



# Étude de la solidification d'un alliage Al-Cu (4 w% Cu) par micro-tomographie X

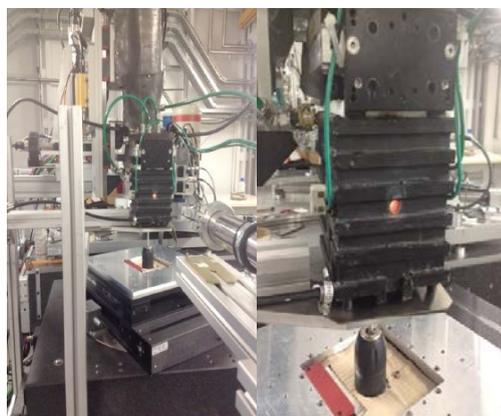
Visualiser en 3D la microstructure interne de matériaux haute performance pour l'industrie (automobile, aéronautique, pétrochimie...) lors de leur fabrication ou en service constitue un enjeu majeur pour caractériser des phénomènes complexes tels que la cristallisation, les changements de phase, la microfissuration, la corrosion sous contrainte, ou encore le fluage à haute température.

## Le challenge :

Grâce à l'amélioration de la qualité des faisceaux de rayons X, des détecteurs, des algorithmes de reconstruction et au développement de cellules *in situ*, l'étude non destructive de la microstructure de matériaux soumis à des conditions extrêmes (mécaniques, thermiques...) évoluant dans le temps est devenue possible par micro-tomographie *in situ* à grande cadence d'acquisition de données. Dans cette étude, observer et quantifier la croissance dendritique au cours de la solidification d'un alliage (Al-Cu) afin de comprendre les mécanismes dominants de ce processus montre le potentiel de la technique pour de nombreux enjeux industriels.

## La solution de SOLEIL :

La ligne PSICHE, dédiée à l'imagerie par micro-tomographie X et aux expériences de diffraction X haute pression propose deux modes : monochromatique (énergie de faisceau optimisée) pour fournir un contraste maximum ou faisceau « rose » (de large bande spectrale) pour des acquisitions rapides (~1-10 secondes par scan). Dotée d'une large plateforme de rotation avec la possibilité d'installer en son centre l'appareillage adapté (four, enclumes, machine de traction...) pour des mesures *in situ* et en temps réel d'échantillons,



Montage expérimental : intégration du four\* (opérant dans une gamme de température 300-1500 °C) sur la ligne PSICHE

la ligne permet également la mise en œuvre d'acquisition de tomographie encore plus rapide (< 1 seconde par scan) ainsi que des variantes de la tomographie combinée à la diffraction.



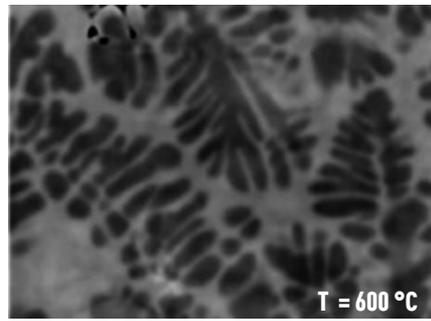
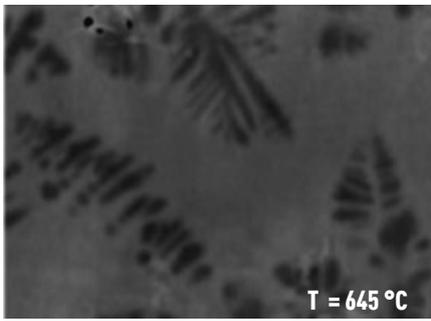
## Acquisitions rapides *in situ* à haute température par tomographie X sur PSICHÉ.

Les expériences de solidification sont réalisées sur un échantillon cylindrique (2,6 mm de diamètre) d'un alliage aluminium-cuivre (~4 % Cu) logé sur une tige creuse en alumine fixée sur la platine motorisée (rotation et translation) et placée dans un four permettant le passage des rayons X. Après chauffage jusqu'à la température de fusion (~660°C), l'échantillon est ensuite refroidi lentement à 5 °C/min jusqu'à 580 °C. Chaque scan, d'une durée de 5s, contient 900 projections qui sont collectées en mode faisceau rose toutes les 30s (30 scans au total) avec une taille de pixel de 1.3 microns en utilisant une caméra sCMOS Hamamatsu (FOV-2.6mm x 2.6mm).

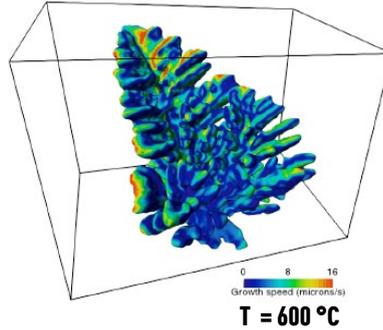
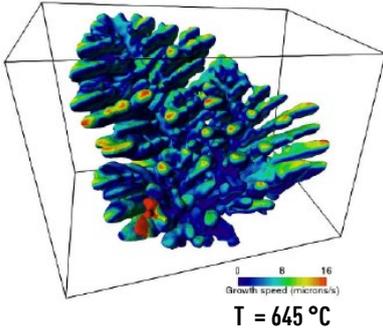
## Les résultats obtenus :

La coalescence de dendrites semble être le mécanisme dominant de grossissement des dendrites. Contrairement aux travaux de Limodin et al. 2009<sup>1</sup>, il n'a pas été observé de refusions de petits bras de dendrites au bénéfice de bras plus larges par le mécanisme d'Ostwald ce qui est probablement lié à une vitesse de refroidissement plus élevée. Une attention particulière a été portée au traitement des données tomographiques afin d'extraire la vitesse locale en 3D des pointes de dendrites,  $V_{tip}$ . En effet, pour une surfusion donnée, on s'attend à ce que les bras de dendrites grandissent avec un produit  $V_{tip} \times R_{tip} = cte$  (Gibbs et al., Sci Rep 2015<sup>2</sup>; Daudin et al., Acta Mat 2016<sup>3</sup>). La figure 2 montre que cette relation semble être vérifiée dans l'expérience réalisée.

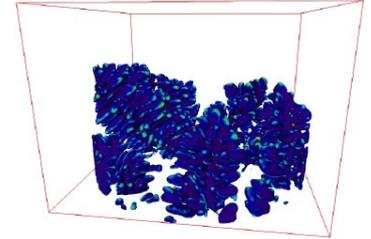
**Remerciements :** Sylvain Gaillieue du Centre des Matériaux de l'École des Mines pour le développement et l'intégration du four\*, Luc Salvo (Grenoble Institute of Technology) et Sofiane Terzi (ESRF,ESA, ILL) pour leurs conseils scientifiques en solidification et tout particulièrement Elodie Boller (ESRF) pour le prêt de four\*.



**Fig. 1 :** coupes 2D extraites à partir des volumes illustrant l'évolution de la croissance dendritique au cours de la solidification. On y distingue des branches primaires et secondaires entourées du liquide enrichi en soluté avec une augmentation des bras de dendrites traduisant une augmentation de la fraction solide.



**Fig. 2a :** représentation de la vitesse locale déterminée à partir de maillages surfaciques 3D de l'interface solide-liquide au cours de la solidification (distance euclidienne locale entre les surfaces calculée et divisée par le temps entre les scans).



**Fig.2b :** produit de la vitesse locale par la courbure locale en pointe de dendrites.

Références : 1. Limodin et al., Acta Mat, 57:2300-2310 [2009] - 2. Gibbs et al., Sci Rep, 5 :11824 [2015] - 3. Daudin et al., Acta Mat [2016, Accepted]



Loïc COURTOIS et Kamel MADI (3Dmagination) avec Jean Paul ITIE et Andrew KING (ligne PSICHÉ de SOLEIL).

**3Dmagination, jeune startup située sur le campus Harwell Oxford s'est enrichie de développements de pointe dans l'imagerie 3D pour former les ingénieurs de demain et développer des solutions innovantes pour ses clients issus de secteurs variés (biomédical, énergie, automobile...).**

« Grâce à nos partenaires industriels et académiques et notre expérience de plus de douze ans en imagerie, mécanique des matériaux et procédés, nous avons développé un vrai savoir-faire dans le développement d'algorithmes et l'extraction d'information scientifique fiable et pertinente à partir de données tomographiques, avec le souci constant d'optimiser toute la chaîne d'acquisition et d'enrichir le dialogue expérience-simulation.

Il y aujourd'hui un réel engouement de nos clients pour étudier l'évolution de la structure en temps réel d'un matériau soumis à des conditions extrêmes (mécaniques, thermiques...). Ces informations sont indispensables pour comprendre et donc mieux maîtriser la fabrication et les comportements en service des produits industriels. Les résolutions spatiales et temporelles sont déterminantes et



nos moyens d'équipements en laboratoire ne sont pas encore adaptés pour capturer en temps réel toute la dynamique de formation des microstructures.

La ligne PSICHE de SOLEIL offre des performances ultimes (cohérence, flux très élevé des rayons X) et une gamme d'énergie intermédiaire entre Diamond et l'ESRF, autres synchrotrons avec qui nous collaborons également. La durée des expériences est considérablement réduite (~quelques secondes avec une résolution spatiale de l'ordre de quelques microns), ce qui ouvre d'immenses perspectives d'applications pour nos clients telles que l'étude de changements de phases dans des barrières thermiques, les mécanismes d'endommagement et de rupture dans les aciers ou encore la cristallisation dans les matériaux de construction.»

### « Une localisation stratégique »

« Notre lien étroit avec SOLEIL constitue un atout considérable pour notre compagnie avec une localisation stratégique puisque nos clients se situent dans l'axe franco-britannique. Par ailleurs, une équipe d'experts est à l'écoute constante de nos attentes pour répondre aux défis de nos clients et à la volonté de développer de nouvelles expériences grâce à une ligne évolutive offrant une grande flexibilité pour l'intégration de nouveaux équipements. Nos liens privilégiés avec SOLEIL et le Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines permettra de repousser les limites de l'imagerie 3D conventionnelle en faveur d'une imagerie multimodale où la ligne PSICHE se distingue particulièrement, et dans laquelle nous combinerons tomographie d'absorption haute résolution et diffraction de rayons X en température. »