

# Part VI : Dendrites

---

## Plan

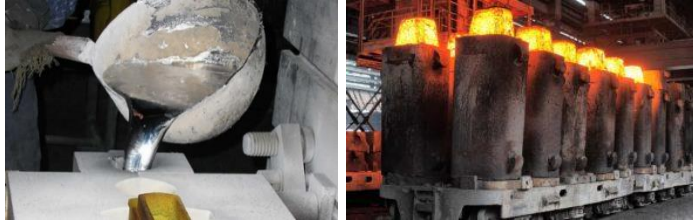
0. Rappels sur la fonderie
1. Croissance cellulaire et Dendrites colonnaires
2. Pointes de dendrites
3. Compétition entre croissance dendritique colonnaire et équiaxe: CET
4. Microstructures de soudage
5. Microstructures d'impression 3D

## Objectif

La plupart des alliages métalliques solidifient sous forme de dendrites. Après un bref rappel la fonderie et la coulée, nous verrons les conditions de croissance dendritiques propices à la croissance planaire / dendritique colonnaires / dendritique équiaxes. Nous appliquerons cette approche pour comprendre la microstructure complexe des soudures et des pièces élaborées par impression 3D.

# 0. Rappel sur la fonderie

## Coulée en lingotière (*Ingot casting*)

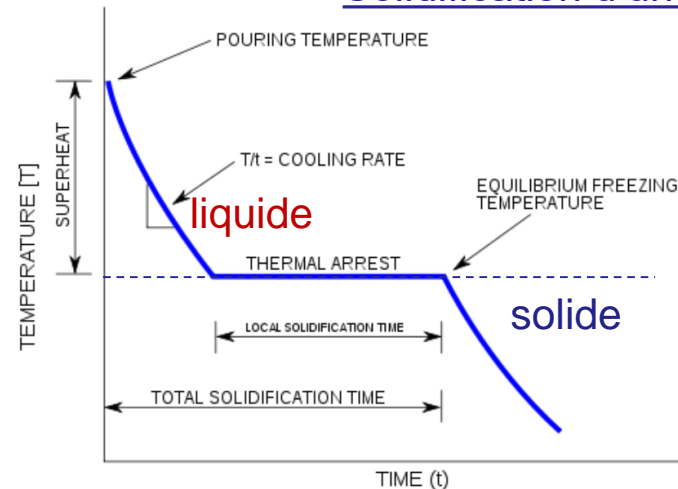


Concevoir un moule requière une grande expertise: forme, matériaux, placer les risers et les events etc

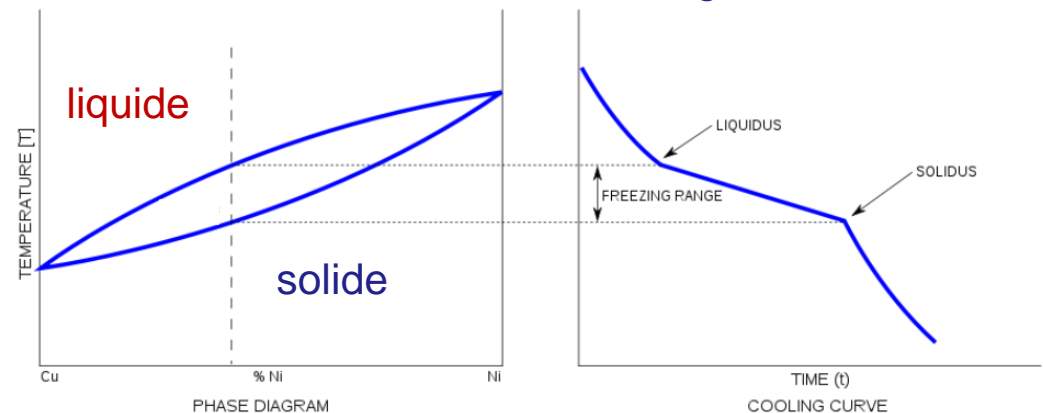
Plus la température du liquide est élevée (plus haute que la température de fusion), plus le liquide aura le temps d'infiltrer l'ensemble du moule, mais attention aux contraintes thermiques.

Une masselotte (*riser*) est une zone du moule qui sert de réservoir pour finir de remplir en liquide les dernières parties solidifiées qui pourraient laisser des cavités à cause de la contraction. La cavité doit se former dans le riser et pas dans la partie utile du moule.

## Solidification d'un métal pur



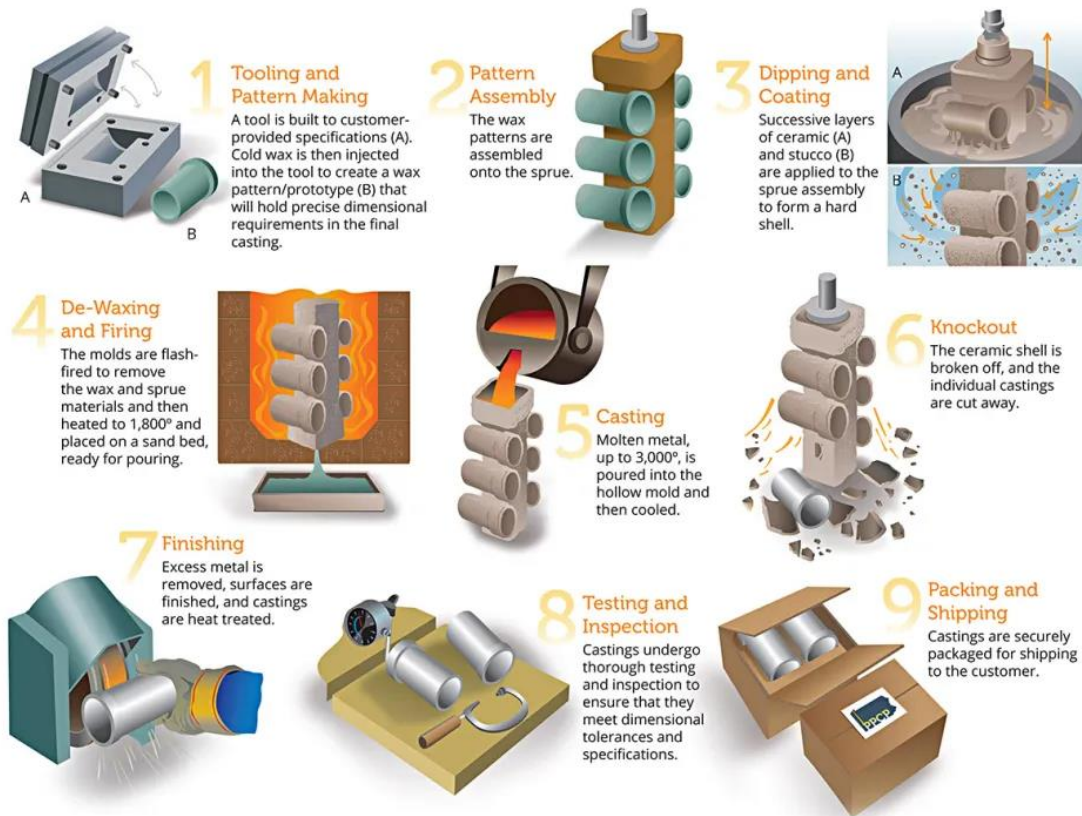
## Solidification d'un alliage



*There is no longer a thermal arrest, instead there is a freezing range*

# 0. Rappel sur la fonderie

## Coulée en cire perdue (Lost wax casting)



Widely used in jewelry and watch industry

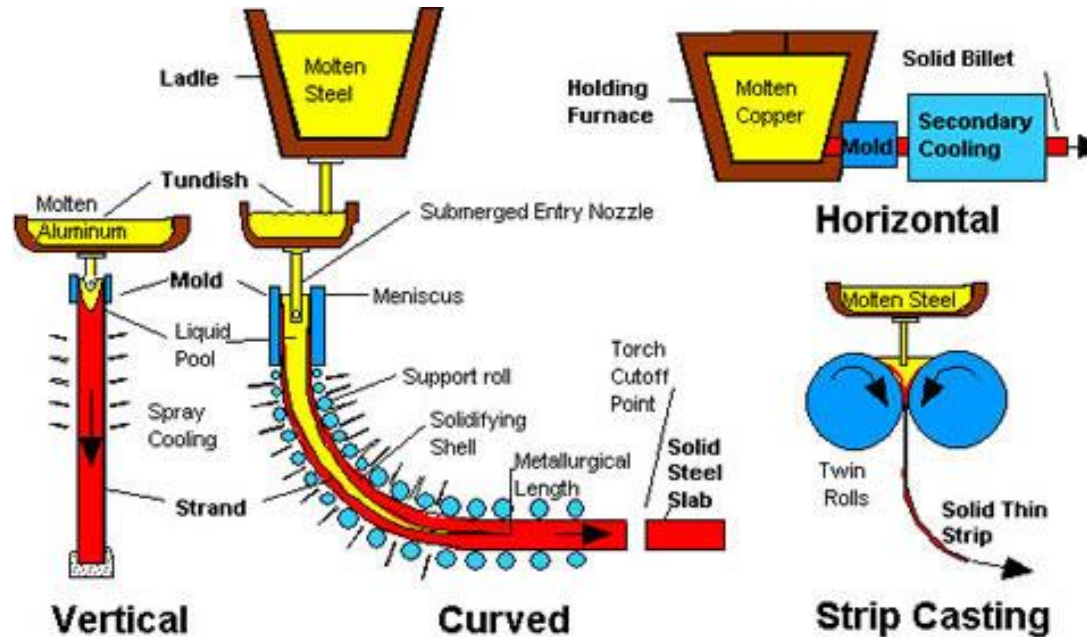


<https://craftmach.com/everything-about-investment-lost-wax-casting-process/>

<https://coreyegan.com/blogs/blog/how-its-made-lost-wax-casting-part-1-carving>

# 0. Rappel sur la fonderie

## Coulée continue (*Continuous casting*)



- Par refroidissement direct (*Direct Chill*): le métal liquide est en contact avec les parois du moule qui sont refroidies à l'eau.
- Par sustentation électromagnétique: le métal liquide ne touche pas les parois du moule.

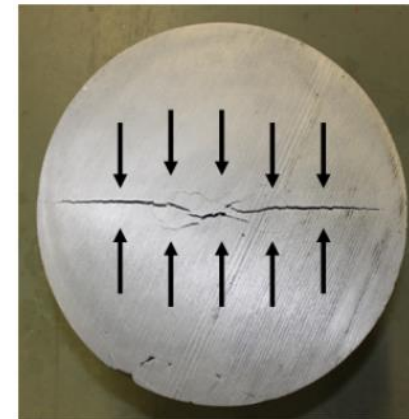
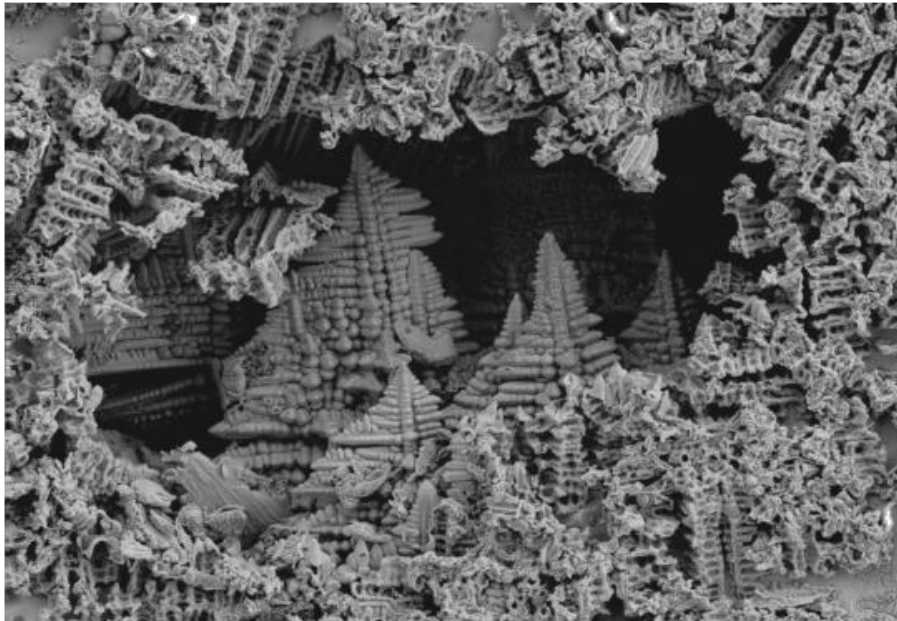
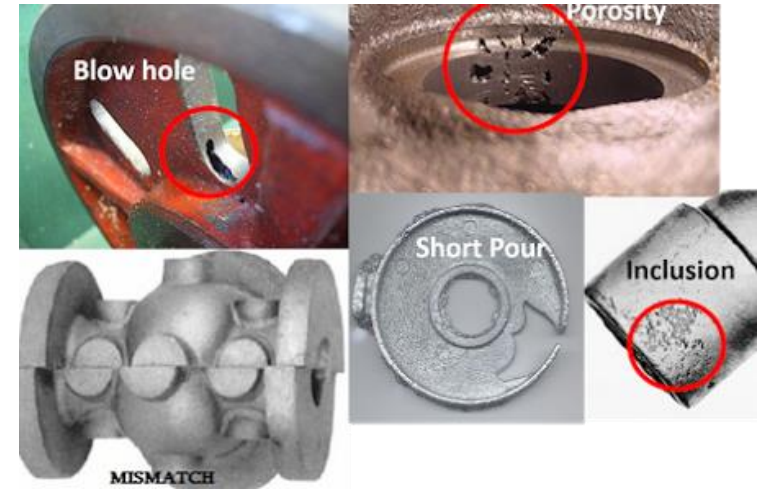
Dans tous les cas le solide qui se forme se contracte sous le ménisque et se détache du moule, et c'est ensuite le métal solide qui est directement refroidi.



# 0. Rappel sur la fonderie

Les différents types de défauts de coulée :

- Défauts dans le moule
- Porosités gazeuses
- Manque de remplissage
- **Vides de retrait:** « *hot tears* » quand le liquide passe à l'état semi-solide, « *cold cracks* » quand le métal est solide et se refroidit trop vite.
- **Macrosegégations:** formation d'intermétalliques
- **Textures:** formation d'orientations préférentielles



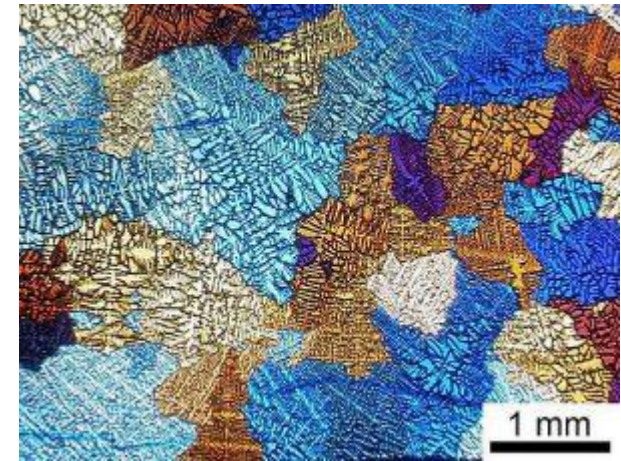
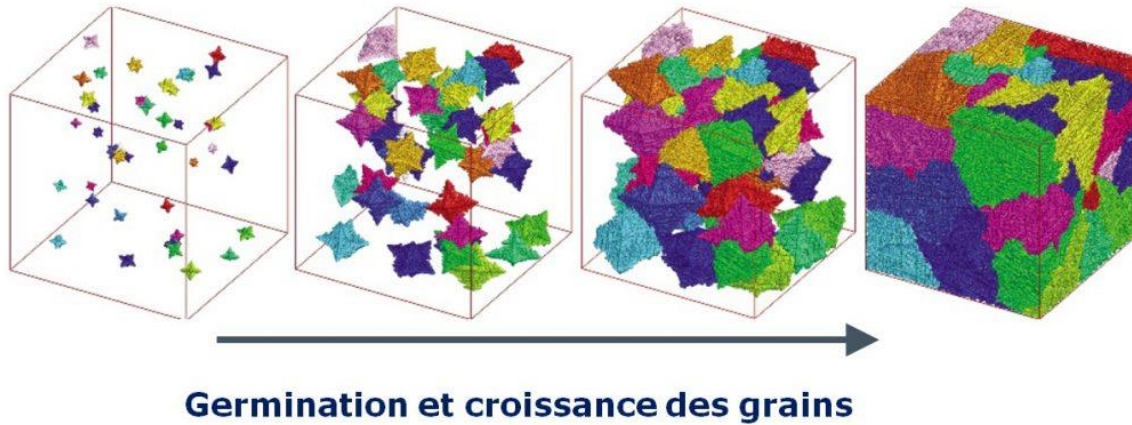
Hot tears in a 7xxx Al alloy.  
Subroto et al. IOP Conf. Series:  
Materials Science and  
Engineering 33 (2012) 012068

Solidification dendrites in a CuTi alloy (investigated to replace the CuBe alloys) SEM picture, Jules Mainand, Baptiste Rouxel LMTM, March 2022

## 0. Rappel sur la fonderie

---

Les dendrites deviennent les grains dans la structure solidifiée du lingot



# 1. Dendrites colonnaires

## Surfusion constitutionnelle:

$$m_l G_c = \frac{\Delta T_0}{D_l/v} \geq G_{th} = \frac{dT_q}{dx}$$



$$v_c = \frac{D_l}{\Delta T_0} G_{th}$$

Pour  $v > v_c$  le front plan devient **instable**  
→ Formation de dendrites

## Stabilité absolue:

A très forte vitesse de croissance la couche de diffusion devient très fine, riche et uniforme en soluté; il n'y a plus de gradient de concentration. Cet effet restabilise le **front plan**.

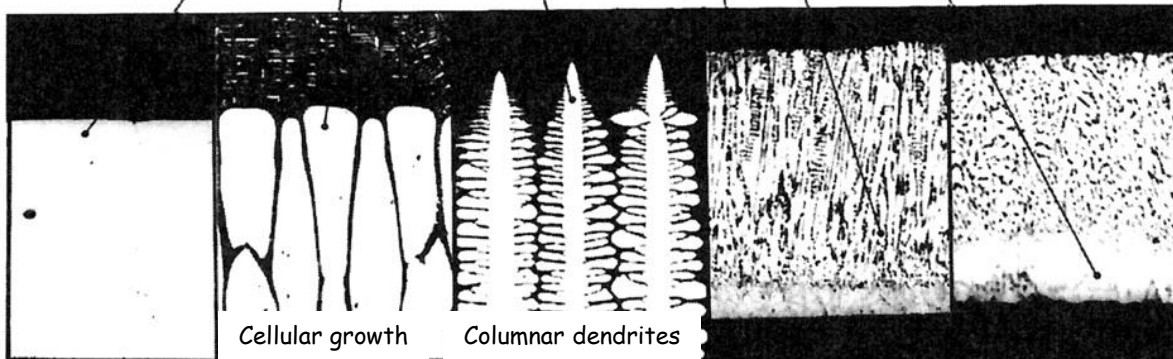
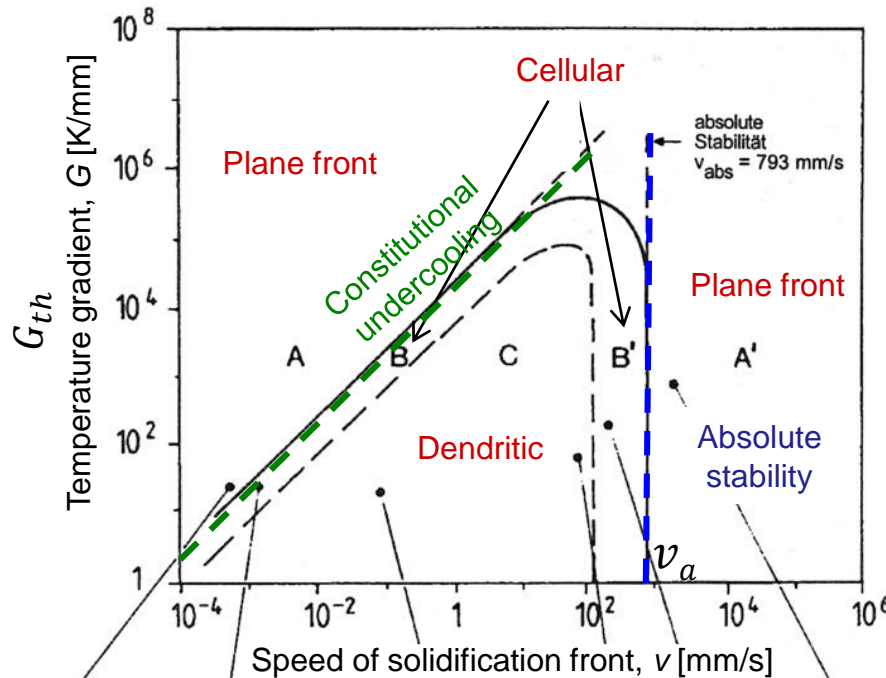
$$\delta = \frac{D_l}{v} \sim \text{min tip radius} \sim \frac{\Gamma_{sl}}{\Delta T_0}$$

Plus spécifiquement, il a été montré que:

$$v_a = \frac{D_l \Delta T_0}{\Gamma_{sl} k}$$

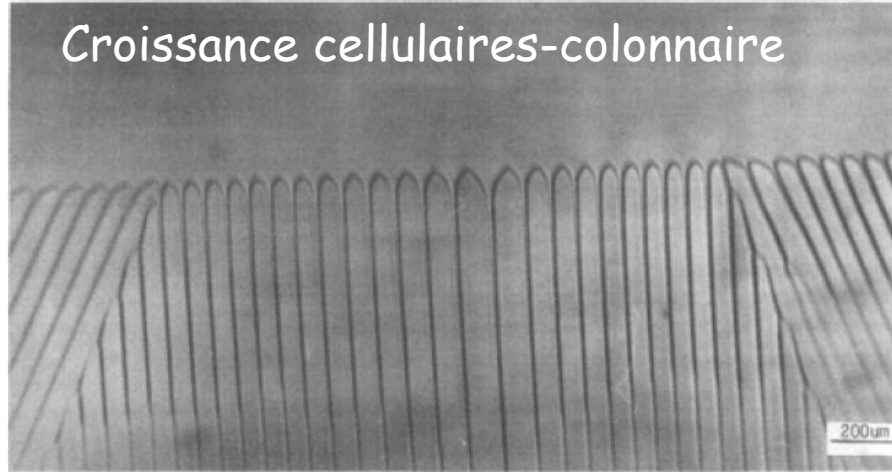
$$\begin{aligned} \Gamma &\sim 10^{-7} \text{ K.m} \\ D_l &\sim 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \\ \Delta T_0 &\sim 10 \text{ K} \\ k &\sim 0.1 \end{aligned}$$

$$\rightarrow v_a \sim 1 \text{ m.s}^{-1}$$

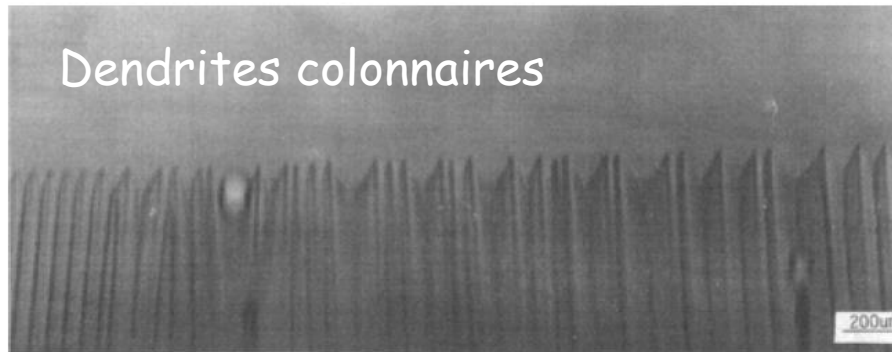




# 1. Dendrites colonnaires

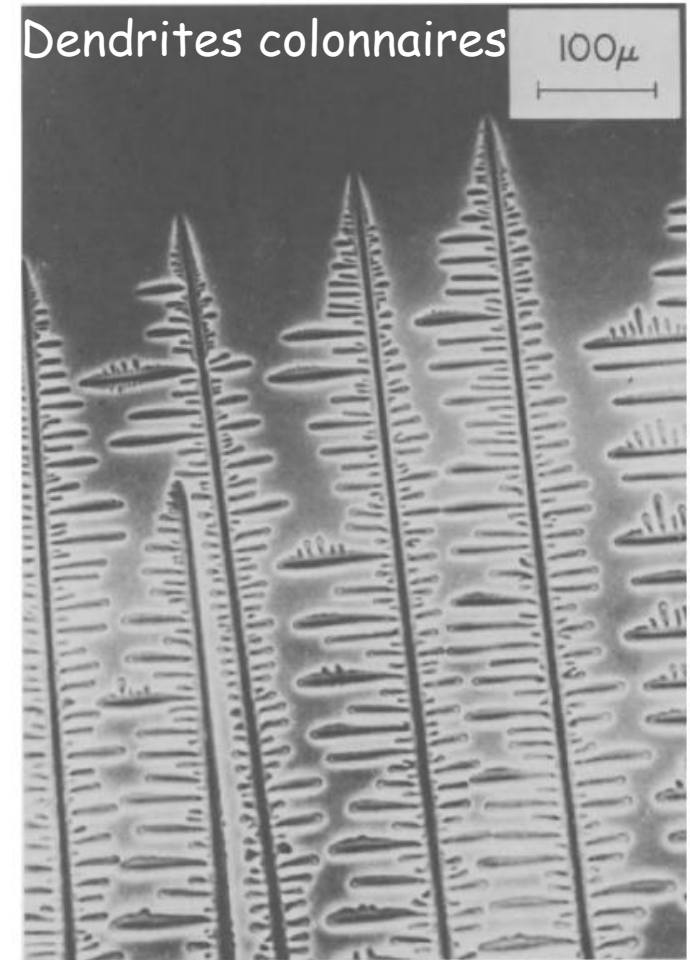


(a)



(b)

Fig. 5—The steady state (a) cellular-dendrite and (b) dendritic microstructure in the  $\text{CBr}_4\text{-X}$  system at growth velocities of  $5.5 \times 10^{-5}$  and  $3.0 \times 10^{-4}$  m/s, respectively.



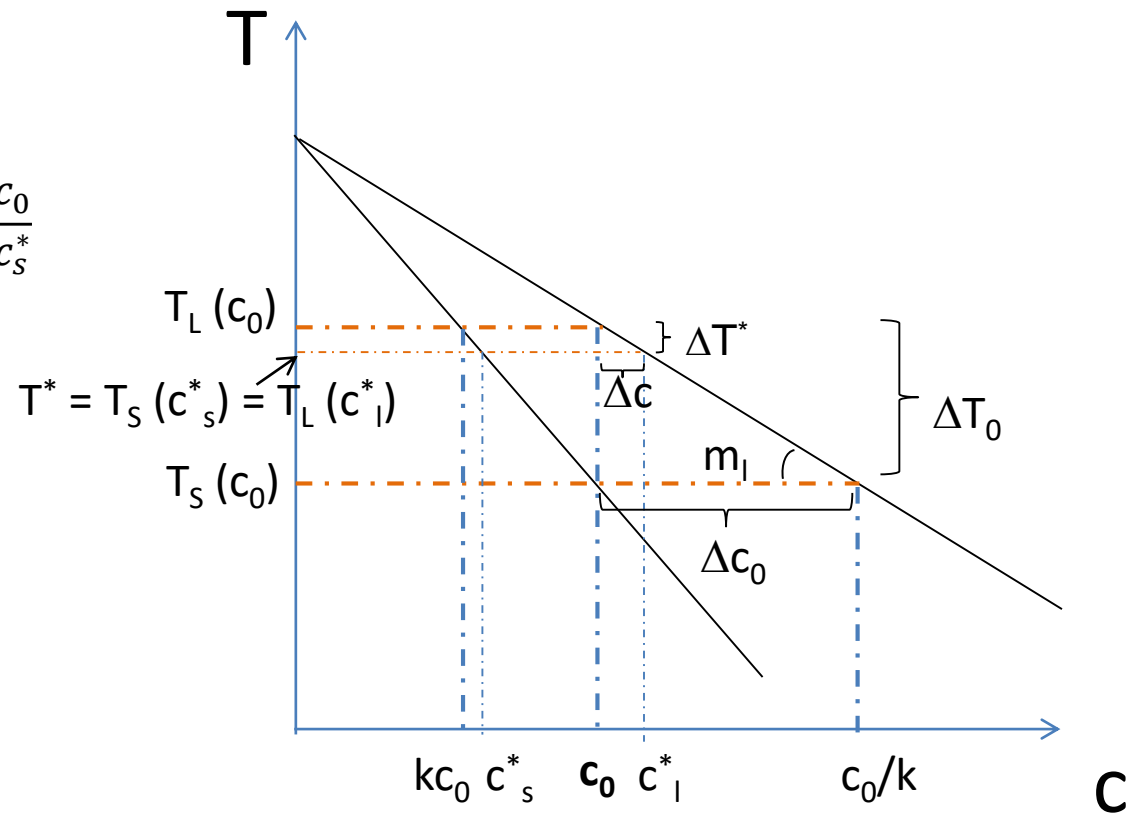
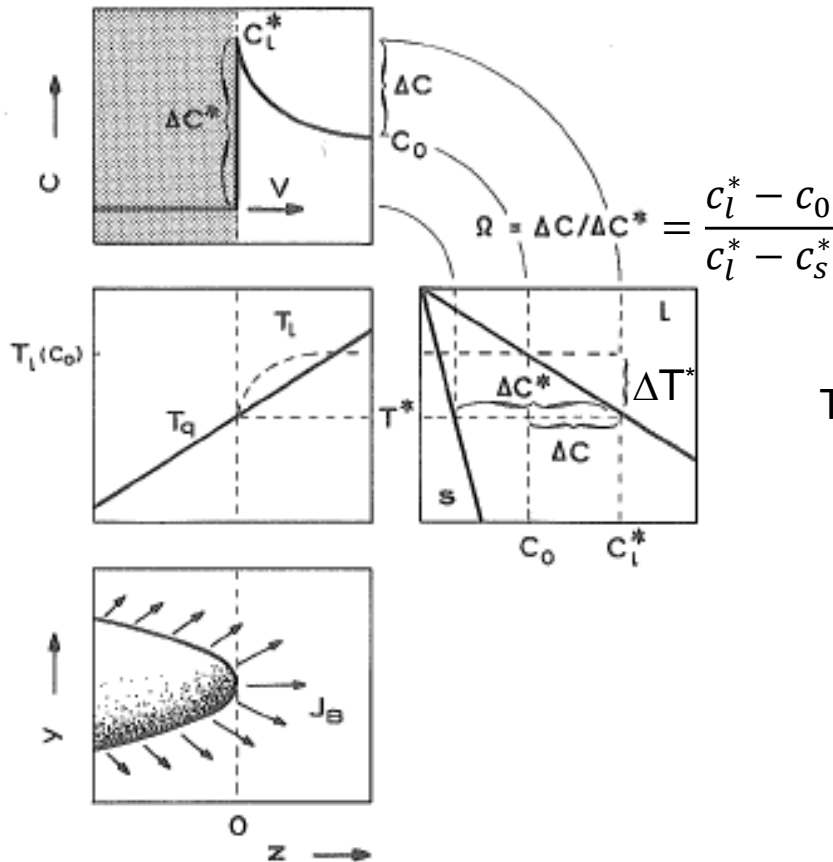
From Trivedi, 1989

<http://solidification.mechanical.illinois.edu/Movies/dendritic.html>



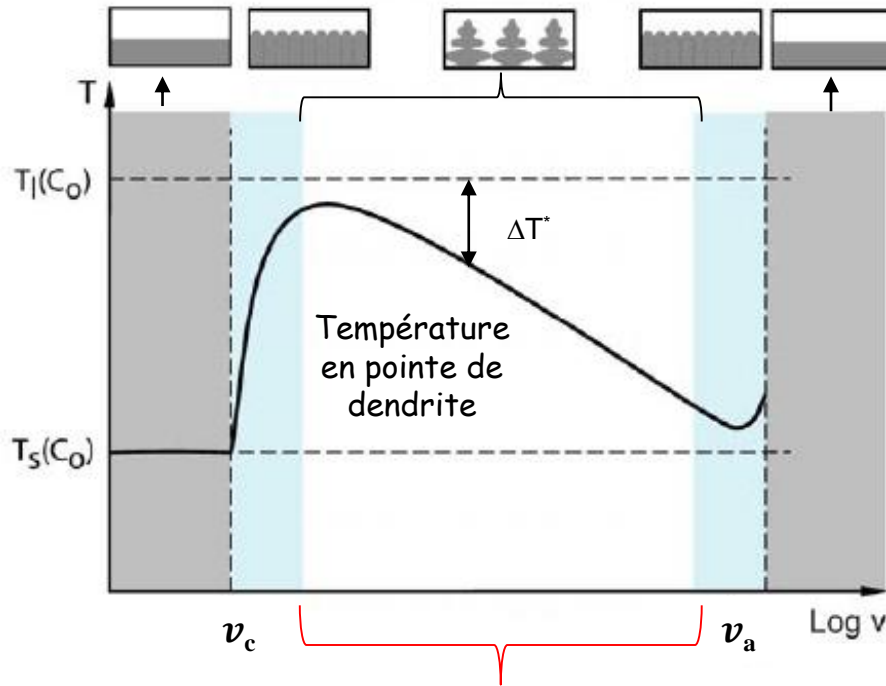
## 2. Surfusion en pointe de dendrite colonnaire

La vitesse de croissance de dendrite est régulée par les conditions qu'elle rencontre à sa **pointe** (*dendrite tip*). Les conditions de solidification en pointe ne sont pas les mêmes que pour un front plan. La température réelle en pointe  $T^*$  est telle que  $T_S(c_0) < T^* < T_L(c_0)$ , et la surfusion est donc  $\Delta T^* < \Delta T_0$  et la sursaturation  $\Omega < 1$ . Comment prédire les valeurs  $\Delta T^*$  et  $\Omega$  ?



## 2. Surfusion en pointe de dendrite colonnaire

Une longue recherche a permis de montrer que  $\Delta T^* = \Delta T_R + \Delta T_k$  est une fonction de  $v$



Pour  $v < v_c$ , le front plan est stable et la croissance se fait à  $T = T_S(c_0)$ .

Pour  $v \approx v_c$  accumulation du soluté dans la couche de diffusion. Les cellules s'allongent pour atteindre des régions de plus grande surfusion, vers des températures plus proches de  $T_L(C_0)$ . La pointe des cellules ne peut atteindre  $T_L(C_0)$  car la surfusion constitutionnelle  $\Delta T^*$  se réduirait à zéro et ne pourrait plus équilibrer les termes de capillarité et cinétique  $\Delta T_r$  et  $\Delta T_k$  (voir cours 5.2). La cellule se met à former des branches et devient une vraie dendrite car le gradient thermique latéral au niveau du tronc est très faible.

Quand  $v \uparrow$ , la dendrite s'affine,  $\Delta T_r \uparrow$ , donc  $\Delta T^* \uparrow$ . On peut montrer que  $(\Delta T^*)^2 \propto v$  (comme dans les métaux purs), et la distance entre dendrites  $\lambda_1 \downarrow$ .

Pour  $v \approx v_a$ , les cellules deviennent plus favorables que les dendrites. La couche de diffusion devient fine et homogène, ce qui annule les oscillations. Le front plan redevient stable (stabilité absolue). La légère remontée en température juste avant  $v_a$  vient de la réduction de  $T_r$  pour une surface qui redevient plane.

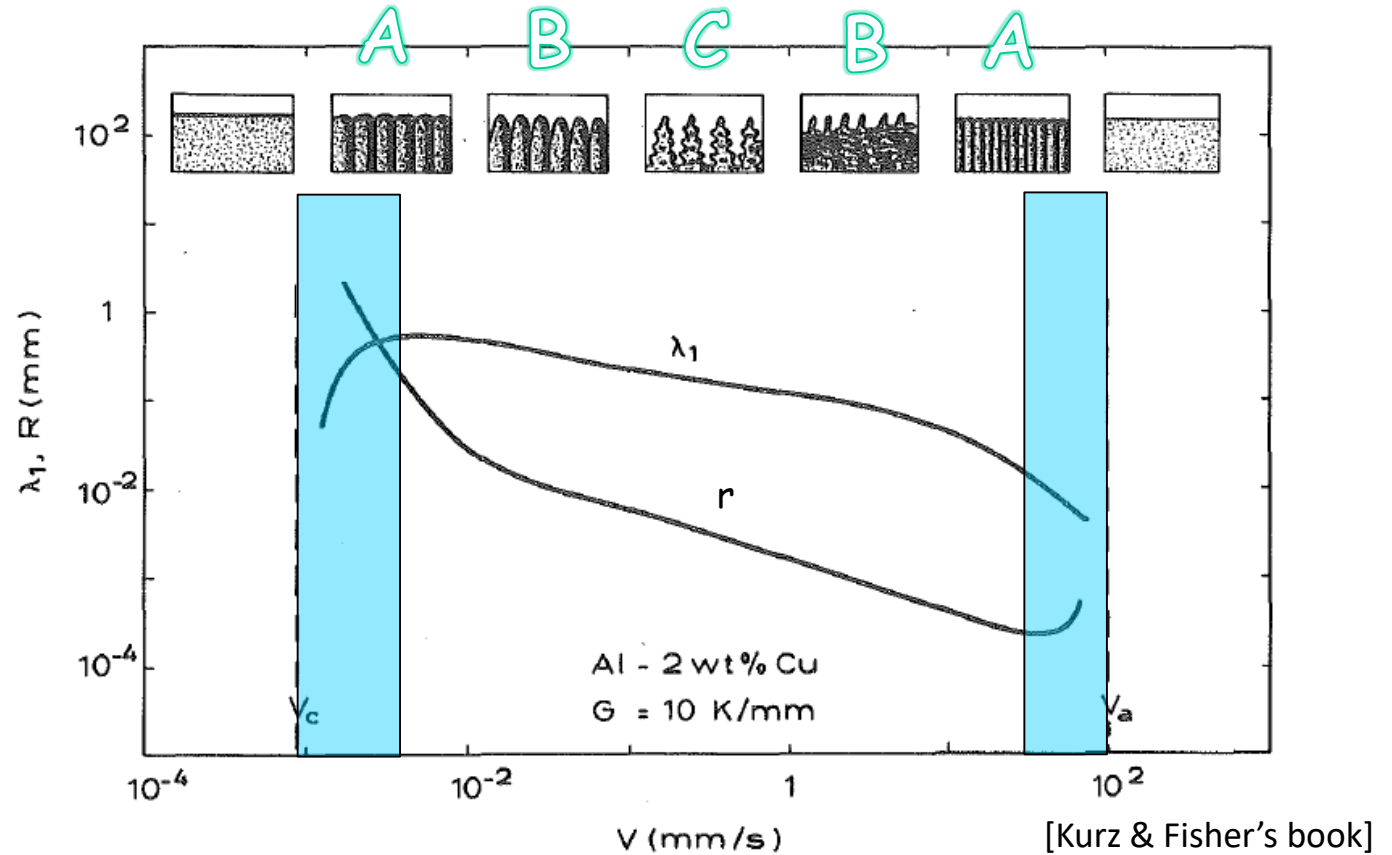
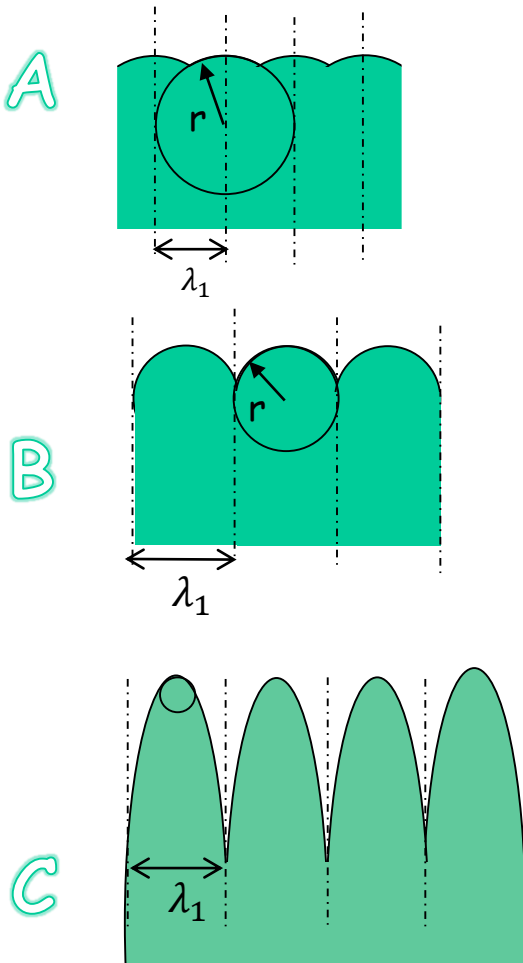
Pour  $v > v_a$ , le front plan est stable et  $T \approx T_S(c_0)$ .

La surfusion  $\Delta T^*$ , le rayon de courbure en pointe de dendrite  $r$ , et la distance entre les bras primaires des dendrites  $\lambda_1$  dépendent de  $v$ . Dans les hypothèses  $\Delta T^* \ll \Delta T_0$  ( $\Leftrightarrow \Omega \sim 0$ ,  $c_l^* \sim c_0$ ),  $m_l G_c \gg G_{th}$ , et une forme elliptique des cellules/dendrites, on peut montrer que:

$$\Delta T^* = 2\pi \sqrt{\frac{\Gamma_{sl} \Delta T_0 k}{D_l}} \sqrt{v}, \quad r = 2\pi \sqrt{\frac{\Gamma_{sl} D_l}{k \Delta T_0}} \frac{1}{\sqrt{v}} = \frac{4\pi^2 \Gamma_{sl}}{\Delta T^*}, \quad \lambda_1 = 2 \sqrt{\frac{\Delta T_0}{G_{th}}} \sqrt{r}$$

avec  $\Gamma_{sl}$  coef. De Gibbs-Thomson.,  $D_l$  coef. de diffusion du soluté dans le liquide,  $\Delta T_0$  l'amplitude thermique de solidification (écart entre le liquidus-solidus à la concentration  $c_0$ ) et  $k$  le coef de partition  $c_s/c_l$

## 2. Dendrite shapes

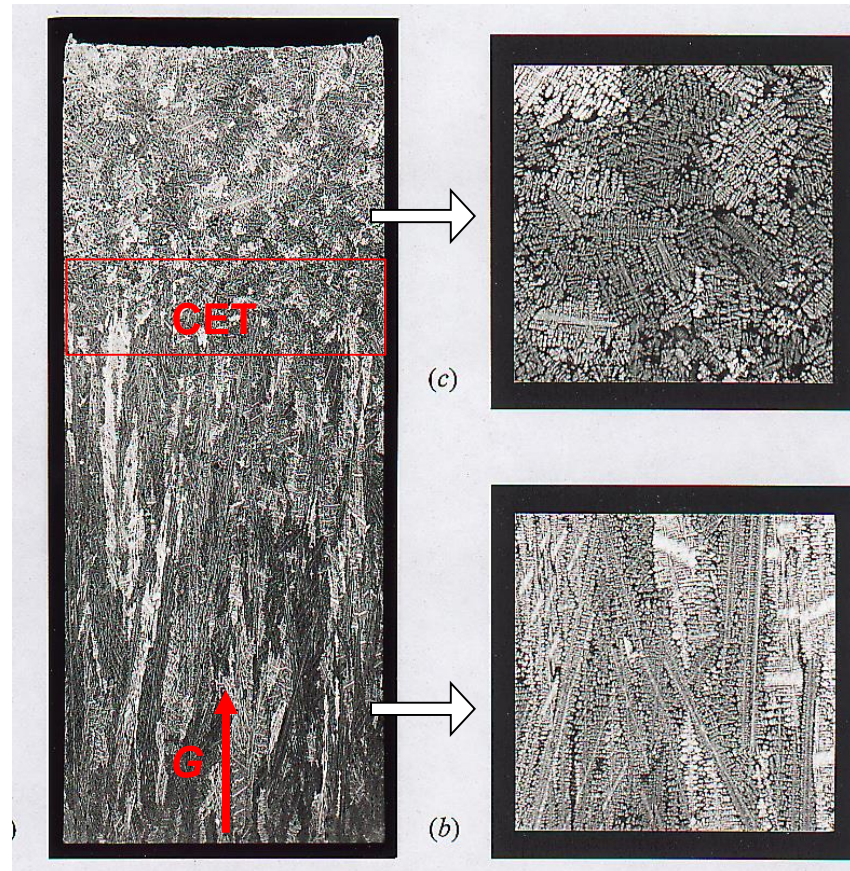


### 3. Compétition entre dendrites colonnaires et équiaxes

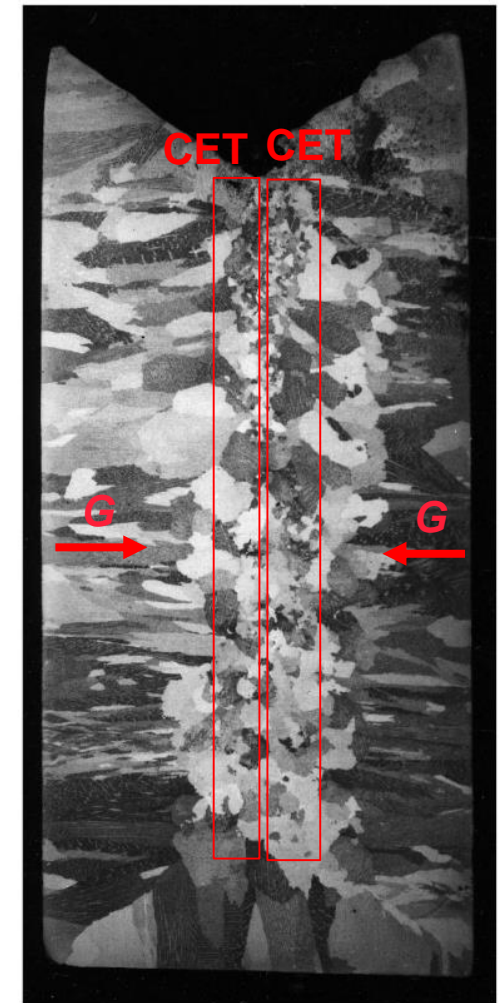
CET = columnar-to-equiaxed transition

Les dendrites ont deux morphologies possible selon l'endroit où elles apparaissent:

- Sur les bords du moule: colonnaires
- Au centre ou en surface : équiaxes



*Grain structure in a directionally solidified Al-7%Si alloy*

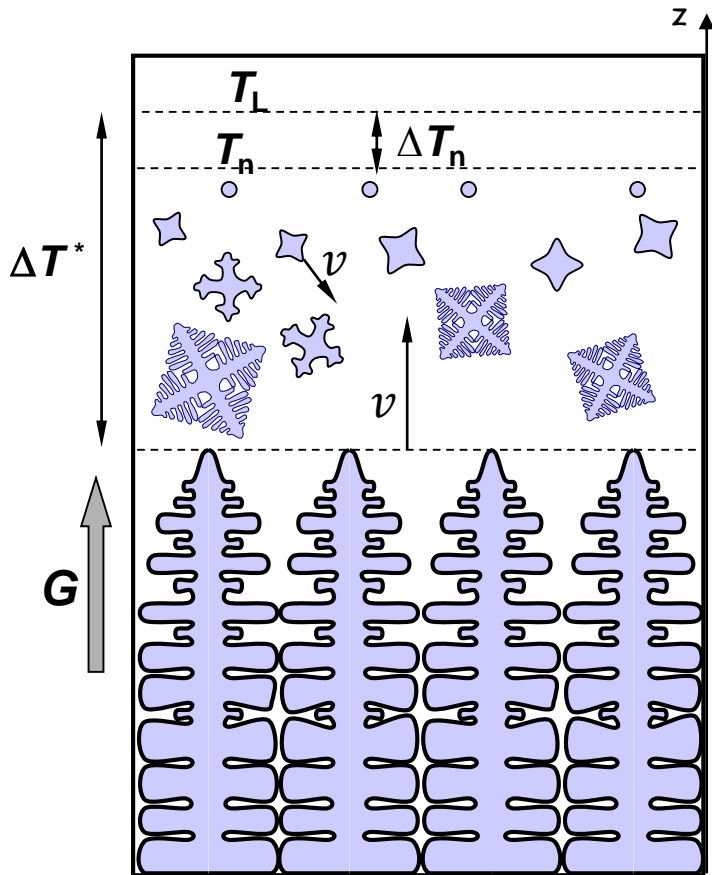


1 Columnar to equiaxed (CET) grain transition in an Al-4 wt-%Cu alloy<sup>56</sup>



### 3. CET

Hunt (1984) a défini un critère très simple pour déterminer la **columnar-to-equiaxed transition (CET)**. La fraction de dendrites équiaxes qui se forment en front des dendrites colonnaires peut se prévoir en faisant les hypothèses que la germination est instantanée dès que  $\Delta T = \Delta T_n$ , que le taux de refroidissement est constant  $\dot{T} = G v$ , et que la vitesse des croissance des dendrites colonnaires et équiaxes est la même,  $v$ , et est proportionnelle à  $\Delta T^2$



Germination instantanée:

$$n = n_0 \delta_{(\Delta T - \Delta T_n)}$$

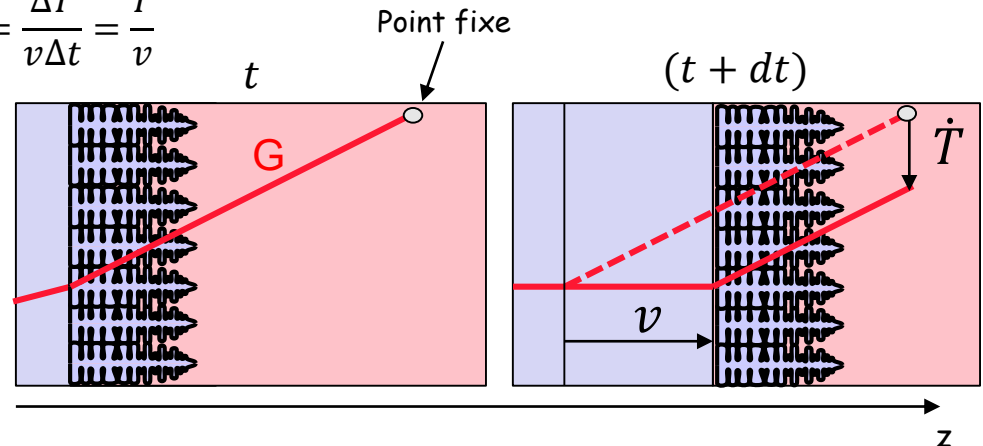
Vitesse de croissance:

$$v = \frac{dr}{dt} = A \Delta T^2$$

Taux de refroidissement:

$$\dot{T} = G v$$

$$G = \frac{\Delta T}{\Delta x} = \frac{\Delta T}{v \Delta t} = \frac{\dot{T}}{v}$$



### 3. CET

---

La fraction de grains équiaxes  $f_g$ , et donc la CET dépend de  $G$  et  $v$ . Si on fait l'hypothèse que  $\Delta T_n \ll \Delta T_0$ , on peut montrer que

$$f_g \propto n_0 \left( \frac{\sqrt{v}}{G} \right)^3$$

De grandes valeurs de  $f_g$  indiquent une CET précoce.

Un critère d'existence de CET est choisi pour  $f_g = 0.3 - 0.7$ , et en général  $f_g \approx 0.5$ .

Faible $\frac{\sqrt{v}}{G}$	→ colonnaire (solidification en peau, <i>skin-forming</i> )
Fort $\frac{\sqrt{v}}{G}$	→ équiaxe (solidification pâteuse, <i>mushy</i> )

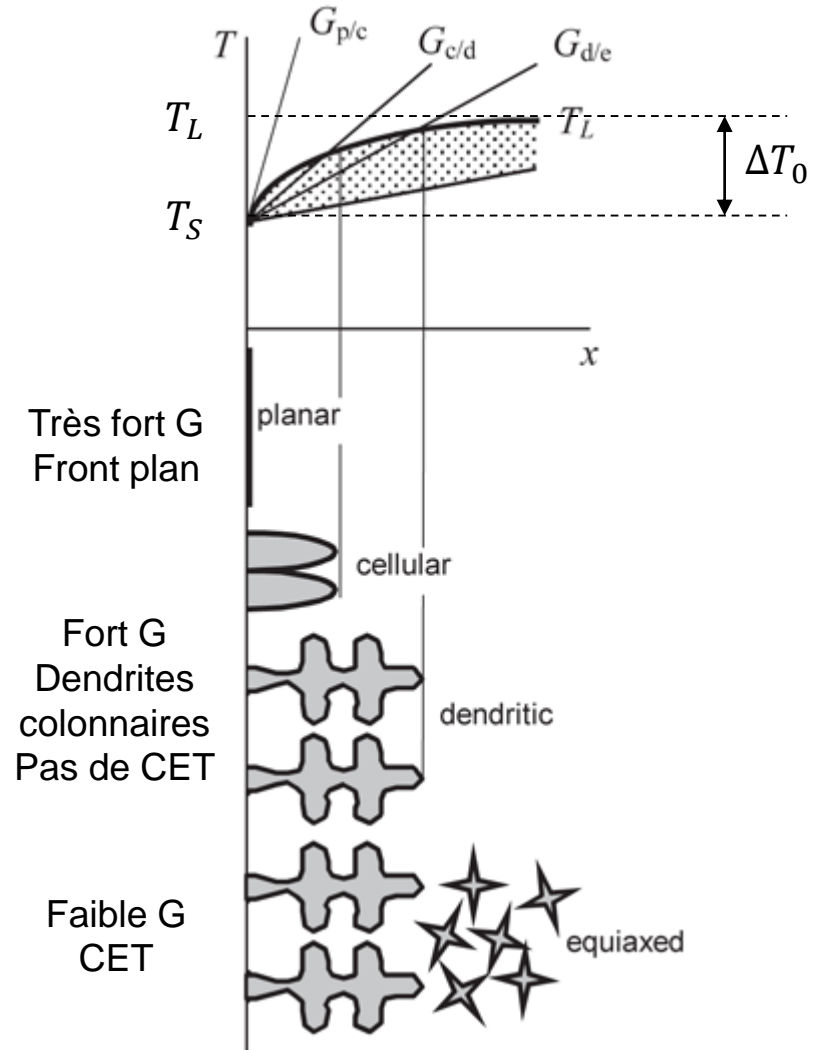
- Acier en fonderie: solidification en peau à cause du fort  $G$
- Fonte blanche, aluminium, alliages de cuivre: pâteux à cause du faible  $G$  (grande diffusion thermique)

### 3. CET

Les grains équiaxes et la CET sont favorisés par:

- Faible  $G$
- Forte  $v$
- Haute densité de germes  $n_0$
- Haute gamme liquidus-solidus  $\Delta T_0$  [high  $c_0$ ]

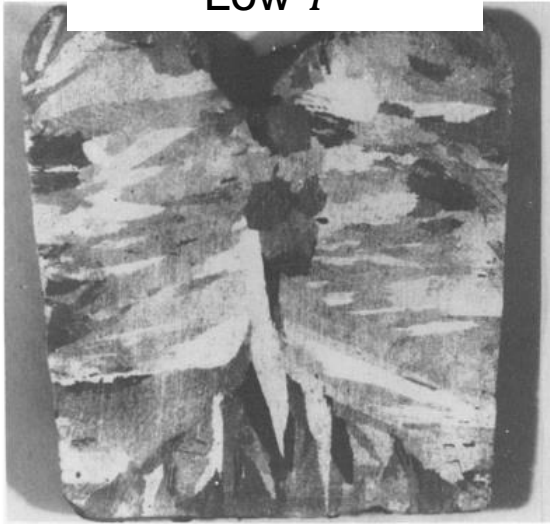
Le critère de Hunt est bien prédictif dans les cas où le liquide a été inoculé avec des agents de germination type  $\text{TiB}_2$  ou  $\text{TiC}$  dans les alliages d'aluminium.



### 3. CET

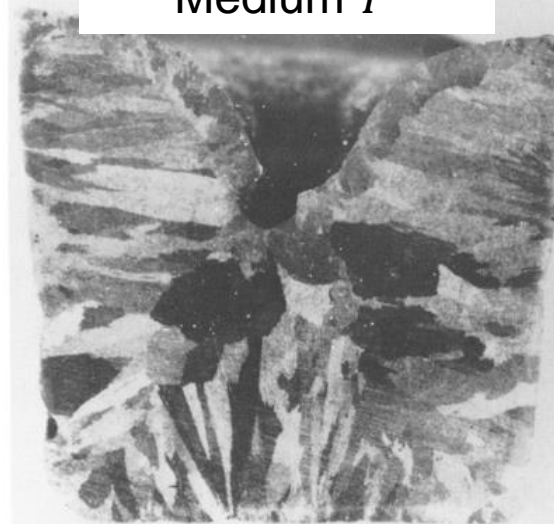
Mais en règle générale il n'est pas si évident de prédire l'existence d'une CET. Quel est l'effet le plus fort sur  $\frac{\sqrt{v}}{G}$  pour un lingot,  $v$  ou  $G$  ? Utiliser  $\dot{T} = G v$  ne permet pas de savoir.

Low  $\dot{T}$



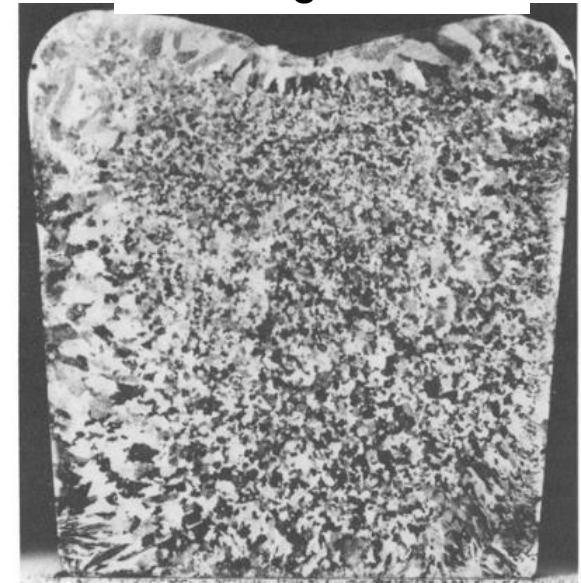
$T_{\text{moule}} = 180^{\circ}\text{C}$

Medium  $\dot{T}$



$T_{\text{moule}} = 140^{\circ}\text{C}$

High  $\dot{T}$



$T_{\text{moule}} = 50^{\circ}\text{C}$

*Al-5wt%Cu, liquide à  $120^{\circ}\text{C}$  au dessus de la température de fusion*

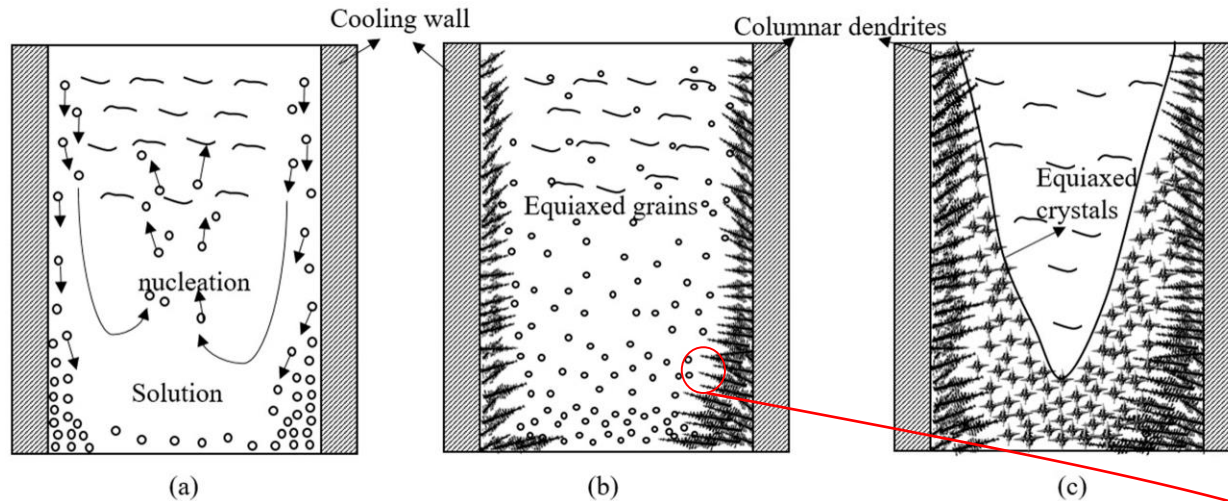
Doherty et al (1977), On the Columnar to Equiaxed Transition in Small Ingots, Metal. Trans. 8A, 397

⇒ Controverses, rôles du versement du liquide dans le moule et de la convection.

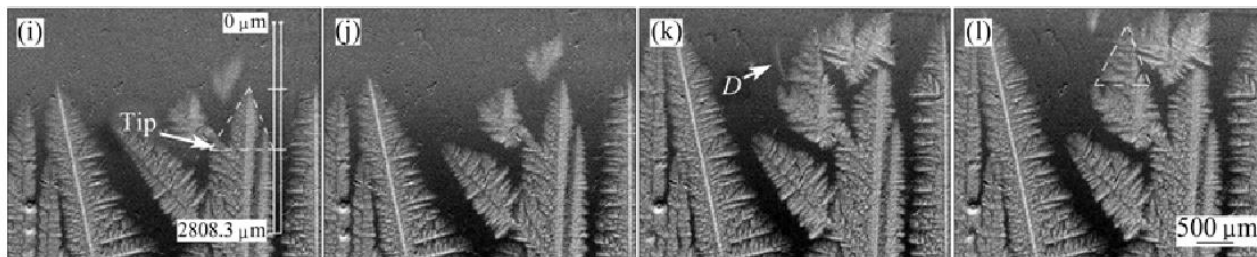


### 3. CET

Le versement et la convection entraînent en effet le détachement de morceaux de dendrites, et ceux-ci vont du bord vers le centre et vont croître au centre du bain liquide  $\Rightarrow$  formation d'une CET



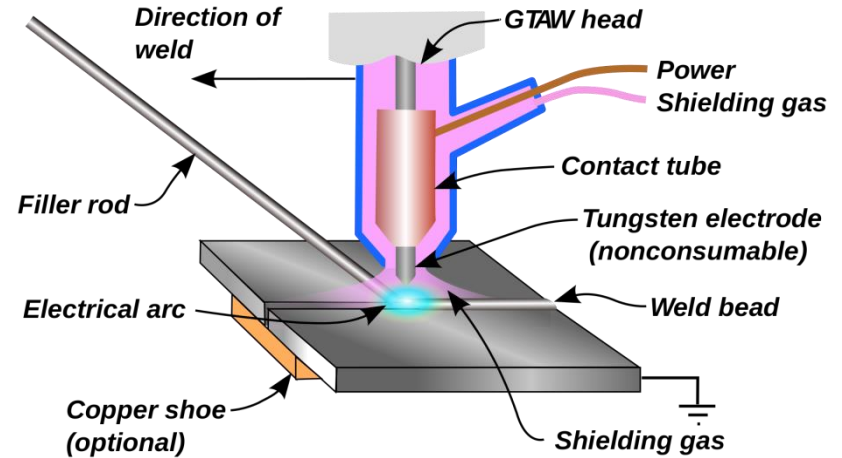
R. Niu et al. *Metals* 2019, *Experimental Investigation of Solidification in the Cast Mold with a Consumable Cooler Introduced Inside*



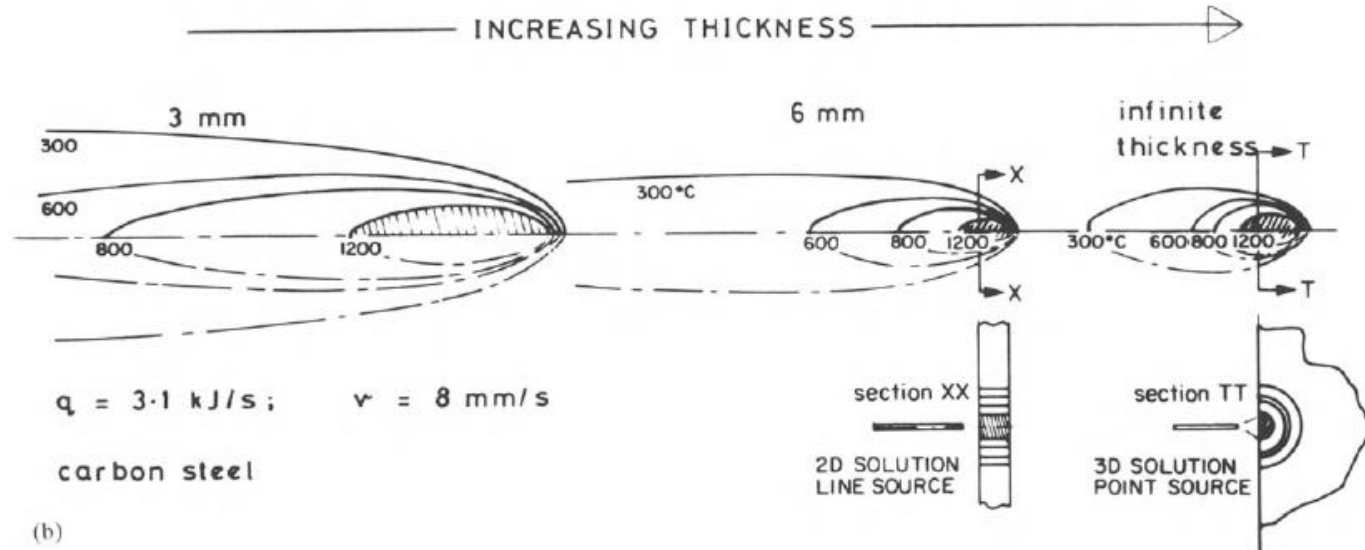
F.G. Li et al. 2014, *In situ study on columnar-equiaxed transition and anaxial columnar dendrite growth of Al-15%Cu alloy by synchrotron radiography*

## 4. Microstructure de soudage

### Soudage TIG

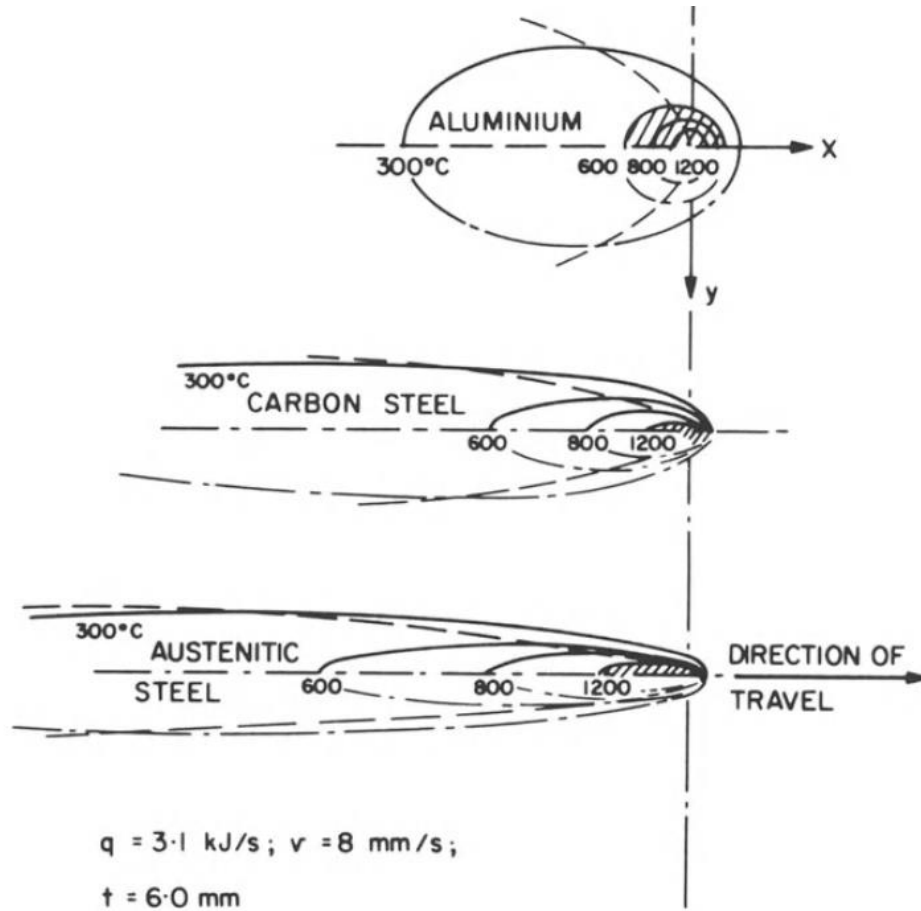


Effet de l'épaisseur de la plaque

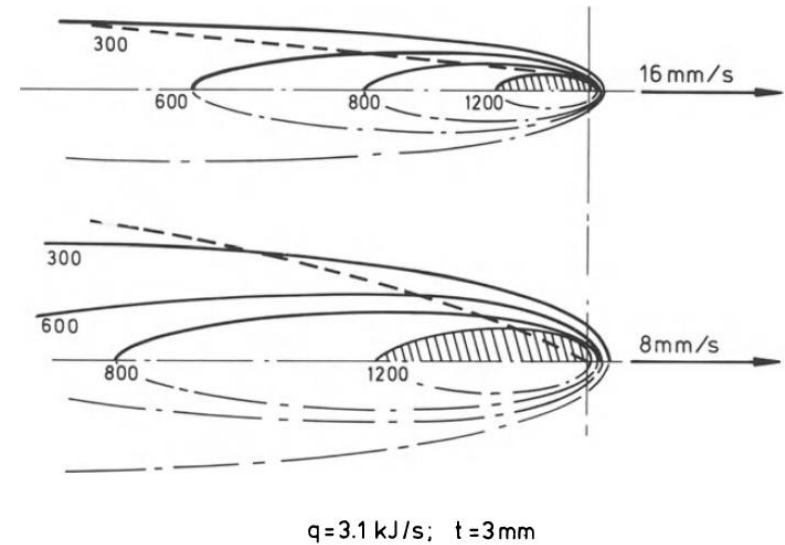


## 4. Microstructure de soudage

### Effet de la diffusivité thermique

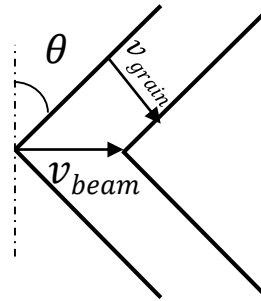
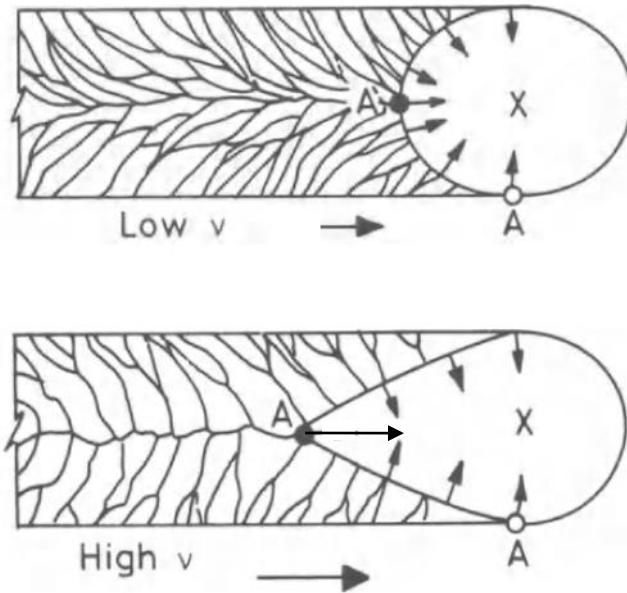


### Effet de la vitesse



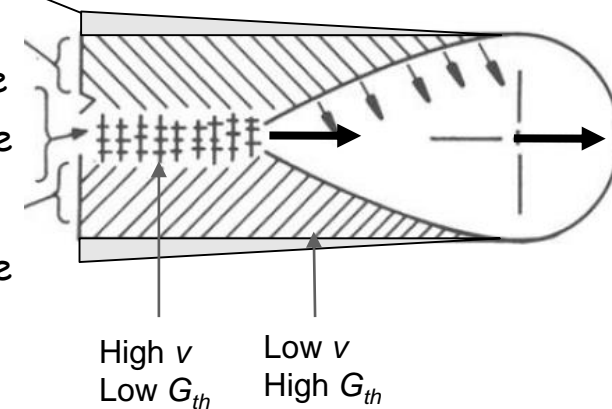
## 4. Microstructure de soudage

Les grains croissant perpendiculairement aux isothermes

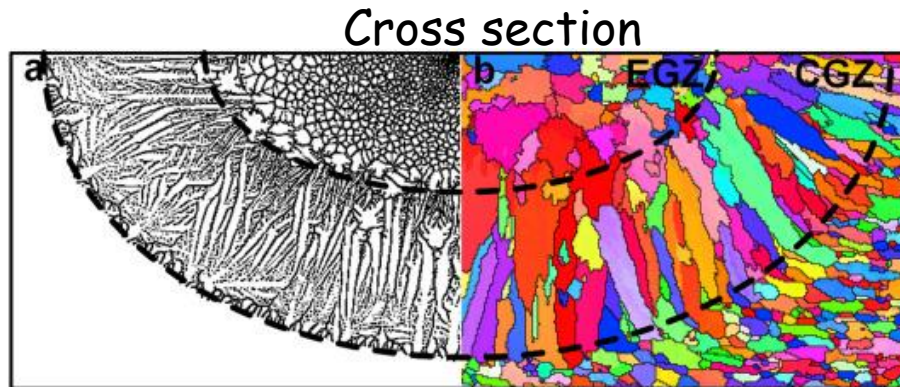


$$v_{\text{grain}} = v_{\text{beam}} \cos \theta$$

Planar, cellular  
Cellular growth -  
Columnar dendrite  
Equiaxed dendrite  
Cellular growth -  
Columnar dendrite



Simulation en  
champ de phases



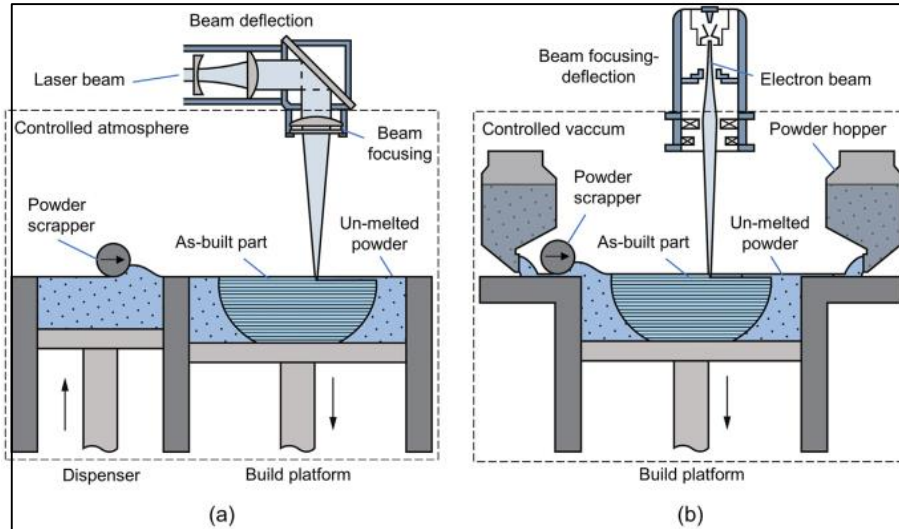
EGZ: Equiaxed grain zone  
CGZ: Columnar grain zone

Carte EBSD sur  
coupe polie

X. Lingda et al., *Journal of Alloys and Compounds*, 858, 2021,  
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157669>

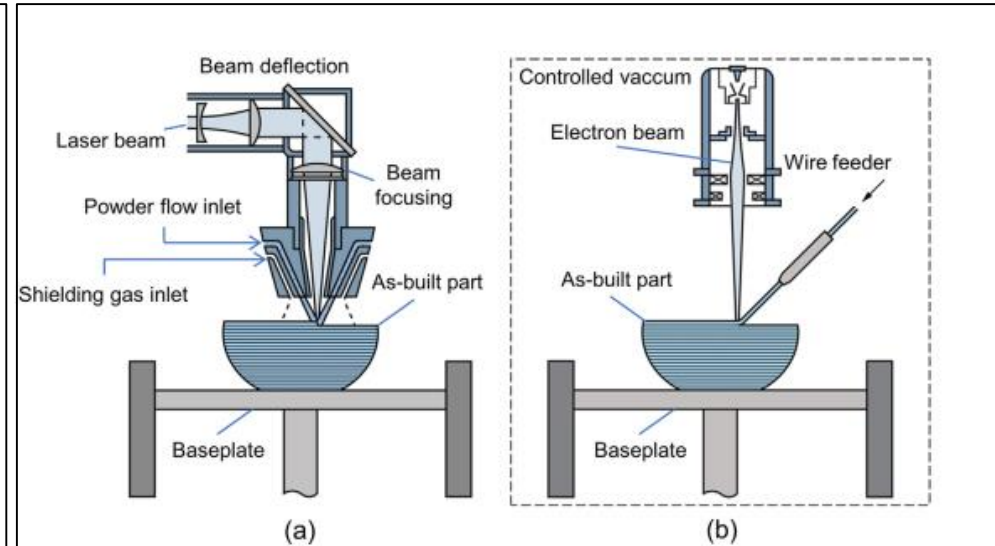


## 5. Impression 3D



Laser powder bed fusion  
(L-PBF)

Electron beam powder bed fusion  
(EB-PBF)



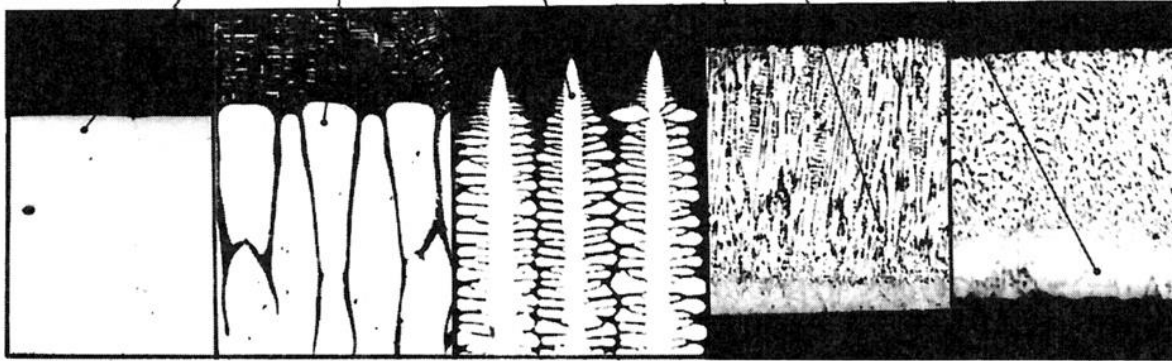
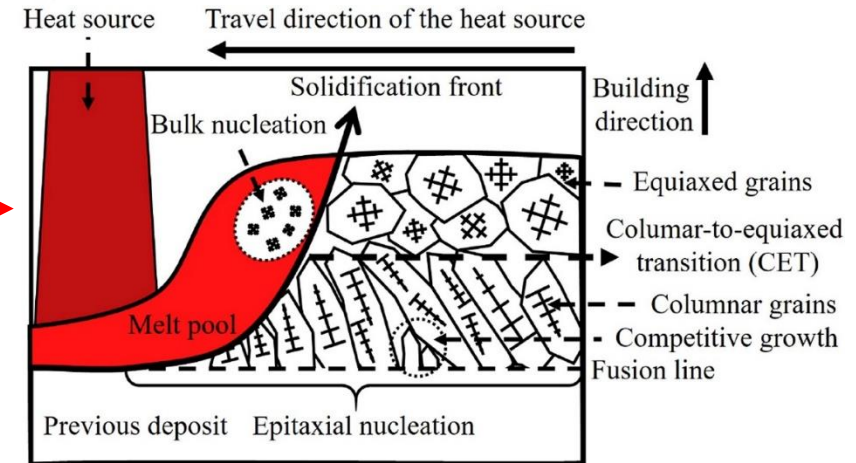
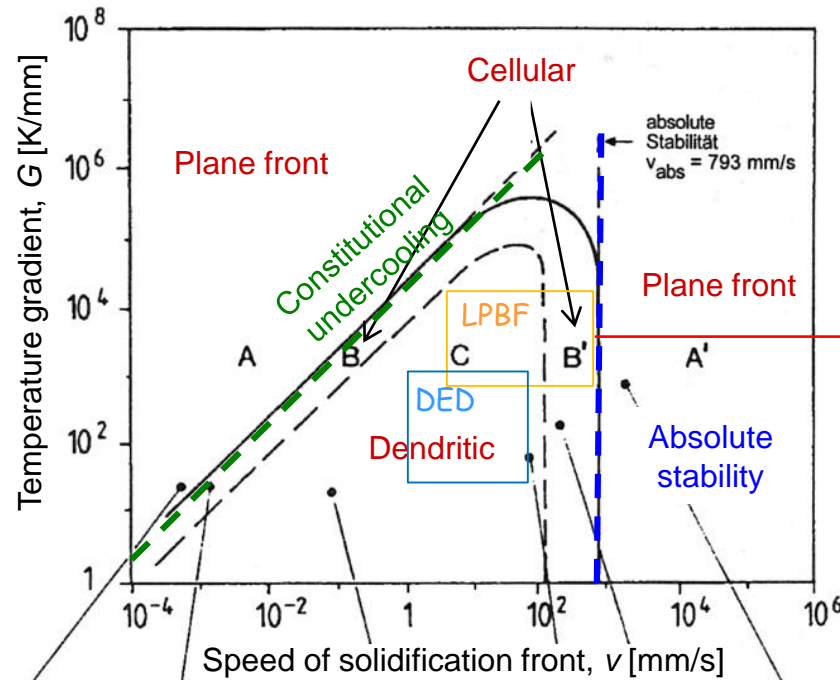
Laser direct energy deposition  
(L-DED)

Electron beam direct energy deposition  
(EB-DED)

Les deux paramètres principaux qui influencent la microstructure sont:

- **La puissance de la source de chaleur**
- **La vitesse de balayage**

## 5. Impression 3D



*Finesse de la microstructure*

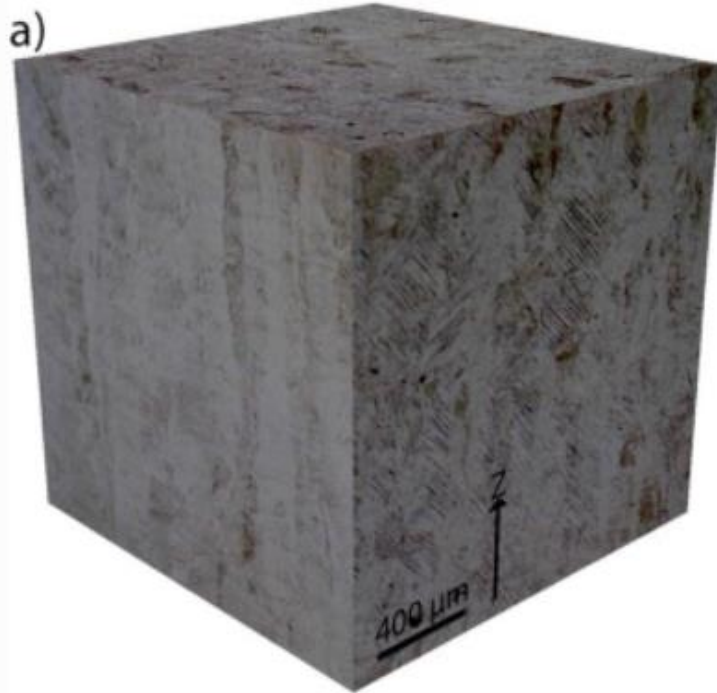
where  $G$  and  $\dot{T}$  represented the specified thermal conditions for ingot casting, DED-LB/M, and PBF-LB/M processes. The range of  $G$  and  $\dot{T}$  selected for the multiphase-field simulations were adopted from literature [38,39] and deliberately adjusted to achieve an increase in  $\dot{T}$  by almost three orders of magnitude,  $G$  by almost two orders of magnitude and  $R$  by an order of magnitude between ingot casting, DED-LB/M and PBF-LB/M processes, respectively. The thermal conditions for multiphase field simulations are summarized in Table 1.

Table 1. Thermal conditions selected for multiphase-field simulations.

process	$\dot{T}$ [K/s]	$G$ [K/cm]	$R$ [cm/s]
Ingot casting	5	50	0.1
DED-LB/M	$2.5 \times 10^3$	$2.5 \times 10^3$	1
PBF-LB/M	$10^6$	$10^5$	10

## 5. Impression 3D

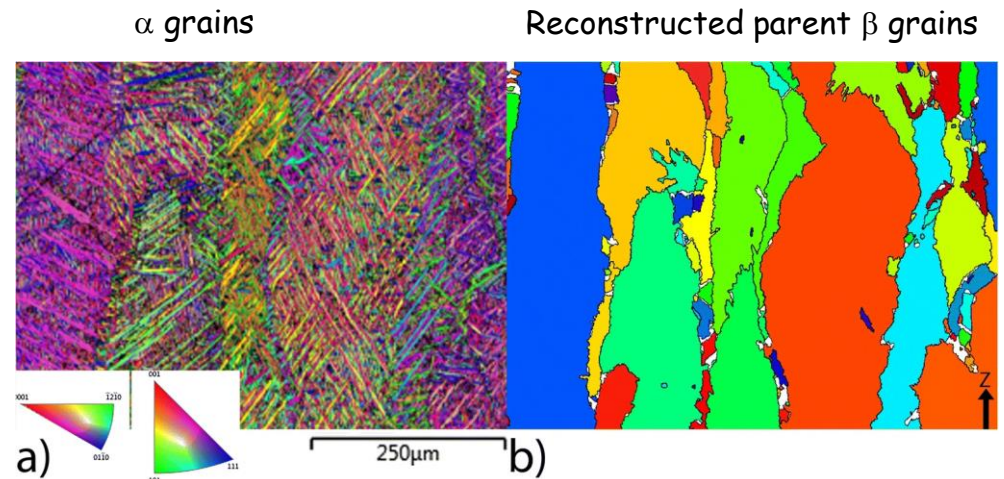
### Epitaxie couche par couche!!



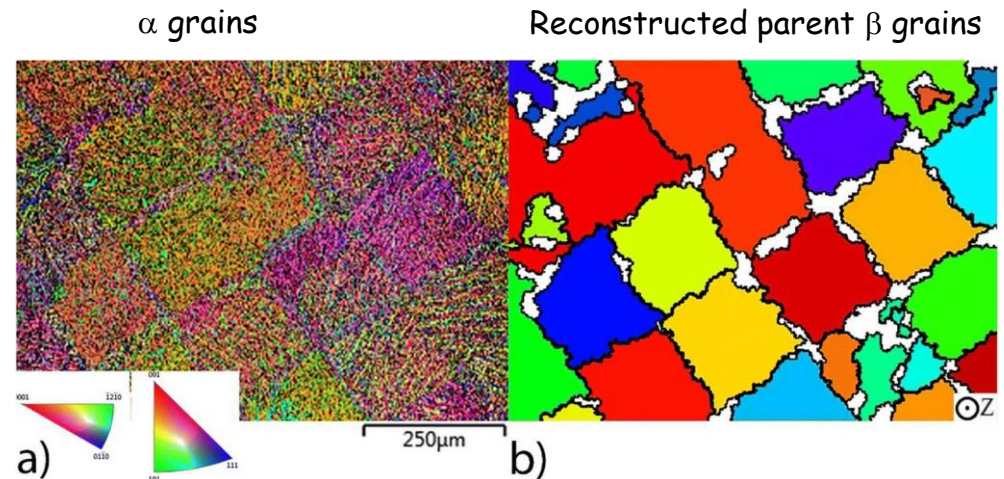
Neikter, M., Huang, A. & Wu, X. Microstructural characterization of binary microstructure pattern in selective laser-melted Ti-6Al-4V. *Int J Adv Manuf Technol* **104**, 1381-1391 (2019).

Z = building direction  
Hatching with a 90° change between adjacent layers

EBSD section x-z



EBSD section x-y





## 5. Impression 3D

---

### Quelques règles générales:

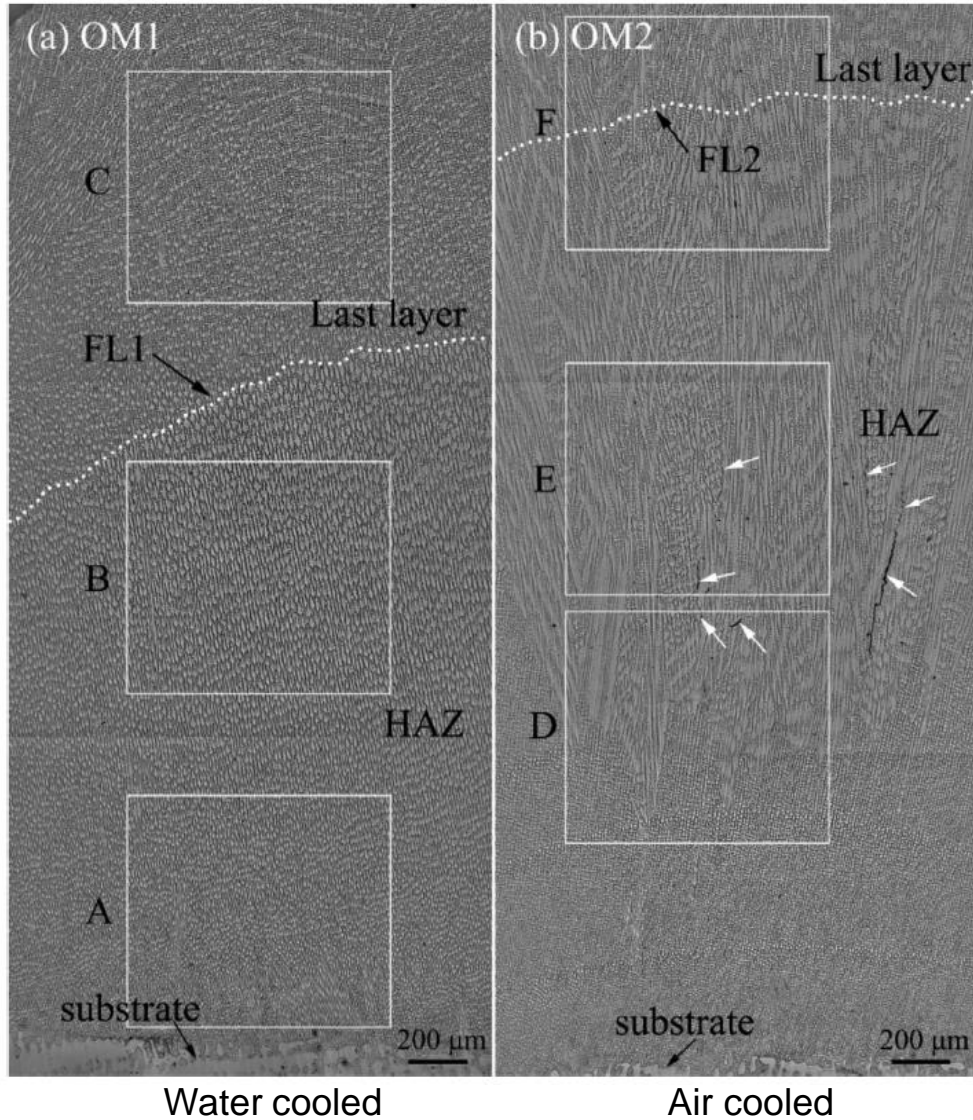
- Une forte puissance et une faible vitesse abaissent le taux de refroidissement, ce qui génère des gros grains (et donc réduit la limite élastique et augmente la ductilité).
- Une grande vitesse de déposition en DED, ou des couches fines en PBF, augmente le taux de refroidissement (et donc augmente la limite élastique et réduit la ductilité).
- Une **croissance colonnaire est à éviter** (anisotropie des propriétés mécaniques).
- Un moyen pour tenter de briser la croissance colonnaires est de changer la direction de balayage entre chaque couche.
- Il est difficile d'introduire des agents de germination en impression 3D.
- Modifier la composition chimique permet d'augmenter  $\Delta T_0$  et de favoriser la croissance équiaxe.

### Les différents types de défauts en impression 3D

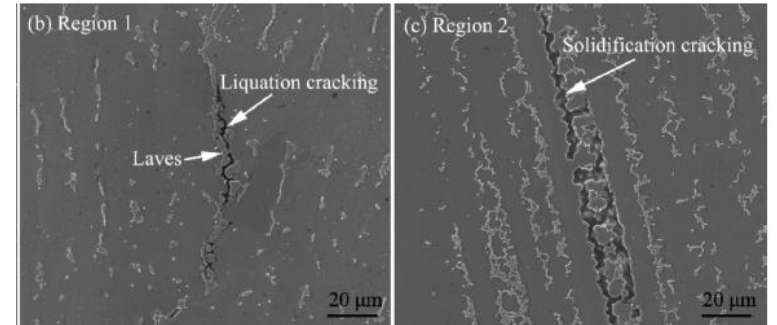
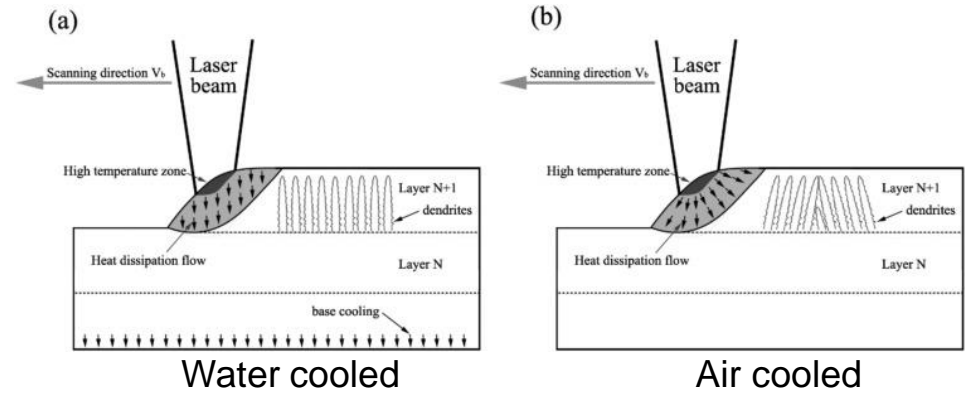
- Distorsions thermiques.
- **Keyholes**: trop de puissance (en L-PBF) fait évaporer le métal. La cavité augmente l'absorption du laser, ce qui perce profondément la surface pouvant laisser des cavités.
- **Lacks of fusion**: grains de poudre non fondue.



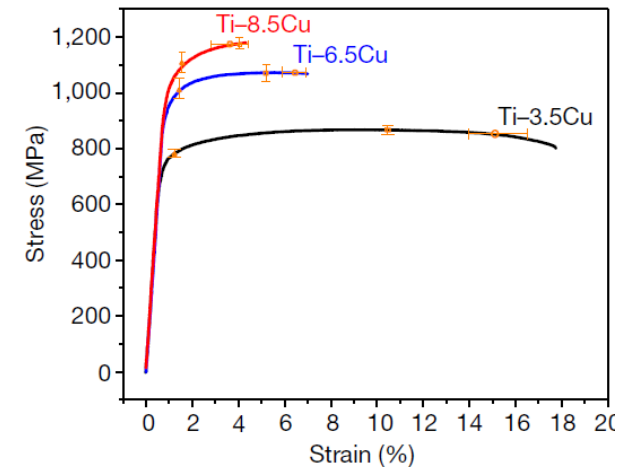
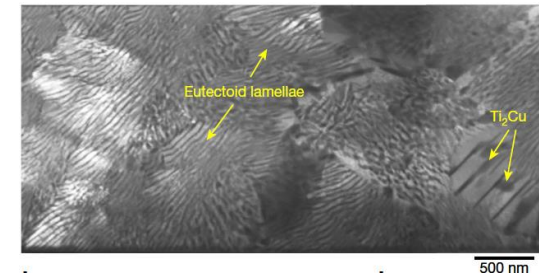
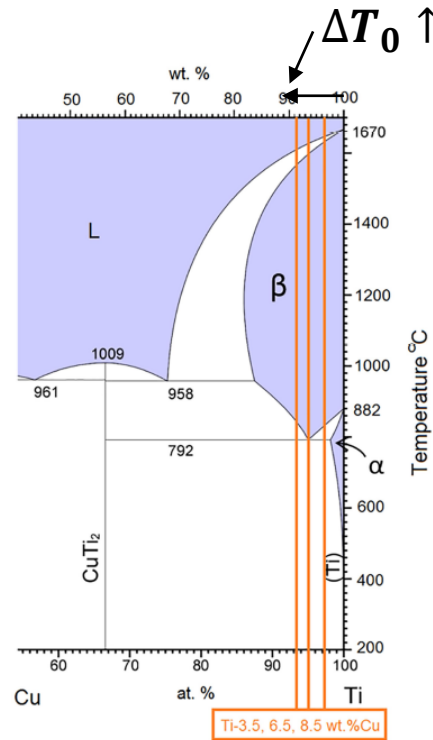
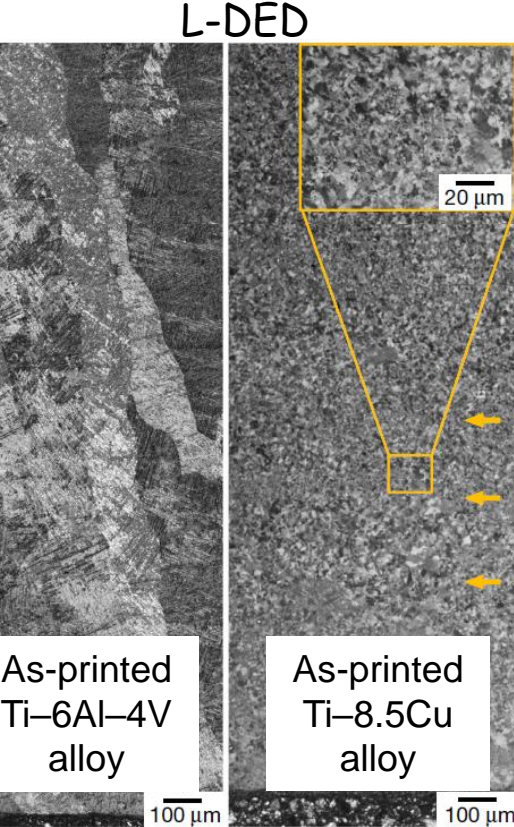
# 5. Impression 3D



Chen et al. *Dendritic microstructure and hot cracking of laser additive manufactured Inconel 718 under improved base cooling*, Journal of Alloys and Compounds 670 (2016) 312- 321



⇒ La tendance à souffrir de **liquation cracking** dépend de la désorientation entre les dendrites, et de l'amplitude des contraintes thermiques pendant la solidification.



Duyao Zhang, Dong Qiu, Mark A. Gibson, Yufeng Zheng, Hamish L. Fraser, David H. StJohn & Mark A. Easton, *Additive manufacturing of ultrafine-grained high-strength titanium alloys*, **Nature** 576, 2019

# Résumé

---

- **Les métaux purs** solidifient en général en front plan à cause du gradient thermique venant du contact avec une paroi froide. Une croissance dendritique par **surfusion thermique** est possible en absence de gradient thermique.
- **Les alliages** solidifient en général sous forme dendritique (colonnaire ou equiaxe) à cause de la **surfusion constitutionnelle**. Une croissance en front plan est possible en présence d'un fort gradient thermique (four Bridgman).

**Pour les alliages**, la pointe d'une dendrite a une surfusion constitutionnelle  $\Delta T^*$  et un rayon  $r$  qui sont tous deux liés à la vitesse de croissance  $v$  par  $\Delta T^* \propto \sqrt{v}$  et  $r \propto \frac{1}{\sqrt{v}}$ . La distance entre deux bras primaires de dendrites est  $\lambda_1 \propto \sqrt{r}$ .

- Il existe une vitesse  $v_a$  dite de **stabilité absolue** au-delà de laquelle la solidification redevient planaire.
- Deux grandeurs importantes pour la morphologies des grains:
  - $v/G \uparrow$  front planaire  $\rightarrow$  croissance cellulaires  $\rightarrow$  dendrites colonnaires
  - $\frac{\sqrt{v}}{G} \uparrow$  dendrites colonnaires  $\rightarrow$  dendrites équiaxes. Critère de Hunt pour la CET, mais ne pas négliger la convection!
- La difficulté en soudage et impression 3D est d'obtenir des **grains équiaxes** (et non colonnaires).