électrique égale à 98.7 kW. Si l'on impose comme donnée d'entrée une surchauffe de 170°C, la puissance apportée au sommet du lingot selon le modèle au même moment est de 99.2 kW. Cette valeur de la surchauffe est donc surestimée. De plus, les pertes électriques et le rayonnement de l'arc vers la lingotière devraient être responsables d'une diminution de la puissance apportée au sommet du lingot.

b) Influence de la pression d'hélium

L'étude numérique a montré que le refroidissement auxiliaire a un effet bien plus important que la surchauffe sur la profondeur de puits liquide (figure II. 2-5). Une pression élevée du gaz favorise évidemment une diminution de la profondeur du puits car le refroidissement du lingot est amélioré. Il faut remarquer que l'influence de la valeur exacte de la pression d'hélium est encore plus marquée aux faibles pressions. La relation entre pression et conductivité du gaz (équation (II. 10) et figure II. 2-6) explique simplement cet effet.

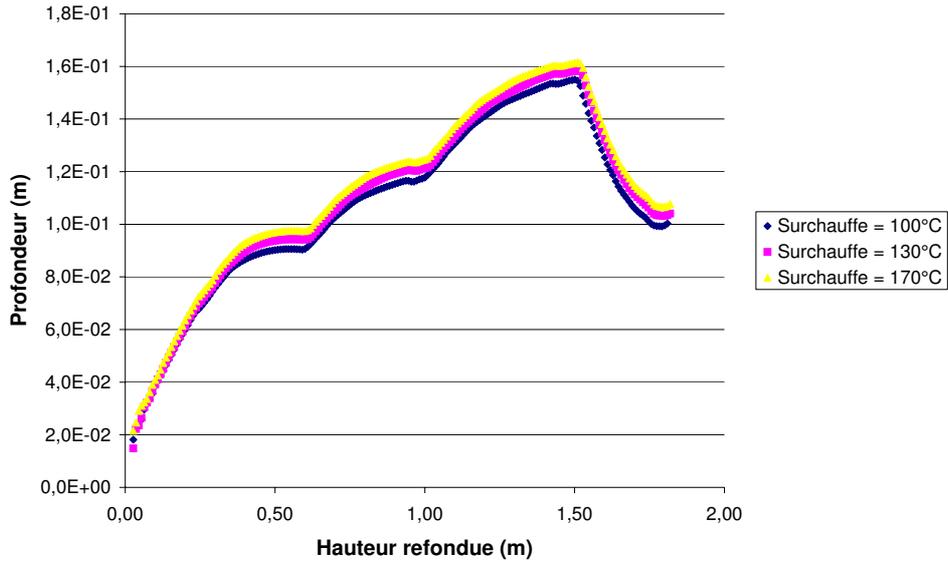


Figure II. 2-4 : Fusion test – Profondeur de puits au centre du lingot prédite par le modèle ($g_l = 0,5$) en fonction de la surchauffe au sommet du lingot (pression d'hélium = 2 mbar)

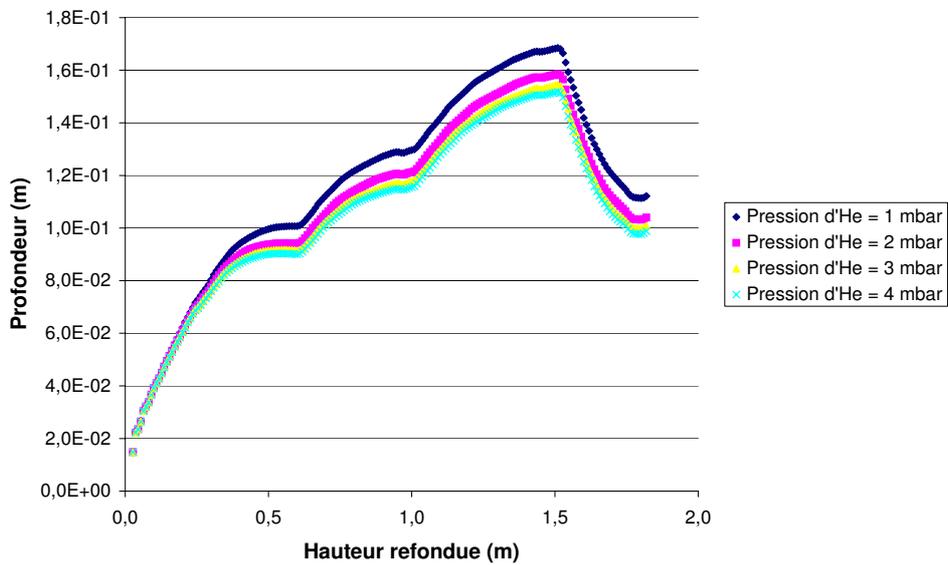


Figure II. 2-5 : Fusion test – Profondeur de puits au centre du lingot prédite par le modèle ($g_l = 0,5$) en fonction de la pression d'hélium (surchauffe au sommet = 130°C)

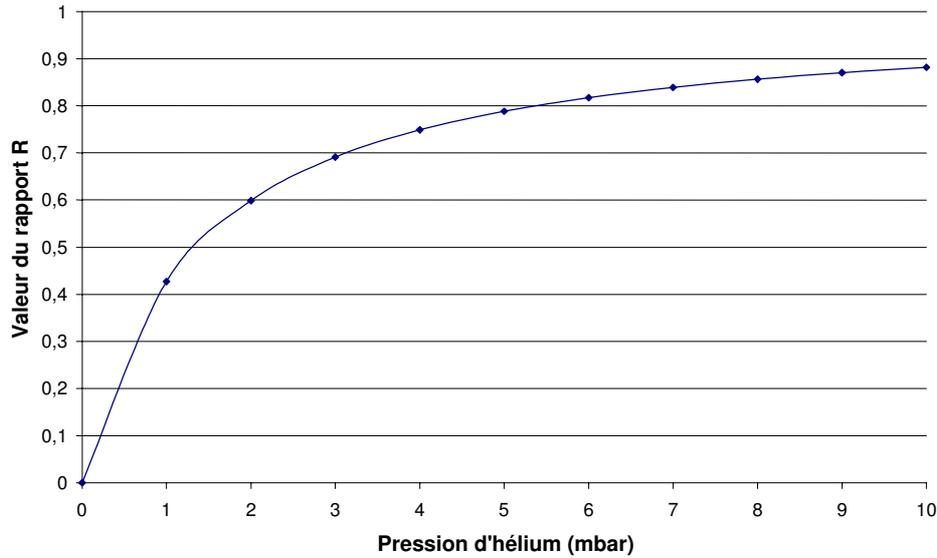


Figure II. 2-6 : Valeur du rapport $R = \frac{P_{He}}{P_{He} + 1,02}$ (cf. équation II. 10), avec P_{He} en mm Hg, en fonction de la pression d'hélium

c) Conclusion

L'étude de l'influence de la surchauffe au sommet du lingot et de la pression d'hélium a permis de conclure qu'une surchauffe de 130°C, indépendante du courant de fusion, et une pression du gaz égale à 2 mbar permettent d'obtenir des résultats numériques proches des résultats expérimentaux (voir le paragraphe suivant). Ces valeurs physiquement raisonnables seront par conséquent utilisées pour toutes les simulations reportées dans la suite de ce manuscrit.

II. 2-3 Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques

a) Evolution du puits liquide pendant la refusion

Tout d'abord, nous pouvons clairement affirmer que les améliorations réalisées dans SOLAR 3.0 et dans la précision des données d'entrée (en particulier des propriétés thermophysiques de l'alliage) ont permis de conclure à une validation générale du modèle. Comme le montre la figure II. 2-7, la profondeur de puits liquide au centre du lingot, prédite par le modèle, correspond bien aux mesures réalisées à partir de la microstructure. Notons qu'à la suite d'un travail récent (Jardy, 2004), il a été établi que les « profils de puits » calculés par le modèle

qui correspondent au meilleur accord général avec l'observation de microstructures sont les isovaleurs de la fraction liquide $gl = 0,5$.

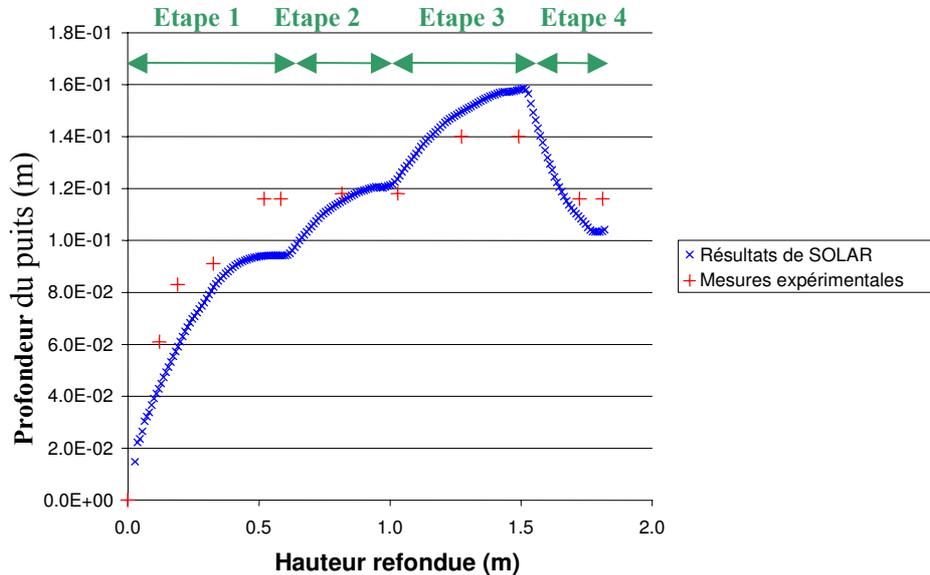


Figure II. 2-7 : Fusion test – Profondeur de puits au centre du lingot prédite par le modèle et mesures expérimentales

Au début de la fusion (régime transitoire), le modèle prédit une forme de puits liquide en U (figure II. 2-8), en accord avec les observations expérimentales. Ensuite, le puits prend plutôt la forme d'un V. Ceci confirme une fois de plus l'adéquation du modèle avec les mesures expérimentales, comme on peut le voir sur la figure II. 2-9. Pendant la totalité de la première étape, la profondeur de puits liquide est sous-estimée par le modèle. Néanmoins, il est surprenant de constater que les mesures expérimentales semblent indiquer que la profondeur du puits reste inchangée entre la fin de la première étape et la deuxième, alors même que la vitesse de fusion passe de 2,5 kg/min à 3 kg/min.

Pendant la deuxième étape, les prédictions du modèle concordent très bien avec les profils de puits liquides mesurés, comme le montre la figure II. 2-10.

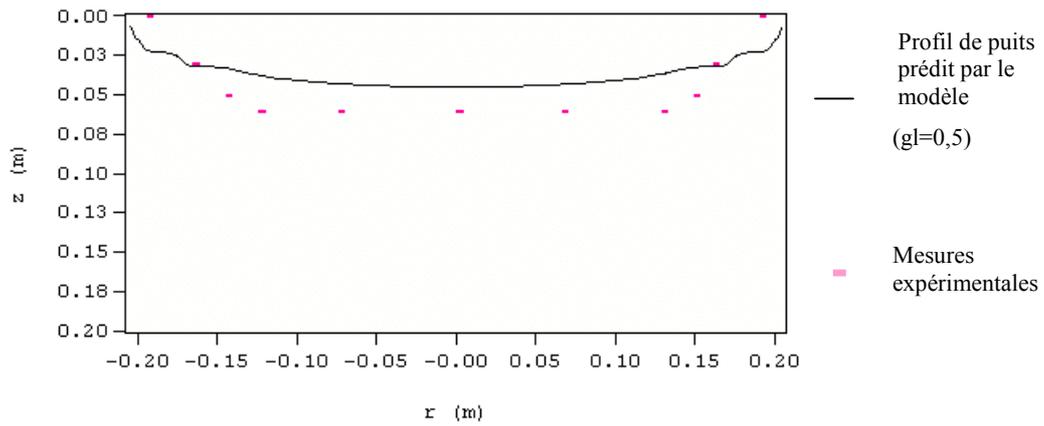


Figure II. 2-8 : Fusion test – Profil du puits liquide pour une hauteur refondue de 120 mm

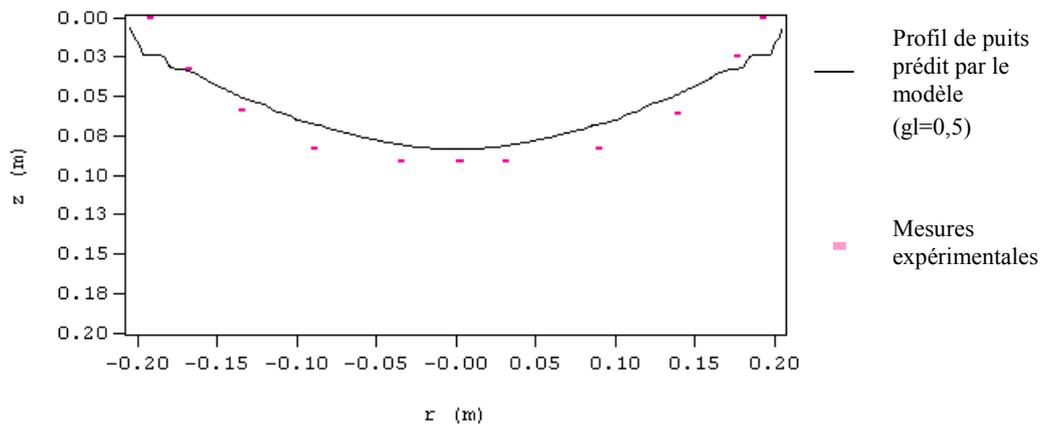


Figure II. 2-9 : Fusion test – Profil du puits liquide pour une hauteur refondue de 327 mm

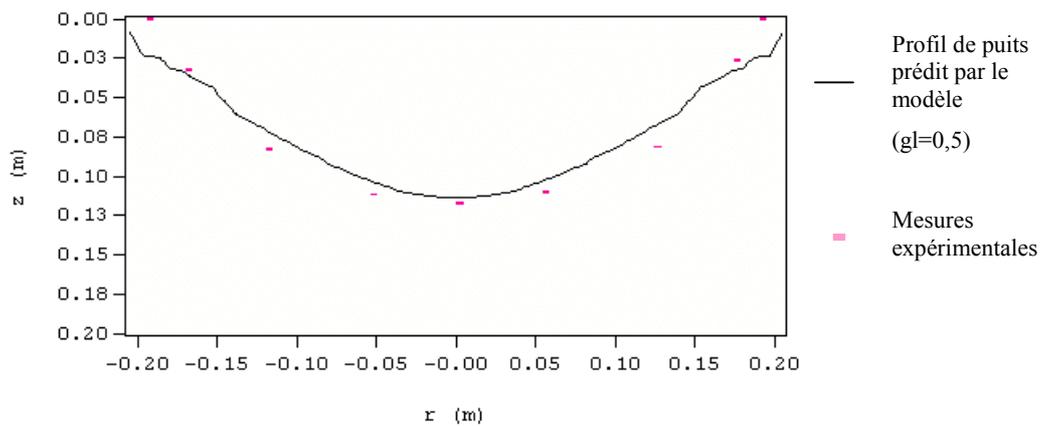


Figure II. 2-10: Fusion test – Profil du puits liquide pour une hauteur refondue de 817 mm

Lorsque la vitesse de fusion augmente, la forme du puits liquide prend de plus en plus la forme d'un V; cette tendance est bien prédite par le modèle (figure II. 2-11). Pendant cette étape de la fusion, le modèle surestime faiblement la profondeur du puits liquide si l'on compare les résultats prédits aux mesures expérimentales.

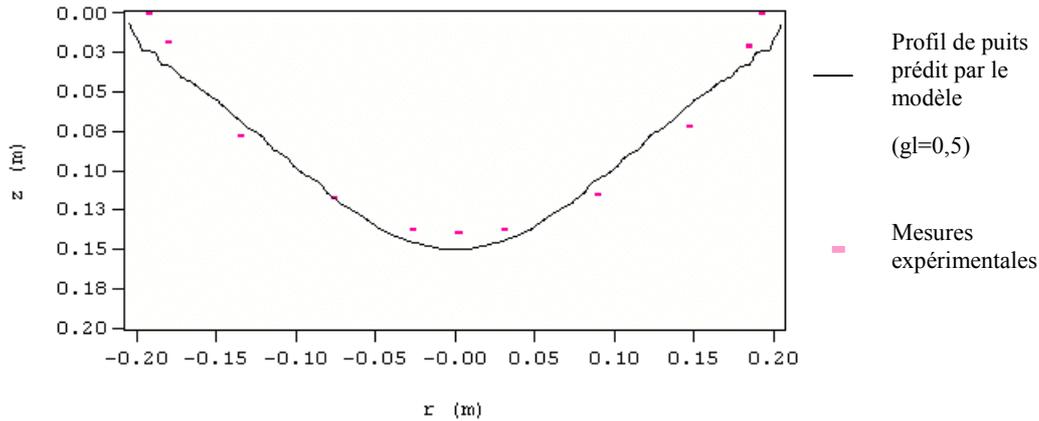


Figure II. 2-11 : Fusion test – Profil du puits liquide pour une hauteur refondue de 1273 mm

b) Teneur en soufre

Afin de déterminer les endroits où le soufre a marqué les puits dans le lingot refondu, nous avons utilisé la possibilité offerte par le logiciel SOLAR de calculer le transport de soluté dans le bain. On peut en effet simuler numériquement l'hétérogénéité de l'électrode, en ajoutant une petite quantité de soufre (5000 ppm dans une ligne du maillage, ce qui représente environ 50 g de soufre) à des endroits bien déterminés. Pour calculer le transport de soluté, nous avons supposé que le coefficient de partage du soufre dans l'alliage 718 était très faible (0,05) et que la diffusivité du soufre dans le métal liquide était égale à $5 \cdot 10^{-9}$ m²/s. Ces valeurs sont identiques à celles qui sont proposées dans le cas des aciers au carbone (Ueshima, 1986).

La comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux au centre du lingot (figure II. 2-12) montre que SOLAR prédit bien l'évolution de la concentration en soufre.

II. 2-4 Résumé

Comme la précédente version de SOLAR 3.0 n'avait été validée que pour des refusions de zirconium et de titane, les améliorations détaillées dans le paragraphe II. 1 s'avèrent nécessaires pour prédire de façon précise le comportement d'un lingot d'alliage 718 pendant la refusion VAR. Une fois ces modifications réalisées, la comparaison entre résultats

numériques et mesures expérimentales a montré que les prédictions de SOLAR sont satisfaisantes en termes d'évolution des profils de puits liquides et de concentration en soufre pendant la refusion.

Par ailleurs, une démarche similaire a permis de vérifier que les prédictions du modèle étaient également correctes dans le cas d'un lingot de plus grandes dimensions (diamètre 510 mm), également élaboré par Böhler. L'ensemble de cette démarche de validation nous permet d'utiliser avec confiance la version modifiée de SOLAR pour simuler la refusion à l'arc sous vide d'alliage 718 sous des conditions opératoires variées, afin d'aider à optimiser le procédé. Le paragraphe suivant présente les principaux résultats de certaines de ces simulations.

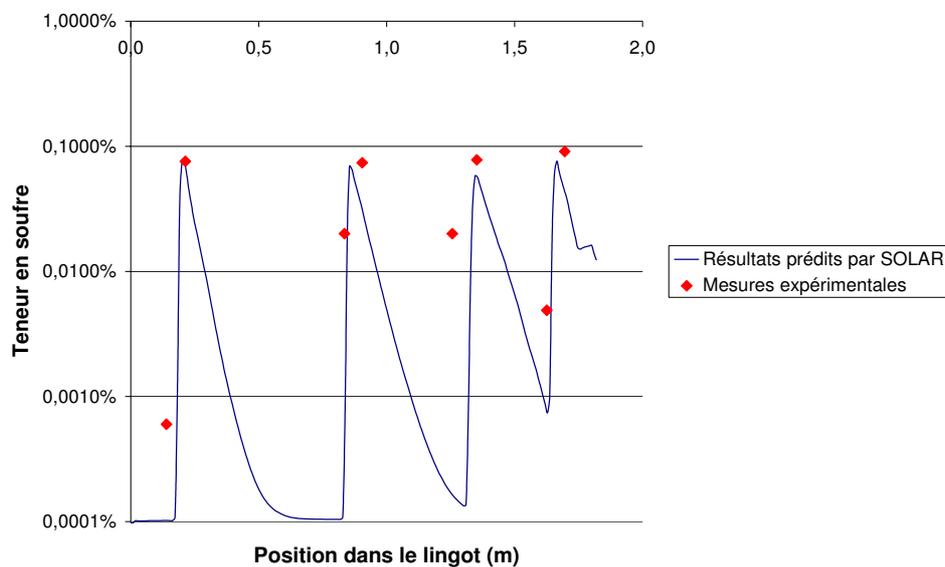


Figure II. 2-12 : Fusion test – Concentration en soufre au centre du lingot prédite par le modèle et mesures correspondantes

II. 3- Utilisation du modèle numérique : Influence des conditions opératoires sur le comportement du lingot VAR

Dans ce paragraphe, nous nous attacherons à déterminer l'influence de deux paramètres opératoires (séquence de fusion et conditions de refroidissement) sur les caractéristiques de la solidification, pendant la fusion VAR, d'alliage 718. Pour trois tailles de lingot (diamètres 310, 410 et 510 mm), nous avons étudié numériquement l'effet combiné de ces paramètres sur

la durée du régime transitoire, le volume du puits liquide en régime permanent et l'épaisseur de la zone pâteuse.

II. 3-1 Influence de la séquence de fusion

Tout d'abord, nous présenterons en détail l'influence de la variation des conditions de fusion (courant et vitesse de fusion) dans le cas d'une refusion classique, c'est-à-dire comportant un refroidissement auxiliaire à l'hélium.

a) Régime transitoire

Si les conditions de fusion restent identiques pendant toute la refusion, le volume du puits liquide, qui est un paramètre représentatif du comportement du lingot, augmente tout d'abord pour se stabiliser ensuite (figure II. 3-1).

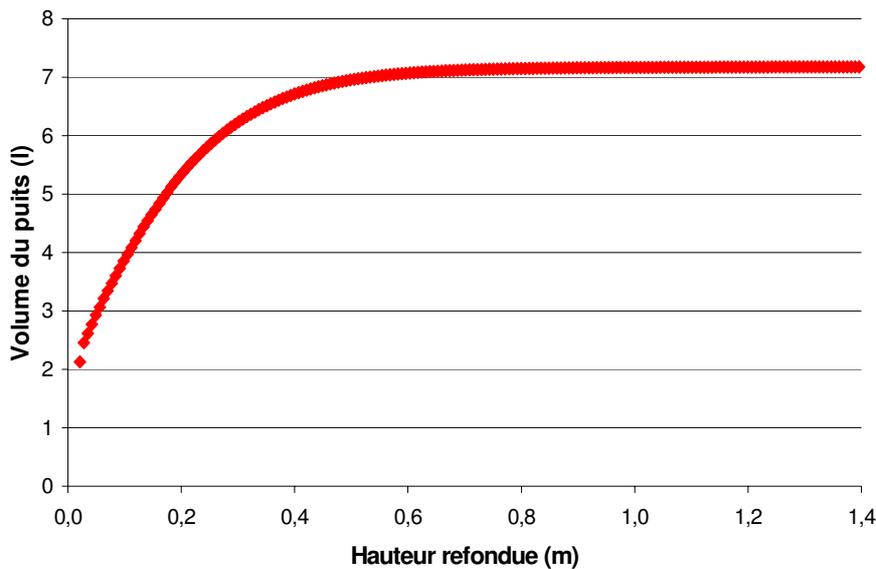


Figure II. 3-1 : Evolution prédite du volume du puits pour des conditions opératoires fixées (diamètre 410 mm, vitesse de fusion 3 kg/min, refroidissement He)

L'évolution du volume du puits suit une loi exponentielle, et peut être approchée par l'équation suivante :

$$V(t) = V_{in} + (V_{max} - V_{in}) (1 - e^{-t/\tau}) \quad (II. 12)$$

Ici, V_{\max} est le volume du puits liquide en régime permanent, V_{in} le volume initial et τ une constante de temps qui caractérise la durée du régime transitoire : après un temps de refusion égal à 3τ , le changement de volume représente 95% du changement total entre $t = 0$ et $t = \infty$. On peut donc considérer qu'à ce moment, le régime permanent est atteint.

L'évolution du volume du puits a donc été approximée par une équation de type II. 12 (approximation des moindres carrés) pour chaque diamètre de lingot et différentes vitesses de fusion. La figure II. 3-2 montre que la constante de temps, et donc la durée du régime transitoire, décroît quand la vitesse de fusion augmente, quel que soit le diamètre du lingot. En outre, on peut remarquer que le temps nécessaire pour atteindre le régime permanent augmente avec le diamètre du lingot.

Du point de vue de l'élaborateur, il est particulièrement intéressant d'avoir une idée de l'importance de la hauteur du lingot affectée par le régime transitoire. Pour un diamètre donné, la hauteur affectée par le régime transitoire (i.e. refondue pour $t < 3\tau$) ne dépend pas beaucoup de la vitesse de fusion (figure II. 3-3). Par contre, comme la durée du régime transitoire augmente avec le diamètre du lingot, la valeur de cette hauteur suit le même comportement.

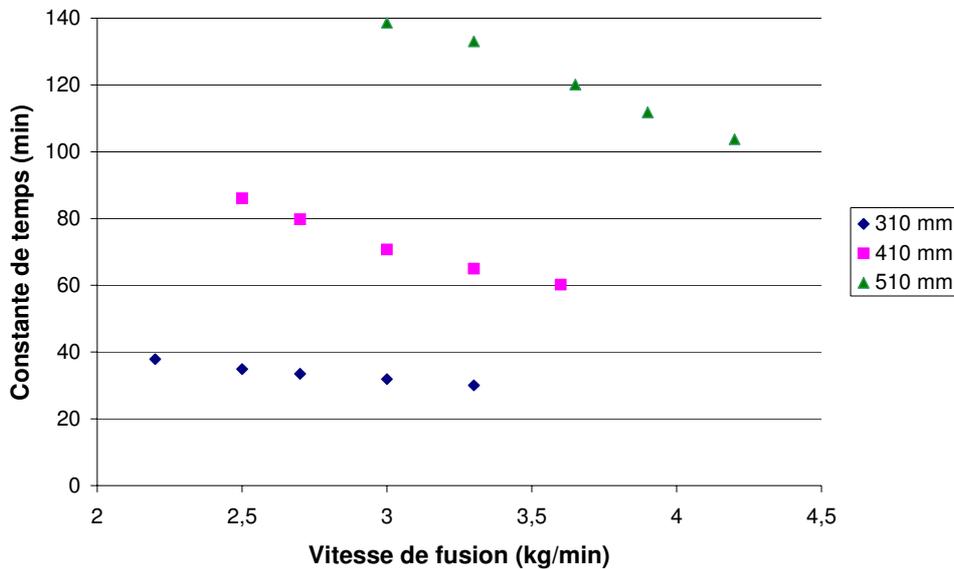


Figure II. 3-2 : Constante de temps τ en fonction de la vitesse de fusion pour différents diamètres de lingot (refusion avec refroidissement à l'hélium)

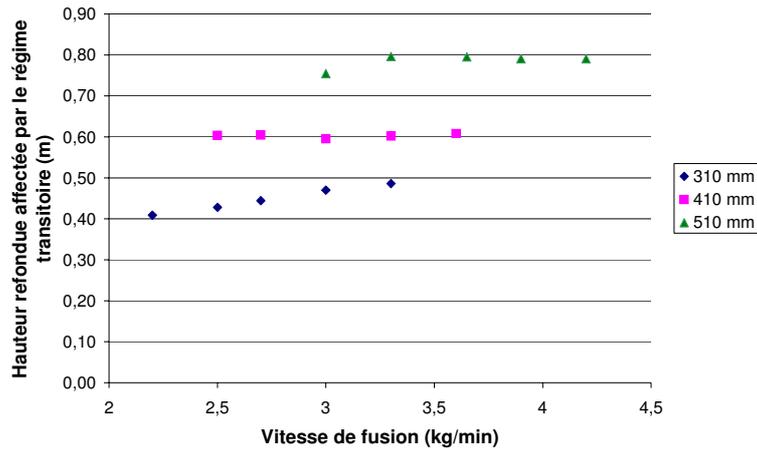


Figure II. 3-3 : Hauteur refondue affectée par le régime transitoire en fonction de la vitesse de fusion pour différents diamètres de lingot (refusion avec refroidissement à l'hélium)

b) Puits liquide en régime permanent

Le volume du puits liquide en régime permanent augmente évidemment avec la vitesse de fusion, quel que soit le diamètre du lingot (figure II. 3-4). Lorsque la vitesse de fusion est faible, le puits liquide prédit par le modèle, peu profond, a une forme en U, alors qu'un accroissement de la vitesse de fusion tend à creuser le puits en lui conférant une forme en V (figures II. 3-5 et II. 3-6).

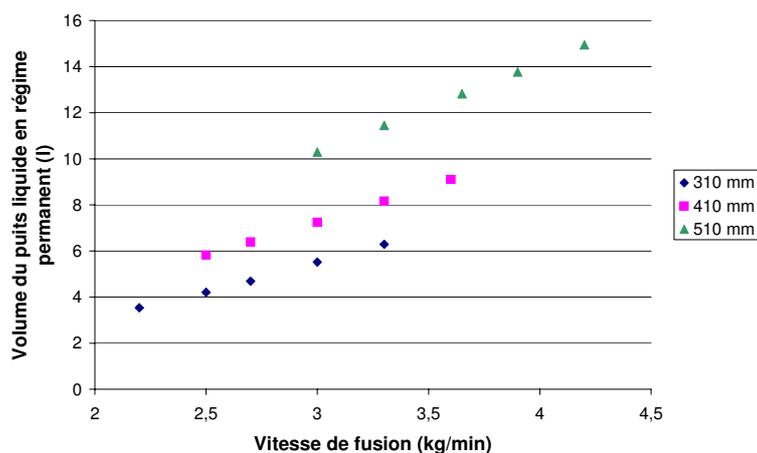


Figure II. 3-4 : Volume du puits liquide en régime permanent en fonction de la vitesse de fusion pour différents diamètres de lingot (refusion avec refroidissement à l'hélium)

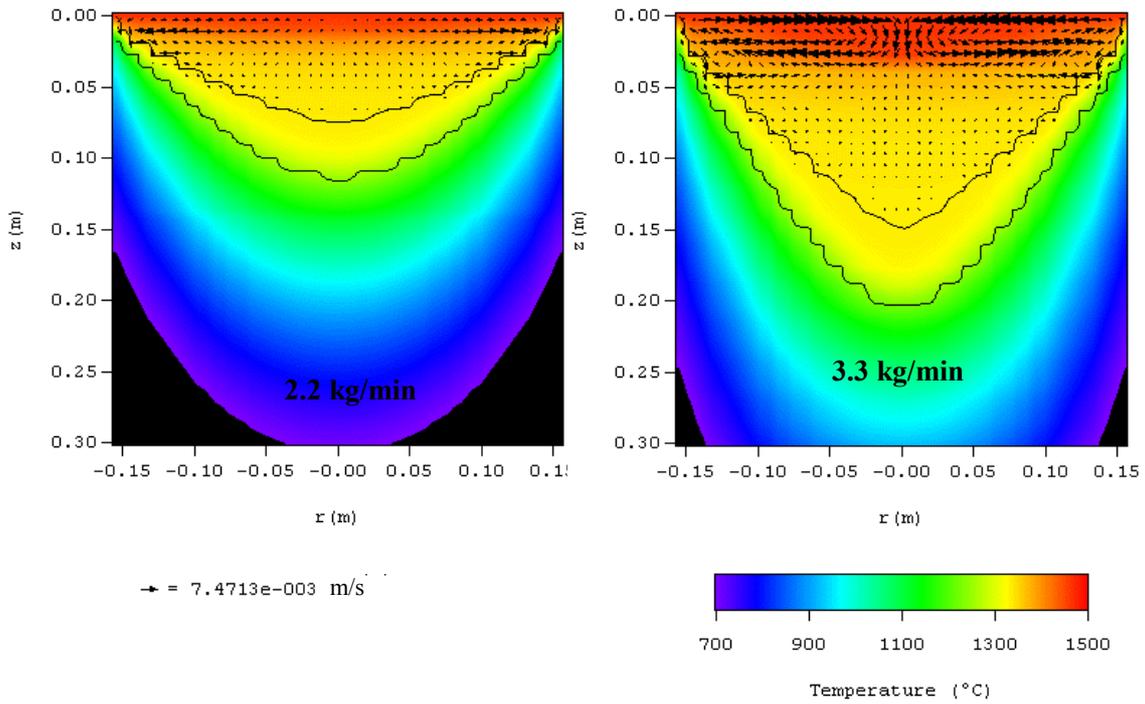


Figure II. 3-5 : Refusion d'un lingot de diamètre 310 mm – Températures et vitesses prédites par le modèle pour deux vitesses de fusion (refusion avec refroidissement à l'hélium)

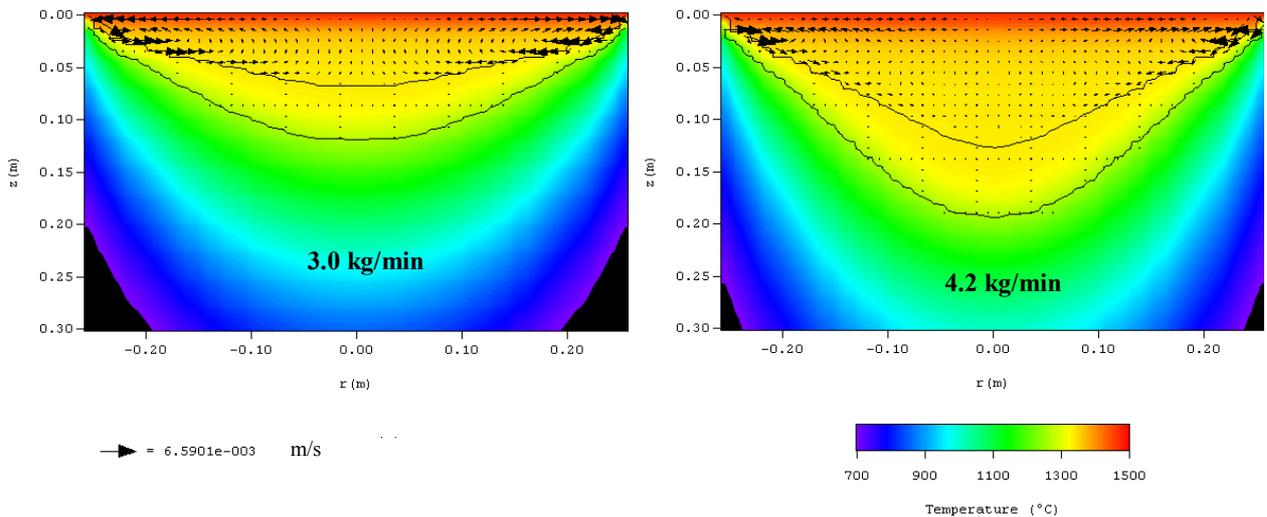


Figure II. 3-6 : Refusion d'un lingot de diamètre 510 mm – Températures et vitesses prédites par le modèle pour deux vitesses de fusion (refusion avec refroidissement à l'hélium)

Par ailleurs, lorsque la vitesse de fusion est faible, l'écoulement du métal liquide est toujours gouverné par la convection naturelle. Lorsqu'on augmente la vitesse de fusion, le courant augmente également. De ce fait, pour des vitesses de fusion élevées, une boucle de

recirculation induite par les forces de Lorenz apparaît au sommet du lingot de faible diamètre. Cependant, pour des diamètres de lingot plus importants (410 et 510 mm), les forces électromagnétiques sont insuffisantes et la boucle de recirculation générée par la convection naturelle demeure prédominante. La figure II 3-7 met en évidence l'explication de ce phénomène : quelle que soit la vitesse de fusion, la densité de courant électrique au sommet du lingot est beaucoup plus faible pour les gros lingots que pour des lingots de diamètre 310 mm.

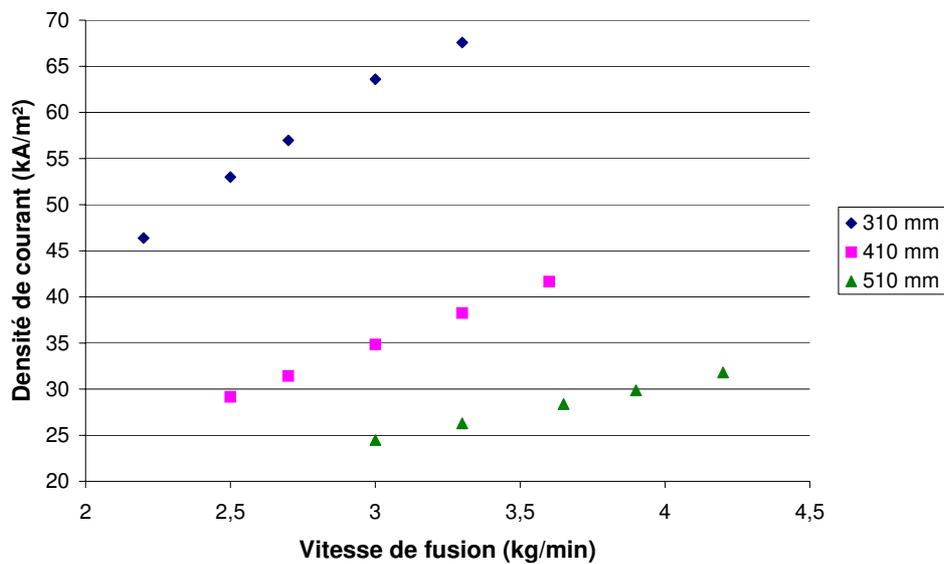


Figure II. 3-7: Densité de courant au sommet en fonction de la vitesse de fusion pour différents diamètres de lingot

c) Epaisseur de la zone pâteuse et temps local de solidification

Nous étudierons dans ce paragraphe l'influence de la vitesse de fusion sur la largeur de la zone pâteuse et sur le temps local de solidification. La figure II. 3-8 montre clairement l'augmentation très sensible de l'épaisseur de la zone pâteuse avec la vitesse de fusion.

En première analyse, le temps local de solidification, calculé par exemple au centre du lingot, devrait suivre un comportement identique. Or, cet effet est compensé par l'accroissement concomitant de la vitesse de remplissage. Comme le montre la figure II. 3-9, le t.l.s. est donc presque indépendant de la vitesse de fusion (bien que nous pouvons noter systématiquement

une faible diminution) pour une géométrie de lingot donnée et dans la gamme de vitesse de fusion considérée. Ce résultat tend à suggérer que le temps local de solidification n'est pas un paramètre particulièrement adapté pour caractériser l'influence des conditions de refusion sur la qualité du lingot, en particulier pour prédire le risque de formation de défauts ségrégués (i.e. freckles).

En outre, on peut remarquer, toujours sur la figure II. 3-9, que le temps local de solidification augmente de façon importante avec le diamètre du lingot puisque la vitesse de remplissage est alors réduite. La valeur du t.l.s. prédite par le modèle est presque trois fois plus élevée pour un lingot de diamètre 510 mm que 310 mm. Le t.l.s. d'un lingot de 510 mm de diamètre est du même ordre de grandeur que les valeurs déterminées expérimentalement à partir de mesures de la taille des carbures par Ballantyne et Mitchell (Ballantyne, 1979).

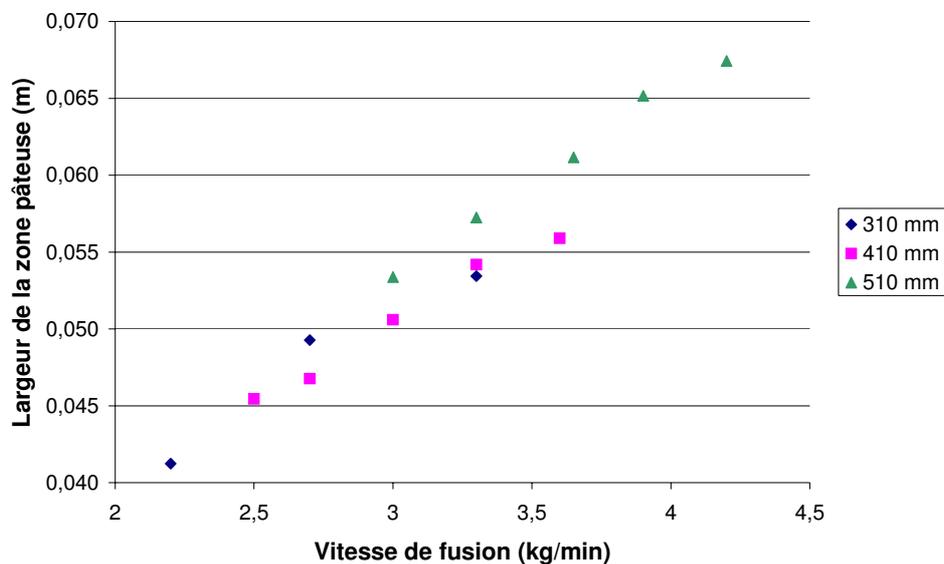


Figure II. 3-8 : Epaisseur de la zone pâteuse au centre en fonction de la vitesse de fusion pour différents diamètres de lingot (refusion avec refroidissement à l'hélium)

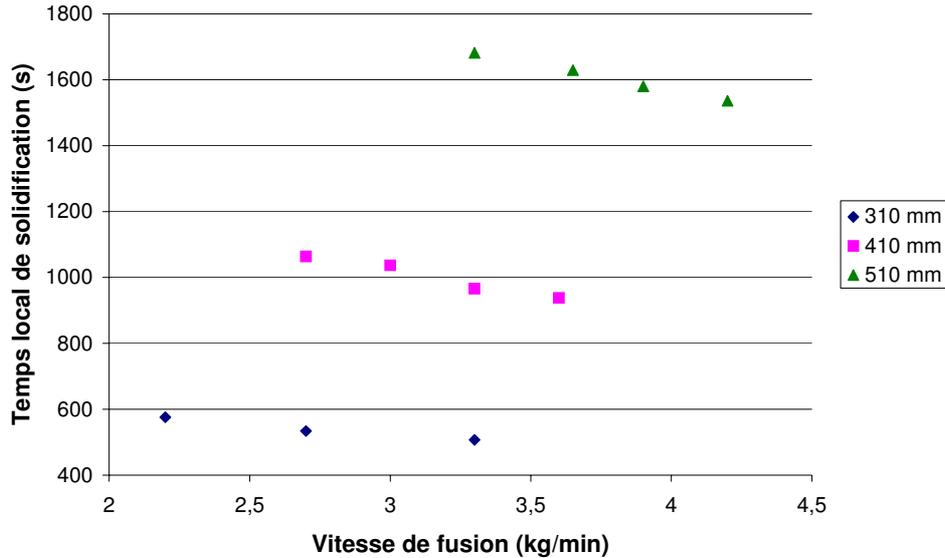


Figure II. 3-9 : Temps local de solidification au centre en fonction de la vitesse de fusion pour différents diamètres de lingot (refusion avec refroidissement à l'hélium)

II. 3-2 Influence du refroidissement

Lors de la solidification de l'alliage 718, le niobium, en particulier, a tendance à fortement ségréger. Ce phénomène peut être minimisé en améliorant le transfert de chaleur du lingot vers l'eau du circuit de refroidissement par l'introduction d'hélium dans la zone de retrait (voir § II. 1-2). De ce fait, un travail numérique a été réalisé pour quantifier l'influence de ce refroidissement auxiliaire.

a) Régime transitoire

Le refroidissement auxiliaire influence nettement le comportement du lingot en régime transitoire. Sur les figures II. 3-10 et II. 3-11, nous pouvons remarquer que, quel que soit le diamètre du lingot, le temps nécessaire pour atteindre le régime permanent est beaucoup plus long pour une fusion non refroidie à l'hélium. Dans les deux cas, la constante de temps décroît avec la vitesse de fusion (voir § II. 3-1). Par conséquent, la hauteur refondue qui est affectée par le régime transitoire est beaucoup plus importante lorsqu'il n'y a pas de refroidissement auxiliaire (figures II. 3-12 et II. 3-13) : elle peut atteindre 1,16 m pour un lingot de diamètre 510 mm !

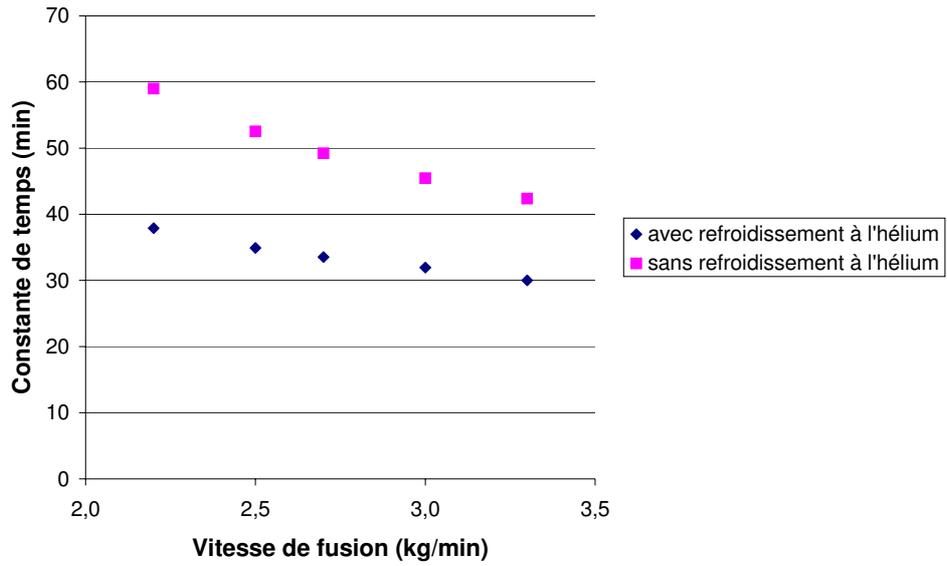


Figure II. 3-10 : Lingot de diamètre 310 mm – Constante de temps τ en fonction de la vitesse de fusion pour deux conditions de refroidissement

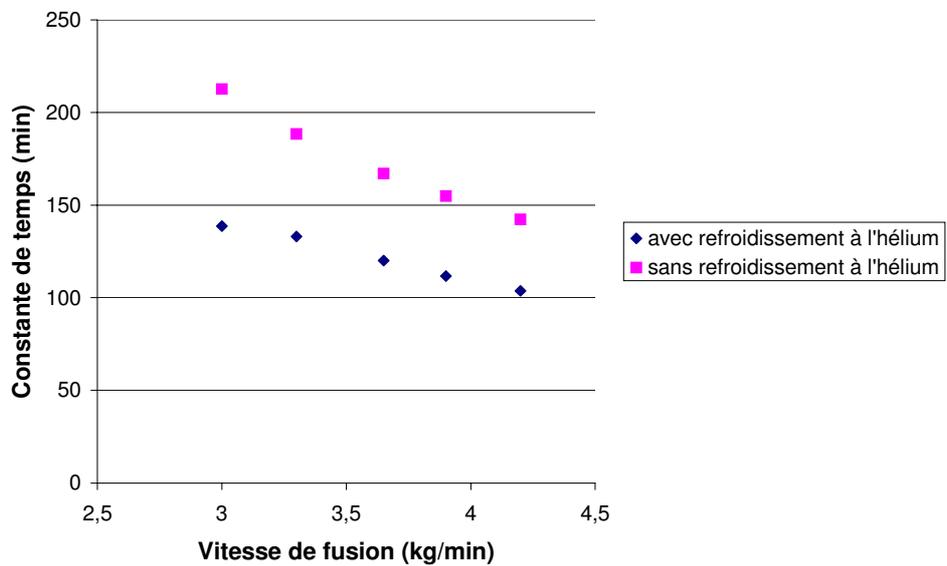


Figure II. 3-11 : Lingot de diamètre 510 mm – Constante de temps τ en fonction de la vitesse de fusion pour deux conditions de refroidissement

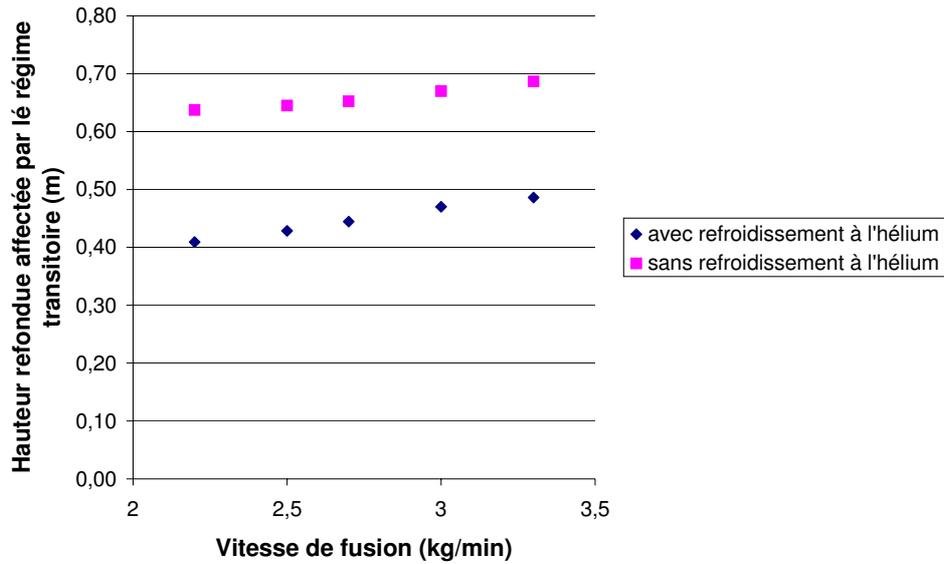


Figure II. 3-12 : Lingot de diamètre 310 mm – Hauteur refondue affectée par le régime transitoire en fonction de la vitesse de fusion pour deux conditions de refroidissement

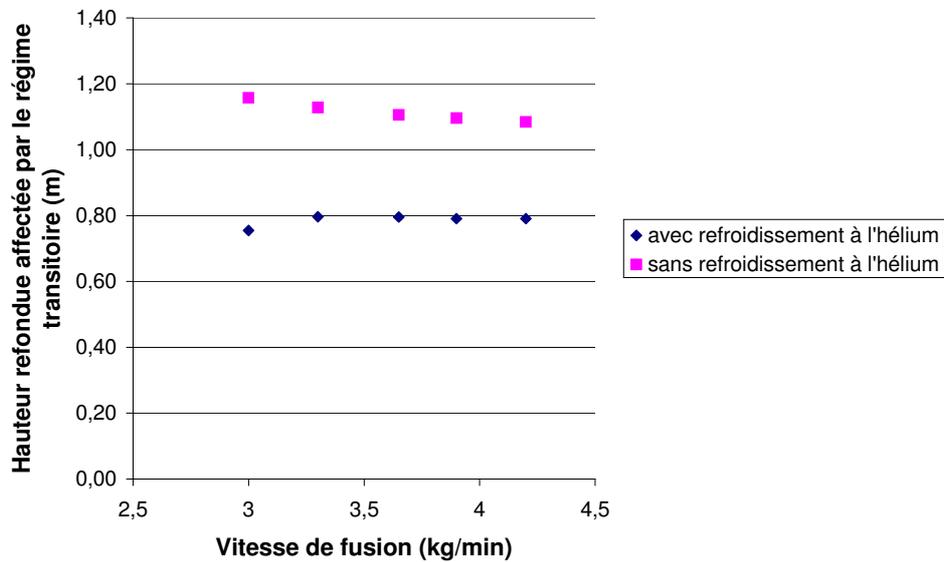


Figure II. 3-13 : Lingot de diamètre 510 mm – Hauteur refondue affectée par le régime transitoire en fonction de la vitesse de fusion pour deux conditions de refroidissement

b) Puits liquide en régime permanent

Quelle que soit la vitesse de fusion et le diamètre du lingot, le puits liquide est évidemment plus volumineux lorsque la fusion est réalisée sans refroidissement à l'hélium, (figures II. 3-14 et II. 3-15).

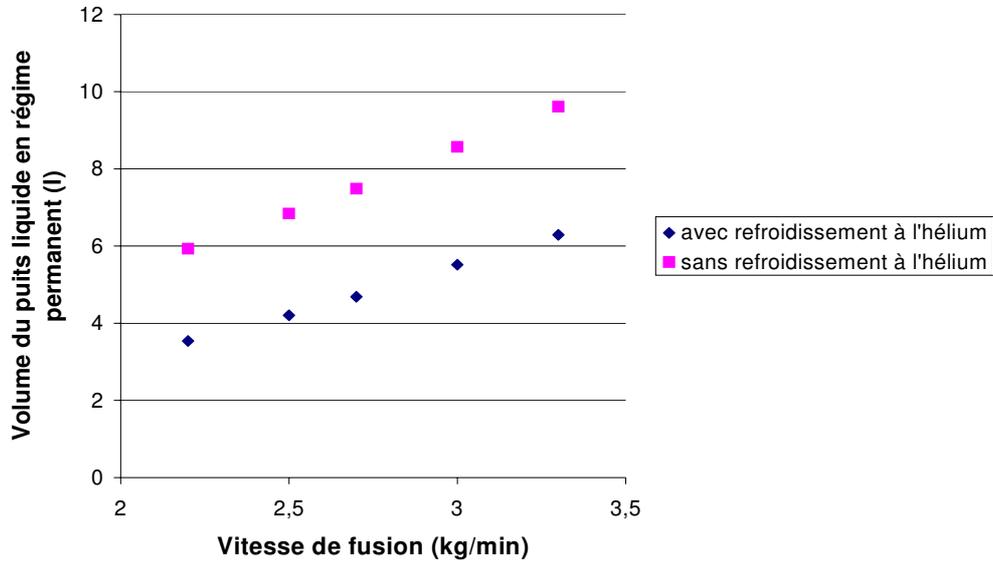


Figure II. 3-14 : Lingot de diamètre 310 mm – Volume du puits liquide en régime permanent en fonction de la vitesse de fusion pour deux conditions de refroidissement

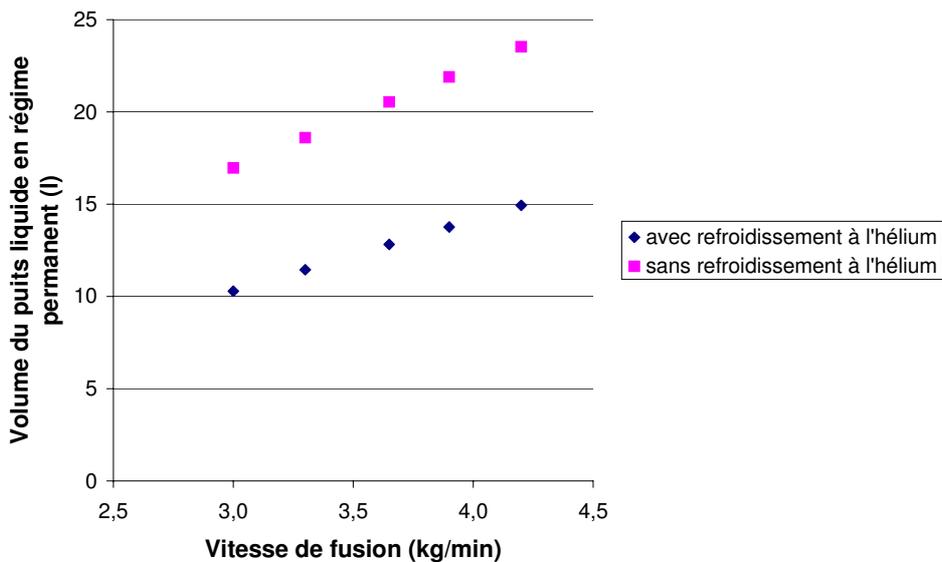


Figure II. 3-15 : Lingot de diamètre 510 mm – Volume du puits liquide en régime permanent en fonction de la vitesse de fusion pour deux conditions de refroidissement

Lorsque le puits liquide devient plus profond, il prend de plus en plus la forme d'un V. Cependant, la comparaison des figures II. 3-16 et II. 3-17 avec les figures II.3-5 et II 3-6 permet de conclure que le comportement hydrodynamique n'est qualitativement pas différent lorsque le refroidissement auxiliaire à l'hélium est supprimé.

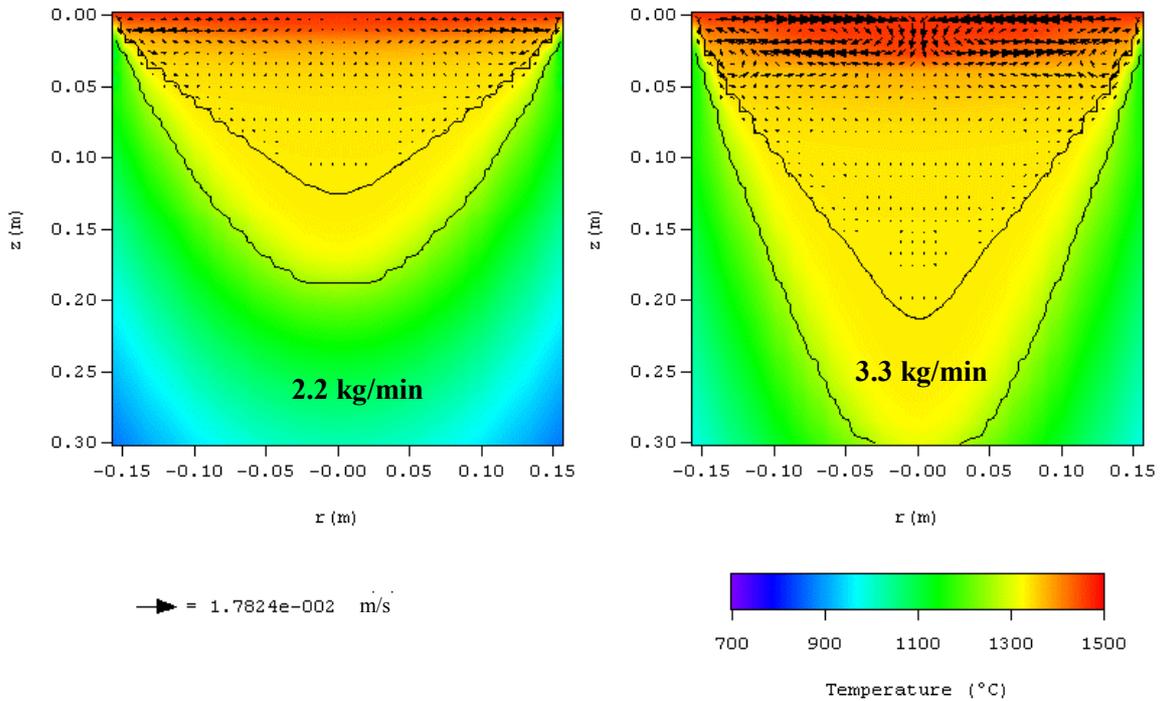


Figure II. 3-16 : Refusion d'un lingot de diamètre 310 mm – Températures et vitesses prédites par le modèle pour deux vitesses de fusion (refusion sans refroidissement à l'hélium)

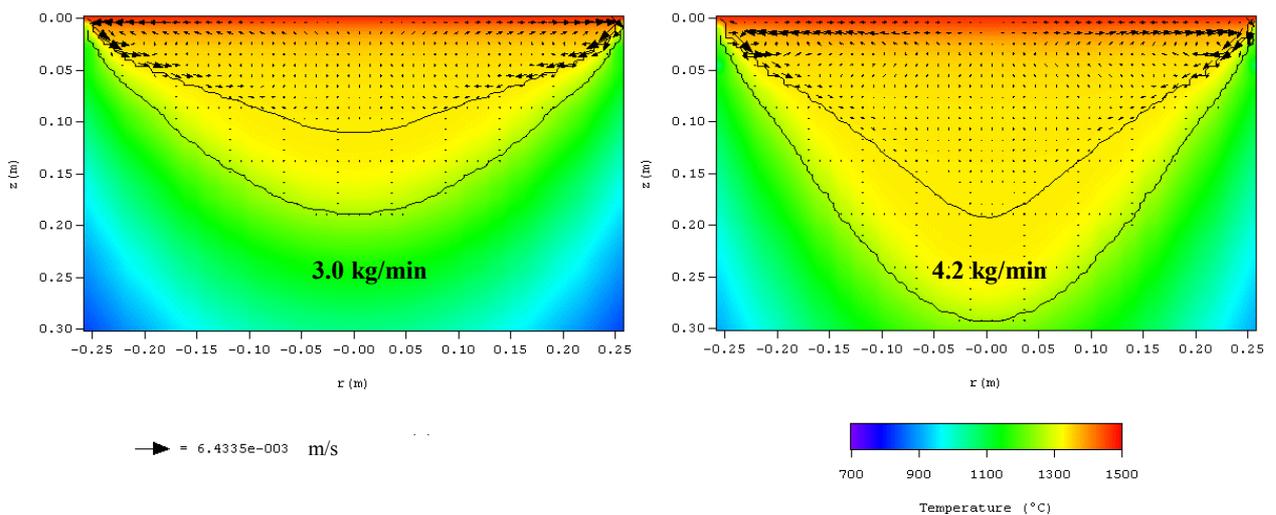


Figure II. 3-17: Refusion d'un lingot de diamètre 510 mm – Températures et vitesses prédites par le modèle pour deux vitesses de fusion (refusion sans refroidissement à l'hélium)

c) Epaisseur de la zone pâteuse et temps local de solidification

La comparaison de la figure II. 3-18 avec le cas précédent (figure II. 3-8) confirme un résultat prévisible, i.e. l'augmentation de l'épaisseur de la zone pâteuse du lingot lorsqu'on n'utilise pas d'hélium pendant la refusion, et ceci quel que soit le diamètre du lingot. Par conséquent, le temps local de solidification calculé par le modèle, représenté sur la figure II. 3-19, est également beaucoup plus élevé dans ce cas, ce qui est en accord avec les mesures d'espacement interdendritique qui indiquent que le t.l.s. décroît fortement lorsque le lingot est refroidi à l'hélium (Hosamani, 1989).

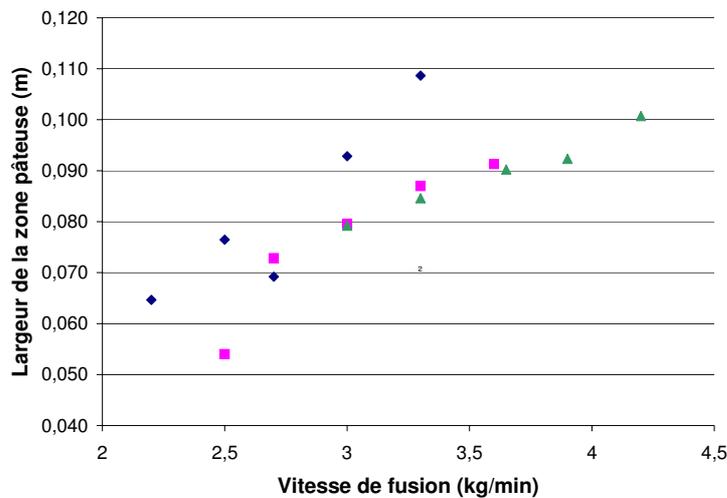


Figure II. 3-18 : Epaisseur de la zone pâteuse au centre en fonction de la vitesse de fusion pour différents diamètres de lingot (refusion sans refroidissement à l'hélium)

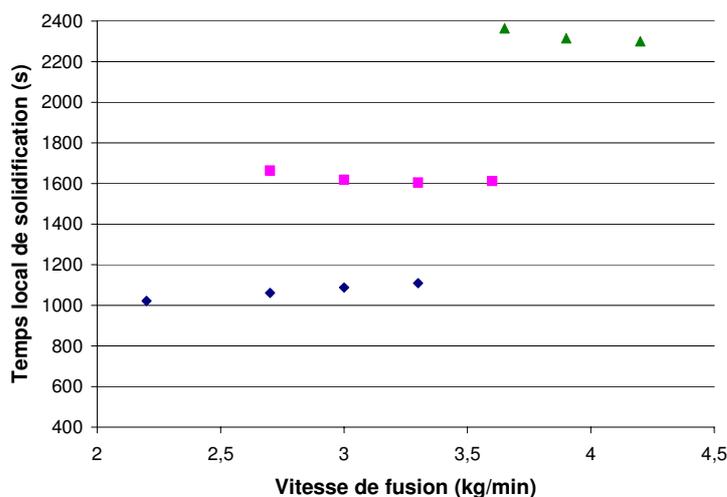


Figure II. 3-19 : Temps local de solidification au centre en fonction de la vitesse de fusion pour différents diamètres de lingot (refusion sans refroidissement à l'hélium)

Comme on l'a vu plus haut (§ II. 3-1-c), l'influence de la vitesse de fusion sur le temps local de solidification résulte de la compétition entre l'augmentation de l'épaisseur de la zone pâteuse et celle de la vitesse de coulée avec la vitesse de fusion. Dans tous les cas, cette variation du t.l.s. est faible pour la gamme de vitesses de fusion étudiée, mais le comportement précis dépend de la taille du lingot :

diamètre 310 mm : le t.l.s. augmente faiblement avec la vitesse de fusion,

diamètre 510 mm : le t.l.s. décroît faiblement avec la vitesse de fusion,

diamètre 410 mm : le t.l.s. décroît tout d'abord et croît ensuite.

II. 3-3 Résumé

L'étude numérique présentée dans les deux derniers paragraphes a montré que la taille du lingot refondu et le refroidissement employé pendant la refusion peuvent influencer de façon importante le comportement du lingot en cours de croissance. En particulier, les conditions locales de solidification dépendent de l'utilisation éventuelle d'hélium comme agent de refroidissement auxiliaire.

Dans la gamme de vitesse de fusion étudiée, l'écoulement du métal liquide est lent et régi principalement par la convection naturelle, excepté dans le cas de petits lingots refondus avec une vitesse de fusion élevée. En effet, la densité de courant électrique est assez importante dans ce cas pour provoquer, près du sommet du lingot, la formation d'une boucle de recirculation dans le sens trigonométrique direct, gouvernée par les forces électromagnétiques. Par ailleurs, l'influence de la séquence de fusion sur le temps local de solidification est relativement faible dans la gamme de vitesses de fusion considérée. Dans tous les cas, la variation du t.l.s. avec la vitesse de fusion dépend des dimensions du lingot et du refroidissement employé.

Enfin, l'étude numérique montre, de façon non surprenante, que l'augmentation du diamètre de lingot conduit à un plus long régime transitoire, alors que l'utilisation d'un refroidissement auxiliaire tend à la diminuer.

II. 4- Conclusion

Afin d'améliorer la simulation de la refusion VAR de l'alliage 718, le logiciel numérique SOLAR 3.0 a été adapté et validé en comparant ses résultats avec ceux d'une fusion-test réalisée à cet effet.

Par la suite, une étude numérique a permis de comprendre et quantifier l'influence de deux paramètres opératoires majeurs sur le déroulement de la refusion : la séquence de fusion et le refroidissement du lingot par un gaz auxiliaire conditionnent l'évolution du puits liquide pendant la refusion et les conditions locales de solidification de l'alliage, directement responsables de la qualité du produit refondu.

De plus, les résultats du logiciel, en termes de champs de température et de vitesse, seront directement utilisés (voir le chapitre V de ce manuscrit) comme données d'entrée d'une simulation du comportement des précurseurs de white spots, afin d'aider à prédire la formation potentielle de tels défauts dans les lingots refondus à l'arc sous vide.

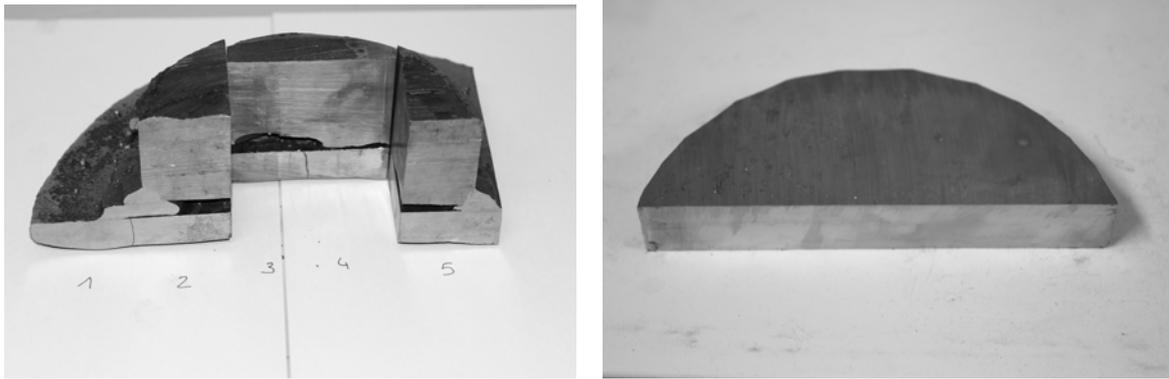
Chapitre III : Observation expérimentale et caractérisation des sources potentielles de précurseurs de white spots

Dans la littérature consacrée aux white spots, on fait souvent l'hypothèse que des restes de matériau tombés de l'électrode ou du lingot lui-même peuvent être à l'origine des white spots (plus précisément, des white spots dendritiques ou discrets). Dans le but de contribuer à l'étude de la formation des white spots pendant la refusion à l'arc sous vide de superalliages base nickel, nous avons analysé la structure et la composition d'échantillons prélevés dans deux électrodes élaborées au four VIM et dans deux lingots refondus (ici, bruts de coulée, avant tout traitement thermique et forgeage). Ceci permet de rechercher les sources potentielles de white spots et de déterminer les mécanismes responsables de leur chute dans les puits liquides des lingots VAR.

Les deux électrodes (fournies par Böhler) ont été élaborées par fusion par induction (VIM). Les recherches effectuées sur ces dernières permettent d'observer leur structure métallurgique et d'étudier les précurseurs provenant de la cathode : le bourrelet pour les white spots discrets et la retassure pour les white spots dendritiques. L'une des électrodes a été partiellement fondue dans un four à arc sous vide (VAR) et est appelée électrode A dans ce chapitre (voir figure III. 1). L'autre électrode, qui sera appelée électrode B, n'a pas subi de refusion à l'arc sous vide.

De même, l'étude de deux sections transversales provenant des deux lingots refondus (lingots C et D) a permis de caractériser les sources possibles de précurseurs provenant du lingot VAR lui-même (« shelf » et collerette). L'un des échantillons provient du sommet du lingot C tandis que l'autre était situé à mi-hauteur du lingot D. Comme nous le verrons ultérieurement, la collerette observée au sommet du lingot C n'est pas à proprement parler incorporée dans le lingot, contrairement à la collerette observée à mi-hauteur dans le lingot D.

Nous présentons tout d'abord la procédure expérimentale utilisée pour étudier les différentes sources potentielles de précurseurs. Les résultats obtenus sur les sources potentielles de précurseurs des white spots dendritiques et discrets sont ensuite donnés.



Electrode A (partiellement refondue)

Electrode B (non refondue)

Figure III. 1 : Electrodes étudiées

III. 1- Procédure expérimentale

Afin d'étudier les sources potentielles de précurseurs de white spots, il faut examiner la microstructure du matériau et identifier les zones appauvries ou enrichies en éléments d'alliage. C'est pourquoi les échantillons provenant des électrodes et des lingots ont été polis ($1\ \mu\text{m}$) et attaqués. On a choisi comme réactifs d'attaque le Canada et le chlorure ferrique (les deux compositions sont données dans le tableau III. 1-1) car ils révèlent la ségrégation dans l'alliage 718 (Le Roux, 1989). En effet, les zones appauvries en éléments d'alliage apparaissent en blanc tandis que celles qui sont enrichies apparaissent en noir.

Dans une première étape, on a utilisé la microscopie optique pour examiner la microstructure de chaque échantillon. La ségrégation que l'on peut observer au microscope n'est toutefois que qualitative. Par conséquent, la composition chimique des zones qui présentaient un intérêt particulier a été déterminée à la microsonde de Castaing. De plus, la microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'obtenir un plus fort grossissement et s'avère très utile pour identifier les diverses phases présentes dans le matériau (spécialement les inclusions), et pour les caractériser par analyse EDX.

Dans tout ce chapitre, la teneur nominale en éléments d'alliage de l'alliage 718 produit par Böhler (dont la composition a été donnée dans le tableau I. 1-1) sera rappelée sur les figures par une ligne rouge en pointillés.

Réactifs	Composition nominale (en volume)	Technique d'attaque
Canada	8 doses de H ₂ O 2 doses de H ₂ SO ₄ concentré 2 doses de HF concentré 1 dose de HNO ₃ concentré	Immersion de l'échantillon à au moins 70°C Enlèvement de l'échantillon lorsque le métal devient foncé
Chlorure ferrique	75% de HCl concentré 21% de FeCl ₃ 3,5% de HNO ₃ concentré	Immersion de l'échantillon 5-10 min dans une solution aqueuse de HCl concentrée à 50% Transfert dans le réactif chlorure ferrique pendant 45 minutes

Tableau III. 1-1 : Compositions chimiques des réactifs – Techniques d'attaque

III. 2- Les sources potentielles de précurseurs de white spots dendritiques

On suppose que les white spots dendritiques sont formés par des amas de dendrites, provenant de l'électrode, qui tombent dans le puits liquide et qui ne sont pas complètement fondus. On a donc observé avec attention la structure métallurgique des deux électrodes afin d'identifier les sources de précurseurs et de comprendre les mécanismes provoquant leur chute.

III. 2-1 La structure métallurgique générale de l'électrode

La structure des électrodes A et B (figure III. 2-1) est dendritique colonnaire. Quelques très grosses dendrites, dont la largeur est comprise entre 200 et 500 µm sont présentes, alors que les dendrites dites « normales » ont typiquement une largeur d'environ 50-70 µm. La longueur de ces grosses dendrites peut être de 700-1500 µm environ. Comme elles apparaissent en blanc après attaque, elles sont supposées appauvries en niobium par rapport à la composition nominale de l'alliage.

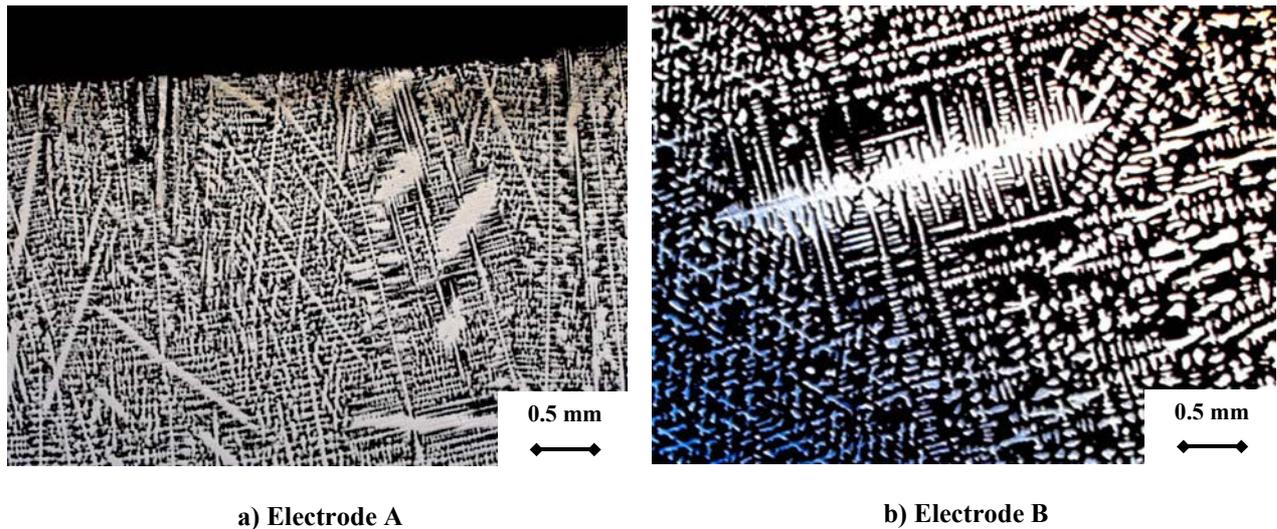


Figure III. 2-1 : Structure métallurgique des deux électrodes étudiées

La ressemblance générale entre les structures des deux électrodes, en particulier pour la taille des grosses dendrites, confirme l'hypothèse faite que l'opération VAR n'a pas d'influence sur le matériau de l'électrode, même pour une position relativement proche de son extrémité en fusion. En outre, il semblerait que les amas de grosses dendrites puissent être une source de défauts. En effet, s'ils fondent à une température supérieure à celle du reste de l'électrode (du fait de leur appauvrissement en niobium), ils peuvent tomber dans le puits liquide et former des white spots.

Des analyses quantitatives ont été réalisées à la microsonde sur des zones présentant de grosses dendrites. Ces analyses ont confirmé que ces zones sont réellement très appauvries en niobium. La figure III. 2-2 a montre bien que la teneur en niobium peut être très faible (2,5 % dans certaines zones). Nous pouvons également remarquer que la teneur en Ti est aussi plus faible au niveau de ces grosses dendrites (figure III. 2-2 b). Enfin, on peut observer (figure III. 2-3) quelques inclusions non métalliques, principalement des particules de MgO et quelques-unes de TiN à l'intérieur de ces dendrites.

Le fait qu'une grosse dendrite provenant de l'électrode puisse survivre dans le puits liquide avant d'être piégée n'a toujours pas été prouvé et « l'expérience de trempage » (voir chapitre IV) est conçue en partie pour faire la lumière sur ce point. Cependant, d'après Mitchell (Mitchell, 1986), une dendrite devrait avoir un volume supérieur à 1 cm^3 pour ne pas être dissoute dans le puits liquide.

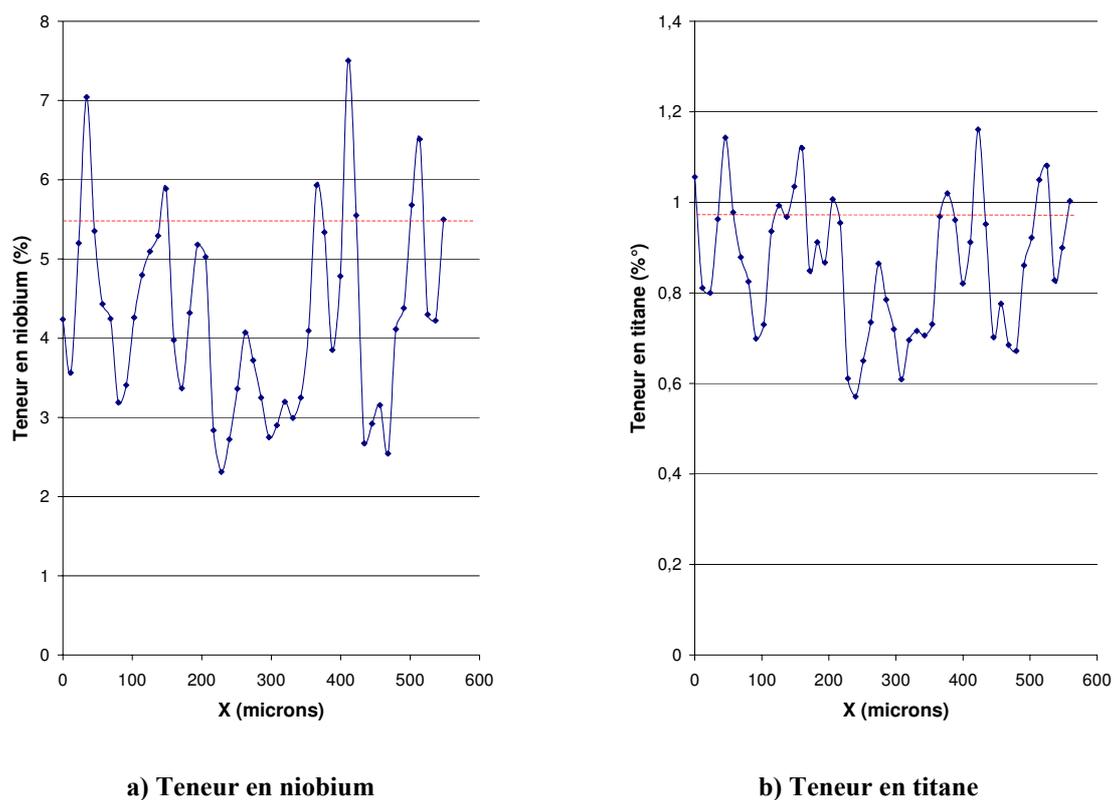


Figure III. 2-2 : Analyses chimiques à travers une grosse dendrite de l'électrode B

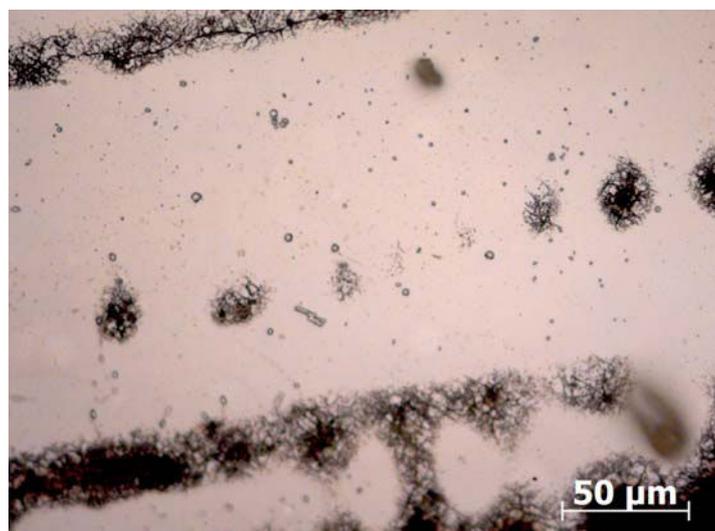


Figure III. 2-3 : Inclusions contenues dans une grosse dendrite (électrode A)

III. 2-2 La retassure

Au voisinage de l'axe de l'électrode B, on peut observer une retassure (figure III. 2-4). Elle est formée pendant l'étape de solidification intervenant après la fusion par induction sous vide. Sa forme irrégulière rend la fusion non homogène, facilite la décohésion mécanique, et peut donc conduire à la chute de morceaux métalliques. De plus, la structure de solidification au voisinage de la retassure est dendritique ou globulaire (figure III. 2-5), et la chute de clusters de grosses dendrites dans le puits liquide peut tout à fait se produire.

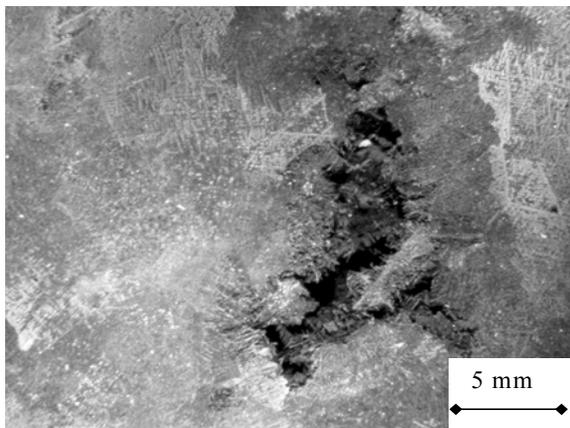


Figure III. 2-4 : Retassure de l'électrode B

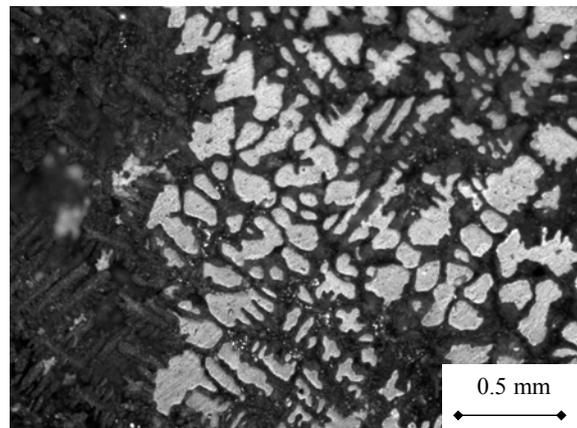


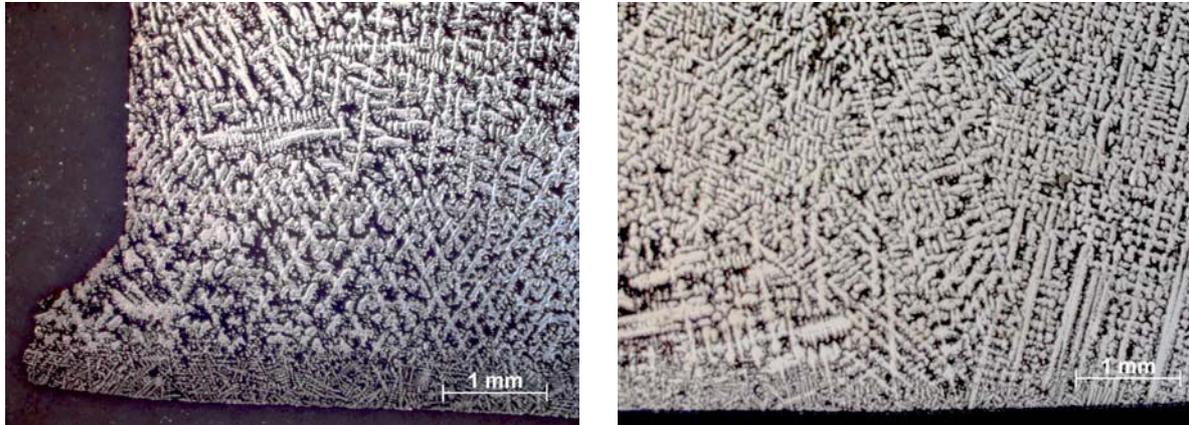
Figure III. 2-5 : Structure de solidification au voisinage de la retassure

III. 2-3 Le film liquide

L'extrémité inférieure de l'électrode A a été refondue. On peut y observer une couche mince de dendrites très fines (figure III. 2-6). Elle est supposée correspondre au film liquide présent pendant la refusion. Comme le courant électrique a été arrêté brutalement, le film liquide s'est resolidifié sous forme d'une structure dendritique très fine. Presque partout dans le film liquide, il n'y pas de grosses dendrites et cela suggère que ces dernières ont été très souvent fondues pendant l'opération VAR.

Cependant, au voisinage du centre de l'électrode, la couche est très fine, comme le montre la figure III. 2-6 b. Nous pouvons donc supposer que la fusion à la surface de l'électrode n'est pas parfaitement homogène pendant la refusion. Ceci est mis en évidence par la figure III. 2-7, qui donne la hauteur de la couche du film liquide en fonction de la position radiale : elle peut atteindre plus de 2 mm sur le bord de la cathode, tandis que sa valeur moyenne est de 0,5

mm. Une aussi grande variation est attribuée, au moins en partie, à la formation des gouttelettes alimentées par le film liquide.



a) Au voisinage du bord

b) Au voisinage du centre

Figure III. 2-6 : Extrémité de l'électrode A – Reste de la couche de film liquide pour deux positions radiales différentes

De plus, nous pouvons remarquer sur la figure III. 2-6 b que les extrémités de certaines grosses dendrites présentes à la surface de l'électrode ne sont pas fondues. De ce fait, la chute de grosses dendrites provenant du centre de l'électrode demeure une origine possible de white spots dendritiques.

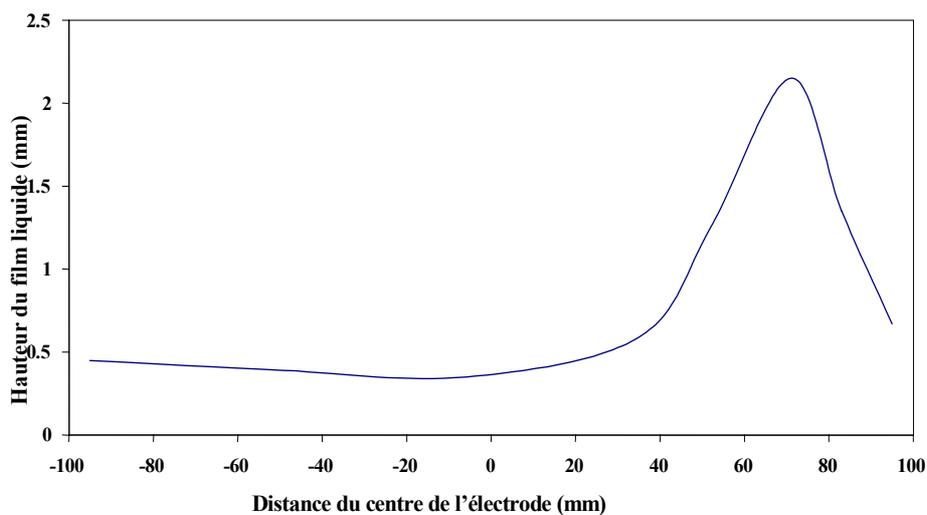


Figure III. 2-7 : Hauteur du film liquide en fonction de la distance au centre de l'électrode

III. 2-4 Conclusion

Les grosses dendrites, observées dans deux électrodes, pourraient être responsables de la formation de white spots dendritiques si elles tombent dans le puits liquide pendant la refusion. Ces dendrites étant très appauvries en niobium, ceci renforce une telle probabilité. Cependant, la structure métallurgique de l'extrémité inférieure de l'électrode partiellement refondue (ex-film liquide sans grosses dendrites) suggère que ces grosses dendrites fondent dans la plupart des cas lorsqu'elles s'approchent de l'arc électrique. Enfin, la décohésion mécanique et la discontinuité de la fusion liées à la présence de la retassure peuvent favoriser la chute des « clusters » de dendrites.

III. 3- Les sources potentielles de précurseurs de white spots discrets

On suppose que les white spots discrets sont formés par les « vestiges » de pièces métalliques tombées soit du bourrelet de l'électrode ou de la collerette du lingot, ou soit encore du bord du puits liquide en cours de solidification (« shelf »). Par conséquent, l'électrode A partiellement fondue, ainsi que les deux tranches des lingots C et D ont été étudiées et analysées pour confirmer que ces zones sont des origines possibles de précurseurs de white spots.

III. 3-1 Le bourrelet de l'électrode

Les échantillons provenant de l'extrémité de l'électrode partiellement refondue ont été observés après polissage. La figure III. 3-1 est une macrographie caractéristique des échantillons situés au niveau du bourrelet. On a remarqué la présence systématique de petits trous dont la taille est 100-250 μm . La zone affectée par ces porosités s'étend jusqu'à 1 cm de la surface externe de l'électrode. Leur origine demeure inconnue. Cependant, leur morphologie dendritique et leur appauvrissement apparent en éléments d'alliage pourraient signifier qu'une partie du matériau situé dans l'espace interdendritique (dont la température de fusion est un peu inférieure à la température nominale de liquidus de l'alliage 718) a été fondue lorsque la cathode était chauffée.

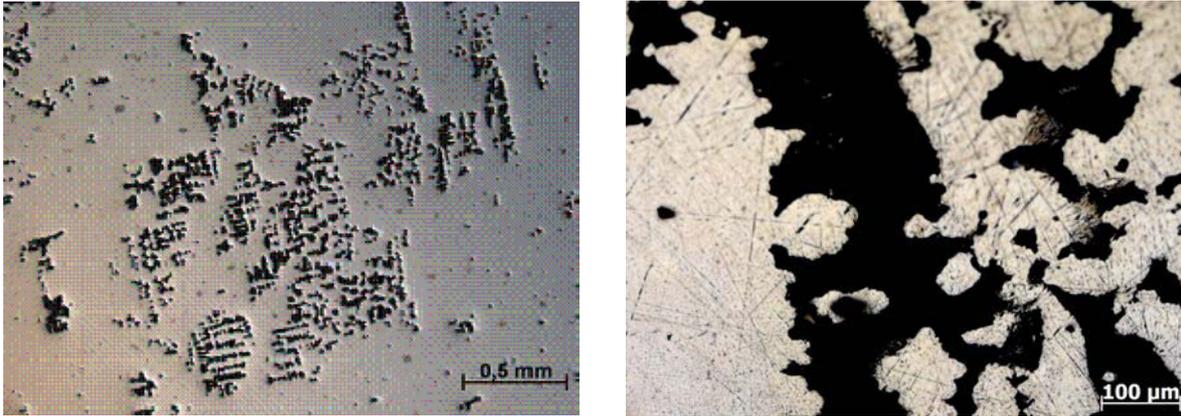


Figure III. 3-1 : Macrographie d'un échantillon provenant du bourrelet de l'électrode, présentant des « trous »

On peut penser que cette porosité peut favoriser la chute de morceaux de métal. Un mécanisme possible est schématisé sur la figure III. 3-2 : pendant l'opération VAR, la conduction thermique dans la zone poreuse est moins importante que dans le matériau dense si bien que la zone située directement au-dessus du trou est un peu plus froide que son environnement (Kennedy, 2000). Comme conséquence des contraintes d'origine thermique, de petits morceaux de métal peuvent alors se détacher et tomber du bourrelet dans le métal liquide. S'ils sont déjà appauvris en éléments d'alliage, ils pourront conduire à la formation de white spots dans le puits.

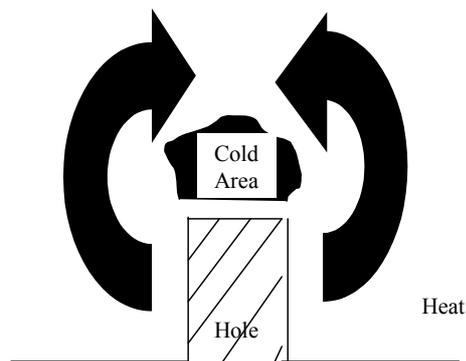


Figure III. 3-2 : Schéma du transfert thermique possible dans la zone poreuse du bourrelet de l'électrode

III. 3-2 La « shelf » du lingot

L'observation d'un échantillon prélevé à mi-hauteur du lingot D (figure III. 3-3) permet de visualiser sur une même figure la « collerette à mi-hauteur » du lingot D ainsi que la « shelf ».

La structure métallurgique révélée par le réactif chimique confirme bien le fait que l'espacement interdendritique dans la région de la « shelf » est très petit, comme la littérature le suggérait. La largeur de la « shelf » dans cette coupe transversale du lingot est de 5 mm au maximum, ce qui est la limite basse de ce que l'on observe pour l'alliage 706 (5 - 25 mm), un alliage similaire à l'alliage 718, vis-à-vis de la ségrégation (Grose, 1994).

En outre, les analyses réalisées à la microsonde, figurant sur les figures III. 3-4 et III. 3-5, montrent que la « shelf » est continûment appauvrie en éléments d'alliage (Nb et Ti). Cependant, cet appauvrissement est moindre que celui rapporté dans la littérature (Jackman, 1994). La teneur moyenne en niobium mesurée dans la « shelf » est de 4,7 % environ.

De nombreuses inclusions peuvent être trouvées dans la « shelf » (figure III. 3-6). Elles sont constituées par des particules d'oxydes d'aluminium (Al_2O_3) et de nitrures de titane (TiN), mélangées et agglomérées pour former de gros « clusters ». Comme cela a déjà été indiqué au chapitre I, on suppose très souvent que des radeaux composés d'inclusions agglomérées flottent à la surface du puits liquide. Ils sont dirigés vers la lingotière par le métal qui s'écoule (du fait de la convection naturelle, voir chapitre II) et capturés par la « shelf » au voisinage de la lingotière (Takachio, 1996).

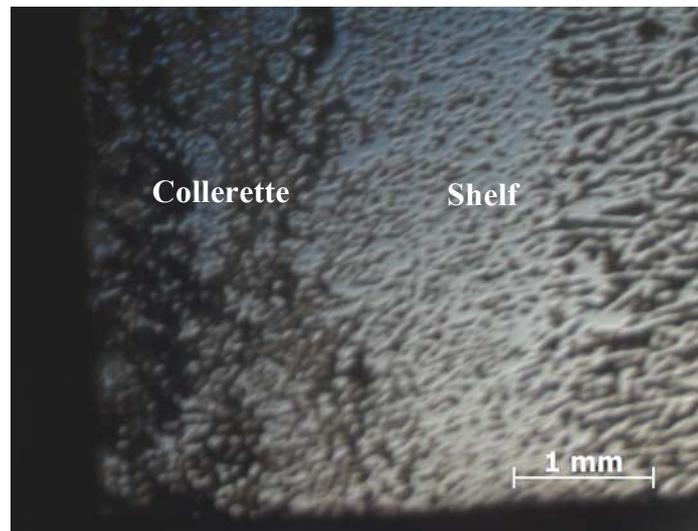


Figure III. 3-3 : Structure métallurgique du bord du lingot D

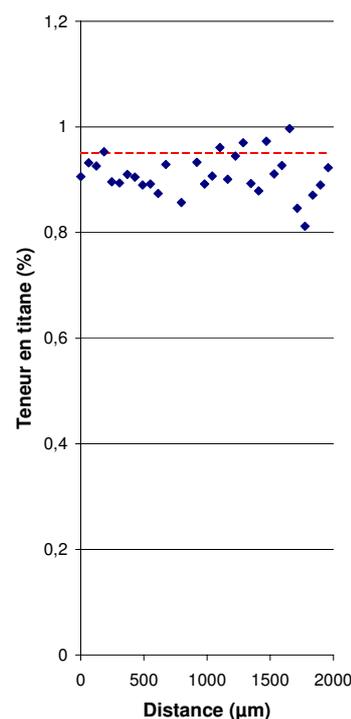
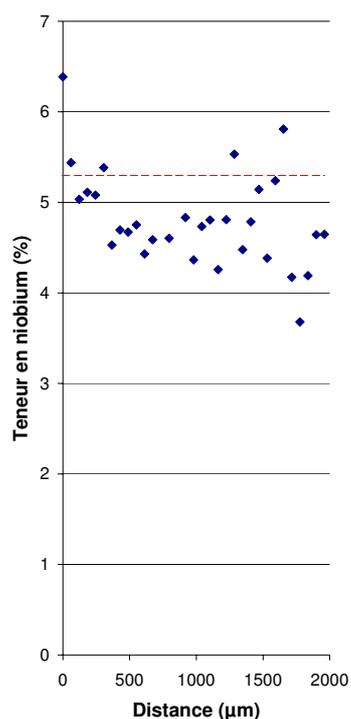


Figure III. 3-4 : Teneur en niobium dans la « shelf » Figure III. 3-5: Teneur en titane dans la « shelf »

Par conséquent, ces résultats confirment l'hypothèse que les white spots discrets, en particulier les « dirty », pourraient être formés par des morceaux de métal provenant de la « shelf » et entraînés ensuite par le métal liquide qui s'écoule.

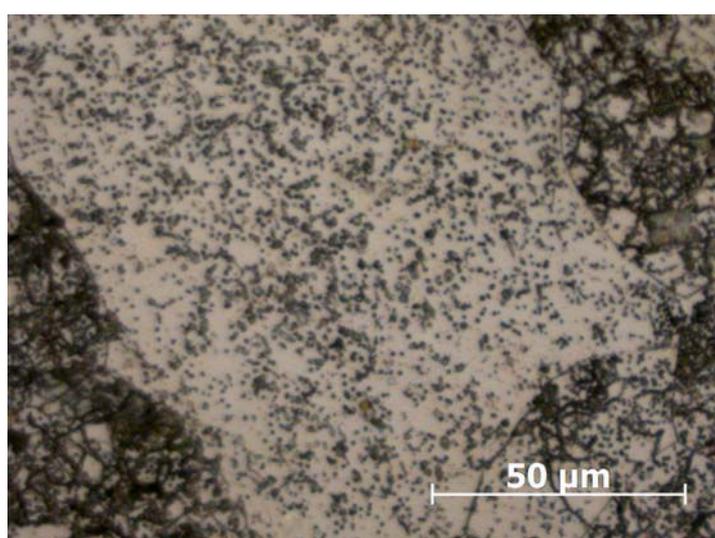


Figure III. 3-6 : Inclusions présentes dans la « shelf »

III. 3-3 La collerette du lingot

Comme nous l'avons décrit précédemment, une collerette est formée de façon continue sur le bord supérieur du lingot pendant la refusion à l'arc sous vide. Elle est ensuite partiellement fondue et intégrée dans le lingot en cours de formation. Deux « types » de collerette, « collerette du haut » et « collerette à mi-hauteur », ont été examinées dans le cadre de cette étude. Au sommet du lingot, la collerette est haute de 3-4 cm et son épaisseur est inférieure à 2 cm tandis que la « collerette à mi-hauteur » a une épaisseur de 1 mm seulement, comme le montre la figure III. 3-3. Cette grande différence de taille révèle clairement qu'une part importante de la collerette initiale fond, ou tombe peut-être dans le puits liquide.

D'après les analyses que nous avons effectuées sur la « collerette du haut », il semble que des gouttelettes soient éjectées de l'électrode pendant la fusion. Celles-ci s'empilent sur la collerette, de même que des couches de métal probablement formées par la solidification de métal du puits liquide (figure III. 3-7 a).

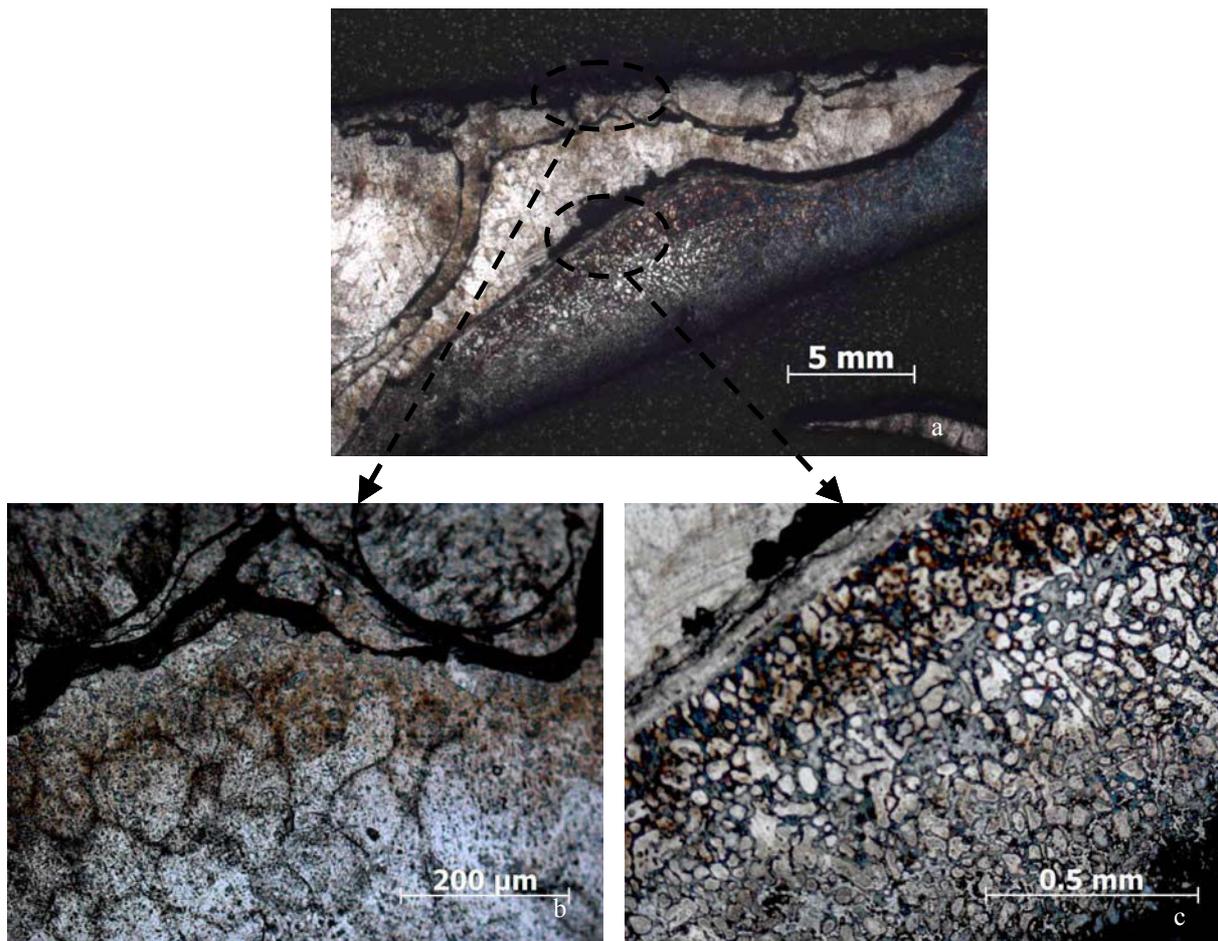


Figure III. 3-7 : Macrographies de la collerette au sommet du lingot C (réactif d'attaque : chlorure ferrique)

Une partie importante de la collerette est ainsi formée par de nombreuses gouttelettes refroidies (figure III. 3-7 b) tandis que d'autres zones sont la conséquence du refroidissement de grosses éclaboussures (figure III. 3-7 c). Dans ce dernier cas, la structure de solidification finale est dendritique ou globulaire. Le mécanisme de formation de la collerette est discontinu si bien que l'on peut observer dans celle-ci de nombreuses fissures et des trous qui favorisent bien sûr la chute de morceaux de la collerette.

L'analyse microsonde (figure III. 3-8 a) montre bien qu'une grande partie de la « collerette du haut » est fortement appauvrie en niobium (plus de 2%, par rapport à la composition nominale). Cependant, l'hétérogénéité de la collerette, conséquence de son mécanisme de formation discontinu, est confirmée par le fait que des zones enrichies en Nb sont aussi observées. De plus, la « collerette » à mi-hauteur semble avoir une composition assez différente (figure III. 3-8 b).

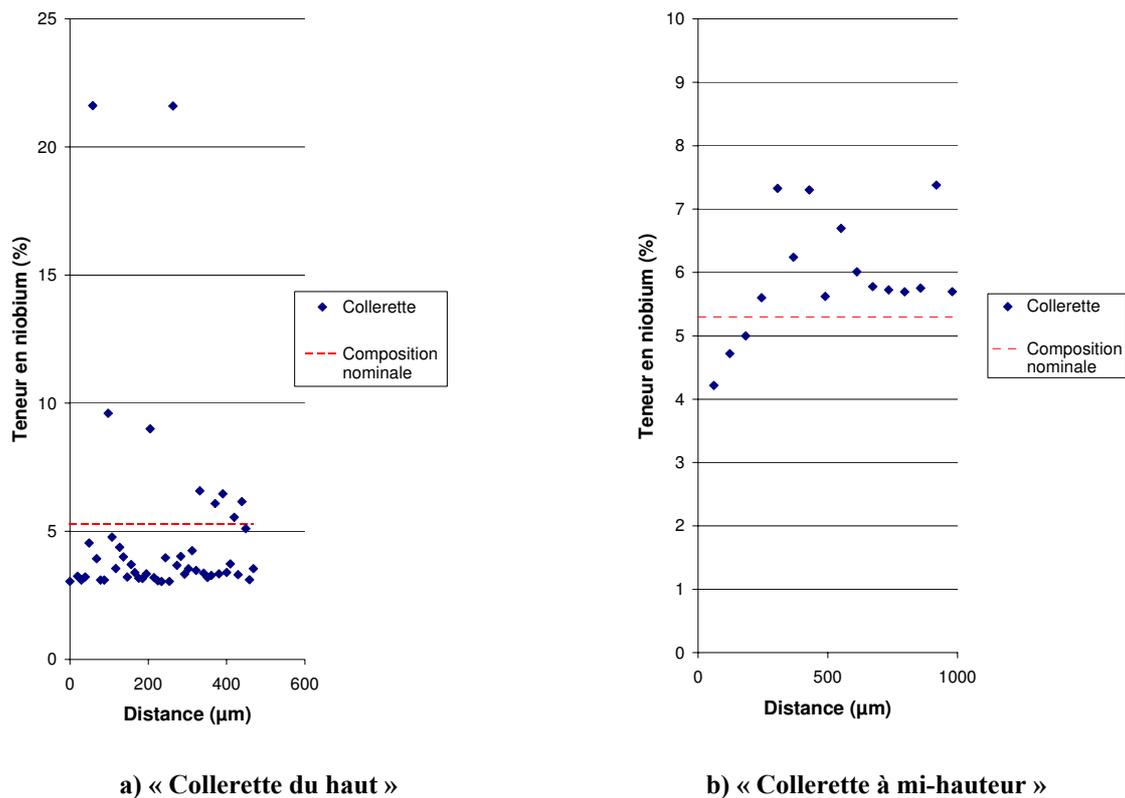


Figure III. 3-8 : Teneur en niobium dans la collerette

Une grande quantité d'inclusions non métalliques (TiN, oxydes et carbo-nitrides) a été observée dans deux échantillons de la collerette. La figure III. 3-9, par exemple, montre des

inclusions qui proviennent de la « collerette du haut ». Des analyses complémentaires montrent que les gouttelettes et les couches qui constituent la collerette sont recouvertes par de la condensation métallique (figure III. 3-10). De petites inclusions (5 μm environ) sont aussi déposées sur la surface (figure II. 3-11). Sous la couche de condensation métallique, la forme des gouttelettes refroidies est encore clairement visible sur la figure III. 3-12. Ceci permet de constater que le diamètre des gouttelettes varie entre 10 μm et 200 μm .

La structure de la condensation métallique (figure III. 3-13) est très fine (moins d'1 μm). Les microanalyses EDX ont montré que la couche de condensation contient une grande proportion de chromite (Cr_2O_3). Les particules présentes sur la surface de la collerette sont des particules d' Al_2O_3 , comme par exemple, celle située au centre de la figure III. 3-11. Elles pourraient provenir de l'étape précédente de fusion (VIM). De plus, on peut également observer des inclusions de TiN, visibles en haut à droite sur la figure III. 3-11 et également présentes dans la « collerette du haut » (figure III. 3-9).

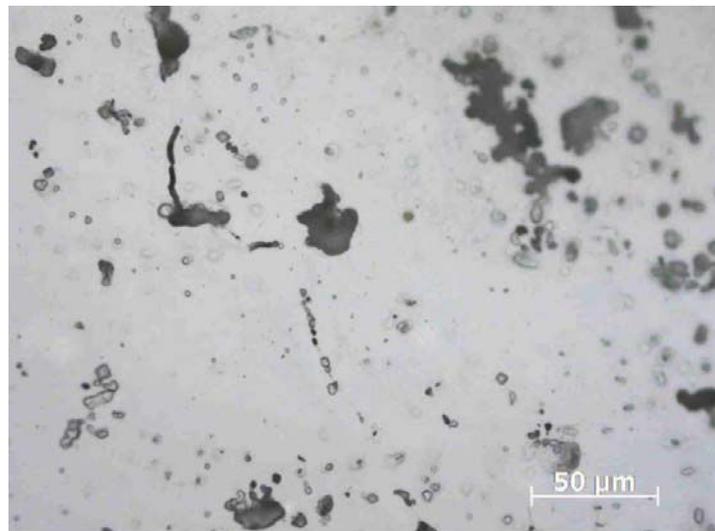


Figure III. 3-9 : Inclusions dans la « collerette du haut »

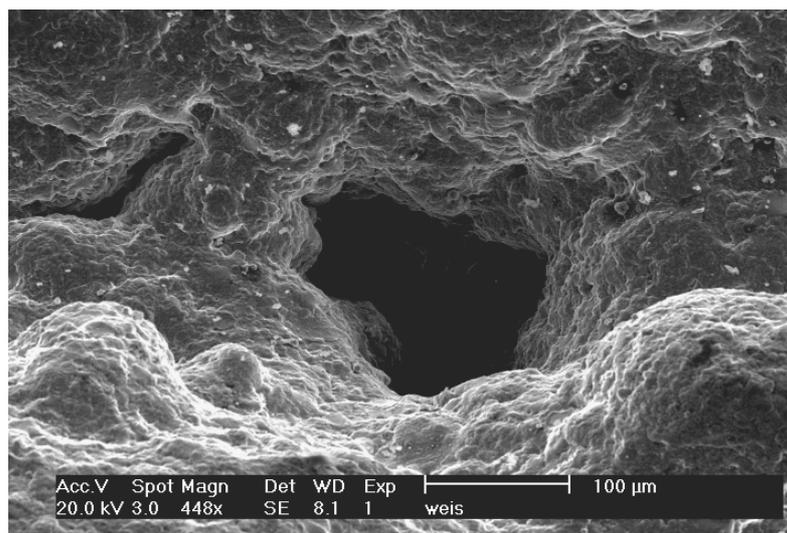


Figure III. 3-10 : Micrographie SEM – Condensation métallique sur la collerette

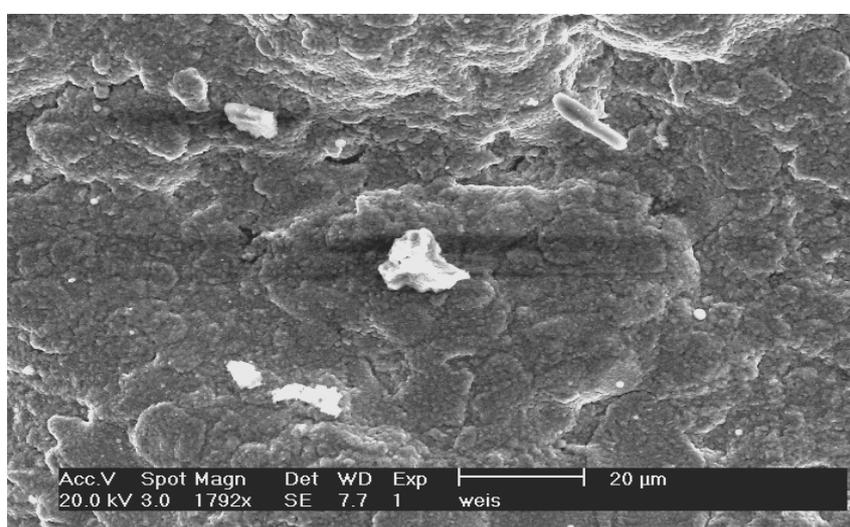


Figure III. 3-11: Micrographie MEB - inclusions sur la surface de la collerette

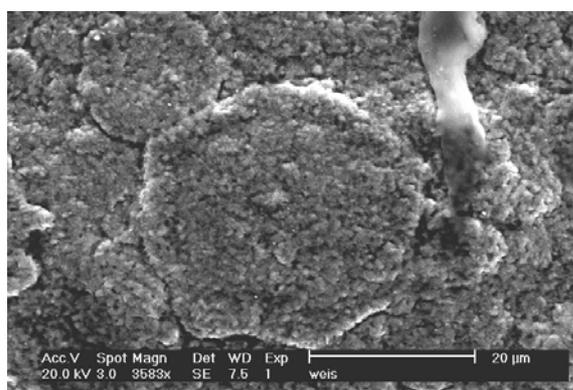


Figure III. 3-12 : Micrographie MEB - « reste » d'une gouttelette solidifiée

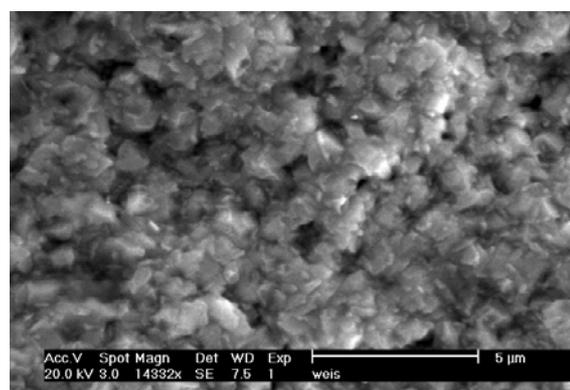


Figure III. 3-13 : Micrographie MEB - structure de la condensation

III. 4- Conclusion

Les observations que nous avons réalisées permettent de conclure que les grosses dendrites, qui ont été mises en évidence dans les deux électrodes étudiées, peuvent être responsables de la formation de white spots dendritiques si elles tombent dans le puits liquide pendant la refusion. En effet, les analyses microsonde confirment que ces dendrites sont fortement appauvries en niobium. La structure métallurgique à l'extrémité de l'électrode partiellement refondue (ex-film liquide ne présentant presque aucune grosse dendrite) suggère que ces dendrites fondent lorsqu'elles s'approchent de l'arc électrique. En outre, il est tout à fait probable que la chute de grosses dendrites soit favorisée au niveau de la retassure. Cependant, nous n'avons pu prouver que des grosses dendrites provenant de l'électrode tombaient dans le puits liquide. Néanmoins, on peut observer quelques grosses dendrites dans certains lingots VAR mais les inclusions qu'elles contiennent sont différentes de celles observées dans l'électrode. Il semble donc qu'elles ne proviennent pas de morceaux de l'électrode ayant survécu à leur séjour dans le puits liquide.

Les white spots discrets peuvent provenir du bourrelet, de la « shelf » ou de la collerette. La porosité importante du matériau au niveau du bourrelet de l'électrode partiellement refondue peut contribuer à faire tomber de petits morceaux de métal, ce phénomène pouvant être favorisé par un transfert thermique « anormal » et une mauvaise cohésion du métal dans la zone poreuse. Il est donc possible de former des white spots discrets à partir de morceaux du bourrelet. Après examen, la collerette semble être un matériau inhomogène. Elle est composée de grandes zones fortement appauvries ou enrichies en niobium et elle contient beaucoup d'inclusions qui sont formées pendant l'étape précédente (fusion VIM). De plus, la chute de morceaux de collerette dans le puits liquide est favorisée par la présence de fissures et de porosité. Ces différents éléments permettent de conclure que la collerette est une source importante de précurseurs. La région de la « shelf » présente de grandes zones ségréguées négativement, même si son degré d'appauvrissement est plus faible que celui de la collerette. Ceci signifie que la « shelf » pourrait aussi être à l'origine de white spots discrets, et spécialement des « dirty », compte-tenu de sa grande teneur en inclusions.

Tous ces résultats expérimentaux confirment les hypothèses faites dans la littérature pour expliquer la formation des white spots. Nous verrons plus loin dans le chapitre V que les informations quantitatives obtenues dans la cadre de cette thèse sont utilisées comme données d'entrée pour le modèle destiné à décrire le comportement des précurseurs dans un puits

liquide VAR. En effet, seule une approche numérique peut aider à déterminer quelle(s) source(s) est(sont) responsable(s) de la formation des white spots discrets.

Chapitre IV : Etude de la fusion d'un précurseur de « white spot » discret immobile et immergé dans un bain liquide

Dans ce chapitre, nous nous attacherons à caractériser le comportement d'une particule métallique immergée dans un bain de métal liquide. De telles particules sont par exemple les précurseurs de white spots discrets, de provenance variée (collerette, « shelf », bourrelet de l'électrode), susceptibles de causer la formation de white spots s'ils ne sont pas refondus ou dissous dans le puits liquide pendant la refusion VAR. Dans le but de valider le mécanisme de formation des white spots discrets exposé dans les chapitres précédents, nous avons développé conjointement un dispositif expérimental et un modèle numérique.

L'expérience dite « de trempage » consiste à immerger une pièce de métal (de composition proche de celle d'un précurseur de white spot discret) dans un bain liquide et a pour objectif de mesurer la cinétique de fusion et/ou de dissolution réelle de ce précurseur. Le modèle numérique, quant à lui, permet de décrire la fusion/solidification d'une particule sphérique dans un bain liquide homogène, et est donc dédié à la prédiction de l'évolution d'un précurseur dans le bain. La comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques validera le modèle et permettra d'évaluer la pertinence de l'ensemble de la démarche.

IV. 1- L'expérience « de trempage »

IV. 1-1 Dispositif et protocole expérimentaux

a) Principe de l'expérience de trempage

Comme le montre schématiquement la figure IV. 1-1, cette expérience consiste à faire tremper un échantillon de métal dont la composition est proche de celle d'un white spot (alliage 718 appauvri en éléments d'alliage) dans un puits liquide formé dans la lingotière (diamètre 100 mm) d'un four à bombardement électronique.

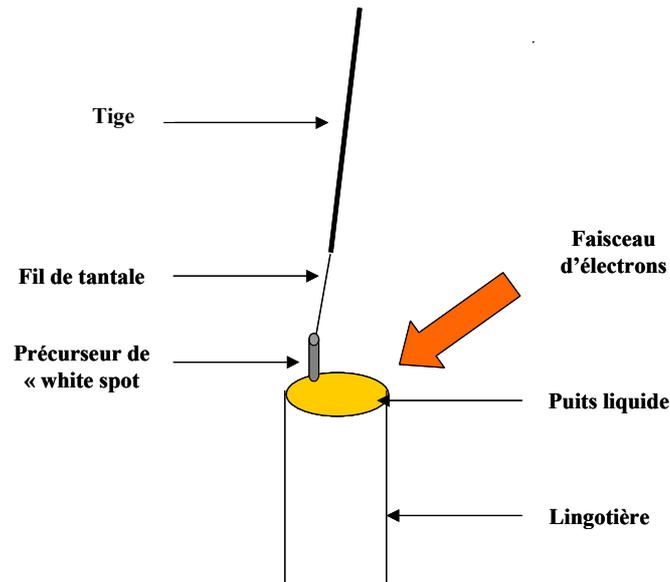


Figure IV. 1-1 : Schéma de l'expérience de trempage

L'échantillon est attaché à une tige par l'intermédiaire d'un fil métallique (tantale) afin de pouvoir récupérer, à la fin de l'expérience, la pièce qui a été immergée dans le puits liquide. La cinétique de fusion de l'échantillon est déterminée par les mesures de sa dimension et de sa masse, avant et après son immersion. Il est possible de faire varier la puissance du faisceau afin de caractériser l'influence de la surchauffe et de la vitesse du bain liquide. De plus, la position verticale de la tige au-dessus du bain peut être modifiée afin de faire varier la température initiale de l'échantillon avant l'immersion dans le bain liquide.

b) Echantillons élaborés

Du fait de leur élaboration (voir ci-dessous), les échantillons métalliques qui seront immergés dans le bain liquide sont cylindriques. Cette forme favorise la dissolution et/ou la fusion selon la direction radiale. La figure IV. 1-2 présente ainsi un échantillon de cylindrique (hauteur : 2 cm, diamètre : 5 mm), élaboré dans un four à sole froide.

La composition de ces échantillons doit correspondre à la composition typique d'un white spot discret (tableau VI. 1-1), proche, du point de vue de la teneur en niobium, des analyses réalisées en certains points de la collerette (cf. chapitre III). Elle est nettement différente de la composition nominale de l'alliage 718 élaboré par Böhler Edelstahl, qui est utilisé pour former le bain métallique liquide dans le four à bombardement électronique.



Figure IV. 1-2 : Echantillon cylindrique avant trempage

Elément	Précurseur (Samuelsson, 1990)	Alliage 718 (élaboré par Böhler)
Ni	55.70	52.10
Fe	19.21	18.50
Cr	17.71	18.00
Mo	3.20	3.00
Nb	2.96	5.30
Ti	0.62	0.95
Al	0.41	0.50

Tableau IV. 1-1 : Composition moyenne d'un précurseur et de l'alliage 718

Elaboration dans la sole froide

Après avoir été pesés avec une précision de 10^{-4} g, les éléments purs sont placés dans la sole froide (creuset refroidi à l'eau). Ensuite, sous balayage d'hélium, les matériaux sont chauffés par induction. Les forces électromagnétiques provoquent la lévitation et le brassage du bain liquide. Enfin, les échantillons cylindriques solides sont obtenus en aspirant le métal liquide avec un capillaire de 5 mm de diamètre (figure IV. 1-3).

L'utilisation de ce four permet de contrôler soigneusement la composition chimique de l'alliage, car le contact entre la charge et le creuset est limitée et l'atmosphère inerte. En outre, le brassage électromagnétique favorise une bonne homogénéisation du bain.

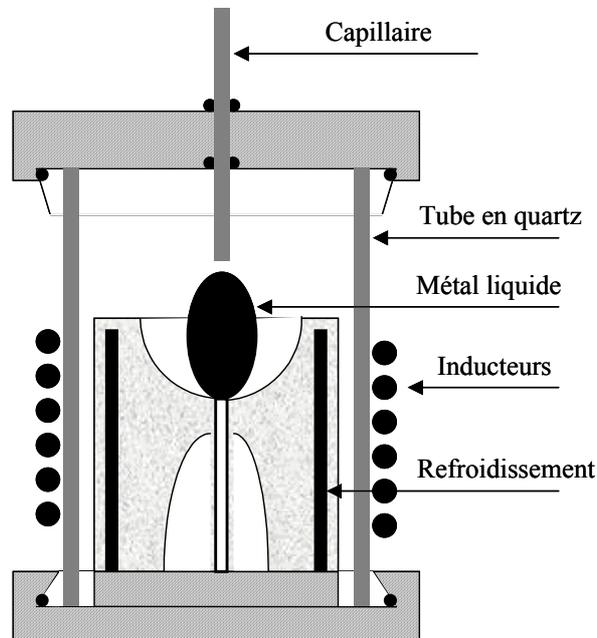


Figure IV. 1- 3 : Représentation schématique de l'élaboration des échantillons

Analyse des échantillons

La composition chimique des échantillons et leur homogénéité ont été contrôlées avec soin. Les images obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) en électrons rétrodiffusés montrent la présence de précipités aux joints de grains. Les images X réalisées avec une microsonde de Castaing révèlent clairement que ces zones, qui présentent une forte teneur en niobium, sont composées de phase de Laves (figure IV. 1-4). Ces précipités n'apparaissent pas sur les graphes de diffraction des rayons X, ce qui signifie que leur fraction volumique est très faible (inférieure à 1%). Les cylindres métalliques élaborés sont globalement homogènes.

De plus, trois tranches ont été découpées dans le bas, le milieu et le haut de deux échantillons cylindriques. La composition chimique locale de chaque section a été mesurée avec une microsonde de Castaing sur deux lignes de 50 points, distants entre eux de 100 μm . La teneur

moyenne en niobium (tableau IV. 1-2) mesurée est toujours proche de 3%, qui est la valeur recherchée.

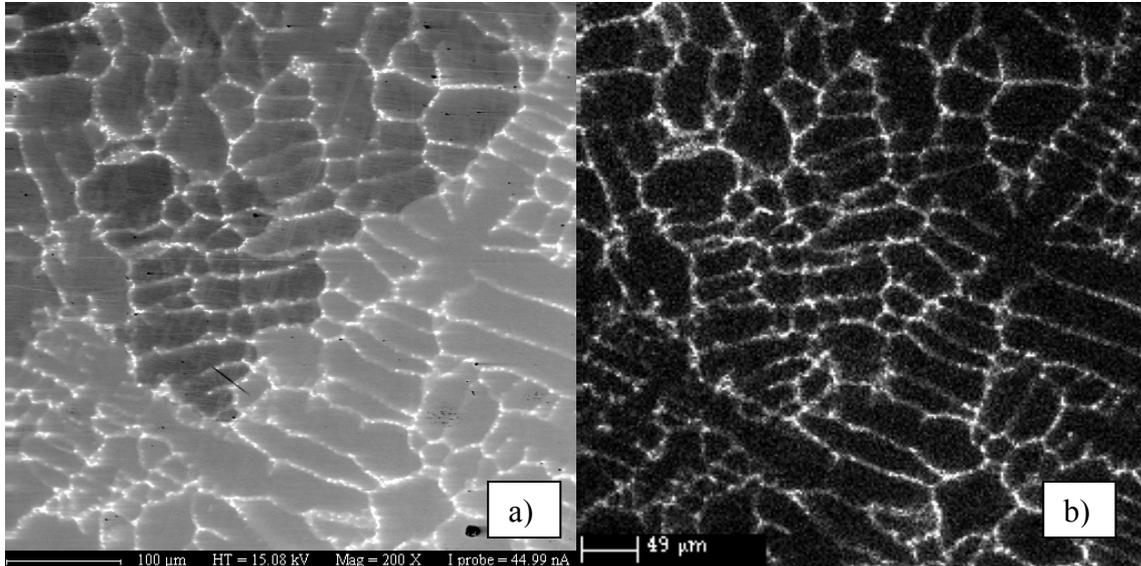


Figure IV. 1-4 : a) Image en électrons rétrodiffusés et b) image X (niobium) du même échantillon

	Teneur moyenne en niobium (wt%)	
	Lingot 1	Lingot 2
Haut	3.25	3.04
Milieu	3.08	3.00
Bas		2.89

Tableau IV. 1-2 : Teneur moyenne en niobium à différentes localisations dans les échantillons

c) Protocole expérimental

Avant d'être attachés à la tige métallique, les cylindres élaborés dans la sole froide sont frottés au papier abrasif afin d'enlever les restes de silice en provenance du capillaire utilisé. La hauteur de l'échantillon (précision de 10^{-2} cm) est mesurée, ainsi que sa masse, avec une précision de 10^{-2} g.

Le sommet d'un petit lingot d'alliage 718 est fondu par un faisceau d'électrons qui suit un motif en forme de disque (rayon du disque = 26 mm pour un rayon de lingotière = 50 mm) ou est concentré au centre du lingot. Par conséquent, il est possible d'immerger le précurseur à une distance de la lingotière égale à environ un quart de rayon dans le premier cas (figure IV. 1-5) et à mi-rayon dans le second cas sans risquer une fusion directe par le faisceau.

Dans toutes les expériences, le sommet du lingot est balayé par le faisceau selon le motif choisi pendant 11 minutes avant le trempage de l'échantillon. La température de surface du bain liquide est mesurée avec un pyromètre optique bicolore juste avant l'immersion, à une distance d'un quart de rayon de la lingotière (dans le cas où le motif suivi par le faisceau est un disque) et à mi-rayon (dans le cas d'un spot centré).

Les expériences de trempage sont enregistrées (20 images/s), afin de déterminer précisément la durée de l'immersion, i.e. le temps écoulé entre le moment où le premier solide pénètre dans le bain liquide et le moment où le précurseur est complètement sorti du bain. En outre, des essais ont été réalisés spécialement pour mesurer la température des échantillons avant le trempage (i.e. après un temps de préchauffage de 11 minutes) en utilisant des thermocouples embarqués.

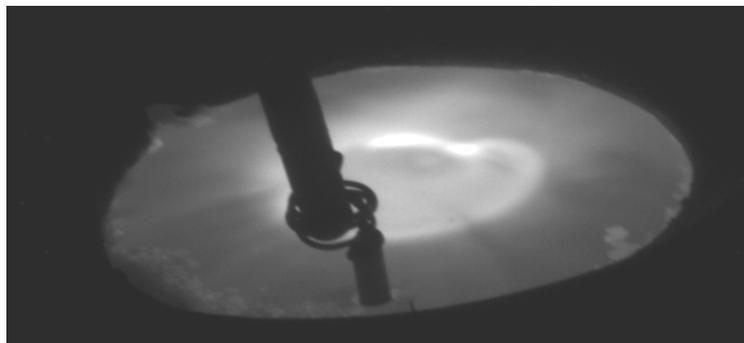


Figure IV. 1-5 : Photographie d'une expérience de trempage

IV. 1-2 Résultats expérimentaux

a) Etude préliminaire : puits liquides formés dans le four à bombardement électronique

Les expériences ont été menées dans la lingotière de 10 cm de diamètre, pour trois conditions opératoires différentes décrites dans le tableau IV. 1-3. Dans tous les cas, le matériau fondu

était un lingot cylindrique d'alliage 718, haut de 6 cm, placé au-dessus d'un second lingot afin de minimiser le refroidissement, et de ce fait maximiser la profondeur du puits liquide.

	Puissance (kW)	Motif	Position de l'immersion
Cas 1	7	Spot centré	2.5 cm du centre du bain
Cas 2	15	Disque centré (diamètre de 5 cm)	3.75 cm du centre du bain
Cas 3	19	Disque centré (diamètre de 5 cm)	3.75 cm du centre du bain

Tableau IV. 1-3 : Conditions opératoires utilisées dans le four à bombardement électronique pour les expériences de trempage

Dans un premier temps, nous avons cherché à déterminer le comportement thermique et hydrodynamique des puits liquides correspondants. Des fusions tests ont été par conséquent réalisées préalablement pour déterminer les profils des puits, pour les trois conditions opératoires. Après refroidissement, les lingots ont été découpés et attaqués avec le réactif Canada (voir chapitre III) afin de visualiser les puits liquides. Il faut remarquer que, dans le premier cas (plus faible puissance), le puits liquide est très peu profond, moins de 1 cm, ce qui ne permettra pas d'immerger une partie importante de l'échantillon dans le métal.

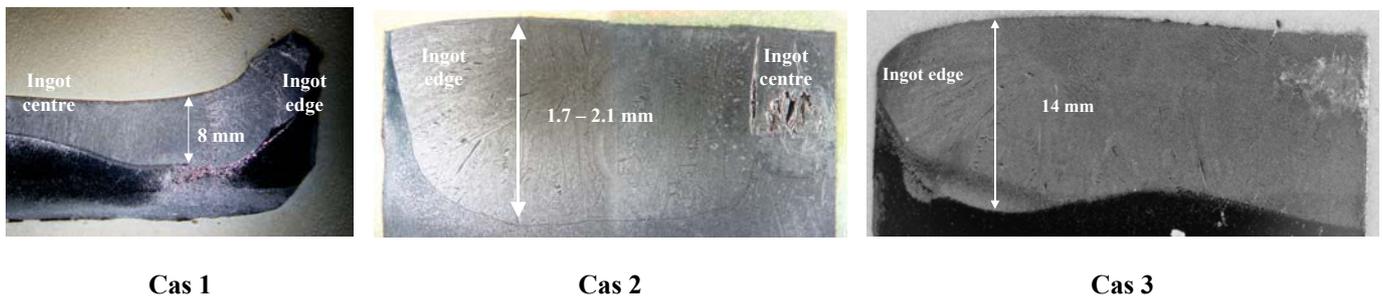


Figure IV. 1-6 : Coupes longitudinales des lingots fondus pour les différentes conditions opératoires

Rappelons également que, pendant les expériences de trempage, la température de la surface du liquide était mesurée au point d'immersion, juste avant celle-ci. Les valeurs moyennes font l'objet du tableau IV. 1-4.

	Température de surface (°C)
Cas 1	1520
Cas 2	1678
Cas 3	1820

Tableau IV. 1-4 : Température à la surface du puits mesurée à l'emplacement du trempage

Un modèle mathématique de la solidification du lingot dans les procédés de fusion par faisceau d'électrons a été développé il y a plusieurs années au LSG2M (Bellot, 1997). Basé sur des hypothèses physiques et sur une approche numérique similaires à celle du code SOLAR, le logiciel BINGO peut prédire le comportement thermique et hydrodynamique du puits liquide pour les différentes conditions opératoires choisies pour les expériences de trempage. La comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques (i.e. entre les figures IV. 1-6 et IV. 1-7) révèle que les profondeurs de puits sont systématiquement surestimées par le modèle. Cependant, l'évolution qualitative de la forme du puits et de sa profondeur en fonction de la puissance et du motif du faisceau d'électrons est prédite correctement : quand la puissance augmente, le puits devient plus profond et le contact entre le liquide et la lingotière est amélioré.

D'après la figure IV. 1-7, quels que soient les motifs et les puissances de faisceaux utilisés, la boucle de recirculation de métal liquide causée par l'effet Marangoni (convection thermocapillaire) transporte le métal chaud vers la lingotière. De manière a priori surprenante, l'augmentation de puissance entre les cas 2 et 3 ne se traduit pas par une plus grande profondeur du puits liquide au centre du lingot. En effet, à cause de l'augmentation de vitesse, le transport de chaleur par convection creuse le puits au voisinage de la paroi de la lingotière et améliore le contact, sans avoir d'effet notable sur la profondeur au centre. On peut déduire des figures IV. 1-8 et IV. 1-9 que la température de surface du puits, ainsi que le profil vertical de température aux points d'immersion dépendent évidemment des conditions opératoires. Dans tous les cas, le gradient thermique vertical (i.e. la différence de température du métal liquide entre le sommet et la base de l'échantillon immergé) prédit par le modèle est très important.

Cependant, les températures prédites à la surface du puits sont très inférieures aux mesures. Il faut indiquer qu'une certaine incertitude expérimentale est due au pyromètre lui-même

puisque la température est mesurée sur un spot de 1 cm de diamètre dans la configuration de l'expérience de trempage. En tout état de cause, la raison de cette différence entre modèle et expérience n'est pas complètement comprise.

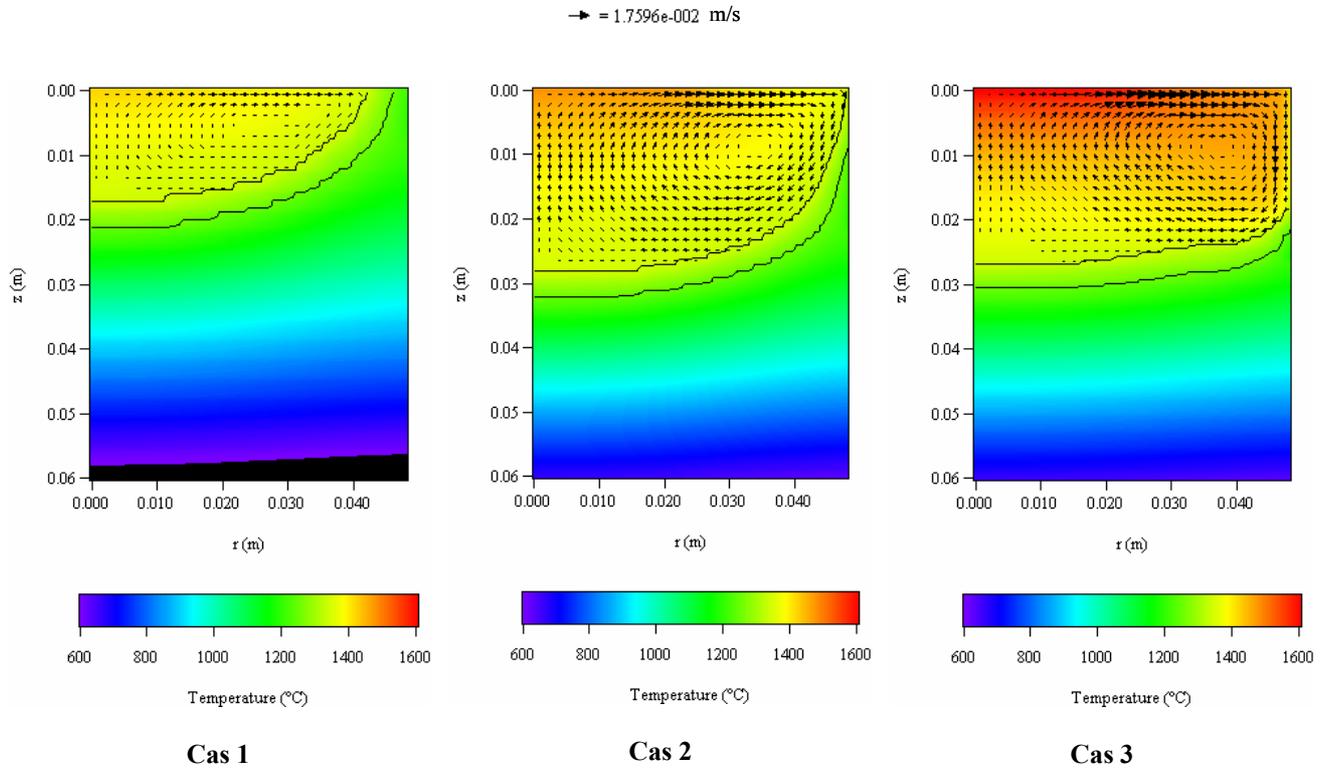


Figure IV. 1- 7 : Cartes de températures et de vitesses prédites par le modèle BINGO pour les différentes conditions opératoires

D'après les mesures expérimentales et la simulation numérique, nous pouvons conclure que, dans tous les cas, le puits liquide demeure peu profond et que son comportement thermohydrodynamique est très hétérogène. Comme cette situation est inhérente à l'utilisation d'un four à bombardement électronique, il n'a d'ailleurs jamais été possible de tremper complètement le précurseur ; de ce fait, la reproductibilité des essais est assez médiocre. De plus, toute modification des conditions opératoires (puissance totale et motif du faisceau) conduit à des changements dans les champs de température et de vitesse. Par conséquent, l'influence d'un paramètre unique tel que la surchauffe ou la vitesse du fluide sur la cinétique de fusion ne peut être directement déduite des expériences de trempage.

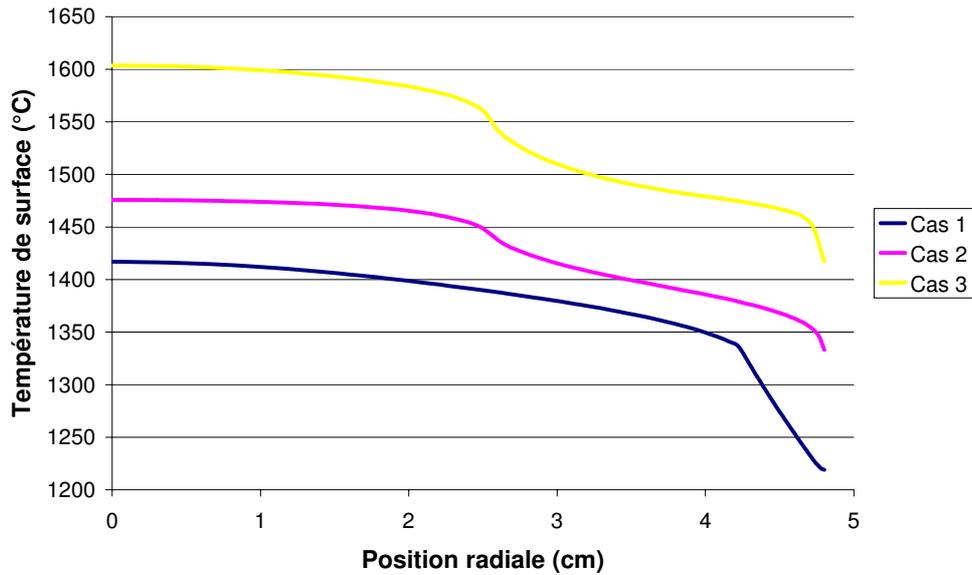


Figure IV. 1-8 : Températures à la surface du bain prédites par le modèle pour les différentes conditions opératoires

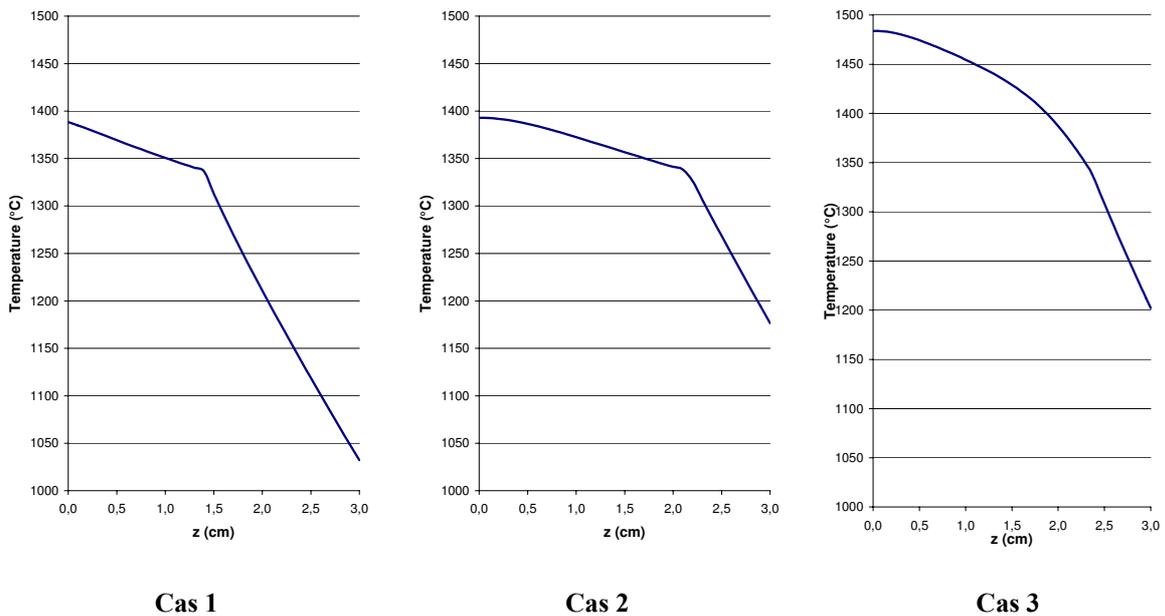


Figure IV. 1-9 : Profils verticaux de température dans le métal liquide à l'endroit du trempage pour les différentes conditions opératoires

b) Résultats des expériences de trempage

Comme on peut le remarquer sur la figure IV. 1-10, la forme des précurseurs, après leur immersion, est très variable. Un résultat important est que, quelles que soient la puissance du

faisceau d'électrons et la température initiale de la particule, le temps nécessaire pour faire disparaître complètement la partie immergée de l'échantillon est inférieure à 15 secondes. Cette faible valeur indique que le phénomène responsable de cette disparition est la fusion provoquée par le transfert de chaleur, et que tout phénomène de dissolution peut être négligé. En outre, nous pouvons observer qu'une partie du métal liquide se solidifie autour des échantillons lorsque le temps d'immersion est court, alors que les précurseurs au contact du métal liquide pendant une plus longue période sont partiellement fondus. Cette fusion semble se produire principalement juste en dessous de la surface du puits et dans une direction privilégiée. Ceci est très probablement due au comportement hydrodynamique et thermique du puits liquide (voir ci-dessus). En effet, à cause de la faible profondeur du puits (environ 2 cm dans notre four de laboratoire), la température en fond de puits est très inférieure à la température de surface. Par ailleurs, l'effet Marangoni favorise un mouvement centrifuge important au niveau de la surface du liquide, d'où la dissymétrie du processus de fusion.



Figure IV. 1-10 : Exemples de précurseurs après immersion

Comme le dispositif expérimental ne permet pas de contrôler précisément les conditions locales pendant les expériences, la variation relative de la masse globale a été choisie comme paramètre représentatif de la cinétique de fusion.

Il est défini comme suit :

$$\%m = \frac{m_f - m_i}{m_i} \quad (\text{IV. 1})$$

où m_i est la masse initiale de la partie immergée du précurseur et m_f sa masse finale après immersion.

Cinétiques de fusion déterminées par l'expérience

Des résultats expérimentaux typiques sont regroupés dans la figure IV. 1-11. Ils montrent que le métal liquide se solidifie tout d'abord autour du précurseur puisque sa masse augmente. Ensuite, lorsque il a atteint une température suffisante, le nouveau système « initial » (échantillon + métal solidifié) fond.

La solidification du métal liquide autour de l'échantillon se produit dès que ce dernier est plongé dans le puits liquide. Malheureusement, le dispositif expérimental ne permet pas de retirer facilement le précurseur en moins de 3 secondes, si bien que le phénomène de solidification et le début de la fusion ne peuvent être capturés.

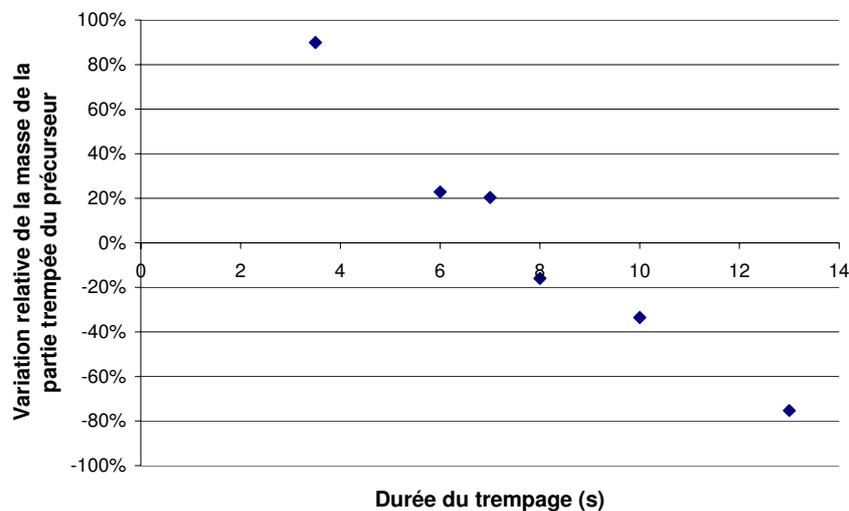


Figure IV. 1-11 : Variation relative de la masse globale en fonction de la durée de l'immersion (motif : spot centré, puissance du faisceau = 7 kW)

Influence de la température initiale de l'échantillon

Afin de caractériser l'influence de la température initiale du précurseur sur la cinétique de fusion, les échantillons cylindriques ont été suspendus à deux hauteurs différentes (cas a et b) au-dessus du puits liquide pendant le préchauffage. Comme on l'a vu précédemment, la température de l'échantillon est mesurée à la fin de la période de préchauffage en utilisant des thermocouples embarqués. Ces mesures font l'objet du tableau IV. 1-5.

	Hauteur initiale au-dessus du puits liquide (m)	Température initiale du précurseur (°C)
Cas a	46	200
Cas b	33	275

Tableau IV. 1-5 : Température initiale de l'échantillon après le préchauffage pour deux hauteurs différentes au-dessus du puits liquide (puissance du faisceau = 15 kW)

Dans les deux cas, les résultats présentés dans la figure IV. 1-12 montrent que, là encore, la fusion globale est bien composée d'une solidification préliminaire du métal liquide autour de l'échantillon, suivie de la fusion réelle du précurseur. La différence de température initiale ne semble pas avoir d'influence très importante sur la cinétique de fusion.

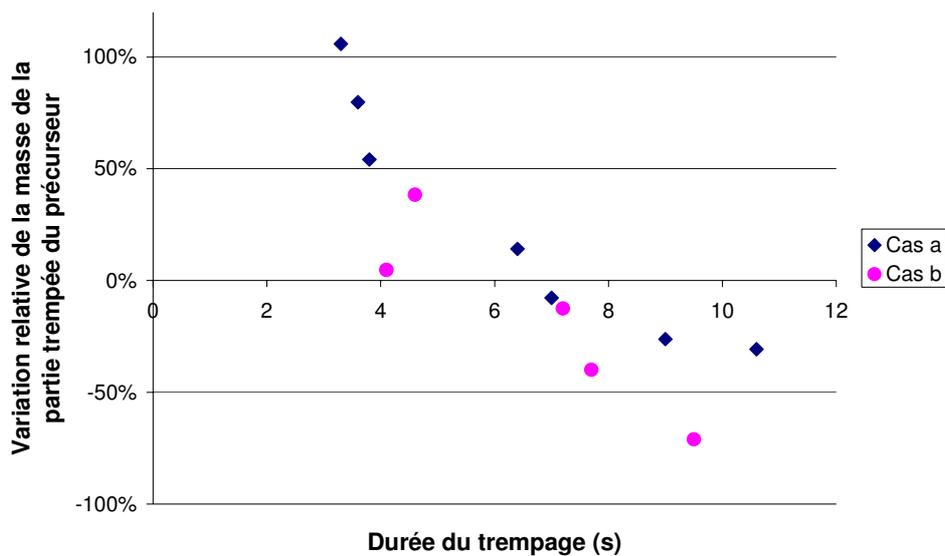


Figure IV. 1-12 : Variation relative de la masse globale en fonction de la durée de l'immersion (motif : disque, puissance du faisceau = 15 kW)

Influence de la puissance du faisceau d'électrons

Deux puissances de faisceau (15 et 19 kW) ont été utilisées pour caractériser les influences combinées de la surchauffe et de la vitesse du fluide. Comme nous l'avons mentionné auparavant, le dispositif expérimental ne permet pas de distinguer l'influence de chacun de ces paramètres. Le tableau IV. 1-6 résume les valeurs moyennes des températures initiales des précurseurs et de la surface du bain mesurées dans ce dernier cas à une distance de la lingotière égale à environ un quart de rayon. Une puissance plus élevée du faisceau augmente

évidemment la température de l'échantillon avant immersion ; cependant, comme on l'a vu ci-dessus, cet effet est probablement négligeable en comparaison avec l'augmentation de la surchauffe et de la vitesse du métal liquide.

En dépit des difficultés et des incertitudes liées aux expériences, les mesures de la variation relative de la masse globale, reportées dans la figure IV. 1-13, indiquent qu'une puissance de faisceau plus élevée semble nettement accélérer la fusion des échantillons. Il faut noter qu'une expérience a pu être réalisée avec un très court temps d'immersion, dans le cas où la puissance du faisceau est la plus élevée. Le résultat confirme que le processus de solidification se produit très rapidement au début de l'expérience.

Puissance du faisceau (kW)	Température de l'échantillon (°C)	Température de la surface du puits (°C)
15	200	1678
19	245	1820

Tableau IV. 1-6 : Températures initiales des précurseurs et de la surface du bain

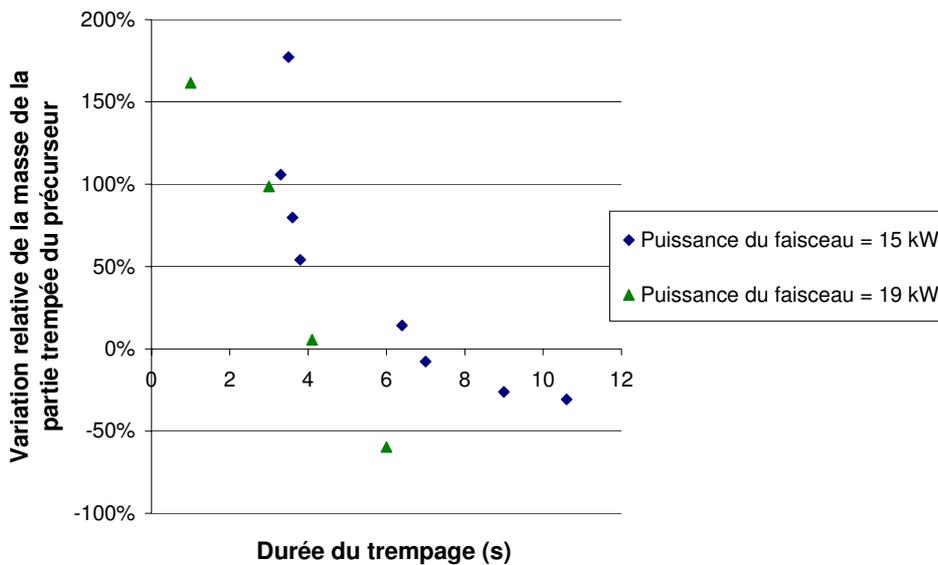


Figure IV. 1-13 : Variation relative de la masse globale en fonction de la durée de l'immersion (motif : disque)

IV. 2- Modélisation de la fusion/solidification d'une particule

Dans le but de simuler précisément le comportement d'un précurseur de white spot dans le puits liquide d'un lingot VAR, un modèle numérique a été développé tout d'abord pour décrire le transfert thermique, ainsi que les phénomènes de fusion/solidification à l'intérieur d'une particule sphérique immobile qui est immergée dans un bain liquide. Ce paragraphe est principalement consacré aux résultats numériques.

IV. 2-1 Présentation du modèle

La description de l'évolution thermique d'un précurseur dans un bain liquide est développé dans une géométrie sphérique 1D (dimension radiale). Le modèle tient compte du transfert thermique dans la particule solide et dans le métal liquide qui l'entoure, comme le montre la figure IV. 2-1, ainsi que de la fusion et/ou solidification, en se basant sur les hypothèses suivantes:

- La température de la surface externe de la couche limite est celle du bain liquide,
- L'équilibre local thermodynamique (ELT) est établi instantanément à l'interface liquide/solide.

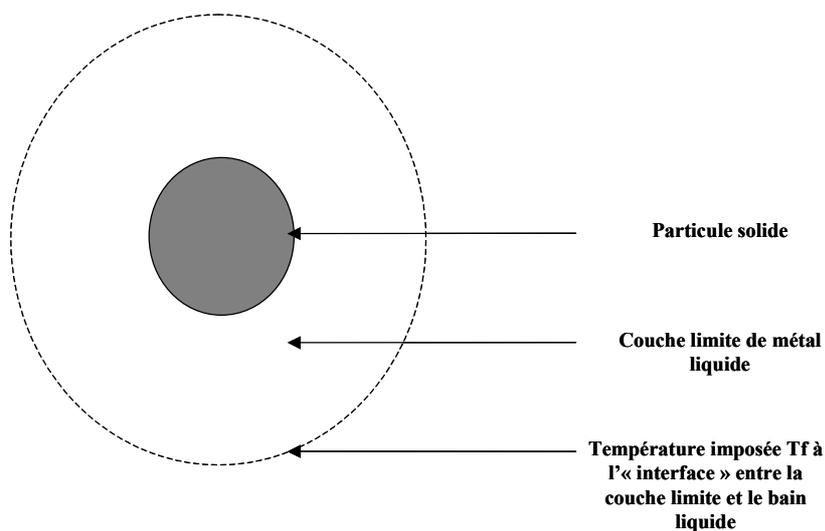


Figure IV. 2-1 : Représentation schématique du système (particule + couche limite de métal liquide) à modéliser

a) Equation de transfert de chaleur

Le transfert thermique à l'intérieur de la particule et de la couche limite de métal liquide est représenté par l'équation aux dérivés partielles :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left(kr^2 \frac{\partial T}{\partial r} \right) + S \quad (\text{IV. 2})$$

avec : T la température au point r, ρ la densité du matériau, k sa conductivité thermique, C_p sa chaleur spécifique et S un terme source qui permet de tenir compte du changement de phase :

$$S = -\rho L \frac{dgl}{dt} \quad (\text{IV. 3})$$

avec : L la chaleur latente du matériau et gl la fraction liquide au point r.

b) Conditions aux limites

L'influence de l'hydrodynamique du fluide sur le transfert thermique entre la particule et le bain liquide est prise en compte par l'intermédiaire de l'épaisseur de la couche limite e_{sl} , reliée au nombre de Nusselt Nu et au diamètre D_p de la particule :

$$e_{sl} = \frac{D_p}{Nu} \quad (\text{IV. 4})$$

Le nombre de Nusselt est calculé à partir de l'équation de Ranz-Marshall, qui peut s'appliquer dans le cas de la convection forcée autour d'une particule sphérique (Ranz, 1952) :

$$Nu = 2.0 + 0.6 Re^{1/2} Pr^{1/3} \quad (\text{IV. 5})$$

où Re est le nombre de Reynolds et Pr le nombre de Prandtl.

La surface externe de la couche limite, où la température est imposée égale à la température du bain, est distante de e_{sl} de la surface de la particule.

c) Changements de phase (fusion et solidification)

Le chemin de solidification de l'alliage 718, i.e. les températures de changement de phase ainsi que la relation $gl = f(T)$, a été déterminé (Jardy, 1984) par diverses mesures (ATD, TSD, ...). L'évolution de la fraction liquide en fonction de la température est assez bien décrite par l'équation suivante :

$$gl(T) = \left(\frac{T - T_{sol}}{T_{liq} - T_{sol}} \right)^2 \quad (IV. 6)$$

où T_{sol} est la température de solidus et T_{liq} la température de liquidus.

On sait que les précurseurs de white spots sont appauvris en éléments durcissants (Nb, Ti), connus pour avoir une influence sur le chemin de solidification. A partir du diagramme de solidification de Knorovsky (Knorovsky, 1989), l'intervalle de solidification du matériau qui constitue le précurseur peut être recalculé en fonction de sa teneur en niobium.

d) Résolution numérique

L'organigramme suivant (figure IV. 2-2) présente les étapes successives du calcul de la température et de la fraction liquide en régime transitoire dans la particule et la couche limite, ainsi que la détermination du rayon de la particule.

A chaque pas de temps, les opérations suivantes sont réalisées :

Tout d'abord, l'épaisseur de la couche limite est calculée à partir des équations (IV. 4) et (IV. 5), et le système particule solide + couche limite est maillé. Ensuite, l'équation du transfert thermique (IV. 2) est résolue avec l'aide des équations (IV. 3) et (IV. 6), en utilisant une méthode classique de volumes finis. La température et la fraction liquide doivent être calculées en tout point, c'est à dire en chaque nœud du maillage. Finalement, le système à modéliser est redéfini : si la fraction liquide d'une cellule de maillage dans la couche limite devient inférieure à 0,5, cette cellule est supposée solide et le rayon R de la particule augmente. Inversement, si la fraction liquide d'une cellule de maillage dans la particule devient supérieure à 0,5, le modèle la considère comme liquide et le rayon de la particule décroît. Il faut noter que le pas de temps est divisé par deux autant de fois que nécessaire pour que le bilan thermique global recalculé par le modèle soit vérifié.

Au pas de temps suivant, la nouvelle valeur de l'épaisseur de la couche limite e_{sl} est calculée à partir des équations (IV. 4) et (IV. 5). Si $(R + e_{sl})$ augmente, le système (particule + fluide) est remaillé et le nombre total de nœuds augmente. Si, par contre, $(R + e_{sl})$ diminue, on procède à l'ablation des mailles dont la température est supérieure à $(T_f - \varepsilon)$, où T_f est la température du bain liquide et $\varepsilon = 1.10^{-4}$ °C, afin d'assurer la conservation de l'enthalpie totale du système {particule + couche limite de métal liquide}.

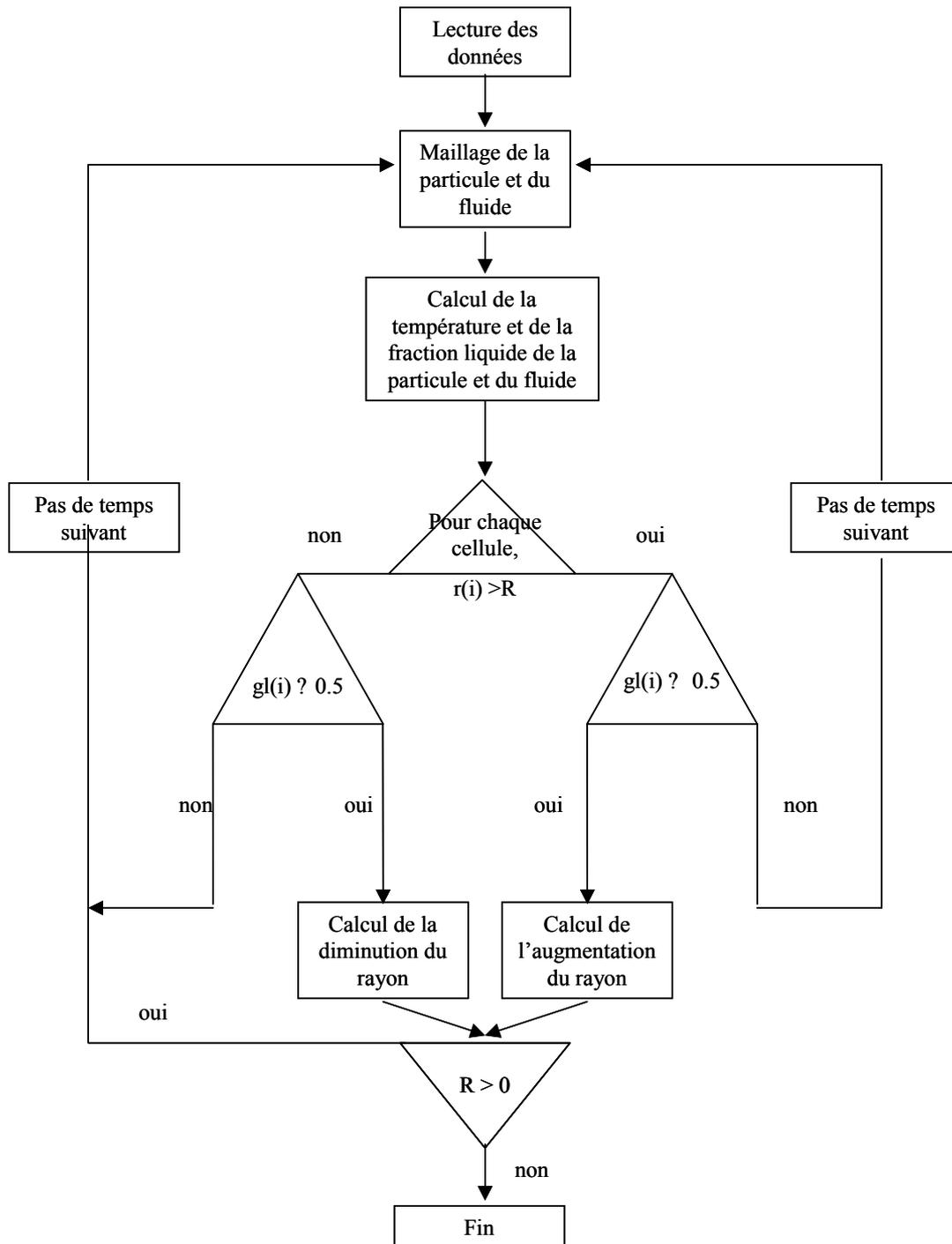


Figure IV. 2-2 : Organigramme du modèle de fusion/solidification

IV. 2-2- Résultats numériques

Le but de ce paragraphe est tout d'abord de décrire la cinétique de fusion d'un précurseur dans un bain liquide d'alliage 718, prédite par le modèle présenté ci-dessus, et de déterminer

ensuite l'influence de différents paramètres relatifs au comportement du bain ou à l'état initial de la particule.

a) Cinétique de fusion prédite par le modèle

Nous considérons ici le cas d'un précurseur sphérique totalement immergé dans du métal (alliage 718) liquide. Le diamètre initial de la particule est de 7 mm. Cette valeur a été choisie afin que le rapport surface/volume initial soit identique à celui de la partie immergée des échantillons cylindriques pendant les expériences de trempage. La teneur en niobium de la particule est de 4%, d'où un intervalle de solidification de 1293-1353°C.

Dans les paragraphes suivants, cet exemple sera utilisé comme cas de référence. Les paramètres de référence sont listés dans le tableau IV. 2-1. Les propriétés thermodynamiques de l'alliage 718 ont déjà été déterminées par ailleurs (voir annexe I).

Température du métal liquide (°C)	1400
Vitesse du fluide (m/s)	0.01
Diamètre initial de la particule (mm)	7
Teneur de la particule en niobium (%)	4
Température initiale de la particule (°C)	200

Tableau IV. 2-1 : Données du modèle pour le cas de référence

On peut distinguer facilement quatre étapes dans l'évolution calculée de la taille de la particule, à partir de l'instant initial (figure IV. 2-3).

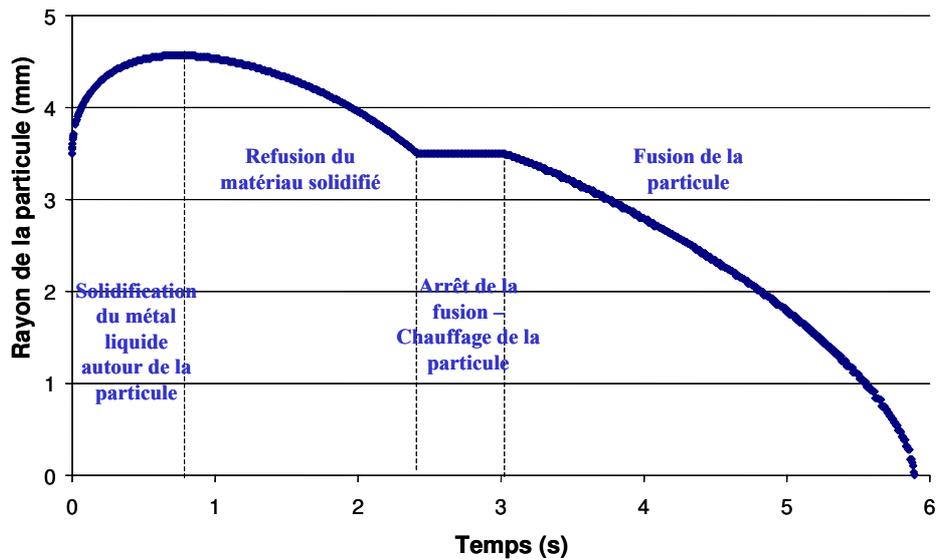


Figure IV. 2-3 : Cinétique, prédite par le modèle, de la fusion d'une particule sphérique (précurseur de white spot) entourée d'alliage 718 liquide

Le modèle prédit une augmentation initiale du diamètre de la particule : comme celle-ci est plus froide que le liquide, le métal qui l'entourne se solidifie, ce qui retarde la fusion effective de la particule. Dans une seconde étape, le matériau solidifié refond et le diamètre de la particule revient à sa valeur initiale. Comme les températures de changement de phase du précurseur sont supérieures à celles du matériau solidifié, la fusion est stoppée pendant la troisième étape jusqu'à ce que la particule soit finalement suffisamment chauffée pour fondre.

En dépit des nombreuses différences (géométrie du précurseur, température initiale, immersion partielle/totale, etc.) entre les expériences de trempage présentées au paragraphe IV. 1 et le modèle numérique, la comparaison entre les figures IV. 2-3 et IV. 1-13 permet de conclure qualitativement que ce simple modèle saisit probablement les phénomènes les plus importants qui contrôlent la cinétique de la fusion d'un précurseur de white spot dans l'alliage liquide. En particulier, il est nécessaire de prendre en compte la solidification du métal liquide autour de la particule afin de déterminer avec une certaine précision le comportement d'un précurseur réel pendant la refusion à l'arc.

La figure IV. 2-4 permet d'observer le refroidissement du liquide autour de la particule ($t = 0.5s$), suivi d'un réchauffement ($t = 2s$), alors que la température à l'intérieur de la particule ne cesse d'augmenter. Pendant toute l'opération, l'épaisseur de la couche limite prédite par le modèle varie continûment puisque elle est directement liée au rayon de la particule (équation IV. 4).

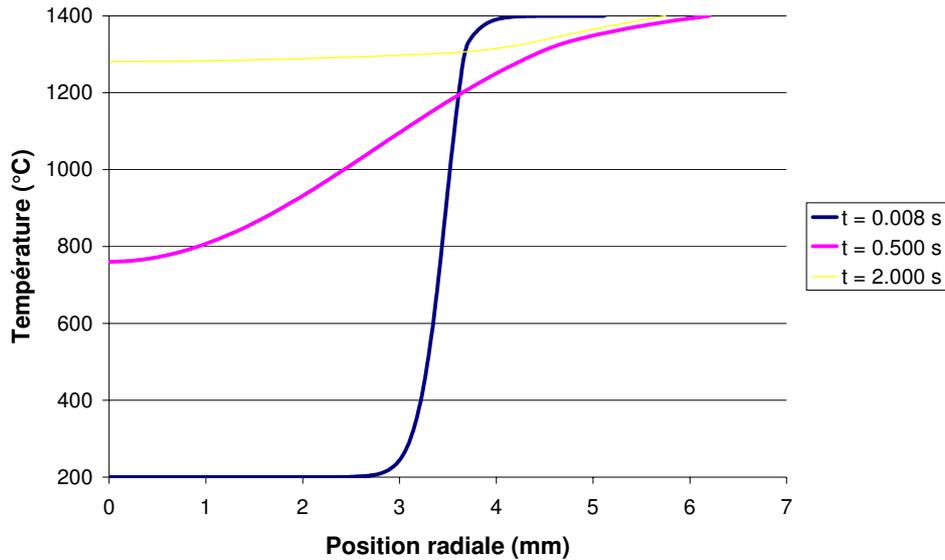


Figure IV. 2-4 : Température prédite par le modèle dans la particule et dans la couche limite au début de l'opération

b) Influence de la température du bain et de la vitesse relative fluide/solide

Une augmentation de la température du bain liquide accélère fortement la cinétique de fusion prédite (figure IV. 2-5). Chacune des quatre étapes est écourtée, car une température plus élevée du métal liquide conduit à une solidification moins importante autour de la particule et à un échauffement plus rapide de cette dernière.

Les figures IV. 2-6 et IV. 2-7 rendent compte de l'évolution, prédite par le modèle, du rayon de la particule et du profil de température dans la particule et la couche limite à différents moments, pour des vitesses différentes du fluide. L'augmentation de la vitesse du fluide contribue à accélérer la cinétique globale de la fusion (figure IV. 2-6). En effet, la vitesse relative entre la particule et le liquide qui l'entoure influence directement l'épaisseur de la couche limite (équations IV. 4 et IV. 5) et, par conséquent, les profils de température dans la particule et le liquide qui l'entoure, comme on peut le remarquer sur la figure IV. 2-7. La dépendance prédite de la durée de la fusion avec la vitesse relative est en parfait accord avec les calculs réalisés précédemment par Erdeljac et al. (Erdeljac, 1985).

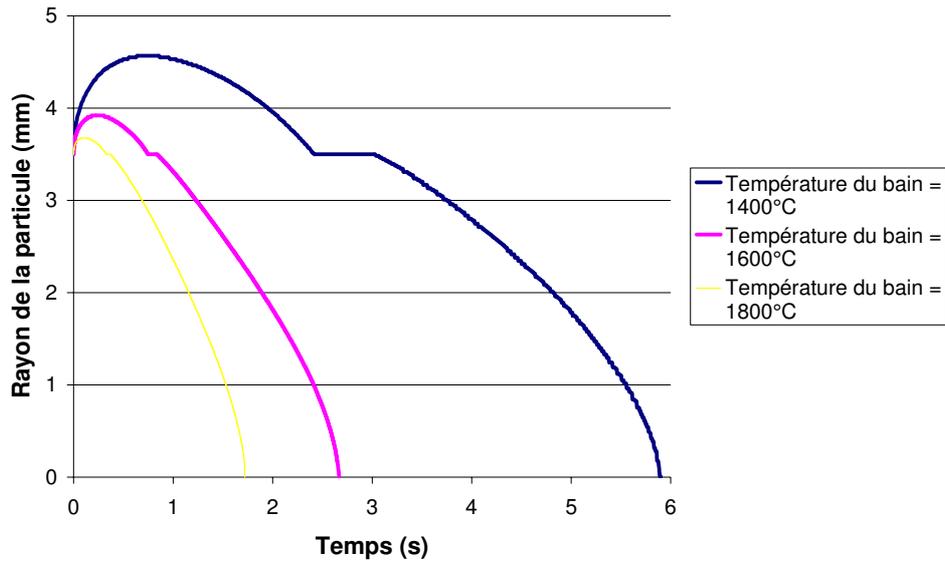


Figure IV. 2-5 : Cinétique de fusion prédite par le modèle en fonction de la température du bain liquide

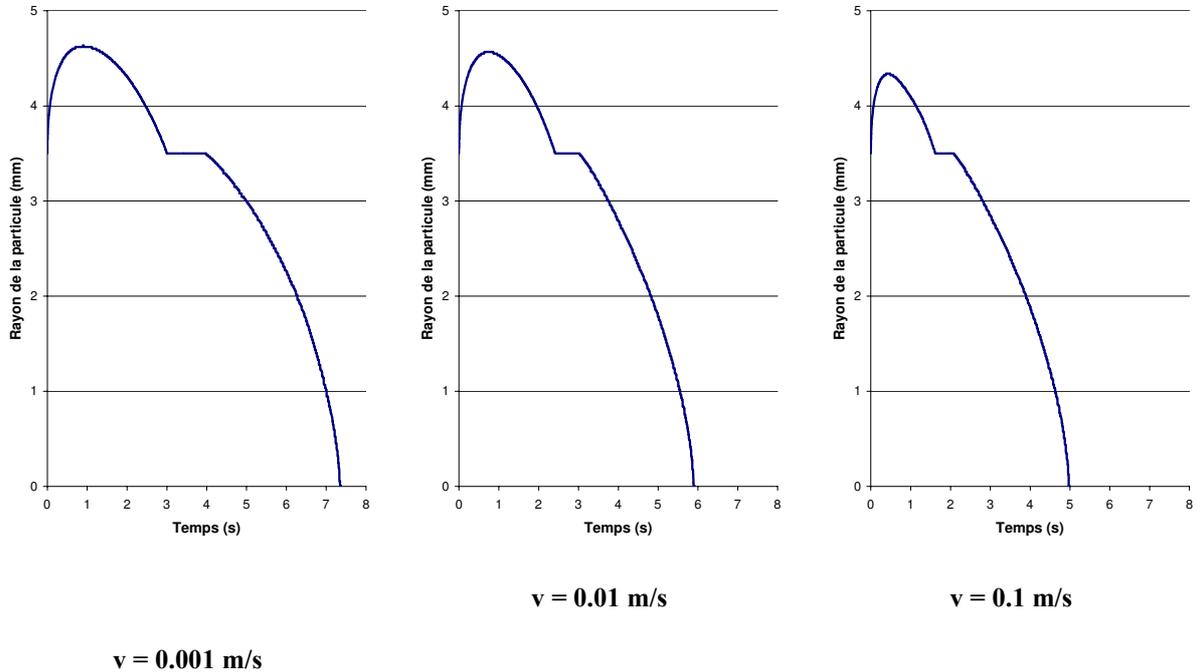


Figure IV. 2-6: Cinétique de fusion prédite par le modèle pour différentes valeurs de la vitesse du fluide

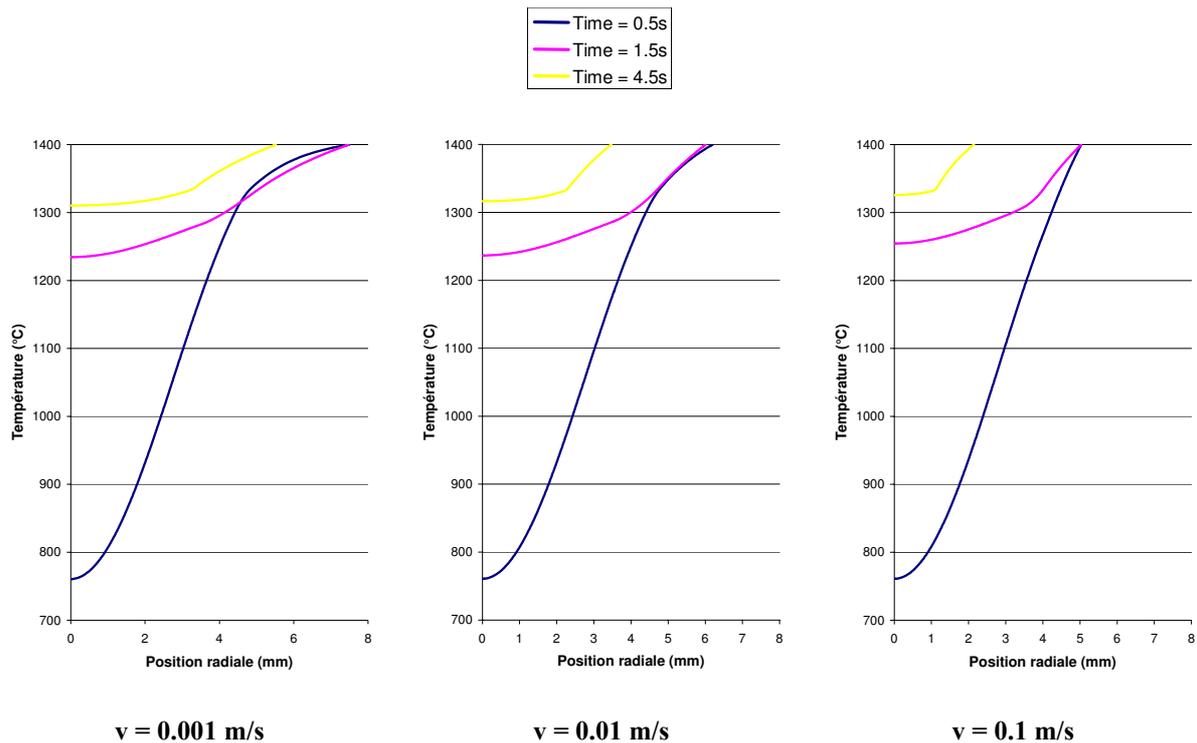


Figure IV. 2-7 : Profils de températures, prédits par le modèle, dans la particule et dans la couche limite pour différentes valeurs de la vitesse du fluide

c) Influence de l'état initial de la particule

Composition de la particule (teneur en Nb)

Comme on l'a déjà mentionné, une variation de la teneur en niobium a une influence directe sur l'intervalle de solidification de l'alliage 718. Les « nouvelles » valeurs des températures de liquidus et de solidus peuvent être déterminées par un pseudo diagramme binaire simplifié où la teneur en niobium est considérée comme l'élément d'alliage primaire. Le tableau IV. 2-2 présente les intervalles de solidification qui correspondent à trois teneurs différentes en niobium, testées ici afin de déterminer l'influence de la composition de la particule sur sa cinétique de fusion.

L'évolution, prédite par le modèle, de la taille de la particule, ainsi que les profils de température et de fraction liquide dans la particule et la couche limite à différents moments sont reportés sur les figures IV. 2-8 et IV. 2-9, pour les trois compositions.

Teneur en niobium (%)	Intervalle de solidification (°C)
3	1318 - 1365
4	1293 - 1353
5	1268 - 1340

Tableau IV. 2-2 : Intervalles de solidification en fonction de la composition

La teneur en niobium n'a pas d'effet majeur sur la durée totale de la fusion de la particule (figure IV. 2-8). Cependant, le modèle prédit qu'une faible teneur en niobium favorise une fusion plus rapide du métal solidifié autour de la particule ainsi que de la particule initiale elle-même ; cependant, l'étape pendant laquelle la fusion est arrêtée dure plus longtemps.

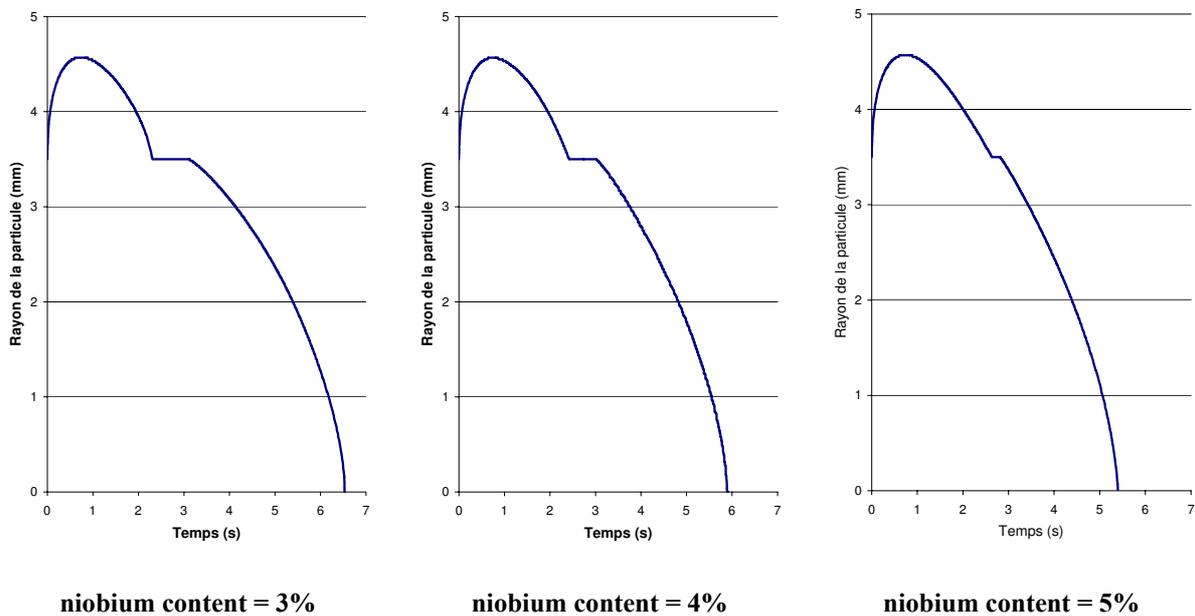


Figure IV. 2-8 : Cinétique de fusion prédite par le modèle pour différentes compositions de la particule

L'explication de ce comportement est fournie par la figure IV. 2-9, qui montre que l'échauffement de la particule est plus rapide dans le cas où la particule est appauvrie en

niobium, à l'exception de l'étape de solidification durant laquelle la composition initiale de la particule a peu d'influence. Ceci peut être expliqué par le fait que, comme les températures de changement de phase sont plus élevées lorsque la teneur en Nb est faible, l'énergie apportée par le liquide qui entoure la particule est plus utilisée pour chauffer que pour fondre la particule initiale. Ensuite, lorsque la particule appauvrie en niobium est suffisamment chauffée pour fondre, les gradients de température dans la particule sont moins importants, si bien que la fusion se déroule plus rapidement.

Taille initiale

L'influence du diamètre initial de la particule sur la durée totale de la fusion, prédite par le modèle, est bien sûr assez importante. Une augmentation du diamètre initial de la particule ralentit l'échauffement de la particule mais favorise également la solidification du liquide qui l'entourne. On peut facilement déduire de la figure IV. 2-10, qu'une augmentation relativement faible (2 mm) du diamètre initial peut conduire à une augmentation importante (plusieurs secondes) de la durée totale de la fusion. Cette constatation est de la plus haute importance si l'on considère la durée de vie d'un précurseur de white spot dans le puits liquide d'un lingot VAR (généralement moins de 1 s, voir chapitre suivant).

Température initiale

Le modèle prédit une influence assez faible de la température initiale de la particule sur sa cinétique de fusion (figure IV. 2-11), en particulier si l'on compare son effet à celui de la température du liquide environnant. D'après la figure, il est plus facile de comprendre qu'une très faible variation de ce paramètre n'ait presque aucune influence sur la cinétique mesurée pendant les expériences de trempage (cf. figure IV. 1-12).

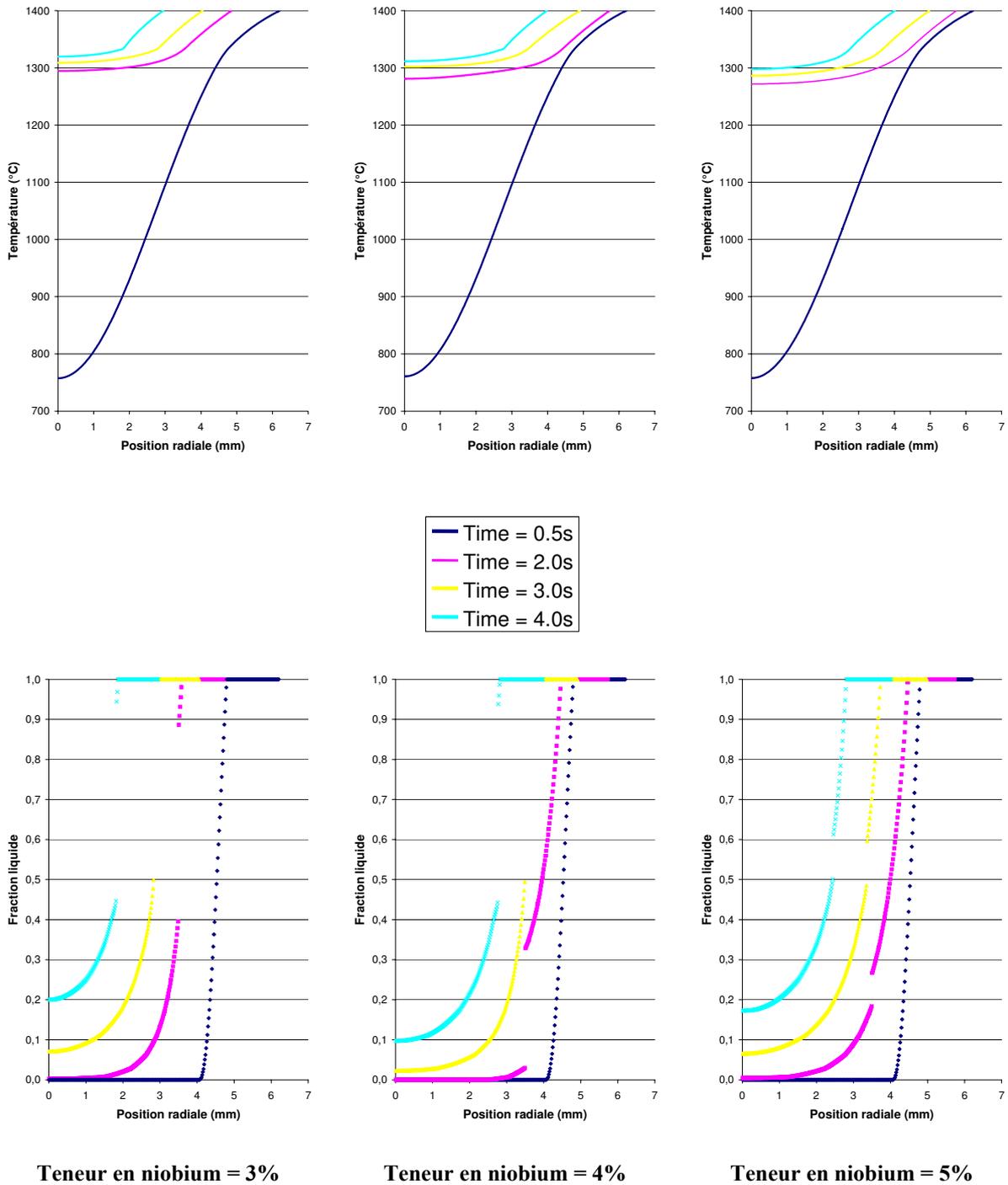


Figure IV. 2-9 : Profils de température et de fraction liquide, prédits par le modèle, dans la particule et dans la couche limite pour différentes compositions

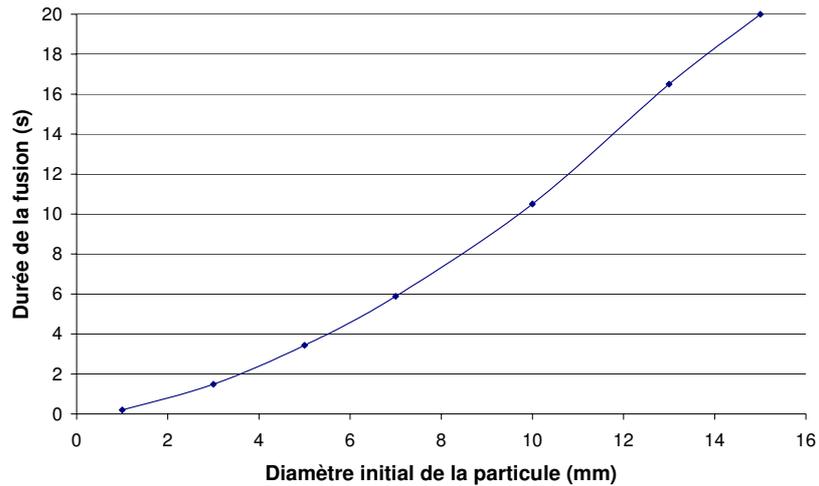


Figure IV. 2-10 : Influence du diamètre initial de la particule sur la durée totale de fusion prédite par le modèle

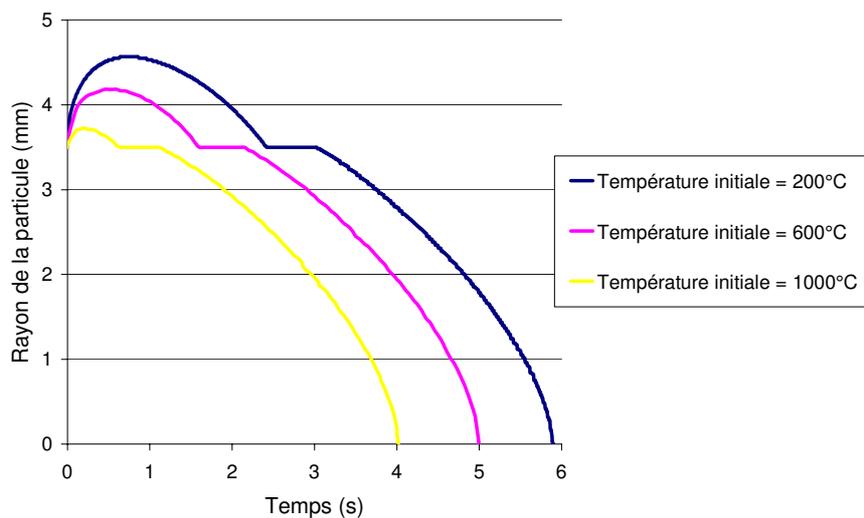


Figure IV. 2-11 : Cinétique de fusion prédite par le modèle en fonction de la température initiale de la particule

IV. 3- Conclusion

Les études expérimentales et numériques qui font l'objet de ce chapitre ont permis de tirer un certain nombre de conclusions.

Tout d'abord, une courte durée d'immersion est suffisante pour une disparition complète des échantillons cylindriques utilisés dans les expériences de trempage, ce qui implique que le transfert de matière et la dissolution sont des phénomènes négligeables par rapport au transfert thermique, à la fusion et à la solidification. Ces expériences ont permis de mettre en

évidence qu'un échantillon semblable à un précurseur de white spot, trempé dans un bain métallique (alliage 718) liquide, grossit tout d'abord car le métal se solidifie autour de lui. Ce phénomène retarde de façon significative la fusion de l'échantillon.

Le modèle qui décrit le comportement d'un précurseur sphérique immergé dans un bain liquide confirme les résultats expérimentaux et permet de distinguer les différentes étapes de la cinétique globale de fusion : solidification du métal liquide autour de la particule initiale, refusion de la croûte solidifiée, réchauffement de la particule pendant lequel il n'y a ni solidification et ni fusion, et enfin fusion finale de la particule elle-même.

Le modèle a été utilisé pour déterminer l'influence de la température du bain et de la vitesse de son mouvement, ainsi que de l'état initiale de la particule. La durée de la fusion dépend fortement de la vitesse relative entre le fluide et le solide, de la température du métal liquide et du diamètre initial de la particule, alors que sa température initiale n'a que peu d'effet. Une faible teneur en niobium dans le précurseur affecte la durée des différentes étapes, sans considérablement influencer la durée totale de la fusion.

Afin de simuler le comportement d'un précurseur de white spot dans le puits liquide d'un lingot pendant la refusion à l'arc sous vide, ce modèle a été couplé avec le calcul du déplacement du précurseur. Les résultats de cette approche sont exposés en détails dans le chapitre final de ce manuscrit.

Chapitre V : Simulation numérique du comportement d'un précurseur de « white spot » discret pendant la refusion VAR de l'alliage 718

Afin de simuler le comportement d'un précurseur de white spot discret dans le puits liquide d'un lingot VAR, il était nécessaire de coupler le modèle de transfert de chaleur/changements de phase décrit au chapitre précédent à un modèle de trajectoire de la particule. Ce dernier est présenté dans la première partie du présent chapitre, ainsi que la méthode utilisée pour réaliser le couplage entre les deux modèles. Certains résultats numériques issus de l'approche globale, appelée ici modèle « white spot », sont exposés ensuite. En fonction de l'origine du précurseur (bourelet, collerette ou « shelf »), ses conditions initiales (taille, emplacement, température et composition), au moment de son introduction dans le bain liquide, peuvent être estimées grâce à l'étude expérimentale qui a fait l'objet du chapitre III. Le modèle global doit donc permettre de calculer la probabilité de survie du précurseur et aider à déterminer les conditions qui conduisent à un risque réel d'apparition de défauts.

V. 1- Modèle global « white spot »

V. 1-1 Modélisation de la trajectoire d'un précurseur dans le puits liquide

Pour cette modélisation, nous posons comme hypothèse principale que le mouvement d'une particule isolée dans un bain métallique liquide est dû à la gravité et aux forces de frottement visqueux. Nous supposons dans un premier temps que les forces capillaires associées aux interactions interfaciales solide-liquide et solide-solide sont négligeables. Le précurseur est assimilé à une sphère rigide, de diamètre faible en comparaison d'une dimension caractéristique de l'écoulement, ce qui permet de négliger l'influence de la particule sur le fluide, ainsi que les effets de rotation. En accord avec ces hypothèses, trois forces sont prises en compte dans le modèle trajectographique :

Tout d'abord, les forces liées à la gravité regroupent le poids de la particule et la poussée d'Archimède :

$$\vec{F}_b = V_p (\rho_p - \rho_l) \vec{g} \quad (\text{V. 1})$$

avec: ρ_p la densité de la particule, V_p son volume, (dans ce cas précis, $V_p = \pi D_p^3/6$) et \vec{g} l'accélération gravitationnelle, ρ_l la densité du liquide.

Ensuite, la force de masse ajoutée représente une inertie virtuelle traduisant les perturbations du fluide provoquées par une variation de la vitesse relative entre la particule et le fluide. Si le comportement hydrodynamique du bain évolue peu durant le séjour du précurseur, ce qui est le cas ici :

$$\vec{F}_i = -\frac{1}{2} \rho_l V_p \frac{d\vec{u}_p}{dt} \quad (\text{V. 2})$$

où \vec{u}_p est la vitesse de la particule.

Enfin, la force de traînée traduit l'effet du frottement visqueux au sein du fluide sur le mouvement de la particule. Elle est calculée comme suit :

$$\vec{F}_d = \frac{1}{2} C_D A_p \rho_l \left\| \vec{u}_p - \vec{u}_l \right\| \left(\vec{u}_p - \vec{u}_l \right) \quad (\text{V. 3})$$

où C_D est le coefficient de traînée, qui dépend du nombre de Reynolds particulaire (voir ci-dessous), \vec{u}_l la vitesse du fluide au niveau de la position de la particule, et A_p la section transversale de la particule projetée sur un plan perpendiculaire à la direction de la vitesse relative ($\vec{u}_p - \vec{u}_l$) (ici $A_{pe} = \pi D_p^2/4$).

Le mouvement de la particule est représenté ensuite par l'équation fondamentale de la dynamique :

$$\rho_p V_p \left(\frac{d\vec{u}_p}{dt} \right) = (\rho_p V_p - \rho_l V_p) \vec{g} - \frac{1}{2} C_D A_p \rho_l \left\| \vec{u}_p - \vec{u}_l \right\| (\vec{u}_p - \vec{u}_l) - \frac{1}{2} \rho_l V_p \frac{d\vec{u}_p}{dt} \quad (\text{V. 4})$$

La vitesse du fluide à l'emplacement de la particule est déduite de calculs réalisés préalablement avec un macromodèle CFD (ici, SOLAR : voir ci-dessous). L'équation (V. 4) est résolue avec un schéma temporel explicite, le pas de temps étant assez faible pour que sa valeur n'influence pas les résultats. A chaque pas de temps, le coefficient de traînée C_D est calculé (Szekely, 1979) en fonction du nombre de Reynolds particulaire :

$$C_D = \begin{cases} \frac{24}{Re_p}, & 10^{-3} < Re_p < 2 \\ \frac{18,5}{Re_p}, & 2 \leq Re_p \leq 500 \\ 0,44, & 500 < Re_p < 2 \times 10^5 \\ 0,09, & 2 \times 10^5 < Re_p \end{cases} \quad (V. 5)$$

où Re_p est défini par :

$$Re_p = \frac{\rho_l |\bar{u}_p - \bar{u}_l| D_p}{\mu} \quad (V. 6)$$

avec μ la viscosité dynamique du fluide.

V. 1-2 Principe du modèle global

Dans ce paragraphe, nous présenterons rapidement la méthode utilisée pour coupler le modèle de transfert de chaleur/changements de phase au modèle de trajectoire. Avant d'exécuter le modèle, un code numérique CFD tel que SOLAR (cf. chapitre II) calcule les champs de vitesse et les cartes de température dans le puits liquide. Ces vitesses et ces températures sont des données d'entrée du modèle « white spot ».

Au début de chaque pas de temps, la position et la vitesse de la particule sont connues. La vitesse du fluide et la température à l'emplacement précis de la particule sont interpolées (interpolation bilinéaire) à partir des résultats de SOLAR (voir figure V. 1-1). Toute fonction p (vitesse radiale, vitesse axiale ou température) est calculée à partir de sa valeur connue aux quatre points du maillage de SOLAR avoisinant la particule :

$$p(x, y) = a.(x - i_0) + b.(y - j_0) + c.(x - i_0)(y - j_0) + p(i_0, j_0) \quad (V. 7)$$

$$\text{avec} \quad a = p(i_0 + 1, j_0) - p(i_0, j_0) \quad (V. 8)$$

$$b = p(i_0, j_0 + 1) - p(i_0, j_0) \quad (V. 9)$$

$$c = p(i_0 + 1, j_0 + 1) - p(i_0 + 1, j_0) - p(i_0, j_0 + 1) + p(i_0, j_0) \quad (V. 10)$$

Ensuite, le modèle détermine l'épaisseur de la couche limite à partir de la vitesse de la particule et par interpolation de la vitesse et de la température du fluide au niveau de la cellule. La couche limite est maillée avec la particule. Dans une troisième étape, la simulation du transfert de chaleur et des phénomènes de fusion/solidification fournit les profils de température et de fraction liquide dans la particule et dans la couche limite, ainsi que la « nouvelle » taille de la particule. Enfin, la résolution de l'équation (V. 4) en fonction de la vitesse relative permet d'obtenir les « nouvelles » position et vitesse de la particule à la fin du pas de temps.

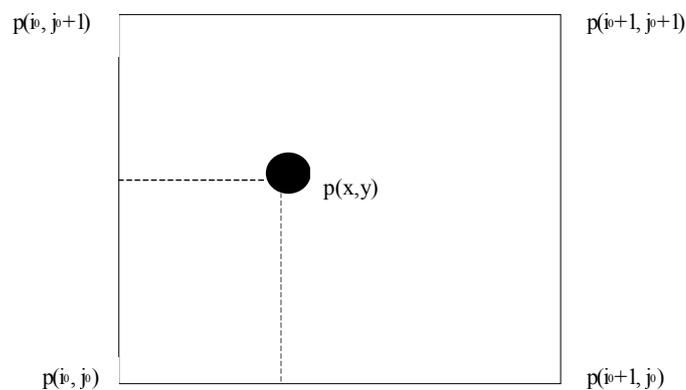


Figure V. 1-1 : Schéma de l'interpolation bilinéaire

Ces calculs sont répétés à chaque pas de temps si la particule n'est pas complètement fondue ou piégée dans la zone pâteuse du lingot VAR. Dans ce dernier cas, le modèle suppose en effet que la particule est arrêtée dans la zone pâteuse si la fraction liquide, à la position de la particule est inférieure à 0,5.

L'organigramme de la figure V. 1-2 permet de visualiser les étapes successives de calcul en régime transitoire de la position, de la taille et du profil thermique interne de la particule.

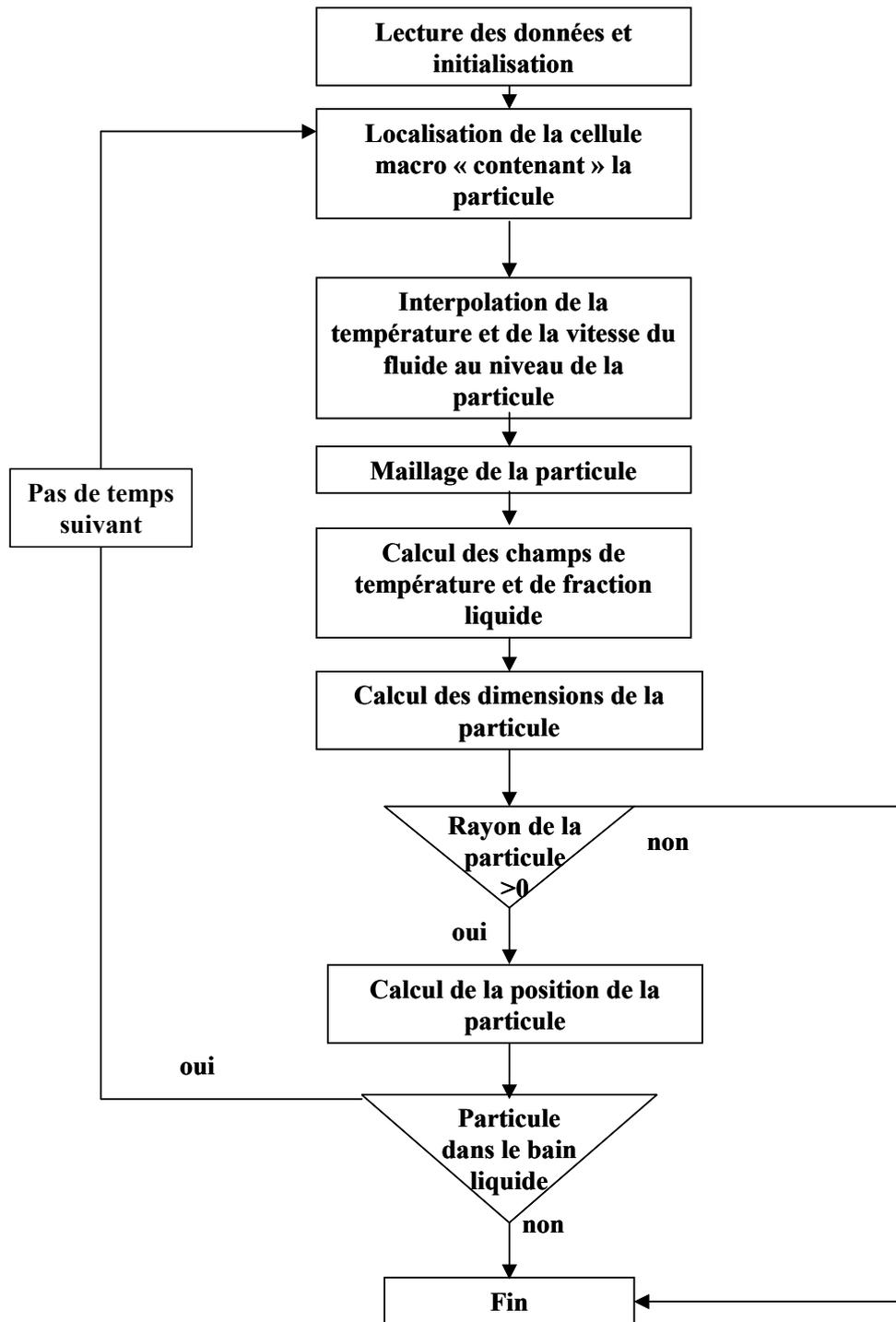


Figure V. 1-2 : Organigramme du modèle « white spot » global

V. 1-3 Améliorations ultérieures du modèle « white spot »

Un modèle capable de décrire le comportement général (trajectoire, transfert de chaleur, changements de phase) d'un précurseur de white spot immergé dans le puits liquide d'un

lingot VAR a été développé dans le cadre de cette étude. A l'avenir, plusieurs améliorations peuvent être envisagées, particulièrement en ce qui concerne la simulation du comportement du précurseur après qu'il ait atteint la zone pâteuse. Dans le modèle actuel, nous supposons implicitement, de façon restrictive, que la particule est alors immédiatement piégée. Cependant, il conviendrait de prendre en compte l'éventualité d'un mécanisme de roulement, en fonction du comportement hydrodynamique du puits au niveau de la zone pâteuse.

En outre, il est important de remarquer que le modèle ne simule pas le mécanisme d'introduction du précurseur dans le puits liquide ni le fait que la particule puisse flotter à la surface libre du métal. La hauteur de chute est simplement prise en compte par l'intermédiaire de la vitesse verticale initiale de la particule, localisée à l'intérieur du bain liquide, ou juste en dessous de la surface libre, à l'instant initial pour la simulation.

V. 2- Application à une refusion VAR réelle

Dans ce paragraphe, nous présentons les résultats des simulations réalisées pour prédire le comportement de différents types de précurseurs de white spots dans le puits liquide d'un lingot VAR, afin d'aider à déterminer les conditions qui pourraient conduire à l'apparition de véritables défauts.

V. 2-1 Calcul de l'écoulement et du transfert de chaleur dans le liquide

Le code numérique CFD SOLAR, adapté à la refusion de l'alliage 718 comme nous l'avons détaillé dans le chapitre II, a été utilisé pour calculer l'écoulement et le transfert de chaleur dans le puits liquide pendant la refusion d'une électrode d'alliage 718 en un lingot de diamètre 510 mm. La séquence de fusion simulée par le modèle (vitesse et courant de fusion en fonction du temps) provient de l'enregistrement des paramètres d'une refusion réelle. Elle est composée de trois étapes : une phase de démarrage pendant laquelle la vitesse augmente puis décroît lorsqu'elle a atteint la valeur recherchée, un régime permanent pendant lequel la vitesse de fusion est constante et une étape finale de masselottage.

Les résultats de SOLAR montrent que la profondeur du puits liquide au centre du lingot augmente jusqu'à atteindre une valeur constante, puis décroît ensuite au moment du masselottage final (figure V. 2-1). Nous pouvons également remarquer que la hauteur refondue affectée par le régime transitoire est importante (1m environ).

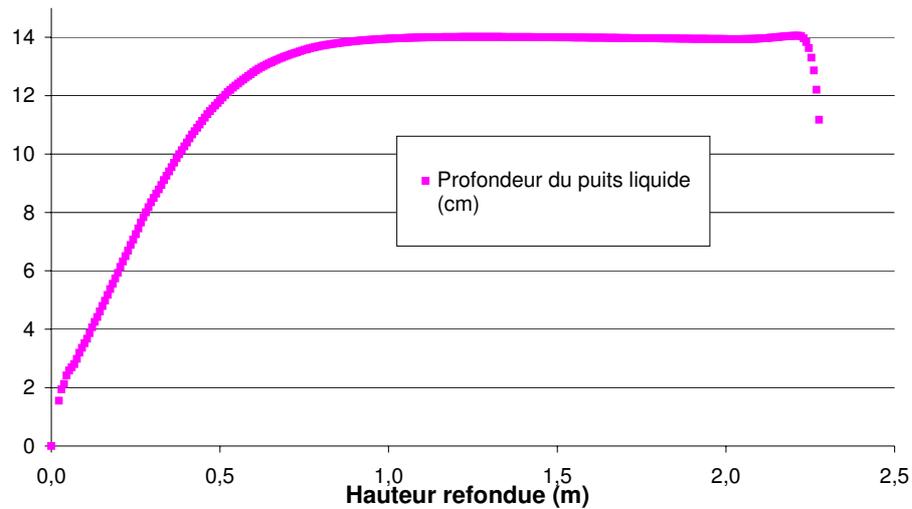


Figure V. 2-1 : Profondeur du puits liquide au centre du lingot calculée par SOLAR, en fonction de la hauteur refondue

Il est a priori possible que les conditions thermiques et hydrodynamiques rencontrées par un précurseur de white spot discret dans le puits liquide soient différentes pendant le régime transitoire et le régime permanent et qu'elles influencent l'apparition des défauts. Aussi, nous avons décidé d'étudier le comportement des précurseurs dans trois puits liquides différents, chacun d'entre eux illustrant une période de la fusion (figure V. 2-2). Dans le paragraphe suivant, ils seront dénommés respectivement puits 1 (régime transitoire initial), puits 2 (régime permanent) et puits 3 (masselottage).

Dans tous les cas, les températures les plus élevées sont localisées juste en-dessous de la surface du puits et l'écoulement du liquide est gouverné par la convection naturelle. Aucun mouvement induit par les forces électromagnétiques n'est visible au sommet du lingot (voir chapitre II). En outre, quelle que soit la hauteur refondue, la forme du profil du puits liquide au voisinage de la lingotière est presque toujours la même. Ceci laisse supposer que le comportement d'un précurseur provenant de la région périphérique du lingot sera similaire, quel que soit le moment précis de son introduction dans le bain.

Dans le paragraphe suivant, les résultats de SOLAR sont utilisés comme paramètres d'entrée du modèle « white spot ».

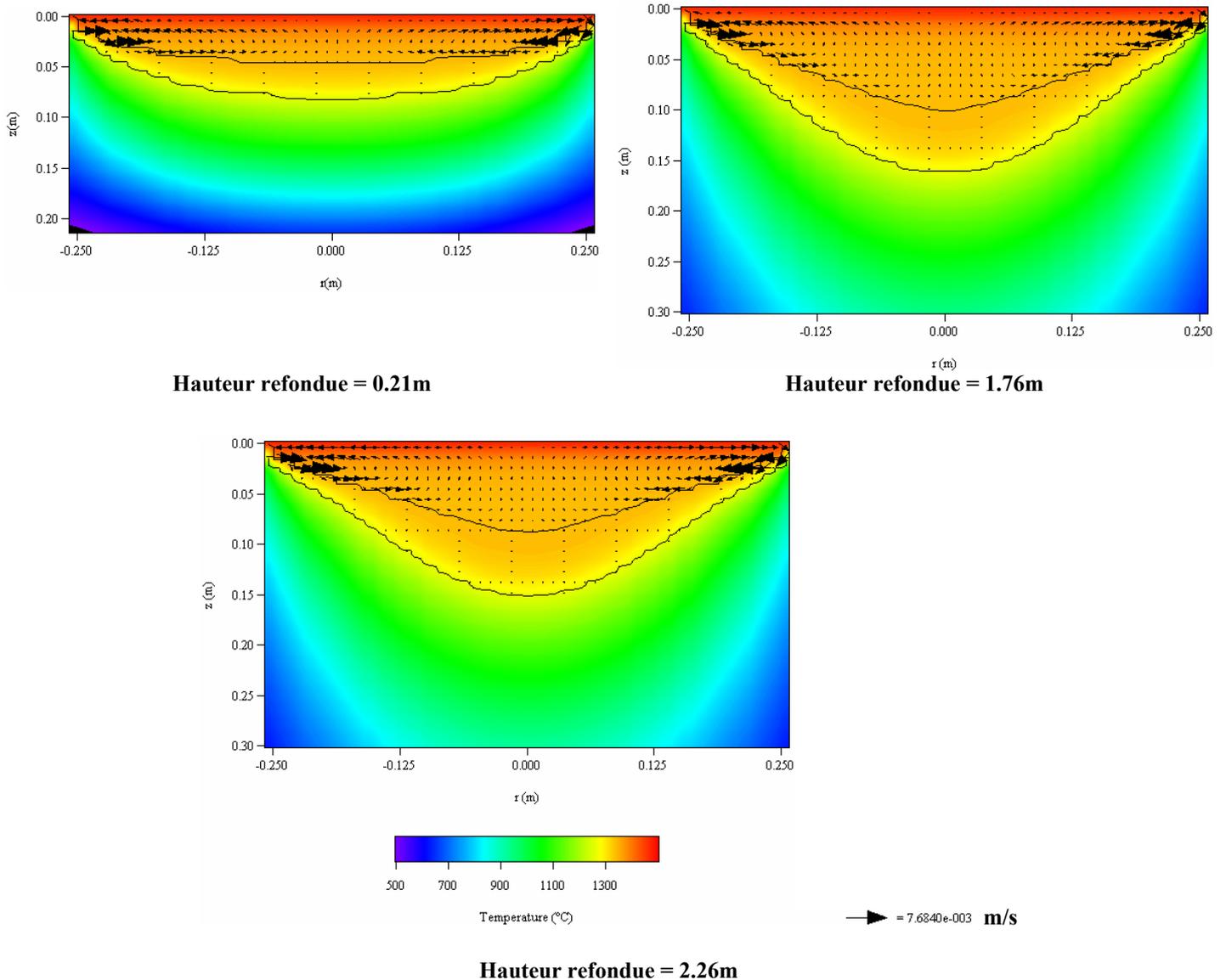


Figure V. 2-2 : Cartes de température et champs de vitesse calculés par SOLAR à différents moments de la refusion

V. 2-2 Comportement de différents précurseurs

Les recherches expérimentales effectuées sur les sources possibles de précurseurs (chapitre III) permettent de prendre en compte leurs caractéristiques principales (taille et position initiales, température, composition), qui sont les données principales du modèle «white spot». De ce fait, le modèle peut évaluer la probabilité de former des white spots discrets à partir de morceaux de métal issus de la collerette, de la «shelf» et du bourrelet de l'électrode.

A ce stade, il nous faut rappeler que les simulations prennent fin lorsque le précurseur est piégé dans la zone pâteuse (c'est-à-dire lorsque $gl = 0.5$). Son évolution ultérieure demeure inconnue.

a) Précurseurs provenant du bourrelet de l'électrode

Nous supposons que ces précurseurs tombent de la cathode à une position radiale égale à celle de la périphérie de cette dernière, à quelques centimètres du bord du lingot. La hauteur de chute est la somme de la distance interélectrode (environ 1 cm dans le cas de la refusion de superalliages (Zanner, 1985)) et de la hauteur initiale de la particule dans le bourrelet (d'après le chapitre III, on estime qu'elle était comprise entre 0 et 1 cm au-dessus de l'extrémité inférieure de l'électrode). Par conséquent, la vitesse verticale initiale du précurseur juste avant de pénétrer dans le puits liquide est comprise dans l'intervalle 0,44 – 0,63 m/s. Comme le mécanisme de formation du bourrelet est le même que celui de la « shelf » (Jackman, 1994), l'appauvrissement en niobium du précurseur devrait être sensiblement identique (environ 0,8 %, voir le paragraphe V. 2-2 b).

De plus, lorsqu'un régime quasi-permanent est établi, le profil longitudinal de température dans l'électrode peut être calculé en première approximation (Carslaw, 1959) par :

$$T(x) = T_0 + (T_L - T_0) \exp\left(-\frac{v_c x}{\alpha}\right) \quad (\text{V. 11})$$

où T_0 est la température de l'électrode loin de l'extrémité inférieure, T_L la température de liquidus de l'alliage, α sa diffusivité thermique, v_c la vitesse de consommation et x la distance entre la position considérée et l'extrémité inférieure de l'électrode. Par conséquent, la température initiale du précurseur est comprise entre 1050°C et 1260°C, température nominale de solidus.

Les données principales du modèle sont alors résumées dans le tableau V. 2-1.

	Valeur
Intervalle de solidification	1280 – 1346 °C
Vitesse verticale initiale	entre 0,44 et 0,63 m/s
Température initiale	entre 1050 et 1260 °C

Tableau V. 2-1 : Caractéristiques d'un précurseur provenant du bourrelet

Résultats généraux pour un précurseur donné

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons au comportement d'un précurseur de 2 mm de diamètre (température initiale = 1050°C, vitesse initiale = 0,63 m/s) situé initialement à 2 cm

au dessus de la surface libre du puits. Quel que soit le moment précis de sa chute (puits 1, 2 ou 3), le modèle prédit que le précurseur tombe très rapidement à travers le puits liquide (moins de 0,1 s) et qu'il atteint la zone pâteuse sans être fondu, à cause de sa vitesse verticale initiale importante (figure V. 2-3). Son mouvement reste pratiquement vertical, et sa vitesse est simplement diminuée par la friction visqueuse du fluide.

Evidemment, comme on pouvait le prévoir à partir de l'examen de la figure V. 2-2, l'environnement de la particule est similaire dans les trois cas et, par conséquent, le modèle prédit que le précurseur se comporte de manière semblable dans chacun d'eux, comme le montre la figure V. 2-4.

Comme la température du liquide autour du précurseur reste assez élevée, une faible quantité de matière se solidifie autour de la particule. Sur la figure V. 2-5, on constate que le précurseur est à l'état semi-solide (fraction liquide comprise entre 0 et 0.5) lorsqu'il atteint le fond du puits.≠

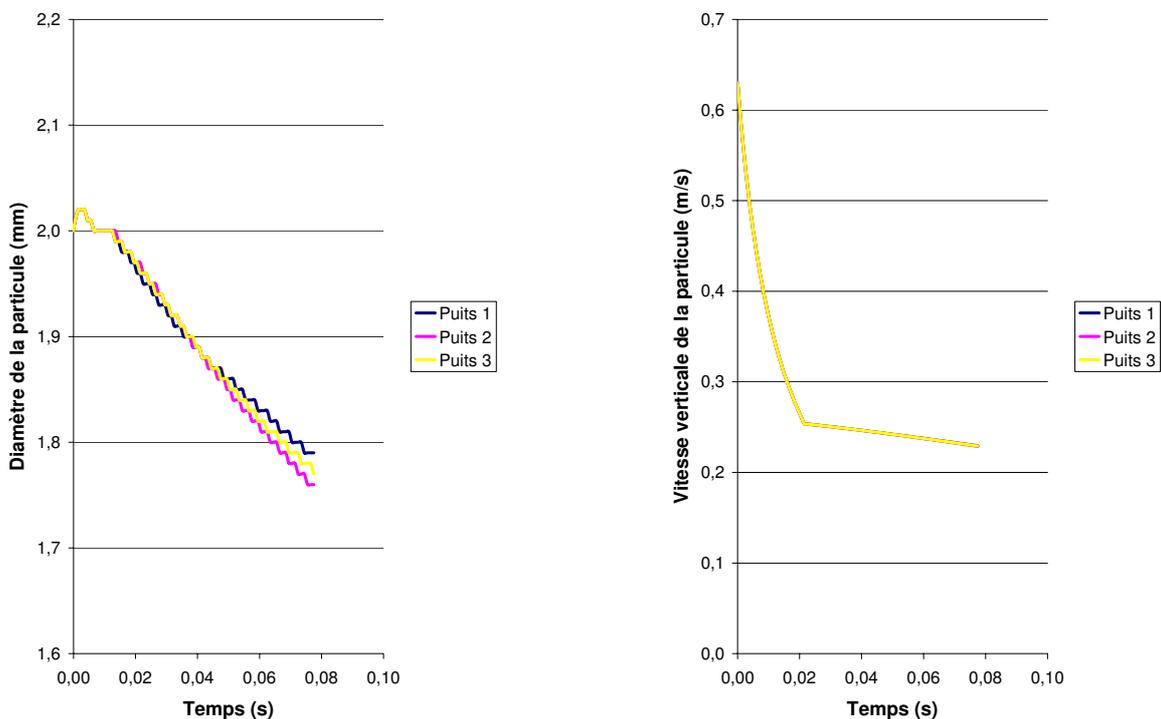


Figure V. 2-3 : Cinétique de fusion et évolution de la vitesse verticale initiale d'un précurseur dans les puits 1, 2 et 3 (température initiale du précurseur = 1050 °C, vitesse verticale initiale = 0,63 m/s)

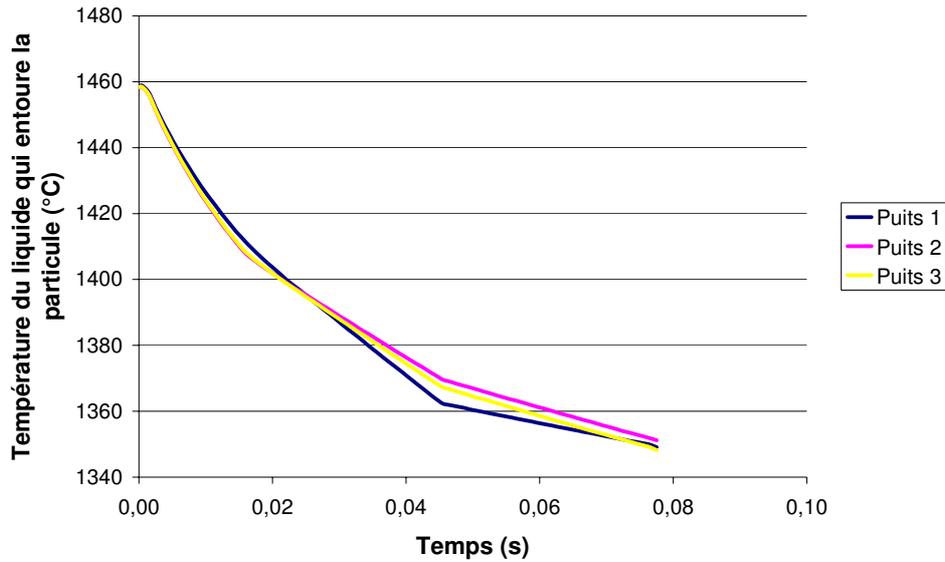


Figure V. 2-4 : Température du liquide environnant la particule lors de sa chute dans les puits 1, 2 et 3 (température initiale du précurseur = 1050 °C, vitesse verticale initiale = 0,63 m/s)

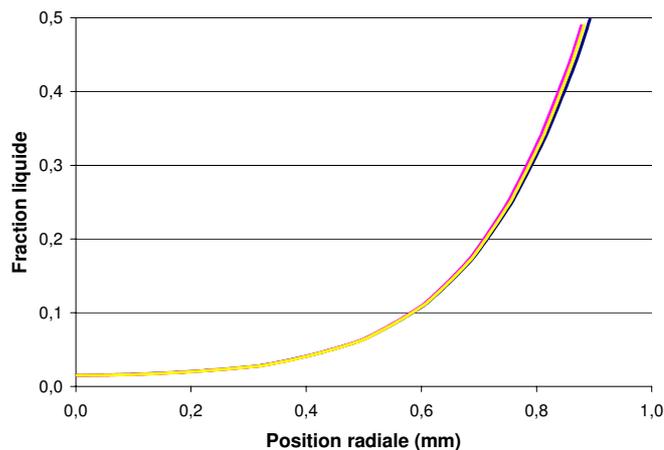


Figure V. 2-5 : Profil de fraction liquide dans le précurseur lorsqu'il atteint le fond des puits 1, 2 et 3 (température initiale = 1050 °C, vitesse verticale initiale = 0,63 m/s)

Influence de la taille du précurseur et de sa position dans le bourrelet

Afin de confirmer la possibilité de former de véritables white spots à partir de précurseurs provenant du bourrelet de l'électrode, nous avons simulé deux cas qui diffèrent par la position initiale du précurseur : ou bien la particule est localisée initialement à 2 cm au-dessus du puits liquide, ce qui correspond aux conditions initiales données au paragraphe précédent, ou elle

est située à l'extrémité en fusion de la cathode (température = 1260°C, vitesse verticale = 0,44 m/s). Dans les deux cas, l'étude a été conduite pour différentes dimensions initiales.

Comme on peut le voir sur la figure V. 2-6, le modèle prédit que la position initiale dans le bourelet n'est pas un paramètre critique. L'influence de la taille de la particule est beaucoup plus importante : les petits précurseurs (diamètre inférieur à 1.5 mm) seront en effet fondus avant de pénétrer dans la zone pâteuse, quelle que soit leur position initiale.

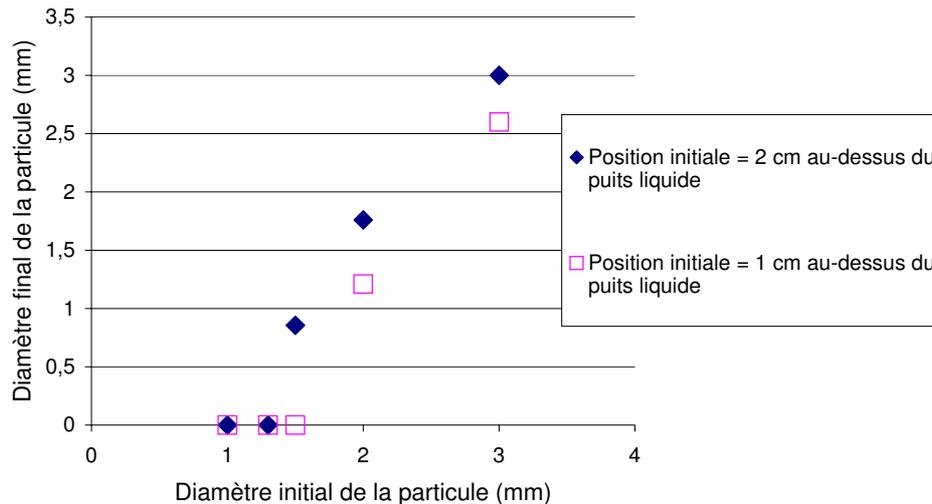


Figure V. 2-6 : Possibilité de survie du précurseur, en fonction de sa taille et sa position initiales (puits 2)

b) Précurseurs provenant de la « shelf »

Lorsqu'un précurseur provient de la « shelf », il est localisé initialement très près du bord du lingot, juste en dessous de la surface libre. Sa vitesse initiale est très faible alors que sa température, qui est celle de la « shelf », est certainement proche de la température de solidus de l'alliage 718 (i.e. dans l'intervalle 1000°C - 1260°C). D'après les mesures reportées au chapitre III, la teneur en niobium dans la « shelf » est de 4,5 % environ. Les résultats présentés ci-dessous se rapportent à deux positions initiales possibles, qu'on peut le voir sur la figure V. 2-7 :

- la position A (5 mm de la lingotière, 5 mm en dessous de la surface), où l'on suppose que la vitesse initiale du précurseur est nulle,
- la position B (22 mm de la lingotière, à 15 mm en dessous de la surface), où l'on suppose que la vitesse initiale du précurseur est égale à celle du fluide (environ 5 mm/s).

Les données principales du modèle font l'objet du tableau V. 2-2.

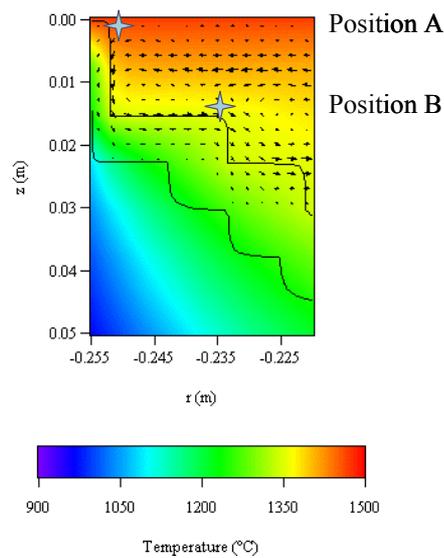


Figure V. 2-7 : Positions initiales A et B de précurseurs provenant de la « shelf »

	Valeur	
Intervalle de solidification	1280 – 1346 °C	
Température initiale	entre 1000 et 1260 °C	
Distance de la lingotière	Cas A	0.5 cm
	Cas B	2.2 cm
Distance en dessous de la surface du puits	Cas A	0.5 cm
	Cas B	1.5 cm
Vitesse verticale initiale	Cas A	0 mm/s
	Cas B	5 mm/s

Tableau V. 2-2 : Caractéristiques d'un précurseur provenant de la « shelf »

Résultats généraux pour un précurseur donné et influence de la position initiale

Une fois de plus, comme l'environnement de la particule dans les puits 1, 2 et 3 est similaire, le modèle prédit que le moment de la chute du précurseur n'a presque aucun effet sur son évolution dans le puits. Les résultats présentés ci-dessous correspondent au puits 2.

Sur la figure V. 2-8, on peut remarquer que le temps de séjour d'un gros morceau de « shelf » (diamètre initial 3 mm) dans le puits liquide est plus important (0.3 s) que celui d'un

précurseur en provenance du bourrelet car sa vitesse initiale est bien plus petite. Si le précurseur est positionné initialement juste en dessous de la surface du lingot (position A), la température du métal liquide qui l'entoure est supérieure à celle que voit un précurseur localisé initialement à une plus grande profondeur dans le puits (position B). Par conséquent, les vestiges des précurseurs au fond du puits sont beaucoup plus petits et plus pâteux dans le cas A (figure V. 2-9).

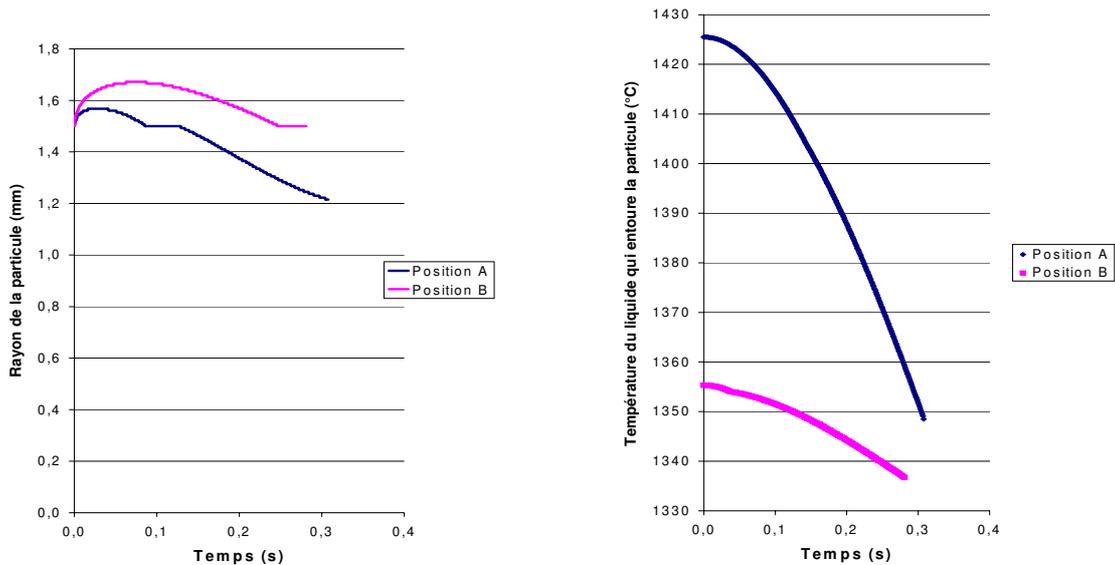


Figure V. 2-8 : Cinétique de fusion et évolution de la température du liquide autour de la particule pour un précurseur provenant initialement des positions A ou B (température initiale = 1000°C)

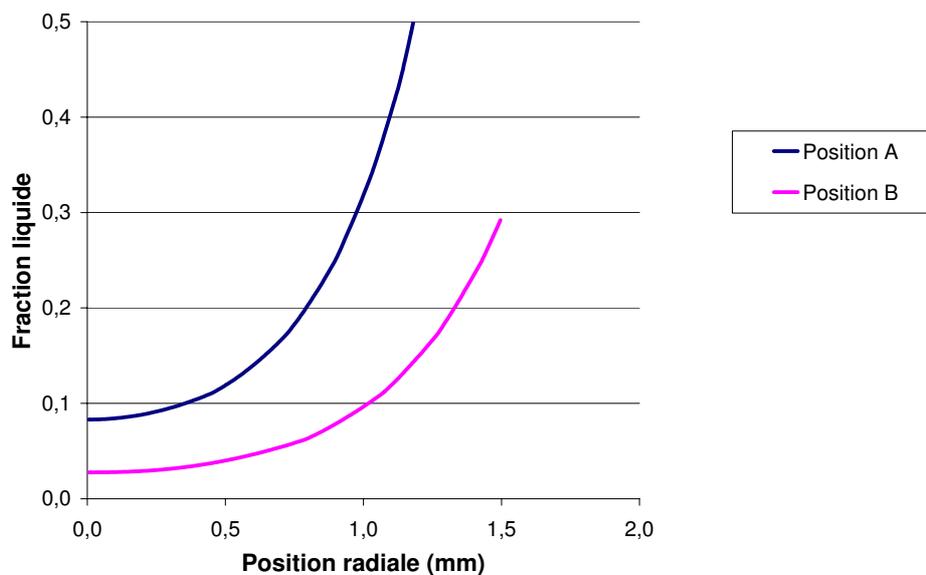


Figure V. 2-9 : Profil de fraction liquide dans la particule lorsqu'elle atteint le fond du puits pour un précurseur provenant initialement des positions A ou B (température initiale = 1000°C)

Influence de la taille du précurseur et de la température initiale

Dans ce paragraphe, nous étudierons l'influence de la température initiale (1000 °C ou 1260 °C) pour chacune des positions initiales. De plus, une variation du diamètre initial du précurseur (entre 0 et 4 mm) permet de quantifier l'effet de ce paramètre.

La figure V. 2-10 permet d'évaluer la probabilité de survie du précurseur dans chacun des cas. Le modèle prédit que les petites particules (diamètre inférieur à 2 mm) fondront avant d'atteindre la zone pâteuse si elles sont localisées initialement juste en dessous de la surface (position A), quelle que soit leur température initiale. Par contre, quand une particule issue de la « shelf » se trouve initialement à une plus grande profondeur dans le puits liquide (position B), le métal qui l'entoure est beaucoup plus froid. De ce fait, même de petits précurseurs peuvent survivre, en fonction de leur température initiale.

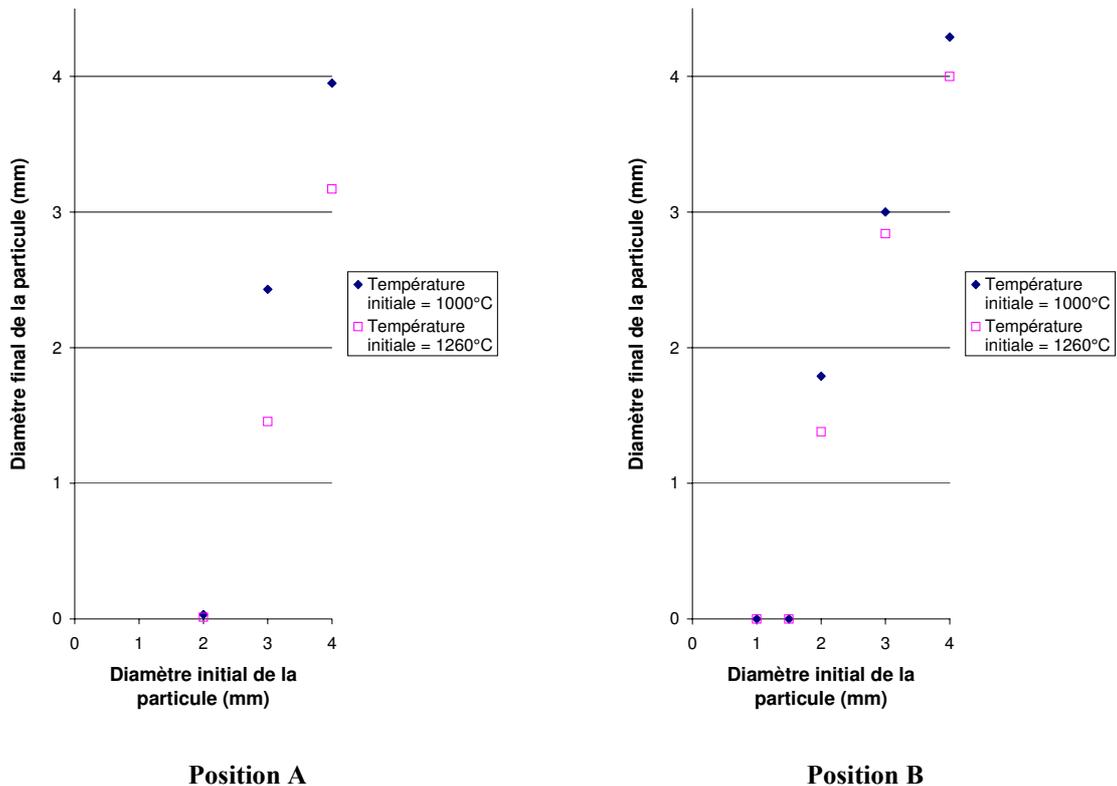


Figure V. 2-10 : Possibilité de survie du précurseur, en fonction de sa taille et sa température initiales

c) Précurseurs provenant de la collerette

Du fait de la localisation de la collerette, il est évident qu'un tel précurseur pénétrera dans le puits liquide dans une zone très proche de la lingotière, à moins de 2 cm du moule. Une fois

de plus, cela signifie que le moment précis de la chute (puits 1, 2 ou 3) n'influence probablement pas son évolution ultérieure. La vitesse verticale initiale de la particule peut être estimée à partir de la hauteur de la chute (distance initiale au-dessus de la surface libre). Cette dernière est limitée par la hauteur de la collerette, généralement inférieure à 3 cm. D'après les mesures de composition présentées au chapitre III, la teneur en niobium du précurseur est comprise dans l'intervalle 3,5 – 5 %. Elle est prise en compte dans le modèle par l'intermédiaire des températures de changements de phase. Enfin, la température initiale du précurseur est susceptible de varier dans une plage importante, entre la température du moule et la température de solidus de l'alliage. Toutes ces données sont reportées dans le tableau V. 2-3.

	Valeur
Distance radiale de la lingotière	entre 0,5 et 1,5 cm
Hauteur de chute	entre 0 et 3 cm
Vitesse verticale initiale	entre 0 et 0,77 m/s
Teneur en niobium	3,5 – 5%
Température initiale	entre 100 et 1260°C

Tableau V. 2-3 : Caractéristiques d'un précurseur provenant de la collerette

Résultats généraux pour un précurseur donné

La figure V. 2-11 permet de visualiser le comportement d'un précurseur de diamètre initial 2 mm, dont la teneur en Nb est plutôt élevée (4,5 %) et dont la température initiale est assez basse (500 °C). La hauteur de chute supposée est égale à 2 cm. Quel que soit le moment précis de la chute (puits 1, 2 ou 3), le modèle prédit que du métal liquide se solidifie autour de la particule si bien que celle-ci est plus volumineuse lorsqu'elle atteint la zone pâteuse.

Influence de la position initiale du précurseur (position radiale et hauteur de chute)

Comme dans le cas d'un précurseur provenant du bourrelet, la vitesse initiale de la particule peut-être élevée si sa hauteur de chute est importante. Comme le puits est très peu profond près de la lingotière, le temps de séjour du précurseur est alors extrêmement court, inférieur à 0.05 s. Si sa température initiale est faible, le métal liquide environnant la particule se

solidifiera. Ainsi, à moins que la hauteur de chute soit presque nulle, le modèle prédit que le précurseur ne fondra probablement pas avant de pénétrer dans la zone pâteuse. Par exemple, la figure V. 2-12 montre que, dans presque dans tous les cas, une particule sphérique de composition chimique proche de la composition nominale de l'alliage 718, avec un diamètre initial de 2 mm et une température initiale de 500 °C, survivra et entraînera la formation d'un white spot.

Influence de la taille du précurseur, de sa composition et de sa température initiale

La température initiale d'un précurseur provenant de la collerette est susceptible de varier entre la température du moule et la température de solidus de l'alliage 718. Par conséquent, le modèle a été utilisé pour évaluer l'influence de ce paramètre sur la probabilité de survie du précurseur, ainsi que l'effet de sa taille initiale et de sa teneur en Nb. La figure V. 2-13 met en évidence qu'un précurseur de diamètre initial égal à 2 mm ne devrait pas fondre, quelle que soit sa température initiale. La solidification du métal liquide peut même conduire à une croissance de la taille de la particule si celle-ci est suffisamment froide au moment de son immersion dans le bain. La composition du précurseur influence faiblement son comportement dans le puits liquide, et uniquement après refusion de la croûte solidifiée.

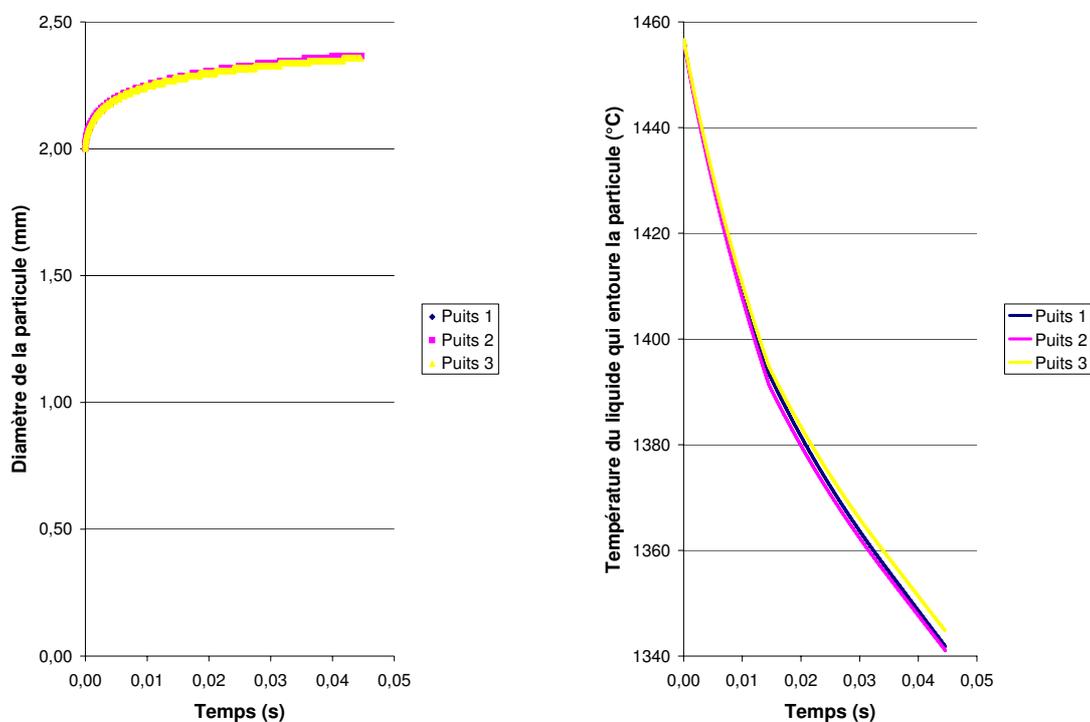


Figure V. 2-11 : Cinétique de fusion et évolution de la température du liquide autour de la particule

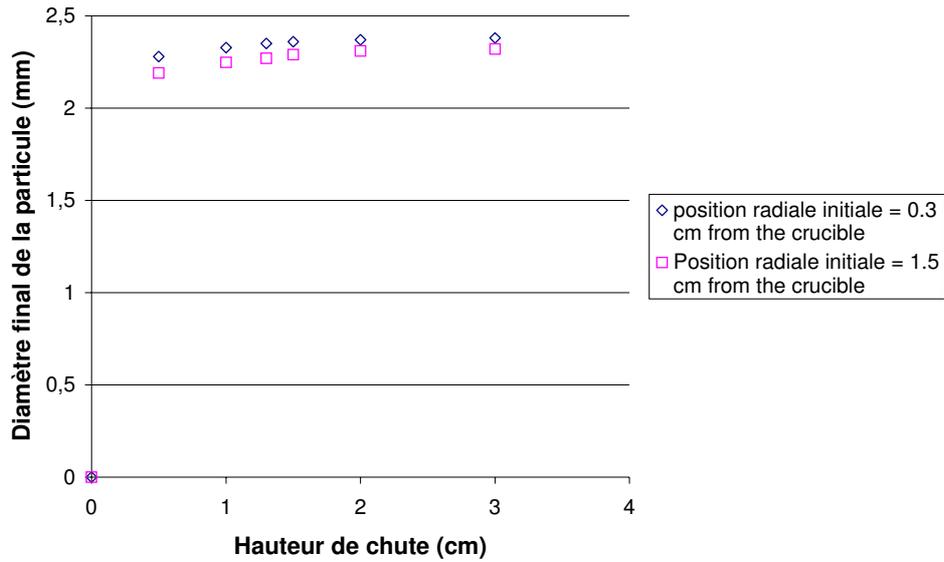


Figure V. 2-12 : Possibilité de survie du précurseur, en fonction de sa hauteur de chute et de sa position radiale initiales (teneur en niobium = 4,5%, diamètre initial = 2 mm, température initiale = 500 °C)

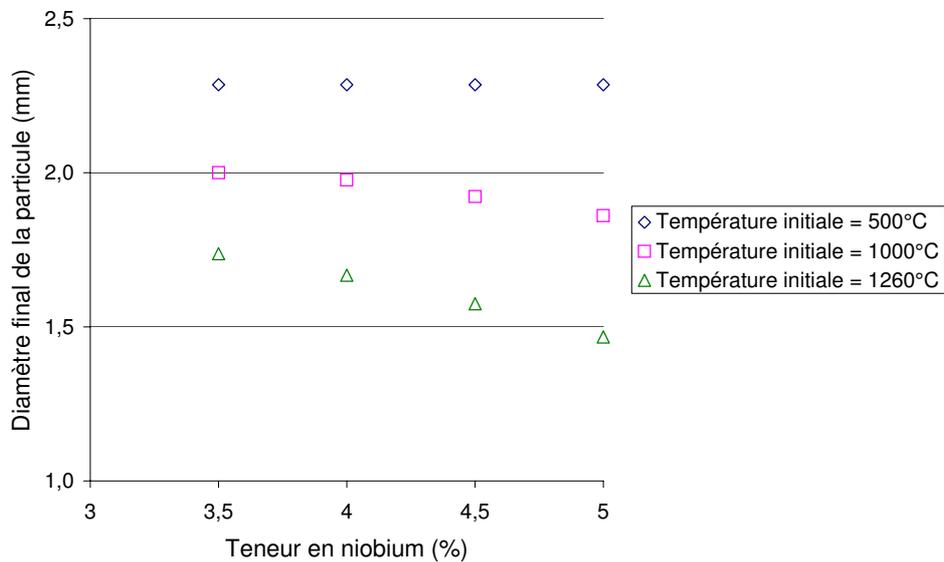


Figure V. 2-13 : Possibilité de survie du précurseur, en fonction de sa composition et de sa température initiale (diamètre initial = 2 mm, hauteur de chute = 1,5 cm, position radiale initiale = 1,5 cm)

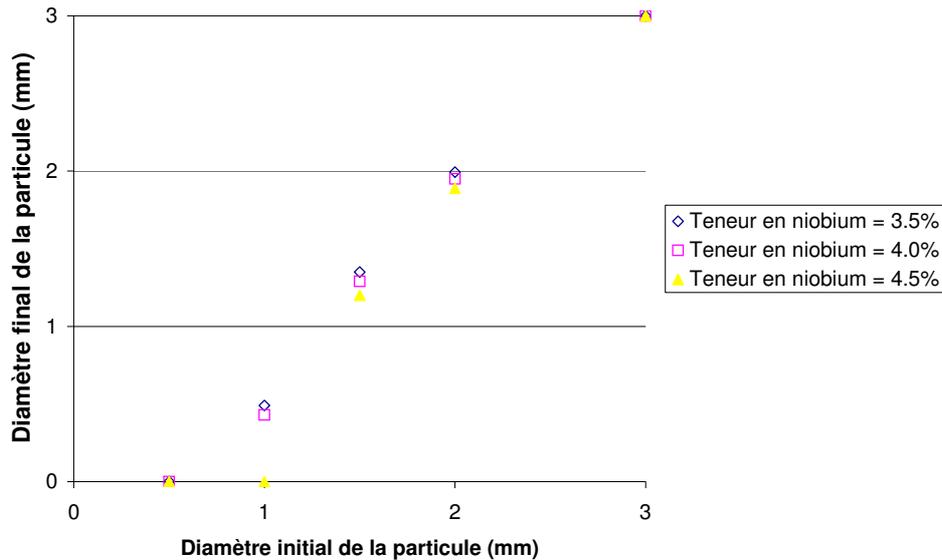


Figure V. 2-14 : Possibilité de survie du précurseur, en fonction de sa composition et de sa taille initiale (température initiale = 1000 °C, hauteur de chute = 1,5 cm, position radiale initiale = 1,5 cm)

Enfin, on peut remarquer sur la figure V. 2-14 que seuls de très petits précurseurs (diamètre inférieur à 1 mm) fondront, pratiquement indépendamment de leur composition, même si leur température initiale est assez élevée (1000°C).

V. 3- Discussion/Conclusion

Le modèle « white spot » global que nous avons développé associe le modèle de transfert thermique/changements de phase dans une particule sphérique solide (chapitre IV) et le calcul de la trajectoire d'un précurseur de white spot discret. Il permet de prédire l'évolution d'un précurseur dans le puits liquide d'un lingot VAR, dont le comportement hydrodynamique et thermique a tout d'abord été calculé à l'aide du logiciel SOLAR adapté à la refusion de l'alliage 718 (chapitre II).

Les caractéristiques de chaque précurseur potentiel (composition, position initiale dans le four, température initiale avant de pénétrer dans le puits liquide) sont prises en compte comme paramètres d'entrée du modèle, qui peut ainsi déterminer (pour chaque origine possible) la taille initiale critique d'un précurseur conduisant réellement à la formation d'un white spot au cours d'une refusion normale. Les résultats du modèle ont montré que cette taille critique ne dépend pas du moment précis où le précurseur tombe dans le puits liquide.

Les simulations du comportement d'un précurseur provenant du bourrelet de l'électrode indiquent qu'un diamètre initial minimum de 1,5 mm est nécessaire pour conduire à la formation d'un défaut. Or, d'après l'examen des zones qui présentent des porosités au niveau du bourrelet (voir chapitre III), la taille des morceaux qui pourraient s'en détacher semble bien plus petite (moins de 0,5 mm). La possibilité de former des white spots discrets à partir de morceaux du bourrelet nous paraît par conséquent limitée.

Afin de survivre et donner naissance à un défaut, un morceau de «shelf» doit avoir un diamètre initial supérieur à 2 mm s'il est localisé initialement juste en dessous de la surface du lingot et à 1,5 mm s'il provient d'une position située plus profondément dans le puits liquide. La largeur de la «shelf» que nous avons mesurée (voir chapitre III) est de 5 mm au maximum, inférieure aux valeurs reportées dans la littérature pour l'alliage 706, comparable à l'alliage 718 en terme de ségrégation (Grose, 1994). Ceci permet de supposer qu'un morceau de «shelf» assez volumineux, détaché par le mouvement du liquide, peut rester infondu lorsqu'il atteint le fond du puits. Par conséquent, d'après les résultats du modèle, la «shelf» semble être une origine possible de précurseurs de white spots discrets. Rappelons que ce point est compatible avec la présence de nombreuses inclusions (TiN, Al₂O₃, MgO) trouvées dans la «shelf», identiques à celles entourant les white spots discrets «sales» (Jackman, 1994).

Enfin, le modèle prédit que, dans la plupart des cas, même de très petites particules provenant de la collerette (environ 1 mm) peuvent survivre. La faible teneur en niobium mesurée dans plusieurs zones de la collerette (voir chapitre III) et sa température initiale parfois assez basse (Williamson, 2001) augmentent la possibilité de former des défauts. Les fissures et les trous que l'on peut observer dans la collerette favorisent la décohésion de morceaux de métal d'une taille supérieure à 1 mm. En outre, la différence d'épaisseur de la collerette mesurée au sommet d'un lingot (jusqu'à 2 cm) et sur la coupe d'un autre lingot (quelques mm) tend à indiquer qu'une partie importante de la collerette, formée continûment au sommet du lingot pendant la refusion, tombe et refond. Enfin, de même que dans la cas précédent, bon nombre d'inclusions non-métalliques sont présentes dans la collerette. La collerette, qui peut donc être considérée comme une source significative de précurseurs de white spots discrets.

Il convient ici de rappeler que le modèle trajectographique ne prend pas en compte la flottaison éventuelle du précurseur à la surface libre du puits liquide d'un lingot VAR, reliée à des effets de tension superficielles). Or, une série d'expériences réalisées dans le four à bombardement électronique du laboratoire ont montré qu'un tel phénomène est susceptible de

se produire. Au cours de ces expériences, dites de « largage », un petit échantillon de métal solide était largué dans un bain liquide. Du fait des forces de tension superficielle, l'échantillon pouvait flotter à la surface et être entraîné vers la lingotière par l'écoulement du métal liquide. De ce fait, le temps de séjour des précurseurs dans le puits liquide calculé par notre modèle peut être sous-estimé, ce qui conduirait à une surestimation du risque réel de formation de white spots discrets pendant la refusion VAR.

Conclusion générale

Le présent travail, réalisé en étroite collaboration avec la société Böhler Edelstahl, a traité de la modélisation de la refusion VAR du superalliage base nickel 718 et de la formation des « white spots » (ou taches blanches) pendant la refusion. Les objectifs de cette étude étaient les suivants :

fournir un instrument de simulation capable de prédire le comportement du lingot pendant la refusion à l'arc sous vide,

confirmer les mécanismes de formation des white spots indiqués dans la littérature

déterminer les conditions qui favorisent l'apparition de ces défauts.

Afin de simuler la refusion d'alliage 718, un modèle mathématique basé sur le logiciel numérique SOLAR, dans sa version 3.0, a été adapté et validé en comparant les résultats de la simulation avec l'observation expérimentale d'un lingot refondu dans ce but par Böhler. Le modèle a été ensuite utilisé pour étudier numériquement l'influence de deux paramètres opératoires majeurs sur le comportement du puits liquide et sur les conditions locales de solidification : la séquence de fusion et l'utilisation d'hélium pour améliorer le refroidissement pendant la refusion. De plus, les simulations fournissent des informations directes sur l'environnement (température et vitesse du fluide) d'un précurseur de white spot immergé dans le puits liquide, si bien que l'utilisation de ce modèle est une première étape nécessaire à la prédiction de l'évolution du précurseur.

Les études expérimentales de caractérisation des origines potentielles des précurseurs de white spots ont permis de confirmer certaines conclusions sur les mécanismes de formation suggérés dans la littérature :

- De grosses dendrites, fortement appauvries en niobium, sont observées dans des cathodes élaborées par induction sous vide. Elles peuvent être à l'origine de la formation de white spots dendritiques si elles tombent dans le puits liquide pendant la refusion à l'arc. L'examen du film liquide resolidifié à l'extrémité d'une électrode partiellement refondue suggère que ces grosses dendrites fondent à l'approche de l'arc électrique. La chute de grosses dendrites peut

être favorisée au niveau de la retassure centrale de l'électrode, mais aucune preuve directe de leur chute dans le puits liquide n'a pu être mise en évidence.

- L'existence de porosités au voisinage du bourrelet de l'électrode partiellement refondue peut contribuer à la décohésion et à la chute de petits morceaux de métal, et conduire ainsi à la formation de white spots discrets.

- L'observation d'une « shelf » dans un lingot a permis de montrer qu'elle présente de grandes zones faiblement appauvries en éléments d'alliage et qu'elle contient de nombreuses inclusions non-métalliques. Elle constitue donc une source possible de nombreux white spots discrets, tout particulièrement des défauts dits « sales », c'est-à-dire entourés d'inclusions et de ce fait extrêmement néfastes à la qualité du produit refondu.

- La collerette qui se forme au-dessus du lingot pendant la refusion est très hétérogène, avec de vastes régions fortement appauvries ou enrichies en niobium. Des inclusions (Al_2O_3 et TiN) sont piégées dans la collerette. De plus, la chute de morceaux de métal solide dans le puits liquide du lingot est favorisée par une multitude de fissures et de trous internes, qui amènent à considérer la collerette comme une source importante de précurseurs.

Les expériences dites de « trempage » de précurseurs synthétiques de white spots discrets dans un puits liquide d'alliage 718 ont montré que le transfert de matière et la dissolution sont des phénomènes cinétiquement négligeables par comparaison avec les phénomènes de transfert de chaleur, de fusion et de solidification. L'observation des échantillons après immersion permet de mesurer directement la cinétique de fusion de ces précurseurs. Les résultats expérimentaux valident qualitativement un modèle numérique destiné à décrire les processus de fusion/solidification d'une particule sphérique dans un bain métallique liquide. Les expériences et le modèle conduisent à la conclusion que la solidification préalable du liquide autour de l'échantillon retarde de façon significative sa fusion complète. Cette solidification du métal liquide qui entoure le précurseur initial est suivie de la refusion de la croûte de métal solidifiée, d'une étape de réchauffage de la particule et enfin de sa fusion à proprement parler.

Afin de prédire le comportement d'un précurseur de white spot discret dans le puits liquide d'un lingot VAR, nous avons couplé ce modèle de changement de phases au calcul de la trajectoire du précurseur. Le comportement hydrodynamique et thermique du puits liquide pendant la refusion est tout d'abord calculé à l'aide du logiciel SOLAR. L'examen de chacune des origines potentielles des précurseurs a permis de prendre en compte leurs caractéristiques

comme données d'entrée du modèle global, qui permet par conséquent de déterminer la taille initiale critique des précurseurs (pour chaque origine potentielle) conduisant à la formation d'un white spot pendant une refusion typique.

Le modèle global décrit ci-dessus prédit que, durant la fusion classique d'un lingot de diamètre 510 mm, la taille initiale critique du précurseur reste identique pour toute la fusion. La comparaison entre les résultats de simulation et les informations obtenues par l'examen des sources éventuelles de précurseurs permet de conclure que la probabilité de former des white spots à partir de morceaux de métal solide en provenance directe de l'électrode est assez faible, tandis que la « shelf » et la collerette représentent au contraire des sources significatives de white spots discrets.

Perspectives de l'étude

Différentes voies peuvent être proposées pour améliorer la compréhension des mécanismes de formation des white spots et aider à prévenir leur apparition dans les lingots VAR d'alliage 718.

En premier lieu, des analyses complémentaires et systématiques sur les sources de précurseurs et surtout la comparaison avec l'analyse physico-chimique de défauts réels aideraient à confirmer les résultats de la présente étude et permettraient de décrire de façon plus fiable la formation des précurseurs.

Par ailleurs, le modèle de transfert de chaleur/changement de phases devrait être amélioré en l'adaptant à la simulation de la fusion d'un échantillon cylindrique et non plus sphérique. Les hypothèses géométriques seraient, dans ce cas, plus proches des conditions expérimentales de l'expérience de « trempage », et la validation du modèle d'autant plus précise.

De plus, pour une utilisation fiable, le modèle global « white spot » a besoin d'être validé directement. L'expérience dite de « largage » a été conçue dans ce but, et devrait être utilisée dans un travail ultérieur : un dispositif spécialement mis au point au LSG2M provoque la chute, dans des conditions rigoureusement contrôlées, de précurseurs synthétiques dans un bain métallique liquide formé dans le four à bombardement électronique du laboratoire. La taille et la position de l'échantillon dans le métal solidifié après l'expérience pourraient être comparées aux résultats numériques du modèle global. Plutôt que SOLAR, c'est le code de calcul BINGO qui serait alors utilisé préalablement pour déterminer le comportement hydrodynamique et thermique du bain.

Enfin, d'autres améliorations du modèle s'avèreront nécessaires : tenir compte de la flottaison possible du précurseur à la surface du puits liquide, caractériser son interaction mécanique et thermique avec le matériau pâteux, et décrire son évolution (par exemple, son homogénéisation partielle ou complète avec la matrice par transfert de matière à l'état solide) dans le lingot VAR solidifié.

Annexe : Propriétés thermophysiques de l'alliage 718

Les différents tests numériques réalisés à l'aide du logiciel SOLAR ont mis en évidence la forte influence des propriétés thermophysiques du matériau refondu, qui sont évidemment des paramètres d'entrée du modèle, sur les résultats des simulations, comme l'avaient déjà indiqué Quested et al. (Quested, 1997).

Par exemple, les valeurs extrêmes disponibles dans la littérature pour la chaleur latente de fusion de l'alliage 718 sont de 272 kJ/kg et 145 kJ/kg. La fusion test décrite au chapitre II a été simulée en utilisant ces valeurs extrêmes, tout en maintenant identiques toutes les autres propriétés et données d'entrée. On peut facilement déduire de la figure A.1 que les profondeurs de puits prédites par le modèle sont tout à fait différentes. Ceci démontre bien l'importance qui doit être attachée à une détermination la plus précise possible de cette propriété.

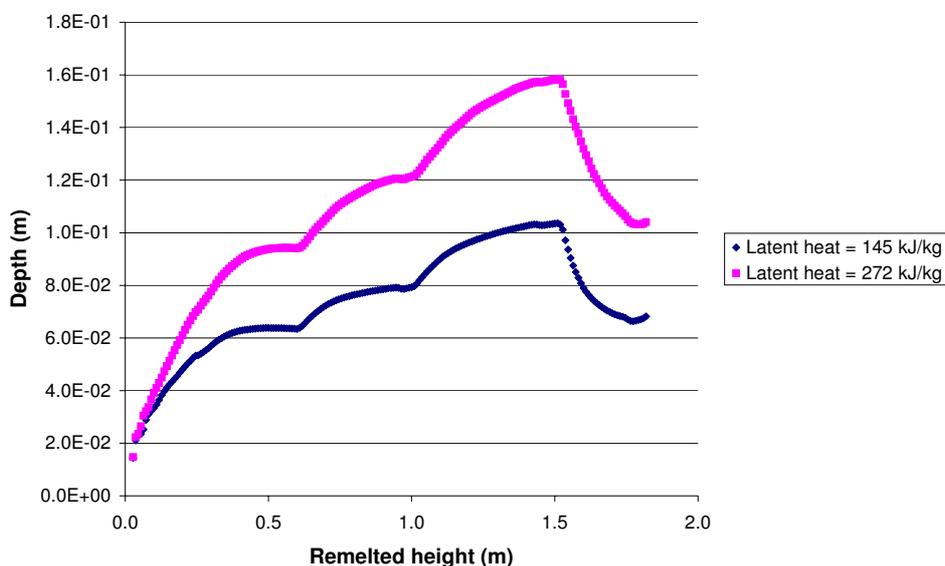


Figure A.1 : Fusion test – Profondeur du puits au centre du lingot prédite par le modèle ($g_l = 0.5$) (pression d'hélium = 2 mbar, surchauffe au sommet du lingot = 130 °C)

Nous avons par conséquent réalisé une revue bibliographique spécifique afin d'utiliser les valeurs les plus fiables comme données d'entrée, aussi bien pour SOLAR que pour le modèle de transfert de chaleur/ changement de phases (chapitre IV) et pour le modèle global « white

spot » (chapitre V). Les principaux résultats disponibles dans la littérature sont présentés dans le tableau A.1. Cette étude conduit aux conclusions suivantes :

En ce qui concerne les températures de changements de phases, toutes les données trouvées sont très cohérentes entre elles, excepté celle de l'Université d'Auburn. En conséquence, nous utiliserons l'intervalle de solidification suivant pour l'alliage nominal 718 : 1260–1336°C.

Aucun accord n'apparaît clairement pour la chaleur latente de fusion. La valeur de cette propriété critique varie fortement selon les auteurs. Nous avons choisi la valeur de 272 kJ/kg, proposée par Ballantyne, qui est aussi égale à la moyenne pondérée de toutes les chaleurs latentes de fusion des éléments composant l'alliage 718, d'après sa composition nominale.

Comme il semble assez difficile de faire confiance à un auteur plutôt qu'à un autre, nous avons décidé d'utiliser la moyenne des trois valeurs de C_p disponibles, qui s'élève à 700 J/kg/K.

Nous avons retenu les propositions de Quested et Ballantyne, apparemment fiables : valeur de conductivité thermique utilisée dans SOLAR est de 24 W/m/K.

Enfin, le tableau montre qu'il existe un bon accord entre tous les auteurs en ce qui concerne les valeurs de l'émissivité, de la viscosité dynamique et du coefficient d'expansion thermique, si bien que ces propriétés ont été fixées respectivement à 0,4, $7,4 \cdot 10^{-3}$ Pa.s et $1,0 \cdot 10^{-4}$ /K.

Propriété thermophysique	Valeur proposée	Référence
Solidus - Liquidus (°C)	1255 - 1337	Pottlacher, 2002
	1240 - 1330	Bouse, 1989
	1260 - 1336	Zhang., 2000
	1150 - 1318	Auburn University
Chaleur latente de fusion (kJ/kg)	227	Pottlacher, 2002
	210	Qusted, 2001
	145	Auburn University
	272	Ballantyne, 1978
Chaleur spécifique du liquide (J/kg/K)	778	Pottlacher., 2002
	725	Auburn University
	586	Ballantyne, 1978
Conductivité thermique du liquide (W/K/m)	27 - 30	Pottlacher., 2002
	23	Qusted, 2001
	29	Auburn University
	24	Ballantyne, 1978
Emissivité du solide	0,4	Auburn University
	0,5	Pottlacher., 2002
Viscosité dynamique du liquide (Pa.s)	$7,4.10^{-3}$	Auburn University
	$7,4.10^{-3}$	Qusted, 2001
Coefficient d'expansion thermique du liquide (1/K)	$1,1.10^{-4}$	Qusted, 2001
	$1,0.10^{-4}$	Blumm, 2000

Tableau A.1 : Valeurs des principales propriétés thermophysiques de l'alliage 718 disponibles dans la littérature

Le jeu de données résultant de cette revue bibliographique, et résumant les propriétés thermophysiques utilisées par la suite dans les simulations, fait l'objet du tableau A.2 ci-dessous :

Propriété thermophysique	Valeur
Solidus – Liquidus (°C)	1260 – 1336
Chaleur latente (kJ/kg)	272
Chaleur spécifique (J/kg/K)	700
Conductivité thermique (W/K/m)	24
Emissivité	0,4
Viscosité dynamique (Pa.s)	$7,4 \cdot 10^{-3}$
Coefficient d'expansion thermique (1/K)	$1,0 \cdot 10^{-4}$

Tableau A.2 : Valeurs des principales propriétés thermophysiques de l'alliage 718 utilisées pour toutes les simulations

Références bibliographiques

<http://metalcasting.auburn.edu/data/Inconel718/In718.html>

Auburtin P., Wang T., Cockcroft S. L. and Mitchell A., *Freckle formation and freckle criterion in superalloy castings*, Metallurgical and materials transactions B, 2000, 31B, pp. 801-811

www.bohler-edelstahl.at

Ballantyne A. S. and Mitchell A., *Modelling of ingot thermal fields in consumable electrode remelting processes*, Ironmaking and Steelmaking, 1977, 4, pp. 222-239

Ballantyne A. S., *Heat flow in consumable electrode remelted ingots*, Ph. D. Thesis, University of British Columbia, 1978

Ballantyne A. S. and Mitchell A., *The prediction of ingot structure in VAR/ESR Inconel 718*, Vacuum metallurgy conference on special melting, 1979, pp. 599-623

Bellot J.P., Hess E., Hans S. and Ablitzer D., *A comprehensive simulation of the electron beam cold hearth refining of titanium alloys*, Proceedings of the liquid metal processing and casting conference, 1997, pp. 166-178

Bertram L. A. and Zanner F. J., *Interaction between computational modeling and experiments for vacuum consumable arc remelting*, Proceedings of modeling and welding, 1980, pp. 333-349

Bertram L. A., Adaszik C. B., Evans D. G., Evans D. G., Minisandram R. S., Sackinger P. A., Wegman D. D. and Williamson R. L., *Quantitative simulations of a superalloy VAR ingot at the macroscale*, Proceedings of the liquid metal processing and casting conference, 1997, pp. 110-132

Bertram L. A., Brooks J. A., Evans D. G., Patel A. D., Van Den Avyle J. A. and Wegman D. D., *Transient melt rate effects on solidification during VAR of 20 inch Alloy 718*, Proceedings of the liquid metal processing and casting conference, 1999, pp.156-167

Bertram L. A., Minisandram R. S. and Yu K. O., *Vacuum arc remelting and electroslag remelting*, Modeling for casting and solidification processing, 2002, pp. 565-612

- Blumm J. and Henderson J.B., Measurement of the volumetric expansion and bulk density of metals in the solid and molten regions, *High Temperatures - High Pressures*, 32, 1, 2000, pp.109-113
- Bouse G.K., Application of a modified phase diagram to the production of cast Alloy 718 components, *Superalloys 718 – Metallurgy and Applications*, 1989, pp. 69-77
- Bungardt K. and Trömel K., *Fusion au four à arc sous vide à électrode consommable*, *Archiv. für das Eisenhüttenwesen*, 1964, 35, 8, pp. 725-737
- H.S. Carslaw, and J.C. Jaeger, *Conduction of Heat in Solids*, 1959, p. 75
- Choudhury A., *Vacuum metallurgy*, 1990, pp. 168-169, 180-181
- Cockcroft S. L., Degawa T., Mitchell A., Tripp D. W. and Schmalz D. A., *Inclusion precipitation in superalloys*, *Superalloys 1992*, pp. 577-586
- Damkroger B. K., Kelley J. B., Schlienger M. E., Van Den Avyle J. A., Williamson R. L. and Zanner F. J., *The influence of VAR processes and parameters on white spot formation in Alloy 718*, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1994, pp. 125-135
- Dupont J. and Robino C., The influence of Nb and C on the solidification microstructures of Fe-Ni-Cr alloys, *Scripta materialia*, 1999, 41, 4, pp. 449-454
- Eckert E. R. G., *Introduction to the transfer of heat and mass*, 1950, pp. 158-162
- Eiselstein H., *Metallurgy of columbium-hardened nickel-chromium-iron alloy*, *Advances in the technology of stainless steels and related alloys*, 1965
- Erdeljic J. P., Henein H. and Mitchell A., *Melting kinetics of segregated particles in VAR 718*, *ISS transactions*, 1985, 6, pp. 51-63
- Evans M. D. and Radavich J. F., *The relationship of white spots and precipitation reactions in Alloy 718*, *Proceedings of the vacuum metallurgy conference*, 1989, pp. 65-69
- Flemings M.C. and Nereo G. E. *Trans. Met. Soc.*, 1967, 212, pp. 1449
- Goodman T. R., *Transactions ASME*, 1958, 80, pp. 335-342
- Grose S. M., *The vacuum arc remelting of large diameter Alloy 706*, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1994, pp. 49-53
- Gu J. P. and Beckermann C., *Simulation of convection and microsegregation in a large steel ingot*, *Metallurgical and materials transactions A*, 1999, 30A, pp. 1357-1366

- Hans S., Jardy A. and Ablitzer D., A numerical model for the prediction of transient turbulent fluid flow, heat transfer and solidification during vacuum arc remelting, Proceedings of the liquid metal processing and casting conference, 1994, pp. 143-154
- Hans S., Modelling of the coupled heat, solute and momentum transfers during vacuum arc remelting (VAR) – Application to titanium alloys, Ph. D. thesis, INPL, 1995
- Heywood H., Symposium on interactions between fluids and particles, 1963, pp. 1-8
- Hosamani L. G., Wood W. E. and Delvetian J. H., *Solidification of Alloy 718 during vacuum arc remelting with helium gas cooling between ingot and crucible*, Superalloy 718 – Metallurgy and Applications, 1989, pp. 49-57
- Jackman L. A., Maurer G. E. and Widge S. E., *White spots in superalloys*, Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, 1994, pp. 153-166
- Jardy A., Modélisation des procédés de refusion à électrode consommable, Ph. D. Thesis, INPL, 1984
- Jardy A. and Ablitzer D., *Comportement du puits liquide des lingots VAR*, Mém. Etud. Sc. Revue de métallurgie, 1990, pp. 421-427
- Jardy A., Wilson A. F., Lasalmonie D. and Ablitzer D., Development of an enhanced mathematical model having reduced computation time to simulate vacuum arc remelting of titanium and zirconium alloys, Proceedings of the liquid metal processing and casting conference, 2001, pp. 200-210
- Jardy A., Quatravaux T. and Ablitzer D., *The effect of electromagnetic stirring on the turbulent flow of liquid metal in a vacuum arc remelted ingot*, Multiphase Phenomena and CFD Modeling and Simulation in Materials Processes conference, 2004. pp. 265-277
- Keiser D. D. and Brown H.L., A review of the physical metallurgy of Alloy 718, 1976
- Kennedy R., Ballantyne S., Bond B., and Jackman L., *Large Diameter Superalloy Ingots*, Advanced Technologies for Superalloy Affordability, 2000, pp. 164
- Knorovsky G. A., M. J. Cieslak, T. J. Headley, A. D. Romig, Jr and W. F. Hammett, *Inconel 718: A solidification diagram*, Metallurgical Transactions A, 1989, 20A, pp. 2149-2158
- Kou S., Poirier. D. R. and Flemings M. C., Electric furnace proceedings, 1977, 35, pp. 221
- Kou S., Poirier. D. R. and Flemings M. C., *Macrosegregation in rotated remelted ingots*, Metallurgical and materials transactions B, 1978, 35, pp. 711

- Lee P. D., Lothian R. M., Hobbs L. J. and McLean M., *Coupled macro-micro modelling of the secondary melting of turbine disc superalloys*, *Superalloys 1996*, 1996, pp. 435-442
- Le Roux T. and Wells D. A., *An assessment and comparison of the sensitivity of various macroetches*, *Superalloys 718 – Metallurgy and applications*, 1989, pp. 109-118
- Maurer G. E., *Superalloys, supercomposites and superceramics*, 1989, pp. 49-97
- Maurer G. E., *Advances in secondary melting of nickel-based superalloys*, *Proceedings of the third international SAMPE metals conference*, 1992, pp. 517-528
- Mitchell A., *White spots in VAR superalloy*, *Proceedings of the vacuum melting conference on specialty metals melting and processing*, 1985, pp. 55-61
- Mitchell A., *The present status of melting technology for Alloy 718*, *Superalloy 718 – Metallurgy and Applications*, 1989, pp. 1-15
- Mitchell A., *Melting processes and solidification in alloys 718-625*, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1991, pp. 15-27
- Mitchell A., Schmalz A. J., Schvezov C. and Cockcroft S. L., *The precipitation of primary carbides in Alloy 718*, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1994, pp. 65-78
- Mitchell A., Cockcroft S. L., Schvezov C. E., Schmalz A. J., Loquet J. –N. and Fernihough J., *Primary carbide and nitride precipitation in superalloys containing niobium*, *High temperature materials and processes*, 1996, 15, 1-2, pp. 27-40
- Mo C. and Sangani A. S., *Phys. Fluids*, 1994, 6, pp. 1637-1652
- Moyer J. M., Jackman L. A., Adaszczik C. B., Davis R. M., Forbes-Jones R., *Advances in triple melting superalloys 718, and 706 and 720*, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1999, pp. 39-48
- Overfelt R. A., Matlock C. A. and Wells M. E., *Viscosity of superalloy 718 by the oscillating vessel technique*, *Metallurgical and materials transactions B*, 27, 1996, pp. 698-701
- Patel D. P., Minisandram R. S. and Evans G. E., *Modeling of vacuum arc remelting of Alloy 718 ingots*, *Superalloys 2004*, 2004, pp. 917-924
- Pope S. B., *Turbulent flows*, 2000
- Pottlacher G., Hosaeus H., Kaschnitz E. and Seifert A., *Thermophysical properties of solid and liquid Inconel 718*, *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 2002, 31, n°3, pp. 161-168

- Quested P.N., High temperature measurement of physical properties for casting simulation, *Hommes&Fonderie*, 318, 2001, pp. 32-38
- Quested P. N., Mills K. C., Brooks R. F., Day A. P., Taylor R. and Szlagowski H., *Physical property measurements for simulation modelling of heat and fluid flow during solidification*, Proceedings of the liquid metal processing and casting conference, 1997, pp. 1-17
- Ranz W.E. and Marshall W.R., Jr, *Chemical Engineering Progress*, 1952, 48, pp. 141-146 & 173-180
- Samuelsson E., Domingue J. A. and Maurer C. E., *Characterizing solute-lean defects in superalloys*, *Journal of metals*, 1990, pp. 27-30
- Siddall R. J., *Comparison of the attributes of VIM + ESR and VIM + VAR Alloy 718*, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1991, pp. 29-41
- Subba Rao B. V., Gobikrishna D., Sam Emmanuel S. J. and Jha S. N., *Solidification modelling of vacuum arc remelted superalloy 718 ingot*, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1997, pp. 67-76
- Szekely J., *Fluid Flow Phenomena in Metal Processing*, 1979, pp. 256-257
- Takachio K. and Nonomura T., *Improvement in the quality of superalloy VAR ingots*, *ISIJ International*, 1996, 36, pp. 85-88
- Thamboo S. V., *Melt related defects in Alloy 706 and their effects on mechanical properties*, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1994, pp. 137-152
- Ueshima Y., Mizoguchi S., Matsumiya T. and Kajioka H., Analysis of solute distribution in dendrites of carbon steel with delta / gamma transformation during solidification, *Metallurgical Transactions B*, 17, 4, 1986, pp. 845-854
- Wadier J. F., Raïsson G. and Morlet J., *A mechanism for white spot formation in remelted ingots*, Proceedings of the vacuum melting conference on specialty metals melting and processing, 1985, pp. 119-126
- Ward R. M., Xu X., Lee P. D., Mc Lean M. and Jacobs M. H., *Process/Structure relationships during VAR of Inconel 718*, Proceedings of the liquid metal processing and casting conference, 1999, pp. 76-89
- Whitaker S., *A.I. Chemical engineering journal*, 1972, 18, 2, pp. 361-371

- Williamson R.L. and G.J. Shelmidine, *Current Paths during Vacuum Arc Remelting of Alloy 718*, Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, 2001, pp. 91-102
- Xu X., Atwood R. C., Shridhar S., Lee P. D., McLean M., Drumblings B., Ward R. M. and Jacobs M. H., *Grain size predictions in VAR: a critical comparison of micromodelling approaches*, Proceedings of the international symposium on liquid metal processing and castings, 1999, pp. 76-89
- Xu. X., Ward R. M., Jacobs M. H., Lee P. D. and McLean M., *Tree-ring formation during vacuum arc remelting of Inconel 718: Part I. Experimental investigation*, Metallurgical and materials transactions A, 2002, 33A, pp. 1795-1804
- Xu. X., Zhang W. and Lee P. D., *Tree-ring formation during vacuum arc remelting of Inconel 718: Part II. Mathematical modeling*, Metallurgical and materials transactions A, 2002, 33A, pp. 1805-1815
- Yu K. O., Domingue J. A., Maurer G. E. and Flanders G. E., *Macrosegregation in ESR and VAR processes*, Journal of metals, 1986, pp. 46-50
- Yu K. O. and Domingue J. A., *Control of solidification structure in VAR and ESR processed alloy 718 ingots*, Superalloy 718 – Metallurgy and Applications, 1989, pp. 33-48
- Zanner F. J. and Bertram L. A., Sandia national laboratories report SAND 80-1156/VC56, 1981
- Zanner F.J. and L.A. Bertram, *Vacuum Arc Remelting – An Overview*, 8th ICVM: Special Melting/Refining and Metallurgical Coating Under Vacuum or Controlled Atmosphere, 1985, 1, pp. 512-552
- Zanner F. J., Williamson R. L. Harrison R. P., Flanders H. D., Thompson R. D. and Szeto W. C., *Vacuum arc remelting of Alloy 718, Superalloy 718 – Metallurgy and Applications*, 1989, pp. 17-32
- Zhang W., Lee P. D. and McLean M., *Inclusion behaviour during vacuum arc remelting of nickel based superalloys*, Intermetallics and superalloys, 1999, pp. 27-30
- Zhang W., Lee P. D. and McLean M., *Simulation of intrinsic inclusion motion and dissolution during the vacuum arc remelting of nickel based superalloys*, Superalloys 2000, 2000, pp. 29-37

Zhang W., Lee P. D. and McLean M., *Numerical simulation of dendrite white spot formation during vacuum arc remelting of Inconel 718*, Metallurgical and materials transactions A, 2002, 33A, pp. 443454

Certains défauts fort préjudiciables appelés « white spots » peuvent se former lors de la refusion de l'alliage 718. Appauvris en éléments d'alliage, ils proviennent probablement de la chute de précurseurs solides dans le puits liquide.

Tout d'abord, un modèle simulant la refusion, basé sur le logiciel SOLAR, a été adapté au cas de l'alliage 718 et validé en comparant les résultats de simulations avec les observations réalisées sur un lingot refondu.

La caractérisation d'électrodes et de lingots a permis de montrer que des dendrites de taille importante, présentes dans l'électrode, peuvent être à l'origine de white spots dendritiques. Cette étude apporte également une détermination quantitative des principales caractéristiques des trois sources de précurseurs de white spots discrets (bourrelet de l'électrode, « shelf » et collerette) en termes de structure, de composition et de taille.

Des expériences dites de « trempage » de précurseurs synthétiques de white spots discrets permettent de mesurer directement la cinétique de leur fusion. Ces résultats valident qualitativement un modèle numérique décrivant le processus de fusion/solidification d'une particule sphérique dans un bain liquide métallique.

Enfin, le comportement d'un précurseur de white spot discret dans le puits liquide d'un lingot VAR est déterminé en couplant le modèle de changement de phases au calcul de la trajectoire du précurseur. Le comportement hydrodynamique et thermique du puits est calculé par SOLAR et les caractéristiques des origines potentielles de précurseurs sont prises en compte comme données d'entrée. Le modèle global détermine ainsi pour chaque origine la taille initiale critique d'un précurseur conduisant à la formation d'un white spot.

Cette étude permet de conclure que la probabilité de former des défauts à partir de précurseurs provenant de l'électrode est assez faible, tandis que la « shelf » et la collerette sont probablement des sources importantes de white spots discrets.

Mots clés :

Refusion à l'Arc sous Vide	Bourrelet de l'électrode	Modélisation mathématique
Alliage 718	Shelf	
White spots	Collerette	

Vacuum Arc Remelting of Alloy 718: process modelling and study of white spot formation

Some very detrimental defects, called white spots, can form during the remelting of Alloy 718. Depleted in alloying elements, they are supposed to be generated by the fall of solid metallic precursors in the liquid pool.

In a first step, a model aimed to simulate the remelting process, based on the SOLAR software, has been adapted to the remelting of Alloy 718, then validated by comparison between the simulation results and experimental observations of a remelted ingot.

The characterization of electrodes and ingots has shown that large dendrites in the electrode could be the origin of dendritic white spots. This study also determines quantitatively the main characteristics of the three possible sources of discrete white spot precursors (electrode torus, shelf and crown) in terms of structure, composition and size.

“Dipping” experiments of synthetic discrete white spots precursors allow a direct measurement of their melting kinetics. These results qualitatively validate a numerical model which describes the melting/solidification process of a spherical particle immersed in a liquid metal bath.

Last, the behaviour of a discrete white spot in the liquid pool of a VAR ingot is determined through coupling the phase change model to a calculation of the precursor trajectory. The hydrodynamic and thermal behaviour of the liquid pool is calculated by SOLAR and the characteristics of each of the potential precursor origins are taken into account as input data. The overall model computes, for each origin, a precursor critical size leading to the formation of a white spot.

This study allows to conclude that the probability to form white spots from metal pieces originating from the electrode torus is quite low, while both shelf and crown can be important sources of discrete white spots.

Key words:

Vacuum Arc Remelting	Torus	Mathematical modelling
Alliage 718	Shelf	
White spots	Crown	