



HAL
open science

Contrôle du maclage thermique et de la taille de grains par traitements thermomécaniques dans deux superalliages base de Ni

Nadia Souai

► **To cite this version:**

Nadia Souai. Contrôle du maclage thermique et de la taille de grains par traitements thermomécaniques dans deux superalliages base de Ni. Matériaux. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011. Français. NNT : 2011ENMP0077 . pastel-00682084

HAL Id: pastel-00682084

<https://pastel.hal.science/pastel-00682084>

Submitted on 23 Mar 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Ecole doctorale n° 364 : Sciences Fondamentales et Appliquées

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité "Science & Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

Nadia SOUAI

le 22 décembre 2011

Contrôle du maclage thermique et de la taille de grains par traitements thermomécaniques dans un superalliage base Ni

Directeurs de thèse : **Nathalie BOZZOLO** et **Roland LOGE**

Co-encadrement de la thèse : **Loïc NAZE**

Jury :

M. Bernard VIGUIER, Pr, CIRIMAT, ENSIACET, Toulouse - France

M. Philippe BOCHER, Pr, LOPFA, Ecole de Technologie Supérieure, Montréal - Canada

M. Leo KESTENS, Pr, Department of Material Science and Engineering, Université de Gand - Belgique

Mme. Nathalie BOZZOLO, Maître Assistant, CEMEF, Mines-ParisTech, Sophia Antipolis, France

M. Loïc NAZE, Maître Assistant, CDM, Mines-ParisTech, Evry, France

M. Roland LOGE, Chargé de Recherches CNRS, CEMEF, Mines-ParisTech, Sophia Antipolis, France

M. Jean-Yves GUEDOU, Dr, SNECMA (Groupe SAFRAN), Villaroche - France

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Invité

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au Centre de Mise en Forme des Matériaux, CEMEF, de Mines-ParisTech, au sein du groupe MSR (Métallurgie, Structure, Rhéologie) qui était dirigé à mon arrivée au CEMEF par Yvan Chastel, que je remercie de m'avoir accueillie dans son équipe.

Je tiens également à remercier l'ensemble des membres du jury qui m'ont fait l'honneur de lire mon mémoire et évaluer mon travail. Je remercie Bernard Viguiier du CIRIMAT-ENSIACET qui a accepté de présider le jury, Philippe Bocher de l'Ecole de Technologie Supérieure de Montréal et Leo Kestens de l'Université de Gand qui ont accepté la charge de rapporteurs. J'ai eu beaucoup de plaisir à débattre avec eux lors de ma soutenance de thèse.

Je remercie Jean-Yves Guédou, pilote du projet Organdi, d'avoir accepté de participer au jury en qualité d'examineur et de m'avoir aidée tout au long de ma thèse.

J'adresse mes remerciements les plus profonds à mes directeurs de thèse : Roland Logé et Nathalie Bozzolo, qui m'ont fait bénéficier de leurs connaissances et leur expérience. Je les remercie de leur confiance, leur soutien, leur disponibilité et leur patience. Merci Roland pour tes précieux conseils qui m'ont fait avancer et surmonter les difficultés que j'ai rencontrées. Quant à Nathalie, je me souviendrai toujours de ses encouragements à coups de « Vas-y ma Brenda ! ».

J'exprime mes remerciements à Loïc Nazé, qui a co-encadré ce travail, pour m'avoir fait profiter de son savoir en matière de métallurgie des superalliages et avoir fait en sorte que tous mes passages au Centre des Matériaux se déroulent dans les meilleures conditions.

Je remercie tous les partenaires du projet Organdi, Jean-Michel Franchet (Safran-Snecma), Antoine Organista et Jean-Manuel Ruppert (Safran-Turbomeca), Christian Dumont et Gérard Raison (Aubert & Duval), Didier Locq et Pierre Caron (ONERA), Raphaël Couturier et Cyril Cayron (CEA), Vincent Maurel, Henri Tezenas et Frédéric Adamski (Centre des Matériaux, Mines-ParisTech), José Mendez, Patrick Villechaise et Thomas Billot (Institut P') pour la richesse des échanges techniques qui m'ont fait progresser.

Vu l'importance du travail expérimental dans cette thèse, je souhaite exprimer mes remerciements à Suzanne Jacomet pour son aide précieuse en microscopie électronique à balayage, Gilbert Fiorucci pour sa persévérance et sa patience malgré les difficultés des essais mécaniques et Bernard Triger pour avoir mis au point des techniques de préparation d'échantillons dont lui seul détient le secret. Je remercie également Eric Georges d'Aubert & Duval qui m'a accueillie aux Ancizes et aidée à réaliser les essais de torsion.

J'ai une pensée particulière à Christiane Ullrich qui m'a donné un grand coup de main dans le cadre du stage qu'elle effectué au CEMEF.

Un grand merci aux très charmantes dames du CEMEF : Marie-Françoise, les deux Sylvie, Geneviève, Florence, Brigitte et Nadine pour leur gentillesse et leur bonne humeur.

Un grand merci à mes collègues de bureau, que j'ai vu défiler tour à tour au R22 bis : Fabien, Omar, Yoann, Mélinda, Jean-François, Cheima et Nanjiyang pour l'ambiance très sympathique qui n'a jamais quitté le bureau.

Je n'oublie pas la bande des Cemefiens : Marie-Céline, Erwan, Bruno, Maha, Noura, Max, Damien, Benoit, Raph, Sabine, José, Céline, Emile, Larbi, Greg, Christophe... avec qui j'ai partagé des moments très agréables entre randonnées, soirées et barbecues.

Merci à toutes les personnes que j'ai croisées et qui ont participé d'une manière ou d'une autre à cette belle aventure.

Une pensée naturellement à mes parents, ma sœur, mon frère et mes vieux amis qui m'ont soutenue malgré la distance.

Je souhaiterais dédier cette thèse à la mémoire de mon grand-père Baba Mohheddine qui nous a quittés à la fin de ma première année de thèse.

Enfin, merci Nizar d'avoir toujours été là et d'avoir toujours trouvé les bons mots au bon moment !

Table des Matières

TABLE DES MATIERES	3
LISTE DES FIGURES.....	8
LISTE DES TABLEAUX	16
INTRODUCTION	17
A CONTEXTE ET ENJEUX DE LA THESE.....	17
B ENONCE DU PLAN DU MEMOIRE.....	20
CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	23
I.1 JOINTS DE GRAIN.....	23
I.1.1 DESORIENTATION	24
I.1.2 PROPRIETES DES JOINTS DE GRAINS	26
I.1.2.1 ENERGIE DES JOINTS DE GRAINS.....	26
I.1.2.2 MOBILITE DES JOINTS DE GRAINS ET FORCES MOTRICES	27
I.1.3 JOINTS COÏNCIDENTS ET COINCIDENCE SITE LATTICE.....	28
I.1.4 MACLE COHERENTE OU INCOHERENTE.....	31
I.1.5 MULTI-MACLAGE	32
I.2 INGENIERIE DE JOINTS DE GRAINS	33
I.2.1 INTRODUCTION DU CONCEPT.....	33
I.2.2 QUELS SONT LES JOINTS SPECIAUX ?.....	35
I.2.3 REVUE D'ETUDES D'IJG	37
I.2.3.1 DEFINITION DE JOINTS SPECIAUX	39
I.2.3.2 MOYENS UTILISES POUR MODIFIER LA DISTRIBUTION DES JOINTS DE GRAINS	41
I.2.3.3 CARACTERISATION DE LA MICROSTRUCTURE.....	41
I.3 INGENIERIE DE JOINTS DE GRAINS PAR VOIE DE MACLAGE THERMIQUE: MECANISMES.....	42
I.3.1 ACCIDENT DE CROISSANCE	43
I.3.2 EMPILEMENT DE DEFAUTS « POP OUT MODEL ».....	47
I.3.3 PROBABILITE DE MACLAGE THERMIQUE.....	48
I.3.4 BILAN DES THEORIES DU MACLAGE THERMIQUE	50

I.4 PHENOMENES MICROSTRUCTURAUX ACTIVES PAR LA DEFORMATION A CHAUD - ADAPTATION DES TECHNIQUES D'IJG AUX SUPERALLIAGES A BASE DE NI ETUDIES	51
I.4.1 DEFORMATION A CHAUD ET PHENOMENES DYNAMIQUES.....	51
I.4.2 EFFET DE LA FAIBLE DEFORMATION SUR LA MIGRATION DE JOINT DE GRAINS	53
I.4.3 EFFET DE LA SECONDE PHASE	54
I.4.4 SYNTHESE.....	54
I.5 CONCLUSION	54
CHAPITRE II MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES.....	57
II.1 DESCRIPTION DES SUPERALLIAGES BASE NI.....	57
II.2 ESSAIS THERMOMECANIQUES	59
II.2.1 ESSAI DE TORSION A CHAUD.....	59
II.2.1.1 MACHINE ET DISPOSITIF	59
II.2.1.2 PARAMETRES, DONNEES BRUTES ET DEPOUILLEMENT	61
II.2.2 ESSAI DE COMPRESSION A CHAUD.....	63
II.2.2.1 MACHINE ET DISPOSITIF	63
II.2.2.2 PARAMETRES ET DEPOUILLEMENT.....	65
II.3 CARACTERISATION DES MICROSTRUCTURES.....	66
II.3.1 CHOIX DES ZONES CARACTERISEES ET PREPARATION DES ECHANTILLONS	67
II.3.2 DETERMINATION DE LA FRACTION SURFACIQUE DE LA PHASE Γ' PRIMAIRE DANS L'ETAT INITIAL	69
II.3.3 CARACTERISATION DES MICROSTRUCTURES PAR EBSD	70
II.3.3.1 ACQUISITION DES DONNEES EBSD	71
II.3.3.2 TRAITEMENT DES DONNEES EBSD.....	73
II.3.3.3 ANALYSE DES DONNEES EBSD.....	75
II.4 SYNTHESE.....	78
CHAPITRE III MECANISMES D'EVOLUTION MICROSTRUCTURALE DE L'ALLIAGE PER@72 AU COURS DE LA DEFORMATION PAR TORSION A CHAUD ET AU COURS DE RECUITS ULTERIEURS	80
III.1 PLAN D'EXPERIENCES.....	80
III.2 RESULTATS.....	82

III.2.1	EVOLUTION MICROSTRUCTURALE PENDANT LA DEFORMATION PAR TORSION A CHAUD.....	82
III.2.1.1	RHEOLOGIE	82
III.2.1.2	MICROSTRUCTURES DEFORMEES.....	83
III.2.2	EVOLUTION MICROSTRUCTURALE AU COURS D'UN RECUI T SUBSOLVUS .	96
III.2.2.1	INFLUENCE DE LA DEFORMATION PREALABLE SUR L'EVOLUTION DE LA TAILLE DE GRAINS	96
III.2.2.2	INFLUENCE DE LA DEFORMATION PREALABLE SUR LES DENSITES DE JOINTS DE MACLES OBTENUES APRES RECUI T A T_{SUB}	101
III.2.3	EVOLUTION MICROSTRUCTURALE AU COURS D'UN RECUI T SUPERSOLVUS	103
III.2.3.1	INFLUENCE DE LA DEFORMATION PREALABLE SUR L'EVOLUTION DE LA TAILLE DE GRAINS	103
III.2.3.2	INFLUENCE DE LA DEFORMATION PREALABLE SUR LES DENSITES DE JOINTS DE MACLES OBTENUES APRES RECUI T A T_{SUPER}	107
III.3	ETUDE DES MECANISMES IMPLIQUES DANS L'EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE	110
III.3.1	EVOLUTION MICROSTRUCTURALE	110
III.3.2	CONSEQUENCES SUR LA FORMATION DES JOINTS $\Sigma 3$	114
III.4	CONCLUSION	120
CHAPITRE IV	INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECA NIQUES MULTIPASSES EN TORSION SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ALLIAGE PER@72	123
IV.1	EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE AU COURS DES DIFFERENTES PHASES D'UN TRAITEMENT THERMOMECA NIQUE MULTIPASSES	124
IV.1.1	PLAN D'EXPERIENCE.....	124
IV.1.2	COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE	125
IV.1.3	EVOLUTION DE LA TAILLE DE GRAINS.....	126
IV.1.4	EVOLUTION DE LA DENSITE DE MACLES	131
IV.2	INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECA NIQUES MULTIPASSES A DEFORMATION TOTALE CONSTANTE SUR LES MICROSTRUCTURES FINALES	133
IV.2.1	PLAN D'EXPERIENCE.....	133
IV.2.2	COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE	135
IV.2.3	EFFETS DES TRAITEMENTS THERMOMECA NIQUES SUR LES MICROSTRUCTURES FINALES	136
IV.2.3.1	ANALYSES DES ETATS SUPERSOLVUS	136
IV.2.3.2	ANALYSES DES ETATS SUBSOLVUS	137

IV.3 INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECAIQUES MULTIPASSES AVEC CYCLE ELEMENTAIRE FIXE.....	145
IV.3.1 PLAN D'EXPERIENCE.....	145
IV.3.2 COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE.....	145
IV.3.3 RESULTATS.....	147
IV.3.4 DISCUSSION.....	150
IV.4 CONCLUSION.....	151
CHAPITRE V INFLUENCE DU MODE DE DEFORMATION ET DE LA NATURE DE L'ALLIAGE	154
V.1 INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECAIQUES PAR COMPRESSION SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ALLIAGE PER@72.....	154
V.1.1 PLAN D'EXPERIENCES.....	154
V.1.2 RHEOLOGIE DE L'ALLIAGE PER@72 DEFORME EN COMPRESSION.....	156
V.1.3 EFFET DES TRAITEMENTS THERMOMECAIQUES SUR LES MICROSTRUCTURES.....	159
V.2 INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECAIQUES SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ALLIAGE N19.....	163
V.2.1 DESCRIPTION DU SUPERALLIAGE N19.....	163
V.2.2 INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECAIQUES MULTIPASSES EN TORSION SUR L'EVOLUTION MICROSTRUCTURALE DU SUPERALLIAGE N19.....	165
V.2.2.1 PLAN D'EXPERIENCE.....	165
V.2.2.2 COMPORTEMENT RHEOLOGIQUES DE L'ALLIAGE N19 DEFORME EN TORSION	166
V.2.2.3 ANALYSES DES MICROSTRUCTURES OBTENUES A L'ISSUE DES TRAITEMENTS THERMOMECAIQUES EN TORSION.....	168
V.2.3 INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECAIQUES MULTIPASSES EN COMPRESSION SUR L'EVOLUTION MICROSTRUCTURALE DU SUPERALLIAGE N19.....	171
V.2.3.1 PLAN D'EXPERIENCE.....	172
V.2.3.2 RESULTATS.....	173
V.3 SYNTHESE.....	176
CONCLUSION & PERSPECTIVES.....	178
A SYNTHESE DES RESULTATS.....	178
B PERSPECTIVES.....	180
GLOSSAIRE.....	182
ANNEXES.....	184
A IDENTIFICATION D'UN $\Sigma 5$ A PARTIR DE L'ANGLE ET L'AXE DE DESORIENTATION.....	184

B	PREPARATION DE LAMES MINCES POUR LES OBSERVATIONS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION.....	186
C	RECAPITULATIFS DES RESULTATS DE CARACTERISATIONS MICROSTRUCTURALES.....	189
	REFERENCES	193

Liste des Figures

Figure A-1 : Disque de turbine (1) avec et (2) sans aubes (http://mms2.ensmp.fr/mmc_paris/cas/disques.php (G. Cailletaud)	18
Figure A-2 : Structure du moteur d'avion civil CFM [®] 56-7 et emplacement de la turbine (source www.snecma.com).....	18
Figure A-3 : Turbine entraînant la rotation de la soufflante via l'arbre de turbine (source www.snecma.com).....	19
Figure I-1 : Représentation 2D d'un joint de grains pour une structure cubique simple	24
Figure I-2 : Joints de torsion (a) et joints de flexion (b-c) [Gottstein et Shvindlerman 1999] .	25
Figure I-3 : Joint symétrique de flexion de faible désorientation selon Read et Shockley [Priester 2006].....	26
Figure I-4 : Effet de la température et de l'angle de désorientation sur la mobilité des sous-joints dans un monocristal d'Al-0.05% Si [Huang et al. 2000] . La référence « Ref 5 » correspond à [Huang et Humphreys 2000].....	27
Figure I-5 : Effet de la température et de l'angle de désorientation sur la mobilité des joints de forte désorientation dans l'Al pur [Molodov et al. 1995]	28
Figure I-6 : Exemple de CSL dans un réseau 2D. Sites des cristaux adjacents en rouge et vert respectivement, nœuds communs en bleu	29
Figure I-7 : Macle cohérente dans un réseau CFC.....	31
Figure I-8 : Macles cohérentes et incohérentes dans le PER [®] 72 (Etat initial + traitement supersolvus à 1160° de 30') Microcopie électronique à balayage – Electrons rétrodiffusés.....	31
Figure I-9 : Processus de maillage multiple – joints $\Sigma 3$ en rouge, joint $\Sigma 9$ en vert.	32
Figure I-10 : Apparition d'une fissure intergranulaire correspondant au bilan énergétique de l'équation I-12	34
Figure I-11 : Quantité de glissement des joints de grains en fonction de leur déviation par rapport au joint coïncident le plus proche ($\Sigma < 21$). La déviation est pondérée par la tolérance $\Delta\theta_c$ calculée d'après le critère de Brandon [Kokawa et al. 1981]. Les EBGD's (Extrinsic grain boundary dislocations) sont les dislocations qui s'empilent sur les joints de grains ; elles ont été observés sur les joints spéciaux.....	35
Figure I-12 : Energie des joints de grains de flexion symétriques de l'aluminium en fonction de l'angle de désorientation θ autour de l'axe $\langle 110 \rangle$ [Hasson et al. 1972]	36

Figure I-13 : Périodicité dans un joint de faible Σ dont le plan n'est pas dans la position assurant une bonne coïncidence [Chalmers et Gleiter (1971)]	37
Figure I-14 : Illustration schématique de la distribution de la nature des joints de grains	40
Figure I-15 : Evolution de microstructures proches en termes de GBCD au cours de recuits. <u>CP</u> : traitement thermomécanique monopasse <u>4GBE</u> : traitement thermomécaniques 4 passes. Croissance anormale de grains dans les états CP [Schlegel et al. 2009]	41
Figure I-16 : Fluage dans le nickel pur issu de l'IJG de Lehigh et Palumbo (1997)	42
Figure I-17 : Structure de l'interface entre cristaux selon le modèle de Gleiter (1969).....	44
Figure I-18 : Densité de macles en fonction de : (a) la taille de grain pour une température fixée à 700°C et (b) la température pour une taille de grains fixée à 300 μm dans l'alliage Cu-Al (3%). Données expérimentales (Bäro et Gleiter 1972) (cercles représentant le nombre de macles par unité de surface) et théoriques selon l'équation I-13 ou sa version simplifiée I-14 (Li et al. 2006).....	45
Figure I-19 : Observations in situ du maclage dans un alliage de Pb montrant la formation de macles thermiques lors de la migration de joints de grains [Song et al. 2007]	46
Figure I-20 : Deux configurations possibles de macles décrites par (a) le modèle d'accident de croissance (b) le modèle « pop out » (CT : macle cohérente <i>Coherent Twin</i> , IT = macle incohérente <i>Incoherent Twin</i>)[Goodhew 1979].....	47
Figure I-21 : Représentation du Modèle « pop out » : (a) joint de grains en mouvement avec une facette {111} (b) empilement de défauts sur un plan {111} [Mahajan et al. 1997] .	48
Figure I-22 : Confrontation du modèle de Pande et al. avec de nombreuses données expérimentales mesurées sur des alliages de Cu et le Ni pur [Pande et al. (1990)].....	49
Figure I-23 : Courbes rhéologiques d'un acier (0.68%C) déformé à chaud en compression à $\dot{\epsilon} = 1.3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ qui recristallise dynamiquement de manière discontinue [Humphreys et Hatherly 2004]	52
Figure I-24 : Microstructure de DRX dans un superalliage à base de Ni, Nimonic 80A (mis en solution) : figure de pôles inverses (a) de tous les grains (b) des germes [Poelt et al. (2006)]	53
Figure I-25 : Germination de nouveaux grains de fer autour d'inclusions d'oxyde de fer [Leslie et al. 1963].....	54
Figure II-1: Précipités γ' intragranulaires (secondaires et tertiaires) dans le superalliage PER [®] 72. Micrographie obtenue par microscopie électronique en transmission sur un échantillon prélevé du matériau initial.	57
Figure II-2: Taille des précipités γ' en fonction de la vitesse de trempe dans 3 superalliage base Ni (Mons 1996)	58

Figure II-3: (a) Schéma représentatif de la machine de torsion avec les emplacements des thermocouples Th-1 et Th-2 (b) coupe transversale du four à lampes (4 lobes)	60
Figure II-4 : (a) Plan d'une éprouvette de torsion (b) Eprouvette de torsion après déformation	61
Figure II-5 : Synoptique de l'essai de torsion et paramètres de chaque phase.....	62
Figure II-6 : Représentation schématique du montage de la machine de compression	64
Figure II-7 : Géométrie de l'éprouvette de compression en fin d'essai.....	64
Figure II-8 : Thermocouple soudé à l'éprouvette.....	65
Figure II-9 : Gradients de déformation et de vitesse de déformation dans les éprouvettes de compression	67
Figure II-10 : Zones analysées (rectangles rouges)	68
Figure II-11 : Déformation réelle dans une éprouvette de torsion exprimée en pourcentage de déformation nominale en fonction de largeur du méplat	68
Figure II-12 : Observation de l'état initial du PER®72 prélevé dans la barre forgée par (a) MO et (b) MEB 50% électrons secondaires et 50% électrons rétrodiffusés. Un seuillage suivant le contraste permet d'isoler les précipités (zones colorées).....	69
Figure II-13 : Mesures EDS sur un état déformé biphasé : (a) Micrographie MEB en contraste électrons rétrodiffusés de la zone analysée. Les contrastes représentent les teneurs en éléments d'alliage : Cr (b) principalement présent dans la matrice γ ; Ni (c), Al (d) et Ti (e) entrant dans la composition de la phase γ'	70
Figure II-14 : Protocole d'analyse des cartographies en EBSD.....	71
Figure II-15 : Principe des mesures EBSD [www.techno-science.net]	73
Figure II-16 : Gestion des fichiers par OIM™ Data Analysis.....	73
Figure II-17 : Conversion de la trame carrée en trame hexagonale	74
Figure II-18 : Traitement des cartographies avec OIM™ Data Analysis.....	75
Figure III-1 : Schéma récapitulatif du plan d'expérience. Niveaux de déformation testés en torsion à chaud et états caractérisés.	81
Figure III-2 : Courbes rhéologiques des échantillons déformés en torsion à T_{sub} et aux vitesses ϵ_1 et ϵ_2 . Les étiquettes 1 à 4 indiquent les états qui ont été sélectionnés pour l'analyse détaillée des microstructures.....	82
Figure III-3 : Cartographies EBSD des états déformés à différents niveaux de déformation à ϵ_1 puis trempés.....	84
Figure III-4 : Cartographies EBSD des états déformés à ϵ_2 puis trempés.....	85

Figure III-5 : Taille de grains moyennes en fonction de la déformation à ϵ_1 et ϵ_2 . (Matériau déformé par torsion à chaud à T_{sub} puis trempé).....	85
Figure III-6 : Effet de la déformation sur la distribution de la taille de grains. Etats déformés à ϵ_1 et ϵ_2 puis trempés.....	87
Figure III-7 : Densité des joints $\Sigma 3$ en fonction de la déformation dans les échantillons déformés en torsion à T_{sub} puis trempés.	89
Figure III-8 : Proportion de macles incohérentes dans les échantillons déformés en torsion à T_{sub} et trempés.	89
Figure III-9 : Evolution de la microstructure au cours de la déformation à ϵ_1 . Joints de grains ($>5^\circ$) en noir, joints $\Sigma 3$ (tolérance 2°) en rouge et désorientations internes en vert ($2-5^\circ$). La zone délimitée par des lignes pointillées sur la figure n°1 indique l'étendue de la zone observable (dans le meilleur des cas) sur une lame mince de MET.	90
Figure III-10 : Evolution de la microstructure au cours de la déformation à ϵ_2 . Joints de grains ($>5^\circ$) en noir, joints $\Sigma 3$ (tolérance 2°) en rouge et désorientations internes en vert ($2-5^\circ$).	92
Figure III-11 : Observations par MET de microstructures de grains déformées à T_{sub} puis trempées. Les vitesses et niveaux de déformation sont indiqués au-dessous de chaque micrographie.	94
Figure III-12 : Observations par MET de microstructures de précipités γ' primaires déformées à T_{sub} puis trempées.	94
Figure III-13 : Observations par MET de microstructures de précipités γ' secondaires dans un échantillon déformé par torsion à T_{sub} puis trempé. (Les clichés (c) et (b) ont été réalisés par Philippe Venneguès, Ingénieur de Recherche au Centre de Recherche sur l'Hétéroépitaxie et Ses Applications CRHEA-CNRS)	95
Figure III-14 : Microstructures déformées à ϵ_1 puis recuites à T_{sub}	97
Figure III-15 : Microstructures déformées à ϵ_2 puis recuites à T_{sub}	98
Figure III-16 : Effet de la déformation préalable sur la taille de grains dans les microstructures obtenues après le traitement thermique de 30 min à T_{sub}	99
Figure III-17 : Variation de la taille de grains au cours du recuit de 30 min à T_{sub} en fonction de la déformation.....	99
Figure III-18 : Effet de la déformation sur la distribution de taille de grains. Etats déformés à ϵ_1 et ϵ_2 puis recuits pendant 30 min à T_{sub}	101
Figure III-19 : Variation de la densité de joints $\Sigma 3$ suite au recuit de 30 min à T_{sub} en fonction de la déformation.....	102
Figure III-20 : Effet de la déformation préalable sur densité de $\Sigma 3$ dans les microstructures obtenues après le traitement thermique de 30 min à T_{sub}	102

Figure III-21 : Evolution de la fraction de macles incohérentes dans les échantillons déformés en torsion à T_{sub} et traités en subsolvus.....	103
Figure III-22 : Taille de grains en fonction de la déformation préalable obtenue à l'issue du recuit supersolvus.	104
Figure III-23 : Cartographies des grains des états déformés à ϵ_1 puis recuits pendant 30 min à T_{super}	105
Figure III-24 : Cartographies des grains des états déformés à ϵ_2 puis recuits pendant 30 min à T_{super}	106
Figure III-25 : Effet de la déformation sur la distribution de taille de grains. Etats déformés à ϵ_1 et ϵ_2 puis recuits pendant 30 min à T_{super}	107
Figure III-26 : Influence de la déformation préalable sur l'évolution de la densité de joints Σ_3 obtenues dans les microstructures ayant subi un recuit supersolvus.....	108
Figure III-27 : Fraction des macles incohérentes dans les microstructures ayant subi un recuit supersolvus en fonction de la déformation préalable	109
Figure III-28 : Microstructures de joints de grains obtenues après le traitement supersolvus. Les faibles désorientations ne sont pas comparables à celle représentées dans les figures III-9 et III-10 compte tenu de la différence entre les pas de mesure (1,5 μm contre 0,4 μm).....	109
Figure III-29 : Echantillon déformé trempé ($\epsilon=0,12$ à ϵ_1). Les couleurs des grains sont aléatoires, les précipités apparaissent en blanc, les joints de plus de 10° de désorientation apparaissent en noir (γ compris les interfaces grains/ γ' primaires). Seuil de détection des grains diamètre = 4,5 μm	111
Figure III-30 : Taille moyenne des 20% (en nombre) plus petits grains en fonction de la déformation.....	113
Figure III-31 : Représentation schématique 2D d'une microstructure purement isotrope de joints Σ_3	114
Figure III-32 : Confrontation des données expérimentales relatives à l'alliage PER [®] 72 traité thermomécaniquement à chaud avec le modèle de Pande et al. (1990).....	117
Figure IV-1 : Plan d'expériences de la première série de traitements thermomécaniques multipasses.....	124
Figure IV-2 : Courbes rhéologiques des essais de torsion multipasses relatifs au plan d'expérience de la figure IV-1.	126
Figure IV-3 : Evolution de la taille de grains moyenne au cours du traitement thermomécanique de la figure IV-1	127
Figure IV-4 : Microstructures ayant subi le traitement $\{\epsilon=0,4 + 30 \text{ min à } T_{sub} + \epsilon=0.12\}$ à ϵ_1 et ϵ_2 (couleurs aléatoires attribuées à chaque grains, macles ignorées)	128

Figure IV-5 : Distribution de la taille de grains à l'issue du traitement thermique (a) subsolvus ou (b) supersolvus finaux (cf. chemin thermomécanique de la fig. IV-1).....	129
Figure IV-6 : Schémas illustrant l'évolution de la taille de grains pendant le recuit supersolvus	130
Figure IV-7 : Evolution de la densité de macles pendant le traitement thermomécanique multipasses de la figure IV-1	131
Figure IV-8 : Variation de la fraction de macles incohérentes durant le traitement thermomécaniques multipasses	132
Figure IV-9 : Plan d'expérience de la deuxième série de traitements thermomécaniques multipasses, 4 chemins thermomécaniques A, B, C et D avec une déformation totale constante $\epsilon=0.63$. Les symboles (carrés, ronds et triangulaires) correspondent aux états caractérisés.....	134
Figure IV-10 : Courbes rhéologiques correspondant aux traitements multipasses à déformation totale constante du plan d'expérience de la figure IV-9	136
Figure IV-11 : Densités de joints $\Sigma 3$ obtenues après recuit supersolvus dans les microstructures ayant subi des traitements thermomécaniques multipasses.	136
Figure IV-12 : Taille moyenne de grains obtenue après recuit supersolvus dans les microstructures issues des traitements thermomécaniques multipasses à déformation totale constante ($\epsilon_{tot}=0.63$).....	137
Figure IV-13 : Taille moyenne de grains obtenue dans les microstructures ayant subi des traitements thermomécaniques multipasses à déformation totale constante ($\epsilon_{tot}=0.63$) puis trempées.....	137
Figure IV-14 : Densités de joints $\Sigma 3$ obtenues dans les microstructures ayant subi des traitements thermomécaniques multipasses puis trempées	138
Figure IV-15 : Variation de la taille de grains au cours du recuit subsolvus dans les états trempés.	139
Figure IV-16 : Variation de la densité de joints $\Sigma 3$ au cours du recuit subsolvus dans les états trempés.	139
Figure IV-17 : Cartographie EBSD des microstructures trempées à l'issue du traitement D	140
Figure IV-18 : Microstructures issues du traitement D (vitesse $\epsilon 1$): état (i) trempé puis recuit (ii) subsolvus ou (iii) supersolvus. Joints généraux en noir, $\Sigma 3$ avec une tolérance de 2° en rouge ou de 2 à 4° en violet et désorientations internes (2 à 5°) en vert.	142
Figure IV-19 : Proportions de macles incohérentes	143
Figure IV-20 : Corrélation entre taille de grains et densité de joints $\Sigma 3$ dans les états recuits supersolvus après traitement thermomécaniques multipasses des sections IV-1 et IV-2 (triangles creux) et monopasse du chapitre III (triangles pleins).....	143

Figure IV-21 : Longueur relatives des joints de grains issus du maillage $\Sigma 3^n$ par rapport à la longueur des joints $\Sigma 3$ dans les microstructures recuites supersolvus issues de traitements appliqués à $\varepsilon 1$	144
Figure IV-22 : Courbes rhéologiques correspondant aux traitements multipasses avec déformation élémentaire fixée	147
Figure IV-23 : Taille de grains en fonction du nombre de cycles dans les états recuits supersolvus issus des traitements multipasses E à H.	148
Figure IV-24 : Densité de joints $\Sigma 3$ fonction du nombre de cycles dans les états recuits supersolvus issus des traitements multipasses E à H	149
Figure IV-25 : Corrélation entre taille de grains et densité de joints $\Sigma 3$ dans les états recuits supersolvus après traitement thermomécaniques multipasses (triangles creux) et torsion simple (triangles pleins).	151
Figure V-1 : Courbes rhéologiques des essais de compression à 1 seule passe réalisés sur le PER [®] 72.....	157
Figure V-2 : Courbes rhéologiques des essais de compression multipasses réalisés sur le PER [®] 72. Chemins thermomécaniques <u>A</u> et <u>B</u>	158
Figure V-3 : (a) Taille de grains, (b) densité de joints $\Sigma 3$ et (c) fraction de macles incohérentes obtenues à l'issue des différents traitements thermomécaniques en compression. ...	161
Figure V-4 : Corrélation entre la taille des grains et la densité de joints $\Sigma 3$	161
Figure V-5 Histogramme de taille de grains obtenus après traitement supersolvus sur des microstructures ayant subi une déformation théorique ε de 0,5.	162
Figure V-6 : Microstructures recuites supersolvus ayant subi préalablement : (a) le de $\underline{\varepsilon_{th}} = 0,5$ à $\varepsilon N1$ (b) le traitement thermomécanique <u>A</u> $\varepsilon_{th} = 0,5 + 0,15 + 0,15$ à $\varepsilon N1$ et (c) le traitement thermomécanique <u>B</u> $\varepsilon_{th} = 0,5 + 0,1 + 0,1 + 0,1$ à $\varepsilon N2$. Joints de grains généraux en noir, joints $\Sigma 3$ en rouge et joints de faible désorientation ($<5^\circ$) en jaune. Des couleurs aléatoires attribués aux grains sans aucun lien avec leurs orientations cristallographiques.	163
Figure V-7 : Courbes rhéologiques des essais de torsion réalisés sur le N19. Chemins thermomécaniques (a) <u>E</u> , <u>F</u> et <u>G</u> et (b) <u>H</u> , <u>I</u> et <u>J</u>	167
Figure V-8 : (a) Taille de grains, (b) densité de joints $\Sigma 3$ et (c) fraction de macles incohérentes obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques <u>E</u> , <u>F</u> et G ($0,001 \text{ s}^{-1}$)	169
Figure V-9 : (a) Taille de grains, (b) densité de joints $\Sigma 3$ et (c) fraction de macles incohérentes obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques <u>H</u> , <u>I</u> et <u>J</u>	169
Figure V-10 : Microstructures traitées supersolvus ayant subi préalablement : (a) le traitement <u>G</u> (b) le traitement <u>H</u> . Joints de grains généraux en noir et joints $\Sigma 3$ en rouge.	

Les nuances de gris correspondent à la qualité du diagramme de diffraction en chaque point de la cartographie..... 170

Figure V-11 : Corrélation entre la taille des grains et la densité de joints $\Sigma 3$. Les points entourés en rouge correspondent aux microstructures de la fig. V-9..... 171

Figure V-12 : Tailles de grains obtenue à l'issue des traitements thermomécaniques par compression sur le N19. Microstructures caractérisées après traitement supersolvus. 173

Figure V-13 : Courbes rhéologiques des essais de compression réalisés sur le N19..... 174

Figure V-14 : Densité de joints $\Sigma 3$ obtenue à l'issue des traitements thermomécaniques par compression sur l'alliage N19. Microstructures caractérisées après traitement supersolvus..... 175

Figure V-15 : Proportions de macles incohérentes obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques par compression sur l'alliage N19. Microstructures caractérisées après traitement supersolvus. 175

Figure V-16 : Corrélation entre la taille des grains et la densité de joints $\Sigma 3$ obtenues à l'issue de traitements thermomécaniques par compression. 176

Liste des Tableaux

Tableau I-1 : Tableau récapitulatif d'études IJG [d'après Randle (2004)].....	38
Tableau I-2 : Valeurs de γ SFE [Humphreys et Hatherly (2004)].....	52
Tableau II-1 : Composition chimique de l'alliage PER [®] 72 (équivalent à Udimet [®] 720) en % masse (http://www.specialmetals.com).....	58
Tableau II-2 : Avantages et inconvénients des modes de déformation par torsion et compression	59
Tableau II-3 : Caractéristiques des systèmes EBSD	71
Tableau III-1 Comparaison des deux modes de calculs de densités de joints $\Sigma 3$: méthode des intercepts et densité surfacique	115
Tableau III-2 Influence des recuits sur les quantités de macles et les tailles de grains dans les états issus des trois régimes de déformation identifiés en III-3-1, à ϵ_1 et ϵ_2	117
Tableau III-3 Pourcentages en nombre des grains issus de la déformation et conservés par le recuit supersolvus	120
Tableau IV-1 : Descriptif des traitements thermomécaniques	145
Tableau V-1 : Comparaison entre les conditions thermomécaniques des essais de torsion et de compression pour le PER [®] 72.....	155
Tableau V-2 : Traitements thermomécaniques testés en compression sur le PER [®] 72	156
Tableau V-3 : Hauteurs finales réelles et consignes correspondantes des pions de compression de PER [®] 72 (hauteur initiale de l'échantillon est 12 mm).....	159
Tableau V-4 : Composition chimique de l'alliage N19 en % masse (Guédou et al. 2008)	164
Tableau V-5 : Chemins thermomécaniques testés en torsion sur l'alliage N19. Essais réalisés au laboratoire du site industriel des Ancizes d'Aubert & Duval par Frédéric Adamski, chercheur au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris – Mines ParisTech).	165
Tableau V-6 : Chemins thermomécaniques testés en compression sur le N19	172
Tableau V-7 : Conditions thermiques des essais de compression	172

Introduction

A Contexte et enjeux de la thèse

Ce travail de thèse fait partie d'un projet intitulé **ORGANDI** (**O**ptimisation de la **R**ésistance des joints de **G**rains dans les **A**lliages de **N**ickel pour **D**isques) et financé par l'Agence Nationale pour la Recherche groupant les partenaires industriels et académiques suivants :

- Groupe Safran
 - Snecma : Gennevilliers et Villaroche
 - Turbomeca, Bordes
- Groupe Eramet : Aubert & Duval, Les Ancizes
- Commissariat de l'Energie Atomique, Grenoble
- ONERA, Châtillon
- Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux (LMPM), Poitiers
- Mines ParisTech :
 - Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF), Sophia Antipolis
 - Centre des Matériaux (CdM), Evry

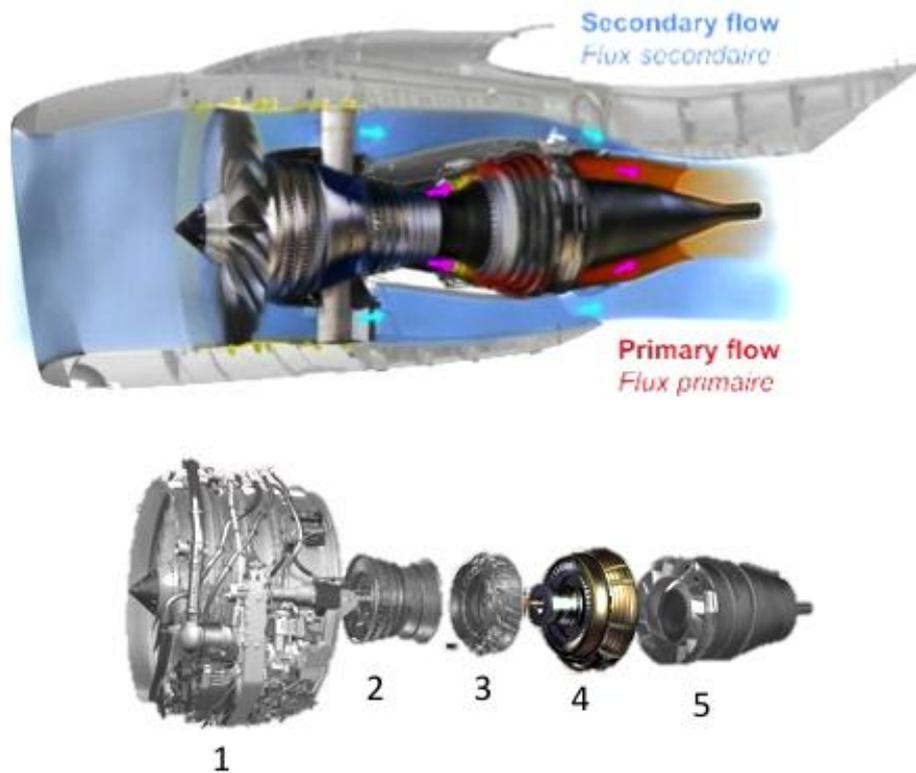


(1)



(2)

Figure A-1 : Disque de turbine (1) avec et (2) sans aubes
(http://mms2.ensmp.fr/mmc_paris/cas/disques.php (G. Cailletaud))



- 1 :Soufflante
 2: Compresseur
 3: Chambre de combustion
4: Turbine
 5: Tuyère

Figure A-2 : Structure du moteur d'avion civil CFM®56-7 et emplacement de la turbine (source www.snecma.com)

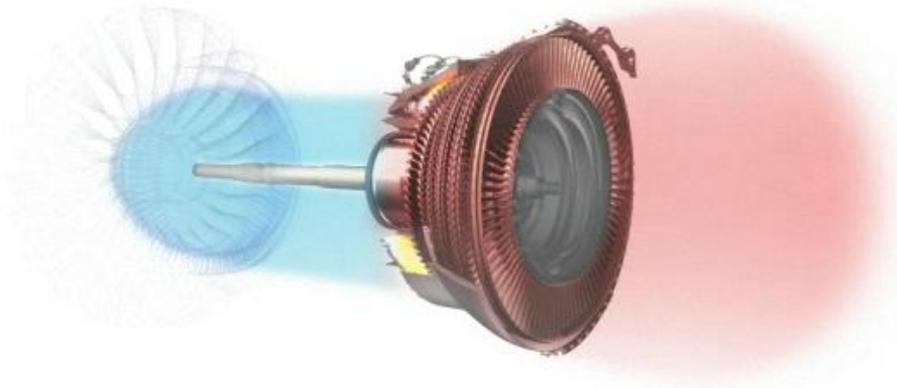


Figure A-3 : Turbine entraînant la rotation de la soufflante via l'arbre de turbine
(source www.snecma.com)

L'objectif du projet ORGANDI dans son ensemble est d'améliorer les propriétés mécaniques et le comportement en fluage de deux superalliages à base de nickel : l'alliage PER[®]72 commercialisé par Aubert & Duval (équivalent à l'Udimet[®]720) et l'alliage SMO43 ou N19 développé par la Snecma, ceci en optimisant la microstructure et plus précisément le réseau de joints de grains.

Les disques de turbines sont des pièces très critiques qui composent les moteurs aéronautiques. Leur rôle consiste à transmettre l'effort exercé par le flux de gaz chauds à la sortie de la chambre de combustion sur les aubes (fig. A-1) afin d'entraîner la rotation du compresseur et de la soufflante via un arbre de turbine. La poussée est produite par ce mouvement de rotation et suite à l'éjection de l'air à l'arrière du moteur. Les schémas des figures A-2 et A-3 illustrent de manière assez succincte le fonctionnement d'un turboréacteur.

Les disques de turbines doivent répondre à un cahier des charges assez sévère en termes de résistance à l'endommagement et de stabilité thermique à très haute température. Les températures de services dans certaines zones des disques peuvent en effet dépasser les 650°C (Sims et al. 1987 et Reed 2006). Les superalliages à base de nickel ont spécifiquement été développés pour ce type d'application. Parmi les alliages les plus utilisés pour ces applications se trouvent les alliages Inconel 718, Waspaloy (Reed 2007) et PER[®]72, équivalent à Udimet[®]720 (Sims et al. 1987). Ce travail de thèse porte principalement sur ce dernier alliage.

L'amélioration des propriétés de ces alliages a fait l'objet de nombreuses études, l'enjeu majeur étant d'une part d'accroître la longévité des pièces et d'optimiser le rendement énergétique des moteurs notamment en augmentant les températures de fonctionnement.

La première voie exploitée est celle de la modification de la composition chimique, qui par ailleurs a mené à la mise en place d'un nouveau mode d'élaboration, la métallurgie des poudres. Cette dernière a permis le développement, en France, de nuances fortement alliées

tels que l'alliage N18 (Ducrocq 1988) ou plus récemment l'alliage SMO43 ou N19 (Guédou et al. 2008) et, aux Etats-Unis, de la famille des alliages René® par General Electric (Brevet Krueger et al. 1988).

Cette première voie a été largement explorée en termes d'éléments d'alliage et plages de composition chimique. Une voie alternative consiste en l'optimisation de la microstructure des nuances existantes. Celle-ci recouvre l'utilisation des traitements thermiques pour contrôler la taille des grains ou encore la mise en place de traitements thermomécaniques afin de modifier la nature et le réseau des joints de grains. Cette dernière voie est appelée ingénierie de joints de grains.

Plusieurs études apparentées à l'ingénierie de joints de grains rapportent que cette technique permet l'amélioration de certaines propriétés (fatigue, fluage, résistance à la corrosion etc.) de nombreux matériaux métalliques de structure cubique à faces centrées (Gao et al. 2005, Lehockey et Palumbo 1997, Tan et al. 2007 et Randle 2004). Dans la plupart des cas, les joints spéciaux à favoriser sont ceux produits par le maclage thermique. Le lien entre les traitements thermomécaniques appliqués dans le cadre de l'ingénierie de joints de grains et le maclage thermique n'est toutefois pas très bien explicité étant donné l'absence aujourd'hui dans la littérature de consensus autour de l'explication du phénomène du maclage thermique. Par ailleurs à notre connaissance, la déformation à chaud, seul mode de déformation possible pour les matériaux étudiés dans ce travail, n'a jamais été employée dans le contexte de l'ingénierie de joints de grains.

L'objectif de ce travail de thèse est d'évaluer la possibilité de moduler la densité de macles dans les superalliages base Ni mis en forme à chaud, tout en maîtrisant la taille de grains. Pour cela, les mécanismes d'évolution microstructurale et leur effet sur la quantité des macles produites seront identifiés. Ce travail porte principalement sur l'alliage PER72, mais le cas de l'alliage N19 sera également abordé dans une partie exploratoire.

B Enoncé du plan du mémoire

Dans le cadre de l'étude bibliographique que nous présentons en chapitre I, nous nous intéressons d'abord aux principes de l'ingénierie de joints de grains et à sa mise en œuvre. Ensuite nous décrivons les différents mécanismes d'évolution microstructurale pouvant intervenir dans les superalliages à base de nickel au cours de la déformation à chaud et au cours de traitements thermiques.

Les moyens expérimentaux et les techniques de caractérisation mis en œuvre sont présentés dans le chapitre II. Nous donnons également dans ce chapitre une description plus détaillée des deux nuances d'alliage étudiées.

Dans les chapitres III et IV nous exposons les différents résultats obtenus sur le PER®72 déformé par torsion en conditions respectivement mono- et multipasses. Ces résultats sont analysés dans le but d'identifier les mécanismes activés lors des traitements thermomécaniques et intervenant dans la modification de la microstructure.

Enfin, dans le chapitre V nous examinons à titre exploratoire l'influence du mode déformation, en appliquant des traitements thermomécaniques par compression, et celle de la nature de l'alliage en étudiant les évolutions microstructurales du l'alliage N19.

Les principales définitions, nécessaires à la compréhension de ce mémoire, sont groupées dans le glossaire qui se trouve à la fin de ce document.

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1	JOINTS DE GRAIN	23
I.1.1	DESORIENTATION	24
I.1.2	PROPRIETES DES JOINTS DE GRAINS	26
I.1.2.1	ENERGIE DES JOINTS DE GRAINS	26
I.1.2.2	MOBILITE DES JOINTS DE GRAINS ET FORCES MOTRICES.....	27
I.1.3	JOINTS COÏNCIDENTS ET COINCIDENCE SITE LATTICE.....	28
I.1.4	MACLE COHERENTE OU INCOHERENTE.....	31
I.1.5	MULTI-MACLAGE	32
I.2	INGENIERIE DE JOINTS DE GRAINS.....	33
I.2.1	INTRODUCTION DU CONCEPT	33
I.2.2	QUELS SONT LES JOINTS SPECIAUX ?.....	35
I.2.3	REVUE D'ETUDES D'IJG	37
I.2.3.1	DEFINITION DE JOINTS SPECIAUX.....	39
I.2.3.2	MOYENS UTILISES POUR MODIFIER LA DISTRIBUTION DES JOINTS DE GRAINS... 41	
I.2.3.3	CARACTERISATION DE LA MICROSTRUCTURE	41
I.3	INGENIERIE DE JOINTS DE GRAINS PAR VOIE DE MACLAGE THERMIQUE: MECANISMES 42	
I.3.1	ACCIDENT DE CROISSANCE	43
I.3.2	EMPILEMENT DE DEFAUTS « POP OUT MODEL ».....	47
I.3.3	PROBABILITE DE MACLAGE THERMIQUE.....	48
I.3.4	BILAN DES THEORIES DU MACLAGE THERMIQUE.....	50
I.4	PHENOMENES MICROSTRUCTURAUX ACTIVES PAR LA DEFORMATION A CHAUD - ADAPTATION DES TECHNIQUES D'IJG AUX SUPERALLIAGES A BASE DE NI ETUDIES	51
I.4.1	DEFORMATION A CHAUD ET PHENOMENES DYNAMIQUES	51
I.4.2	EFFET DE LA FAIBLE DEFORMATION SUR LA MIGRATION DE JOINT DE GRAINS	53
I.4.3	EFFET DE LA SECONDE PHASE	54
I.4.4	SYNTHESE.....	54
I.5	CONCLUSION.....	54

Chapitre I Etude Bibliographique

Notre étude bibliographique s'articule autour de trois grands axes. D'abord, nous nous intéressons à l'ingénierie de joints de grains (IJG), aussi connue sous le nom de Grain Boundary Engineering (GBE). Nous en définissons le principe et nous rapportons les principaux résultats d'études apparentées à l'IJG. La deuxième partie est consacrée au maillage thermique qui se présente comme une voie pour l'IJG. Et finalement dans la dernière partie, nous exposons les différentes évolutions microstructurales possibles lors de traitements thermomécaniques à chaud d'alliages biphasés, l'objectif étant de fournir les bases nécessaires à la compréhension et l'analyse des résultats présentés en chapitres III, IV et V.

I.1 Joints de grain

Nous introduisons dans ce paragraphe les notions cristallographiques liées aux joints de grains que nous utiliserons dans la suite de l'étude.

Le joint de grains, tel que défini par Priester (2006), est l'interface entre deux cristaux (I) et (II) de même nature (fig I-1).

D'un point de vue géométrique, un joint de grains possède **9 degrés de liberté** :

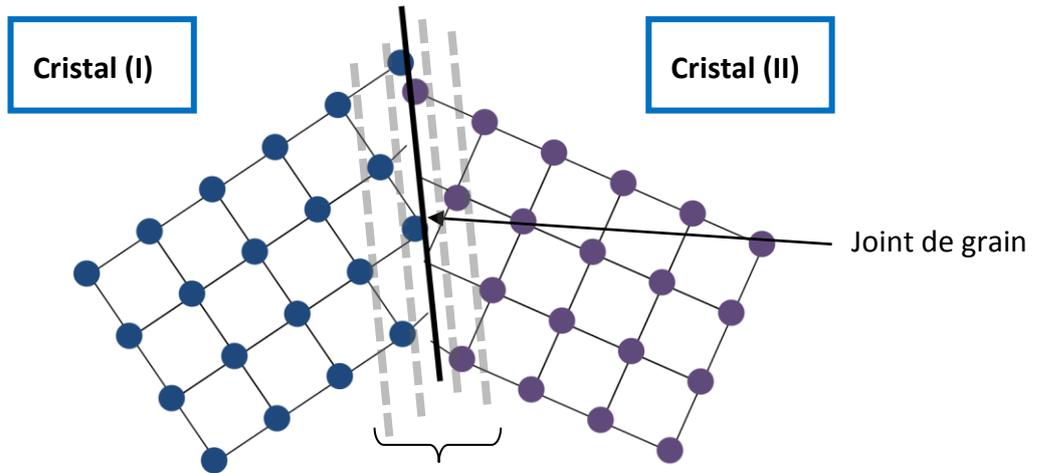
- La transformation permettant de convertir les coordonnées d'un vecteur du cristal (I) en celles de son homologue dans le cristal (II) (**6 degrés**)
 - Rotation **R (3 degrés)**
 - Axe (**2 degrés**)
 - Angle (**1 degré**)
 - Translation rigide
 - Vecteur (**3 degrés**)
- L'emplacement du plan de l'interface (**3 degrés**)
 - Orientation : normale au plan (**2 degrés**)
 - Position (**1 degré**) : l'orientation seule du plan du joint de grains de le définit pas de manière unique, comme illustré par la figure I-1,

Néanmoins, 5 paramètres uniquement sont macroscopiques et constituent des variables thermodynamiques : la rotation du réseau et l'orientation du plan d'interface. C'est ce qui définit la structure du joint de grains.

I.1.1 Désorientation

La matrice de rotation \mathbf{R} , définie dans le paragraphe précédent, peut être exprimée en fonction de l'angle θ et de l'axe de rotation $[uvw]$ comme suit :

$$\mathbf{R} = \cos \theta \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} + (1 - \cos \theta) \begin{pmatrix} t_1^2 & t_1 t_2 & t_1 t_3 \\ t_2 t_1 & t_2^2 & t_2 t_3 \\ t_3 t_1 & t_3 t_2 & t_3^2 \end{pmatrix} + \sin \theta \begin{pmatrix} 0 & -t_3 & t_2 \\ t_3 & 0 & -t_1 \\ -t_2 & t_1 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{I-1})$$



Plans de joint de grains ayant la même normale mais des positions différentes

Figure I-1 : Représentation 2D d'un joint de grains pour une structure cubique simple

avec t_1 , t_2 et t_3 les composantes du vecteur unitaire de l'axe de rotation.

$$\begin{pmatrix} t_1 \\ t_2 \\ t_3 \end{pmatrix} = \frac{1}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2}} \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} \quad (\text{I-2})$$

La rotation qui permet de transformer un cristal en un autre n'est pas unique. En effet, par exemple, dans le système cubique \mathbf{R} a 1152 ($24 \times 24 \times 2$) équivalents par symétrie. Parmi les représentants de \mathbf{R} , la rotation dont l'angle est le plus faible donne au joint de grains son angle θ de désorientation.

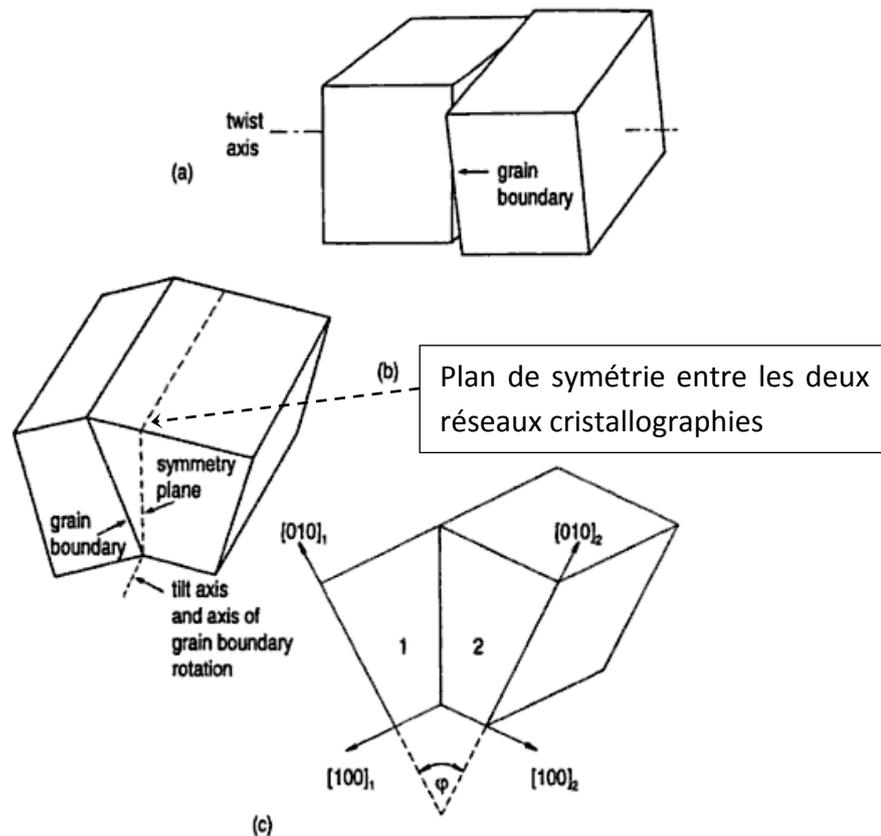


Figure I-2 : Joints de torsion (a) et joints de flexion (b-c) [Gottstein et Shvindlerman 1999]

Si l'on considère le mode de représentation : axe et angle de rotation, deux types de joints particuliers peuvent être définis (Gottstein et Shvindlerman 1999) :

- 1- Joint de torsion: le plan du joint de grains est **perpendiculaire** à l'axe de rotation (fig. I-2 (a)). Le plan du joint est alors déterminé de manière unique.
- 2- Joint de flexion: le plan du joint de grains est **parallèle** à l'axe de rotation. Pour un axe de rotation donné plusieurs plans de joints de grains satisfont cette condition. Quand le plan du joint est un plan de symétrie on parle de joint symétrique (fig. I-2 (c)). Sinon il s'agit d'un joint asymétrique (fig. I-2 (b)).

Outre la représentation en axe et angle de rotation, la désorientation peut aussi être décrite par : les angles d'Euler, le vecteur de Rodrigues, les quaternions etc. (Priester 2006).

Par ailleurs, à chaque désorientation entre deux réseaux cristallographiques correspond un certain degré de coïncidence entre les nœuds des deux réseaux. Ce degré de coïncidence constitue également une manière de représenter la désorientation.

La périodicité du réseau cristallographique est rompue au niveau du joint de grains. Dans cette zone de désordre, on parle de volume libre qui correspond à l'espacement entre les positions atomiques dans les deux grains adjacents. Dans le cas des structures cubiques à faces centrées par exemple cette distance est supérieure ou égale à la distance

interatomique minimale. Le volume libre dépend de la désorientation et de l'orientation du plan du joint de grains.

I.1.2 Propriétés des joints de grains

I.1.2.1 Energie des joints de grains

La présence d'un joint de grains dans un bicristal augmente l'enthalpie libre en comparaison avec un monocristal (Priester (2006)). Cet apport d'énergie dépend entre autres des 5 degrés de liberté macroscopiques définis précédemment. D'après Read et Shockley (1950), quand l'angle de désorientation est suffisamment faible, l'énergie d'interface γ_θ est uniquement fonction de l'angle θ défini plus haut (voir éq. I-3). Un joint associé à une faible désorientation peut se décrire entièrement par une série de dislocations coin ayant un certain espacement d (fig. I-3), ce qui mène à :

$$\gamma_\theta = \frac{\mu b}{4\pi(1-\nu)} \theta \left(\ln \frac{b}{r_0} - \ln \theta \right) \quad (\text{I-3})$$

où μ est le module de cisaillement, ν est le coefficient de poisson, b est le vecteur de Burgers et r_0 est le rayon de cœur des dislocations. Globalement, dans les cas où l'approximation des angles faibles est valide, l'énergie du joint croît quand l'angle de désorientation augmente.

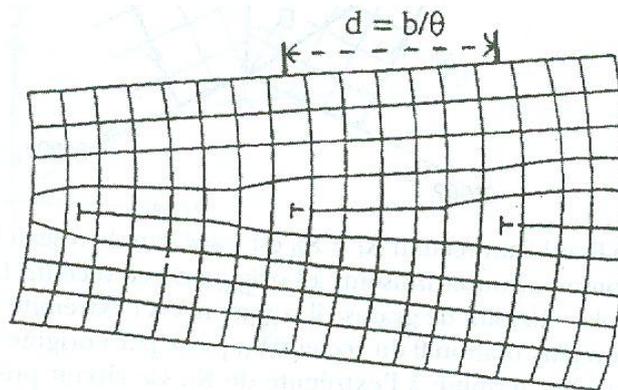


Figure I-3 : Joint symétrique de flexion de faible désorientation selon Read et Shockley [Priester 2006]

L'expression I-3, reste applicable tant qu'il est possible de trouver un espacement entre les dislocations qui soit admissible d'un point de vue cristallographique. Car en se référant à la figure I-3, il est clair que quand d diminue θ augmente selon la loi I-4.

$$d = \frac{|b|}{\theta} \quad (\text{I-4})$$

Read a fixé θ maximal à 15° . C'est la frontière communément reconnue entre joints de **faible** et **forte désorientation**. Les joints de faible désorientation sont également appelés **sous-joints**.

I.1.2.2 Mobilité des joints de grains et forces motrices

Dans une microstructure, les joints de grains peuvent être amenés à migrer sous l'effet de différentes forces motrices. Voici les principales sources d'énergies parmi celles citées par Gottstein et Shvindlerman (1999),

1. Energie de déformation ou densité de dislocations, dont la différence de part et d'autre du joint produit la force motrice pour la migration de celui-ci. Le joint migre du grain le moins déformé vers le grain qui présente la densité de dislocation la plus élevée, de façon à minimiser l'énergie totale du système
2. Energie du joint de grains : l'énergie d'interface et la courbure produisent une force motrice visant à minimiser la surface du joint en se rapprochant de la configuration plane
3. Différence d'énergie élastique entre les deux grains adjacents dues à la micro-ségrégation chimique

L'aptitude du joint de grains à convertir une force motrice en déplacement ou vitesse est appelée mobilité. La vitesse de migration v d'un joint de grains est le produit de la force motrice F et de la mobilité m . ($v = mF$)

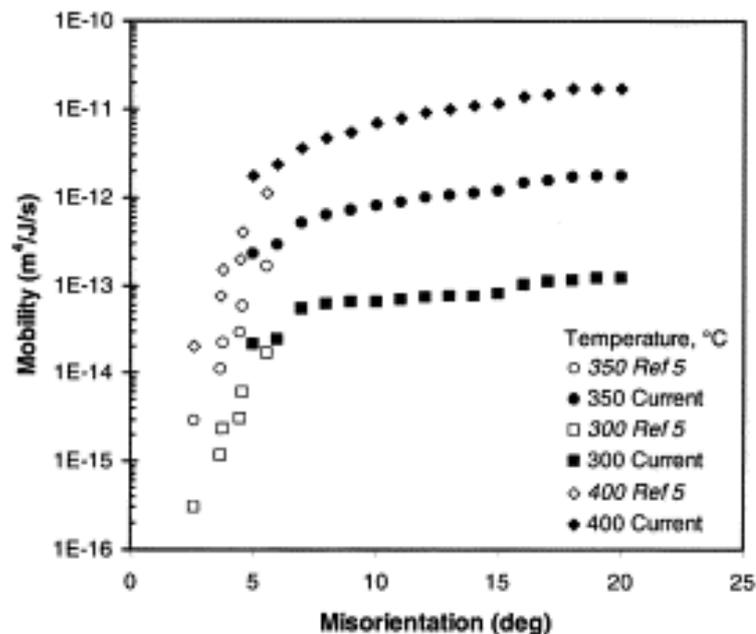


Figure I-4 : Effet de la température et de l'angle de désorientation sur la mobilité des sous-joints dans un monocristal d'Al-0.05% Si [Huang et al. 2000] . La référence « Ref 5 » correspond à [Huang et Humphreys 2000]

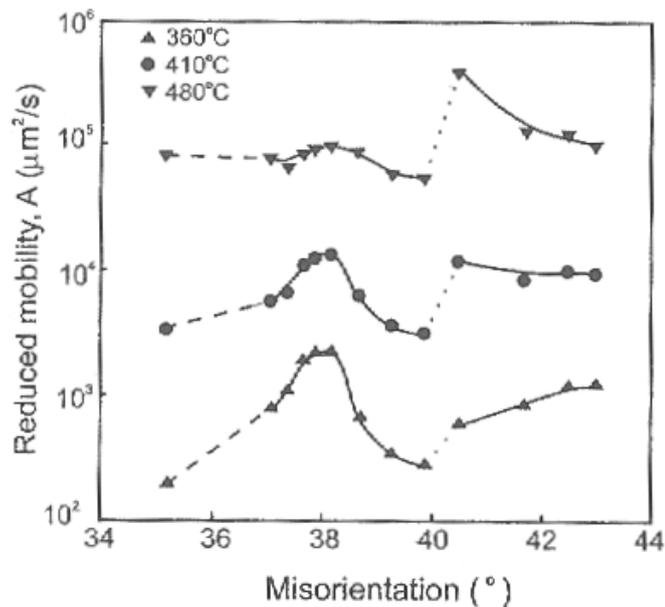


Figure I-5 : Effet de la température et de l'angle de désorientation sur la mobilité des joints de forte désorientation dans l'Al pur [Molodov et al. 1995]

La mobilité est sensible aux paramètres thermodynamiques, notamment la température et aux caractéristiques intrinsèques du joint de grains qui elles même dépendent de ses 5 degrés de liberté (Humphreys et Hatherly 2004, chapitre 5). La mesure expérimentale de la mobilité est assez délicate. Pour pouvoir la déduire de la vitesse de migration il faut garantir d'une part la constance de la force motrice et d'autre part prendre en compte l'existence d'impuretés susceptibles d'altérer considérablement la migration des joints. De ce fait, actuellement, la connaissance de ce paramètre est limitée. Nous disposons tout-de-même de quelques informations, comme celles données par la figure I-4 qui affirment que la mobilité augmente avec l'angle de désorientation dans le cas des sous-joints. De manière générale, les joints de grains de forte désorientation sont plus mobiles que les joints de faible désorientation.

Cependant l'angle de désorientation n'explique pas, à lui seul, les variations de mobilité dans les joints de forte désorientation, comme le montre la figure I-5. Les 4 autres paramètres macroscopiques décrivant la désorientation influe également sur la mobilité.

I.1.3 Joints coïncidents et Coincidence Site Lattice

Le degré de coïncidence entre deux grains adjacents est un moyen de caractériser la désorientation entre les cristaux adjacents. La première utilisation de ce paramètre pour décrire le joint remonte aux travaux de Kronberg et Wilson (1949). Ces derniers ont constaté, en étudiant les textures de recristallisation secondaire dans le cuivre, que l'orientation des germes n'était pas aléatoire. En effet, certaines désorientations, relativement aux grains parents, sont privilégiées au cours de la recristallisation. Afin de les exprimer, il a utilisé deux types de représentations (1) l'expression classique : angle et axe

rotation (2) un modèle moins courant : degré de coïncidence des deux grains (cristaux) adjacents séparés par le joint de grains.

Ce modèle, purement cristallographique, a ensuite été repris et formalisé par Brandon et al. (1964), Brandon (1966) et Ranganathan (1966). Le nom attribué au réseau de coïncidence constitué par les nœuds communs aux deux réseaux adjacents est **CSL**, pour « *Coincidence Site Lattice* ».

Le degré de coïncidence, noté Σ , est le rapport du volume de la maille de coïncidence **CSL** (éq. I-5), (en bleu dans la figure I-6), sur le volume de la maille simple du cristal. Plus le degré de coïncidence est élevé plus Σ est faible.

$$\Sigma = \frac{\text{Volume de la maille de coïncidence}}{\text{Volume de la maille élémentaire du cristal}} \quad (\text{I-5})$$

Il peut aussi être considéré comme l'inverse de la fraction de nœuds communs entre les deux réseaux. En d'autres termes un $\Sigma 5$ (cf. fig. I-6) par exemple correspond à une désorientation telle qu'un nœud sur 5 à l'interface appartient aux réseaux des deux cristaux voisins. Ce degré de coïncidence peut se retrouver dans le joint de grain lorsqu'il est orienté de manière à contenir les sites communs comme illustré dans la fig. I-6.

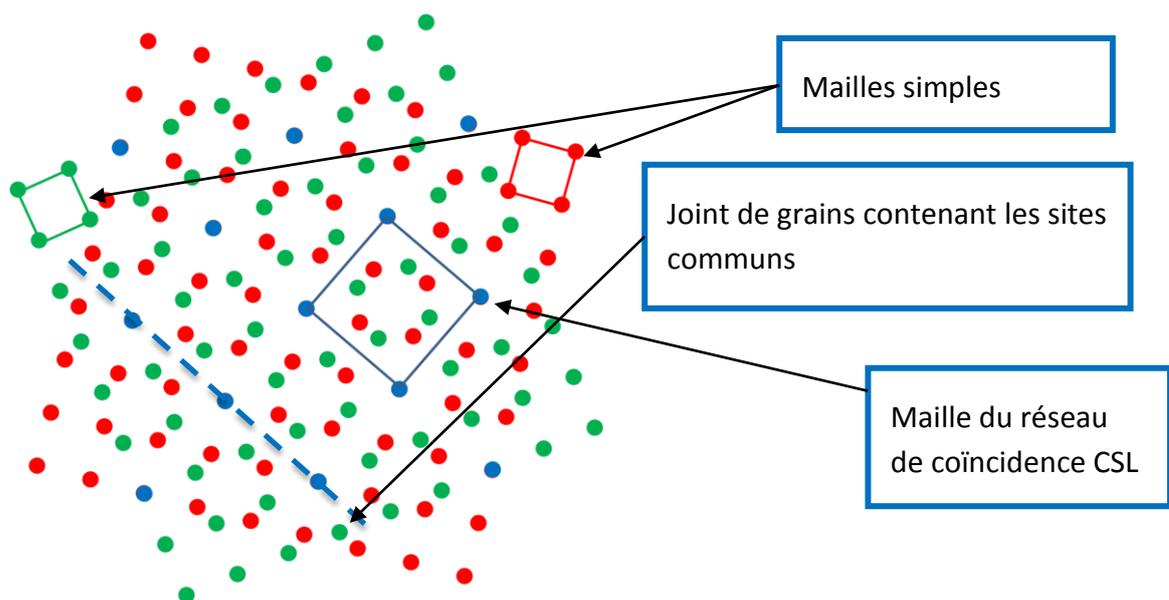


Figure I-6 : Exemple de CSL dans un réseau 2D. Sites des cristaux adjacents en rouge et vert respectivement, nœuds communs en bleu

Ranganathan (1966) a établi la fonction qui permet, à partir d'une désorientation cristallographique exprimée par un d'angle θ et un axe $[hkl]$ de rotation, de remonter au degré de coïncidence Σ dans le système cubique.

D'abord θ est exprimé sous la forme :

$$\theta = 2 \tan^{-1} \left(\frac{y}{x} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \right) \quad (\text{I-6})$$

de façon à identifier x et y qui sont des entiers naturels correspondant aux coordonnées de l'un des sites communs dans le plan $\{hkl\}$. L'expression de Σ est alors :

$$\Sigma = x^2 + y^2(h^2 + k^2 + l^2) \text{ si } x^2 + y^2(h^2 + k^2 + l^2) \text{ est impair} \quad (\text{I-7})$$

$$\Sigma = \frac{1}{2}[x^2 + y^2(h^2 + k^2 + l^2)] \text{ sinon}$$

Déchamps et al. (1987) ont trouvé un autre moyen d'identifier Σ , ceci à partir de la matrice de rotation \mathbf{R}

$$\mathbf{R} = \frac{1}{\Sigma} [a_{ij}]_{i,j} \quad i, j = 1, 2 \text{ ou } 3 \quad (\text{I-8})$$

où a_{ij} sont des entiers naturels. Comme nous l'avons mentionné, \mathbf{R} a plusieurs équivalents selon le système de symétrie. Le représentant de \mathbf{R} est choisi de telle façon que Σ soit minimal.

Dans l'annexe A, nous utilisons les méthodes de Ranganathan (1966) et Déchamps et al. (1987) pour identifier une désorientation $\Sigma 5$ à partir de son angle et son axe de désorientation.

Brandon (1966) s'est intéressé à l'application de ce formalisme aux polycristaux réels. La présence de dislocations aux voisinages des joints de grains les dévie de leur configuration idéale et complique la qualification des CSL. D'où la nécessité de définir une tolérance angulaire. Le critère de Brandon qui détermine la déviation maximale acceptable pour qu'un joint de grains soit identifié en tant que CSL est :

$$\Delta\theta = \theta_0 \sqrt{\Sigma} \quad (\text{I-9})$$

Σ étant le degré de coïncidence et $\theta_0=15^\circ$ étant inspiré des travaux de Read et Shockley (1950).

Ainsi, d'après ce critère, les joints de faibles de désorientations ($<15^\circ$) sont des $\Sigma 1$. Par ailleurs les parois de macles cohérentes, c'est-à-dire celles ayant comme plan un des plans denses du réseau cubique à face centrées, auxquelles nous consacrons une partie de cette étude bibliographique, sont un cas particulier de joints $\Sigma 3$ étant donné qu'un nœuds sur 3 est commun au deux réseaux cristallographiques de trouvant de part et d'autre de la paroi de macle.

Nous notons qu'exprimer un joint de grains en CSL ne permet pas de l'identifier de manière déterministe. En effet, aucune information n'est fournie sur l'orientation de son plan. La désorientation ne constitue que 3 des 5 degrés de liberté qui décrivent un joint.

Les CSL ont suscité beaucoup d'intérêt dans la littérature. Ce formalisme fournit incontestablement un outil très pratique permettant de décrire la nature des joints de grains tenant compte des symétries, notamment dans le système cubique. L'identification des

jointes ayant des propriétés spéciales parmi les CSL, en revanche, a fait l'objet de multiples controverses. Ceci sera discuté plus tard.

Dans la suite, nous appelons pour la simplicité un joint caractérisé par un degré de coïncidence ΣA un joint ΣA .

I.1.4 Macle cohérente ou incohérente

Comme nous l'avons mentionné dans un réseau cubique à faces centrées (CFC), une paroi de macle cohérente est un joint $\Sigma 3$ particulier dont le plan est dense $\{111\}$. La paroi de macle constitue un plan miroir dans la séquence d'empilement ABCABCABC des plans $\{111\}$ qui devient ABCABACBAC (cf. fig. I-7). Nous expliquerons les processus de leur formation dans la section I-3 de ce chapitre. Tout joint $\Sigma 3$, ayant un plan de joint autre que $\{111\}$ est une macle incohérente, le plan du joint n'est plus alors un plan miroir.

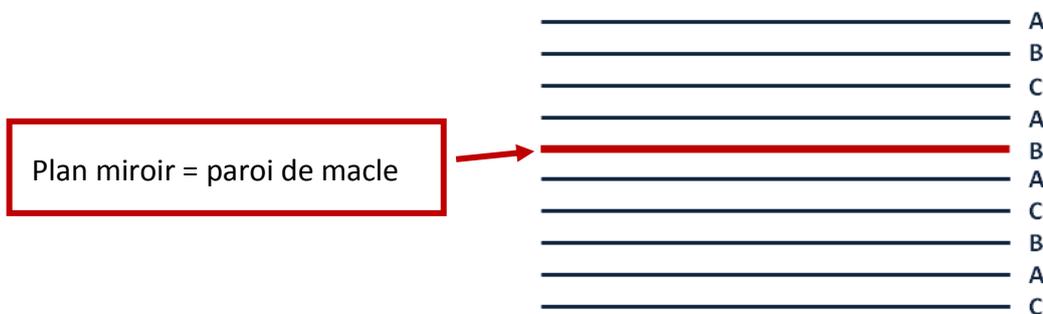


Figure I-7 : Macle cohérente dans un réseau CFC

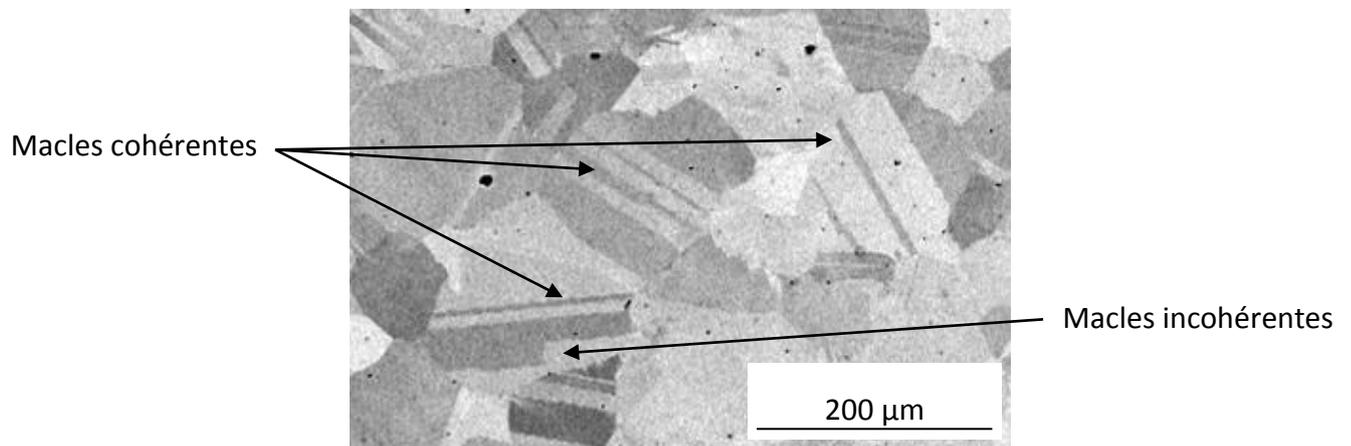


Figure I-8 : Macles cohérentes et incohérentes dans le PER[®]72 (Etat initial + traitement supersolvus à 1160° de 30') Microscopie électronique à balayage – Electrons rétrodiffusés.

Dans la pratique, quand la macle traverse le grain, elle présente souvent deux parois cohérentes (cf. fig. I-8). Cependant de nombreuses observations montrent des macles qui « s'arrêtent » au milieu du grain. Par conséquent, l'interface grain parent/macle présente, en plus des parois cohérentes, des portions de joint souvent sous forme de marches correspondant à des plans différents des plans $\{111\}$. Ces portions de joints sont des macles

incohérentes. Dans le contexte de l'IJG, il est important de distinguer les $\Sigma 3$ cohérents des incohérents comme le souligne Randle (2004). Bien qu'elles décrivent la même désorientation, leurs propriétés sont assez différentes, surtout du point de vue énergie et mobilité. Les macles incohérentes sont, en effet, plus énergétiques et plus mobiles que les cohérentes (Priester 2006 et Randle 2004).

I.1.5 Multi-maclage

Dans un cristal cubique à faces centrées, il existe physiquement quatre axes équivalents à l'orientation $[111]$ ($[111]$, $[1\bar{1}\bar{1}]$, $[\bar{1}1\bar{1}]$ et $[\bar{1}\bar{1}1]$) et autant de désorientations $\Sigma 3$ différentes (60° autour de l'un des axes équivalent à $[111]$). Supposons qu'un grain A soit en relation $\Sigma 3$ à la fois avec un 1^{er} grain B et un 2^{ème} grain C. Nous appellerons ces deux désorientations $\Sigma 3_{AB}$ et $\Sigma 3_{AC}$ respectivement. Au niveau du point triple formé par A, B et C, deux cas de figure se présentent lors de la rencontre des grains B et C :

1. L'axe de rotation est le même pour les deux désorientations $\Sigma 3_{AB}$ et $\Sigma 3_{BC}$: B et C ont alors la même orientation. En d'autres termes, le degré de coïncidence désorientation entre C et B est $\Sigma 1$. Si ces macles sont cohérentes, les parois A-B et A-C sont alors parallèles et dans ce cas il n'y aurait pas de point triple.
2. Les axes de rotation sont différents (fig. I-9)
 - A et B ont 1 site sur 3 en commun
 - A et C ont 1 site sur 3 en commun
 - ➔ B et C ont 1 site sur 9 (3×3) en commun. Ils ont alors un degré de coïncidence de $\Sigma 9 = \Sigma 3^2$.

Ainsi de manière itérative, comme expliqué par Wang et Guo (2007), des joints issus de multimaclage sont formés en obéissant à la loi :

$$\Sigma 3^n + \Sigma 3^m \rightarrow \Sigma 3^{n+m} \text{ ou } \Sigma 3^{|n-m|} \quad (\text{I-10})$$

Cette équation est en fait un cas particulier de la formule plus générale :

$$\Sigma N_1 + \Sigma N_2 \rightarrow \Sigma(N_1 \times N_2) \text{ ou } \Sigma(N_1 / N_2) \text{ si } N_1 \text{ est multiple de } N_2 \quad (\text{I-11})$$

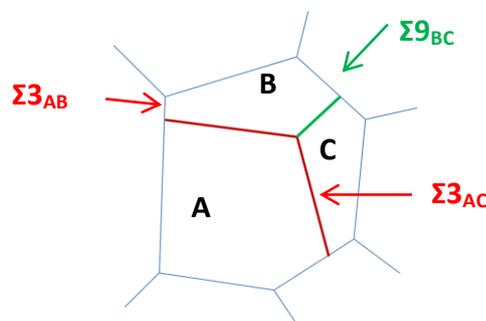


Figure I-9 : Processus de maclage multiple – joints $\Sigma 3$ en rouge, joint $\Sigma 9$ en vert.

Song et al. (2007) ainsi que Randle (2004), stipulent que quand deux joints issus du multimaillage $\Sigma 3^n$ et $\Sigma 3^{n+1}$ se rencontrent, selon le principe de la minimisation de l'énergie la probabilité que le joint formé au point triple soit un $\Sigma 3$ est plus élevée que pour un $\Sigma 3^{2n+1}$. Ceci pourrait donc constituer en soit un mécanisme de formation de $\Sigma 3$.

I.2 Ingénierie de joints de grains

I.2.1 Introduction du concept

Les joints de grains d'une même microstructure n'ont pas tous le même niveau de résistance à l'endommagement. Ceci est dû à leurs différences de caractéristiques (désorientation, orientation du plan, morphologie etc.). Tel est le constat fait par Watanabe (1984) qui a eu l'idée de contrôler les microstructures de matériaux métalliques et céramiques polycristallins en modifiant la structure de leurs joints de grains. Son objectif était d'améliorer la ductilité en réduisant l'endommagement par fissuration. Il s'est basé sur ce qui avait été rapporté dans la littérature pour affirmer que les joints de grains de faibles désorientations et les joints de coïncidence, qu'il qualifie de *spéciaux*, résistent mieux à l'amorçage et à la propagation de fissures que le reste des joints : les joints de fortes désorientations, dits *généraux*.

En effet, se référant à l'expression de l'énergie de formation de fissure (cf. **éq. I-12** et **fig. I-10**) établie par Inman et Tipler (1963) et Hondros (1974) :

$$\gamma^* = 2\gamma_s - \gamma_b \quad (\text{I-12})$$

où :

- γ_s est l'énergie de surface
 - γ_b est l'énergie du joint de grains préexistant qui, d'après Goodhew (1980) et Aust (1981), dépend fortement des caractéristiques du joint de grains. Il est clair que l'apparition de fissures intergranulaires est d'autant plus facile que γ_b est élevée.

Goodhew (1980) et Aust (1981) ont également montré que les joints généraux ont une énergie γ_b plus élevée comparés aux joints spéciaux.

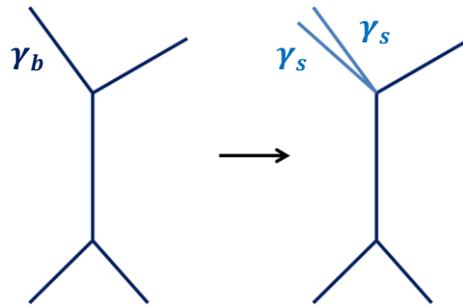


Figure I-10 : Apparition d'une fissure intergranulaire correspondant au bilan énergétique de l'équation I-12

De nombreux résultats expérimentaux (Brosse et al. 1981, Kurishita et al. 1983a-b, Liu et Shen 1982-3)) rapportés par Watanabe (1984) valident son hypothèse, notamment une série d'études sur des bicristaux (ferrite, niobium, cuivre et alliage de cuivre, molybdène, tungstène, aluminium, zinc, magnésium, aciers inoxydables etc.), qui prouvent que, les phénomènes responsables de l'endommagement, tels que la ségrégation chimique et le glissement aux joints de grains, apparaissent moins souvent dans les joints spéciaux.

Watanabe (1984) a clairement établi que, dans de nombreux matériaux, les joints spéciaux résistent mieux à l'endommagement que les joints généraux. La figure I-11 illustre le fait que plus les joints sont proches d'une désorientation de faible Σ plus ils résistent au fluage. En revanche, très peu d'informations sont fournies dans ce travail sur les techniques qui permettent de modifier la distribution de la nature des joints de grains le *GBCD*, (Grain Boundary Character Distribution) de façon à augmenter la fraction de ces joints spéciaux. Seuls quelques traitements thermiques et thermomécaniques ont été mentionnés. Les mécanismes impliqués ne sont pas du tout évoqués.

Les joints décrits par Watanabe sont bien spéciaux du point de vue de leur comportement, mais il est très délicat d'établir un lien avec leurs propriétés intrinsèques notamment leur énergie car celle-ci dépend des 5 paramètres (Priester 2006, Gottstein 1999). Le travail de Watanabe est à l'origine du développement de nombreuses études dans les deux dernières décennies, dont la nôtre. Nous parcourons dans la suite les résultats de celles qui nous semblent pertinentes pour le contexte de notre sujet de recherche.

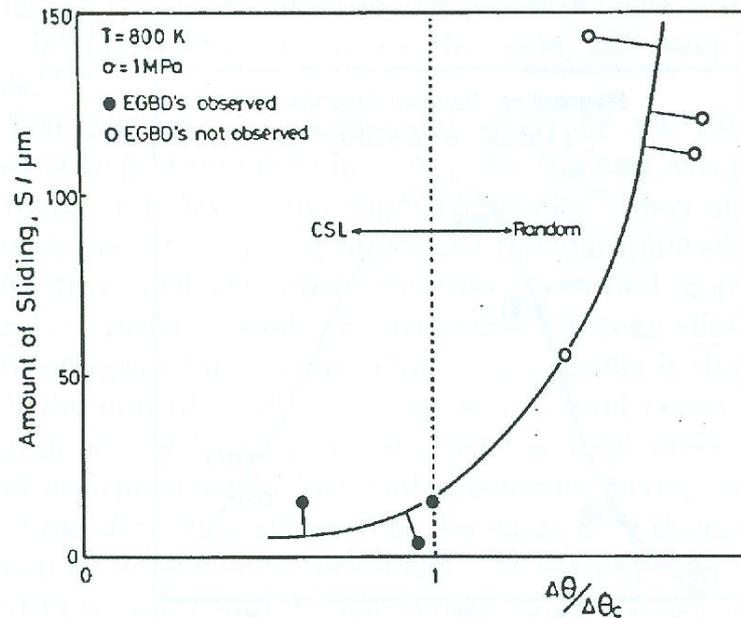


Figure I-11 : Quantité de glissement des joints de grains en fonction de leur déviation par rapport au joint coïncident le plus proche ($\Sigma < 21$). La déviation est pondérée par la tolérance $\Delta\theta_c$ calculée d'après le critère de Brandon [Kokawa et al. 1981]. Les EBGD's (Extrinsic grain boundary dislocations) sont les dislocations qui s'empilent sur les joints de grains ; elles ont été observés sur les joints spéciaux

I.2.2 Quels sont les joints spéciaux ?

Si l'on se base sur le raisonnement fait par Watanabe, c'est-à-dire la résistance du joint dépend de son énergie, on note que le degré élevé de coïncidence ne garantit en aucun cas le faible niveau d'énergie. Les contre-exemples sont nombreux dans la littérature, et illustrés par exemple par figure I-12 qui montre que :

- $\Sigma 3$ a une énergie très proche de celle de $\Sigma 1$
- l'énergie d'un $\Sigma 11$ peut passer du simple au double quand le plan du joint change, et même multiplié par 10 pour un $\Sigma 3$ dans le plan $\{112\}$ au lieu du $\{111\}$
- $\Sigma 9$ peut être plus énergétique qu'un $\Sigma 11$

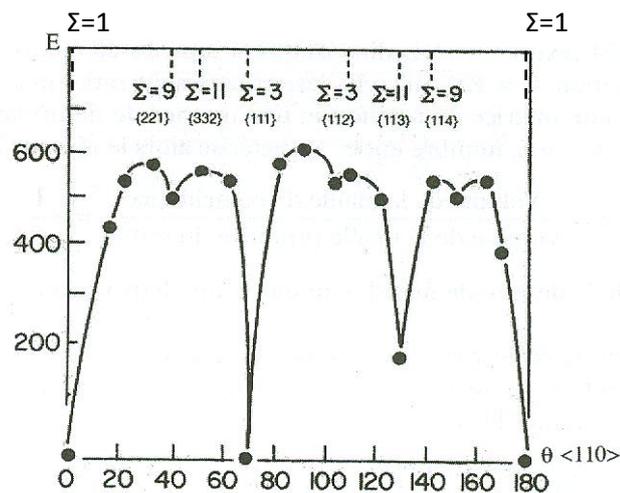


Figure I-12 : Energie des joints de grains de flexion symétriques de l'aluminium en fonction de l'angle de désorientation θ autour de l'axe $\langle 110 \rangle$ [Hasson et al. 1972]

Inversement, parmi ceux qui défendent le caractère « spécial » des joints de faible Σ , Chalmers et Gleiter (1971) suggèrent que peu importe où le plan d'un joint de flexion de faible Σ se place, la disposition des atomes (sites) aura de toute façon une certaine périodicité (cf. fig. I-13). Et cela suffit pour que le joint ait de meilleures propriétés qu'un joint général. Ensuite et afin d'étendre leur théorie aux joints asymétriques, ils supposent qu'ils sont en fait un assemblage de segments de joints de flexion. Randle (2004) prend le cas de la macle incohérente et affirme que vu l'indice élevé de coïncidence, le volume libre est plus faible que dans le cas d'un joint général.

De manière générale, en ce qui concerne le bilan énergétique des joints en fonction de leur degré de coïncidence, tel que défini par le modèle de CSL, hormis quelques études sur des bicristaux où le plan du joint est très bien connu, rien ne permet de relier de manière biunivoque propriétés spéciales et joints de faible Σ .

Cela n'a pas empêché la majeure partie des investigations apparentées à l'IJG, de chercher à modifier les distributions des populations de joints de grains de façon à augmenter la proportion des joints de faible Σ . Nous discuterons de cela en détail dans la suite.

Plus récemment, les études IJG se sont focalisées sur les seuls joints de forte coïncidence, selon Kim et al. (2005), qui ont clairement de meilleures propriétés en comparaison avec le commun des joints de grains : les macles ($\Sigma 3$) et les joints issus du multi-maclage ($\Sigma 3^n$).

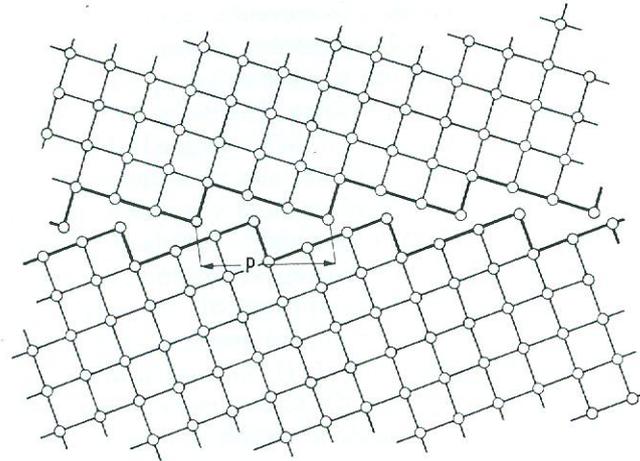


Figure I-13 : Périodicité dans un joint de faible Σ dont le plan n'est pas dans la position assurant une bonne coïncidence [Chalmers et Gleiter (1971)]

D'autres travaux, encore plus récents, ont développé des techniques (Saylor et al. (2004)) donnant accès à une caractérisation complète des joints de grains (5 paramètres) pour s'assurer que non seulement les joints sont de faible Σ mais de plus les plans des joints sont orientés de façon à contenir un maximum de sites communs (Gruber et al. (2005) et Dillon et Rohrer (2009)).

I.2.3 Revue d'études d'IJG

Le travail de Watanabe, précurseur dans le domaine de l'IJG, est le point de départ de centaines de publications. Nous rapportons dans les tableaux I-1 et I-2 les résultats de certaines études apparentées à l'IJG.

Tableau I-1 : Tableau récapitulatif d'études IJG [d'après Randle (2004)]

Matériau	Référence	Propriété améliorée	Nature des traitements appliqués	Modification du GBCD
INCONEL 600 Alliage Ni-Fe-Cr	<u>Thaveeprungsriporn et Was (1997)</u>	Fluage	Traitements thermomécaniques multipasses Faible ϵ /cycle 2 à 5% Traitements thermiques intermédiaires longs : 11 à 20h à 900-1200°C.	Fréquence en nombre de joints spéciaux obtenue % $\Sigma 3^n = 2 \rightarrow 26$ % $\Sigma \leq 49 = 16 \rightarrow 34$
INCONEL 600	<u>Lin et al. (1995)</u>	Corrosion intergranulaire	Traitements thermomécaniques multipasses ϵ /cycle faible à moyen 5 à 30%. RX déclenchée Traitements thermiques intermédiaires courts : 2 à 10 min à 1000°C	Fréquences en nombre de joints spéciaux obtenues % $\Sigma 3 = 23 \rightarrow 55$ % $\Sigma \leq 29 = 37 \rightarrow 68$
ME3 superalliage à base de Ni élaboré par voie de métallurgie des poudres. Matériau initial obtenu	<u>Gao et al. (2005)</u>	Fatigue à l'ambiante et à haute température	Traitements thermomécaniques multipasses ϵ /cycle moyen 10% Traitement thermique intermédiaire court : 30 min à 1000-1170°C	Fraction en longueur de joints spéciaux obtenue % $\Sigma \leq 29$ de 36 \rightarrow 57

après traitement supersolvus			+Traitement de vieillissement à 760-850°C	
Nickel	<u>Lehockey et Palumbo (1997)</u>	Fluage	Traitements thermomécaniques à une seule passe ϵ élevé 60% Traitements thermiques courts : 1 à 15 min à 950-1150°C	Fréquences en nombre de joints spéciaux obtenues % Σ de 2 → 30 à 47 % Σ de 13 → 45 à 66
INCONEL 617 superalliage à base de Ni mais après mise en solution, monophasé	<u>Tan et al. (2007)</u>	Stabilité de la microstructure pendant les traitements thermiques	Traitements thermomécaniques multipasses ϵ /cycle faible à moyen 5,9 et 13% . Traitements thermiques intermédiaires de durée moyenne : 15 à 90 min à 1100°C	Fraction de joints spéciaux obtenue % Σ de 11 → 49
INCOLOY 800H alliage Fe-Ni-Cr	<u>Tan et al. (2006)</u>	Résistance à l'oxydation	Traitements thermomécaniques à une seule passe ϵ faible 7% Traitement thermique de durée moyenne : 90 min à 1050°C	Fréquence en nombre de joints spéciaux obtenue % Σ de 36 → 59

Les approches et les objectifs des travaux cités ci-dessus sont assez différents. Les points de discordance que nous avons recensés sont les suivants :

1.2.3.1 Définition de joints spéciaux

L'incertitude quant à la définition des joints spéciaux a été soulevée par la plupart des études. C'est ce qui explique que le critère retenu diffère d'une étude à l'autre. A titre

illustratif, nous présentons en figure I-14 une répartition schématique des joints de grains dans un matériau cubique à faces centrées donné, les investigations ont cherché à contrôler une ou plusieurs familles de joints de grains. Cette répartition varie (1) d'un matériau à l'autre et (2) en fonction du traitement thermomécanique ou thermique subi pour un matériau donné.

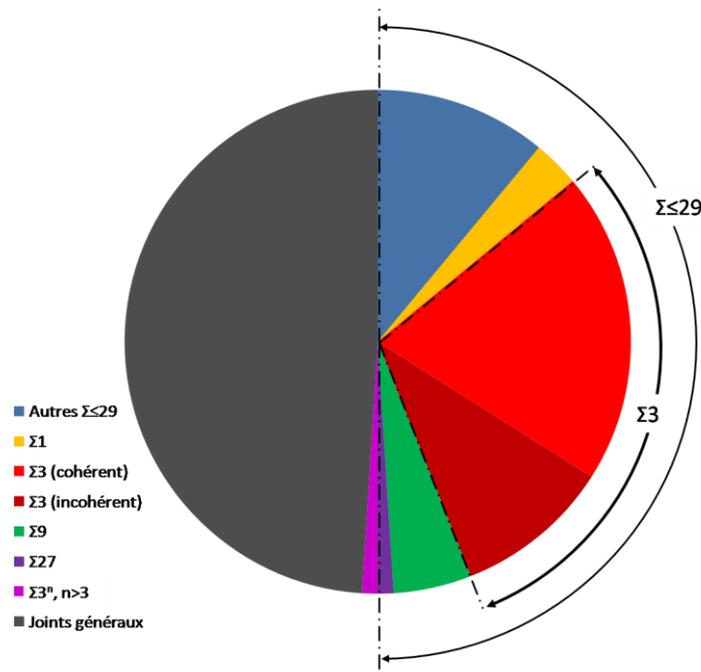


Figure I-14 : Illustration schématique de la distribution de la nature des joints de grains

Les études les moins récentes, années 90, ont choisi le critère des joints de faibles Σ , fixant le maximum à 29. Cette valeur ne s'appuie pas sur une explication physique ou cristallographique. Les résultats montrent que souvent l'augmentation de la fraction des joints de faible Σ est portée par la formation de joints issus de maillage, que ce soit tout simplement les $\Sigma 3$ ou bien les $\Sigma 3^n$, notamment dans les matériaux de faible énergie de défauts d'empilement*. Pour ce qui concerne les matériaux avec une énergie de défaut d'empilement élevée, comme l'aluminium et ses alliages, c'est la proportion de sous-joints ou $\Sigma 1$ qui augmentent.

Avec la mise en évidence du maillage multiple dans certains matériaux comme le cuivre (jusqu'à $\Sigma 3^5$), les études apparentées à l'ingénierie de joints de grains d'intéressent désormais plutôt à ce type de joints. Par ailleurs, compte tenu de l'écart important entre les macles cohérentes et incohérentes en termes de mobilité, la distinction entre les deux populations de joints de macles est faite.

* Nous expliquons comment ce paramètre influe sur l'évolution de la microstructure dans la section I-4

Schlegel et al. (2009) ont mis en évidence les limites de ces caractérisations pour le cuivre. En effet, bien que leurs microstructures créées via des traitements thermomécaniques multipasses et monopasses soient similaires d'un point de vue de leur distribution de joints spéciaux, les évolutions au cours de recuits sont très différentes. Les microstructures issues de traitements multipasses résistent beaucoup plus à l'apparition de la croissance anormale de grains (fig. I-15).

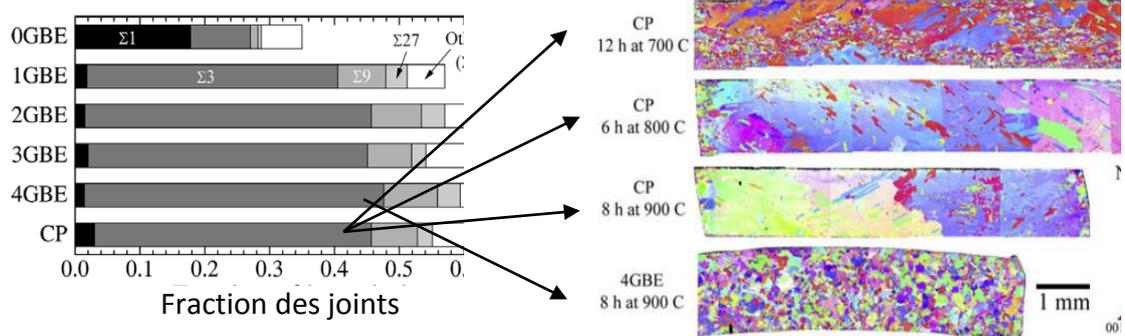


Figure I-15 : Evolution de microstructures proches en termes de GBCD au cours de recuits. CP : traitement thermomécanique monopasse 4GBE : traitement thermomécaniques 4 passes. Croissance anormale de grains dans les états CP [Schlegel et al. 2009]

I.2.3.2 Moyens utilisés pour modifier la distribution des joints de grains

Les traitements appliqués pour modifier la distribution des joints de grains sont assez variés. Dans la plupart des cas, des traitements thermomécaniques mono ou multipasses sont utilisés suivi ou non de recuits. Les durées des recuits varient également (de quelques minutes à plusieurs heures). Les effets des traitements thermiques ont également été examinés. Enfin, le niveau de déformation est calibré de telle manière que la recristallisation statique soit déclenchée ou non pendant le recuit. Néanmoins, Randle (2004) a écarté la recristallisation comme moyen de faire de l'IJG. En effet, elle va à l'encontre du principe même de l'IJG. La recristallisation a tendance à « randomiser » la microstructure. Dans le cas de traitements multipasses, elle risque d'effacer les joints spéciaux créés lors des cycles précédents. Pour Randle (2004), certains parlent abusivement de traitements d'IJG par voie de recristallisation (tab. I-1) pour désigner les traitements thermomécaniques ayant des niveaux de déformation élevés.

I.2.3.3 Caractérisation de la microstructure

Afin d'évaluer les proportions des différentes populations de joints de grains, des mesures d'orientations cristallographiques par EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) ont été réalisées sur des surfaces représentatives. Les joints spéciaux sont quantifiés de plusieurs manières : fraction en longueur, fréquence en nombre, densité surfacique, nombre d'interceptions dans une direction donnée, degré de percolation du réseau des joints

généraux, nombre de joints spéciaux par point triple. Ceci rend les comparaisons entre les résultats assez compliquées, d'autant plus que la définition de joints spéciaux quantifiés change. Là encore il est difficile de définir ce qui est pertinent pour d'une propriété donnée que l'on cherche à optimiser (par exemple la résistance à l'endommagement), ce qui reste le principal objectif de l'IJG.

Malgré toutes ces différences, les études IJG se rejoignent sur un certain nombre d'aspects :

1. Les matériaux étudiés sont de structure CFC.
2. Quel que soit le critère choisi et quelle que soit la méthode de quantification, l'augmentation de la proportion de joints spéciaux améliore certaines propriétés du matériau. En effet, toutes les propriétés présentées dans les tableaux I-1 et I-2 ont été améliorées. A titre d'exemple, Lehockey et Palumbo (1997) montrent que les joints spéciaux résistent beaucoup plus que les joints généraux à l'apparition de cavitation au cours des essais de fluage (fig. I-16). L'IJG est incontestablement une technique prometteuse d'optimisation de matériaux polycristallins.
3. La déformation appliquée lors des traitements thermomécaniques est réalisée à froid de telle façon que l'évolution de la microstructure se fasse statiquement pendant les recuits dans la majeure partie des cas. Les macles dont nous parlons ici sont appelées des macles thermiques ou de recuit.

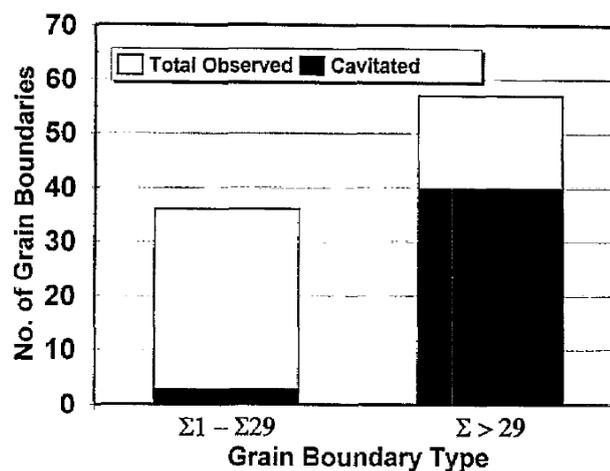


Figure I-16 : Fluage dans le nickel pur issu de l'IJG de Lehockey et Palumbo (1997)

I.3 Ingénierie de joints de grains par voie de maclage thermique: mécanismes

Comme nous l'avons montré, dans le contexte de l'IJG, le maclage est un phénomène important. Bien que la découverte du maclage soit bien antérieure à l'IJG, le mécanisme de la formation des macles cohérentes n'est pas tout à fait résolu. Plusieurs modèles physiques

ont été exposés sans vraie validation. Avant les années 70, plusieurs théories physiques expliquant les mécanismes de formation des macles ont été présentées (Carpenter et Tamura 1926, Burke 1950, Fullman et Fisher 1951, Gleiter 1969). Des études plus récentes ont tenté de confronter ces théories avec des observations directes (Pande et al. 1990, Mahajan et al. 1997, Song et al. 2007, Cahoon et al. 2009, Li et al. 2009).

Ces théories peuvent être classées en deux grands groupes :

1. Accident lors de la croissance de grains, *Grain Growth Accident*
2. Germination de macles à partir d'empilement de défauts (dislocations partielles de Schokley) appelé également « pop out model »,

Ci-dessous on présente les deux théories principales, puis une troisième plus récente qui revisite la première théorie : l'accident de croissance.

I.3.1 Accident de croissance

Ce modèle atomistique proposé par Carpenter et Tamura (1926) et repris par Burke (1950), Gleiter (1969) et Bärö et Gleiter (1972), stipule que lorsqu'un joint de grains migre, dans un réseau CFC, des atomes s'échappent du grain I qui rétrécit et s'empilent sur les plans du grain II qui croit au niveau de l'interface (fig. I-17). Puisque, le réseau CFC présente 3 configurations de plans denses possibles A, B et C, les atomes peuvent (a) s'empiler correctement de façon à garder le même empilement de plans A, B et C, (b) former une simple faute d'empilement ou (c) former une macle (ordre d'empilement inversé et modification de l'orientation du grain). Ce modèle suppose que la surface des cristaux est constituée de facettes orientées selon les plans denses.

L'expression de la probabilité p qu'un plan $\{111\}$ soit un plan de macle cohérente est la suivante :

$$p = \exp \left\{ \frac{\sigma_z \left(Q - kT \ln \frac{\Delta G^0}{kT} \right)}{kT \sigma_z - \frac{\pi kT \epsilon^2 h^2}{Q - kT \ln \frac{\Delta G^0}{kT}}} \right\} \quad (\text{I-13})$$

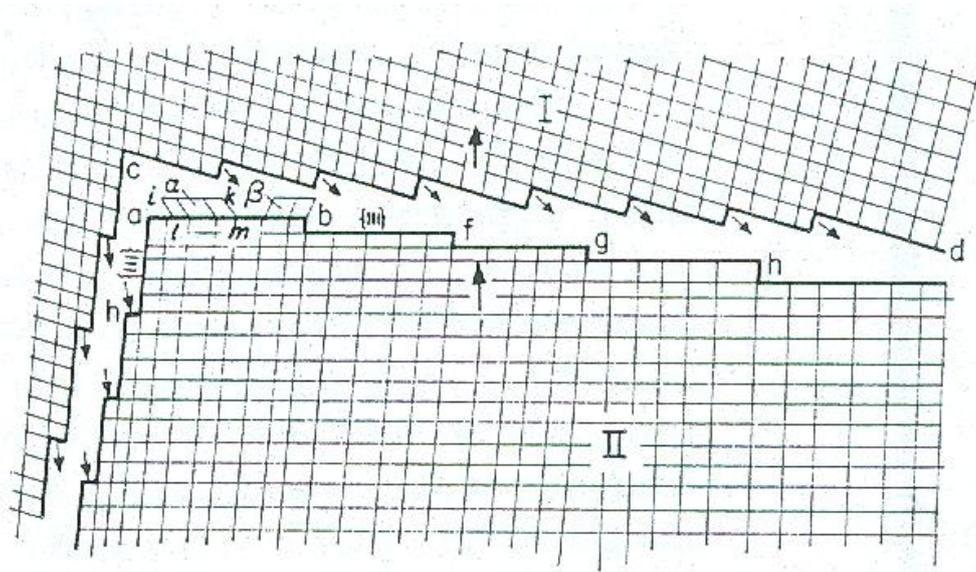


Figure I-17 : Structure de l'interface entre cristaux selon le modèle de Gleiter (1969)

avec :

- Q : énergie d'activation de la migration de joint de grains
- k : constante de Boltzmann
- T : température
- ΔG : force motrice pilotant la croissance de grain ($\Delta G = \frac{\Delta\delta}{D}$, $\Delta\delta$ étant l'énergie moyenne des joints de grains et D étant le diamètre du grain)
- σ_z : énergie de surface d'une macle cohérente
- h : espacement entre les plans $\{111\}$
- ϵ : énergie de surface du nouveau plan $\{111\}$

En version simplifiée, c'est-à-dire en négligeant le terme kT devant Q l'expression de p devient :

$$p = \exp \left\{ \frac{\frac{-Q}{kT} + \ln \left(\frac{\Delta G}{kT} \right)}{\frac{\pi \epsilon^2 h^2}{Q \sigma_z} - 1} \right\} \quad (I-14)$$

La dernière expression (I-14) est celle utilisée par Bairo et Gleiter (1972) pour confronter leur modèle avec les données expérimentales mesurées sur un alliage de Cu et Al (fig.I-18) avec $\sigma_z = 0,02120 \text{ J/m}^2$.

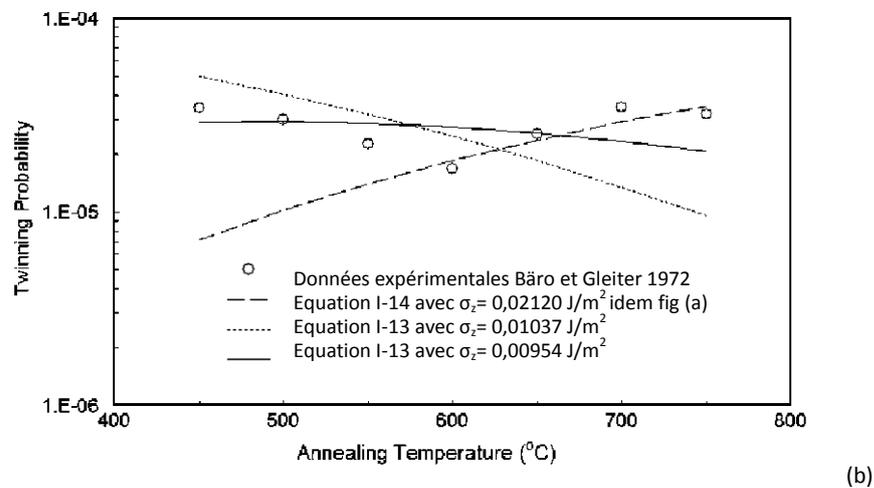
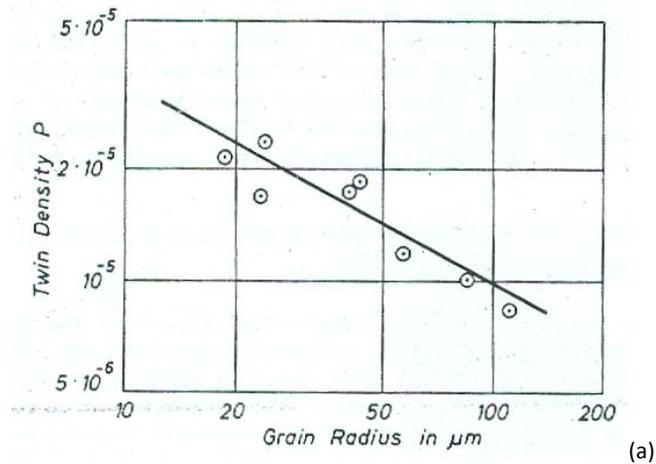


Figure I-18 : Densité de macles en fonction de : (a) la taille de grain pour une température fixée à 700°C et (b) la température pour une taille de grains fixée à 300 μm dans l'alliage Cu-Al (3%). Données expérimentales (Bäro et Gleiter 1972) (cercles représentant le nombre de macles par unité de surface) et théoriques selon l'équation I-13 ou sa version simplifiée I-14 (Li et al. 2006)

Le modèle de l'accident de croissance de Gleiter (1969) est plutôt cohérent car il fournit à la fois une loi analytique compatible avec les données expérimentales en termes de relation entre densité de macles et taille de grains tel qu'illustré dans la figure I-18 (a) et une explication physique du maillage confirmée ultérieurement par les observations in situ de Song et al. 2007 fig. I-19.

En revanche, il n'est pas complet. En effet, certains aspects restent inexpliqués :

- La présence de front incohérent dans les macles qui ne traversent pas entièrement le grain (fig I-8 et I-20(b))
- Les macles à double paroi : en effet, la probabilité définie par l'éq. I-13 est constante dans un grain donné, alors que souvent les macles cohérentes

observées présentent une double paroi ce qui suggérerait que cette probabilité augmente après un premier accident de croissance.

- Comme cela a été souligné par Li et al. (2006), l'approximation de Gleiter (1969) a une certaine limite : (1) elle est rarement applicable car dans la majeure partie des cas kT/Q est de l'ordre de 1/10 (2) la figure I-18 prouve que la version simplifiée du modèle de Gleiter (1969) ne rend pas compte de l'impact de la température sur la formation de macles. Les données expérimentales obtenues par Bairo et Glieter (1972) ne sont pas compatibles avec courbe théorique correspondant à l'équation I-14. Li et al. (2006) ont également démontré que si l'on applique plutôt la formule complète du modèle de Gleiter (éq. I-13), avec $\sigma_z=0,0954 \text{ J/m}^2$, on trouve une meilleure adéquation avec les données expérimentales. Ils prouvent en l'occurrence que finalement la température influe peu sur la formation de macles.

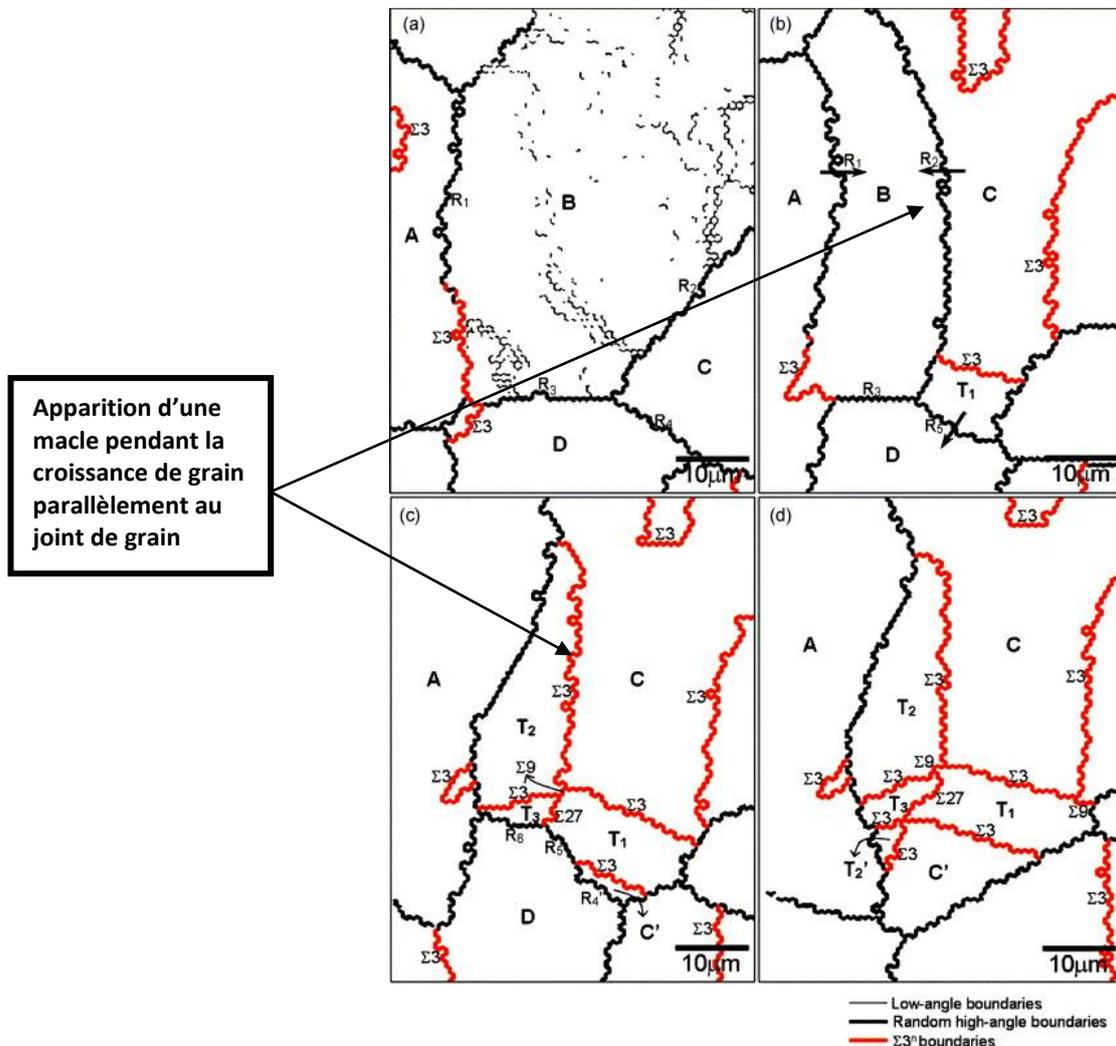


Figure I-19 : Observations in situ du maclage dans un alliage de Pb montrant la formation de macles thermiques lors de la migration de joints de grains [Song et al. 2007]

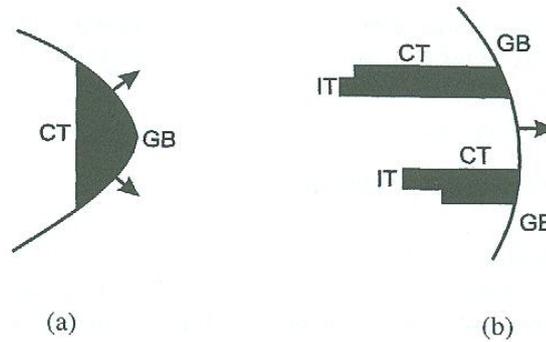


Figure I-20 : Deux configurations possibles de macles décrites par (a) le modèle d'accident de croissance (b) le modèle « pop out » (CT : macle cohérente *Coherent Twin*, IT = macle incohérente *Incoherent Twin*)[Goodhew 1979]

I.3.2 Empilement de défauts « pop out model »

Après l'observation des premiers stades du maillage par Dash et Brown (1963) par MET, un modèle alternatif est proposé. La macle se formerait suite à l'empilement de défauts (dislocations partielles s'alignent les unes sur les autres) sur une facette {111} d'un joint de grains en mouvement, (fig. I-21 Mahajan et al. (1997). La figure I-21 (b) illustre l'apparition d'un défaut d'empilement (B au lieu de A sur la couche C du dessous) se terminant de part et d'autre par deux dislocations partielles de Schockley. Ce défaut peut se répéter dans les plans denses suivants générant ainsi une série de dislocations partielles dont la juxtaposition les unes sur les autres entraînent le développement de la macle vers l'intérieur du grain. Cette macle peut présenter des interfaces incohérentes. Les paramètres influents selon ce modèle sont la force motrice pilotant la migration des joints de grain qui résulte de la courbure des joints de grains, la présence de facettes {111} et la distance parcouru par le joint de grains car plus la distance parcouru est importante plus la probabilité de formation de dislocations partielles augmente. Par conséquent, d'après ce modèle, la densité de macles augmente avec la taille de grains.

Meyers et Murr (1978) proposent la même théorie mais selon leur modèle le mouvement de joint de grains ne serait plus nécessaire. Le moteur serait plutôt la minimisation de l'énergie totale du système par le biais du réarrangement des dislocations partielles.

Le point fort de cette théorie est sa compatibilité avec les observations de macles non traversantes et la structure en marches ou facettes des fronts incohérents. Par ailleurs, un lien direct est établi entre le maillage et la faible énergie de défaut d'empilement. Plus cette énergie est faible et plus la dissociation des dislocations en partielles de Schokley est facile (section I-4-1). En revanche, Il est très difficile d'expliquer la formation de macles parallèles aux joints de grains comme celle suggérées par Gleiter (1969) et observées par Song et al. (2007). On ne peut donc pas alors concilier ce mécanisme avec l'accident de croissance : le mécanisme proposé ici est distinct.

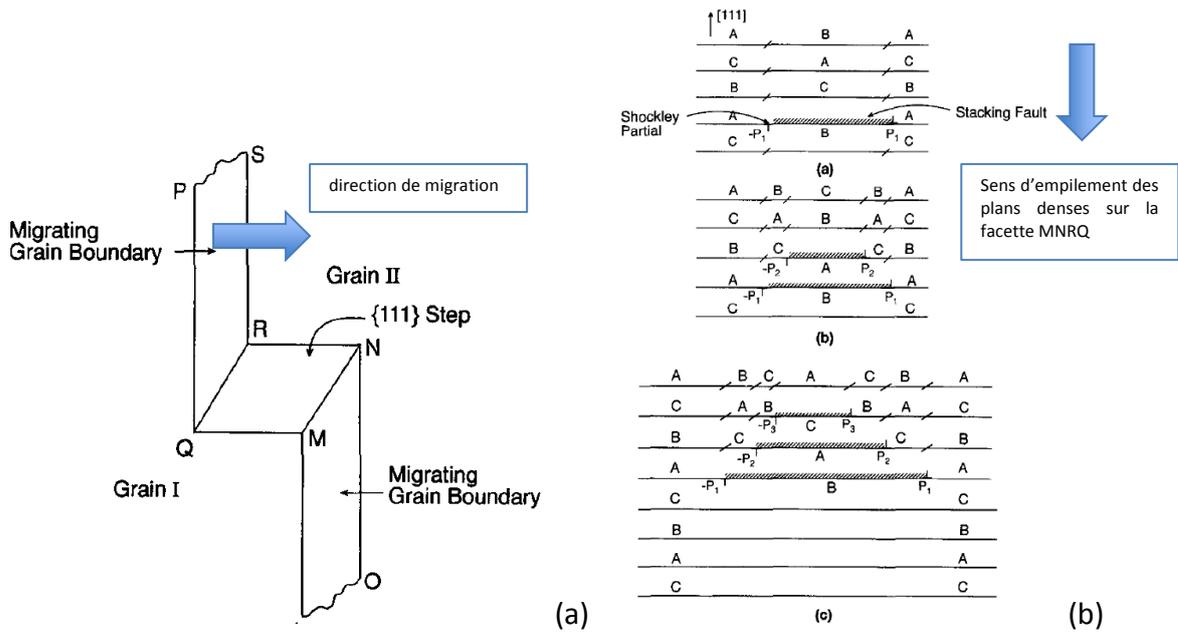


Figure I-21 : Représentation du Modèle « pop out » : (a) joint de grains en mouvement avec une facette {111} (b) empilement de défauts sur un plan {111} [Mahajan et al. 1997]

I.3.3 Probabilité de maclage thermique

Pande et al. (1990) ont défini une nouvelle loi de probabilité de formation de macles. Contrairement au modèle atomistique de Gleiter (1969) qui suppose que la densité de macles dépend de la température et la taille de grain, pour Pandé et al. (1990) la dépendance à la température se manifeste uniquement à travers la dépendance à la taille de grain.

Pande et al. (1990), à l'instar de Li et al. (2006), ont souligné la limite de la version simplifiée du modèle Gleiter (1969) (fig. I-18(b)) qui prévoit une variation de la densité de macles en fonction de la température pour une taille de grain fixée alors que ce n'est pas le cas des résultats expérimentaux. Le modèle de Pandé et al. (1990) coïncide mieux avec les données réelles (figure I-22). Le postulat de départ est que le nombre ΔN de macles créées quand la taille de grain croît de ΔD est simplement :

$$\Delta N \propto \Delta D F \tag{I-15}$$

F étant la force motrice entraînant le mouvement des joints de grains et donc le grossissement des grains ΔD . Dans ce modèle, cette force est supposée résulter de la courbure d'où l'équation I-16 qui est basé sur la loi de probabilité de maclage de l'équation I-15.

$$\frac{p}{p_0} = \frac{D_0}{D} \ln \frac{D}{D_0} \tag{I-16}$$

avec :

D : taille de grain

D_0 : taille de grain critique en dessous de laquelle la probabilité du maclage est nulle

p : probabilité du maclage=nombre de joints de macles rencontrées dans une direction donnée de la microstructure par unité de longueur

p_0 : constante proportionnelle au rapport de l'énergie d'un joint de grain général sur celle d'un joint de macle

Les constantes p_0 et D_0 dépendent de l'énergie du joint de grain γ_g et celle du joint de macle γ_t , K étant une constante de proportionnalité :

$$p_0 D_0 = K \frac{\gamma_g}{\gamma_t} \tag{I-17}$$

Pande et al. (1990) supposent en effet que la force F est proportionnelle à γ_g et la probabilité p à l'inverse de γ_t comme rapporté par Charnock et Nutting (1967).

La figure I-22 suggère que la densité de macles passe d'abord par un maximum, au niveau des petites tailles de grains, avant d'atteindre un régime où la densité de macles décroît lorsque la taille de grain augmente. Conformément aux modèles d'accident de croissance, dont celui de Gleiter (1969), le modèle de Pandé et al. prévoit une distance minimale que doit parcourir le joint de grains avant de provoquer la création d'une macle thermique. Tant que cette distance n'est pas atteinte, en d'autres termes tant que tous les grains n'ont pas dépassé une certaine taille critique, la création de macles est limitée quelque soit la vitesse de migration du joints de grains.

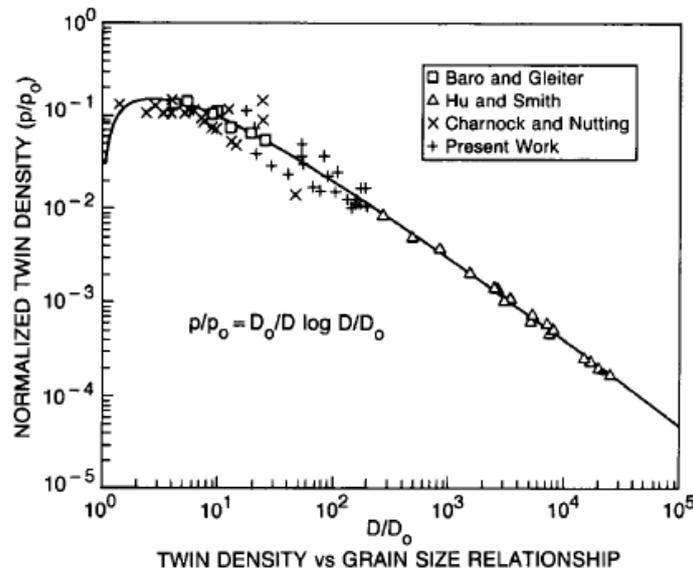


Figure I-22 : Confrontation du modèle de Pandé et al. avec de nombreuses données expérimentales mesurées sur des alliages de Cu et le Ni pur [Pande et al. (1990)]

Li et al. (2009) ont démontré que la déformation pouvait également constituer une source supplémentaire d'énergie amplifiant la force motrice à travers des traitements thermomécaniques à une ou plusieurs passes. L'effet de la déformation a été mis en évidence et surtout distingué de l'effet de la durée ou de la température du traitement thermique. Cahoon et al. (2009) ont apporté des améliorations aux modèles de Gleiter (1969) et Pande et al. (1990) en intégrant justement l'énergie engendrée par déformation à froid. Après modification, l'équation I-16 devient :

$$\frac{p}{p_0} = C \frac{\Delta G^0}{\gamma_{SFE}} \ln \frac{D}{D_0} \quad (\text{I-18})$$

où

ΔG^0 : force motrice pouvant être exprimée sous la forme

$$\Delta G^0 = \left(\frac{4\delta}{D} \right) (1 + As^2) \quad (\text{I-19})$$

δ : énergie d'un joint général

s : déformation plastique

A : constante proche de 70 pour le Ni

Le modèle généralisé de Cahoon et al. (2009), a été validé par de nombreux résultats expérimentaux regroupant plusieurs matériaux. Cependant, la façon dont la déformation est intégrée convient à la déformation à froid. En effet, c'est plutôt le gradient de densité de dislocations qui pilote le mouvement des joints de grains. Et la relation entre densité de dislocation et déformation est plus complexe quand la déformation est appliquée à chaud.

1.3.4 Bilan des théories du maillage thermique

Le modèle de Gleiter (1969) se basant sur la théorie de l'accident de croissance, largement rapporté dans la littérature, est en adéquation avec les observations in-situ de Song et al. (2007). De nombreux travaux plus récents, Pande et al (1990) et Cahoon et al. (2009), proposent des modèles phénoménologiques s'appuyant également sur l'accident de croissance. Par ailleurs les théories alternatives remettent en cause ou complètent cette théorie et expliquent notamment une formation de macles non traversantes en intragranulaire (Meyers et al. (1977) et Mahajan et al. (1997)).

Pour ces raisons, dans notre analyse du maillage thermique dans les superalliages à base de Ni, objet de cette étude, nous nous basons essentiellement sur le mécanisme de l'accident de croissance tout en nous inspirant du modèle phénoménologique de Pande et al. (1990). Ce modèle affirme que la densité de macles dépend uniquement de la taille de grain qui intègre déjà l'effet de la force motrice résultant de la courbure.

Nous chercherons, dans le cadre de cette étude, de mettre en évidence l'effet de la déformation à chaud que nous supposons différent de celui de la déformation plastique à froid décrit par le modèle de Cahoon (2009) ; ceci en analysant les éventuels écarts entre le modèle de Pande et al. (1990) et nos résultats expérimentaux.

I.4 Phénomènes microstructuraux activés par la déformation à chaud - Adaptation des techniques d'IJG aux superalliages à base de Ni étudiés

Les alliages que nous étudions peuvent être déformés à chaud uniquement, à une température cependant inférieure au solvus des γ' primaires. Donc contrairement aux études IJG rapportées dans la littérature, les phases de déformation sont réalisées à la même température que les recuits. Ceci implique une possible évolution dynamique de la microstructure. La croissance de grains et la recristallisation peuvent apparaître pendant la déformation et/ou au cours des recuits. Par ailleurs, la présence de la seconde phase durant les traitements thermomécaniques conditionne considérablement le mouvement des joints de grains. Ces deux facteurs compromettent l'application classique de l'IJG. Nous apportons ci-dessous des éléments aidant à comprendre l'effet éventuel de la déformation à chaud et de la présence de la seconde phase sur l'évolution de la microstructure.

I.4.1 Déformation à chaud et phénomènes dynamiques

Lorsqu'un matériau métallique est déformé à chaud, des processus d'adoucissement sont déclenchés pendant la déformation (Humphreys et Hatherly 2004 chapitre 13) ce qui diminue la contrainte d'écoulement et facilite la mise en forme (fig. I-23). Ceci est d'ailleurs l'intérêt principal de la déformation à chaud. Le réarrangement des dislocations varie selon le niveau d'énergie de faute d'empilement γ_{SFE} (*Stacking Fault Energy*). Cette énergie, liée aux liaisons interatomiques (Humphreys et Hatherly 2004 chapitre 2), détermine jusqu'à quel point les dislocations peuvent se dissocier en dislocations partielles de Shockley. Quand γ_{SFE} est faible, le glissement dévié (*cross slip*), un des mécanismes responsables de la restauration, est freiné.

On distingue alors deux familles de matériaux : de γ_{SFE} faible tel que le Cu et de γ_{SFE} élevée tel que l'Al (Tableau I-3). Dans les matériaux à γ_{SFE} élevée, la restauration dynamique se fait par le groupement des dislocations qui constituent des cellules ou sous-grains délimités par des sous-joints de faible orientation et de faible mobilité dans un premier temps. Ensuite plus l'écroûissage augmente plus la désorientation des sous-joints augmente. Au-delà d'une certaine désorientation, les joints deviennent mobiles et les cellules se transforment en nouveaux grains. C'est le principe de la recristallisation dynamique (DRX) continue qui a été mis en évidence dans l'aluminium (Humphreys et Hatherly 2004 chapitre 13).

Tableau I-2 : Valeurs de γ_{SFE} [Humphreys et Hatherly (2004)]

Matériaux	γ_{SFE} réduite $\left(\frac{\gamma_{SFE}}{Gb} \times 1000\right)$
Cu	4.7
Al	26

En ce qui concerne les matériaux à γ_{SFE} faible ou moyenne, dont font partie les superalliages à base de Ni, le mécanisme est différent. Au-delà d'une certaine déformation critique, de nouveaux germes apparaissent souvent au niveau des joints de grains en formant une structure en « chapelet » (Necklace) (fig. I-24).

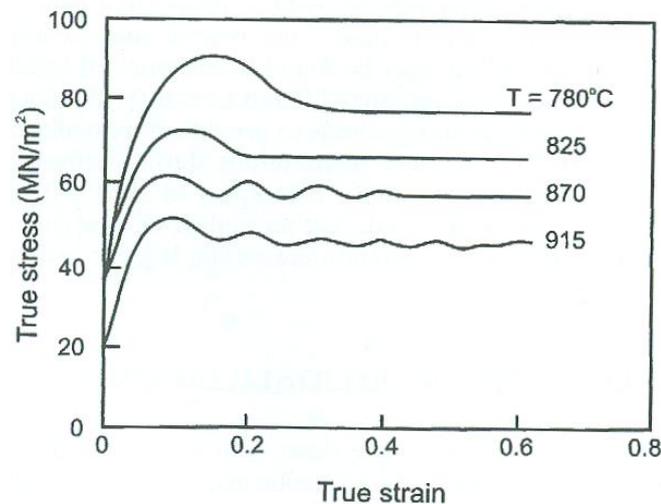


Figure I-23 : Courbes rhéologiques d'un acier (0.68%C) déformé à chaud en compression à $\dot{\epsilon} = 1.3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ qui recrystallise dynamiquement de manière discontinue [Humphreys et Hatherly 2004]

Le seuil de recrystallisation dynamique, se situant quelque peu avant le pic de contrainte (fig. I-23), dépend du paramètre de Zener-Hollomon, Z :

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{I-20})$$

- Q : énergie d'activation de la migration de joint de grains
- T : température
- R : constante des gaz parfaits
- $\dot{\epsilon}$: vitesse de déformation

Le seuil critique correspondant au niveau de déformation à partir duquel la recrystallisation dynamique se déclenche, décroît avec Z .

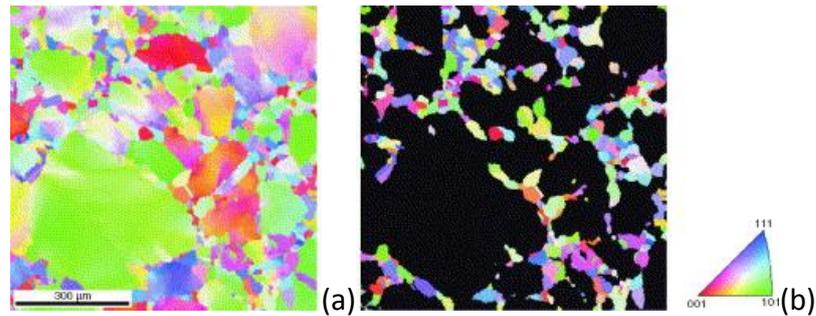


Figure I-24 : Microstructure de DRX dans un superalliage à base de Ni, Nimonic 80A (mis en solution) : figure de pôles inverses (a) de tous les grains (b) des germes [Poelt et al. (2006)]

La force motrice de recristallisation, engendrée par le gradient de densité de dislocation entre les grains recristallisés et non recristallisés, diminue très vite à mesure que les germes croissent du fait de la déformation qu'ils subissent. Leur croissance est ainsi ralentie par rapport au cas de la recristallisation statique. On parle de recristallisation dynamique (DRX) discontinue.

1.4.2 Effet de la faible déformation sur la migration de joint de grains

Humphreys et Hatherly (2004) rapportent que certains matériaux faiblement déformés à froid et ensuite traités thermiquement, présentent des grains isolés grossissant beaucoup plus que le reste des grains. Ces grains sont souvent moins déformés que leurs voisins à cause de leur orientation cristallographique. Ceci produit des gradients de densité de dislocations provoquant des migrations de joints de grains favorables à leur croissance. C'est le phénomène de la migration de joints de grains générée par la déformation : la SIBM (*Strain induced Boundary Migration*).

Ce phénomène a également été mis en évidence lors de la déformation à chaud de d'un acier au carbone (0.22 % de C, 0.19 % de Si et 0.51 % de Mn en pourcentage massique) par Yogo et al. (2009) par le biais d'observation in-situ.

Lorsqu'il s'agit de modifier la distribution des joints de grains, c'est-à-dire dans le contexte de l'ingénierie de joints de grains, ce phénomène peut intervenir un certain vu que les déformations préconisées sont plutôt faibles souvent inférieures au seuil critique du déclenchement de la recristallisation dynamique. Lorsque les déformations sont plus importantes et provoquent de la recristallisation statique au cours des recuits, la migration de joints existants devient faible devant celle induite par la germination/croissance de nouveaux grains recristallisés.

I.4.3 Effet de la seconde phase

Dans la littérature, deux effets assez distincts sur l'évolution de la microstructure sont attribués aux particules de la seconde phase dans les alliages (Humphreys 2004 et Hatherly, chapitre 9) :

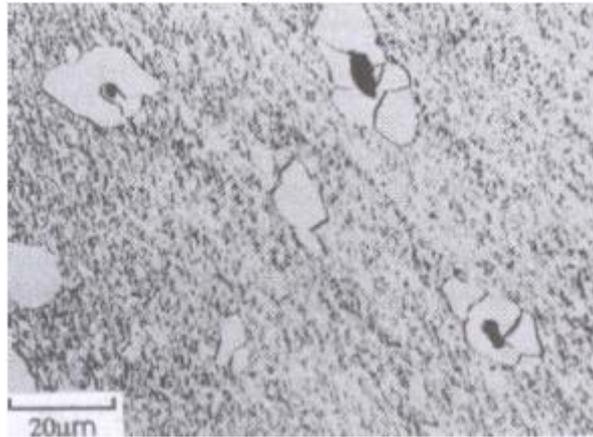


Figure I-25 : Germination de nouveaux grains de fer autour d'inclusions d'oxyde de fer [Leslie et al. 1963]

1. Zener drag ou pinning : le mouvement de joints de grains et des dislocations est freiné par les inclusions.
2. Particle Stimulated Nucleation (PSN) : la présence de particule, surtout plus rigide, augmente localement la densité de dislocations et instaure des zones préférentielles pour la germination de nouveaux grains (fig. I-25).

I.4.4 Synthèse

Compte tenu des conditions thermomécaniques envisagées pour les traitements que nous testons dans les chapitres prochains (déformation à chaud à une température dépassant celle du solvus des précipités secondaires), des évolutions microstructurales dynamiques, notamment la migration de joints de grains et la recristallisation, interviendront très probablement au cours de ces traitements. Un intérêt particulier sera accordé à ces mécanismes, relativement inédits dans la littérature relative au maillage thermique, ainsi qu'à l'interaction avec les particules de la seconde phase.

I.5 Conclusion

L'importance de la formation de macles dans le contexte de l'ingénierie de joints de grains a été mise en évidence. Le phénomène physique responsable de la genèse des macles que nous retenons est l'accident de croissance lors de la migration des joints de grains étant le modèle le plus répandu.

Les traitements thermomécaniques communément utilisés pour modifier la nature de la population des joints de grains comprennent une phase de déformation plastique à froid suivie de recuits. Les superalliages à base de nickel de cette étude peuvent uniquement

être déformés à chaud. Ceci implique la possibilité d'une évolution dynamique de la microstructure. Par ailleurs l'effet de la seconde phase sur le mouvement des joints des grains doit être pris en compte.

Chapitre II : Matériaux et Méthodes Expérimentales

II.1	DESCRIPTION DES SUPERALLIAGES BASE NI.....	57
II.2	ESSAIS THERMOMECANIQUES.....	59
II.2.1	ESSAI DE TORSION A CHAUD	59
II.2.1.1	MACHINE ET DISPOSITIF.....	59
II.2.1.2	PARAMETRES, DONNEES BRUTES ET DEPOUILLEMENT	61
II.2.2	ESSAI DE COMPRESSION A CHAUD.....	63
II.2.2.1	MACHINE ET DISPOSITIF.....	63
II.2.2.2	PARAMETRES ET DEPOUILLEMENT	65
II.3	CARACTERISATION DES MICROSTRUCTURES	66
II.3.1	CHOIX DES ZONES CARACTERISEES ET PREPARATION DES ECHANTILLONS	67
II.3.2	DETERMINATION DE LA FRACTION SURFACIQUE DE LA PHASE Γ' PRIMAIRE DANS L'ETAT INITIAL	69
II.3.3	CARACTERISATION DES MICROSTRUCTURES PAR EBSD	70
II.3.3.1	ACQUISITION DES DONNEES EBSD	71
II.3.3.2	TRAITEMENT DES DONNEES EBSD	73
II.3.3.3	ANALYSE DES DONNEES EBSD	75
II.4	SYNTHESE	78

Chapitre II Matériaux et Méthodes Expérimentales

Expérimentales

Ce chapitre présente les matériaux de l'étude, les techniques expérimentales appliquées pour mettre en œuvre les différents traitements thermomécaniques et caractériser les microstructures obtenues.

II.1 Description des superalliages base Ni

Les superalliages base Ni à durcissement microstructural investigués dans le cadre de ce travail de thèse comprennent (Sims et al. 1987):

- Matrice ou phase γ de structure cubique à faces centrées.
- Seconde phase γ' de structure cubique $L1_2$ ($Ni_3(Al,Ti)$) sous forme de précipités : (1) intergranulaires appelés γ' primaires apparaissant au cours de la solidification, (2) intragranulaires appelés γ' secondaires et γ' tertiaires qui apparaissent successivement au cours refroidissement (fig. II-1).

La taille des précipités γ' secondaires dépend de la vitesse de refroidissement comme illustré par la figure II-2 pour des nuances d'alliage assez riches des alliages étudiés dans le cadre de cette thèse (N18 et René 95). Ce paramètre sera utilisé comme indicateur pour les vitesses de trempe dans le cadre des observations MET (III-2-1-2).

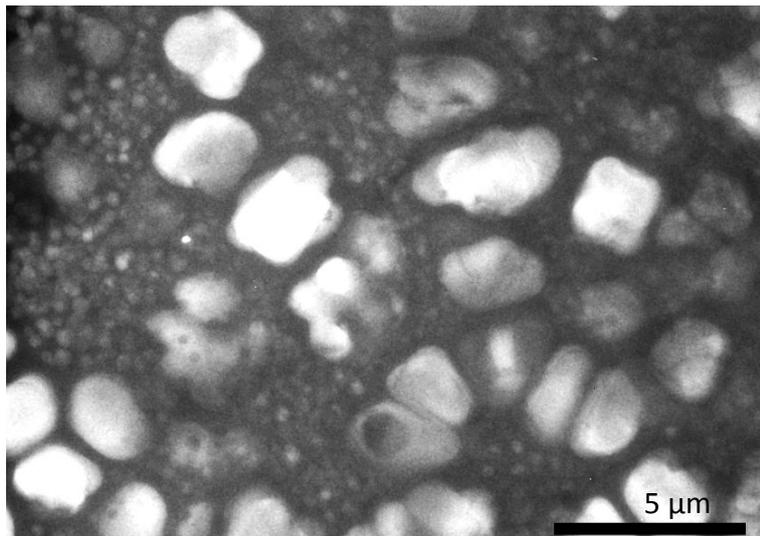


Figure II-1: Précipités γ' intragranulaires (secondaires et tertiaires) dans le superalliage PER[®]72. Micrographie obtenue par microscopie électronique en transmission sur un échantillon prélevé du matériau initial.

Les alliages PER[®]72 et N19 sont mis en forme à chaud à une température dépassant celle du solvus de la phase γ' afin que les contraintes d'écoulement soient acceptables d'un point de vue industriel.

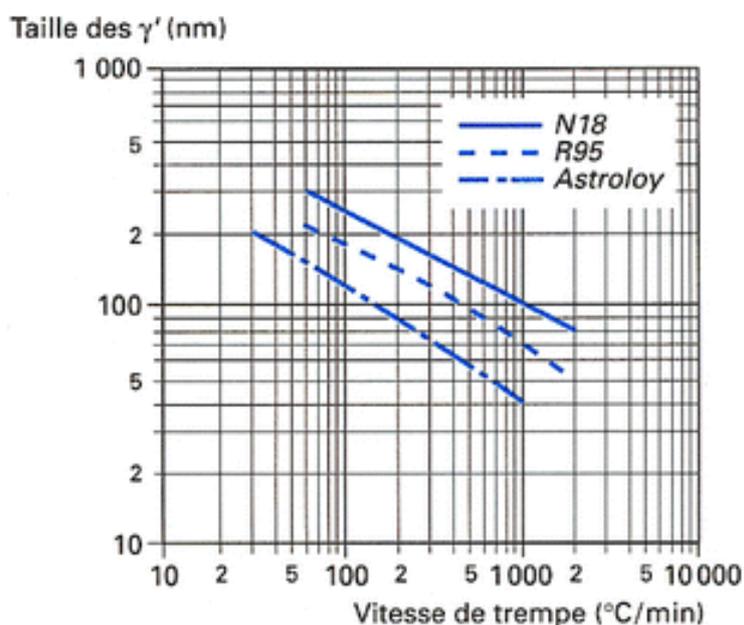


Figure II-2: Taille des précipités γ' en fonction de la vitesse de trempe dans 3 superalliages base Ni (Mons 1996)

La présence de ces précipités de seconde phase provoque le durcissement structural de l'alliage confère à ces matériaux les propriétés mécaniques escomptées à haute température (Sims et al. 1987).

Les éléments chimiques entrant dans la composition du PER[®]72 (tab. II-2) peuvent être classés dans 3 catégories :

- Éléments essentiellement présents en solution solide dans la matrice γ : Mo, Cr, Co et W. Ils ont pour rôle d'augmenter la résistance mécanique du matériau. Le chrome contribue en plus à améliorer la résistance à l'oxydation.
- Éléments essentiellement présents dans les précipités γ' : Al, Ti et W
- Éléments diffusant dans les joints de grains : C, B et Zr.

Tableau II-1 : Composition chimique de l'alliage PER[®]72 (équivalent à Udimet[®]720) en % masse (<http://www.specialmetals.com>)

Élément	Ni	Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	C	Zr	B
Fraction massique (%)	Balance	15.5-16.5	14.0-15.5	2.75-3.25	1.00-1.50	4.75-5.25	2.25-2.75	0.01-0.02	0.025-0.05	0.01-0.02

L'alliage N19, étant seulement analysé dans le chapitre V, sera décrit plus en détail dans la section V-2-1.

II.2 Essais thermomécaniques

Les traitements thermomécaniques réalisés comprennent des phases de déformation à chaud, des recuits intermédiaires (ou plutôt maintiens car ils sont faits à la même température que la déformation) et, dans certains cas, des traitements thermiques finaux. Les déformations et les maintiens sont réalisés en utilisant des machines de torsion et de compression équipées de systèmes de chauffage. Les traitements thermiques finaux sont effectués dans un four résistif indépendant de la machine de torsion sur des échantillons trempés à la fin de la dernière phase de déformation. Nous avons choisi de tester deux modes de déformation, à savoir la torsion et la compression, pour avoir une vision plus complète du comportement des matériaux étudiés. Les avantages et les inconvénients de chaque mode sont résumés dans le tableau (tab II-2).

Tableau II-2 : Avantages et inconvénients des modes de déformation par torsion et compression

	(+)	(-)
Compression	Mode de déformation proche de celui du forgeage	Déformation hétérogène compte tenu du frottement, trempe pas immédiate
Torsion	Meilleure précision dans l'évaluation des niveaux des déformations et vitesses de déformation, trempe rapide	Déformation par cisaillement : mode de sollicitation assez différent de celui du forgeage

II.2.1 Essai de torsion à chaud

Les essais de torsion ont été réalisés au laboratoire de mécanique du centre de recherches de l'usine des Ancizes (Puy-de-Dôme) d'Aubert & Duval.

II.2.1.1 Machine et dispositif

La machine de torsion est constituée d'un banc de torsion équipé d'un four à lampes à 4 lobes elliptiques (fig. II-3. (b)), assurant le chauffage par rayonnement de l'éprouvette.

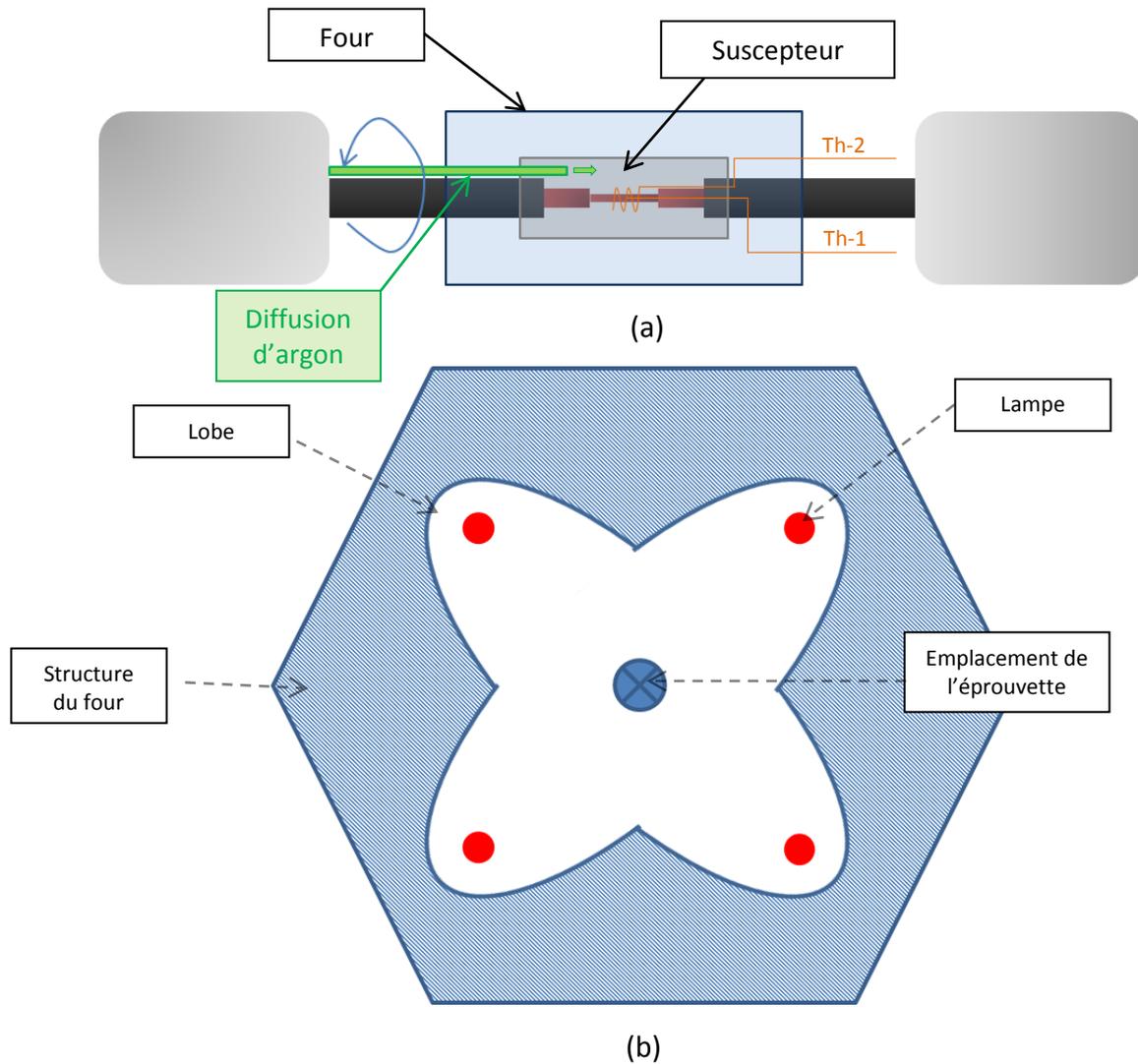


Figure II-3: (a) Schéma représentatif de la machine de torsion avec les emplacements des thermocouples Th-1 et Th-2 (b) coupe transversale du four à lampes (4 lobes)

Montage

L'éprouvette est vissée sur les deux mors de la machine de torsion. L'un d'eux est fixe et relié à une cellule mesurant le couple exercé sur l'éprouvette. La rotation du deuxième entraîne la déformation de l'éprouvette (fig. II-3(a)).

Chauffage

Les deux superalliages à base de nickel étudiés ont tendance à s'oxyder lorsqu'ils sont soumis à de hautes températures. En effet, une couche de passivation de couleur verdâtre témoignant de la présence d'oxyde de chrome apparaît à la surface de l'éprouvette (fig. II-4 (b)). Ceci compromet la conductivité électrique et, ainsi, la mesure effectuée par le thermocouple de contact Th-2 (fig. II-4(a)). L'essai est donc réalisé sous une atmosphère neutre (Argon) pour limiter l'oxydation.

Le chauffage par rayonnement permet d'atteindre rapidement des températures très élevées. Le rendement de ce type de chauffage dépend principalement de la puissance des lampes mais aussi de la propreté et le pouvoir réflecteur des parois des lobes. Le four à lampes présente néanmoins un inconvénient majeur compte tenu l'hétérogénéité de son mode de chauffage. Pour assurer l'homogénéité du rayonnement et donc celle de la température de l'éprouvette chauffée, un suscepteur constitué d'un tube métallique enveloppe l'éprouvette et une partie des outils (fig.II-3(a)). Le suscepteur est alors chauffé par le rayonnement des lampes. L'éprouvette, elle, est chauffée essentiellement par convection, ce qui permet une meilleure répartition de la chaleur.

La température de l'éprouvette est mesurée à deux niveaux :

1. Thermocouple Th-1 : à l'intérieur de l'éprouvette. Un thermocouple de régulation de type S (Pt/Pt-10%Rh) est introduit dans le trou percé le long de l'axe de l'éprouvette (fig. II-3(a) et fig. II-4 (a)).
2. Thermocouple Th-2 : à la surface de l'éprouvette. Un deuxième thermocouple de type S est enroulé autour de la partie utile (fig. II-4 (a)).

La régulation se fait par le biais du thermocouple Th1 car la température mesurée par ce le thermocouple Th2 subit généralement des variations assez brusques. L'écart entre les deux mesures est en moyenne inférieur à 5°C.

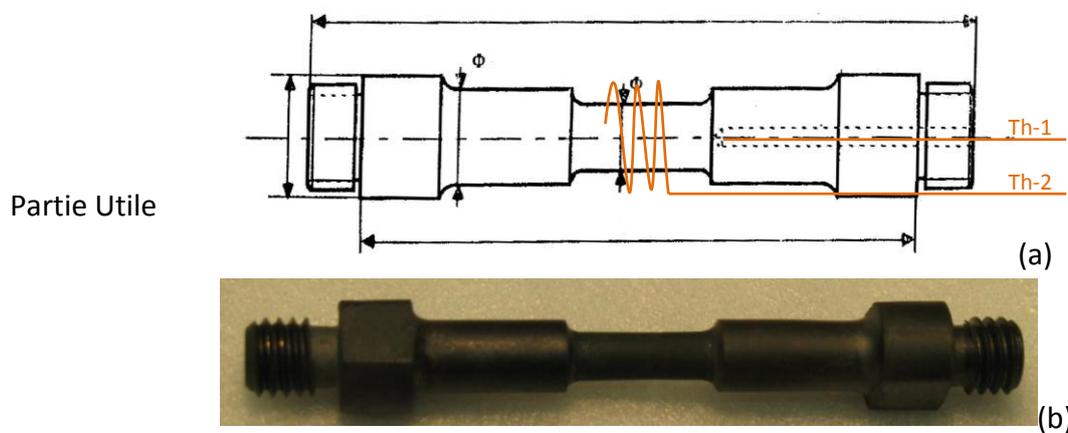


Figure II-4 : (a) Plan d'une éprouvette de torsion (b) Eprouvette de torsion après déformation

II.2.1.2 Paramètres, données brutes et dépouillement

Le système de pilotage de la machine de torsion permet d'exécuter des essais comprenant une séquence de tâches. Les essais que nous avons réalisés obéissent au schéma de la figure II-5.

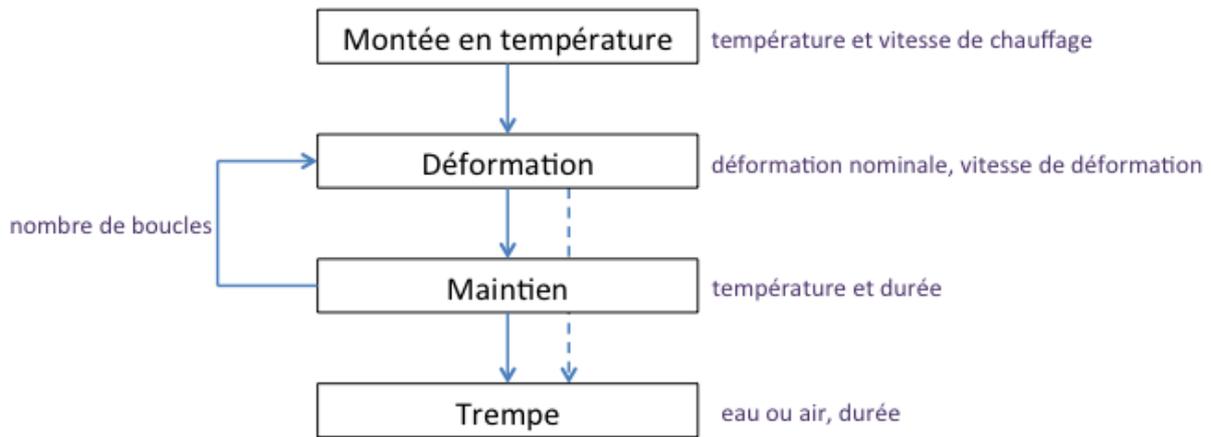


Figure II-5 : Synoptique de l'essai de torsion et paramètres de chaque phase

L'essai commence par la montée en température de l'éprouvette à vitesse de chauffage contrôlée régulée à partir de la température mesurée par Th1. Une fois que la température de consigne est atteinte, la rotation du mors mobile est enclenchée. Ceci exerce un effort qui se traduit par une déformation plastique de la partie utile de l'éprouvette correspondant à la zone de plus faible diamètre située au centre de l'éprouvette. Dans le cas des essais de torsion simple, l'éprouvette est trempée en fin de déformation. Pour les essais multipasses, elle est maintenue en température jusqu'à l'étape de déformation suivante. Elle sera finalement trempée après la dernière déformation.

Les données relatives à l'essai sont :

1. le couple (Nm)
2. la position du moteur (Nombre de tours)
3. la vitesse du moteur (Nombre de tours par seconde)
4. la température de régulation (°C)
5. la température de surface (°C)

Celles-ci sont enregistrées en fonction du temps (s) et, à la fin de l'exécution de la séquence de tâches ces données sont récupérées sous forme d'un fichier *.cvs. La fréquence d'enregistrement est préalablement définie, avant l'exécution de l'essai.

Nous utilisons ensuite les relations de Fields et Backofen (1979) (éq. II-1 à 5) afin d'estimer les niveaux de contrainte et de déformation à la surface de l'éprouvette. Ce modèle suppose notamment que le matériau est parfaitement isotrope, que l'éprouvette est plastifiée de manière homogène et que les sections transversales restent droites et tournent dans un mouvement de corps rigide (Tillier 1998)

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2\pi NR}{\sqrt{3} L} \quad (\text{II-1})$$

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2\pi\dot{N}R}{\sqrt{3}L} \quad (\text{II-2})$$

$$\bar{\sigma} = \frac{\Gamma}{2\pi R^3} (\tilde{n} + \tilde{m} + 3) \quad (\text{II-3})$$

$$\tilde{n} = \left(\frac{\partial \text{Ln}\Gamma}{\partial \text{Ln}N} \right)_N \quad (\text{II-4})$$

$$\tilde{m} = \left(\frac{\partial \text{Ln}\Gamma}{\partial \text{Ln}\dot{N}} \right)_N \quad (\text{II-5})$$

avec :

$R = 0.003 \text{ m}$: rayon de la partie utile

$L = 0.017 \text{ ou } 0.021 \text{ m}$: longueur de la partie utile

Γ : couple (Nm)

N : nombre de tours

\dot{N} : vitesse de rotation du moteur (s^{-1})

\tilde{m} et \tilde{n} sont les sensibilités de la contrainte à la déformation et la vitesse de déformation respectivement. \tilde{m} et \tilde{n} sont supposées constantes et correspondent aux pentes respectives des droites représentant $\text{Ln}\Gamma$ en fonctions de $\text{Ln}\dot{N}$ et $\text{Ln}N$.

Les valeurs de \tilde{m} et \tilde{n} ont été déterminées suite au dépouillement des courbes rhéologiques ($\tilde{m} = 0,26$ et $\tilde{n} = 0$). Les deux alliages étudiés semblent avoir un comportement viscoplastique et obéir à une loi de type Norton-Hoff (Tillier 1998).

II.2.2 Essai de compression à chaud

Les essais de compression ont été réalisés au laboratoire de mécanique du CEMEF, à Sophia Antipolis (Alpes-Maritimes).

II.2.2.1 Machine et dispositif

Les éprouvettes déformées en compression sont des pions cylindriques de 8 mm de diamètre et 12 mm de hauteur.

Nous avons utilisé un dispositif constitué d'une machine de compression-traction de marque Instron équipée d'un four résistif comme cela est illustré dans la figure II-6.

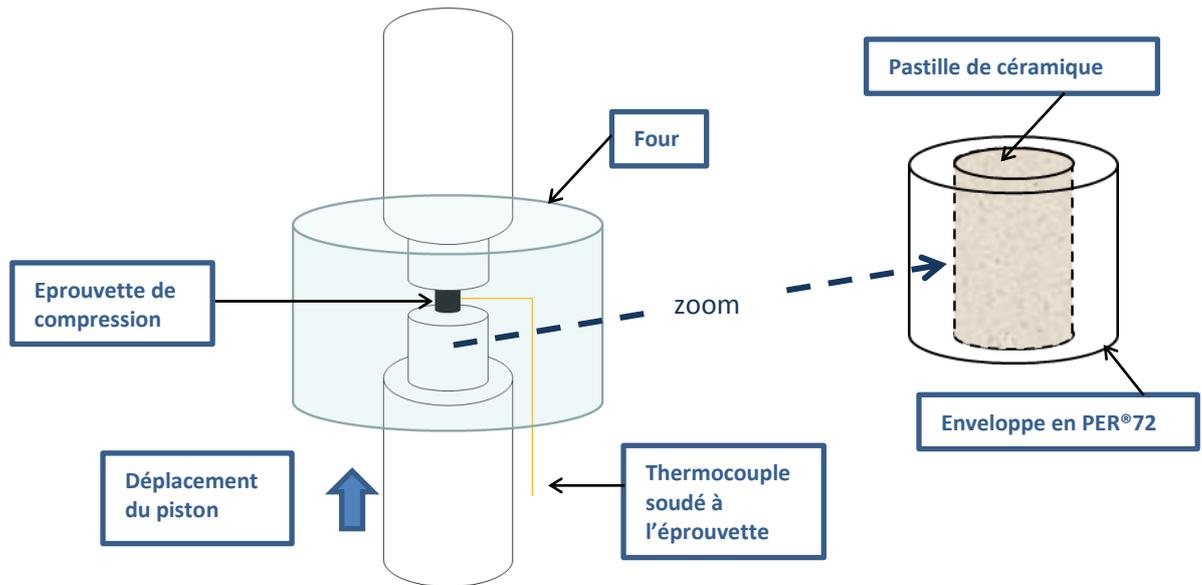


Figure II-6 : Représentation schématique du montage de la machine de compression

La partie des outils qui est en contact avec l'éprouvette est composée d'une pastille de céramique chargée en cuivre et insérée dans une enveloppe de PER®72. Le choix du PER®72 est justifié par sa bonne résistance au fluage aux hautes températures et sa faible dilatation thermique.

Afin de limiter les effets du frottement nous avons lubrifié les éprouvettes avec du nitrure de bore. Néanmoins, la forme des éprouvettes en fin d'essai (fig. II-7) nous laisse penser que le contact éprouvette-outil reste légèrement collant.

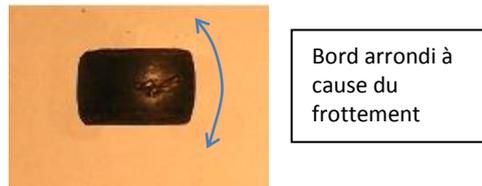


Figure II-7 : Géométrie de l'éprouvette de compression en fin d'essai

Mode opératoire

Nous pilotons le chauffage du four manuellement jusqu'à une température de consigne en tenant compte du décalage entre la température de régulation, mesurée à l'intérieur du four, et celle mesurée par le thermocouple soudé à l'éprouvette (fig. II-8). Le gradient de température est supposé nul dans l'échantillon compte tenu de sa taille relativement à celle du four.



Figure II-8 : Thermocouple soudé à l'éprouvette

Quand l'éprouvette atteint la température consigne, nous démarrons la montée du piston inférieur, exerçant ainsi un effort sur l'échantillon et provoquant sa déformation (fig. II-6). Le déplacement de l'outil est défini suivant la déformation nominale et la vitesse de déformation souhaitées. A la fin de la déformation, dans le cas des essais de compression simple, le pion déformé est retiré de la machine et est trempé dans un bac d'huile. Pour les essais de compression multipasses, nous descendons légèrement l'outil inférieur afin de décharger l'éprouvette durant le maintien en température, tout en contrôlant les éventuelles variations de la température. Une fois le temps de maintien écoulé nous déclenchons à nouveau le déplacement de l'outil inférieur de manière à exécuter le cycle de déformation suivant.

II.2.2.2 Paramètres et dépouillement

Les données enregistrées lors d'un essai de compression sont la force et le déplacement en fonction du temps. Les expressions II-6 à II-10 nous permettent de calculer les contraintes et les déformations à partir de ces forces et déplacements.

La contrainte σ étant égale au rapport de la force F sur la section de l'éprouvette S .

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (\text{II-6})$$

Le volume V de l'échantillon est supposé constant :

$$V = Sh = cst \quad (\text{II-7})$$

Si l'on fait l'hypothèse que la déformation est homogène sur l'ensemble de la hauteur du pion, l'évolution de la section et celle de la contrainte au cours du temps s'écrivent alors :

$$S(t) = \frac{V}{h(t)} \quad (\text{II-8})$$

$$\sigma(t) = \frac{F(t)h(t)}{V} \quad (\text{II-9})$$

La déformation macroscopique ε est calculée à partir de la variation de la hauteur du pion.

$$\varepsilon(t) = \left| \text{Ln} \left(\frac{h(t)}{h_0} \right) \right| \quad (\text{II-10})$$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\Delta\varepsilon}{\Delta t} \quad (\text{II-11})$$

Avec :

h_0 : hauteur initiale de l'échantillon

h : hauteur de l'échantillon

Δt : durée de l'essai

Les distances parcourues par l'outil inférieur au cours des essais de compression sont assez courtes, compte tenu des grammes de déformations testées, ne dépassant pas dans certains cas le millimètre. Ceci a posé des difficultés dans le pilotage de la machine et maîtrise des quantités de déformations réellement appliquées. L'analyse des résultats des essais de compression, qui sera présentée dans le chapitre V, aborde plus en détail les limites des tests de compression pour les plages de déformation et vitesse de déformations qui nous ont semblé pertinents pour cette étude.

II.3 Caractérisation des microstructures

Les techniques utilisées pour la caractérisation des échantillons sont les suivantes :

- Microscopie Optique (MO)
- Microscopie Electronique à Balayage (MEB)
- Cartographie d'orientation cristallographique : Electron Back Scattered Diffraction (EBSD)
- Micro-Analyse chimique : Energy Dispersive X-ray Spectrometry (EDS)
- Microscopie Electronique en Transmission (MET) : Les techniques de préparation de lames minces sont détaillées dans l'annexe B.

Nous avons caractérisé trois types d'échantillons en microscopie :

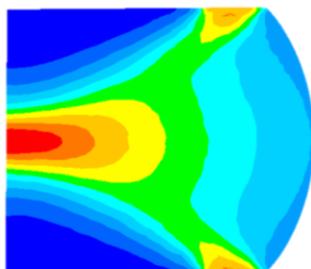
- 1- Prélèvements de barres forgée de PER[®]72 ou filée de N19 (bruts ou traités thermiquement)
- 2- Eprouvettes déformées en torsion
- 3- Eprouvettes déformées en compression

II.3.1 Choix des zones caractérisées et préparation des échantillons

Tous les échantillons ont été prélevés dans l'axe de la barre, nous n'avons pas pris de d'autres précautions particulières quant au choix des zones à caractériser. Nous supposons que le matériau est homogène dans la direction radiale.

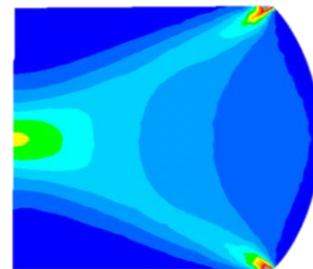
En revanche, étant donnés les gradients de déformation et de vitesse de déformation dans les éprouvettes déformées, nous avons analysé des zones qui présentent des valeurs comparables de ces paramètres.

Nous avons choisi de caractériser le cœur de l'éprouvette de compression comme indiqué dans la fig. II-10 (a). Des simulations par éléments finis réalisées à l'aide du logiciel Forge[®]2 et utilisant un coefficient de frottement compatible avec le bombé observé expérimentalement (fig. II-9), montrent que la quantité de déformation à cœur de l'échantillon de compression est à peu près égale à environ 1,5 fois la déformation nominale calculée à l'aide de la formule II-9. La vitesse de déformation réelle est égale à environ 8 fois la vitesse nominale établie par les équations II-10 et II-11. Ceci est valable pour tous les niveaux de déformation. La loi d'écoulement appliquée pour ce calcul a été déduite des données rhéologiques expérimentales.



Carte des déformations

$$(\epsilon_{\min}=0, \epsilon_{\max}=1,5 \times \epsilon_{\text{Nominale}})$$



Carte des vitesses de déformation

$$(\dot{\epsilon}_{\min}=0, \dot{\epsilon}_{\max}=8 \times \dot{\epsilon}_{\text{Nominale}})$$

Figure II-9 : Gradients de déformation et de vitesse de déformation dans les éprouvettes de compression

En ce qui concerne les éprouvettes de torsion, nous avons réalisé un méplat à la surface de la partie utile (fig. II-10 (b) et II-11). La déformation et la vitesse de déformation étant proportionnelles au rayon, on conclut sur la figure II-11 et à partir de l'équation II-13 que la largeur du méplat ne doit pas dépasser 2 mm pour que le niveau de déformation des zones analysées ne descende pas au-dessous de 90% de la déformation nominale.

$$R^2 = (R - p)^2 + \frac{1}{4} l^2 \quad \text{(II-12)}$$

$$l = 2 \sqrt{2pR - p^2} \quad \text{(II-13)}$$

avec :

R : rayon de l'éprouvette (=3mm)

l : largeur du méplat

p : profondeur du méplat

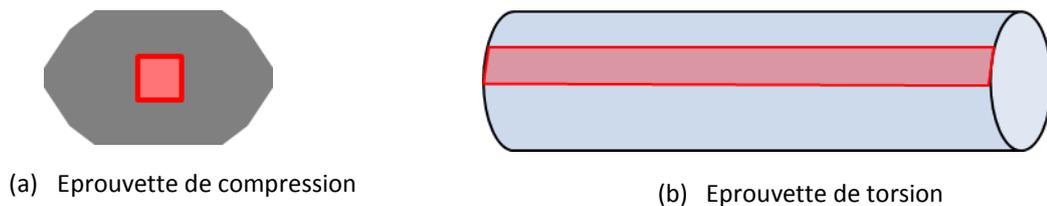


Figure II-10 : Zones analysées (rectangles rouges)

La procédure de préparation de l'échantillon est la même quel que soit son type : l'échantillon est d'abord poli sur une succession de papiers abrasifs de granulométrie décroissante. Une attaque chimique permet ensuite de révéler la microstructure des joints de grains en microscopie optique. Nous terminons la préparation des échantillons qui seront caractérisés en MEB, en EBSD ou EDS par un polissage plus fin à l'aide d'une polisseuse vibrante dans une solution de silice colloïdale.

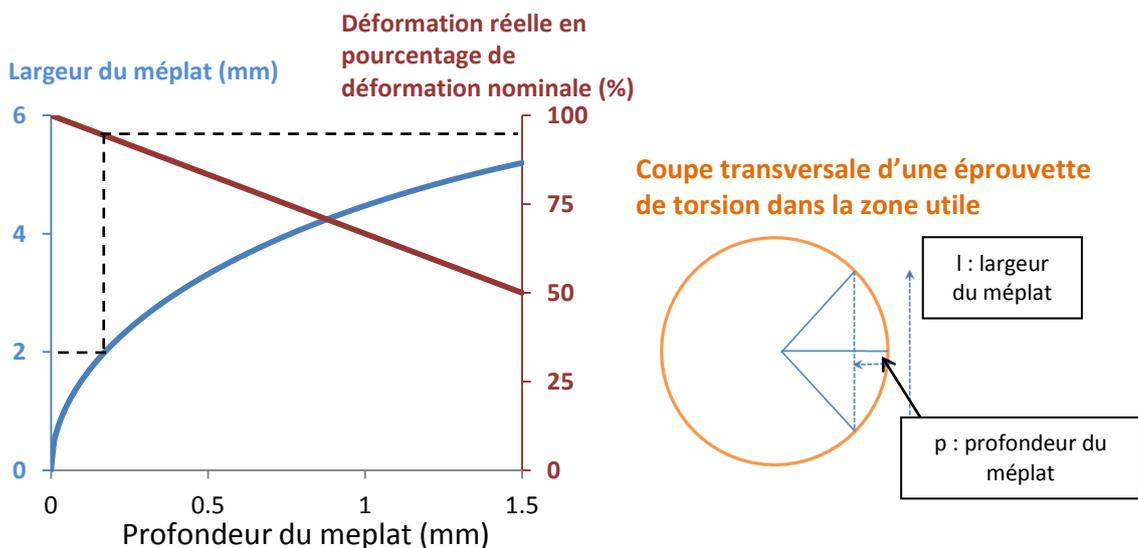


Figure II-11 : Déformation réelle dans une éprouvette de torsion exprimée en pourcentage de déformation nominale en fonction de largeur du méplat

II.3.2 Détermination de la fraction surfacique de la phase γ' primaire dans l'état initial

Le matériau initial provenant de la barre forgée de PER[®]72 est biphasé. Notre étude étant basée sur l'analyse des joints de grains, nous avons cherché à déterminer la fraction surfacique des précipités γ' primaires pour pouvoir ensuite les éliminer avant de caractériser les grains de la matrice.

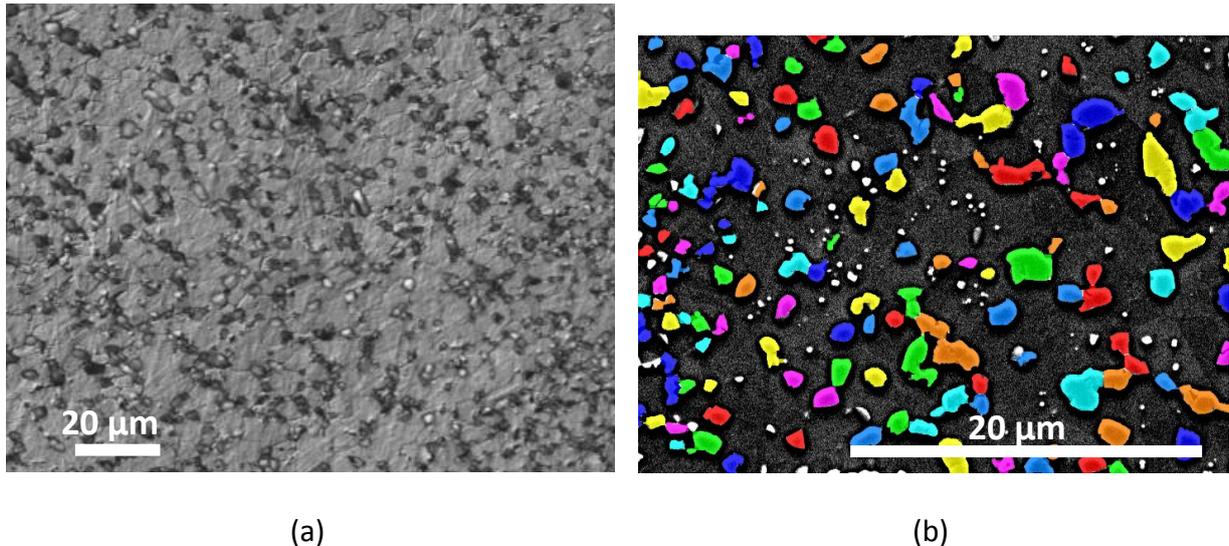


Figure II-12 : Observation de l'état initial du PER[®]72 prélevé dans la barre forgée par (a) MO et (b) MEB 50% électrons secondaires et 50% électrons rétrodiffusés. Un seuillage suivant le contraste permet d'isoler les précipités (zones colorées)

Suite à l'observation de l'état initial par MO (fig. II-12(a)) nous avons constaté la présence de particules, principalement intergranulaires et résistant à l'attaque chimique, que nous avons identifiés en tant que précipités γ' primaires en réalisant des cartographies élémentaires par EDS (fig. II-13). Les observations par MEB (fig. II-12(b)) nous ont permis d'obtenir un meilleur contraste entre la matrice γ et ces précipités et de déterminer leur fraction surfacique (~25%) par traitement d'image.

Dans le cadre des mesures EBSD, nous nous sommes aperçus que la fraction surfacique de précipités primaires déterminée par MEB n'était pas adaptée car la proportion de grains parmi les 25% plus petites particules semblait importante. En effet, étant donné la différence entre les deux techniques de caractérisations, la première étant basée sur la composition chimique et la deuxième sur l'orientation cristallographique, les précipités ne sont pas détectés avec la même précision. Une fraction de 18% s'est révélée plus adéquate.

Les clichés de diffraction obtenus dans le cadre des mesures EBSD ne permettent pas de discriminer les deux phases car les grains de la matrice γ renferment des précipités cohérents la seconde phase γ' qui réapparaissent au cours du refroidissement quelle que soit la vitesse de trempe.

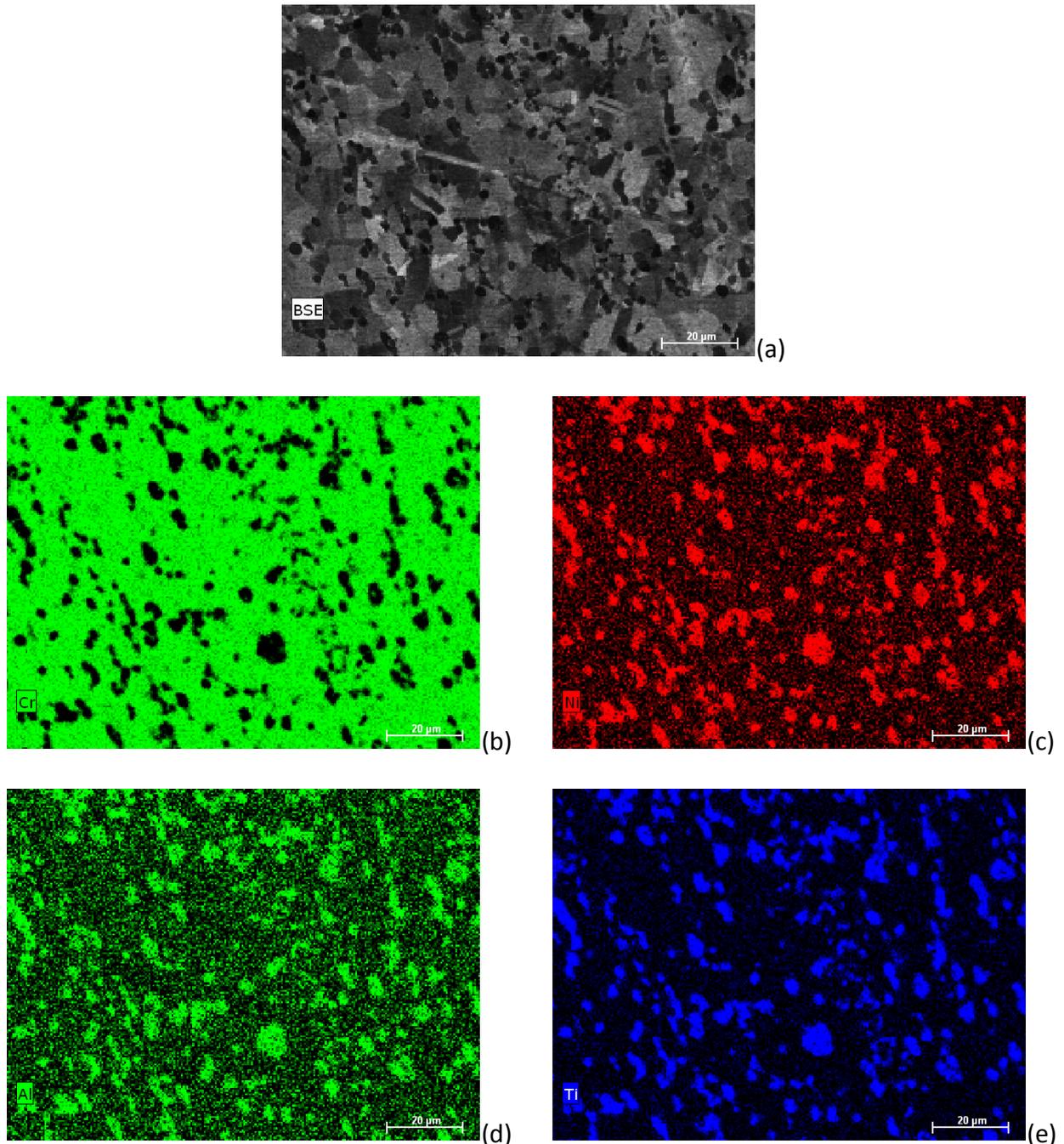


Figure II-13 : Mesures EDS sur un état déformé biphasé : (a) Micrographie MEB en contraste électrons rétrodiffusés de la zone analysée. Les contrastes représentent les teneurs en éléments d'alliage : Cr (b) principalement présent dans la matrice γ ; Ni (c), Al (d) et Ti (e) entrant dans la composition de la phase γ' .

II.3.3 Caractérisation des microstructures par EBSD

Dans le but de caractériser l'évolution de la taille de grains et des différentes populations de joints de grains, des cartographies EBSD ont été réalisées puis analysées en

suivant le protocole décrit dans la figure II-14. Chaque étape est décrite dans les paragraphes suivants.

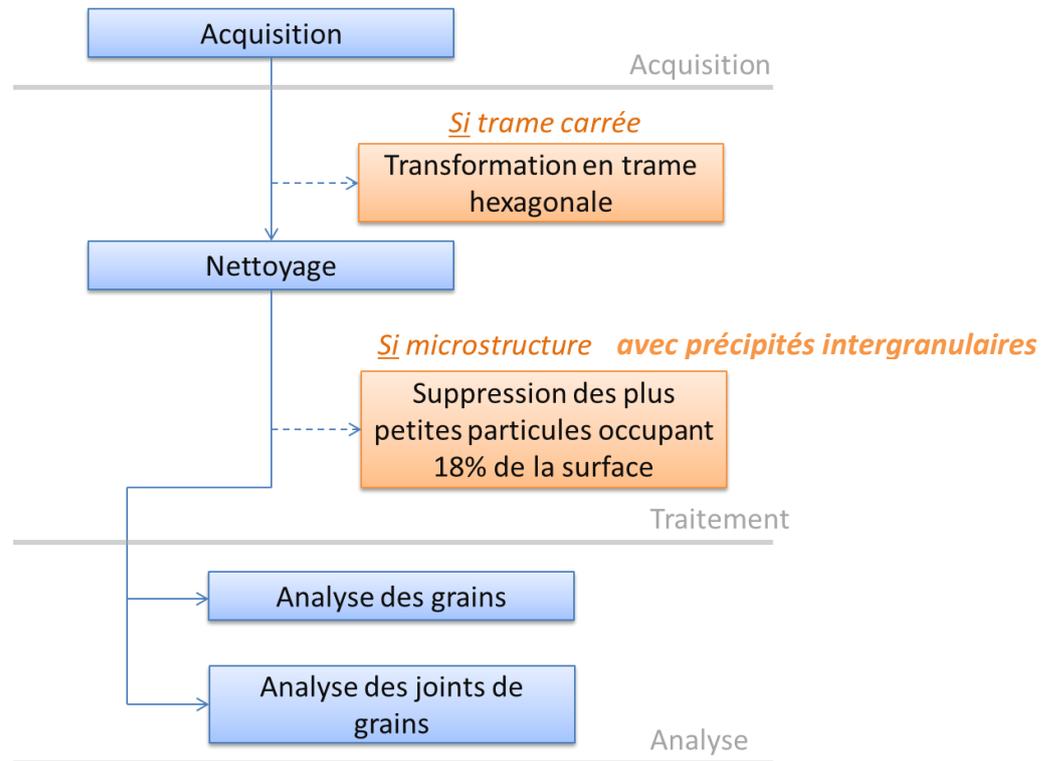


Figure II-14 : Protocole d'analyse des cartographies en EBSD

II.3.3.1 Acquisition des données EBSD

Les données que nous avons analysées proviennent principalement² de deux systèmes EBSD. Le tableau ci-dessous récapitule leurs différentes caractéristiques :

Tableau II-3 : Caractéristiques des systèmes EBSD

Site	Centre de Mise en Forme des Matériaux, Sophia Antipolis	Centre des Matériaux, Evry
Nature du microscope	MEB LaB ₆ FEI XL30	MEB-FEG Zeiss Gemini DSM 982
Précision du pas de mesure	Jusqu'à 0.5 μm	Jusqu'à 0.1 μm
Trame	hexagonale ou carrée	carrée

² Certains échantillons ont été analysés au Laboratoire du service LITEN, CEA Grenoble et d'autres au Laboratoire LETAM de l'Université de Metz

Vitesse de la caméra	Jusqu'à 65 points indexés/seconde	Jusqu'à 200 clichés acquis/seconde
Indexation	Online	Offline
Logiciel d'acquisition et de post-traitement	TSL - OIM™ d'EDAX (2 modules) <ul style="list-style-type: none"> - Data Collection : l'enregistrement des résultats des mesures EBSD. - Data Analysis : le traitement des données acquises par Data Collection <i>Remarque</i> : un module complémentaire « Nordif » a été utilisé avec le MEB-FEG Gemini pour l'acquisition des clichés.	

Principe des mesures EBSD :

Nous rappelons brièvement les principes des mesures EBSD illustrés dans la fig.II-15.:

1. Un faisceau d'électrons très fin produit par la colonne du microscope électronique bombarde un point de la surface de l'échantillon préalablement inclinée à 70° par rapport à la direction de ce faisceau.
2. Les électrons sont diffusés inélastiquement puis diffractés. Les cônes de diffraction sont interceptés par l'écran phosphore de la caméra EBSD formant ainsi un diagramme de diffraction constitué de bandes de Kikuchi.
3. L'orientation cristallographique locale est déterminée en indexant le diagramme de diffraction.

Dans le cadre de cette étude nous avons cartographié des champs entiers en déplaçant le faisceau d'électrons sur une grille de mesure (carrée ou hexagonale) et de pas ajusté à l'échelle de la microstructure (0,4 µm pour les microstructures biphasées et 1,5 µm pour les microstructures caractérisées après le passage en supersolvus).

L'indexation peut se faire :

- *Online* quand les points sont indexés au fur et à mesure que l'échantillon est balayé
- *Offline* quand l'indexation est effectuée après l'enregistrement de l'ensemble des clichés.

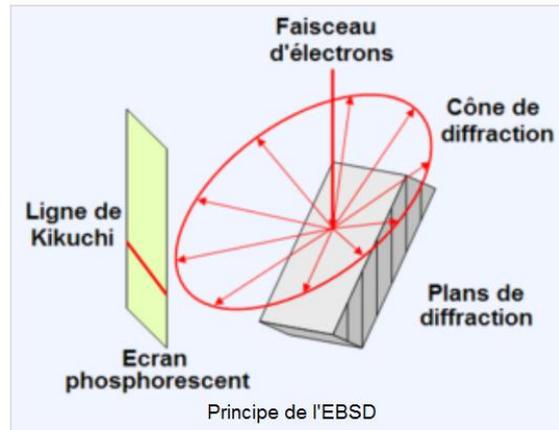


Figure II-15 : Principe des mesures EBSD [www.techno-science.net]

Dans le cadre de notre étude et pour des raisons de représentativité, la taille du champ et le pas de mesure ont été choisis de façon à ce qu'il y ait plus de 1000 grains par cartographies et plus de 50 pixels par grain.

II.3.3.2 Traitement des données EBSD

Les données sont enregistrées dans un fichier « *.osc » (codage spécifique à TSL-OIM™). Ce fichier peut être converti en un fichier ascii « *.ang » contenant la liste de tous les points mesurés sous forme de tableau. On attribue à chaque point :

- Sa position (x,y) (2 paramètres)
- Son orientation cristallographique, si l'indexation est réussie, donnée par des angles d'Euler (3 paramètres)
- L'indice de confiance évaluant la fiabilité de la mesure (1 paramètre)
- La qualité d'image (1 paramètre)
- La phase : si l'échantillon comporte plusieurs phases, à chaque phase correspond un numéro (1 paramètre)

Le fichier de données est traité dans un premier temps à l'aide des outils du module OIM™ Data Analysis d'EDAX. Ensuite et pour réaliser des analyses plus avancées, notamment celles concernant certains joints de grains, des fonctions spécifiques ont été développées sous Matlab®.

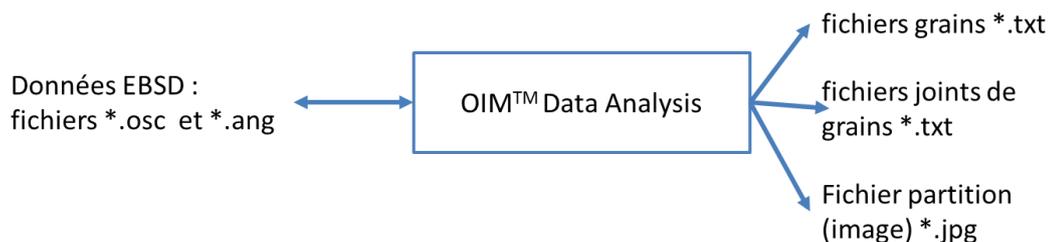


Figure II-16 : Gestion des fichiers par OIM™ Data Analysis

OIM™ Data Analysis a été utilisé pour produire trois types de fichiers (fig. II-16):

- Grains : liste de tous les grains avec leur taille en μm (diamètre du cercle équivalent)
- Joints de grains : liste de tous les segments de joints de grains avec leurs longueurs, leurs positions, les orientations des grains constituant les joints de grains
- Partition : image JPEG obtenue après filtrage des précipités (dernière cartographie de la figure II-18, par exemple)

Nous expliquons dans la suite comment le traitement des données est réalisé.

Conversion de la trame carrée en trame hexagonale

La liste des joints de grains ne peut être extraite qu'à partir des cartographies à trame hexagonale dans OIM™ Data Analysis. Pour cette raison nous avons développé une fonction qui convertit les cartographies à trame carrée (provenant des échantillons mesurés à l'aide du système EBSD du Centre des matériaux) en cartographies à trame hexagonale.

Le pas de mesure Y de la trame carrée est égal au pas de mesure X (cf. fig. II-17). Pour la trame hexagonale en revanche :

$$pas\ Y = pas\ X \times \frac{\sqrt{2}}{3} \quad (\text{II-14})$$

Afin de conserver la même résolution spatiale, nous avons aligné le pas Y de la nouvelle trame hexagonale à celui de la trame carrée. Le nouveau pas X est alors supérieur à celui de la trame carrée comme illustré par la figure II-18. Etant donné ce décalage, nous supprimons un point dès que l'écart dépasse la moitié du pas X initial.

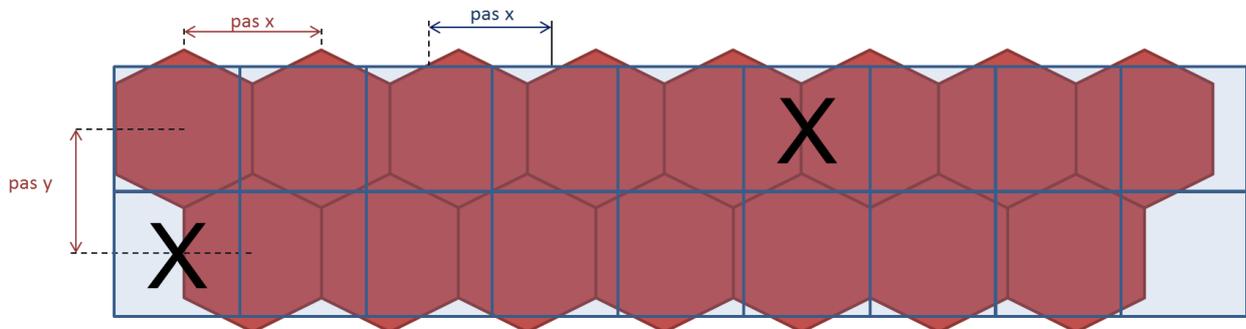


Figure II-17 : Conversion de la trame carrée en trame hexagonale

Données brutes, figure de pôles inverses [001]

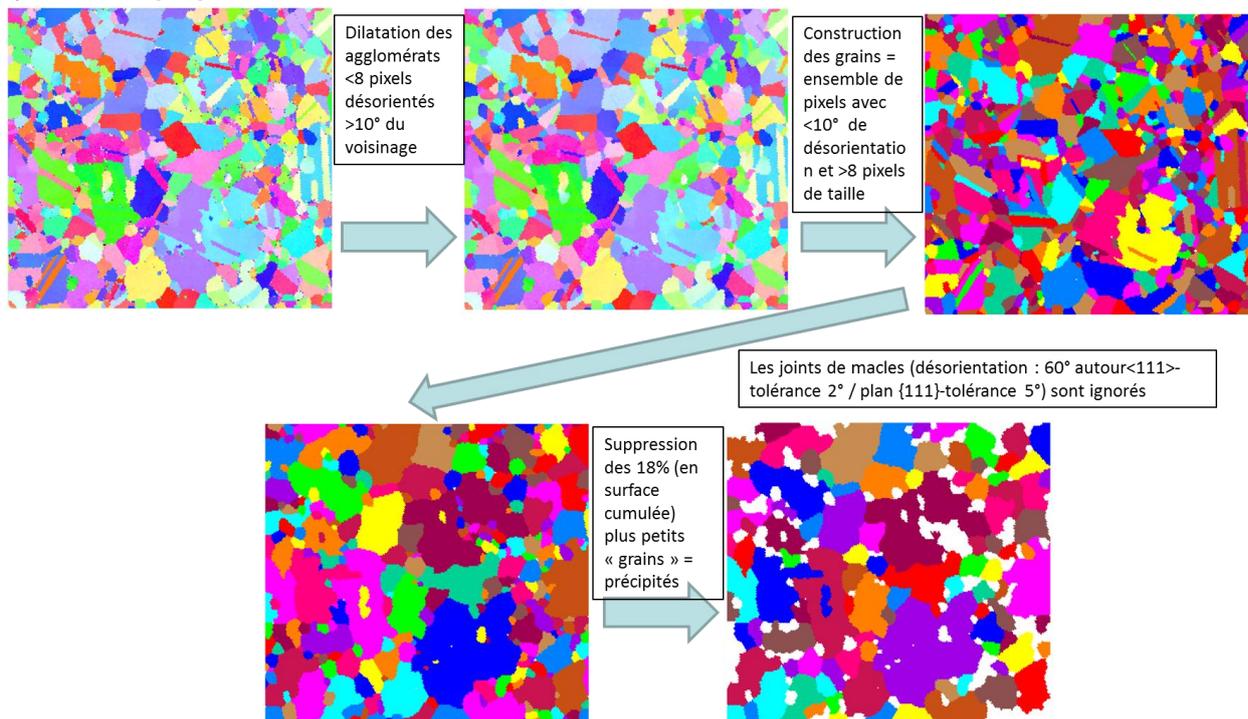


Figure II-18 : Traitement des cartographies avec OIM™ Data Analysis

Nettoyage des cartographies

L'orientation des agglomérats de points de moins de 8 pixels et de plus de 10° de désorientation relative aux pixels voisins est remplacée par celle des pixels voisins (cf. les première et deuxième cartographies de la figure II-18).

Filtrage des précipités

Avant de filtrer les précipités nous identifions d'abord les grains, ceci en ignorant les parois de macles qui sont considérées comme des défauts intragranulaires (3^{ème} et 4^{ème} cartographies de la fig. II-18). Les joints de macles ont une désorientation de 60° autour de l'axe [111] et un plan parallèle au plan {111}. Nous avons accordé une tolérance pour la mesure de la désorientation et l'orientation de la trace du plan du joint de 2° et 5° respectivement.

Les grains sont les ensembles de plus de 8 pixels de taille et moins de 10° de désorientation entre pixels. Les plus petit grains constituant une surface cumulée de 18% sont considérés comme des précipités et éliminés (5^{ème} cartographie de la figure II-19).

Les grains se trouvant au bord des cartographies ne sont pas éliminés.

II.3.3.3 Analyse des données EBSD

Notre analyse comporte deux volets : l'analyse des grains et celle des joints de grains.

1) Analyse des grains

Nous calculons la taille moyenne surfacique des grains, après avoir ignoré les joints de macles cohérentes, de chaque échantillon suivant l'équation II-15 :

$$\bar{d} = \frac{\sum d_i A_i}{\sum A_i} \quad (\text{II-15})$$

avec

d_i : diamètre du cercle équivalent du $i^{\text{ème}}$ grain

A_i : surface du $i^{\text{ème}}$ grain

Le calcul de \bar{d} se fait à partir d'une population d'au moins 1000 grains.

Nous représentons également la distribution de la taille de grain par le biais d'histogrammes en calculant la fraction surfacique des grains dont les diamètres se situent dans chacun des intervalles de :

- 0 à 28 μm avec un pas de 2 μm pour les microstructures biphasées
- 0 à 240 μm avec un pas de 20 μm pour les microstructures monophasées

2) Analyses des joints de grain

Afin d'identifier les joints $\Sigma 3$ nous comparons la désorientation associée à chaque joint de grains aux 1152 désorientations définissant la désorientation $\Sigma 3$.

Soit un joint de grain A/B, A et B étant les grains se trouvant de part et d'autre du joint. Les angles d'Euler $(\varphi_1^A, \Phi^A, \varphi_2^A)$ et $(\varphi_1^B, \Phi^B, \varphi_2^B)$ déterminent les orientations des grains A et B dans le repère échantillon (à chaque grain est associée ce que l'on appelle une matrice d'orientation, g_A ou g_B). Elles sont calculées de la manière suivante :

$$g_A = g_{\varphi_1^A} g_{\Phi^A} g_{\varphi_2^A} \quad (\text{II-16})$$

$$g_B = g_{\varphi_1^B} g_{\Phi^B} g_{\varphi_2^B} \quad (\text{II-17})$$

Avec les expressions des matrices g_{φ} et g_{Φ} :

$$g_{\varphi} = \begin{bmatrix} \cos\varphi & \sin\varphi & 0 \\ -\sin\varphi & \cos\varphi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (\text{II-18})$$

$$g_{\Phi} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\Phi & \sin\Phi \\ 0 & -\sin\Phi & \cos\Phi \end{bmatrix} \quad (\text{II-19})$$

La matrice de désorientation, entre les deux grains telle que définie en chapitre I, est :

$$\Delta \mathbf{g}_{A/B} = \mathbf{g}_B^{-1} \times \mathbf{g}_A \quad (\text{II-20})$$

Nous calculons ensuite le plus petit écart angulaire α_{min} entre cette désorientation et toutes les représentations de la désorientation parfaites $\Sigma 3$

$$\alpha_{min} = \min_{\Delta G} \left(\cos^{-1} \left(\frac{\text{trace}(\Delta G) - 1}{2} \right) \right) \quad (\text{II-21})$$

ΔG étant l'ensemble des matrices exprimant l'écart $\Delta g_{A/B}$ et la désorientation $\Sigma 3$, $\Delta g_{\Sigma 3}$. Les matrices, Δg , formant l'ensemble ΔG , sont calculées comme on calculerait la désorientation entre $\Delta g_{A/B}$ et $\Delta g_{\Sigma 3}$ si on les assimilait à des matrices d'orientation tenant compte de toutes les symétries.

$$\Delta g = \Delta g_{A/B}^{-1} \times \Delta g_{\Sigma 3} \quad (\text{II-22})$$

Si $\alpha_{min} < 2^\circ$, alors le joint A/B est considéré comme étant un joint $\Sigma 3$.

Dans le cas de microstructures biphasées, nous vérifions également que le joint de grains soit bien contenu dans la matrice γ et non dans un précipité γ' . Pour cela nous regardons si ses deux extrémités et son milieu appartiennent à la partition représentée par le fichier image associé au fichier de joints de grains.

La fraction des parois de macles cohérentes parmi tous les joints $\Sigma 3$ est ensuite identifiée. Pour cela nous calculons le plus petit écart angulaire entre la trace du plan du joint et celle des 4 plans {111}. S'il est inférieur à 5° le joint $\Sigma 3$ est compté parmi les parois de macles cohérentes.

Nous calculons la longueur totale des tous les joints $\Sigma 3$ et celle de toutes les parois de macles cohérentes et nous déterminons ensuite la densité des joints $\Sigma 3$:

$$d_{\Sigma 3} = \frac{l_{\Sigma 3}}{A} \quad (\text{II-23})$$

avec

$l_{\Sigma 3}$: longueur de tous les $\Sigma 3$

A : surface totale des grains analysés, soit 82% de l'aire de la cartographie analysée (100%-18%)

et la proportion de parois de macles incohérentes :

$$\%MIC = \frac{l_{\Sigma 3} - l_{COH}}{l_{\Sigma 3}} \quad (\text{II-24})$$

l_{COH} : longueur de parois de macles cohérentes

II.4 Synthèse

Nous avons décrit, dans ce chapitre, les outils mis en place pour réaliser cette étude. Nous classons ces outils en trois catégories : (1) techniques expérimentales comprenant des traitements thermiques et thermomécaniques, des caractérisations en microscopies et des mesures d'orientations cristallographiques, (2) fonctionnalités de logiciels commerciaux (OIMTM Data Collection et OIMTM Data Analysis) et (3) programmes d'analyses spécifiques développés sous MATLAB®.

Les traitements thermomécaniques peuvent être réalisés dans des conditions variées : en torsion ou compression, avec différentes gammes de déformations et vitesses de déformations, en une ou plusieurs passe(s), et avec des traitements thermiques allant jusqu'à 1160°C.

Les caractérisations des microstructures résultantes comportent des mesures de : taille moyenne pour les grains de la matrice γ et densité de joints $\Sigma 3$ et $\Sigma 3^n$ plus les proportions de macles incohérentes. Elles comprennent également des représentations de distributions de taille de grains.

Chapitre III : Mécanismes d'évolution microstructurale de l'alliage PER[®]72 au cours de la déformation par torsion à chaud et au cours de recuits ultérieurs

III.1	PLAN D'EXPERIENCES	80
III.2	RESULTATS	82
III.2.1	EVOLUTION MICROSTRUCTURALE PENDANT LA DEFORMATION PAR TORSION A CHAUD	82
III.2.1.1	RHEOLOGIE.....	82
III.2.1.2	MICROSTRUCTURES DEFORMEES	83
III.2.2	EVOLUTION MICROSTRUCTURALE AU COURS D'UN RECUI SUBSOLVUS	96
III.2.2.1	INFLUENCE DE LA DEFORMATION PREALABLE SUR L'EVOLUTION DE LA TAILLE DE GRAINS	96
III.2.2.2	INFLUENCE DE LA DEFORMATION PREALABLE SUR LES DENSITES DE JOINTS DE MACLES OBTENUES APRES RECUI A T _{SUB}	101
III.2.3	EVOLUTION MICROSTRUCTURALE AU COURS D'UN RECUI SUPERSOLVUS	103
III.2.3.1	INFLUENCE DE LA DEFORMATION PREALABLE SUR L'EVOLUTION DE LA TAILLE DE GRAINS	103
III.2.3.2	INFLUENCE DE LA DEFORMATION PREALABLE SUR LES DENSITES DE JOINTS DE MACLES OBTENUES APRES RECUI A T _{SUPER}	107
III.3	ETUDE DES MECANISMES IMPLIQUES DANS L'EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE	110
III.3.1	EVOLUTION MICROSTRUCTURALE	110
III.3.2	CONSEQUENCES SUR LA FORMATION DES JOINTS Σ3	114
III.4	CONCLUSION	120

Chapitre III Mécanismes d'évolution microstructurale de l'alliage PER[®]72 au cours de la déformation par torsion à chaud et au cours de recuits ultérieurs

L'objectif de ce chapitre est de mettre en évidence les mécanismes impliqués dans la modification de la microstructure de l'alliage PER[®]72 par déformation à chaud et au cours de recuits subséquents. Pour cela, nous analysons les évolutions microstructurales observées sur des échantillons déformés par torsion à chaud puis trempés ou ayant ultérieurement subi des traitements thermiques. A partir de ces analyses, nous identifions les phénomènes physiques expliquant les modifications microstructurales observées au niveau des grains et des joints de grains.

III.1 Plan d'expériences

Les résultats que nous exposons sont relatifs à une série de traitements thermomécaniques à une seule passe : une seule étape de déformation, par torsion à chaud à une température fixée T_{sub} suivie ou non de recuits à T_{sub} ou à T_{super} (respectivement en dessous ou au-dessus de la température du solvus de la phase γ' primaire). Deux vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$, avec $\dot{\epsilon}_1 > \dot{\epsilon}_2$, ainsi que 5 niveaux de déformation ont été testés. Le schéma de la figure III-1 récapitule le plan d'expérience.

Pour des raisons de confidentialité, les valeurs numériques des vitesses de déformation et des températures de déformations et des traitements thermiques sub- et superolvus du PER[®]72 ne seront pas données.

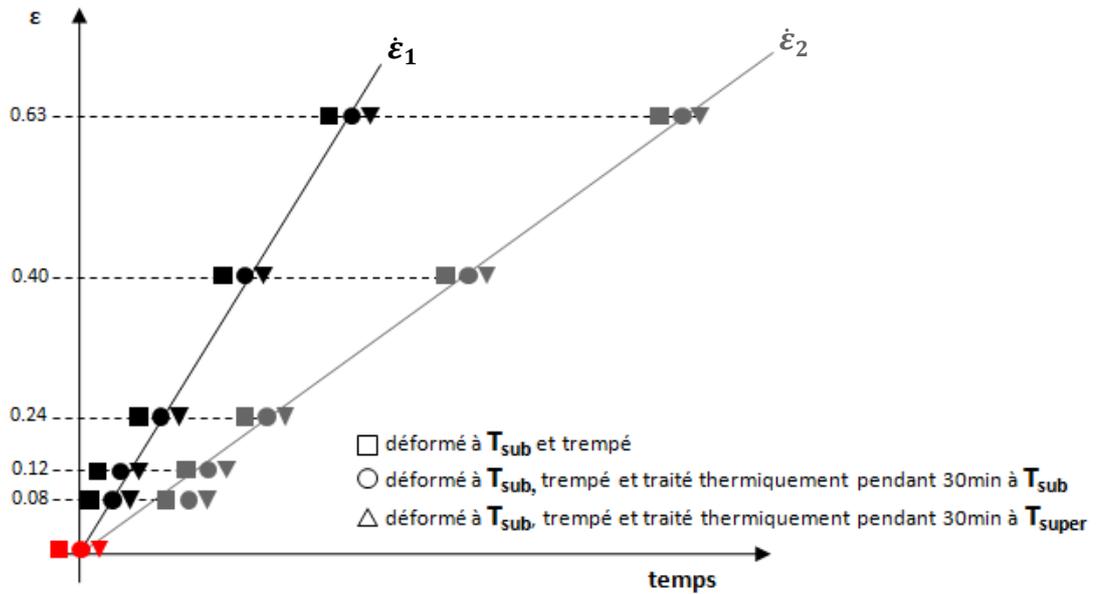


Figure III-1 : Schéma récapitulatif du plan d'expérience. Niveaux de déformation testés en torsion à chaud et états caractérisés.

Pour chaque échantillon correspondant à un couple $(\varepsilon, \dot{\varepsilon})$, trois états ont été caractérisés :

1. □ Déformé à T_{sub} , trempé
2. ○ Déformé à T_{sub} , trempé et ensuite recuit pendant 30 min à T_{sub}
3. △ Déformé à T_{sub} , trempé et ensuite recuit pendant 30 min à T_{super}

L'analyse comprend essentiellement la mesure de la taille de grains et la quantification des joints spéciaux.

Les points correspondant au niveau de déformation $\varepsilon=0$, considérés comme états de référence, sont obtenus à partir de la caractérisation du matériau prélevé dans la barre forgée ayant ensuite subi :

1. ■ un traitement thermique subsolvus avec un temps de maintien égal à 10 minutes. Ce traitement reproduit l'effet de la montée et du maintien en température avant l'exécution de l'essai de torsion.
2. ● un traitement thermique subsolvus à T_{sub} pendant 30 minutes.
3. ▲ un traitement thermique supersolvus à T_{super} pendant 30 minutes.

En toute rigueur, il aurait fallu appliquer ces deux derniers recuits sur l'état ■ et non pas sur l'état initial. L'effet du maintien de 10 minutes devient cependant négligeable quand un recuit plus long ou à plus haute température est appliqué ultérieurement.

III.2 Résultats

III.2.1 Evolution microstructurale pendant la déformation par torsion à chaud

Les microstructures issues de la déformation à chaud seront caractérisées à différentes échelles : (a) macroscopique pour la rhéologie, (b) intragranulaire en MET, et (c) à l'échelle intermédiaire de la structure granulaire en EBSD.

III.2.1.1 Rhéologie

La contrainte d'écoulement de l'alliage PER[®]72 déformé à T_{sub} est deux fois plus élevée à $\dot{\epsilon}_1$ qu'à $\dot{\epsilon}_2$ (figure III-2). Hormis cette différence, le comportement rhéologique du matériau est assez similaire aux deux vitesses. L'alliage passe d'abord par une phase de très faible écrouissage avec un pic de contrainte (à peine 8-10% de plus que la valeur du plateau) situé entre 0,1 et 0,2 de déformation. Ensuite, le niveau de contrainte baisse légèrement et se stabilise rapidement, témoignant ainsi d'une très faible sensibilité à la déformation, et d'une capacité d'écrouissage limitée dans cette gamme thermomécanique. La recristallisation dynamique et/ou la restauration pourraient expliquer ce faible niveau d'écrouissage.

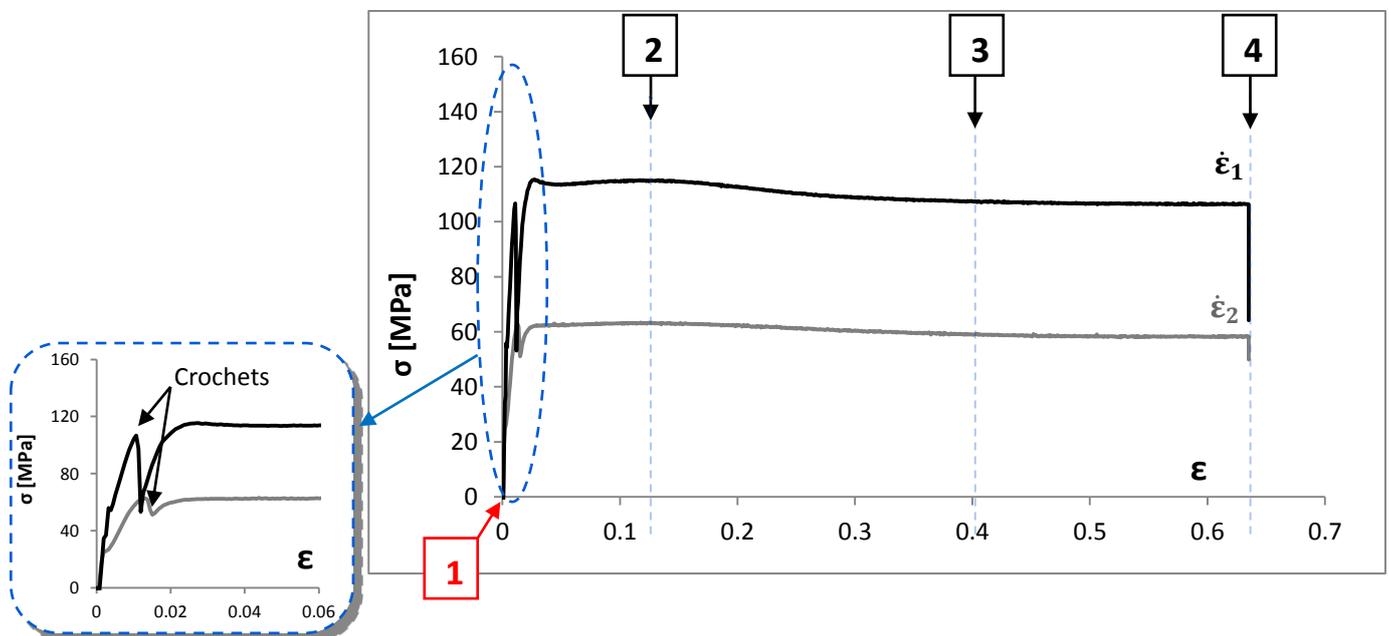


Figure III-2 : Courbes rhéologiques des échantillons déformés en torsion à T_{sub} et aux vitesses $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$. Les étiquettes 1 à 4 indiquent les états qui ont été sélectionnés pour l'analyse détaillée des microstructures.

Par ailleurs, nous avons constaté l'apparition quasi-systématique de « crochets » au niveau de la transition déformation élastique / déformation plastique (figure III-2). Ces

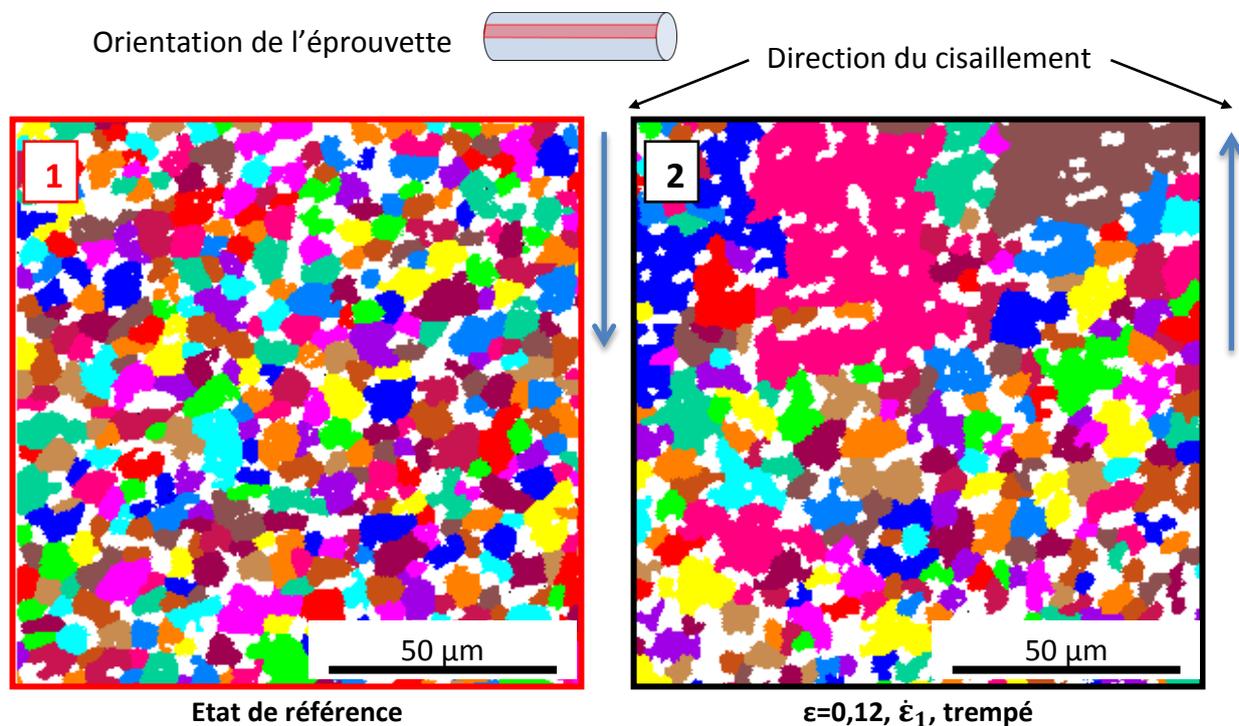
seraient la conséquence d'un simple rattrapage de jeu résultant du resserrage de l'éprouvette dans ses lignes d'amarrage. L'hypothèse des atmosphères de Cottrell (Cottrell et Bilby 1949) formées suite au blocage des dislocations par les atomes occupant les sites interstitiels n'est pas valide dans le cas de cette série d'essai de torsion car la valeur du pic de contrainte ne dépasse pas celle du plateau.

Dans la suite, comme dans la figure III-2, les couleurs noire, grise et rouge représentent les états déformés à la vitesse $\dot{\epsilon}_1$, déformés à la vitesse $\dot{\epsilon}_2$ et initial, respectivement.

III.2.1.2 Microstructures déformées

1) Analyse de la taille de grains

Les figures III-3 et III-4 montrent des cartographies EBSD de structures granulaires déformées respectivement à $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$ et trempées aux niveaux de déformation 1 à 4 définis dans la figure III-2. Les grains sont définis avec une tolérance angulaire de 10° . Les joints $\Sigma 3$ sont ignorés. Une couleur est attribuée à chaque grain de manière aléatoire, sans aucune signification cristallographique. Les précipités γ' primaires ont été filtrés et apparaissent en blanc³. La direction du cisaillement est indiquée sur la microstructure n°2 de la figure III-3 et s'applique pour les toutes les microstructures correspondant aux essais de torsion des chapitre III, IV et V.



³ La méthode de filtrage est explicitée dans le chapitre II

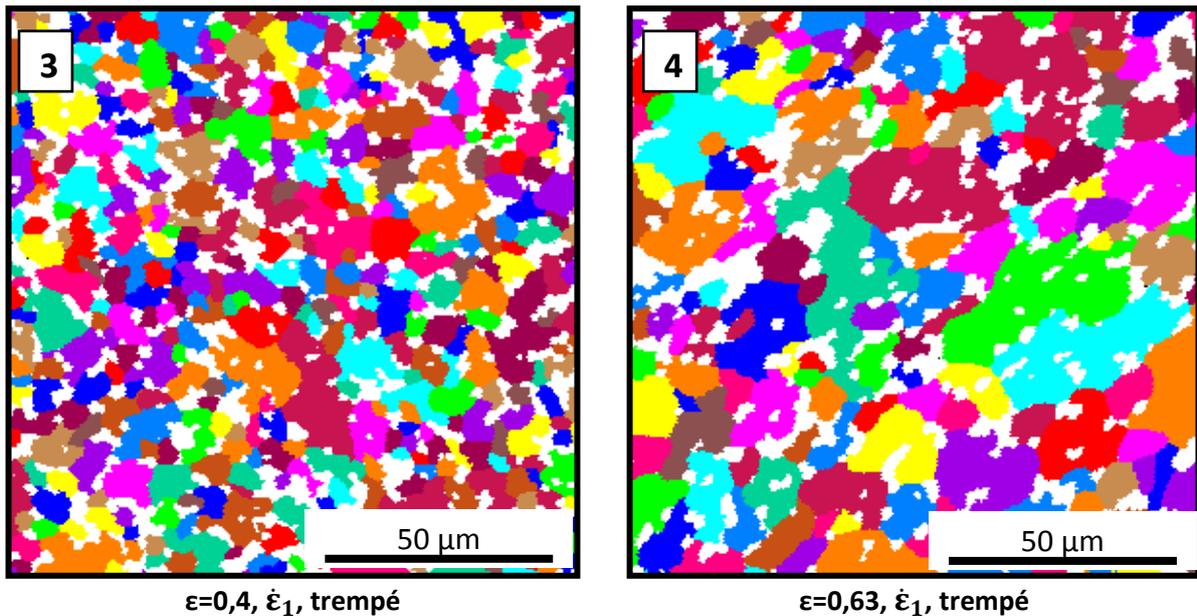
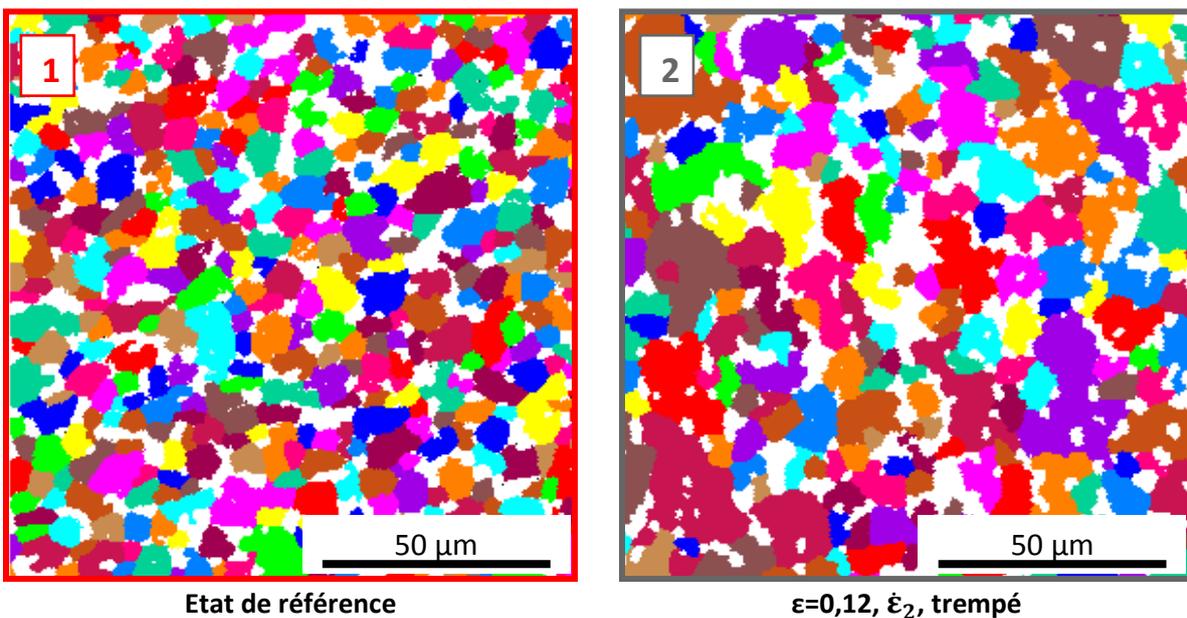


Figure III-3 : Cartographies EBSD des états déformés à différents niveaux de déformation à ϵ_1 puis trempés.

Les grains ont gardé leur forme équiaxe même après une déformation de 0,63. Ceci est valable pour les deux vitesses de déformation. Par ailleurs, malgré la présence des précipités γ' intergranulaires, les joints de grains ont manifestement eu la possibilité de migrer pendant la déformation en les franchissant puisque l'on observe dans les états déformés des grains plus gros que dans l'état de référence et présentant des gros précipités intragranulaires. Les joints de grains ont plus d'aisance à passer les précipités quand la microstructure est déformée à la vitesse la plus élevée. Ceci se traduit, notamment pour la déformation 0,12 à ϵ_1 , par l'apparition de gros grains pouvant atteindre plus de 40 μm de diamètre. Aux déformations intermédiaires (autour de 0,4) la taille de grain semble diminuer pour croître à nouveau aux plus grandes déformations.



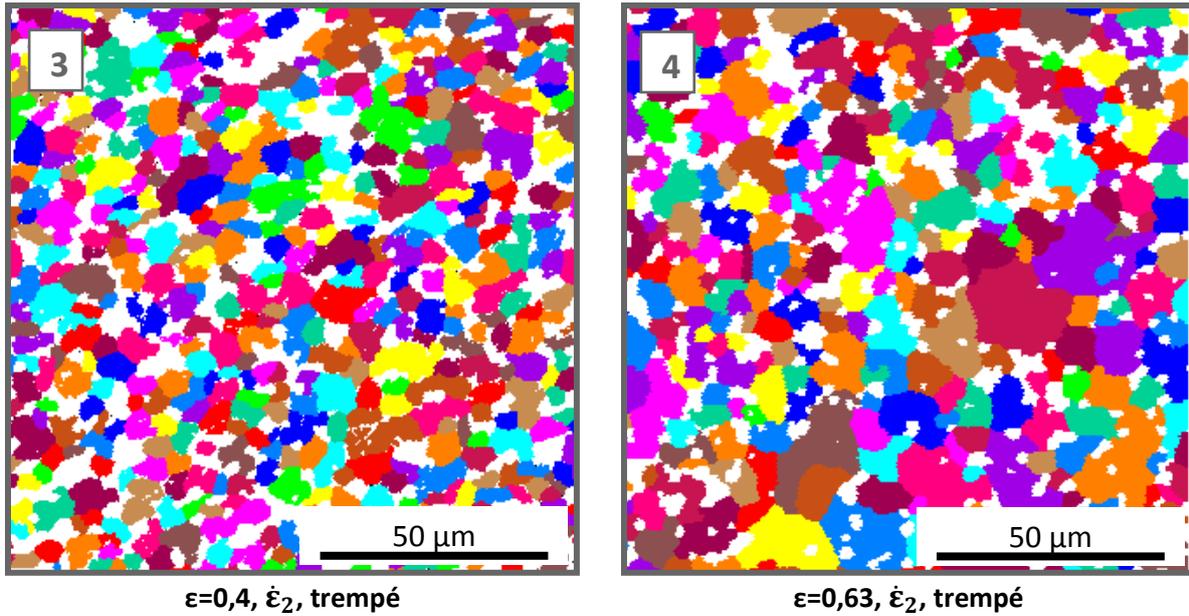


Figure III-4 : Cartographies EBSD des états déformés à ϵ_2 puis trempés.

La représentation de la taille moyenne des grains⁴ en fonction de la déformation (fig. III-5) montre bien ces trois différents stades d'évolution pour les deux vitesses de déformation. En effet, aux faibles déformations, la taille de grains \bar{d} augmente avec la déformation avec un effet légèrement amplifié pour la vitesse la plus élevée.

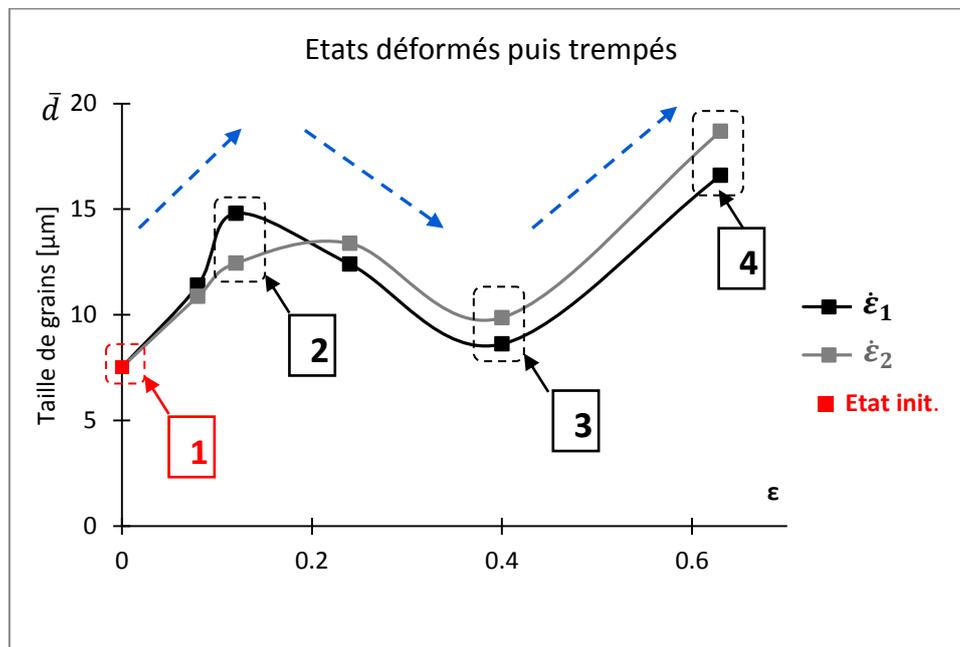


Figure III-5 : Taille de grains moyennes en fonction de la déformation à $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$. (Matériau déformé par torsion à chaud à T_{sub} puis trempé).

⁴ Il s'agit du diamètre moyen. Son mode de calcul est explicité dans le chapitre II

Pour une variation de déformation de 0,24 à 0,4 de déformation la taille de grains diminue puis elle augmente pour des déformations de 0,4 à 0,63 pour atteindre une valeur moyenne supérieure à celle issue d'une déformation de 0,12.

La variation de la taille moyenne de grains montre une très légère sensibilité à la vitesse de déformation étant donné la similitude des courbes relatives aux deux vitesses. Nous notons tout de même qu'au-delà de 0,24 de déformation, les tailles de grains atteintes par les microstructures déformées à $\dot{\epsilon}_2$ sont légèrement plus élevées que celles atteintes dans les échantillons déformés à $\dot{\epsilon}_1$.

Remarque

Dans ce chapitre, les écarts entre les tailles moyennes des grains peuvent ne pas sembler significatifs. Il est très difficile de donner une bonne estimation des barres d'erreur pour la taille moyenne des grains compte tenu de l'hétérogénéité des microstructures. Nous adoptons donc une analyse systématique pour un grand nombre de grains de chaque microstructure (plus de 1000). Nous complétons, par ailleurs, l'analyse de taille de grains par celle des histogrammes de distribution de taille de grains et l'examen des cartographies EBSD des microstructures associées.

La distribution des tailles de grains de l'état de référence (cf. fig. III-6) montre une forte concentration sur les faibles diamètres (4 à 6 μm) ce qui coïncide avec la microstructure fine et homogène de la cartographie n°1 de la figure III-3. L'évolution des histogrammes valide non seulement les trois stades apparaissant sur les courbes de la figure III-5, mais apporte également des informations supplémentaires :

- La diminution de la taille de grains autour de $\epsilon=0,4$ est le résultat d'un affinage généralisé des grains. La forme de la distribution de la taille de grains rappelle alors celle de l'état initial.
- Le mode de grossissement des grains dépend de la déformation et de la vitesse de déformation.
 - Pour les faibles déformations : A $\dot{\epsilon}_1$ certains grains isolés croissent au détriment des autres grains et peuvent atteindre des tailles au-delà de 30 μm , ceci en englobant des précipités (cf. microstructure N°2 de la fig. III-3). A $\dot{\epsilon}_2$ en revanche, la croissance de grains se fait de manière plus homogène. Le pic de distribution s'élargit et se déplace légèrement vers les plus grands diamètres (cf. microstructure n°2 de la fig. III-4).
 - Pour les grandes déformations, la tendance est relativement inversée. Les tailles des grains déformés de $\epsilon=0,63$ à $\dot{\epsilon}_1$ ont une distribution quasi-bimodale concentrée autour de 8 et 20 μm . A $\dot{\epsilon}_2$, nous constatons l'augmentation de la population des grains ayant un diamètre supérieur à 30 μm passant de 0,1% à presque 15% pour $\epsilon=0,4$ et $\epsilon=0,63$ respectivement. Ceci explique l'écart de 2 μm au niveau des diamètres moyens entre les deux vitesses. (fig. III-5)

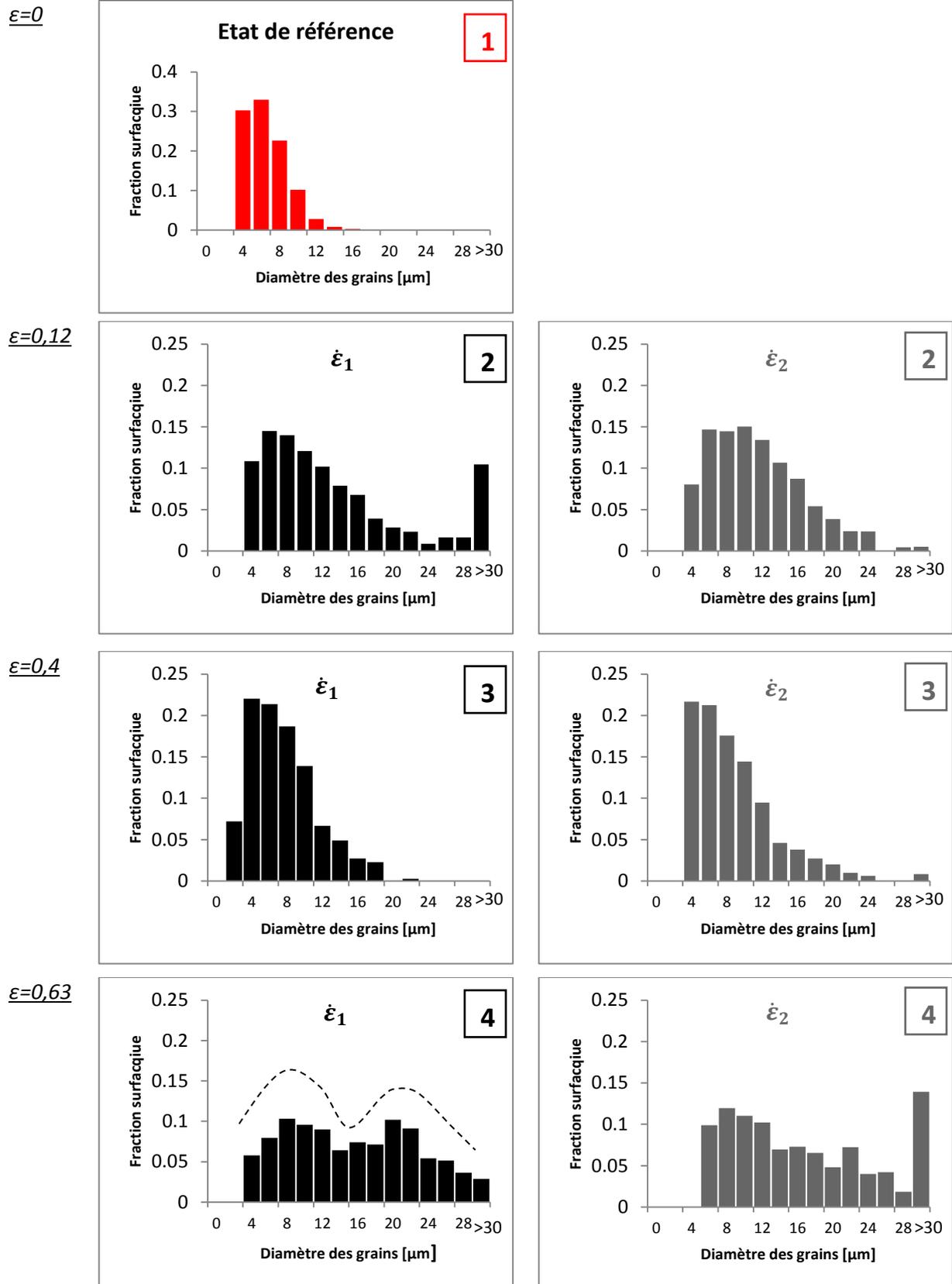


Figure III-6 : Effet de la déformation sur la distribution de la taille de grains. Etats déformés à $\dot{\varepsilon}_1$ et $\dot{\varepsilon}_2$ puis trempés.

Le franchissement des précipités par les joints de grains est plus fréquent quand la déformation est appliquée à la vitesse $\dot{\epsilon}_1$. On observe en effet des grains très gros avec de nombreux précipités à l'intérieur (figs. III-3 et III-4).

2) Analyse des joints de macle

La quantification des joints $\Sigma 3$ dans les états déformés puis trempés en fonction de la déformation (fig. III-7) montre une nette dépendance à la vitesse de déformation. Pour les états déformés à $\dot{\epsilon}_2$, la densité de joints $\Sigma 3$, $D_{\Sigma 3}$, atteint un pic à $\epsilon=0,12$ puis diminue quand la déformation augmente. Cette diminution est compatible avec la destruction des macles existantes par déformation plastique qui peut modifier les orientations cristallographiques se trouvant de part et d'autre du joint $\Sigma 3$. La diminution du taux de maclage pourrait également s'expliquer par la recristallisation dynamique qui entraînerait un mouvement de joints de grains supprimant les macles existantes. Ce mouvement se produisant sur de courtes distances, ne générerait pas ou peu de nouvelles macles ; comme le suggère Gleiter (1969) qui suppose que le maclage thermique ne se produit qu'à partir d'une certaine distance parcourue par le joint de grains. En revanche, l'augmentation de la quantité de joints $\Sigma 3$ constatée pour les faibles déformations à $\dot{\epsilon}_2$ suggérerait la possibilité d'une germination dynamique (au cours de la déformation) de macles thermiques. En ce qui concerne la vitesse $\dot{\epsilon}_1$, il est difficile de discerner une tendance. A partir de la déformation $\epsilon=0,24$, la vitesse de déformation la plus élevée produit les densités de $\Sigma 3$ les plus importantes.

L'hypothèse de la création dynamique de macles thermiques évoquée précédemment ne peut pas être confirmée. En effet, le refroidissement n'étant pas instantané, les joints de grains peuvent continuer à évoluer après la fin de la déformation étant donné la température élevée de l'échantillon aux premiers stades de la trempe. Ainsi des macles thermiques peuvent se former lors d'une phase « post-dynamique ». Nous supposons que les cinétiques de trempes sont assez reproductibles d'un échantillon à l'autre : environ 500°C/min en début de trempe (jusqu'à 700-600°C). Ceci sera confirmé ultérieurement par la taille des précipités secondaires qui, mis en solution pendant la déformation, re-précipitent au cours de la trempe et dont la taille dépend de la vitesse de trempe. Nous ne pouvons donc pas relier les fluctuations observées à une simple fluctuation des vitesses de refroidissement.

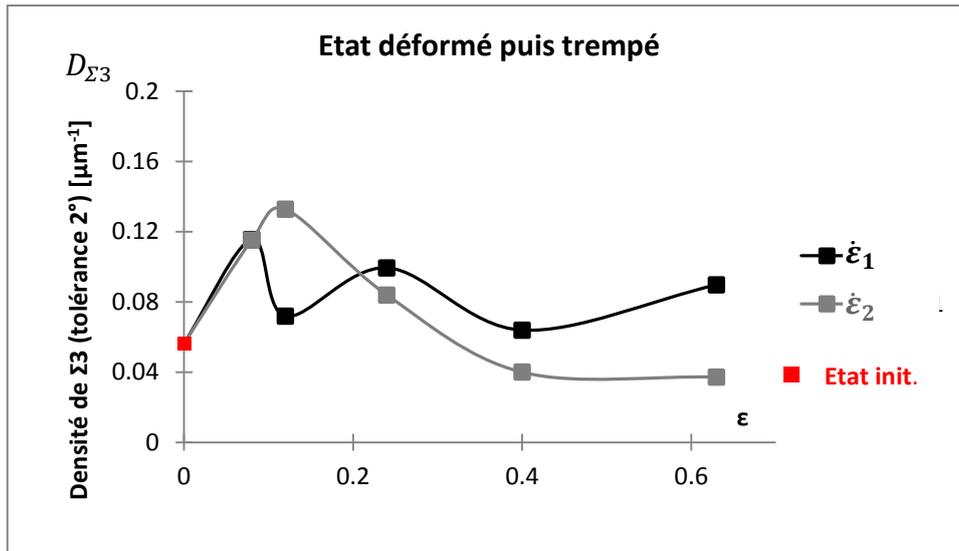


Figure III-7 : Densité des joints Σ3 en fonction de la déformation dans les échantillons déformés en torsion à T_{sub} puis trempés.

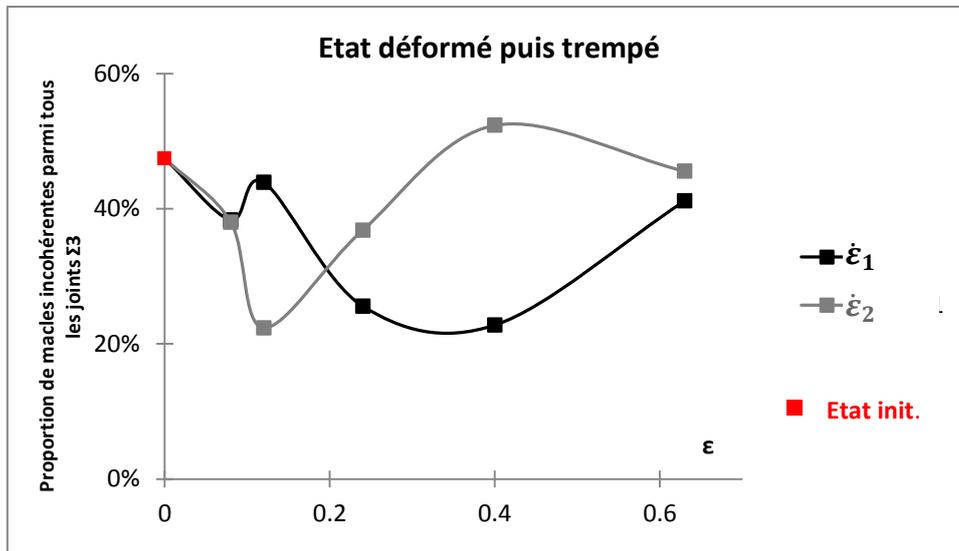


Figure III-8 : Proportion de macles incohérentes dans les échantillons déformés en torsion à T_{sub} et trempés.

Par ailleurs, la proportion des macles incohérentes parmi les joints Σ3 (fig. III-8) est également sensible à la vitesse de déformation. Cependant, à l'opposé des densités de joints Σ3, c'est la vitesse la plus basse qui produit les proportions de macles incohérentes les plus élevées, notamment pour les déformations ϵ supérieures à 0,4. De plus, nous remarquons que la variation de densité de joints Σ3 aux faibles déformations, aux deux vitesses, $\dot{\epsilon}_1$ s'accompagne d'une variation en sens opposé de la proportion des macles incohérentes. Les variations observées sur le Figure III-7 aux faibles déformations pourraient donc être attribuées majoritairement à la création ou l'absence de création dynamique de macles cohérentes. Lorsqu'il y a création, la fraction de macles incohérentes tend à diminuer, et lorsque l'on ne crée plus de macles cohérentes, celles qui existent se transforment en incohérentes ou bien disparaissent. La déformation plastique peut en effet induire une

déviations des parois de macles cohérentes de leur plan {111} au-delà de la tolérance de 5°. De même les désorientations initialement identifiées comme étant des $\Sigma 3$, ne le seraient plus avec la tolérance fixée à 2°. Les écarts entre les mesures réelles et les désorientations $\Sigma 3$ et ceux entre l'orientation de la trace de plan du joint de grains et celle des plans denses {111} sont explicités dans les paragraphes II.3.3.3

3) Analyse des joints de macles, des désorientations internes et structures de dislocations

Les figures III-9 et III-10 montrent les mêmes cartographies que les figures III-3 et 4 mais dans un mode de représentation permettant de visualiser les joints de grains (>5° de désorientation) en noir, les joints $\Sigma 3$ en rouge et les faibles désorientations (2 à 5°) en vert.

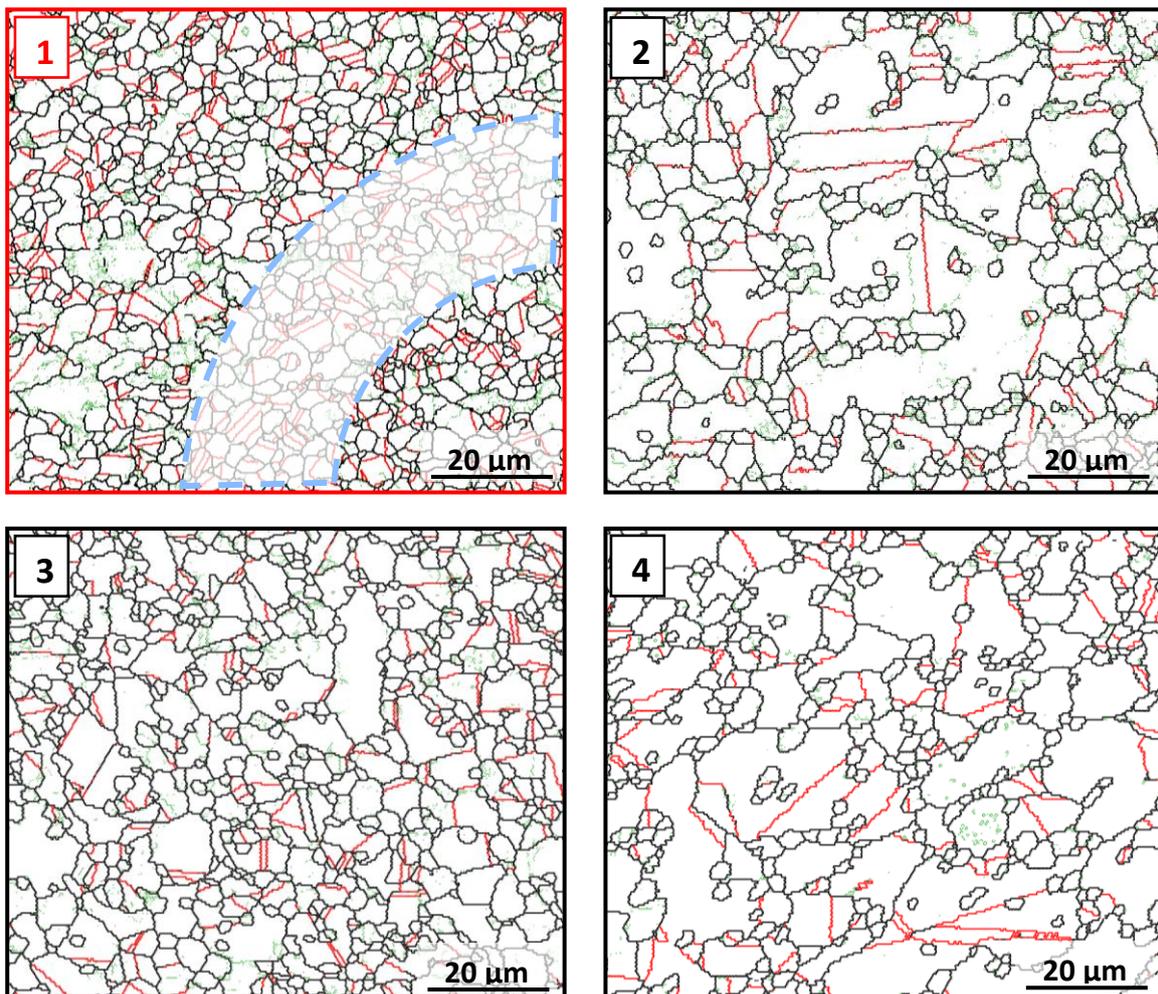


Figure III-9 : Evolution de la microstructure au cours de la déformation à ϵ_1 . Joints de grains (>5°) en noir, joints $\Sigma 3$ (tolérance 2°) en rouge et désorientations internes en vert (2-5°). La zone délimitée par des lignes pointillées sur la figure n°1 indique l'étendue de la zone observable (dans le meilleur des cas) sur une lame mince de MET.

Nous précisons d'abord que la présence de joints de faibles désorientations peut à la fois (1) être due au réarrangement des dislocations auquel cas elles apparaissent le long de

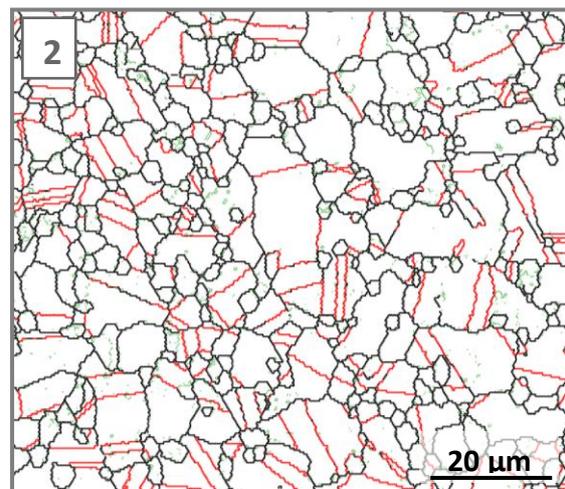
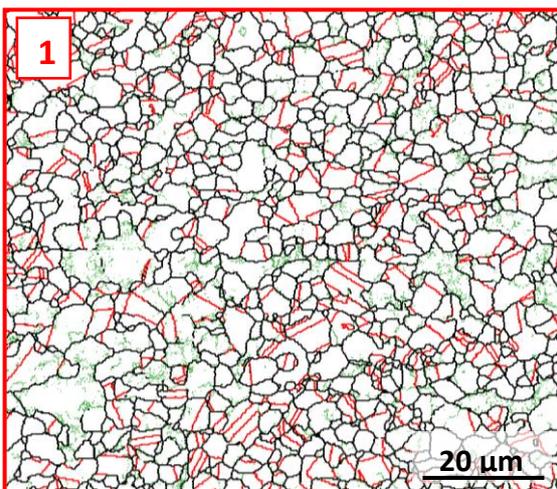
lignes définissant des contours de cellules ou sous-joints, (2) être liée à une densité de dislocations non restaurées assez élevée, elles sont alors distribuées de manière diffuse dans les grains.

L'état initial semble présenter des densités de dislocations (ρ) importantes en comparaison avec les différents états déformés. Les désorientations internes ont tendance à disparaître après une faible déformation, pour les deux vitesses de déformation.

Durant les premiers stades de la déformation, la cinétique de restauration (par annihilation et réarrangement des dislocations héritées du traitement thermomécanique subi par la barre forgée) est donc plus rapide que celle de l'écrouissage engendré par la torsion. Les gradients de densité de dislocations hérités de l'histoire thermomécanique de la barre forgée contribuent également à l'augmentation assez rapide de la taille de grain de l'état n°1 à l'état n°2 pour les deux vitesses de déformation. Ensuite quand la déformation augmente de 0,2 à 0,4 la densité de joints de faibles désorientations augmente à nouveau. Ceci est probablement lié à la génération de dislocations par la déformation plastique.

Pour les plus grandes déformations la densité de parois intragranulaires diminue et certaines forment des ébauches de cellules, suggérant ainsi des états avancés de la restauration. D'un point de vue global, les désorientations intragranulaires sont assez réduites compte tenu des niveaux de déformation appliqués. Nous n'avons pas analysé ces faibles désorientations de façon quantitative, tel que nous l'avons fait pour les joints $\Sigma 3$, car les faibles désorientations que nous détectons peuvent être, dans certains cas, des artéfacts de la préparation des échantillons (par exemple les rayures).

Une campagne d'observation par MET des microstructures déformées et trempées a, par ailleurs, été menée dans le but d'analyser plus finement les structures de dislocations et de valider l'interprétation des gradients d'orientation révélés par EBSD en terme de densité de dislocations.



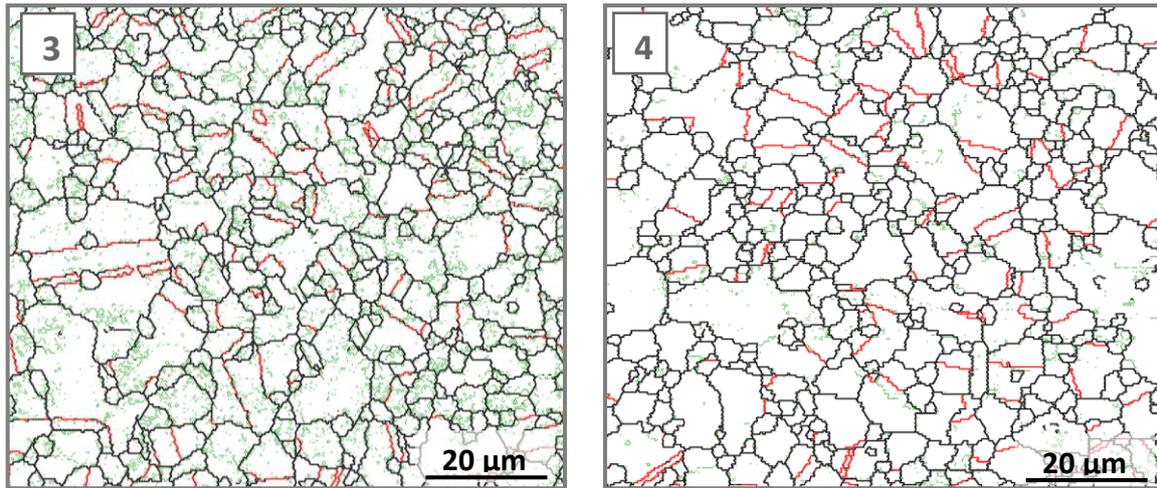
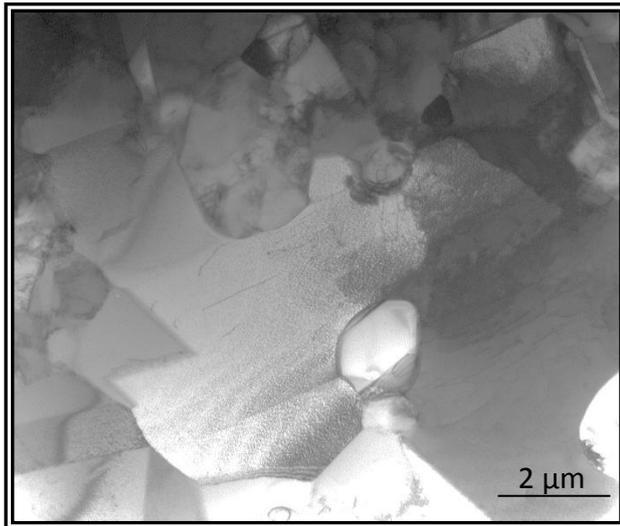


Figure III-10 : Evolution de la microstructure au cours de la déformation à ϵ_2 . Joints de grains ($>5^\circ$) en noir, joints $\Sigma 3$ (tolérance 2°) en rouge et désorientations internes en vert ($2-5^\circ$).

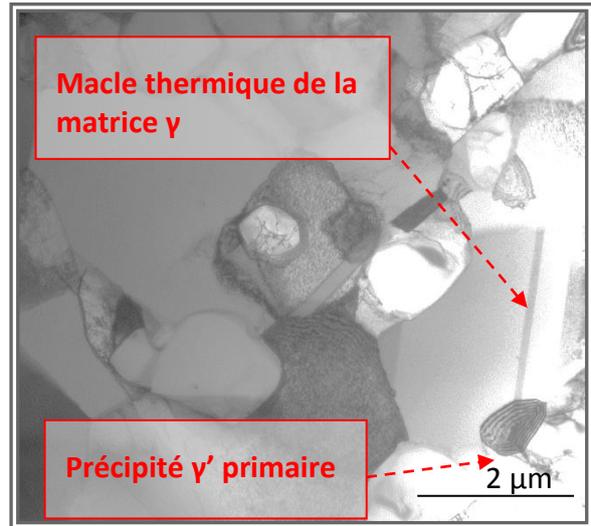
Nous avons analysé par MET des lames prélevées dans les éprouvettes de torsion et compression. Les figures III-11, III-12 et III-13 illustrent les principaux phénomènes observés. Les microstructures issues d'essais de compression à T_{sub} sont encadrées en bleu. Les déformations et vitesses de déformation relatives aux essais de compression sont estimées et données à titre indicatif.

Les observations par MET nous permettent de constater que :

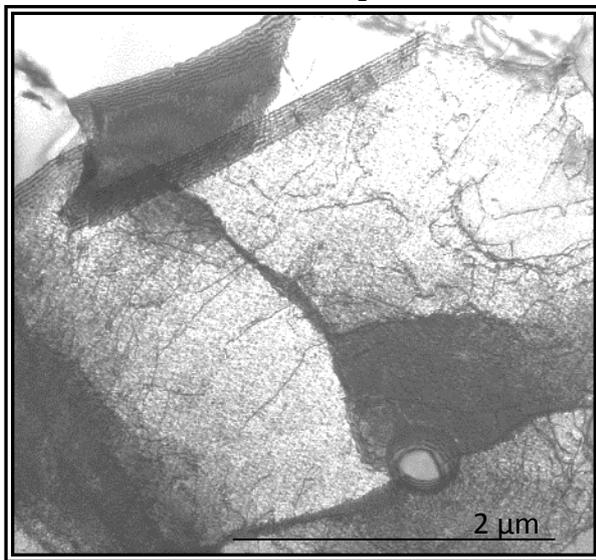
- La densité de dislocations intragranulaires est globalement faible. Ceci corrobore le comportement rhéologique qui montre peu d'écrouissage (fig. III-1), et les faibles densités de sous-joints de faible désorientation observées par EBSD. Les micrographies (a) à (f) de la figure III-11 montrent des microstructures de grains assez peu écrouis compte tenu des niveaux de déformation appliqués.
- Il est difficile de comparer le niveau d'écrouissage d'un échantillon à l'autre compte tenu de la représentativité réduite de la zone transparente aux électrons obtenue sur les lames minces de MET (la taille de cette zone est illustrée sur la fig. III-9).



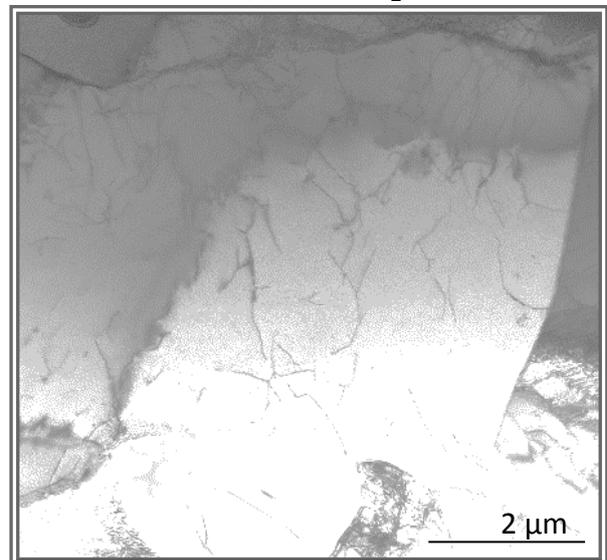
(a) $\epsilon=0.3$ à ϵ_1



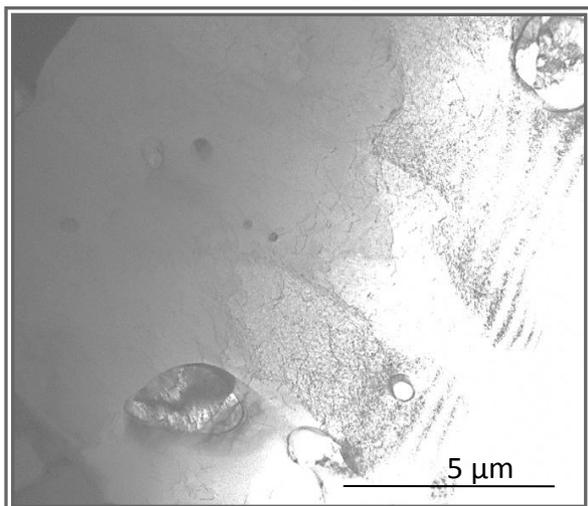
(b) $\epsilon=0.3$ à ϵ_2



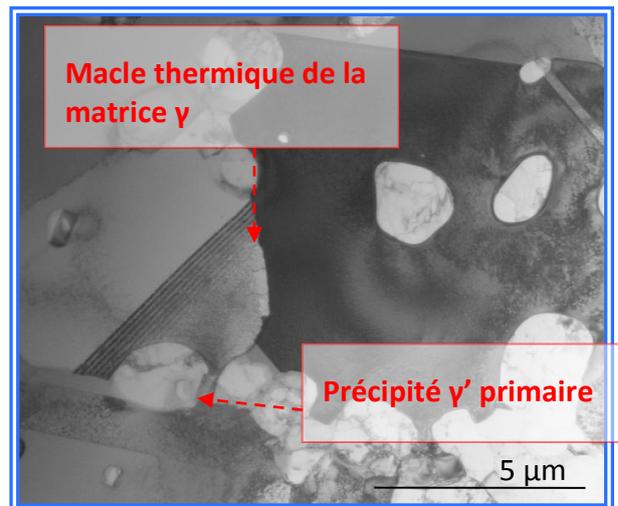
(c) $\epsilon=0.8$ à ϵ_1



(d) $\epsilon=0.8$ à ϵ_2



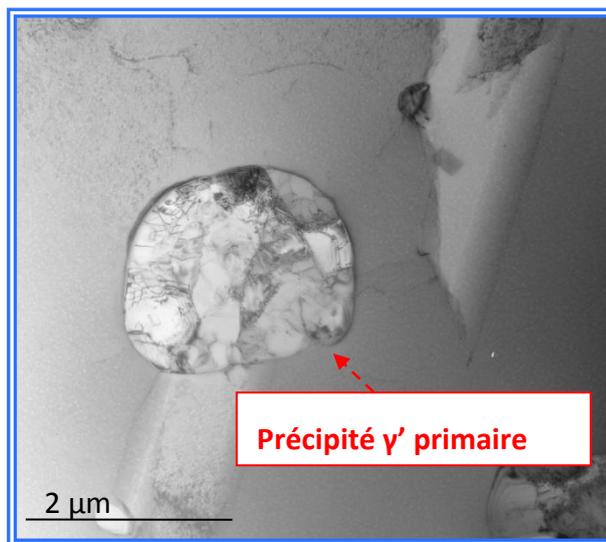
(e) $\epsilon=0.3$ à ϵ_2



(f) compression $\epsilon=1.2$ à ϵ_1

Figure III-11 : Observations par MET de microstructures de grains déformées à T_{sub} puis trempées. Les vitesses et niveaux de déformation sont indiqués au-dessous de chaque micrographie.

- Dans certains grains, très ponctuellement, les dislocations se sont arrangées en sous-joints, notamment pour les grandes déformations (fig. III-11 (c) et (d)).
- Les voisinages des précipités primaires ne constituent pas spécialement des sites de concentration de dislocations comme ce qui pourrait être attendu dans un matériau biphasé. La recristallisation ne semble pas se produire dans ces zones. Le mécanisme « Particule Stimulated Nucleation » évoqué en chapitre I n'est pas activé (fig. III-12)
- La quantité de dislocations dans les précipités est plus importante que celle dans les grains. De plus, elles semblent avoir atteint des stades avancés de restauration comme en témoigne la présence de sous-joints.
- Dans certains cas, les précipités sont au contact de macles thermiques de la matrice (fig. III-11 (f) et (b)).
- Les précipités secondaires sont cohérents avec la matrice comme illustré figures III-13 (b) puisque l'on voit une certaine continuité entre le réseau de la matrice et celui du précipité

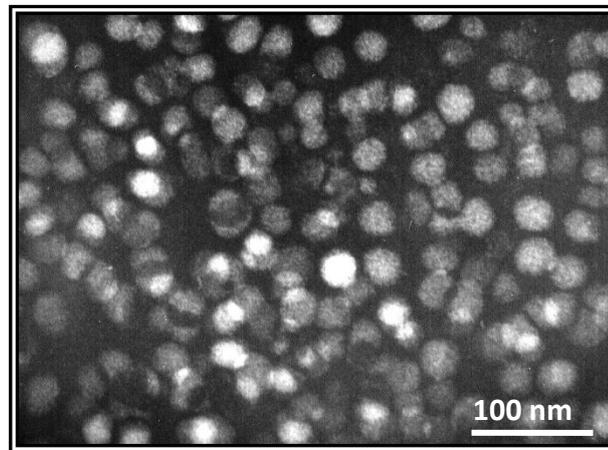


Déformation par compression $\epsilon=0.45$ à $\dot{\epsilon}_1$

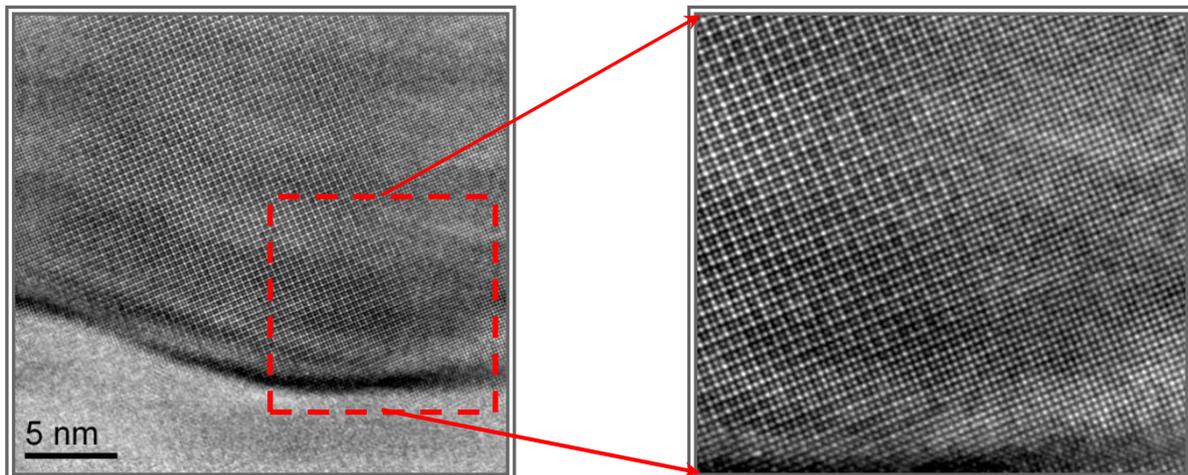
Figure III-12 : Observations par MET de microstructures de précipités γ' primaires déformées à T_{sub} puis trempées.

Afin de s'assurer que les microstructures analysées ont bien été figées après déformation, ce qui nous a semblé important compte tenu des très faibles densités de dislocations constatées, la taille des particules de γ' secondaire qui ont « re-précipité » au cours de la solidification a été contrôlée. Une taille moyenne de 20 nm (fig. III-13) a été mesurée ce qui, d'après la fig. II-2, correspond approximativement à une vitesse de 500°C/min en début de trempe (jusqu'aux températures 700 à 600 °C) et valide ainsi le bon déroulement de la trempe. La morphologie ondulée des joints de grains (fig. III-13 (b) et (c))

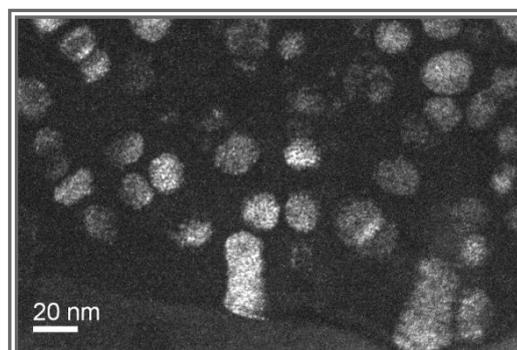
et la forme allongée des précipités secondaires en contact avec les joints de grains témoignent d'un mouvement de joints de grains au cours de la re-précipitation qui se produit durant la trempe donc à des températures relativement basses.



a) $\epsilon=0.3$ à $\dot{\epsilon}_1$ champ sombre



b) $\epsilon=0.1$ à $\dot{\epsilon}_2$. Image à haute résolution montrant la cohérence des précipités avec la matrice



(c) $\epsilon=0.1$ à $\dot{\epsilon}_2$

Figure III-13 : Observations par MET de microstructures de précipités γ' secondaires dans un échantillon déformé par torsion à T_{sub} puis trempé. (Les clichés (c) et (b) ont été

réalisés par Philippe Vennéguès, Ingénieur de Recherche au Centre de Recherche sur l'Hétéroépitaxie et Ses Applications CRHEA-CNRS)

III.2.2 Evolution microstructurale au cours d'un recuit subsolvus

Dans ce paragraphe, les microstructures obtenues dans les échantillons déformés par torsion à T_{sub} , trempés et ensuite recuits à T_{sub} sont analysées.

III.2.2.1 Influence de la déformation préalable sur l'évolution de la taille de grains

Dans les microstructures obtenues après traitement subsolvus, la taille moyenne de grains dépend de la déformation préalable pour les échantillons déformés à $\dot{\epsilon}_1$ (fig. III-14). La similitude des microstructures représentées dans la figure III-15, nous permet de déduire que pour la vitesse la plus lente $\dot{\epsilon}_2$, la déformation n'a pas d'incidence significative sur la taille moyenne des grains alors que cela était le cas à l'issue de la déformation (fig. III-5). Les tailles moyennes de grains représentées en figure III-16 sont en adéquation avec cette observation.

La figure III-17 représente la variation de la taille moyenne de grains au cours du recuit subsolvus (différence entre la taille de grains moyenne à l'issue du recuit et celle mesurée après déformation et trempé). A $\dot{\epsilon}_1$, le recuit accentue l'effet de la déformation sur le grossissement ou le raffinement des grains déjà observé dans les microstructures déformées et trempées. Pour les faibles et les grandes déformations, la taille de grains continue à croître (variation positive dans figure III-17). Pour les déformations intermédiaires, l'affinage de la microstructure se poursuit pendant le recuit (variation négative). Si on suppose que des phénomènes de recristallisation dynamique sont à l'origine de la diminution de la taille de grains pendant la déformation, deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer que la taille de grains continue à diminuer au cours du recuit : i) recristallisation statique ou ii) recristallisation postdynamique. La recristallisation statique est peu probable compte-tenu des faibles densités de dislocations observées dans les états trempés après déformation. La recristallisation postdynamique est en revanche plus plausible. Les (petits) grains et germes issus de la recristallisation dynamique croissent pendant le recuit de façon à augmenter leur fraction surfacique au détriment des plus gros grains (défavorisés par une énergie stockée plus importante). Ceci peut se traduire par une diminution de la taille moyenne des grains.

La comparaison des distributions de tailles de grains dans les figures III-6 et 18 va dans le sens des discussions qui précèdent. Nous constatons en effet l'amplification du pic des gros grains pour $\epsilon=0,12$ et celui des grains fins pour $\epsilon=0,4$. La distribution quasi-bimodale à $\dot{\epsilon}_1$ pour $\epsilon=0,63$ est moins marquée après le recuit subsolvus et décalée vers les diamètres plus élevés.

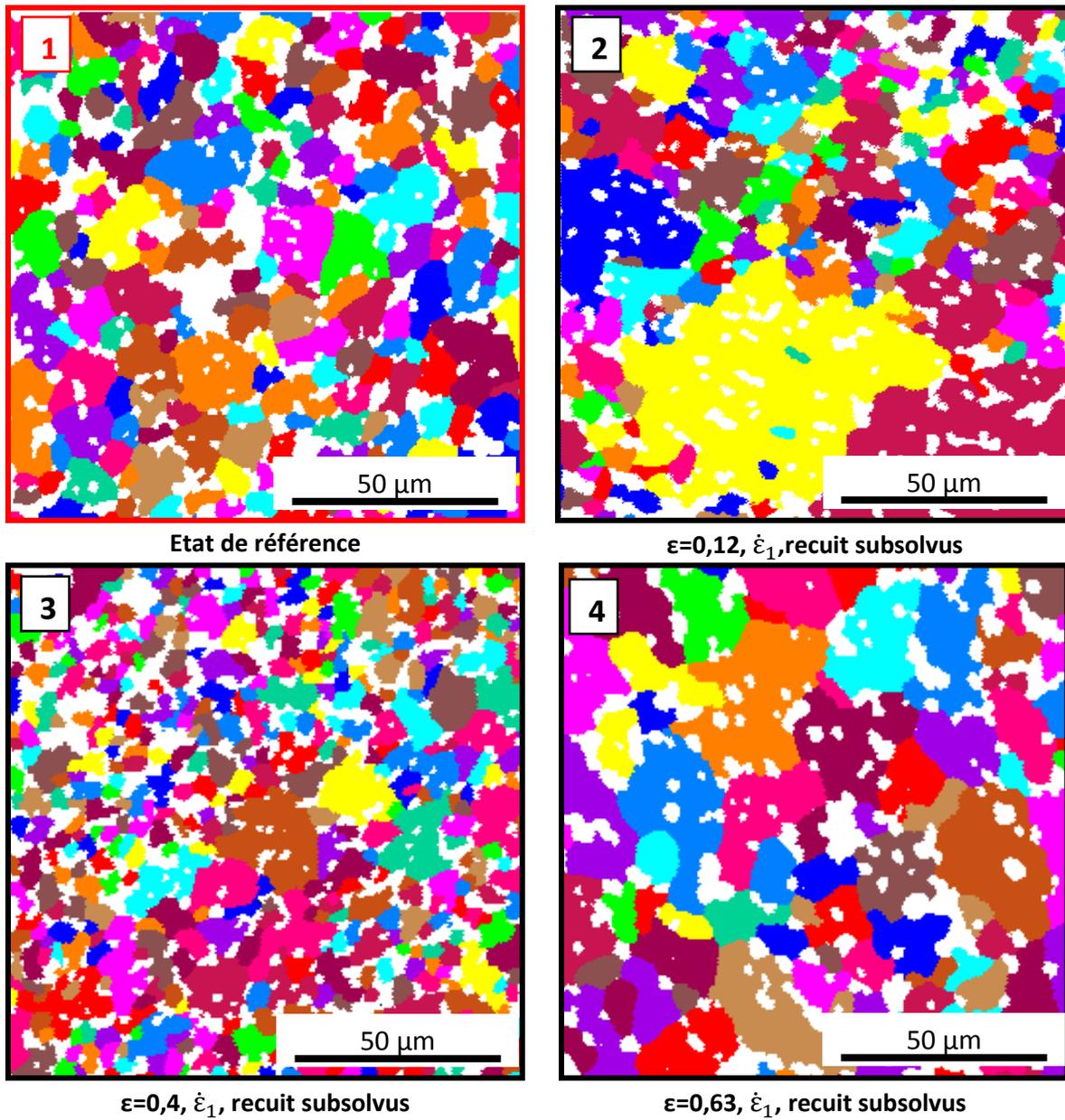


Figure III-14 : Microstructures déformées à $\dot{\epsilon}_1$ puis recuites à T_{sub} .

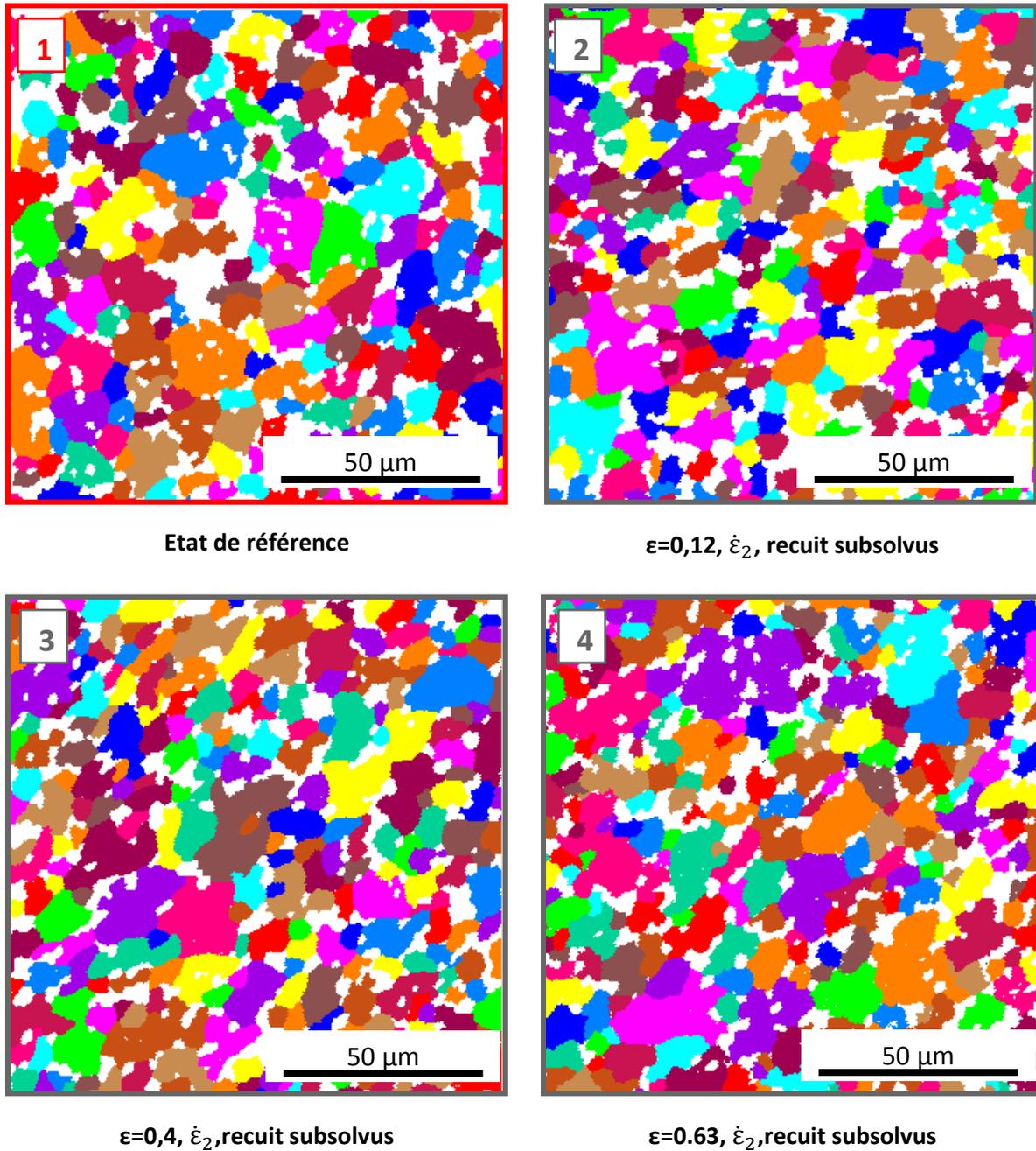


Figure III-15 : Microstructures déformées à $\dot{\epsilon}_2$ puis recuites à T_{sub} .

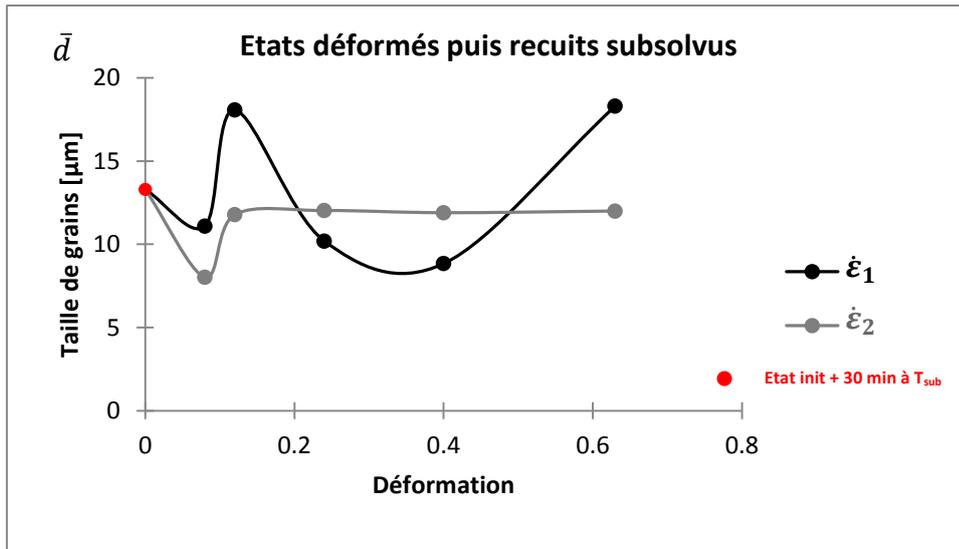


Figure III-16 : Effet de la déformation préalable sur la taille de grains dans les microstructures obtenues après le traitement thermique de 30 min à T_{sub} .

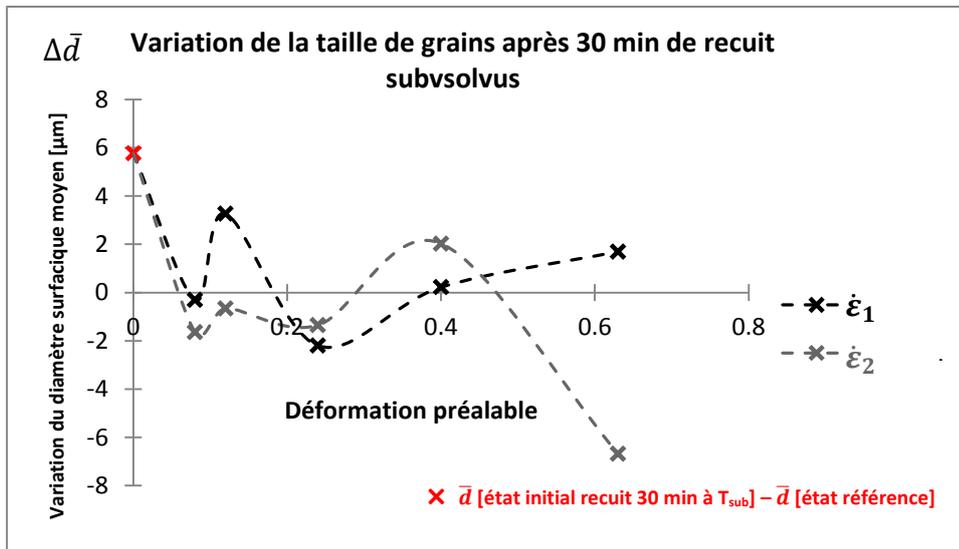


Figure III-17 : Variation de la taille de grains au cours du recuit de 30 min à T_{sub} en fonction de la déformation.

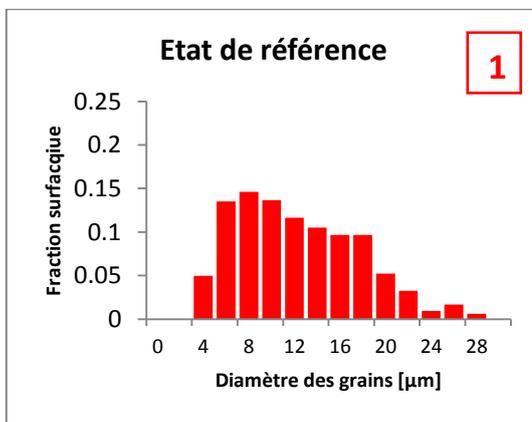
L'invariabilité de la taille des grains à $\dot{\epsilon}_2$ n'est pas un simple effet de moyenne. Les histogrammes de figure III-18 montrent clairement des distributions très similaires. Pour les échantillons déformés à cette vitesse, le recuit contribue considérablement à l'homogénéisation de la distribution de la taille de grains malgré des microstructures assez différentes en fin de déformation (histogrammes gris des figs. III-6 et 18). Cet effet d'homogénéisation est très marqué pour la déformation $\epsilon=0,63$ étant donné l'importante évolution de l'histogramme entre la figure III-6 et figure III-18. Le pic des gros grains disparaît au profit d'une augmentation de la proportion des grains plus petits (6-8 μm de diamètre). Ceci pourrait être expliqué à nouveau par la recristallisation postdynamique, intervenant cette fois à un niveau de déformation dépassant le seuil de la recristallisation dynamique ($\epsilon \approx 0,4$). En revanche quand la déformation est appliquée à $\dot{\epsilon}_1$, la distribution de taille de

grains qui apparaît pendant la déformation est à peu près conservée au cours du recuit subsolvus (histogrammes noirs des figs. III-6 et 18).

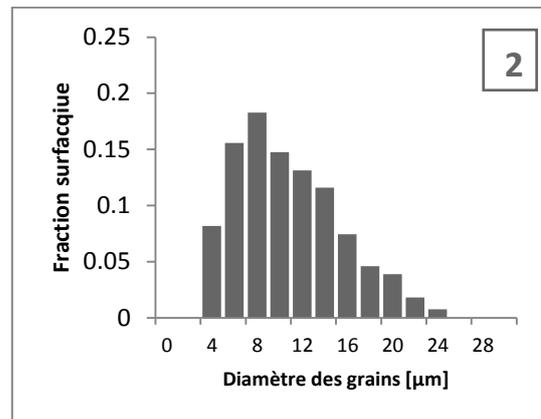
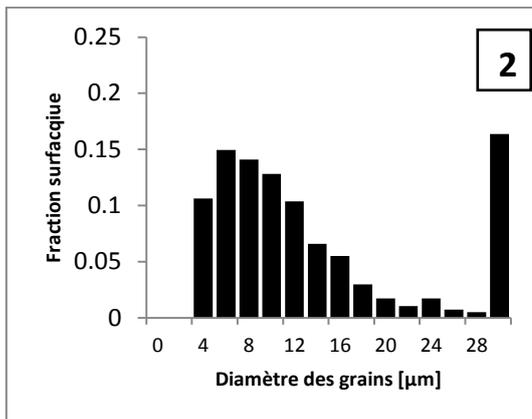
Le facteur probablement responsable de cet écart est la capacité des joints de grains à franchir les précipités comme en témoigne la présence de précipités intragranulaires dans la microstructure n°2 de la fig. III-14. Si la vitesse de déformation est élevée, les joints de grains semblent disposer de suffisamment de force motrice pour pouvoir franchir les précipités γ' primaires aussi bien pendant la déformation qu'au cours du recuit ultérieur. Ceci n'est pas le cas quand la vitesse de déformation est plus faible. Les joints de grains restent alors majoritairement bloqués sur les γ' primaires comme on peut le voir sur les cartographies de la figure III-15.

Ce raisonnement est également valable pour le niveau de déformation supérieur $\epsilon=0,63$, puisque l'on constate que les grains ont plus de facilité à croître lorsque la déformation est appliquée à $\dot{\epsilon}_1$.

$\epsilon=0$



$\epsilon=0,12$



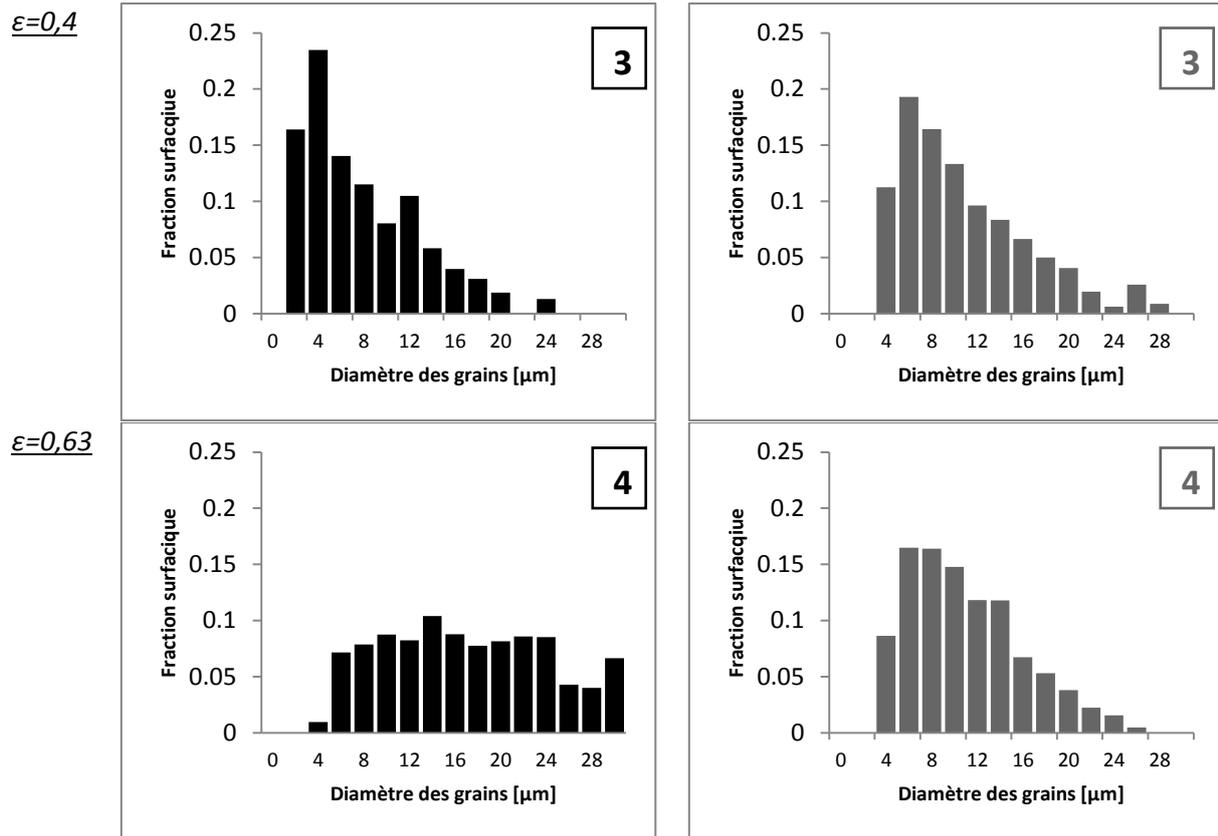


Figure III-18 : Effet de la déformation sur la distribution de taille de grains. Etats déformés à ϵ_1 et ϵ_2 puis recuits pendant 30 min à T_{sub} .

III.2.2.2 Influence de la déformation préalable sur les densités de joints de macles obtenues après recuit à T_{sub}

La figure III-19 représente la variation de la densité de joints $\Sigma 3$ au cours du recuit subsolvus par rapport à celle mesurée dans les états déformés et ensuite trempés en fonction de la déformation (valeurs de l'état final moins les valeurs de l'état initial). Les figures III-20 et 21 représentent respectivement les quantités de joints $\Sigma 3$ et les proportions de macles incohérentes.

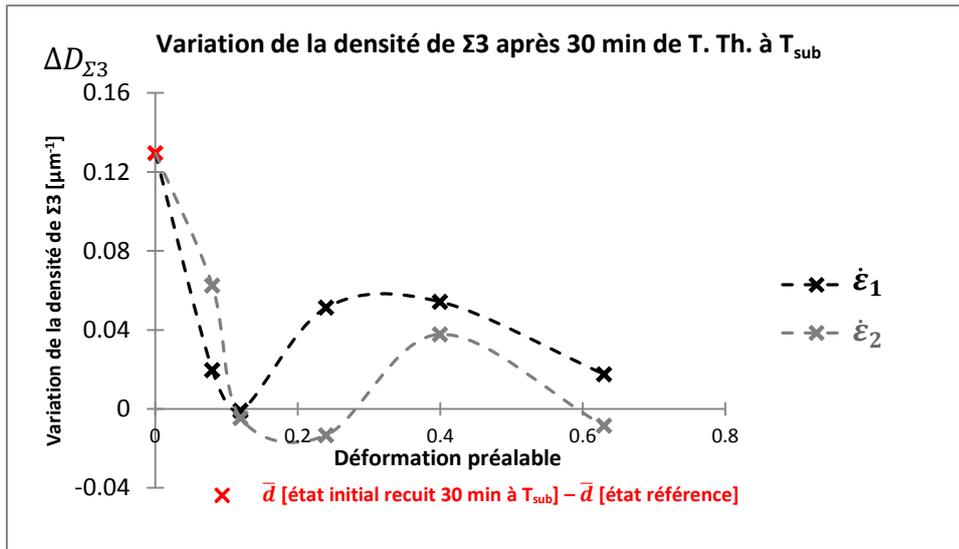


Figure III-19 : Variation de la densité de joints $\Sigma 3$ suite au recuit de 30 min à T_{sub} en fonction de la déformation.

Les variations de la densité de joints $\Sigma 3$, $\Delta D_{\Sigma 3}$, au cours du recuit subsolvus sont essentiellement positives (fig. III-19). Le mouvement des joints de grains pendant ce recuit semble donc favorable à la création de macles. En valeurs relatives, la vitesse élevée $\dot{\epsilon}_1$ est globalement plus favorable à la formation de macles que la vitesse $\dot{\epsilon}_2$. Ce sont plutôt les déformations intermédiaires qui donnent un meilleur apport de macles pendant le recuit subsolvus. En valeurs absolues et pour les deux vitesses, par contre, $D_{\Sigma 3}$ diminue de manière monotone avec la déformation.

Dans la figure III-19, la valeur assez élevée, enregistrée pour $\epsilon=0$, montre que l'évolution de l'état initial, brut de la barre forgée, au cours du recuit subsolvus est plus favorable à la formation de macles que tous les états déformés à T_{sub} .

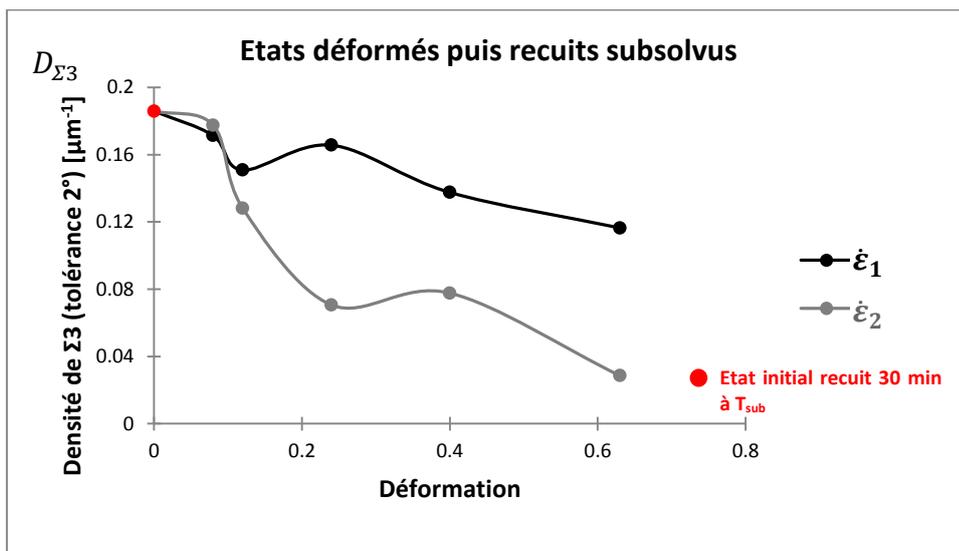


Figure III-20 : Effet de la déformation préalable sur densité de $\Sigma 3$ dans les microstructures obtenues après le traitement thermique de 30 min à T_{sub} .

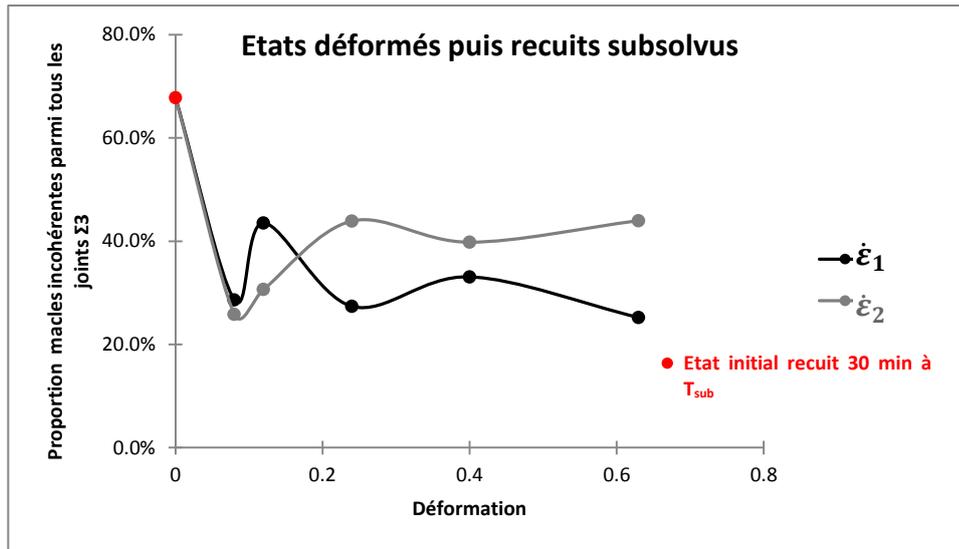


Figure III-21 : Evolution de la fraction de macles incohérentes dans les échantillons déformés en torsion à T_{sub} et traités en subsolvus.

Pour $\varepsilon > 0$, la proportion de macles incohérentes varie peu en fonction de la déformation (figure III-21) (entre 30 et 40%). Les proportions de macles incohérentes ont tendance à diminuer au cours du recuit en comparaison avec les valeurs mesurées sur les échantillons déformés et trempés (fig. III-8) surtout pour les échantillons déformés de $\varepsilon = 0,63$ à ε_1 et de $\varepsilon = 0,4$ à ε_2 , en passant de plus de 40% à 20% et de 50% à 30% respectivement. En contrepartie, les densités totales de joints $\Sigma 3$ tendent à augmenter au cours du recuit (valeurs globalement positives sur la fig. III-19). On conclut donc davantage à une genèse de nouvelles macles thermiques cohérentes plutôt qu'à un développement des macles incohérentes existantes.

Seul l'état initial échappe à la précédente conclusion, sa proportion de macles incohérentes augmentant considérablement au cours du recuit subsolvus, de 50% à presque 70%. La densité totale de joints $\Sigma 3$ augmente également de plus de $0.12 \mu m^{-1}$. Un développement des macles incohérentes est donc ici à prendre en compte, en plus d'un mécanisme de création de nouvelles macles cohérentes, et qui doit être lié à l'histoire thermomécanique particulière de la barre forgée (sans doute écrouie à de plus faibles températures que T_{sub}).

III.2.3 Evolution microstructurale au cours d'un recuit supersolvus

Dans ce paragraphe, nous analysons l'effet de la déformation préalable sur l'évolution des microstructures déformées-trempées recuites à la température supersolvus.

III.2.3.1 Influence de la déformation préalable sur l'évolution de la taille de grains

L'élément nouveau avec le passage en supersolvus est la dissolution des précipités γ' primaires. Une fois éliminé cet obstacle qui entravait, ou, du moins, freinait, le mouvement

des joints de grains, la taille de grains augmente considérablement. Les moyennes se situent désormais autour de 80 μm au lieu de $\sim 15\mu\text{m}$ avant le passage en supersolvus (figure III-22). Par soucis de représentativité statistique nous avons gardé le même nombre de grains analysés pour les microstructures biphasées et monophasées. Par conséquent, nous avons dû élargir considérablement les champs mesurés. De ce fait, les échelles d'hétérogénéité liées notamment à la distribution spatiale des précipités primaires ne sont plus les mêmes. En effet, les zones où il y a une forte concentration de précipités en d'autres termes où la croissance de grains est plus freinée n'ont pas la même étendue relativement à la taille de grains qu'avant passage en supersolvus.

Bien que le traitement supersolvus modifie radicalement la microstructure issue de la déformation, la taille de grains dépend nettement de la déformation préalable (fig. III-22). La forme des courbes d'évolution de la taille de grains en fonction de la déformation est assez différente pour les états trempés et les états recuits supersolvus. Nous notons par ailleurs que l'incidence de la déformation sur l'évolution de la taille des grains au cours de recuits supersolvus est différente de celle au cours de recuits subsolvus : les formes des courbes des figures III-22 et III-16 ne sont pas comparables.

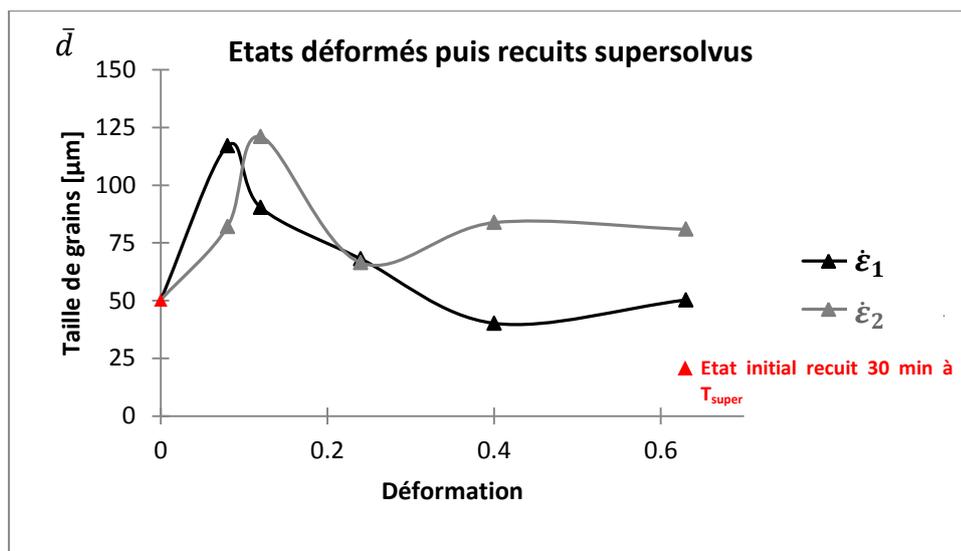


Figure III-22 : Taille de grains en fonction de la déformation préalable obtenue à l'issue du recuit supersolvus.

Les faibles déformations préalables favorisent davantage la croissance des grains en supersolvus que ne le font les grandes déformations. Ceci est valable pour les deux vitesses de déformation. Pour les grandes déformations ($\epsilon \geq 0,4$), les grains déformés à faible vitesse $\dot{\epsilon}_2$ croissent plus que ceux déformés à $\dot{\epsilon}_1$ pendant le traitement supersolvus. Comparant les cartographies des figures III-23 ($\dot{\epsilon}_1$) et 24 ($\dot{\epsilon}_2$), pour ces mêmes niveaux de déformation, les microstructures déformées à la plus grande vitesse sont relativement fines et homogènes. Cette homogénéisation pourrait être ici encore (voir paragraphe II.2.2.1) l'effet combiné de la recristallisation dynamique et postdynamique, toutes deux plus actives aux vitesses

élevées, la recristallisation postdynamique intervenant cette fois au cours de la montée en température.

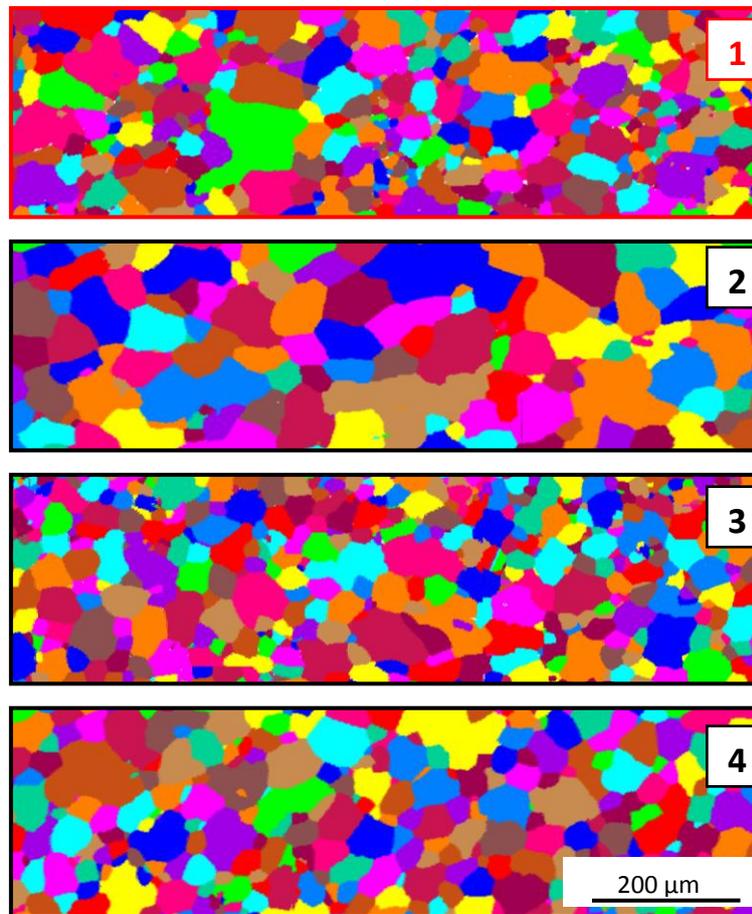


Figure III-23 : Cartographies des grains des états déformés à ϵ_1 puis recuits pendant 30 min à T_{super}

Cette interprétation est confirmée par l'examen des histogrammes de la fig. III-25 qui indique à la fois des structures plus grossières après des déformations à ϵ_2 , et un resserrement des distributions (aux deux vitesses) lorsque les déformations augmentent.

L'examen des histogrammes et des cartographies des microstructures déformées à ϵ_2 montre également que l'écart de $25\mu\text{m}$ avec la taille moyenne des grains obtenue à ϵ_1 pour les grandes déformations (fig. III-22 à partir de $\epsilon=0,4$) est le résultat d'un grossissement des grains menant à des microstructures relativement hétérogènes (cartographies 3 et 4 de la fig. III-24).

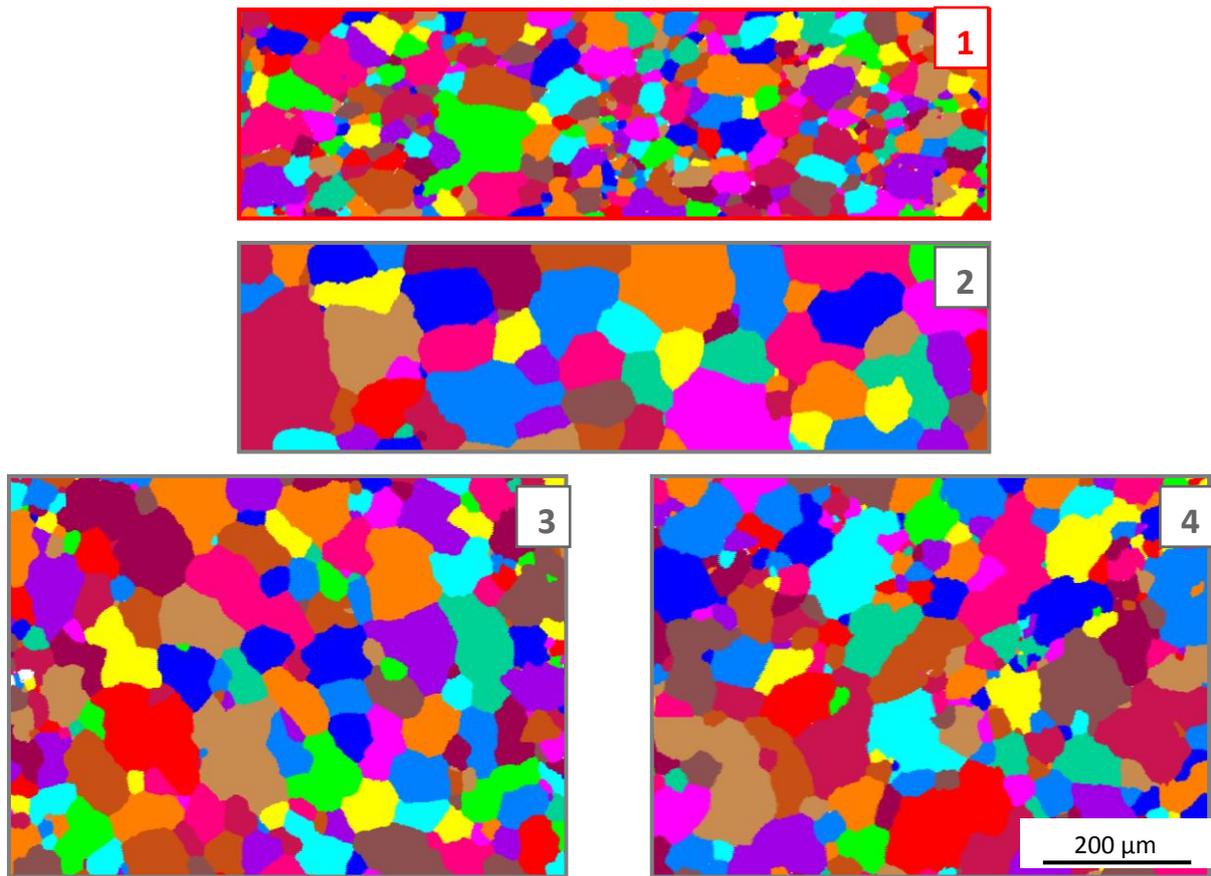
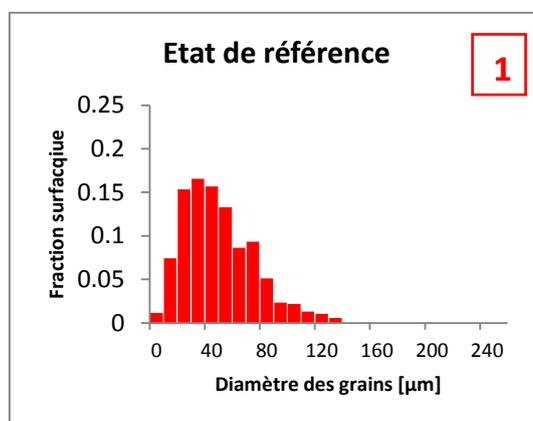
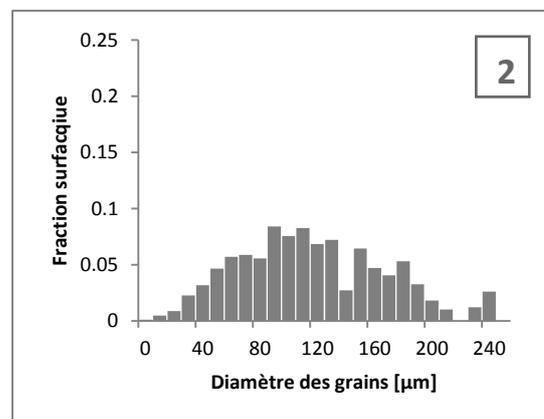
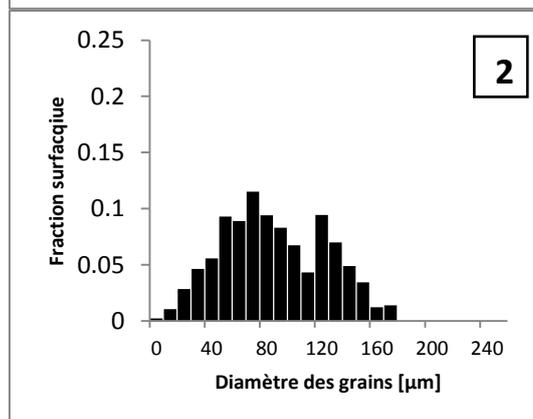


Figure III-24 : Cartographies des grains des états déformés à ϵ_2 puis recuits pendant 30 min à T_{super}

$\epsilon=0$



$\epsilon=0,12$



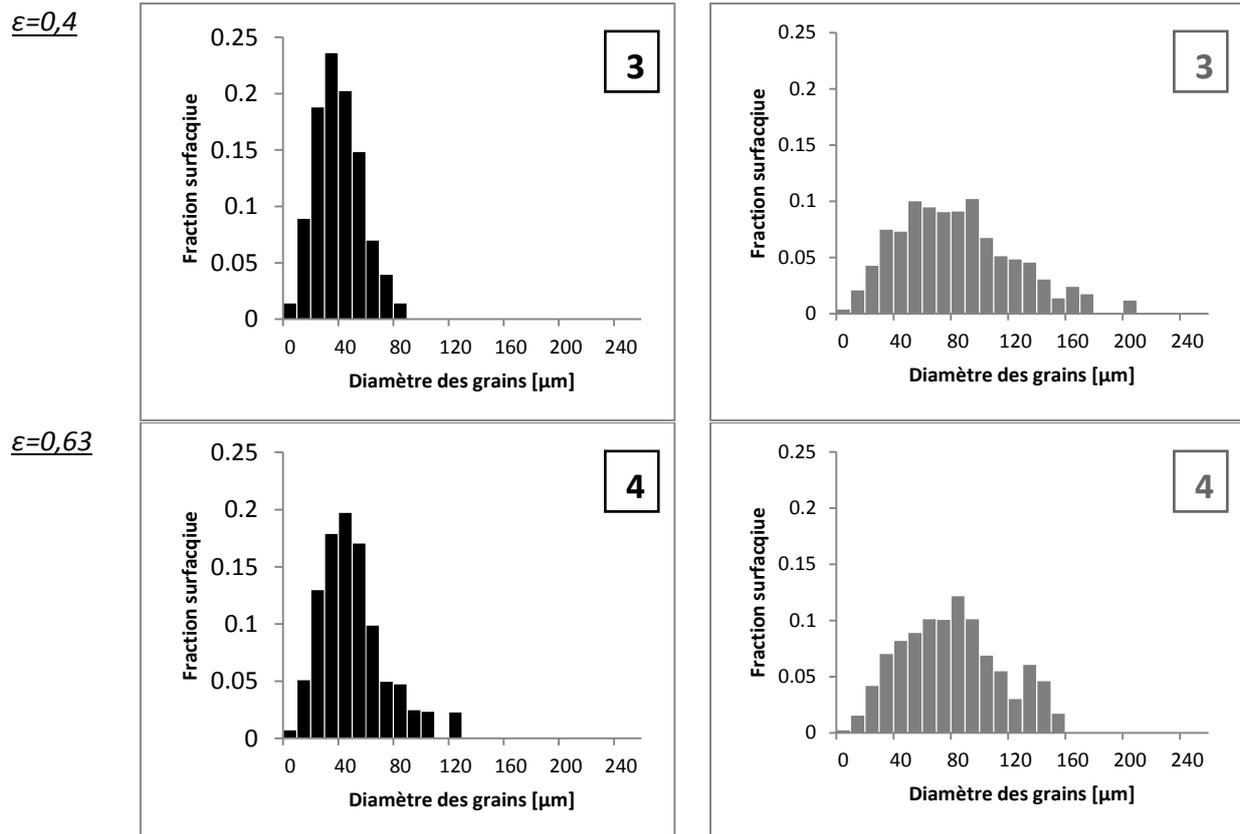


Figure III-25 : Effet de la déformation sur la distribution de taille de grains. Etats déformés à ϵ_1 et ϵ_2 puis recuits pendant 30 min à T_{super}

III.2.3.2 Influence de la déformation préalable sur les densités de joints de macles obtenues après recuit à T_{super}

D'un point de vue général, les densités de joints $\Sigma 3$, $D_{\Sigma 3}$, obtenues après passage en supersolvus sont environ 2 à 3 fois plus faibles que dans les microstructures fines et biphasées ($\sim 7 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$ contre 1 à $2 \cdot 10^{-1} \mu\text{m}^{-1}$) (figure III-26). En dépit de cette diminution, nous pensons que les recuits supersolvus sont favorables à la formation de macles. En effet, la présence de parois de macles qui traversent la totalité des grains, illustré fig. III-28, suggère que celles-ci ont été formées plutôt pendant la croissance des grains au cours du recuit supersolvus et ne sont pas héritées des microstructures trempées.

En comparant les microstructures issues du recuit supersolvus entre elles, nous remarquons que les faibles déformations, qui favorisent la croissance de grains, favorisent également la formation des macles et donnent les densités de joints $\Sigma 3$ les plus élevées.

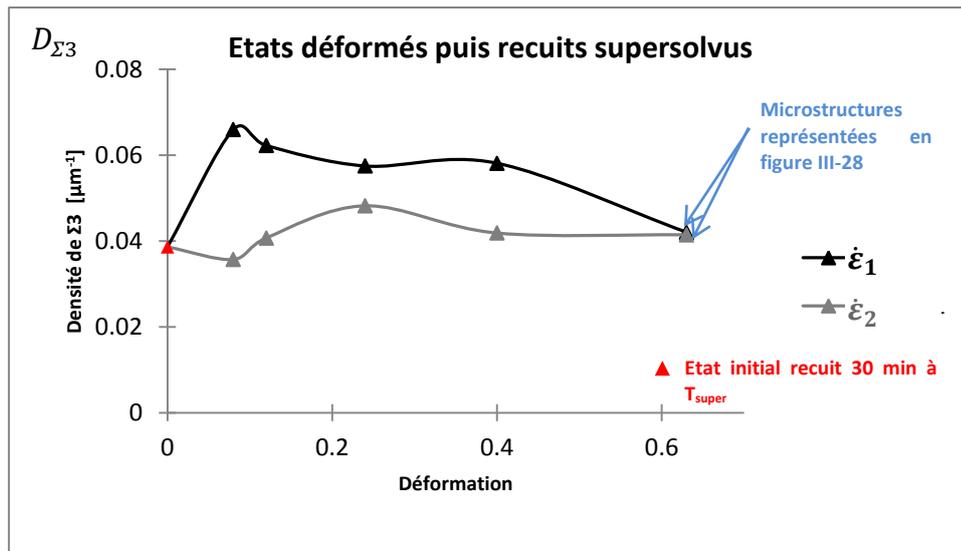


Figure III-26 : Influence de la déformation préalable sur l'évolution de la densité de joints $\Sigma 3$ obtenus dans les microstructures ayant subi un recuit supersolvus

Le recuit supersolvus diminue légèrement les proportions de macles incohérentes pour la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_1$ (figure III-8 et figure III-27). Les joints $\Sigma 3$ quantifiés sont davantage le résultat de la création de nouvelles macles cohérentes que du développement des macles incohérentes existantes qui auraient migré lors du traitement thermique. Nous rappelons l'effet similaire du recuit subsolvus qui a diminué les proportions de macles incohérentes (fig. III-21). Si les microstructures sont déformées à $\dot{\epsilon}_2$, en revanche, les proportions de macles incohérentes ne diminuent pas beaucoup voire augmentent ($\epsilon=0,12$). Les nouvelles macles thermiques formées au cours du traitement supersolvus présentent alors probablement des proportions incohérentes ou alors la longueur des macles incohérentes existantes, formées avant passage en supersolvus, augmente suite à leur migration au cours du traitement thermiques supersolvus. Ces données indiquent donc que la vitesse de déformation joue un rôle sur la manière dont les macles se développent au cours d'un traitement thermique. Afin de confirmer visuellement l'analyse quantitative reportée sur la figure III.27, la figure III-28 montre une microstructure déformée à $\dot{\epsilon}_2$ présentant une importante proportion de macles incohérentes, clairement hors du plan $\{111\}$ et la compare à la microstructure n°4, $\dot{\epsilon}_1$ dont la plupart des joints de macles constituent des parois cohérentes. Les deux états de la fig. III-28 sont indiqués par des flèches sur les figures III-26 et III-27.

Bien que les grains de la microstructure initiale aient montré une grande aptitude à macler pendant le recuit subsolvus, la microstructure obtenue après mise en solution des précipités et recuit supersolvus présente, comme souligné plus haut, une plus faible densité de joints $\Sigma 3$. Le traitement supersolvus modifie donc de manière importante les microstructures de déformation en termes de densités de macles, comme nous le discuterons par la suite.

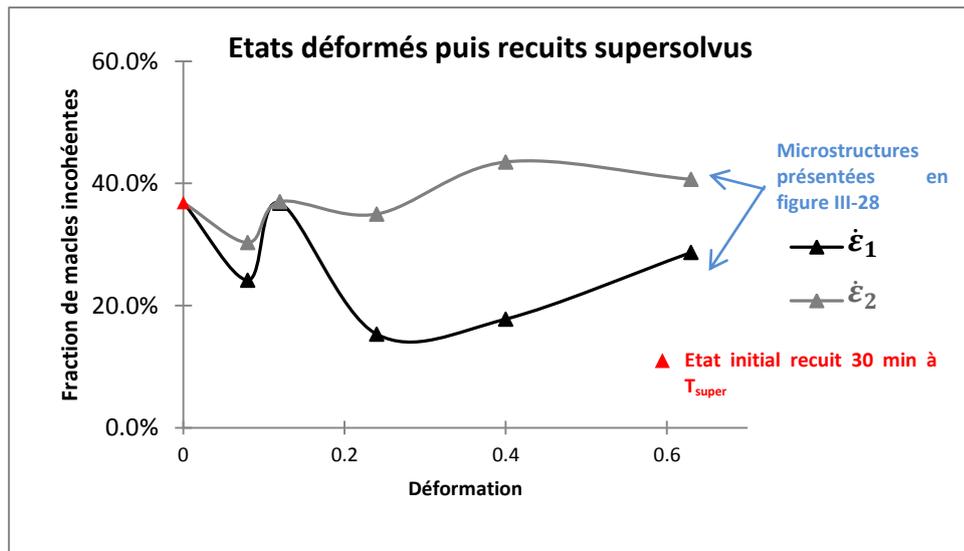


Figure III-27 : Fraction des macles incohérentes dans les microstructures ayant subi un recuit supersolvus en fonction de la déformation préalable

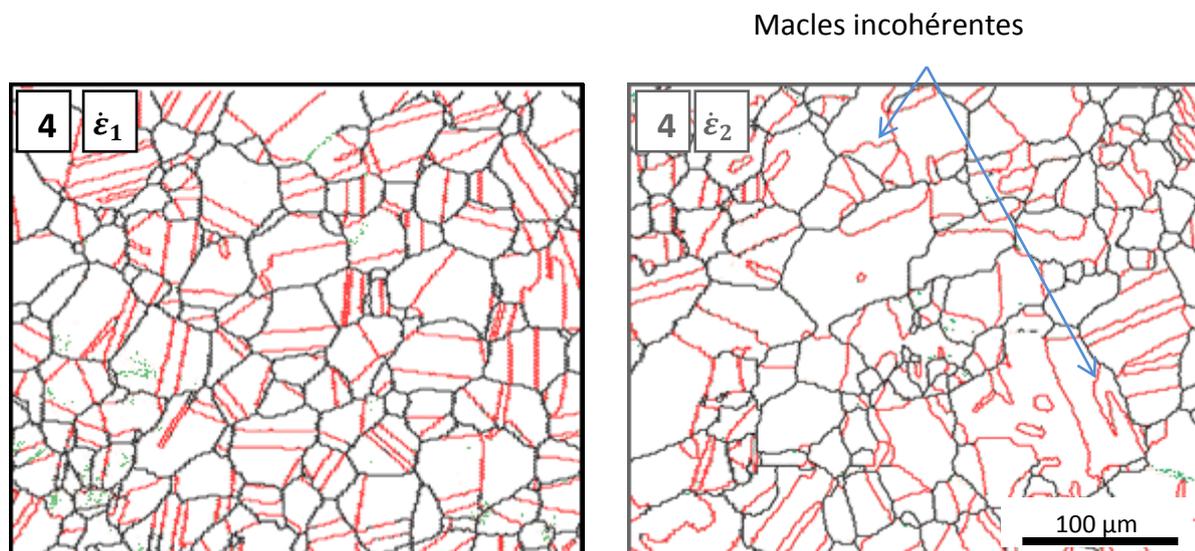


Figure III-28 : Microstructures de joints de grains obtenues après le traitement supersolvus. Les faibles désorientations ne sont pas comparables à celle représentées dans les figures III-9 et III-10 compte tenu de la différence entre les pas de mesure (1,5 μm contre 0,4 μm)

III.3 Etude des mécanismes impliqués dans l'évolution de la microstructure

III.3.1 Evolution microstructurale

En se basant sur l'évolution de la taille de grains pendant la déformation (figure III-5), trois régimes peuvent être identifiés. Les échantillons, étiquetés de 2 à 4, sont représentatifs de chaque régime :

a. $\varepsilon < 0,4$: **Mode «SIBM»**, (*Strain Induced Boundary Migration*)

Contrairement à l'utilisation habituelle de ce terme dans la littérature qui consiste à décrire la croissance des germes de grains recristallisés, nous l'employons ici au sens littéral : la migration de joints de grains engendrée par la déformation plastique via les gradients de densité de dislocations.

Une croissance de grains assez importante a été constatée pendant les premiers stades de la déformation (fig. III-3 : microstructure n°1 → microstructure n°2). La vitesse de déformation élevée favorise davantage le déclenchement de la SIBM car elle génère sans doute des densités et des gradients de densité de dislocations plus importants. La microstructure n°2 de la figure III-3 montre que certains grains ont crû, localement, beaucoup plus que leurs grains voisins. Ceci peut être expliqué par leur orientation relative par rapport au chargement macroscopique. En effet, les grains orientés de telle façon que leurs systèmes de glissement soient peu activés, pouvant être caractérisés par un facteur de Taylor faible, présentent de faibles densités de dislocations, ce qui génère des gradients de densité de dislocations locaux assez élevés lorsque les grains voisins présentent des densités de dislocations plus élevées (facteurs de Taylor élevés).

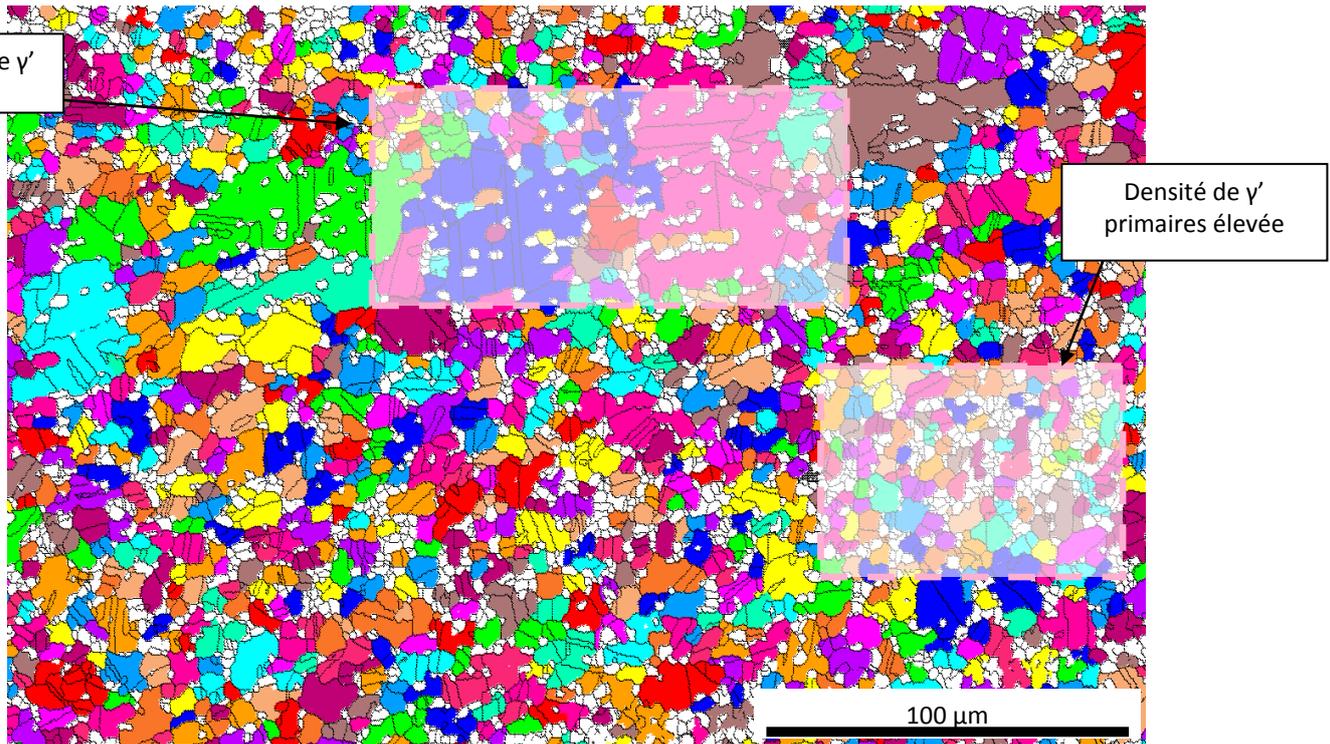


Figure III-29 : Echantillon déformé trempé ($\epsilon=0,12$ à ϵ_1). Les couleurs des grains sont aléatoires, les précipités apparaissent en blanc, les joints de plus de 10° de désorientation apparaissent en noir (γ compris les interfaces grains/ γ' primaires). Seuil de détection des grains diamètre = $4,5 \mu\text{m}$.

Nous avons observé, par ailleurs, que les grains qui arrivent à croître en englobant les précipités sont souvent situés dans les régions où la fraction volumique des précipités primaires est relativement basse (fig. III-29). La croissance irrégulière de ces grains serait donc due à la SIBM et amplifiée par le faible ancrage local.

Les gros grains s'étant développés pendant la déformation à ϵ_1 continuent à grossir au cours du recuit subsolvus. La taille moyenne des grains de plus de $28 \mu\text{m}$ de diamètre passe de $37 \mu\text{m}$ à $52 \mu\text{m}$ dans l'échantillon déformé de $\epsilon=0,12$ (microstructure n°2 des figures III-3 et III-14). En revanche à ϵ_2 , d'une part les grains croissent moins pendant la déformation et d'autre part leur taille moyenne diminue au cours du recuit subsolvus. La population des grains ayant plus de $28 \mu\text{m}$ de diamètre diminue (histogramme n°2 fig. III-6) à la suite du traitement thermique subsolvus (histogramme n°2 fig. III-18). Cela peut être expliqué par le fait que :

1. Les grains ayant pu croître lors de la déformation ne disposent plus de suffisamment d'énergie pour continuer à se développer car les gradients de densité de dislocation sont moins importants quand la déformation est appliquée à ϵ_2 plutôt qu'à ϵ_1 .
2. La probabilité qu'un joint de grains rencontre un précipité augmente avec la longueur de ce joint (i.e. les périmètres des grains associés). Les gros grains sont donc plus concernés par l'ancrage. Les petits grains peuvent se développer au détriment des plus gros grains, ce qui peut mener à une diminution du diamètre moyen des grains

telle qu'il est calculé, avec une pondération surfacique. Nous donnons l'exemple suivant pour illustrer ce phénomène. Considérons une population de 6 grains constituée d'un gros grain de 20 μm^2 de surface et 5 petits grains de 2 μm^2 de surface, soit une surface totale de 30 μm^2 et un diamètre moyen de 5,8 μm . Si tous les petits grains doublent de taille à surface totale constante, le diamètre moyen de cette population de grains tombe à 4 μm .

b. $\varepsilon \approx 0,4$: Mode « DRX » : Recristallisation dynamique

La DRX est le phénomène pouvant expliquer l'affinage des grains autour de ce niveau de déformation. Dans le but d'affirmer, de manière irréfutable, l'activation de la DRX dans cette plage de déformation, nous avons mesuré la taille moyenne des plus petits grains représentant une fraction de 20% en nombre, $\bar{d}_{20\%}$ (figure III-30). La forme globale des courbes est similaire à celle représentant la taille moyenne de tous les grains (figures III-5 et III-16), excepté pour le pic après faible déformation à ε_1 , qui est donc la conséquence de la croissance des plus gros grains. La valeur de $\bar{d}_{20\%}$ des états trempés diminue à partir de $\varepsilon=0,12$ pour les deux vitesses et n'augmente qu'à $\varepsilon=0,63$. Ceci est le signe de l'augmentation progressive de la densité de germes en fonction de la déformation jusqu'à ce que la fraction de grains recristallisés maximale ($\leq 100\%$) soit atteinte, sans doute au voisinage de $\varepsilon=0,63$. Le seuil critique de la DRX se situerait autour de $\varepsilon=0,12-0,24$. Il s'agit évidemment d'un critère macroscopique, et les fluctuations locales de ces phénomènes peuvent être importantes.

D'après la littérature (Humphreys et Hatherly 2004), le seuil de déclenchement de la recristallisation dynamique dépend de la vitesse de déformation. Elle intervient, en effet à des niveaux de déformation plus bas pour les vitesses de déformation les plus basses témoignant d'une cinétique plus rapide. Nos observations, néanmoins, ne nous permettent pas à ce niveau de vérifier ce résultat étant donné que le seuil se situe dans la même plage de déformation pour les deux vitesses de déformation (entre 0,12 et 0,24). L'écart entre celles-ci n'est pas suffisamment significatif pour discriminer les seuils de déclenchement de la DRX.

L'affinage plus important à ε_1 suggère une densité de grains recristallisés plus importante et/ou une recristallisation plus complète. La poursuite de l'affinage au court du recuit subsolvus semble être le signe d'une recristallisation postdynamique. Ceci ne semblerait pas compatible avec la cinétique plus lente de DRX

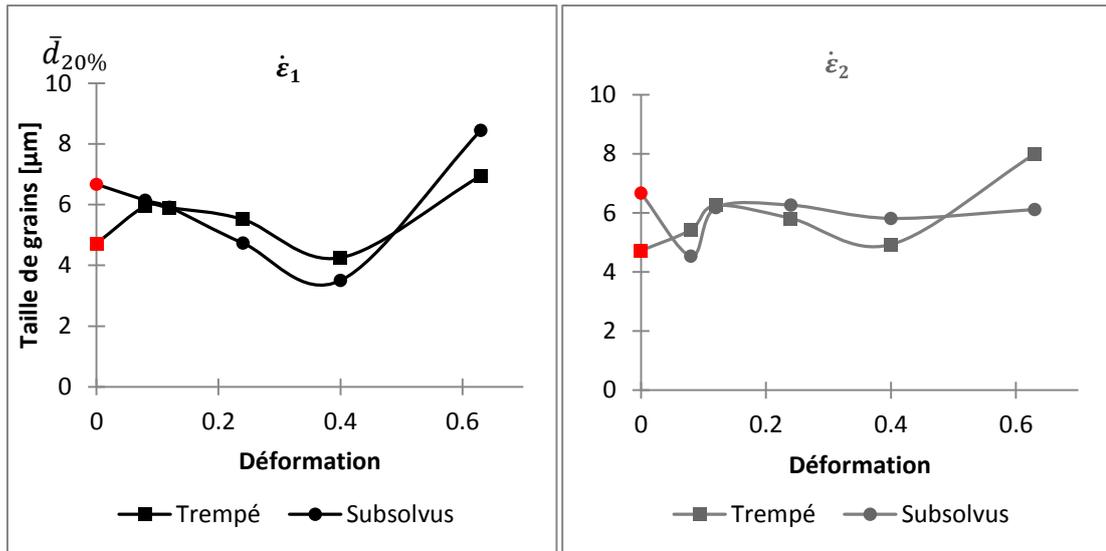


Figure III-30 : Taille moyenne des 20% (en nombre) plus petits grains en fonction de la déformation

c. $\epsilon \geq 0,63$: Mode « *steady-state* » : Régime stationnaire

Ce terme est utilisé pour désigner l'état stationnaire atteint par la microstructure après le déclenchement de la DRX. Cet état est caractérisé par une taille de grains et une contrainte d'écoulement qui dépendent seulement de la vitesse de déformation et de la température. Ceci a été observé dans les matériaux monophasés (Derby 1992) et décrit par de nombreux modèles de DRX discontinue comme celui de Montheillet et al. (2009).

Pour ce qui concerne l'alliage de cette étude, les courbes rhéologiques de la figure III-2 montrent que la contrainte se stabilise à partir de $\epsilon=0,2$. Bien que le régime stationnaire n'apparaisse pas en terme de tailles de grain dans les courbes de la figure III-5, on peut mentionner ici que la taille moyenne de grains dans des échantillons beaucoup plus fortement déformés (jusqu'à $\epsilon=8$, essais non reportés ici) est sensiblement égale à celle des échantillons déformés de $\epsilon=0,63$ ($\bar{d} = 20 \mu\text{m}$ pour les vitesses $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$ et histogrammes comparables à ceux de $\epsilon=0,63$). Les distributions de tailles sont également similaires.

Les microstructures déformées à $\dot{\epsilon}_2$ de $\epsilon=0,63$ (fig. III- 17) et ensuite recuites en subsolvus subissent un affinage sans doute pour les mêmes raisons que celles évoquées au la section III.3.1.a. L'autre explication serait la recristallisation postdynamique que nous mentionnons dans le paragraphe III.2.2.1. Les microstructures déformées à $\dot{\epsilon}_1$, en revanche, ont tendance à croître au cours du recuit subsolvus (fig. III-17). L'effet de la vitesse de déformation est plus adéquat avec l'hypothèse de la recristallisation postdynamique que le mode DRX. En effet, étant donné que la cinétique de recristallisation est plus lente pour la vitesse $\dot{\epsilon}_1$, le matériau est plus écroui dans son ensemble, donc les germes croissent très vite et atteignent une taille plus importante avant de se rencontrer, car ils surmontent les obstacles que constituent les précipités.

III.3.2 Conséquences sur la formation des joints $\Sigma 3$

Dans cette section nous analysons l'évolution de la densité de joints $\Sigma 3$ en la confrontant à celle de la taille de grains. Les évolutions microstructurales observées sont également comparées à celles prévues par les modèles de la littérature.

Compte tenu de l'importance du facteur migration des joints de grains dans les évolutions microstructurales que nous avons observées, nous nous appuyons sur la théorie avancée par Gleiter (1969) qui consiste à expliquer la formation des macles thermiques par un *accident de croissance* (éq. I-13 et figure I-17) qui interviendrait lors de la migration des joints de grains. Se basant sur cette même hypothèse, Pande et al. (1990) ont proposé un modèle phénoménologique reliant la quantité de macles à la taille de grains. Ils supposent que la quantité de macles formées lors de la migration d'un joint de grains est proportionnelle au produit de la distance parcourue et de sa vitesse, elle-même considérée proportionnelle à la force motrice pilotant le mouvement du joint. Leur modèle ne prend en compte que la force motrice liée à la courbure.

Dans la figure III-31, nous représentons les densités de macles en fonction de la taille de grain de tous les échantillons analysés dans ce chapitre (plan expérience figure III-1). La courbe de Pande est tracée en bleu après l'identification des constantes de l'équation I-15 avec la méthode des moindres carrés. L'équation I-15 exprimée avec les grandeurs utilisées dans ce chapitre devient :

$$D_{\Sigma 3} = A \bar{d} \ln \frac{\bar{d}}{B} \quad (\text{III-1})$$

$$A = \frac{p_0}{D_0} = 0.9 \text{ et } B = D_0 = 2.6 \mu\text{m}$$

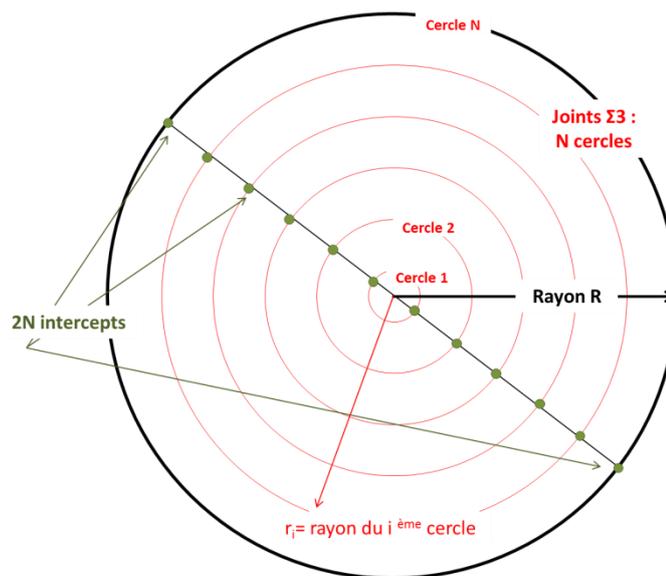


Figure III-31 : Représentation schématique 2D d'une microstructure purement isotrope de joints $\Sigma 3$

Pour Pande et al. (1990), la quantité de joints $\Sigma 3$ est le nombre de macles par unité de longueur, mesuré en comptant les joints $\Sigma 3$ rencontrés par un segment interceptant les joints de grains dans une direction donnée, et en divisant ce nombre par la longueur du segment. Elle est donc homogène à l'inverse d'une distance [m^{-1}].

Nous avons adopté un autre mode de calcul : à savoir la longueur des joints $\Sigma 3$ par unité de surface, également homogène à l'inverse d'une distance. Ce choix nous permet de nous affranchir du problème de l'anisotropie causée par l'alignement des précipités sur les lignes de fibrage.

D'un point de vue purement géométrique, les deux modes de calcul sont assez équivalents. Imaginons une microstructure parfaitement isotrope : où le nombre de joints $\Sigma 3$ interceptés par un segment est le même quelle que soit la direction du segment. La représentation schématique en deux dimensions de ces joints de grains est un ensemble de cercles concentriques (fig. III-31). Dans le tableau III-1, nous comparons les densités de $\Sigma 3$ obtenues selon les deux modes de calcul : la méthode des intercepts de Pande et la densité surfacique. Les deux méthodes de calcul donnent des résultats équivalents pour la microstructure schématique de la fig. III-31.

Tableau III-1 Comparaison des deux modes de calculs de densités de joints $\Sigma 3$: méthode des intercepts et densité surfacique

Calcul du nombre d'intercepts par unité de longueur ($D_{\Sigma 3 \text{ Pande}}$)	Calcul de la longueur par unité de surface ($D_{\Sigma 3 \text{ surfacique}}$)
<p>Longueur du segment = $2R$</p> $D_{\Sigma 3 \text{ Pande}} = \frac{N}{R}$	<ul style="list-style-type: none"> - Surface analysée = πR^2 - Longueur de joints $\Sigma 3$: <p>$l_{\Sigma 3}$ = Somme des périmètres des cercles</p> <ul style="list-style-type: none"> - Rayon du $i^{\text{ème}}$ cercle : $r_i = r_{i-1} + 2r_1$ $r_N = R = (2N - 1)r_1 \rightarrow r_1 = \frac{R}{2N-1}$ $r_i = (2i - 1) \frac{R}{2N - 1}$ $l_{\Sigma 3} = \sum_i^N 2\pi r_i = \frac{2\pi R}{2N - 1} (N(N + 1) - N)$ $l_{\Sigma 3} = \frac{2\pi R N^2}{2N - 1}$ $D_{\Sigma 3 \text{ surfacique}} = \frac{l_{\Sigma 3}}{\pi R^2}$

	$D_{\Sigma 3 \text{ surfacique}} = \frac{2N^2}{2N-1} \cong \frac{N}{R}$
--	---

Le modèle de Pande et al. (1990) (figure III-32) permet de reproduire grossièrement la variation globale de la densité de macles en fonction de la taille de grains dans l'alliage PER®72 traité thermomécaniquement (il est à noter que les données ne sont pas représentées sur une échelle logarithmique comme pour la figure I-22). Nous distinguons en effet 2 régimes :

1. Pour les faibles tailles de grains (<25µm), les densités de macles présentent une très forte dispersion. Le manque de cohérence avec le modèle de Pande peut être expliqué en partie par le fait que le nuage de points représente aussi bien des microstructures déformées (symboles carrés) que déformées puis recuites (symboles ronds).
2. Pour les microstructures plus grossières, obtenues principalement à l'issue du recuit supersolvus (symboles triangulaires), la force motrice liée à la courbure diminue considérablement et réduit la vitesse de migration de joints et donc le nombre de macles créées. Lorsque les joints des grains qui croissent balayent les grains qui rétrécissent la quantité de macles détruites est plus importante que celle des macles générées. Ceci explique les densités de macles relativement basses obtenues pour les microstructures à gros grains.

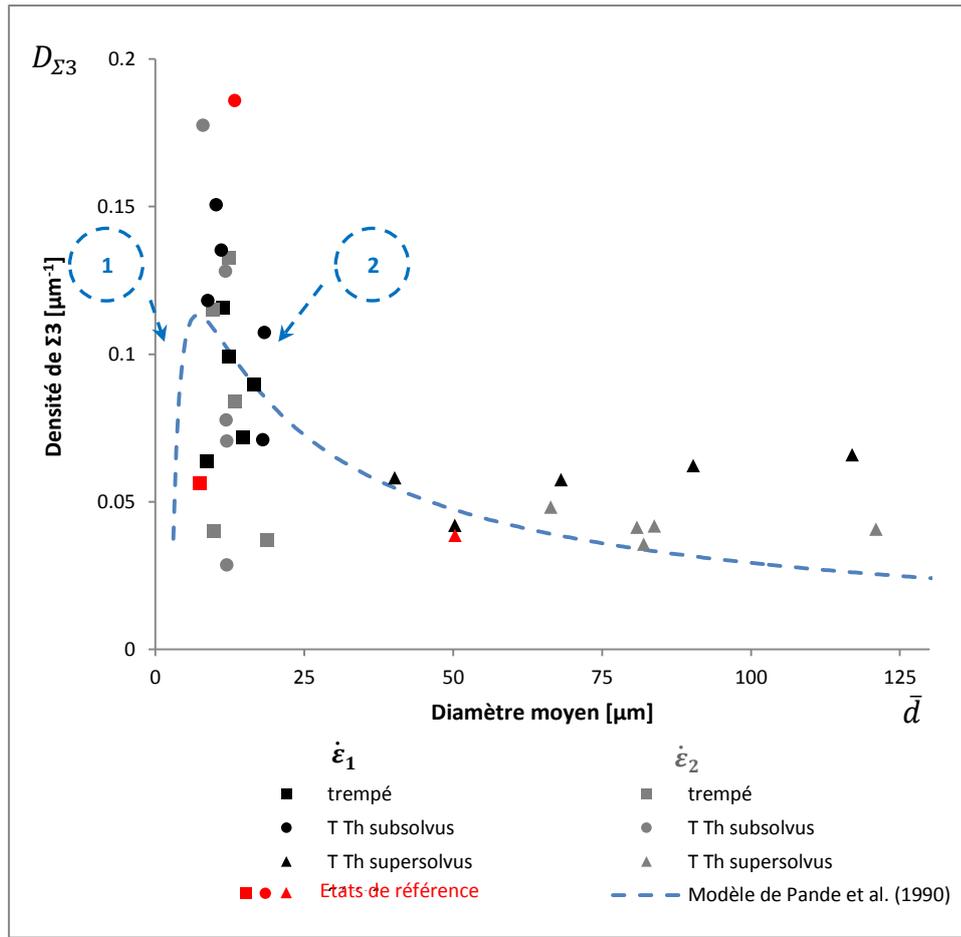


Figure III-32 : Confrontation des données expérimentales relatives à l'alliage PER[®]72 traité thermomécaniquement à chaud avec le modèle de Pande et al. (1990)

Nous remarquons que, d'après le modèle de Pande et al. qui n'intègre pas l'effet de la déformation plastique, la densité de joints Σ_3 diminue quand la taille de grains augmente (fig. III-32). Ceci n'est pas compatible avec les évolutions microstructurales de l'alliage PER[®]72, notamment celles des états déformés à la vitesse $\dot{\epsilon}_1$, puisque l'on a pu observer une densité de Σ_3 qui augmente avec la taille de grains.

Afin d'expliquer l'écart entre nos résultats expérimentaux et le modèle de Pande et al., nous analysons l'évolution de la force motrice produite par les gradients de densités de dislocations en se basant sur les évolutions microstructurales discutées dans le paragraphe précédent.

Le tableau III-2 récapitule les effets des recuits sur les microstructures déformées correspondant aux 3 régimes identifiés (paragraphe III-3-1).

Tableau III-2 Influence des recuits sur les quantités de macles et les tailles de grains dans les états issus des trois régimes de déformation identifiés en III-3-1, à $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$

$\dot{\epsilon}_1$	Mode « <i>SIBM</i> » 2	Mode « <i>DRX</i> » 3	Mode « <i>Steady-State</i> » 4
A l'issue de la déformation	$\bar{d} = 15 \mu\text{m}$ $D_{\Sigma 3} = 7.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$	$\bar{d} = 8,5 \mu\text{m}$ $D_{\Sigma 3} = 6.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$	$\bar{d} = 16,5 \mu\text{m}$ $D_{\Sigma 3} = 9.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$
Effet du recuit subsolvus	$\Delta\bar{d} = + 3\mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = 0 \mu\text{m}^{-1}$	$\Delta\bar{d} = + 0,5 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = + 6.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$	$\Delta\bar{d} = + 2 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = + 2.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$
Effet du recuit supersolvus	$\Delta\bar{d} = + 75 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = -1.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$	$\Delta\bar{d} = + 58 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = 0 \mu\text{m}^{-1}$	$\Delta\bar{d} = + 33 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = -5.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$

$\dot{\epsilon}_2$	Mode « <i>SIBM</i> » 2	Mode « <i>DRX</i> » 3	Mode « <i>Steady-State</i> » 4
A l'issue de la déformation	$\bar{d} = 12,5 \mu\text{m}$ $D_{\Sigma 3} = 13.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$	$\bar{d} = 10 \mu\text{m}$ $D_{\Sigma 3} = 4.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$	$\bar{d} = 18,5 \mu\text{m}$ $D_{\Sigma 3} = 4.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$
Effet du recuit subsolvus	$\Delta\bar{d} = - 0,5 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = 0 \mu\text{m}^{-1}$	$\Delta\bar{d} = + 2 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = + 4.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$	$\Delta\bar{d} = - 7 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = - 1.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$
Effet du recuit supersolvus	$\Delta\bar{d} = + 110 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = -9.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$	$\Delta\bar{d} = + 73 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = 0 \mu\text{m}^{-1}$	$\Delta\bar{d} = + 62 \mu\text{m}$ $\Delta D_{\Sigma 3} = 0 \mu\text{m}^{-1}$

Les effets des recuits sub- et supersolvus ne donnent pas les mêmes tendances. Le recuit supersolvus entraîne une croissance de grains plus importante dans les microstructures déformées à la vitesse la plus basse (62 à 110 μm pour $\dot{\epsilon}_2$ contre 31 à 75 μm pour $\dot{\epsilon}_1$). En revanche, quand le recuit est appliqué à T_{sub} , c'est la vitesse la plus élevée qui l'emporte. L'inversion de tendance peut être liée à la présence de la seconde phase qui conditionne le mouvement des joints de grains, ou bien à l'occurrence de la recristallisation dynamique. En effet, dans la plupart des cas, la déformation à $\dot{\epsilon}_2$ ne fournit pas suffisamment de force motrice (associée au gradient de densité de dislocations) aux joints de grains pour dépasser la barrière des précipités. La force de freinage par les précipités

empêche donc la microstructure de se développer (figure III-4). En revanche, si les précipités sont mis en solution (traitement supersolvus), les joints de grains sont libérés et les grains croissent. Pour les mêmes raisons liées aux faibles densités de dislocations, la recristallisation dynamique peut ne pas (ou peu) s'initier. La déformation à ϵ_1 permet de son côté le grossissement des grains malgré le freinage exercé par les γ' primaires (voir Figure III-3), et avant dissolution de ceux-ci. Elle est également plus susceptible d'initier une recristallisation dynamique.

Il est frappant de constater sur le tableau III-2 que les microstructures qui ont atteint les tailles de grain les plus élevées après recuit en supersolvus sont celles qui correspondent aux histogrammes de tailles de grains les plus larges (voir Figure III-25). On est donc tenté d'expliquer l'inversion de tendance sur les tailles de grains en recuit supersolvus par le niveau d'hétérogénéité de la microstructure. Le tableau III-3 montre en effet que pour tous les niveaux de pré-déformation, les évolutions de tailles de grains sont telles que la majeure partie des grains initiaux ont disparu après traitement. Cela signifie que la taille de grain finale est essentiellement gouvernée par des processus de croissance de grains, dictés exclusivement par l'effet de la courbure et l'énergie des joints de grains. La topologie granulaire va donc jouer : pour des microstructures très hétérogènes, les petits grains vont disparaître rapidement au profit des plus gros, ce qui va induire des tailles de grains finales plus importantes en moyenne, en accord avec les résultats du tableau III-2 et les histogrammes de la Figure III-25. L'origine des hétérogénéités peut venir des deux effets mentionnés plus haut : (a) effets d'ancrage des précipités, et (b) niveau de développement de la recristallisation dynamique. Pour le deuxième point, il apparaît sur la Figure III-25 que les états 3 et 4 après déformation à ϵ_1 sont bien ceux qui sont les plus susceptibles d'avoir recristallisé dynamiquement, et qui aboutissent à des tailles de grain finales les plus faibles.

La variation des quantités de macles au cours du recuit supersolvus conjugue l'effet de deux mécanismes :

1. Création de macles thermiques par le mouvement des joints de grains
2. Destruction des macles existantes quand elles sont balayées par les joints des grains qui croissent. Comme déjà mentionné plus haut, la différence entre les tailles de grains des états déformés et déformés / recuits supersolvus, montre que quelques pourcents seulement des grains subsistent après traitement thermique supersolvus (Tab. III-3). Nous avons calculé ces pourcentages à partir des diamètres moyens des figures III-5 et III-22. Il s'agit du rapport entre le nombre de grains nécessaires pour occuper un volume donné après passage en supersolvus et celui à l'issue de la déformation en faisant l'approximation de tous les grains ont la même taille qui est égale à la taille moyenne. La très grande majorité des grains issus de la déformation disparaissent.

On note de plus qu'en régime de pure croissance de grains (dominé par les effets de la courbure et l'énergie du joint de grains), la croissance des gros grains engendre moins de création de macles que celles des petits grains (courbures plus faibles), et parallèlement les

macles souvent très présentes dans les petits grains disparaissent, puisque ceux-ci sont éliminés au profit des plus grands. Ceci explique clairement pourquoi la valeur absolue des densités de macles est fortement réduite après recuit supersolvus.

Tableau III-3 Pourcentages en nombre des grains issus de la déformation et conservés par le recuit supersolvus

Mode	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$
SIBM	0,2 %	0,4%
DRX	1 %	0,2%
Steady-State	3,6 %	1,2%

Selon le tableau III-2, les configurations qui présentent les densités de joints $\Sigma 3$ les plus importantes combinées à une croissance importante des grains sont les modes (1) SIBM à $\dot{\epsilon}_1$ avec $\Delta\bar{d} = + 75 \mu\text{m}$ et $\Delta D_{\Sigma 3} = -1.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$ et (2) DRX $\dot{\epsilon}_2$ avec $\Delta\bar{d} = + 73 \mu\text{m}$ et $\Delta D_{\Sigma 3} = 0 \mu\text{m}^{-1}$. Cependant en valeur absolue, le mode "SIBM" à $\dot{\epsilon}_1$ produit une plus grande quantité de macles ($7.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$ contre $4.10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$), et ceci dès l'état déformé, où le mouvement des joints de grain a pu être davantage activé même en présence de précipités. Ceci se visualise aussi sur la Figure III-6, où l'on observe des histogrammes de tailles de grains similaires, exceptés un pic isolé aux plus grandes tailles pour le mode SIBM (état 2) à $\dot{\epsilon}_1$. On retrouve donc à nouveau les deux effets mentionnés plus haut, d'hétérogénéité de taille de grains et d'ancrage de précipités, pour expliquer les résultats obtenus en terme de densité de macles.

Au bout du compte, même si tous les mécanismes ne sont pas élucidés, on dispose de résultats illustrés par la figure III-32 ou le tableau III-2 qui permettent d'obtenir des combinaisons variables de densité de macles et de taille de grains, selon les chemins thermomécaniques utilisés. Des études complémentaires liant microstructure et propriétés d'emploi du matériau devront indiquer quelles sont les combinaisons optimales souhaitées.

III.4 Conclusion

Nous avons démontré dans ce chapitre que la quantité de macles et les tailles de grains obtenues dans l'alliage PER®72 à l'issue d'un recuit supersolvus dépendent significativement des paramètres de la déformation préalable. Ainsi Il est possible de contrôler le maclage thermique et la taille de grains via des traitements thermomécaniques à une seule passe par torsion à chaud dans l'alliage PER®72.

La complexité de cette étude réside dans le concours de nombreux mécanismes : la recristallisation dynamique, la SIBM (« Strain Induced Boundary Migration »), le mouvement de joints de grain, l'interaction avec la deuxième phase et le maclage thermique. De plus dans la gamme thermomécanique que nous avons testée les cinétiques de restauration sont assez rapides. Nous avons toutefois isolé dans la mesure du possible l'influence de chaque mécanisme. La recristallisation dynamique intervient à des niveaux de déformation

intermédiaires (autour de $\epsilon=0,4$), du moins aux vitesses de déformation les plus élevées. La SIBM a été observée suite aux petites déformations ($\epsilon < 0,23$) et est favorisée elle aussi par la vitesse de déformation la plus élevée. Nous avons identifié principalement deux phénomènes pilotant le mouvement des joints de grains : les gradients de densité de dislocations générés par la déformation, et l'ancrage exercé par les précipités primaires. Un élément complémentaire à prendre en compte en régime de croissance de grains concerne l'hétérogénéité des microstructures.

La formation de macles thermiques est favorisée quand la force motrice qui entraîne le mouvement des joints de grains est élevée, c'est-à-dire lorsque la vitesse du joint est importante. Le déclenchement de la recristallisation dynamique peut, suivant son état d'avancement, homogénéiser les densités de dislocations, affiner les microstructures, et influencer les forces motrices. Le mode « Strain Induced Boundary Migration » apparaît favorable à la genèse de macles car il est justement la signature d'importants gradients de densité de dislocations. De plus, contrairement à la DRX, il permet de conserver en partie la microstructure héritée de l'histoire thermomécanique du matériau initial, qui présente un intérêt en termes de quantités de macles (probablement car il a été déformé à des températures plus basses, introduisant ainsi des densités de dislocations élevées). Cependant le mode « Strain Induced Boundary Migration » provoque une croissance assez importante de certains grains en conditions subsolvus, et cette inhomogénéité de taille de grains peut avoir un effet néfaste sur la genèse des macles lors du recuit supersolvus, en favorisant les plus gros grains au détriment des plus petits sous l'effet de la force motrice liée à la courbure et l'énergie des joints de grains.

Dans la suite de ce manuscrit, nous nous intéressons aux effets des traitements multi-passes. Nous examinons notamment les effets de la multiplication de cycles élémentaires en mode « Strain Induced Boundary Migration ».

Chapitre IV : Influence des traitements thermomécaniques multipasses en torsion sur la microstructure de l'alliage PER®72

IV.1	EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE AU COURS DES DIFFERENTES PHASES D'UN TRAITEMENT THERMOMECHANIQUE MULTIPASSES.....	124
IV.1.1	PLAN D'EXPERIENCE	124
IV.1.2	COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE.....	125
IV.1.3	EVOLUTION DE LA TAILLE DE GRAINS.....	126
IV.1.4	EVOLUTION DE LA DENSITE DE MACLES	131
IV.2	INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUE MULTIPASSES A DEFORMATION TOTALE CONSTANTE SUR LES MICROSTRUCTURES FINALES.....	133
IV.2.1	PLAN D'EXPERIENCE	133
IV.2.2	COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE.....	135
IV.2.3	EFFETS DES TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUE SUR LES MICROSTRUCTURES FINALES	136
IV.2.3.1	ANALYSES DES ETATS SUPERSOLVUS.....	136
IV.2.3.2	ANALYSES DES ETATS SUBSOLVUS	137
IV.3	INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUE MULTIPASSES AVEC CYCLE ELEMENTAIRE FIXE.....	145
IV.3.1	PLAN D'EXPERIENCE	145
IV.3.2	COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE.....	145
IV.3.3	RESULTATS	147
IV.3.4	DISCUSSION.....	150
IV.4	CONCLUSION.....	151

Chapitre IV Influence des traitements thermomécaniques multipasses en torsion sur la microstructure de l'alliage PER[®]72

Après avoir mis évidence, dans le chapitre précédent, l'influence des paramètres thermomécaniques (déformation, vitesse de déformation, température du recuit) sur l'évolution microstructurale de l'alliage PER[®]72 et démontré notamment le lien entre la création de macles thermiques et la vitesse de migration des joints de grains, nous étudions dans ce chapitre l'intérêt des traitements multipasses et la possibilité de cumuler les effets des traitements thermomécaniques identifiés en chapitre III. Nous discutons par ailleurs la validité de nos hypothèses concernant les mécanismes d'évolution microstructurale. Pour cela nous avons testé trois types de traitements thermomécaniques multipasses simulés expérimentalement grâce à des essais de torsion à chaud à la température T_{sub} :

- Traitements thermomécaniques de référence: Nous avons suivi les évolutions microstructurales au cours de chaque phase d'un traitement thermomécanique multipasses.
- Traitements thermomécaniques type 2 : La déformation totale étant fixée, égale à celle du traitement thermomécanique précédent, nous avons comparé les effets de différents chemins thermomécaniques multipasses avec différents niveaux de déformation par cycle.
- Traitements thermomécaniques type 3 : Nous nous sommes inspiré des modèles classiques rapportés dans la littérature dans le domaine de l'ingénierie des joints de grains où l'on définit un cycle élémentaire que l'on applique un certain nombre de fois.

La structure de ce chapitre s'articule autour de ces trois types de traitements thermomécaniques.

IV.1 Evolution de la microstructure au cours des différentes phases d'un traitement thermomécanique multipasses

IV.1.1 Plan d'expérience

Le chemin thermomécanique (figure IV-1) choisi dans ce paragraphe permet d'aboutir à une déformation totale de $\epsilon=0,63$ en trois phases, assimilables à des frappes dans le contexte du forgeage, avec des recuits intermédiaires de 30 minutes à T_{sub} . Le traitement thermique final, lui, est réalisé à T_{sub} ou T_{super} .

Nous avons montré dans le chapitre précédent l'intérêt des faibles niveaux de déformation en termes de création de macles thermiques puisqu'ils favorisent le mécanisme de « SIBM ». Dans le but d'appliquer ce type de déformations tout en gardant une durée totale qui reste acceptable d'un point de vue industriel, une pré-déformation de $\epsilon=0,4$, correspondant à un pré-matriçage, a été préconisée. La microstructure déformée de $\epsilon=0,4$ ayant subi le recuit subsolvus de 30 minutes devient ainsi le nouvel état de référence auquel sont ensuite appliqués deux cycles de faible déformation (plan d'expérience présenté sur la figure IV-1). Les deux vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$ ont été testées.

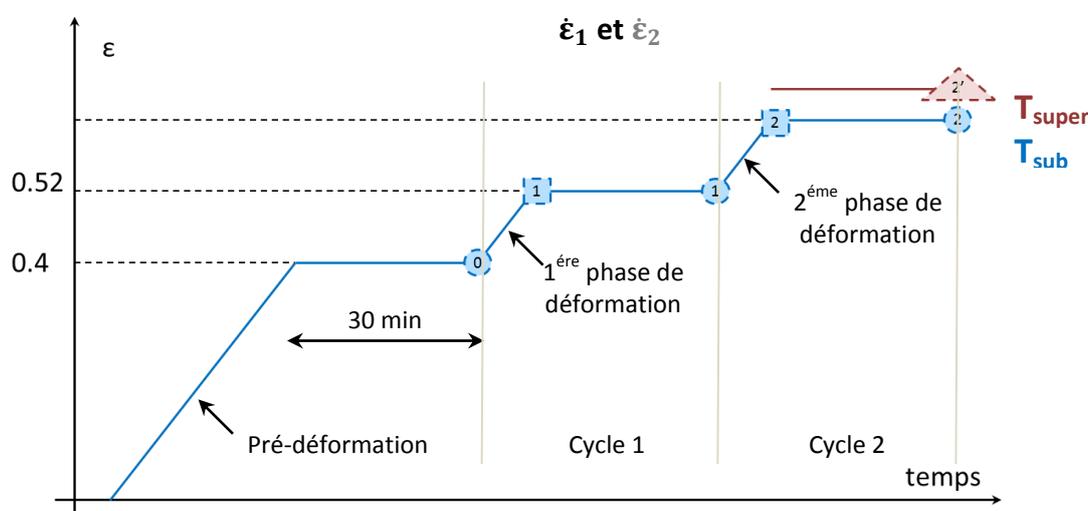


Figure IV-1 : Plan d'expériences de la première série de traitements thermomécaniques multipasses.

Les étiquettes (de forme circulaire, carrée et triangulaire) indiquent les états de plan d'expériences ayant été caractérisés. Le même système de codage est utilisé pour les figures IV-3, 4, 6 et 7. Par ailleurs, dans les figures de ce chapitre, nous attribuons les couleurs noire et grise aux vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$ respectivement.

IV.1.2 Comportement rhéologique

Les courbes rhéologiques de la figure IV-2 montrent que, d'une manière générale, lorsque la déformation est interrompue et ensuite reprise après un maintien, le matériau devient plus dur comme en atteste l'augmentation du niveau de contrainte d'un cycle de déformation à l'autre. Ce durcissement dépend de la vitesse de déformation. L'écart entre le niveau de contrainte à la fin d'un cycle et celui du début du cycle suivant peut être attribué au moins en partie à l'auto-échauffement, plus important à $\dot{\epsilon}_1$. En effet, en fin de déformation, la température de l'éprouvette augmente de quelques degrés (une dizaine) ce qui entraîne la diminution de la contrainte d'écoulement. Au cours du recuit la température se stabilise à nouveau et donc la reprise de déformation se fait à un niveau de contrainte plus élevé.

A $\dot{\epsilon}_2$ la contrainte se stabilise au cours de la 1^{ère} et la 2^{ème} phase de déformation à peu près au même niveau qu'au cours de la pré-déformation : 62 et 63 MPa contre 60 MPa respectivement. A $\dot{\epsilon}_1$ en revanche, on observe un effet de durcissement plus important. Le niveau de contrainte passe, en effet, de 110 MPa en fin de pré-déformation à 120 et 130 MPa à la fin du 1^{er} et 2^{ème} cycle de déformation respectivement.

Par ailleurs, nous remarquons l'apparition systématique de crochets en début du 1^{er} et 2^{ème} cycle cycles de déformation pour la vitesse $\dot{\epsilon}_1$. Contrairement aux crochets observés dans le chapitre précédent et ceux apparaissant en début de pré-déformation dans cette section, les pics des courbes de la figure IV-2 dépassent largement le niveau du plateau. Nous attribuons ces pics de contraintes, apparaissant plutôt après le cycle de pré-déformation, au blocage des dislocations par les atomes occupant le site interstitiels suite à leur diffusion au cours du maintien qui bloquent le mouvement des dislocations c'est-à-dire la formation d'atmosphère de Cottrell (Cottrell et Bilby 1949). Un effet similaire a été observé sur l'Inconel®718 (un superalliage à base de nickel) par Guimares et Jonas (1981) L'effet Cottrell, ne s'étant pas manifesté à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_2$, ne semble intervenir à ces températures que pour des valeurs de vitesses de déformation relativement élevées.

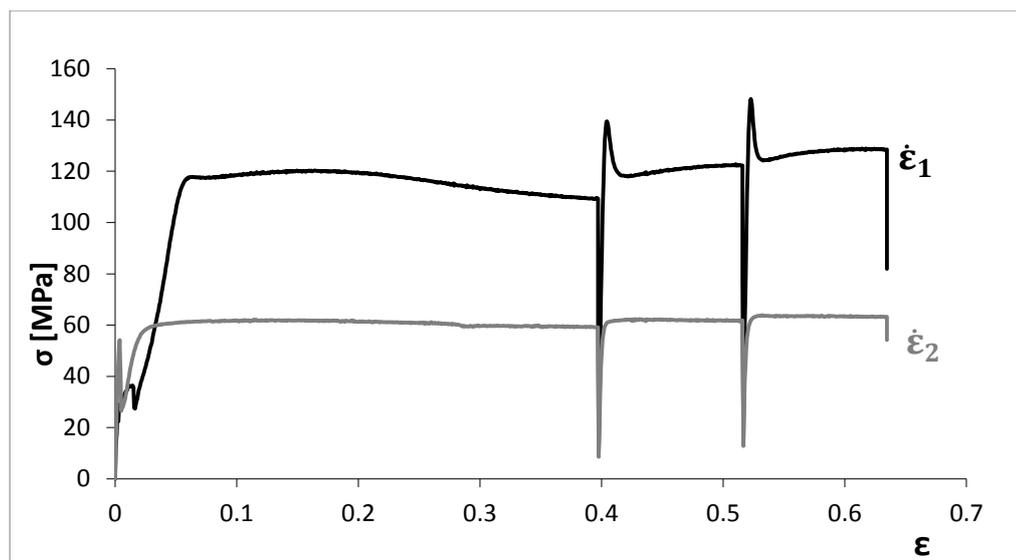


Figure IV-2 : Courbes rhéologiques des essais de torsion multipasses relatifs au plan d'expérience de la figure IV-1.

D'après la forme de la courbe rhéologique de l'essai réalisé à ϵ_1 , la rotation de l'outil de la machine de torsion n'a pas entraîné la déformation plastique de l'éprouvette dès le début de l'essai sans doute à cause d'un mauvais serrage. La valeur réelle de la pré-déformation pour cette essai serait alors $\epsilon=0,35$ au lieu de $\epsilon=0,4$. On peut, toutefois, supposer que les deux pré-déformations sont équivalentes en termes de mécanismes d'évolution microstructurale, puisqu'elles appartiennent à la plage de déformation correspondant au mode DRX défini dans la section III-3-1.

IV.1.3 Evolution de la taille de grains.

La pré-déformation modifie significativement l'évolution de la microstructure au cours des phases ultérieures de déformation en comparaison avec des déformations directement appliquées sur l'état initial tel que prélevé dans la barre forgée (cf. chapitre III). En effet, la SIBM, plutôt réservée à la plus grande vitesse de déformation dans le cas des traitements thermomécaniques simples, peut également être activée à ϵ_2 . Ceci peut être déduit de (1) l'augmentation de la taille moyenne de grains, à la fin du premier cycle de déformation, par rapport aux états de référence respectifs, (0,4 de déformation puis 30 minutes de recuit à T_{sub}) de $9 \mu\text{m}$, contre seulement $3 \mu\text{m}$ à ϵ_1 (fig. IV-3) et (2) l'apparition des très gros grains dans les microstructures de la fig. IV-4. Le deuxième cycle de déformation donne des tendances inversées : une augmentation de $4 \mu\text{m}$ pour ϵ_2 contre $14 \mu\text{m}$ pour ϵ_1 par rapport aux états ayant subi le premier cycle de déformation (0,12 de déformation et 30 minutes de recuit à T_{sub}).

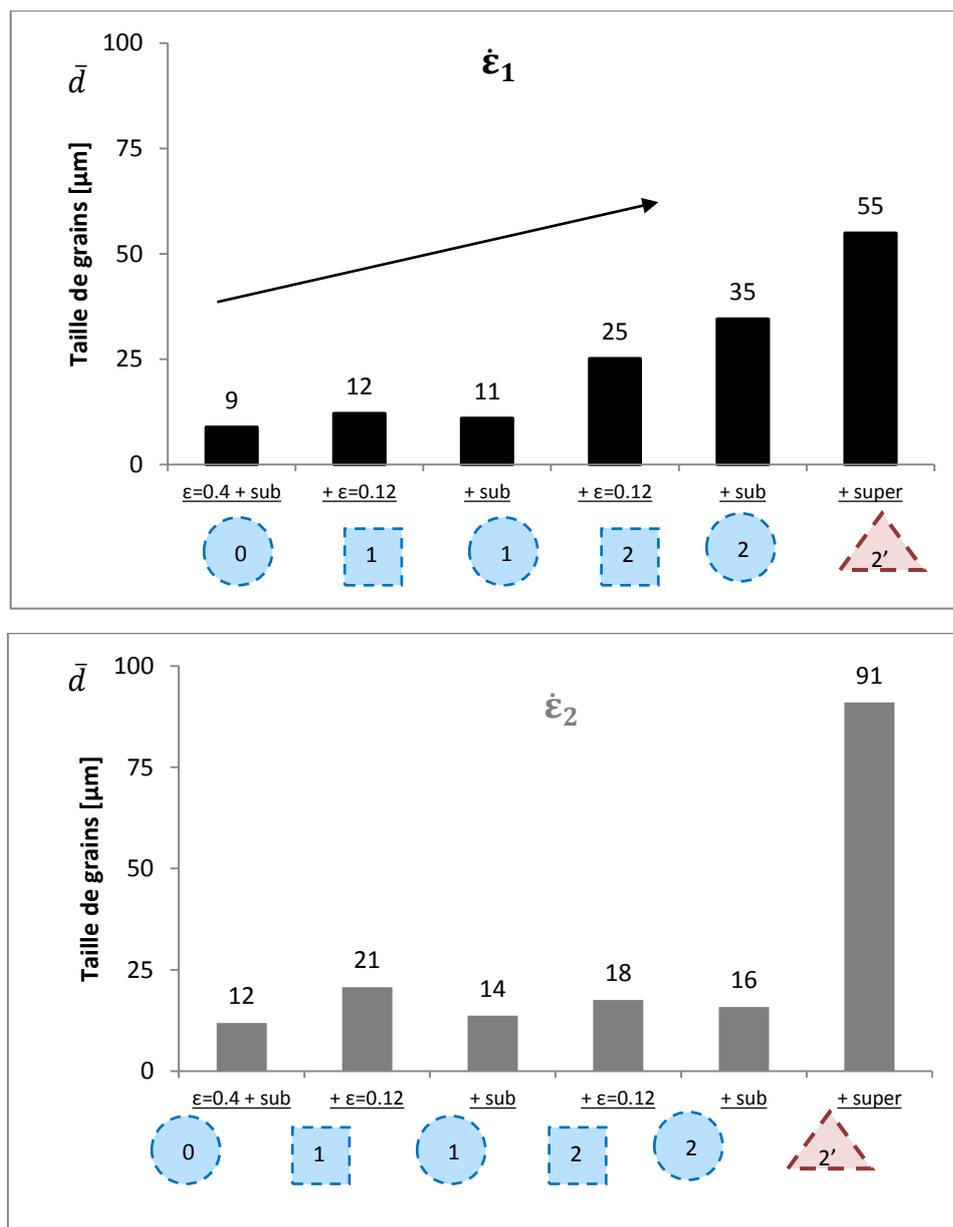


Figure IV-3 : Evolution de la taille de grains moyenne au cours du traitement thermomécanique de la figure IV-1

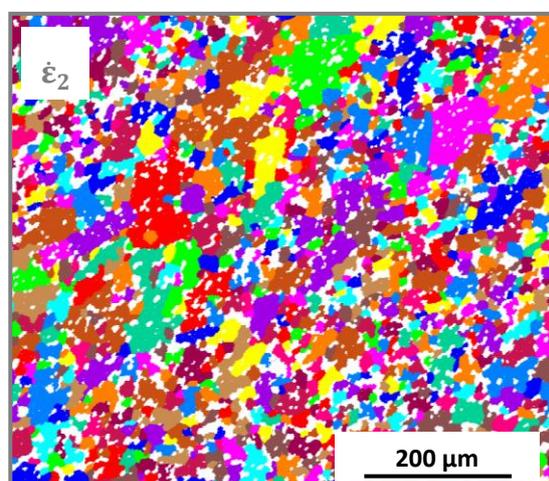
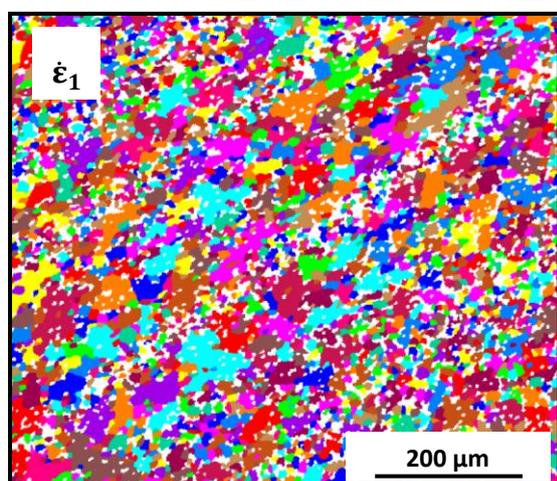
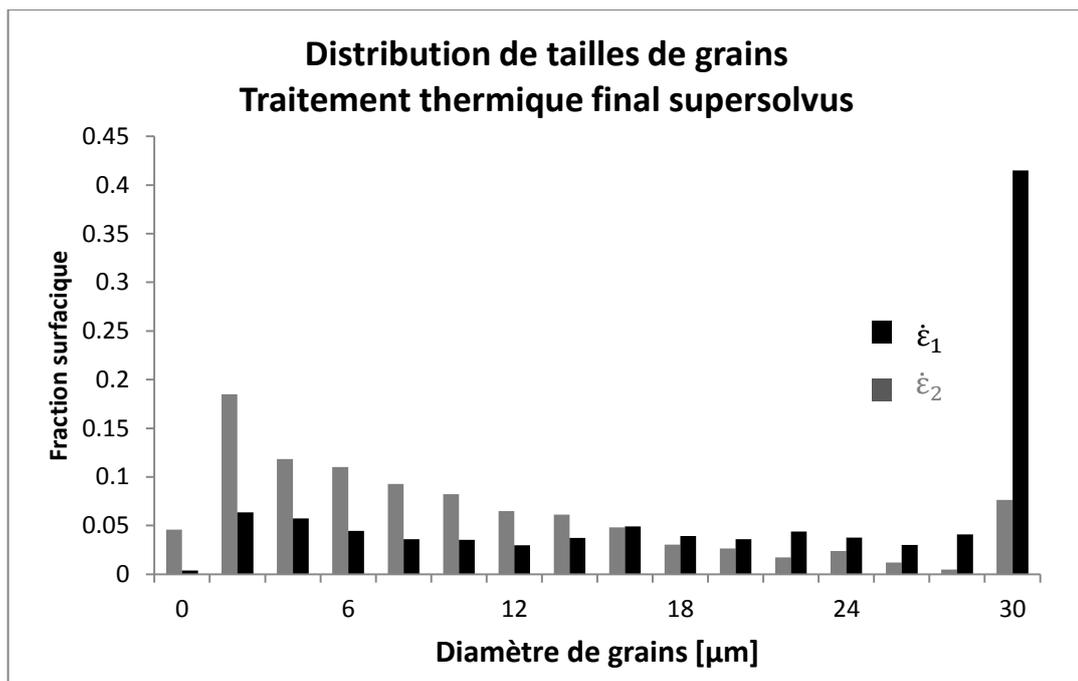


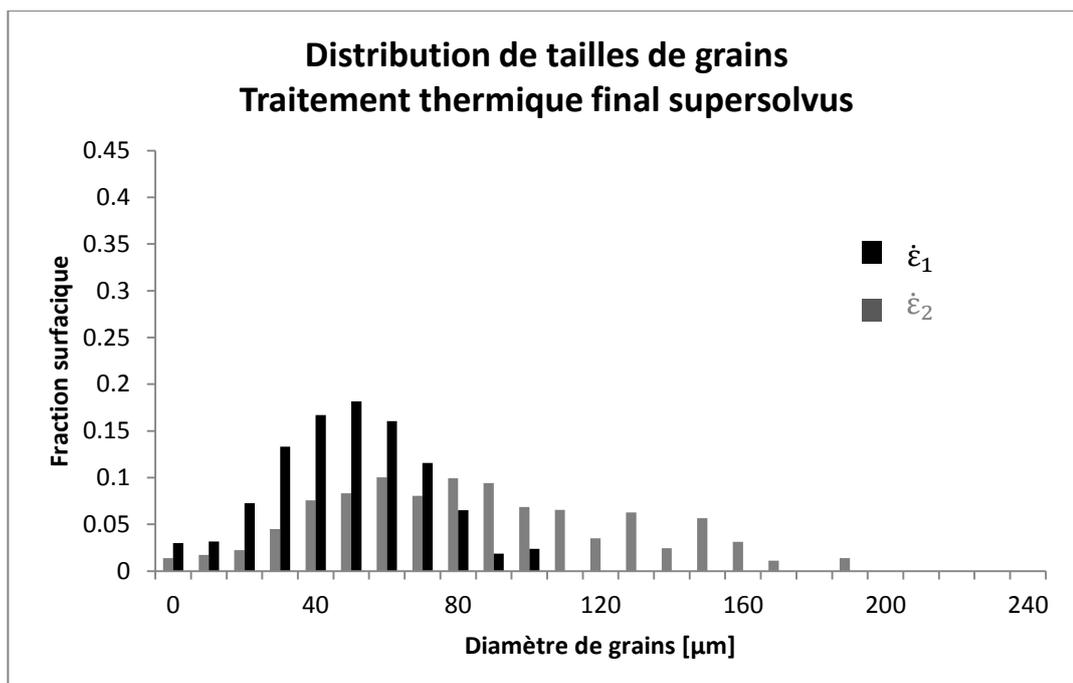
Figure IV-4 : Microstructures ayant subi le traitement $\{\epsilon=0,4 + 30 \text{ min à } T_{\text{sub}} + \epsilon=0,12\}$ à $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$ (couleurs aléatoires attribuées à chaque grains, macles ignorées)

Le mode de grossissement des grains au cours des recuits finaux, sub- ou supersolvus, varie selon la vitesse de déformation. En subsolvus et à $\dot{\epsilon}_1$, les grains ayant déjà crû en fin de traitement thermomécanique poursuivent leur croissance pendant le recuit. Ceci est plus visible au cours du deuxième cycle avec une taille de grains passant de 25 à 35 μm . A $\dot{\epsilon}_2$, le recuit subsolvus ne fait pas grossir les grains. Leur taille moyenne diminue même légèrement en passant de 21 μm à 14 μm et ensuite de 18 μm à 16 μm .

La déformation à plus grande vitesse génère des densités de dislocations plus importantes et donc des gradients d'énergie stockée plus importants. Par conséquent, les joints de grains disposent de suffisamment de force motrice pour franchir des précipités. Ceci explique l'écart entre les tailles de grains atteintes à la fin du deuxième recuit subsolvus, 35 pour $\dot{\epsilon}_1$ contre 16 à $\dot{\epsilon}_2$. Le franchissement des précipités est plus fréquent à $\dot{\epsilon}_1$, ce qui mène à une taille de grains moyenne plus grande. Ceci est illustré par les histogrammes de tailles de grains de la fig. V-5(a) puisque la fraction surfacique des grains dépassant les 30 mm de diamètre est d'environ 40%.



(a)



(b)

Figure IV-5 : Distribution de la taille de grains à l'issue du traitement thermique (a) subsolvus ou (b) supersolvus finaux (cf. chemin thermomécanique de la fig. IV-1)

Le passage en supersolvus change les tendances. La taille de grains augmente beaucoup plus pour la microstructure déformée à $\dot{\epsilon}_2$, de 17 μm à 90 μm contre 25 μm à 55 μm pour $\dot{\epsilon}_1$. La cinétique de croissance de grains est plus lente en supersolvus pour la vitesse de déformation la plus élevée et génère une distribution de tailles plus homogène comme en témoignent les deux histogramme de la fig. IV-5(b).

L'évolution de la microstructure au cours du recuit supersolvus est relativement complexe car la dissolution des précipités libère les joints de grains de l'ancrage. Pour expliquer l'écart entre les cinétiques de croissance de grains pour les deux vitesses de déformation, nous nous appuyons sur la cinétique de mise en solution de la phase γ' primaire. Au cours des premiers stades du recuit supersolvus, la taille des γ' commence à diminuer progressivement mais ils continuent à freiner le mouvement des joints de grains. Dans cette configuration, les grains déformés à $\dot{\epsilon}_1$, disposant d'une force motrice plus importante, trouvent plus de facilité à croître en comparaison avec ceux déformés à $\dot{\epsilon}_2$. Ensuite quand la taille et la fraction volumique des γ' passent en dessous d'une valeur critique, l'ancrage devient négligeable. La courbure serait donc seule responsable du grossissement des grains déformés à $\dot{\epsilon}_2$. Ceux déformés à $\dot{\epsilon}_1$, ayant déjà considérablement grossi, continuent à croître mais avec une cinétique plus lente (taille de grains plus homogène comme illustré par les histogrammes de la fig. IV-5(b)). Si l'on compare les microstructures déformées à $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$ pris à l'instant précis où l'ancrage des précipités devient négligeable, on pourrait faire les hypothèses suivantes :

1. En termes de gradient de densité de dislocations, il n'y a probablement plus de différence significative étant donné que le surplus de force motrice dont disposaient les grains déformés à la plus grande vitesse a été évacuée à travers la SIBM, similairement à l'évolution observée pendant le recuit subsolvus
2. En termes de courbure, en revanche, c'est la vitesse la plus basse qui l'emporte étant donné qu'à $\dot{\epsilon}_2$ les grains grossissent peu en subsolvus. Par conséquent, à partir de ce moment, les grains déformés à $\dot{\epsilon}_2$ croissent plus vite jusqu'au temps t^* où les tailles moyennes deviennent comparables. Au-delà, c'est l'homogénéité de taille qui continue à jouer et rend la croissance plus rapide pour la structure la moins homogène. La figure IV-6 présente les cinétiques d'évolution de taille de grains telles que nous le décrivons. Ces cinétiques impliquent une vitesse de migration différente pour les deux vitesses pouvant expliquer le découplage entre l'évolution de la taille de grains et les densités de macles. En effet, contrairement à la taille de grains, qui est corrélée à la distance parcourue par les joints de grains, la quantité de macles, elle, dépend des variations de la vitesse de migration des joints de grains au cours du temps

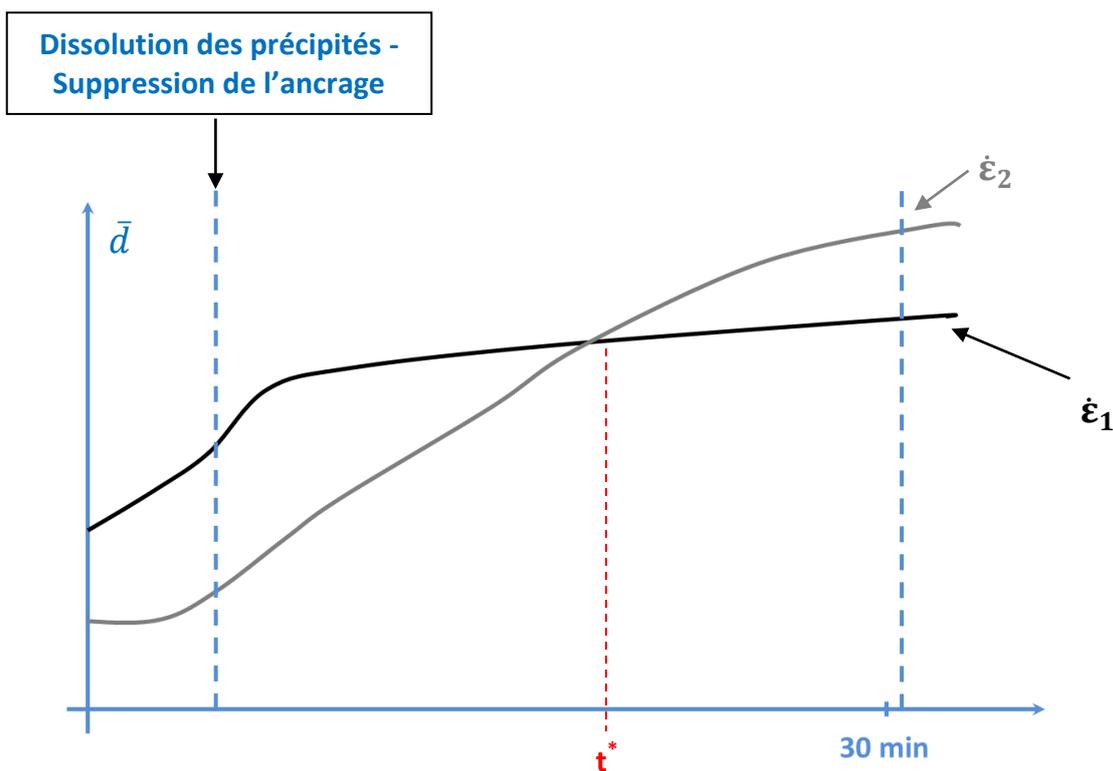


Figure IV-6 : Schémas illustrant l'évolution de la taille de grains pendant le recuit supersolvus

IV.1.4 Evolution de la densité de macles

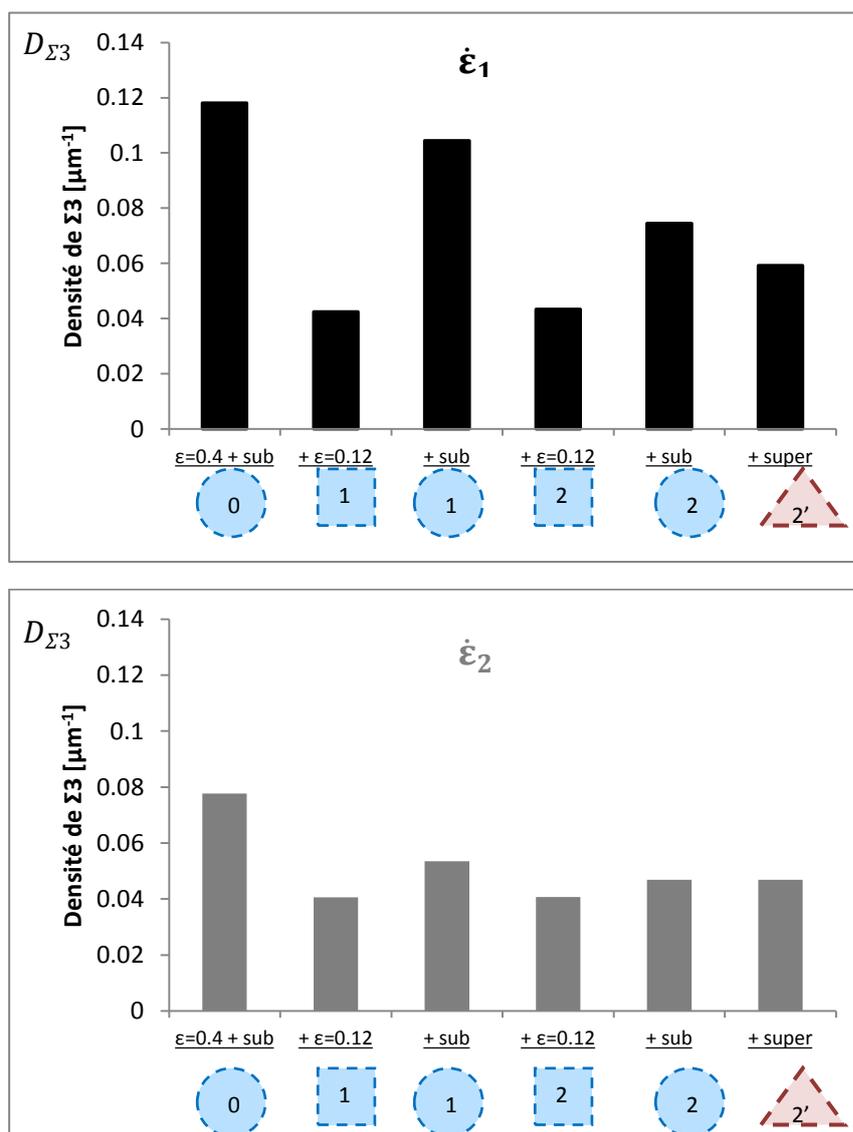


Figure IV-7 : Evolution de la densité de macles pendant le traitement thermomécanique multipasses de la figure IV-1

Les variations de densité de joints $\Sigma 3$, $D_{\Sigma 3}$, sont cohérents avec les hypothèses exposées en chapitre III. Les microstructures qui produisent une plus grande force motrice pour la migration de joints de grains, celles déformées à plus grande vitesse comme illustré Figure IV-6, sont en effet celles qui favorisent davantage la genèse des macles.

Nous remarquons d'abord que quelle que soit la vitesse de déformation, la quantité de macles diminue au cours des phases de déformation successives (figure IV-7). Ceci peut être expliqué par deux processus :

1. Destruction des macles existantes par la déformation : les désorientations initialement identifiées en tant que $\Sigma 3$ peuvent en dévier progressivement sous l'effet de la déformation. Ceci peut être expliqué par deux phénomènes : (1) les

dislocation peuvent d'empiler de part et d'autre de la paroi de macle cohérente ou (2) les orientations cristallographiques des deux parties du grain se trouvant de part et d'autre du joint $\Sigma 3$ changent. Le résultat dans les deux cas est la modification de la mesure de la désorientation. L'augmentation quasi-systématique de la fraction de macles incohérentes pendant les phases de déformation (figure IV-8) confirme cette première hypothèse.

2. Balayage des grains maclés par les joints qui migrent : lorsque le mouvement de joint de grain n'est pas propice à la genèse de macles, la rétrécissement des grains maclés ne sera pas contrebalancé par la création de nouvelles macles.

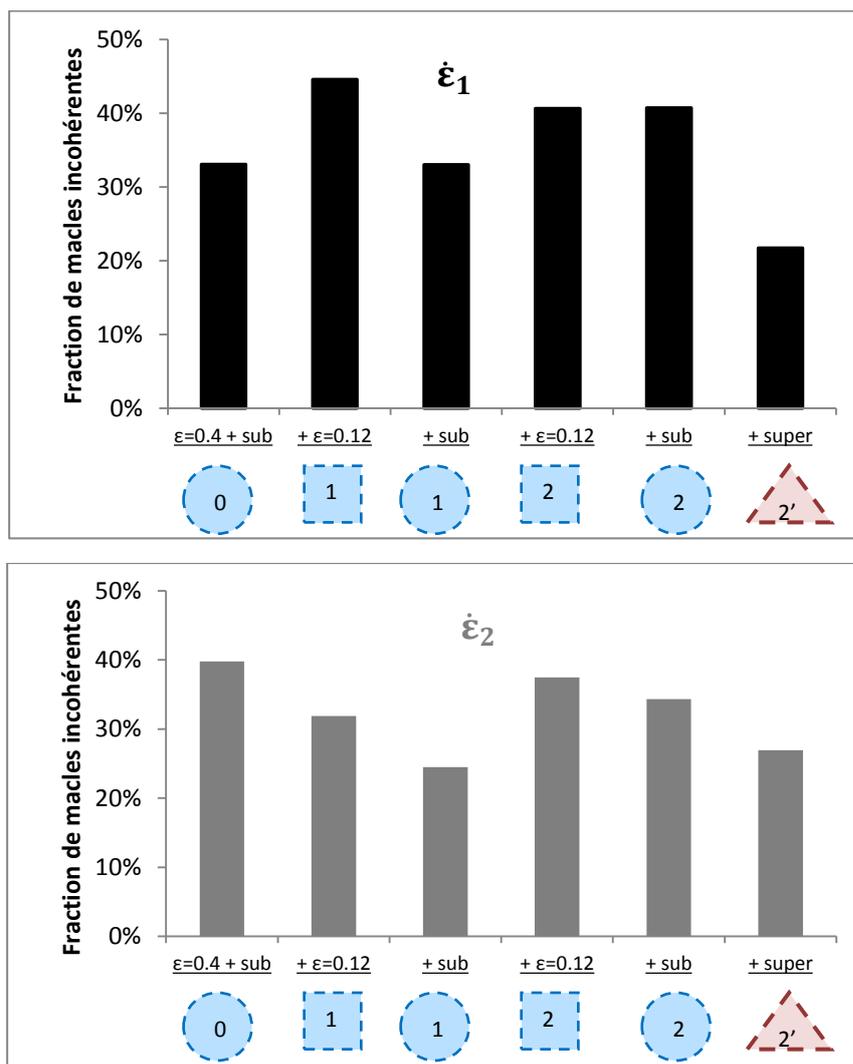


Figure IV-8 : Variation de la fraction de macles incohérentes durant le traitement thermomécaniques multipasses

L'augmentation des densités $D_{\Sigma 3}$ au cours des recuits intermédiaires montre l'effet de la force motrice générée par les gradients de densité de dislocations. Globalement, l'augmentation de la quantité de macles est plus importante lorsque la déformation est appliquée à $\dot{\epsilon}_1$ en raison d'une force motrice plus importante pour la migration des joints de grains.

Pour $\dot{\epsilon}_1$, la quantité de macles créées suite au dernier recuit subsolvus est moins élevée que celle associée au premier recuit, $\Delta D_{23} = 0,03\mu\text{m}^{-1}$ contre $0,06\mu\text{m}^{-1}$. En faisant l'hypothèse que les deux cycles de déformation de $\epsilon=0,12$ produisent à peu près les mêmes gradients de densité de dislocations, c'est la diminution de la courbure, due à l'augmentation de la taille de grains lors de la deuxième passe, qui justifie cette atténuation.

Pour conclure, le traitement thermomécanique étudié dans ce paragraphe semble confirmer le fait que les grandes vitesses de migration des joints de grains favorisent la genèse des macles thermiques, le traitement multipasses n'apporte néanmoins rien de plus par rapport au simple passe, et a de plus tendance à faire croître les grains en subsolvus.

IV.2 Influence des traitements thermomécaniques multipasses à déformation totale constante sur les microstructures finales

IV.2.1 Plan d'expérience

Dans le cadre de cette deuxième série de traitements thermomécaniques, nous avons testé 3 chemins thermomécaniques B, C et D aboutissant à une même déformation totale ($\epsilon=0,63$). Nous faisons l'analogie avec le matriçage industriel où la géométrie finale des pièces forgées est imposée. Pour les mêmes raisons que celles évoquées en paragraphe IV.1.1, tous les traitements multipasses commencent par une phase de pré-déformation à $\epsilon=0,4$. La déformation restante, $\epsilon=0,23$, est appliquée en une, deux ou trois fois soit respectivement 1 x 0,23, 2 x 0,12 ou 3 x 0,08. Un maintien de 30 minutes à T_{sub} à été appliqué entre les phases de déformation successives.

Les trois chemins thermomécaniques B, C et D ainsi que le traitement à une seule passe, A, sont représentés en figure IV-9. Pour chaque chemin thermomécanique nous caractérisons trois états :

1.  : trempé à la fin de la dernière passe du traitement thermomécanique
2.  : trempé à la fin de la dernière passe du traitement thermomécanique puis recuit subsolvus pendant 30 minutes.
3.  : trempé à la fin de la dernière passe du traitement thermomécanique puis recuit supersolvus pendant 30 minutes.

Remarque : Le traitement étudié en détail dans le paragraphe IV-1 correspond au chemin thermomécanique C.

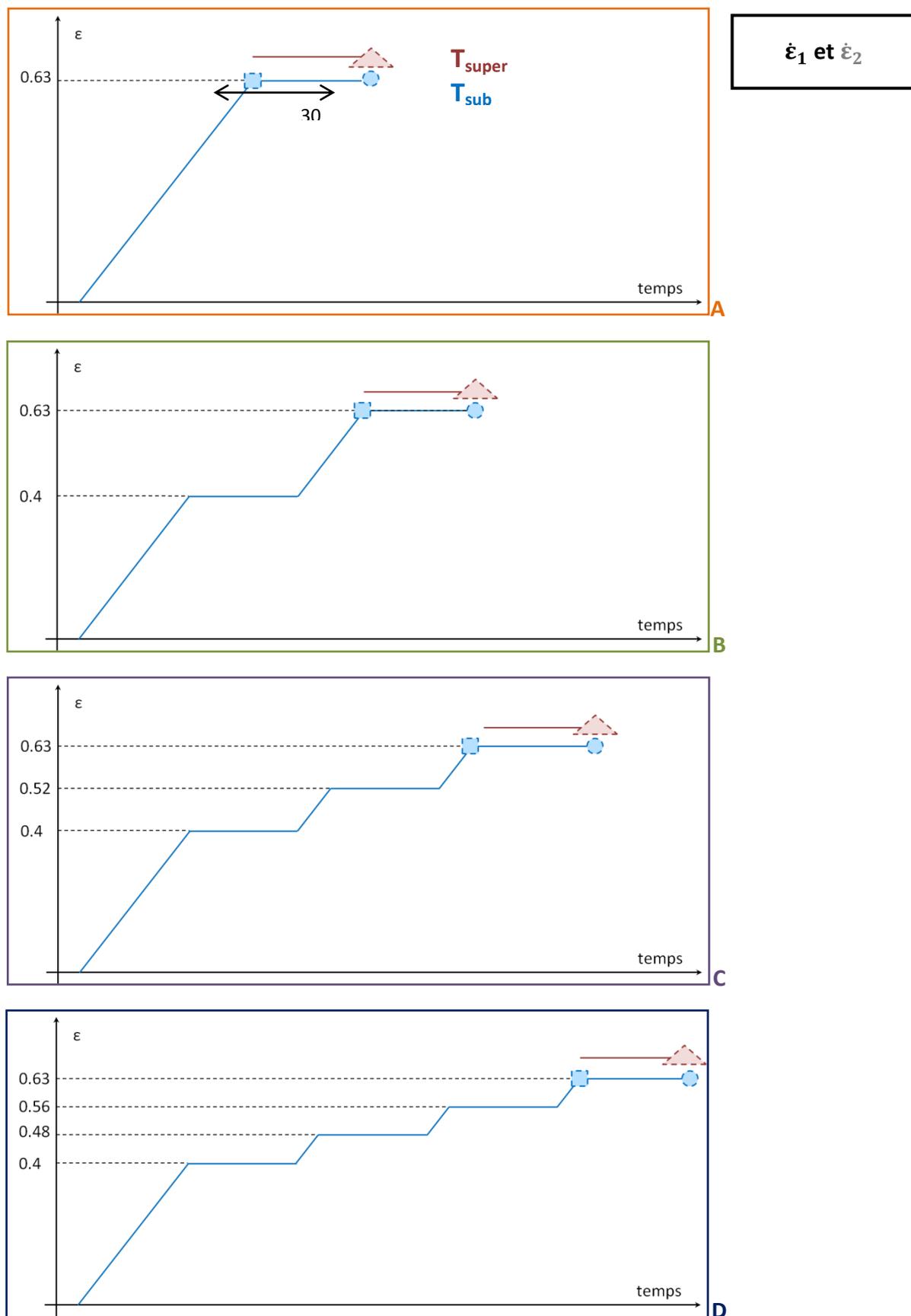


Figure IV-9: Plan d'expérience de la deuxième série de traitements thermomécaniques multipasses, 4 chemins thermomécaniques A, B, C et D avec une

déformation totale constante $\epsilon=0.63$. Les symboles (carrés, ronds et triangulaires) correspondent aux états caractérisés.

IV.2.2 Comportement rhéologique

Comme constaté dans la section précédente, quelle que soit la vitesse de déformation et quel que soit le chemin thermomécanique, la reprise de la déformation se fait à des niveaux de contrainte plus élevés que la phase de déformation précédente (cf. figure IV-10). Cet effet s'amplifie fortement avec la vitesse de déformation, probablement en raison de l'auto-échauffement.

Nous retrouvons, par ailleurs, les pics de contraintes résultant de l'effet des atmosphères de Cottrell dans les courbes rhéologiques obtenues à la vitesse $\dot{\epsilon}_1$ en début des différents cycles de déformation.

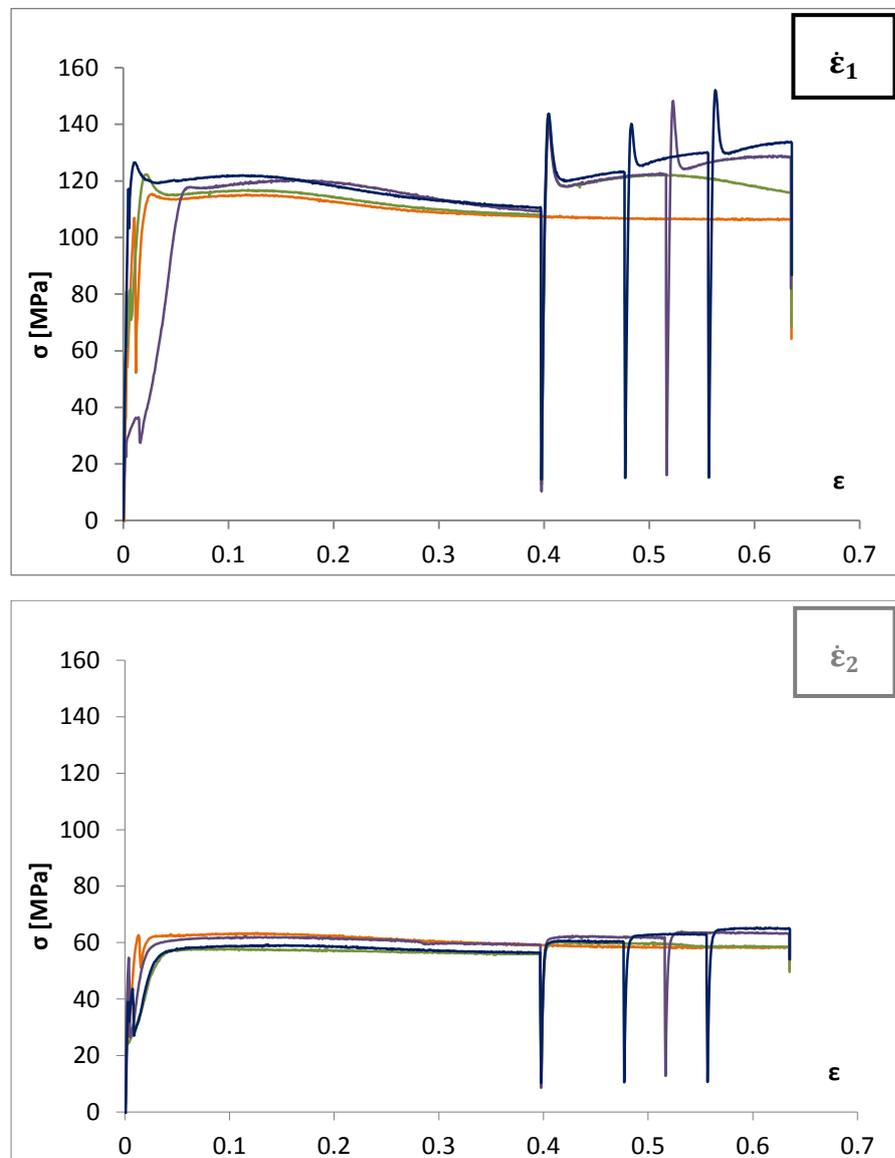


Figure IV-10 : Courbes rhéologiques correspondant aux traitements multipasses à déformation totale constante du plan d'expérience de la figure IV-9

IV.2.3 Effets des traitements thermomécaniques sur les microstructures finales

Afin de comparer les différents chemins nous examinons dans un premier temps les microstructures caractérisées à la fin du recuit supersolvus final (figures IV-11 et 12). Nous remontons ensuite aux états trempés (figures IV-13 et 14) et traités en subsolvus (figures IV-15 et 16) afin de mieux comprendre les microstructures des états recuits supersolvus.

IV.2.3.1 Analyses des états supersolvus

La densité des joints $\Sigma 3$ varie peu sous l'effet des traitements multipasses et des vitesses de déformation se stabilisant autour de la valeur $0,045 \mu\text{m}^{-1}$. La figure IV-11 montre que seul le traitement C appliqué à $\dot{\epsilon}_1$ se distingue un peu du reste des traitements avec une densité de macles plus élevée ($0,06 \mu\text{m}^{-1}$).

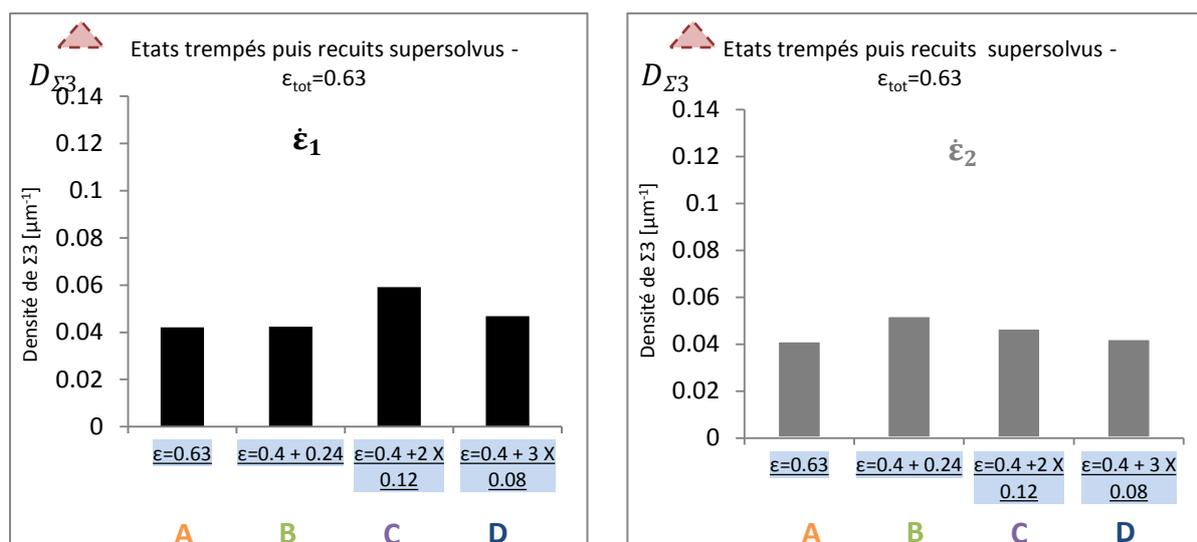


Figure IV-11 : Densités de joints $\Sigma 3$ obtenues après recuit supersolvus dans les microstructures ayant subi des traitements thermomécaniques multipasses.

La taille de grains est en revanche plus sensible à la nature du traitement thermomécanique (Figure IV-12). De manière générale, la taille de grains augmente avec le nombre de cycles pour les deux vitesses de déformation. L'effet du paramètre nombre de cycles sur la taille de grains est plus marqué à la vitesse $\dot{\epsilon}_1$: la taille de grains passe, en effet, de 50 à 80 μm entre le traitement A et D soit une augmentation de 60% alors qu'à $\dot{\epsilon}_2$ la taille de grain augmente d'à peine 15%. Le niveau absolu des tailles de grains moyennes reste toutefois plus élevé à $\dot{\epsilon}_2$, effet que nous continuons à associer à l'importance de la croissance de grains engendrée par la courbure et l'hétérogénéité de la microstructure au cours du traitement supersolvus.

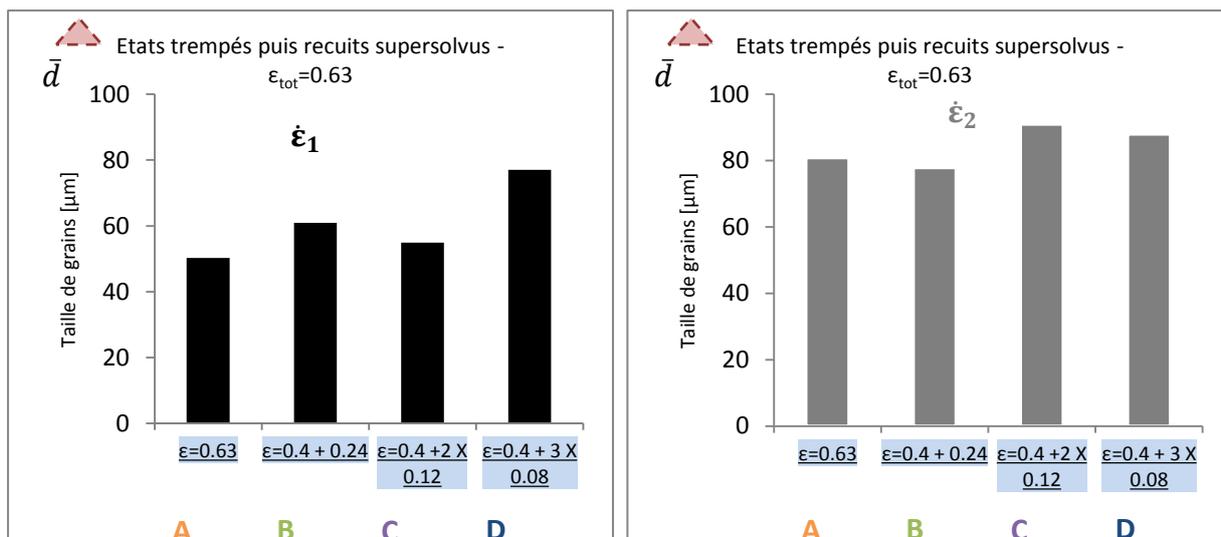


Figure IV-12 : Taille moyenne de grains obtenue après recuit supersolvus dans les microstructures issues des traitements thermomécaniques multipasses à déformation totale constante ($\epsilon_{\text{tot}}=0.63$).

IV.2.3.2 Analyses des états subsolvus

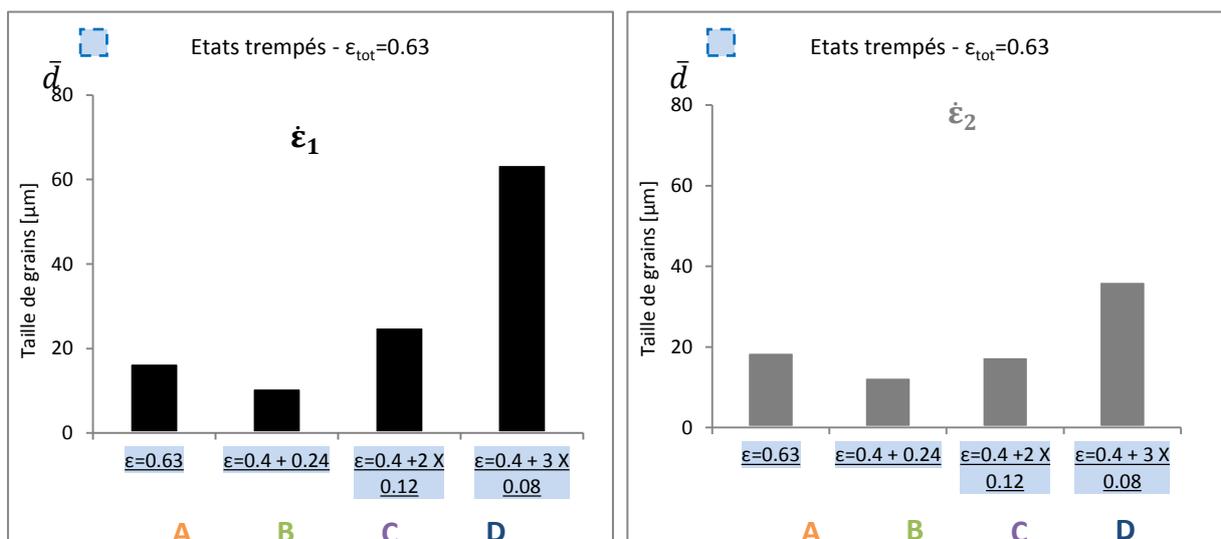


Figure IV-13 : Taille moyenne de grains obtenue dans les microstructures ayant subi des traitements thermomécaniques multipasses à déformation totale constante ($\epsilon_{\text{tot}}=0.63$) puis trempées.

Nous remarquons que les écarts entre les tailles de grains mesurées à l'issue des traitements supersolvus finaux (fig. IV-12) apparaissent déjà dans les microstructures trempées après la dernière phase de déformation des traitements thermomécaniques multipasses à déformation totale constante, $\epsilon_{\text{tot}}=0.63$ (fig. IV-13). En effet, les traitements C et D qui ont plus favorisé la croissance de grains que les traitements A et B, aussi bien pour la vitesse $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$, conserve cette avantage après le passage en supersolvus. La microstructure fine obtenue suite au traitement B est cohérente avec l'analyse des essais de

torsion monopasse. Les niveaux de déformation intermédiaires $\epsilon=0,4$ et $0,24$, assez proches du seuil du déclenchement de la DRX, ne provoquent pas de croissance de grains. Par ailleurs, la SIBM a été favorisée par les mêmes conditions thermomécaniques constatées dans le chapitre III : plutôt par la vitesse $\dot{\epsilon}_1$ et pour des déformations inférieures ou égales à $0,12$. L'élément nouveau avec les essais multipasses est que la SIBM devient possible à $\dot{\epsilon}_2$ par la multiplication de cycles de faible déformation $\epsilon=0,08$ (la microstructure correspondante est visible en figure IV-17(ii)).

Les tendances en termes de densités de joints $\Sigma 3$ dans les états trempés et ceux recuits supersolvus sont assez différentes (fig. IV-11 et 14). Pour la vitesse la plus élevée, les états A et B qui, trempés, présentent des quantités de joints $\Sigma 3$ les plus élevés perdent cet avantage après le recuit supersolvus, étant donné la croissance de grains importante. De même, pour les chemins C et D qui mènent à des croissances de grain significatives pendant la déformation (Figure IV-12), la destruction de macles l'emporte sur la création de nouvelles, puisque l'état de référence à $\epsilon = 0,4$ contient une densité élevée de macles (voir Figure IV-7). Inversement, à la vitesse $\dot{\epsilon}_2$, cet état de référence contient une faible densité de macles (Figure IV-7), et par conséquent la croissance de grains apparente pour le chemin D (Figure IV-13) génère plus de macles qu'elle n'en détruit.

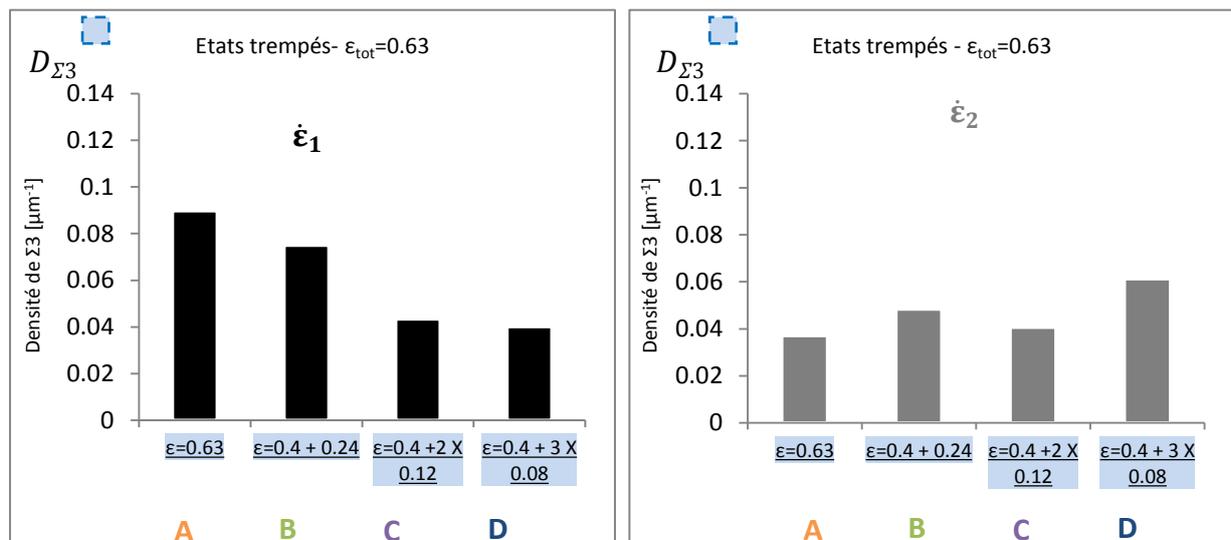


Figure IV-14 : Densités de joints $\Sigma 3$ obtenues dans les microstructures ayant subi des traitements thermomécaniques multipasses puis trempées

L'effet du recuit subsolvus sur le comportement des joints de grains dépend considérablement de la vitesse de déformation comme dans les essais de torsion simple (voir Figure III-17). Comme déjà discuté à la section III.2.2 au sujet des essais monopasses, pour la vitesse la plus élevée, les joints de grains disposent de plus de force motrice ce qui explique la tendance globale à l'augmentation de la taille de grains et de la densité de joints $\Sigma 3$. La distribution de tailles de grains (plus ou moins homogène) et l'occurrence de la

recristallisation postdynamique peuvent expliquer les variations observées en fonction de la déformation.

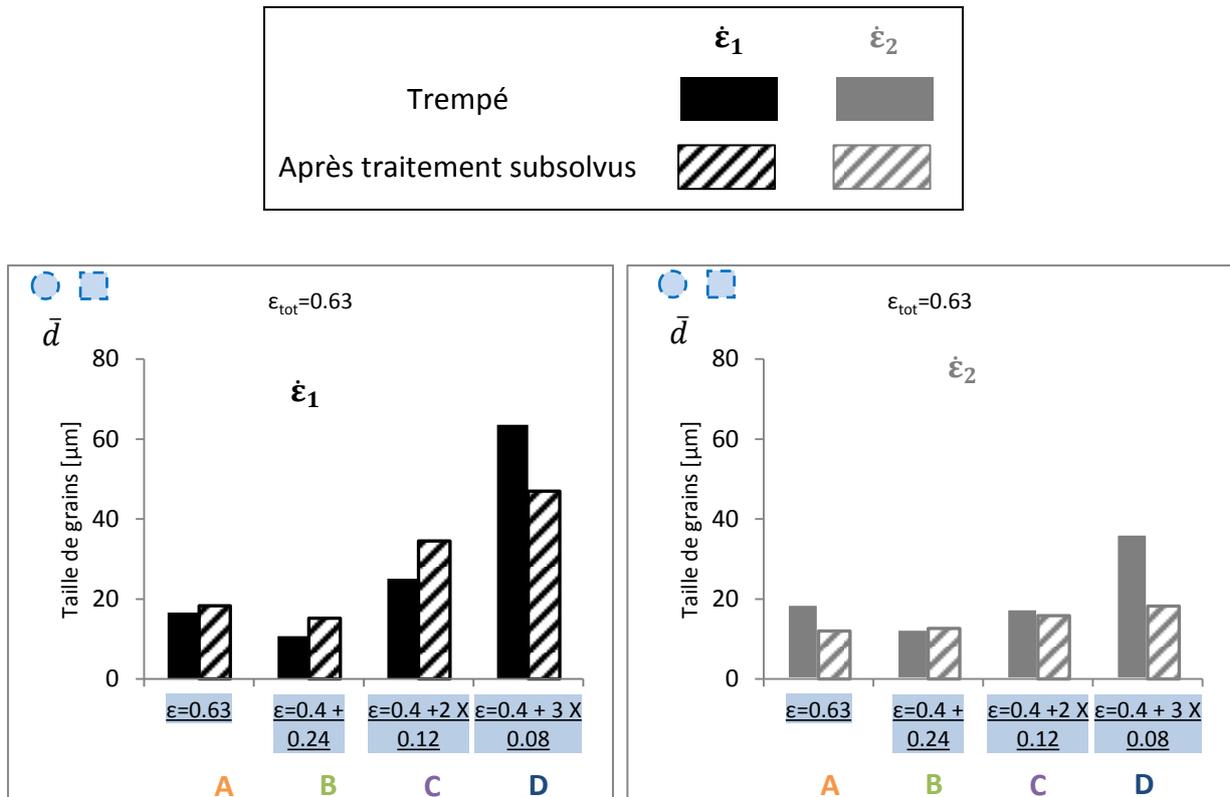


Figure IV-15 : Variation de la taille de grains au cours du recuit subsolvus dans les états trempés.

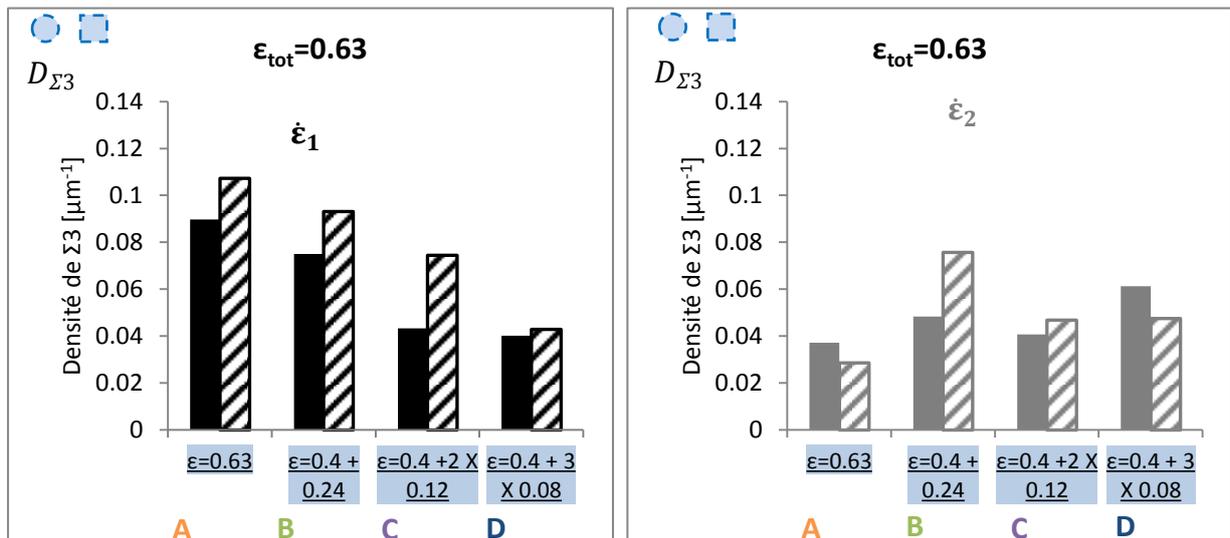


Figure IV-16 : Variation de la densité de joints Σ_3 au cours du recuit subsolvus dans les états trempés.

Pour la vitesse $\dot{\epsilon}_2$, on constate encore une fois que la migration des joints de grains est davantage perturbée par la présence des particules de la seconde phase. Ceci est perceptible à deux niveaux :

- 1- La taille de grains reste quasiment inchangée et dans certains cas diminue par effet de la croissance des petits grains, statistiquement moins freinés par les précipités (figure IV-16).
- 2- La difficulté de trouver une corrélation entre la variation de la densité de joints $\Sigma 3$ et celle de la taille de grains.

Analyse du traitement D

L'examen plus détaillé de l'état D déformé à $\dot{\epsilon}_1$ montre que le recuit subsolvus réduit la taille de grains sans vraiment modifier la densité de joints $\Sigma 3$ (de $45 \mu\text{m}$ à $65 \mu\text{m}$ et de $0,045$ à $0,04 \mu\text{m}^{-1}$ respectivement). Nous avons également constaté que le filtre utilisé pour éliminer les particules de la seconde phase surestimait la proportion des précipités γ' primaire dans les microstructures ayant subi le traitement D, à $\dot{\epsilon}_1$ ou $\dot{\epsilon}_2$, pour les états trempés ou ayant subi un traitement thermique final subsolvus. Eliminer les 18% plus petites particules, comme expliqué dans la section II-2-2, revenait, en effet, à ne garder que les grains qui dépassaient les $6 \mu\text{m}$ de diamètre. En revanche, dans le reste des microstructures biphasée (obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques par torsion en mono- ou multipasses-à l'exception du traitement D) avant passage en supersolvus, le diamètre seuil était de $4 \mu\text{m}$. Afin de ne pas écarter les grains dont la taille se situe entre 4 et $6 \mu\text{m}$ nous avons choisi d'appliquer un filtre sur la taille et non plus sur la proportion surfacique.

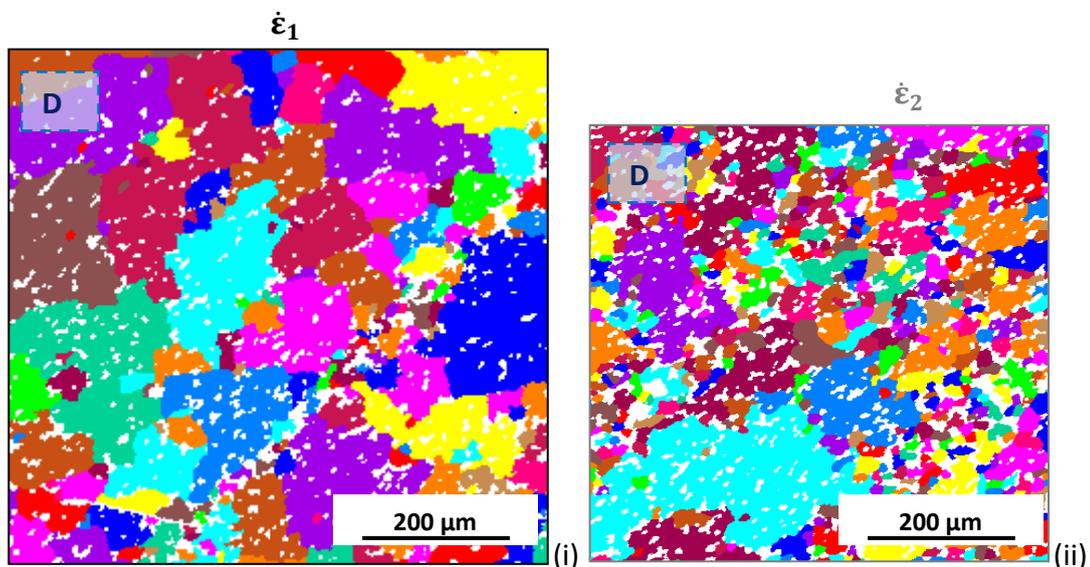


Figure IV-17 : Cartographie EBSD des microstructures trempées à l'issue du traitement D

La fraction surfacique de la phase γ' primaire a manifestement diminué sous l'effet de la durée prolongée du recuit subsolvus (un temps cumulé de 90 minutes contre 0 à 60

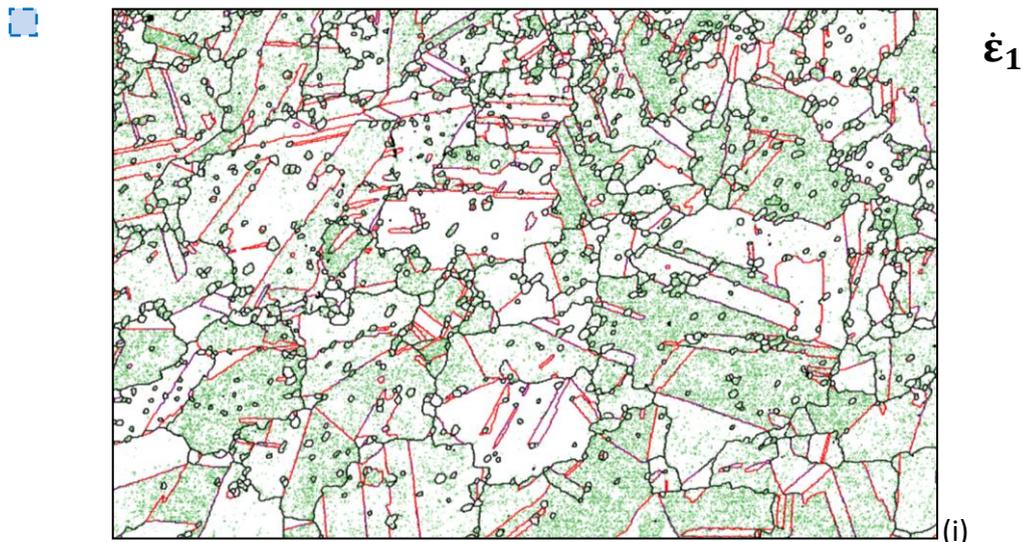
minutes pour les traitements A à C). Nous rappelons que T_{sub} qui est théoriquement au-dessous du solvus des γ' primaires entraîne tout de même la dissolution de γ' secondaires. De plus la déformation appliquée à la vitesse de déformation la plus élevée semble favoriser cette dissolution partielle. Ceci peut être dû aux densités de dislocations plus élevées et/ou un auto-échauffement plus important au cours de l'essai (10 à 15°C à $\dot{\epsilon}_1$ contre 1 à 4°C à $\dot{\epsilon}_2$).

Nous nous appuyons dans cette dernière hypothèse sur les microstructures représentées dans la figure IV-17(i). Bien qu'elles aient subi les mêmes quantités de déformation et eu le même temps cumulé de maintien, les précipités de la microstructure déformée à $\dot{\epsilon}_1$ sont plus fins que ceux de la microstructure déformée à $\dot{\epsilon}_2$. L'ancrage plus faible des joints dans cet état explique en partie la croissance avancée des grains.

Nous représentons dans la figure IV-18 l'évolution des populations de joints au cours des recuits. L'état trempé présente des désorientations intragranulaires assez importantes dans certains grains, apparues au cours de la déformation plastique. Nous remarquons d'ailleurs que les régions en relation $\Sigma 3$ à l'intérieur d'un même grain n'ont pas nécessairement les mêmes niveaux en termes de densité de faibles désorientations internes.

Le recuit subsolvus fait disparaître la plupart de ces désorientations intragranulaires. Nous remarquons également que la quantité de joints $\Sigma 3$ relativement déviés de leur désorientation (couleur violette entre 2 et 4° de tolérance) diminue. Les joints $\Sigma 3$ déviés ont probablement retrouvé en partie leur désorientation d'origine suivant un principe de minimisation d'énergie.

Au cours du recuit supersolvus, les joints de grains migrent mais leur vitesse de migration est de plus en plus basse. Une partie des joints $\Sigma 3$ ont probablement été créés en subsolvus, voire dans les premiers stades de croissance (Figure IV-6).



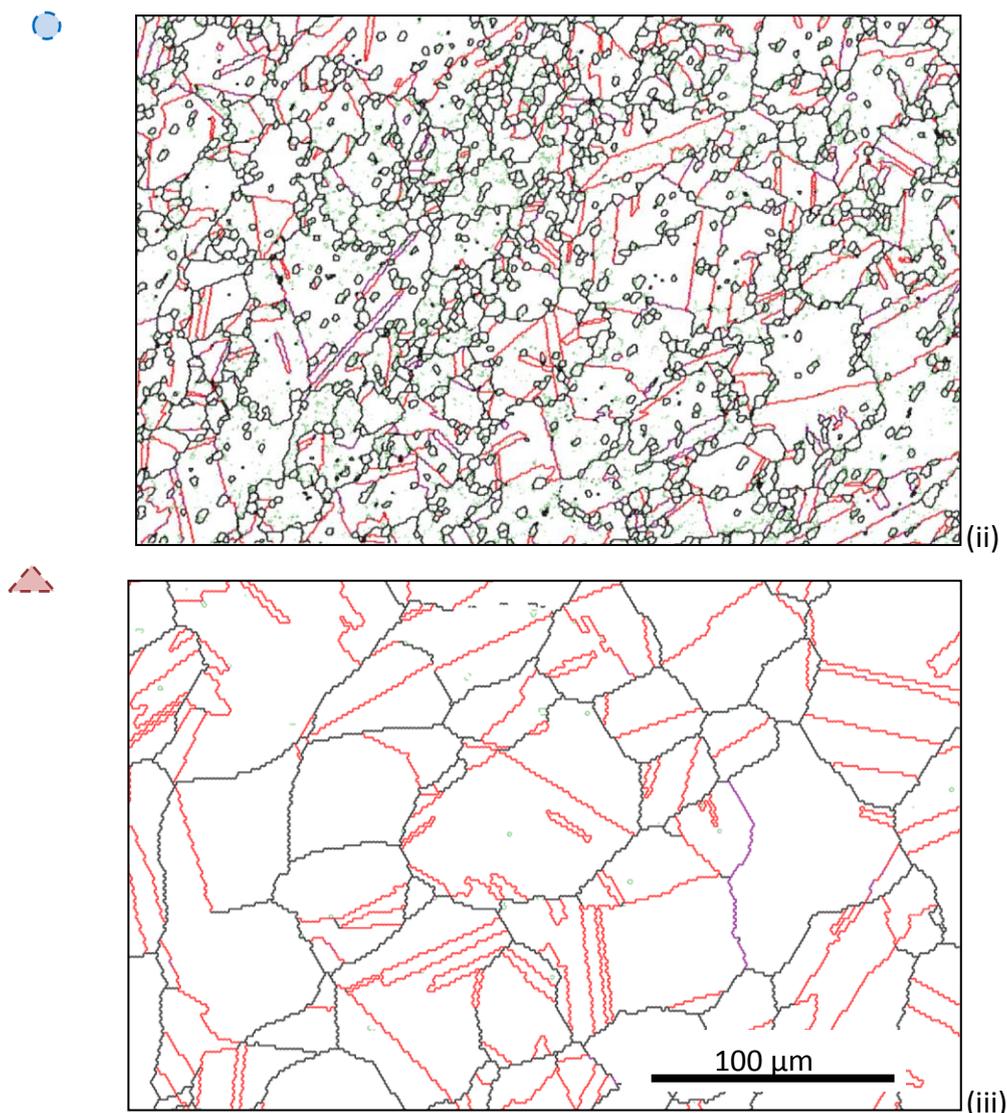


Figure IV-18 : Microstructures issues du traitement D (vitesse $\dot{\epsilon}_1$): état (i) trempé puis recuit (ii) subsolvus ou (iii) supersolvus. Joints généraux en noir, $\Sigma 3$ avec une tolérance de 2° en rouge ou de 2 à 4° en violet et désorientations internes (2 à 5°) en vert.

Intérêt des gammes multipasses par rapport à une déformation simple

Malgré la diversité des évolutions microstructurales au cours des traitements multipasses suivant la vitesse de déformation et le nombre de cycles (variations de tailles de grains en particulier), ceux-ci modifient finalement assez peu la densité de macles obtenues après passage en supersolvus. Les proportions de macles incohérentes varient cependant, comme illustré sur la figure IV-19.

Un intérêt non négligeable ressort néanmoins des traitements multipasses, puisqu'ils permettent de découpler en quelque sorte la taille de grains et la genèse de joints de macles, comme illustré sur la figure IV-20. A titre d'exemple, pour une densité de joints $\Sigma 3$ proche de $0,05 \mu\text{m}^{-1}$, la taille de grains moyenne peut varier de 50 à $90 \mu\text{m}$. Suivant les applications industrielles recherchées, on sélectionnera donc des schémas de mise en forme qui minimisent ou maximisent les tailles de grains pour une densité de macles données. On

pourra même rechercher des distributions de tailles plus ou moins homogènes. Avec les traitements thermomécaniques multipasses, on s'éloigne également de la corrélation entre la taille de grains et la proportion de macles suggérée par le modèle de Pande et al. (1990) (courbe bleue de la fig. IV-20)

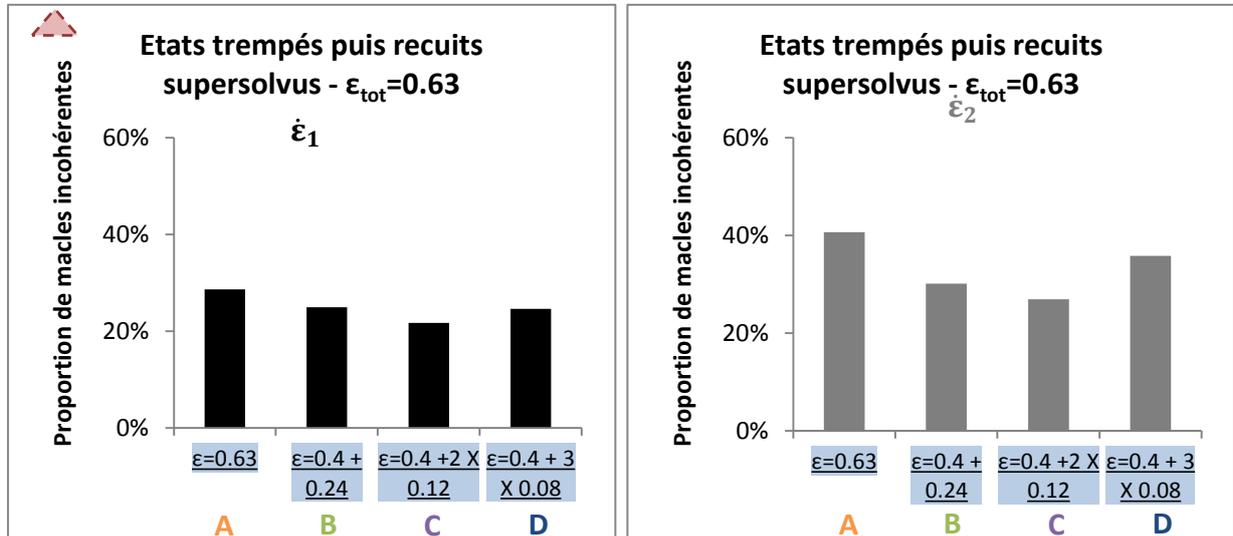


Figure IV-19 : Proportions de macles incohérentes

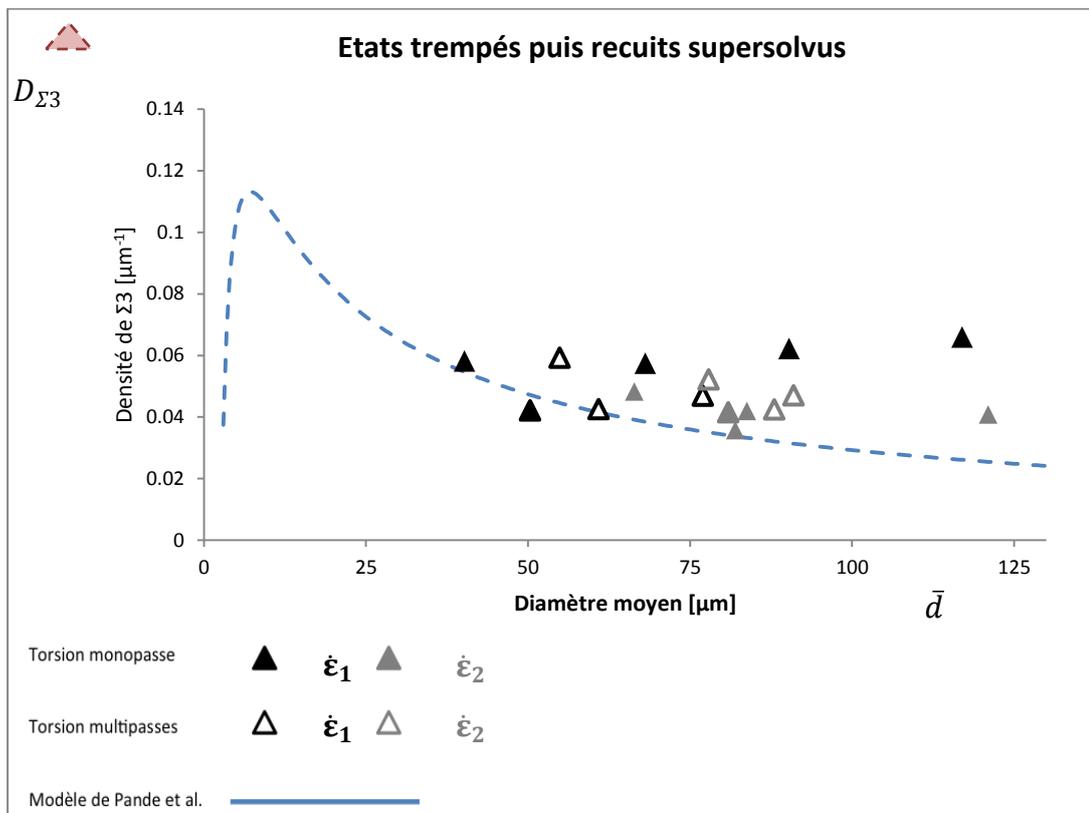


Figure IV-20 : Corrélation entre taille de grains et densité de joints $\Sigma 3$ dans les états recuits supersolvus après traitement thermomécanique multipasses des sections IV-1 et IV-2 (triangles creux) et monopasse du chapitre III (triangles pleins).

Par ailleurs, étant donné que le mouvement de joints de grains est possible dans les états biphasés, les interactions entre joints issus de maillage le sont aussi. Nous avons représenté, pour quantifier cet aspect, les quantités des joints $\Sigma 9$ et $\Sigma 27$ dans les états recuits supersolvus à l'issue des traitements multipasses appliqués à ϵ_1 (figure IV-21). Nous avons choisi de pondérer ces valeurs par les quantités des joints $\Sigma 3$, c'est-à-dire que nous représentons le rapport $\frac{\text{longueur des joints } \Sigma 3^n}{\text{longueur des joints } \Sigma 3}$, car la quantité de joints $\Sigma 3^n$ augmente « naturellement » avec la quantité de $\Sigma 3$ et que nous voulions examiner l'effet du paramètre nombre de cycles.

Nous constatons que la proportion de joints $\Sigma 9$ augmente avec le nombre de cycles et celle des joints $\Sigma 27$ ne suit pas tout à fait la même tendance. La multiplication du nombre de cycles augmente les probabilités de rencontre entre les joints $\Sigma 3$. Néanmoins, le multi-maillage n'atteint pas des stades très avancés dans ce type de matériau.

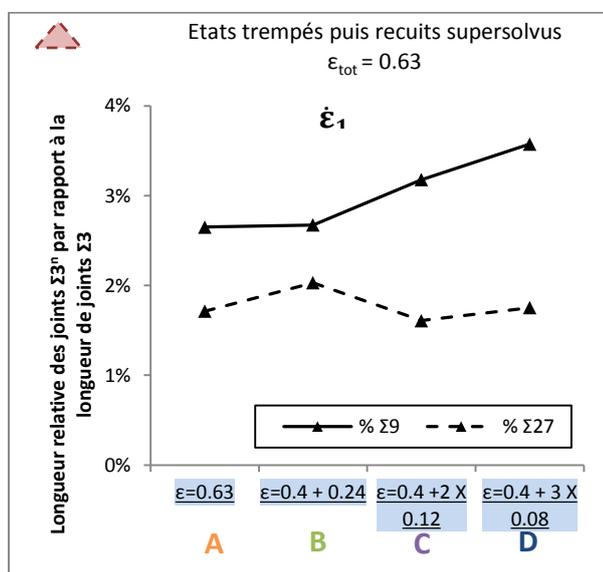


Figure IV-21 : Longueur relatives des joints de grains issus du maillage $\Sigma 3^n$ par rapport à la longueur des joints $\Sigma 3$ dans les microstructures recuites supersolvus issues de traitements appliqués à ϵ_1

IV.3 Influence des traitements thermomécaniques multipasses avec cycle élémentaire fixé

IV.3.1 Plan d'expérience

Tableau IV-1 : Descriptif des traitements thermomécaniques

Famille de traitements	Cycle élémentaire	Nombre de cycles
E	$\epsilon=0,65$ à $\dot{\epsilon}_1$	2 à 4
F	$\epsilon=0,3$ à $\dot{\epsilon}_2$	2 à 6
G	$\epsilon=0,5$ à $\dot{\epsilon}_2$	2 à 4
H	(pré- $\epsilon=0,4$) puis $\epsilon=0,12$ à $\dot{\epsilon}_2$	1 à 5

L'objectif de cette section est de tester les méthodes classiques d'ingénierie de joints de grains à savoir celles où l'on définit un cycle élémentaire avec un niveau de déformation fixé et une durée de maintien qui seront appliqués plusieurs fois. Les paramètres des traitements thermomécaniques multipasses utilisés sont définis dans le tableau IV-1.

Le traitement H est défini dans la continuité du traitement C ($\epsilon=0,4 + 2 \times 0,12$) étudié dans la section IV-2. Les autres traitements considèrent des déformations incrémentales plus élevées, qui n'ont jusqu'ici pas été testées en conditions multipasses.

Vu le nombre et la longueur des essais, nous avons réduit la durée des recuits intermédiaires à 15 minutes. Nous gardons à l'esprit qu'une dissolution partielle des précipités est possible à T_{sub} : le paramètre temps peut jouer sur les résultats. Par conséquent les essais A à D et E à H ne sont pas strictement comparables.

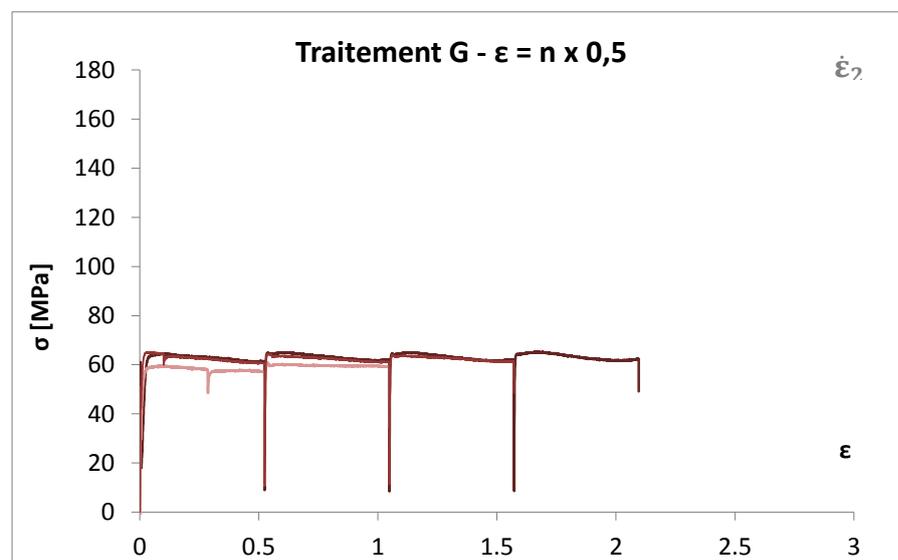
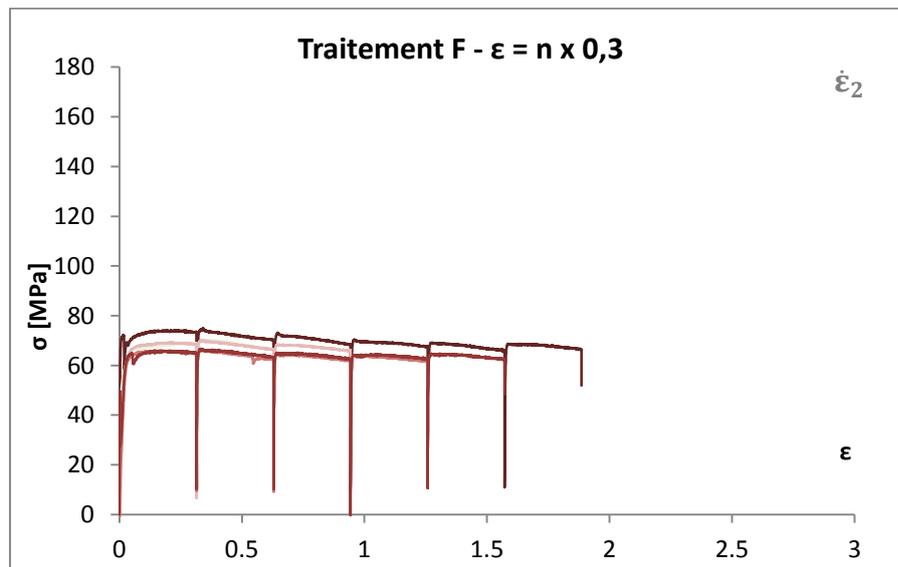
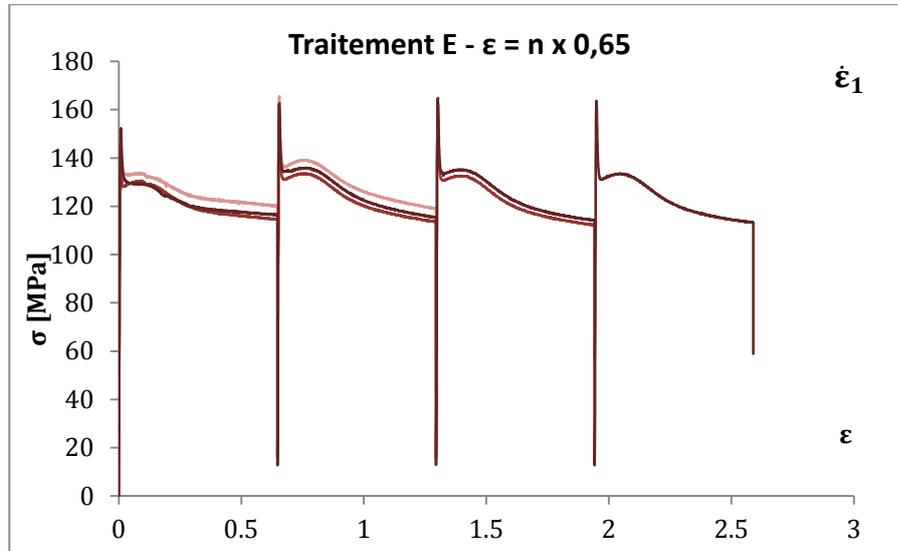
Nous avons analysé les états issus des traitements multipasses suivis d'un recuit supersolvus pendant 30 minutes. Il est à noter que la matrice d'essai n'est complète puisque les traitements thermomécaniques n'ont pas été testés aux deux vitesses de déformation.

IV.3.2 Comportement rhéologique

Le durcissement incrémental constaté dans l'essai C à la vitesse $\dot{\epsilon}_2$ (fig. IV-2) se confirme ici sur le traitement H (fig. IV-23) mais finit par s'atténuer sur les derniers cycles. La réduction de durée des recuits intermédiaires n'a pas d'impact significatif sur le comportement rhéologique. On constate également la très bonne reproductibilité des données de la figure IV-24 (jusqu'à $\epsilon=0,63$) par rapport à celles de la figure IV-2.

Les déformations incrémentales élevées ($\geq 0,5$), contrairement aux petites et moyennes, n'ont pas d'effet durcissant si l'on soustrait l'auto-échauffement. Autrement dit, pour les deux vitesses de déformation testées, le matériau reproduit exactement la même courbe rhéologique d'un cycle à l'autre (traitements E et G). Les cycles de déformation avec

$\epsilon=0.3$ présentent un troisième mode d'évolution. En effet, au cours du traitement F, l'alliage s'adoucit progressivement au fil des cycles.



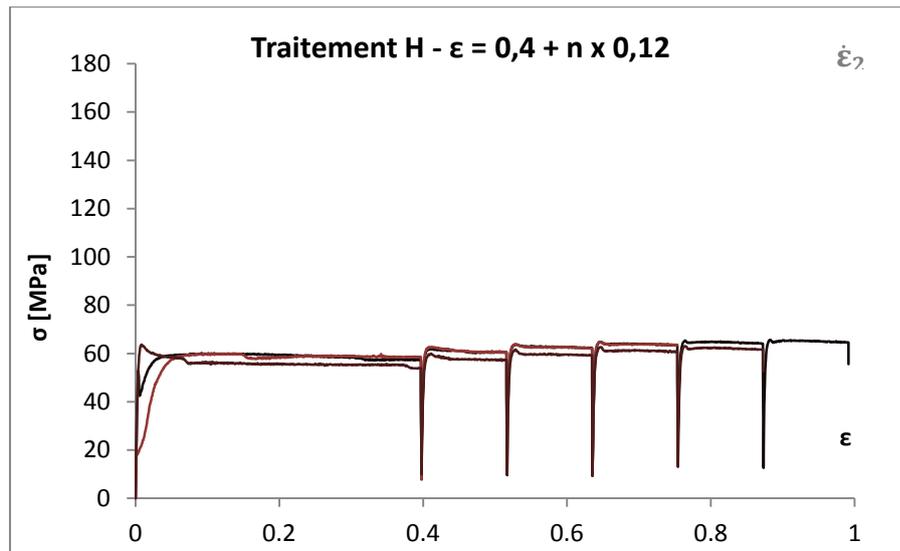


Figure IV-22 : Courbes rhéologiques correspondant aux traitements multipasses avec déformation élémentaire fixée

IV.3.3 Résultats

Les tailles de grains et les densités de joints $\Sigma 3$ sont représentées en fonction du nombre de cycles pour les traitements E à H dans les figures IV-23 et IV-24.

- 1- Traitement E : La taille de grain garde une valeur stable de $50\mu\text{m}$ quel que soit le nombre de cycles, ce qui est à mettre en parallèle du comportement rhéologique. La densité de joints $\Sigma 3$ varie, elle, en fonction du nombre de cycles. Le traitement à deux cycles produit 50% de joints de macles de plus que les deux autres traitements.
- 2- Traitement F : La taille de grains varie peu en fonction du nombre de cycles. La densité de macles chute de $0,06$ à $0,03 \mu\text{m}^{-1}$ en passant de 2 à 4 cycles. Au niveau du 5^{ème} cycle elle remonte à $0,06$ pour diminuer à nouveau au 6^{ème} cycle.
- 3- Traitement G : Malgré un comportement rhéologique stable, la taille de grain et la densité de macles varient significativement avec le nombre de cycles. L'augmentation de la taille de grains justifie probablement en partie la diminution de la densité de joints de macles.
- 4- Traitement H : La taille de grains et la densité de joints $\Sigma 3$ varient de manière assez cohérente. Les grains grossissent sous l'effet des cycles répétés de faibles déformations, ce qui réduit les quantités de joints $\Sigma 3$.

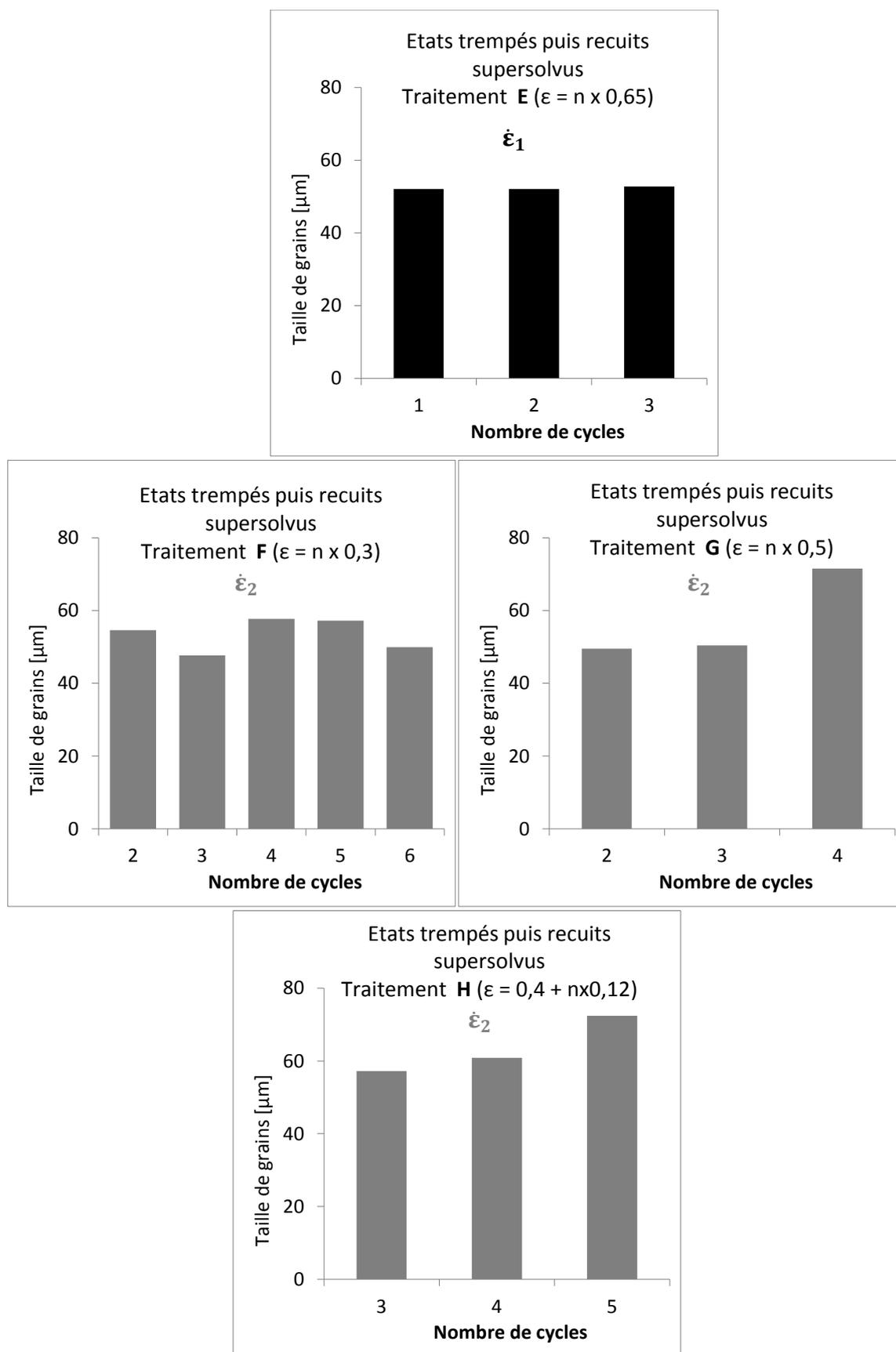


Figure IV-23 : Taille de grains en fonction du nombre de cycles dans les états recuits supersolvus issus des traitements multipasses E à H.

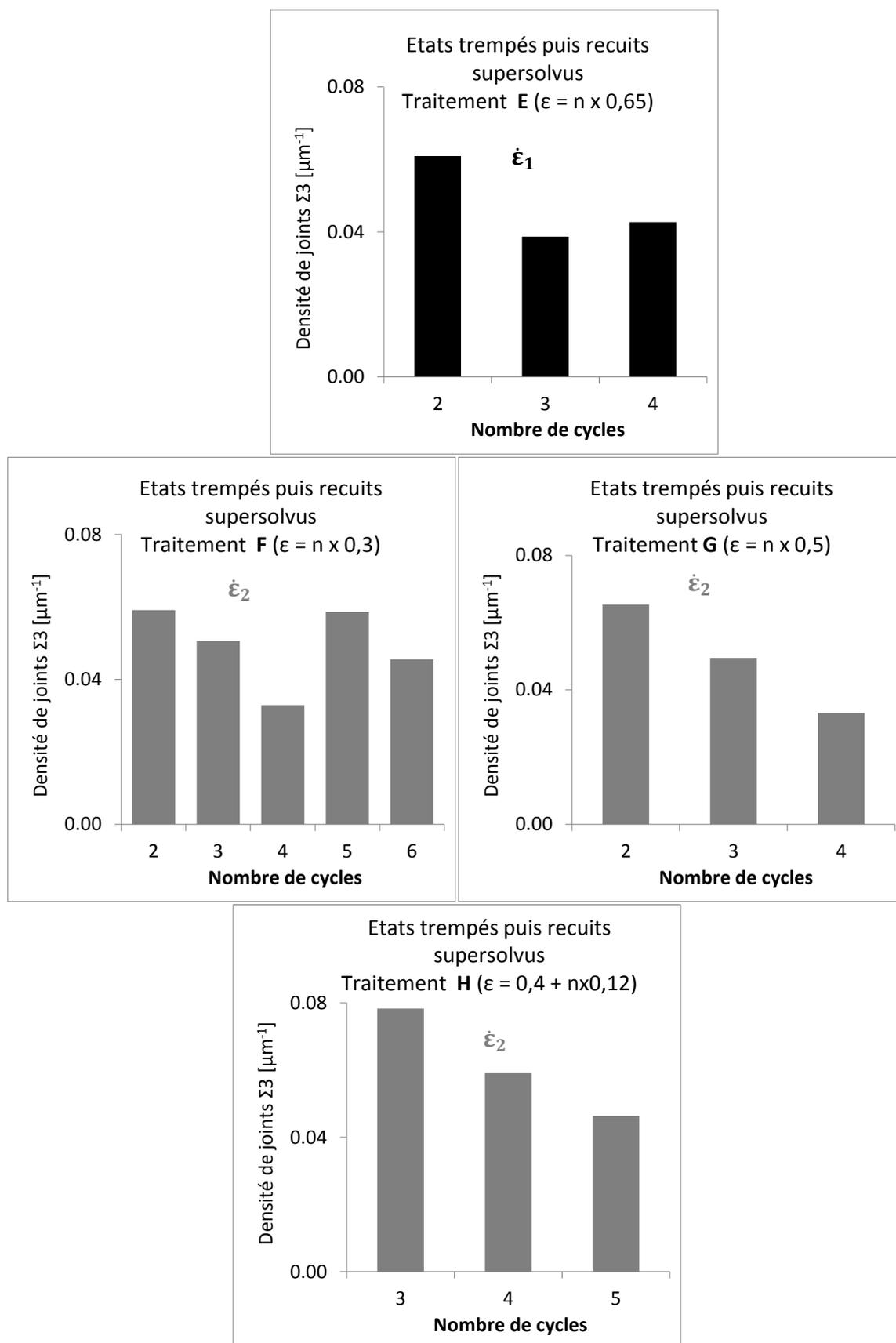


Figure IV-24 : Densité de joints $\Sigma 3$ fonction du nombre de cycles dans les états recuits supersolvus issus des traitements multipasses E à H

IV.3.4 Discussion

Les résultats obtenus pour les traitements E ($\epsilon = n \times 0,65$) à H ($\epsilon = 0,4 + n \times 0,12$) montrent la diversité des comportements rhéologiques et microstructuraux, lorsque l'on joue sur le nombre de cycles, la déformation par cycle, et la vitesse de déformation. Le lien entre évolution de microstructure et comportement rhéologique n'est pas simple, car de nombreux effets peuvent être invoqués : (i) évolution de taille de grains, (ii) écrouissage, (iii) recristallisation dynamique ou postdynamique, (iv) état de précipitation, et effet de solution solide (les deux aspects étant reliés). On constate que pour des déformations élémentaires faibles ou moyennes ($\epsilon < 0,3$), les cycles ne sont pas reproductibles au niveau rhéologique, ce qui laisse penser que dans ce cas les différents effets (i) à (iv) ne se stabilisent pas. La stabilisation du comportement rhéologique s'accompagne d'une taille de grains stable, sauf pour le traitement G avec $\epsilon = 4 \times 0,5$, mais n'indique toutefois pas une stabilisation de la densité de macles. Comme déjà discuté à la section précédente, les traitements multipasses permettent de découpler la taille de grains et la densité de macles. Une analyse plus fouillée des mécanismes mis en jeu dans les traitements présentés dans cette section aurait cependant nécessité des mesures sur les états trempés, avant recuit supersolvus.

En intégrant les microstructures issues des traitements E à H au graphe de la figure IV-20, nous constatons que la tendance globale des microstructures issues des traitements multipasses puis recuites supersolvus est un affinement de la taille de grains, par rapport à celles déformées une seule fois puis recuites supersolvus (figure IV-25). Les densités de macles atteintes dans cette plage de taille de grains peuvent également être plus importantes (jusqu'à $0,08$ contre à peine $0,05 \mu\text{m}^{-1}$). Il y a cependant deux exceptions à ce constat : les deux microstructures ayant subi de grandes déformations ($>0,4$) à ϵ_1 en une seule passe, représentées par des deux triangles noirs situés dans le domaine $\bar{d} < 50 \mu\text{m}$, dans lesquelles les proportions de grains recristallisés dynamiquement se rapprocheraient plus des 100% que celles déformées à ϵ_2 et donc l'effet de la SIBM ne serait pas activé dans ces microstructures.

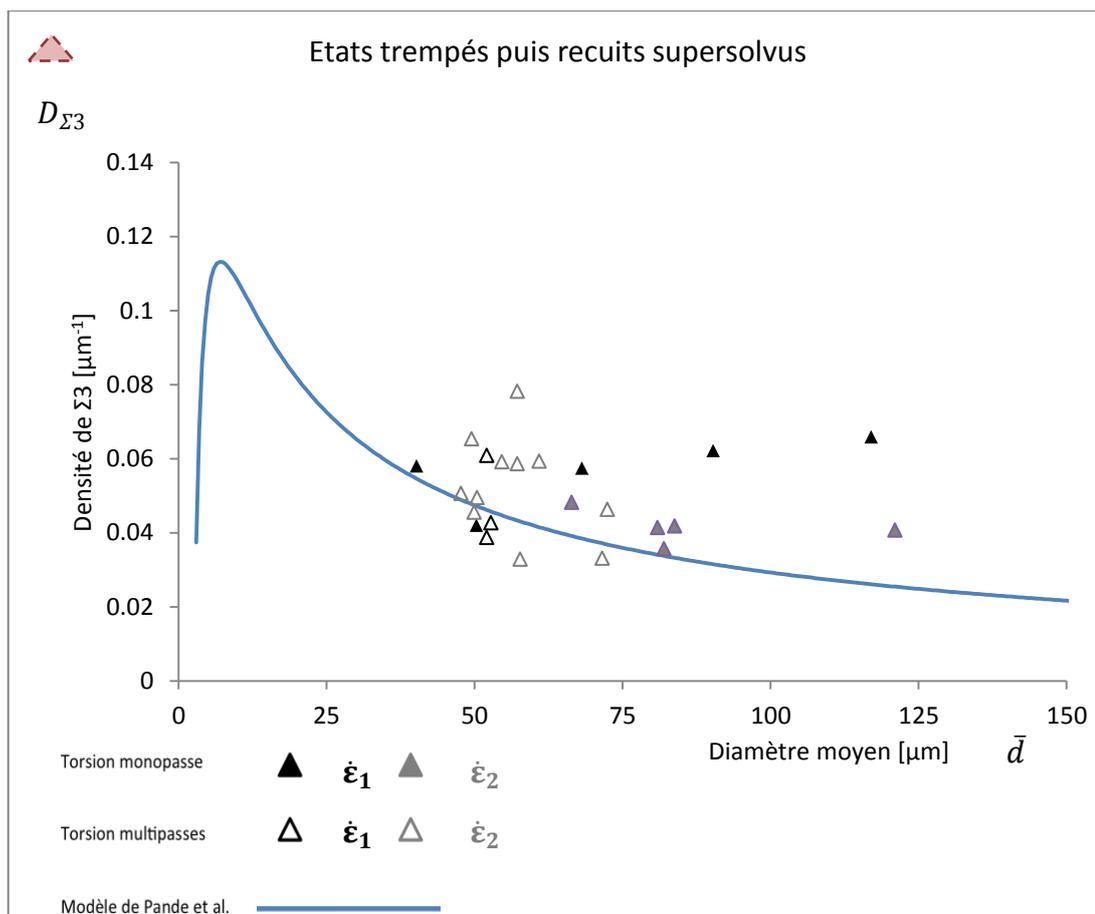


Figure IV-25 : Corrélation entre taille de grains et densité de joints $\Sigma 3$ dans les états recuits supersolvus après traitement thermomécaniques multipasses (triangles creux) et torsion simple (triangles pleins).

IV.4 Conclusion

Les traitements multipasses appliqués à l'alliage PER[®]72 ont démontré que le matériau peut évoluer très significativement avant le passage en supersolvus, malgré la présence de la seconde phase. Par ailleurs, les évolutions de tailles moyennes des grains en subsolvus ne se corrélient pas directement avec les tailles moyennes obtenues après recuit supersolvus. Un paramètre clé à prendre en compte est la distribution des tailles de grains, plus ou moins homogène.

Dans l'absolu et pour la vitesse de déformation la plus élevée après passage en supersolvus, les traitements multipasses n'augmentent pas les quantités de macles par rapport aux essais de torsion simples, mais permettent d'affiner les microstructures. Pour la vitesse la plus faible en revanche, les traitements avec des faibles déformations par cycle produisent non seulement des microstructures plus fines, mais aussi des densités de joints $\Sigma 3$ plus élevées.

La création de macles thermiques continue, comme en conditions monopasses, à pouvoir être reliée en grande partie aux vitesses de migration des joints de grains, elles-mêmes reliées aux forces motrices engendrées par les densités de dislocations locales et la courbure des joints.

Chapitre V : Influence du mode de déformation et de la nature de l'alliage

V.1	INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECAINIQUES PAR COMPRESSION SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ALLIAGE PER®72.....	154
V.1.1	PLAN D'EXPERIENCES.....	154
V.1.2	RHEOLOGIE DE L'ALLIAGE PER®72 DEFORME EN COMPRESSION.....	156
V.1.3	EFFET DES TRAITEMENTS THERMOMECAINIQUES SUR LES MICROSTRUCTURES..	159
V.2	INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECAINIQUES SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ALLIAGE N19.....	163
V.2.1	DESCRIPTION DU SUPERALLIAGE N19.....	163
V.2.2	INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECAINIQUES MULTIPASSES EN TORSION SUR L'EVOLUTION MICROSTRUCTURALE DU SUPERALLIAGE N19.....	165
V.2.2.1	PLAN D'EXPERIENCE.....	165
V.2.2.2	COMPORTEMENT RHEOLOGIQUES DE L'ALLIAGE N19 DEFORME EN TORSION.....	166
V.2.2.3	ANALYSES DES MICROSTRUCTURES OBTENUES A L'ISSUE DES TRAITEMENTS THERMOMECAINIQUES EN TORSION.....	168
V.2.3	INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMECAINIQUES MULTIPASSES EN COMPRESSION SUR L'EVOLUTION MICROSTRUCTURALE DU SUPERALLIAGE N19.....	171
V.2.3.1	PLAN D'EXPERIENCE.....	172
V.2.3.2	RESULTATS.....	173
V.3	SYNTHESE.....	176

Chapitre V Influence du mode de déformation et de la nature de l'alliage

Dans ce dernier chapitre, nous vérifions si les mécanismes identifiés dans les chapitres III et IV sont transposables (1) pour l'alliage PER[®]72 soumis à un autre mode de sollicitation : la compression à chaud et (2) à un autre superalliage à base de nickel : l'alliage N19. La première section est donc consacrée aux évolutions microstructurales de l'alliage PER[®]72 ayant subi des traitements thermomécaniques par compression. Dans la deuxième section nous nous intéressons à l'alliage N19. Nous en présentons d'abord les principales caractéristiques puis nous étudions son évolution microstructurale au cours de traitements thermomécaniques par torsion et par compression.

Les effets des traitements thermomécaniques sont étudiés, ici, de manière exploratoire. L'analyse ne sera pas aussi détaillée que dans les chapitres précédents.

V.1 Influence des traitements thermomécaniques par compression sur la microstructure de l'alliage PER[®]72

Dans le but de se rapprocher des conditions industrielles de mise en forme, en termes de mode de déformation, nous avons examiné les effets de quelques traitements thermomécaniques par compression sur l'alliage PER[®]72.

V.1.1 Plan d'expériences

Comme cela a été expliqué dans la section II-2-2, et compte tenu des gradients de déformation et de vitesse de déformation, les valeurs réelles ε_R et $\dot{\varepsilon}_R$, dans les zones caractérisées, c'est-à-dire à cœur des échantillons, sont estimées à :

$$\varepsilon_R \approx 1,5 \times \varepsilon_N \quad \text{V-1)}$$

$$\dot{\varepsilon}_R \approx 8 \times \dot{\varepsilon}_N \quad \text{V-2)}$$

ε_N étant la valeur théorique de la déformation rationnelle en compression (dont la valeur en fin de compression sera ici appelée « valeur nominale de la déformation » et $\dot{\varepsilon}_N$

étant la valeur théorique de la vitesse de déformation rationnelle (que l'on cherche à maintenir constante) et que nous appellerons ici valeur nominale de la vitesse de déformation

$$\varepsilon_N = Ln \left(\frac{h_f}{h_0} \right) \quad \text{V-3)}$$

$$\dot{\varepsilon}_N = \frac{d \left(Ln \frac{h}{h_0} \right)}{dt} = \frac{v}{h} = \text{cste} \quad \text{V-4)}$$

avec :

- h_f : la hauteur finale de l'échantillon
- h_0 : sa hauteur initiale ($h_0=12$ mm)
- $v = \frac{dh}{dt}$: vitesse de la traverse de la machine de compression qui décroît (en valeur absolue) au cours du temps pour maintenir un $\dot{\varepsilon}_N$ constant

Dans cette section, les déformations et vitesses de déformation sont déterminées par le déplacement de la presse. La différence entre la hauteur finale h_f et initiale h_0 est égale à la distance parcourue par le mors mobile de la presse.

Les températures de déformation, de recuits intermédiaires et traitements thermiques finaux, identiques à celles utilisées dans le cadre de la torsion en chapitres III et IV, sont indiquées dans le tableau Tab. V-1. Les vitesses nominales sont égales à celles testées en torsion $\dot{\varepsilon}_1$ et $\dot{\varepsilon}_2$. Nous rappelons qu'en torsion les vitesses réelles sont sensiblement égales aux théoriques. En compression en revanche, il existe un écart assez important entre la vitesse théorique et celle perçue par le cœur de l'échantillon. Ainsi, la vitesse de déformation effective à cœur obtenue à la vitesse nominale $\dot{\varepsilon}_{N2}$ est plus proche de $\dot{\varepsilon}_1$ que $\dot{\varepsilon}_2$. L'intérêt des traitements thermomécaniques appliqués à la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}_1$ (par rapport à la vitesse la plus faible $\dot{\varepsilon}_2$) a été mis en évidence aux chapitres III et IV. Ils favorisent en effet davantage le maillage thermique au cours de la croissance de grains. Par conséquent, dans le contexte de la compression, les vitesses de déformation rationnelles choisies pour les traitements multipasses sont $\dot{\varepsilon}_{N1}$ et $\dot{\varepsilon}_{N2}$ avec ($\dot{\varepsilon}_{N1} > \dot{\varepsilon}_{N2}$) (cf. Tab. V-2) de telle manière que la vitesse de déformation perçue par le cœur de l'échantillon soit équivalente voire supérieure à $\dot{\varepsilon}_1$. ($8 \times \dot{\varepsilon}_{N2} \approx \dot{\varepsilon}_1$)

Tableau V-1 : Comparaison entre les conditions thermomécaniques des essais de torsion et de compression pour le PER[®]72

	Torsion	Compression
Vitesses de déformation	$\dot{\varepsilon}_1$ et $\dot{\varepsilon}_2$ ($\dot{\varepsilon}_1 > \dot{\varepsilon}_2$)	$\dot{\varepsilon}_{N1}$ et $\dot{\varepsilon}_{N2}$ ($\dot{\varepsilon}_{N1} > \dot{\varepsilon}_{N2}$)
Température de déformation	T_{sub}	T_{sub}

Température des recuits intermédiaires	T_{sub}	T_{sub}
Durée des recuits intermédiaires	30 min et 15 min	30 min
Température du traitement supersolvus final	T_{super}	T_{super}
Durée du traitement supersolvus final	30 min	30 min

Il est à noter que le plan d'essais n'est pas aussi détaillé et précis que celui testé en torsion compte tenu des difficultés expérimentales rencontrées, notamment en termes de pilotage de la machine dans les gammes de déformation et de vitesse de déformation requises. De plus, l'endurance des outils s'est avérée insuffisante aux températures mises en œuvre pour ces essais. Certains aléas de ces essais sont expliqués dans la section V-1-2. Parmi les essais de compression réalisés, nous avons sélectionné 4 traitements thermomécaniques, présentés dans le tableau V-2, dont nous interpréterons les résultats. Les microstructures ont été analysées après le traitement thermique supersolvus final.

Tableau V-2 : Traitements thermomécaniques testés en compression sur le PER[®]72

	$\dot{\epsilon}_{N1}$	$\dot{\epsilon}_{N2}$
Traitements thermomécaniques à 1 seule passe	$\underline{\epsilon_N = 0,5}$ $\epsilon_R = 0,75$	$\underline{\epsilon_N = 0,5}$ $\epsilon_R = 0,75$
Traitements thermomécaniques multipasses	$\underline{\epsilon_N = 0,5 + 0,15 + 0,15 \text{ (A)}}$ $\epsilon_R = 0,8 + 0,22 + 0,22 \text{ (A)}$	$\underline{\epsilon_N = 0,5 + 0,1 + 0,1 + 0,1 \text{ (B)}}$ $\epsilon_R = 0,8 + 0,15 + 0,15 + 0,15 \text{ (B)}$

V.1.2 Rhéologie de l'alliage PER[®]72 déformé en compression

Les courbes rhéologiques sont difficiles à exploiter compte tenu des aléas non-maitrisables des essais de compression. Les conditions de test sont, en effet, à la limite du domaine de fonctionnement de la machine de compression :

1. Faibles déplacements à relativement grande vitesse (moins de 1mm dans le cas des traitements multipasses) : la régulation n'est pas suffisamment réactive pour stabiliser la vitesse de déplacement dès le début de l'essai. Cela produit dans certains cas des pics de contrainte qui atteignent presque 2 fois la valeur du plateau de contrainte (figs. V-1 et V-2) et qui sont provoqués par des vitesses de déformation momentanément largement supérieures à la consigne.

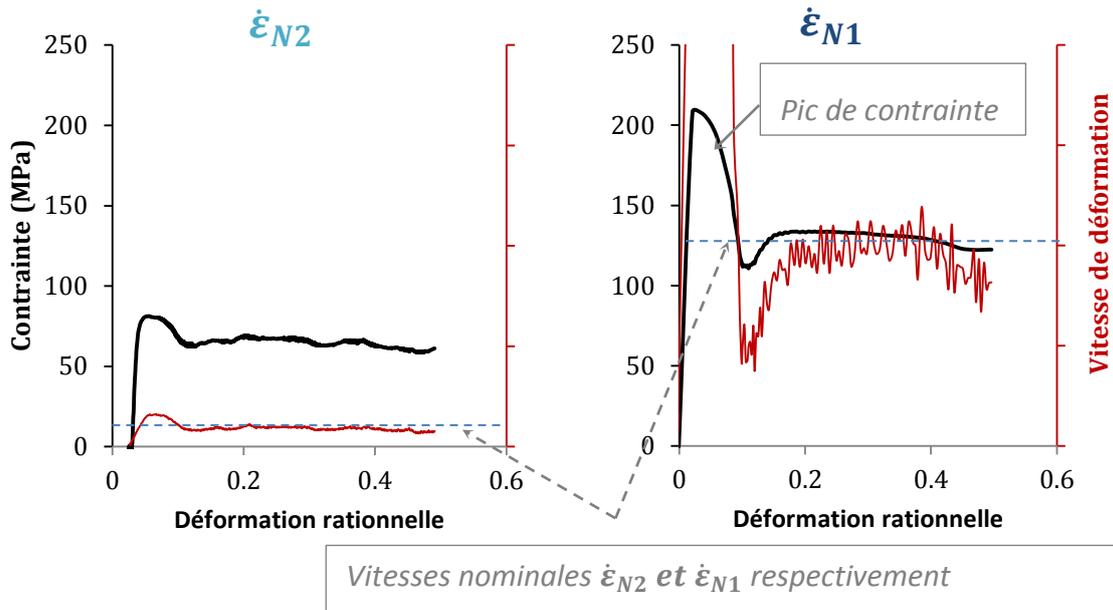


Figure V-1 : Courbes rhéologiques des essais de compression à 1 seule passe réalisés sur le PER®72.

2. Inertie du système hydraulique de la machine de compression : La précision des déformations appliquées sur les échantillons est relativement limitée. Le déplacement du mors, dans certains traitement thermomécaniques, se poursuit au-delà de sa position cible. La hauteur finale est alors souvent inférieure à la consigne comme c'est le cas pour le traitement **A** (fig. V-2). Les écarts entre les hauteurs finales visées et les hauteurs finales réelles des pions de compression sont présentés dans le tableau V-3.
3. Retour élastique de l'ensemble machine + échantillon : les outils sont portés à des températures dépassant celles de l'échantillon. Ceci conjugué au point 1 ci-dessus a pour effet d'entraîner des retours élastiques de l'ensemble machine + échantillons relativement importants (jusqu'à environ 1 mm en cumulé au cours des traitements multipasses) comme c'est la cas pour le traitement **B** (fig. V-2). La reprise de la déformation au cycle suivant se fait sans contact avec l'échantillon et cela provoque des déplacements à vide. La hauteur finale de l'échantillon peut être dans certains cas supérieure à la consigne (tab V-3).

Ces écarts sont difficiles à corriger car leur occurrence n'est pas systématique.

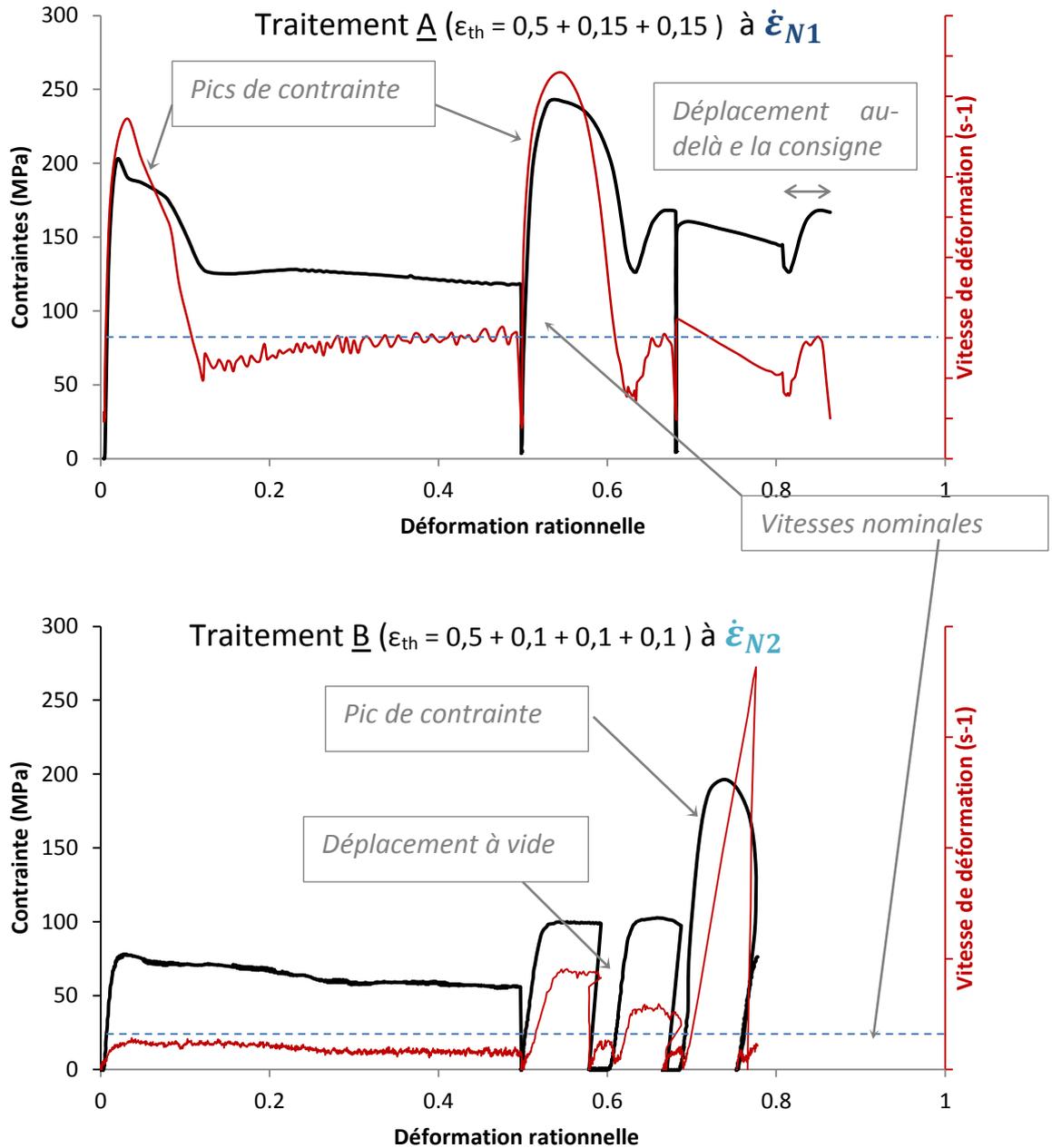


Figure V-2 : Courbes rhéologiques des essais de compression multipasses réalisés sur le PER[®]72. Chemins thermomécaniques **A** et **B**

Remarque : Les vitesses représentées dans les figures V-1 et V-2 ont été calculées selon l'expression suivante :

$$\dot{\epsilon}(t) = \frac{\epsilon_i - \epsilon_j}{t_i - t_j} \quad \text{V-5)}$$

où ϵ_i et ϵ_j sont les déformations rationnelles aux instants t_i et t_j .

Tableau V-3 : Hauteurs finales réelles et consignes correspondantes des pions de compression de PER[®]72 (hauteur initiale de l'échantillon est 12 mm)

Chemins thermomécaniques		Hauteur finale réelle (mm)	Hauteur finale visée (mm)
$\dot{\epsilon}_{N1}$	$\epsilon_N = 0,5$	6,8	7,3
	$\epsilon_N = 0,5 + 0,15 + 0,15$ (A)	5,9	5,4
$\dot{\epsilon}_{N2}$	$\epsilon_N = 0,5$	6,8	7,3
	$\epsilon_N = 0,5 + 0,1 + 0,1 + 0,1$ (B)	6,2	5,4

Ces courbes rhéologiques confirment toutefois certains aspects constatés en torsion notamment la forte dépendance de la contrainte à la vitesse de déformation et l'absence d'écrouissage puisque la contrainte reste constante voire diminue.

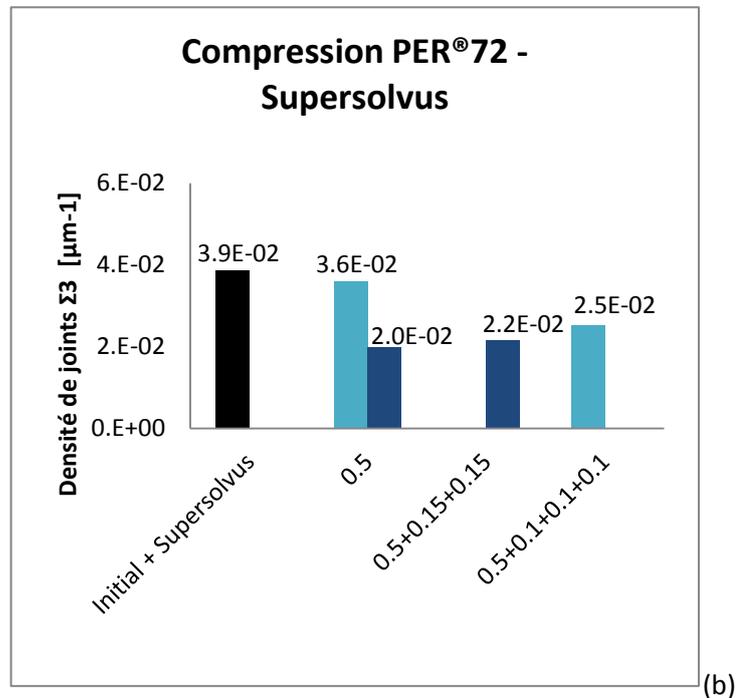
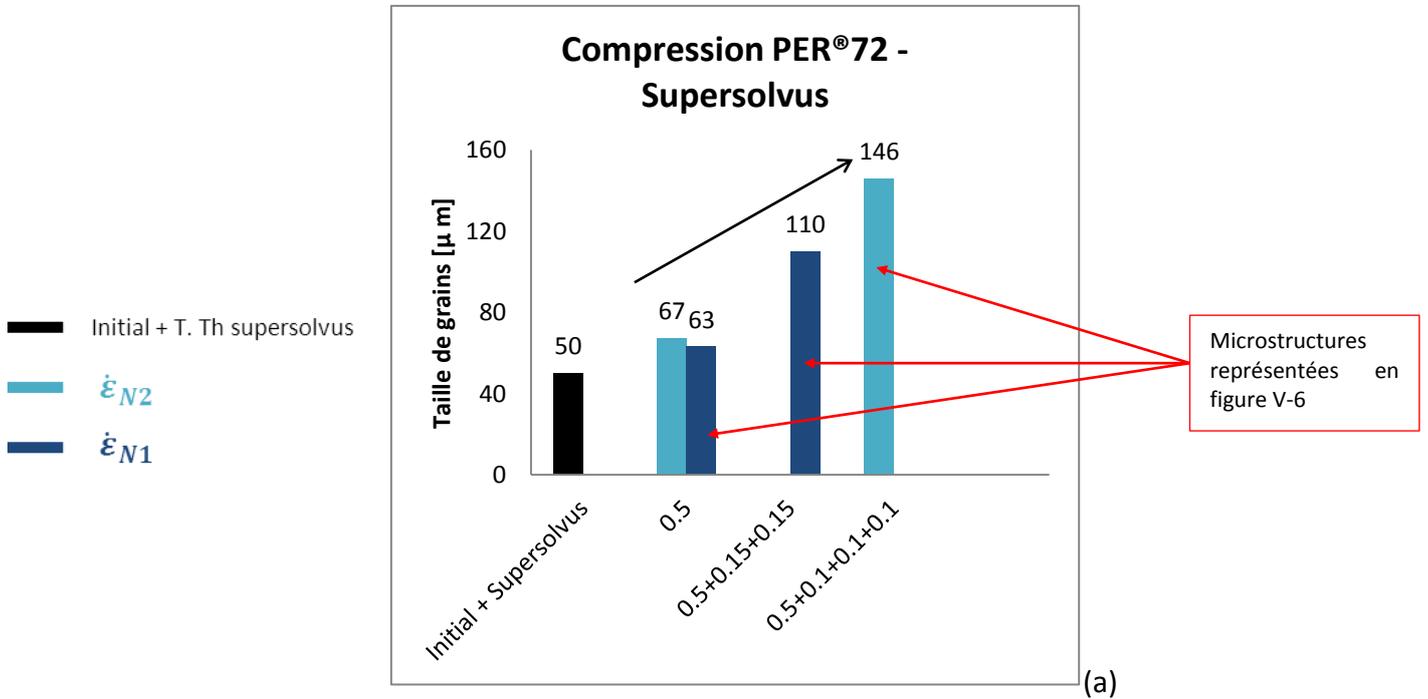
V.1.3 Effet des traitements thermomécaniques sur les microstructures

Les microstructures ayant subi une seule déformation de $\epsilon_N = 0,5$ et ensuite traitées thermiquement en supersolvus gardent une taille de grains comparable à celle de l'état initial recuit supersolvus, soit une soixantaine de microns pour les deux vitesses de déformation contre une cinquantaine de microns initialement (voir fig. V-3(a)). Les niveaux de déformation sont suffisamment élevés pour amorcer la recristallisation dynamique, et on peut penser qu'au cours du traitement thermique, au cours duquel les précipités se dissolvent, on se trouve dans un régime de croissance de grains portée principalement par la courbure et l'élimination de l'ancrage exercé par les précipités intergranulaires.

Les traitements multipasses, à $\dot{\epsilon}_{N1}$ et $\dot{\epsilon}_{N2}$, semblent favoriser la croissance des grains comparativement aux traitements à une seule passe, avec une taille « record » de 146 μm obtenue à l'issue du traitement **B** (la taille maximale obtenue en torsion était de 121 μm). Ceci est tout à fait cohérent avec le déclenchement de la SIBM favorisé par de faibles déformations à grande vitesse. Il se trouve que la dernière frappe du traitement **B** a été réalisée à une vitesse 15 fois plus élevée que la vitesse théorique (voir fig. V-2).

L'évolution des densités de joints $\Sigma 3$ ne montre pas de lien, au sens du modèle de Pande et al. 1990, avec celle des tailles de grains (fig. V-4). Il est notamment intéressant de comparer les deux échantillons déformés à $\epsilon_N = 0,5$ car ils correspondent à une même taille de grains après traitement supersolvus (fig. V-3(a)), présentent un histogramme de distribution de tailles de grains similaire (fig. V-5) mais des résultats différents en termes de densité et de nature des macles (fig. V-3(b-c)). Il est à noter que malgré les incertitudes sur le déplacement de la presse, les quantités de déformation produites par les deux essais sont équivalentes (même hauteur finale d'échantillon en fin d'essai cf. Tab. V-3). La densité de macles obtenue après déformation à la plus faible vitesse est quasiment deux fois plus importante ($3,6 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$ pour $\dot{\epsilon}_{N2}$ contre $2,0 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$ pour $\dot{\epsilon}_{N1}$ fig. V-3(b)). Cette plus grande densité de macles obtenue après déformation s'accompagne d'une fraction de

macles incohérentes plus faible (fig. V-3(c)). Une vitesse de déformation plus faible favoriserait donc spécifiquement la formation de macles cohérentes lors du recuit supersolvus suivant une étape de déformation au cours de laquelle le matériau a recristallisé dynamiquement.



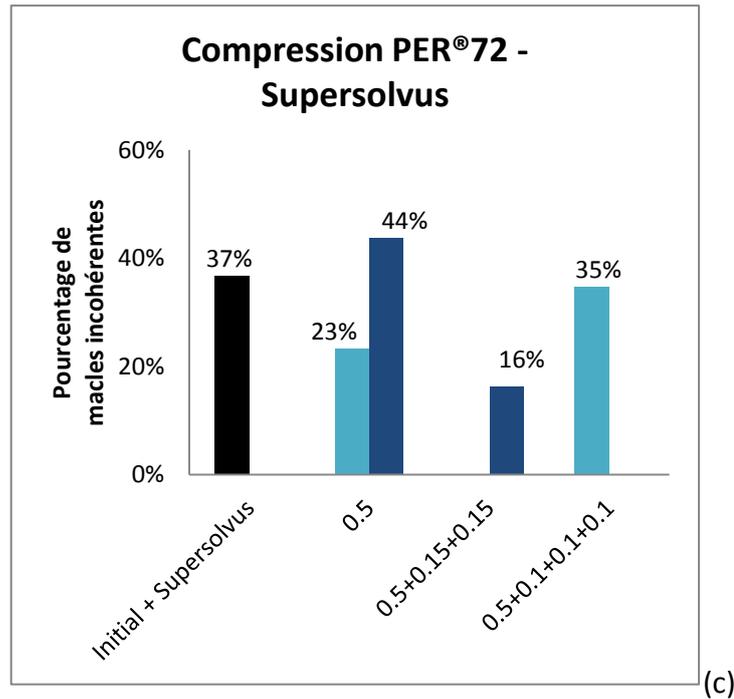


Figure V-3 : (a) Taille de grains, (b) densité de joints $\Sigma 3$ et (c) fraction de macles incohérentes obtenues à l'issue des différents traitements thermomécaniques en compression.

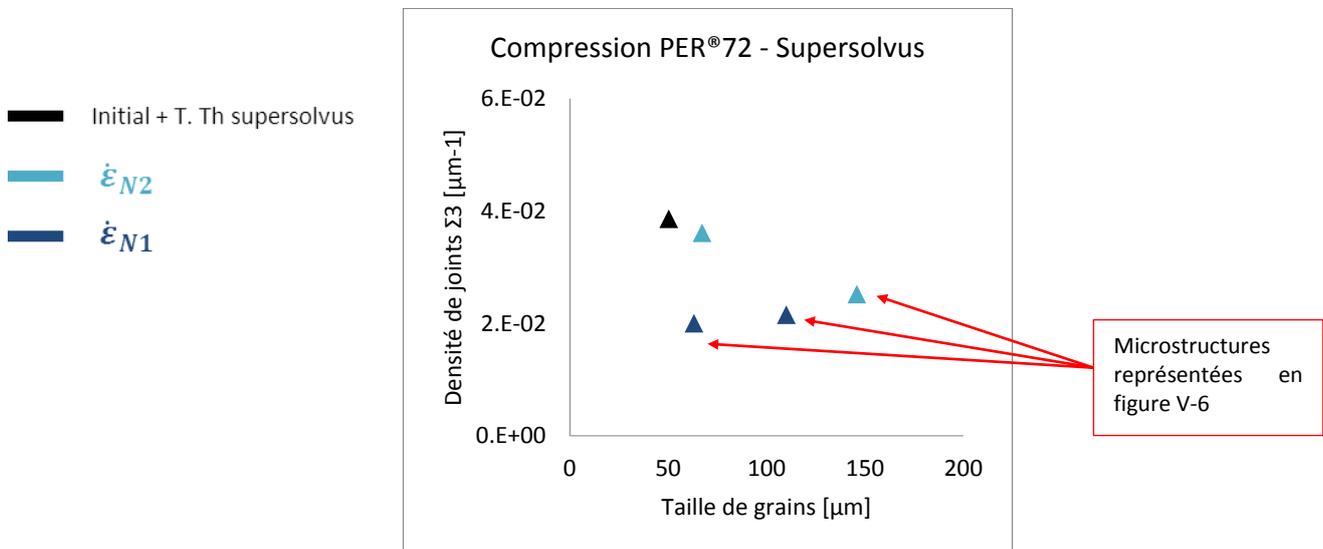


Figure V-4 : Corrélation entre la taille des grains et la densité de joints $\Sigma 3$.

Dans le traitement **B**, les petites déformations permettent de soutenir une force motrice suffisante pour la SIBM (comme noté ci-dessus), ce qui permet une vitesse de migration élevée propice à la formation de macles en subsolvus. Les densités de macles diminuent ensuite si la croissance de grains en supersolvus est importante (en lien avec l'hétérogénéité de taille de grains), mais avec des vitesses qui restent insuffisantes pour générer efficacement de nouvelles macles. Cette analyse s'applique également sur le traitement **A**. Le grossissement de grains et le maclage sont néanmoins relativement plus

faibles étant donné que d'une part le nombre de cycles est plus faible et d'autre part le niveau de déformation par cycle est plus élevé. La vitesse de déformation aurait également un effet mais compte tenu des incertitudes de l'essai de compression il nous est difficile d'approfondir l'analyse de cet effet.

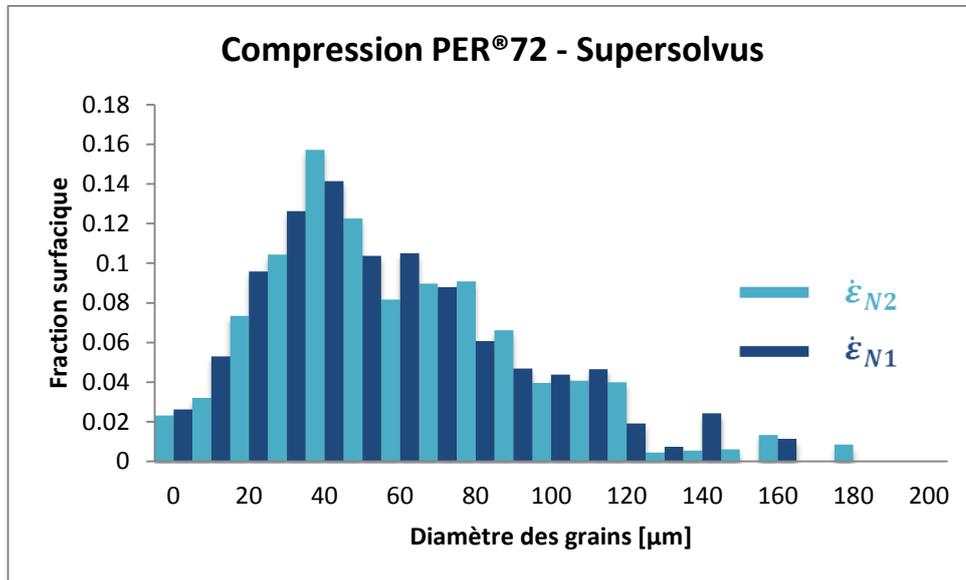
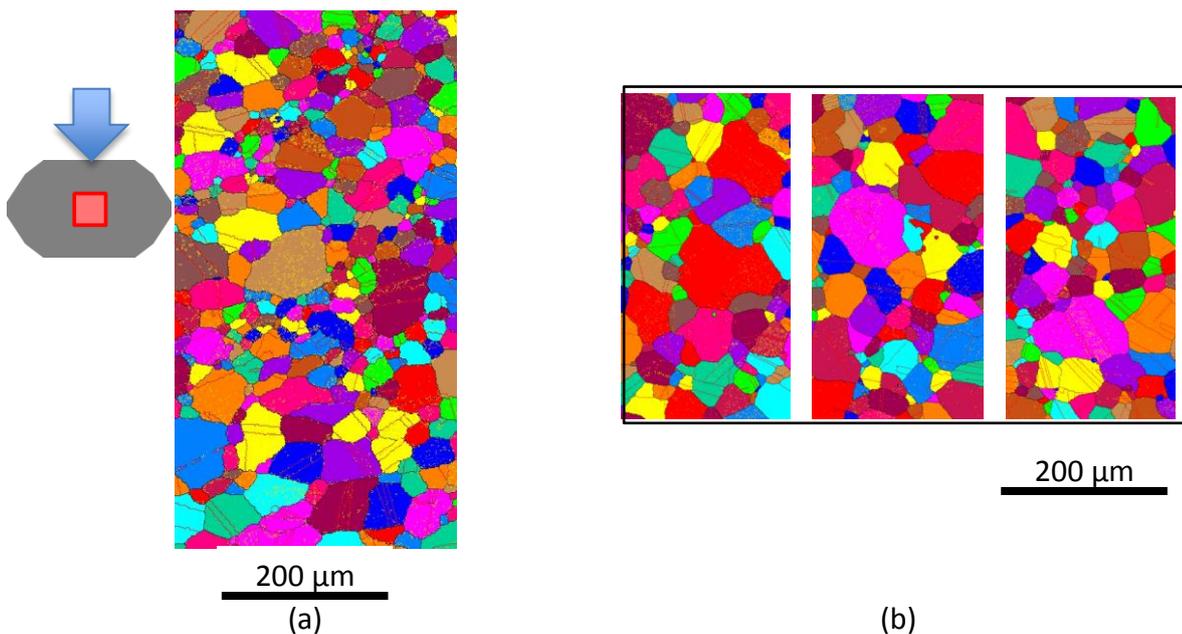
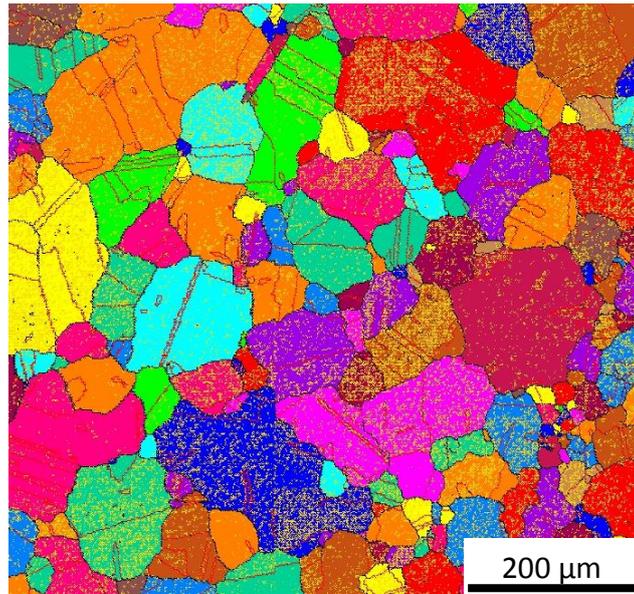


Figure V-5 Histogramme de taille de grains obtenus après traitement supersolvus sur des microstructures ayant subi une déformation théorique ϵ de 0,5.

Les microstructures représentées en fig. V-6 illustrent l'effet que peuvent avoir des chemins thermomécaniques différents sur l'état final obtenu après passage en supersolvus. Elles sont classées par ordre croissant de taille de grains moyenne. La direction de la compression est indiquée ci-dessous et s'applique sur toutes les microstructures relatives aux essais de compression de ce chapitre.





(c)

Figure V-6 : Microstructures recuites supersolvus ayant subi préalablement : (a) le de $\varepsilon_{th} = 0,5$ à $\dot{\varepsilon}_{N1}$ (b) le traitement thermomécanique A $\varepsilon_{th} = 0,5 + 0,15 + 0,15$ à $\dot{\varepsilon}_{N1}$ et (c) le traitement thermomécanique B $\varepsilon_{th} = 0,5 + 0,1 + 0,1 + 0,1$ à $\dot{\varepsilon}_{N2}$. Joints de grains généraux en noir, joints $\Sigma 3$ en rouge et joints de faible désorientation ($<5^\circ$) en jaune. Des couleurs aléatoires attribués aux grains sans aucun lien avec leurs orientations cristallographiques.

Pour conclure, les mécanismes d'évolution microstructurale identifiés dans les chapitres précédents pour les traitements thermomécaniques en torsion, permettent pour l'essentiel d'expliquer les tendances qui se dégagent des essais de compression. En d'autres termes, le comportement des microstructures au cours du recuit supersolvus reste très dépendant des mécanismes activés lors de phase de déformation à chaud, et notamment de la compétition entre SIBM et recristallisation dynamique. Ceci est illustré par la figure V-6 : plus le niveau de déformation par cycle est faible plus la microstructure est modifiée par rapport à celles obtenues à l'issue de traitements à haut niveau de déformation.

V.2 Influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure de l'alliage N19

V.2.1 Description du superalliage N19

Le deuxième matériau de cette étude, l'alliage N19, est aussi un superalliage à base de Ni mais élaboré par métallurgie des poudres. Il fait l'objet, sous la dénomination SMO43, de deux brevets pour l'Europe et pour les Etats Unis déposés par Augustins-Lecallier et (al. 2007a et 2007b). L'alliage N19 a été développé dans le cadre d'une collaboration entre le

Centre des Matériaux (Mines-ParisTech), l'ONERA et la SNECMA pour répondre au cahier des charges suivant (Guédou et al. 2008) :

- 1) Possibilité de contrôler la taille des grains via des traitements thermomécaniques
- 2) Stabilité métallurgique lorsque exposé à de fortes températures (jusqu'à 750°C)
- 3) Bonne résistance à la fatigue et au fluage à 700°C
- 4) Fort durcissement d'érouissage
- 5) Densité inférieure à 8,35 g.cm⁻³.

La composition chimique retenue est indiquée dans le (Tab. V-4)

Tableau V-4 : Composition chimique de l'alliage N19 en % masse (Guédou et al. 2008)

Élément Chimique	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Hf	B	C	Zr
SMO43 = N19	Bal.	12.2	13.3	4.6	3	2.9	3.6	1.5	0.25	0.01	0.015	0.05

Cet alliage, comme l'alliage PER[®]72 :

- est un matériau biphasé avec une matrice de structure cubique à faces centrées (γ) et une seconde phase cubique L1₂ (γ') présente sous la forme de trois populations de précipités : une population de précipités γ' primaires intergranulaires, et deux populations de précipités γ' intragranulaires, appelés respectivement γ' secondaire et γ' tertiaire.
- ne peut être forgé qu'à chaud.
- est destiné à être utilisé pour la réalisation de disques de turbine haute pression.

Le N19 présente aussi certaines particularités par rapport au PER[®]72 :

- Gamme thermomécanique de mise en forme

Le procédé de mise en forme préconisé pour ce matériau est le forgeage isotherme en matrice. Le choix du couple température et vitesse de forgeage est le résultat d'un compromis entre 3 contraintes :

- (1) Il est nécessaire de ne pas dépasser la température du solvus des précipités γ' pendant le forgeage pour éviter une croissance de grains incontrôlée
- (2) Les contraintes d'écoulement doivent rester suffisamment basses pour que le forgeage reste possible par conséquent, il est nécessaire de choisir la température maximale et la vitesse minimale acceptables.
- (3) La température doit rester dans le domaine acceptable par l'outillage.

La déformation pendant le matriçage se produit alors essentiellement par "glissement aux joints de grains", plus que par déformation intragranulaire c'est-à-dire par un mécanisme proche de la superplasticité.

- Présence de carbures

A l'état initial les joints de grains sont ancrés par les précipités γ' primaire. Après passage en supersolvus, les joints de grains peuvent être ancrés par les carbures précipités à la surface des grains de poudre au cours de l'étape de pulvérisation du procédé d'élaboration. Les grains de poudres ont une taille maximale de $53\mu\text{m}$. C'est la taille maximale que les grains pourraient donc atteindre au cours des traitements thermomécaniques. Les études d'optimisation métallurgique du N19 par modification de la gamme de traitements thermiques appliquées au matériau forgé selon la gamme standard - études en cours au Centre des Matériaux et à l'ONERA - semblent montrer que la taille de grain après traitement supersolvus ne croît pas au delà de $32\mu\text{m}$.

V.2.2 Influence des traitements thermomécaniques multipasses en torsion sur l'évolution microstructurale du superalliage N19

V.2.2.1 Plan d'expérience

Deux types de traitements thermomécaniques en torsion s'appuyant sur deux principes différents ont été testés (cf. Tab V-5) :

1. Déformation totale constante $\epsilon=0,6$ et 3 chemins thermomécaniques différents (1) $1 \times 0,6$ (2) $2 \times 0,3$ et (3) $4 \times 0,15$
2. Grande déformation suivie d'une dernière étape de faible déformation : (1) $0,6 + 0,15$ et (2) $0,6 + 0,05$

soit au total 6 traitements thermomécaniques appelés **E** à **J**.

Les déformations et vitesses de déformation sont calculées à partir du nombre de tour et vitesse de rotation des outils de la machine de torsion comme indiqué dans la section II-2-1-2.

Les déformations et les recuits intermédiaires de 15 min ont été réalisés à $1090\text{ }^\circ\text{C}$. Les microstructures ont été analysées après le traitement thermique final d'1h à $1160\text{ }^\circ\text{C}$. Deux vitesses de déformation ont été choisies : 10^{-2} s^{-1} et 10^{-3} s^{-1} . La vitesse la plus basse correspond à un mode de déformation proche de la superplasticité. Ceci n'était pas le cas de l'alliage PER[®]72 qui a été déformé à des vitesses plus élevées.

Tableau V-5 : Chemins thermomécaniques testés en torsion sur l'alliage N19. Essais réalisés au laboratoire du site industriel des Ancizes d'Aubert & Duval par Frédéric Adamski, chercheur au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris – Mines ParisTech).

Vitesse de déformation $0,01 \text{ s}^{-1}$	Vitesse de déformation $0,001 \text{ s}^{-1}$
$\varepsilon = 1 \times 0,6$ (E)	$\varepsilon = 0,6 + 0,05$ (I)
$\varepsilon = 2 \times 0,3$ (F)	
$\varepsilon = 4 \times 0,15$ (G)	
$\varepsilon = 0,6 + 0,15$ (H)	$\varepsilon = 0,6 + 0,15$ (J)

V.2.2.2 Comportement rhéologiques de l'alliage N19 déformé en torsion

Le fait d'enchaîner les cycles de déformation a le même effet de durcissement sur l'alliage N19 que sur l'alliage PER[®]72 (figs.V-7(a) et (b)). Cet effet semble plus marqué sur l'alliage N19 allant jusqu'à une augmentation 30% de la contrainte d'écoulement entre le premier et le deuxième cycle du traitement **G**. Par ailleurs, l'apparition de crochets de contrainte en début de déformation, similaires à ceux observés sur l'alliage PER[®]72, serait ici aussi attribuée à l'ancrage des dislocations par les éléments en solution solide. Les chutes brusques dans les niveaux de contraintes en milieu de déformation (traitements **E**, **H** et **J**) pourraient en revanche être expliquées par un resserrage de l'éprouvette à cause de l'absence de dispositif de blocage en rotation par rapport aux mors, une fois l'éprouvette vissée dans ceux-ci.

L'alliage N19 montre une certaine aptitude à l'écrouissage. La contrainte d'écoulement augmente en effet progressivement avec la déformation comme en atteste la courbe rhéologique de l'essai **E** et le premier cycle de l'essai **I** ou **J** avec un effet plus prononcé à la vitesse de déformation 10^{-2} s^{-1} . Deux raisons peuvent expliquer cette tendance : (1) aux vitesses de déformation pratiquées, l'auto-échauffement est probablement faible (2) la restauration et la recristallisation seraient moins efficaces vis à vis de l'écrouissage que pour l'alliage PER[®]72.

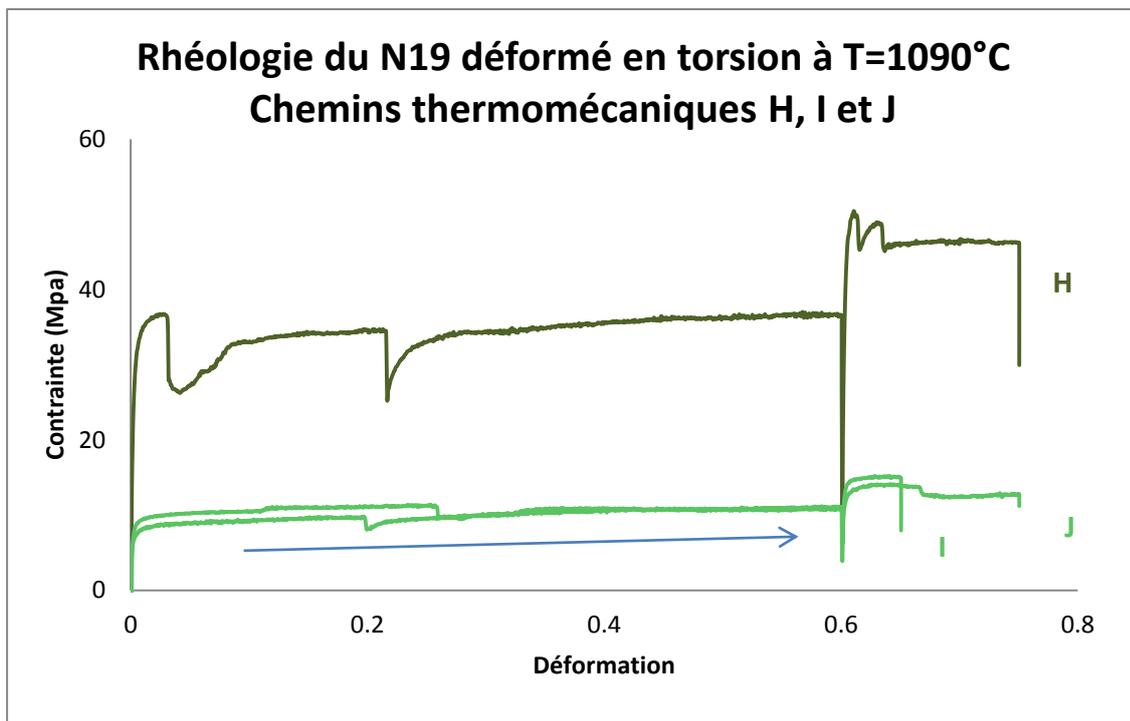
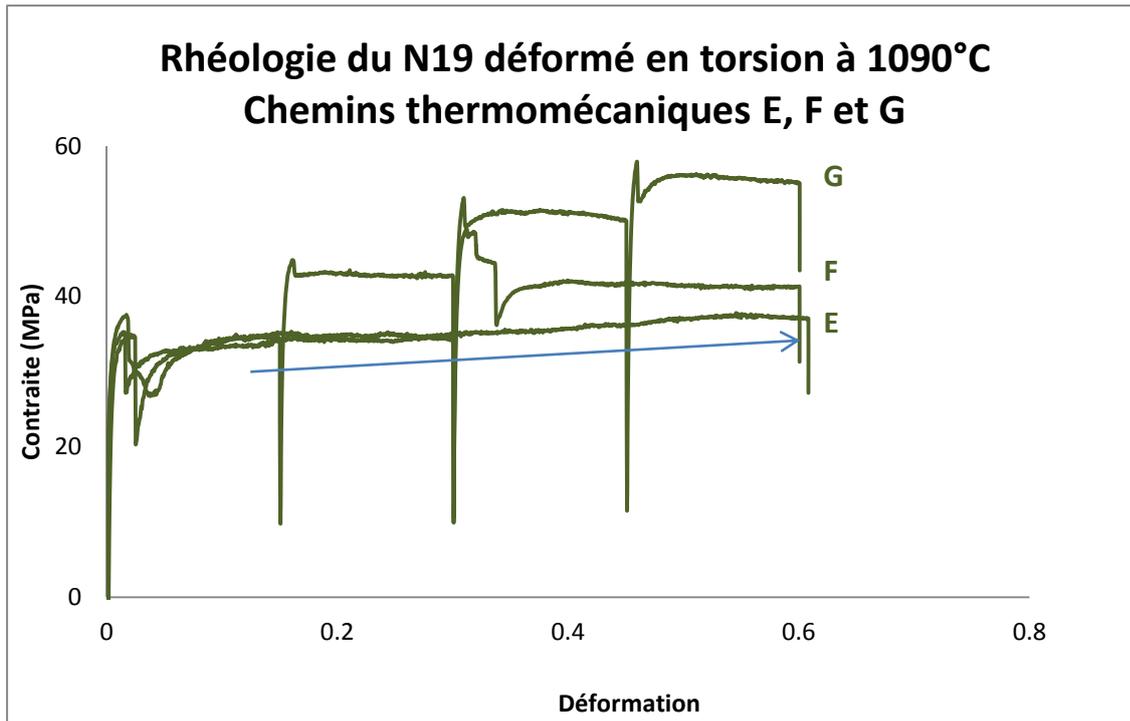


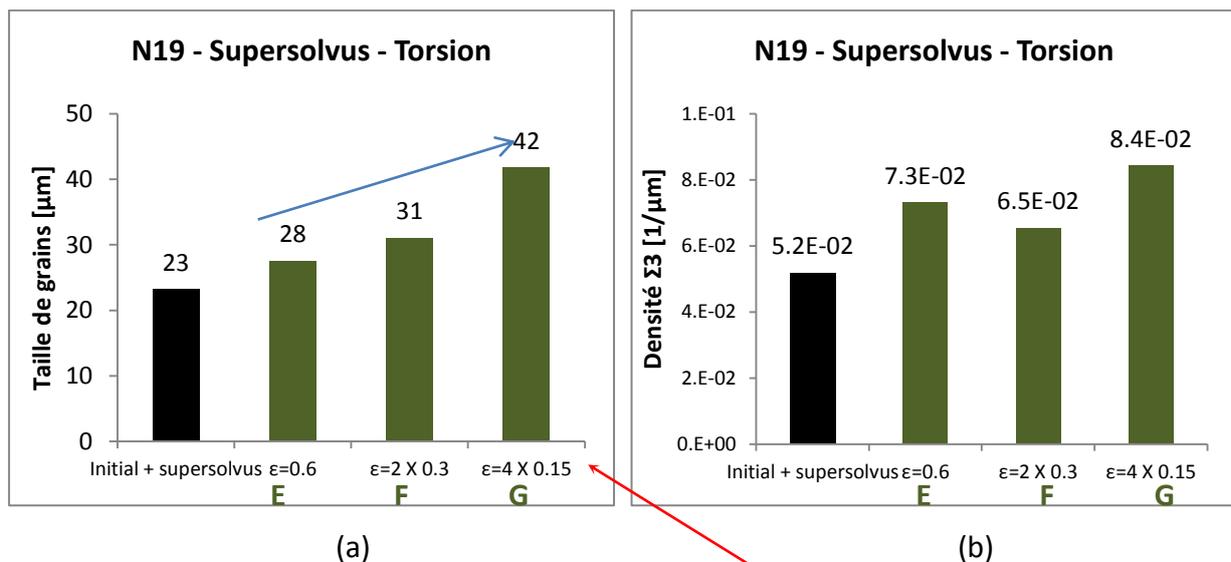
Figure V-7 : Courbes rhéologiques des essais de torsion réalisés sur le N19. Chemins thermomécaniques (a) E, F et G et (b) H, I et J

V.2.2.3 Analyses des microstructures obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques en torsion

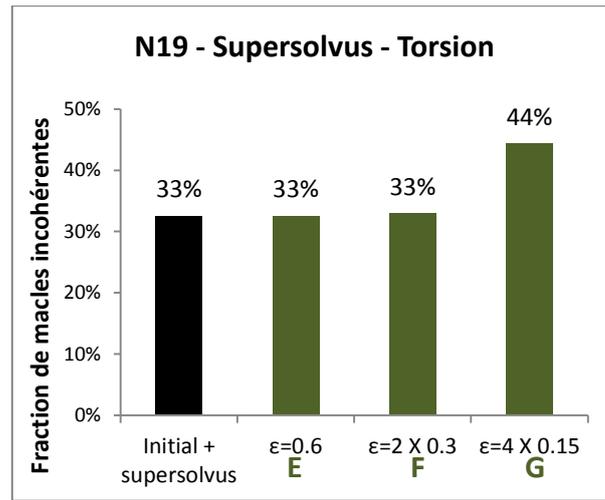
Quelque soit le traitement, la taille de grains ne dépasse pas 53 μm . Dans certain cas, elle reste largement en dessous de cette limite correspondant à la taille des poudres. Nous pouvons déjà déduire que les forces motrices qui pilotent la migration de joints de grains s'épuisent très vite et que les cinétiques de migration sont alors très lentes. Nous rappelons que la durée du traitement supersolvus est deux fois plus importante que celle appliquée sur l'alliage PER[®]72 (1h au lieu de 30 min).

Le traitement multipasses conserve son avantage en termes de croissance de grains c'est-à-dire favorise l'augmentation de la taille moyenne de grains (voir fig. V-8(a)). Nous retrouvons l'effet déjà observé aux faibles déformations, et interprété comme résultant de la SIBM. En effet, plus la dernière déformation avant traitement supersolvus est faible plus la taille moyenne de grain augmente. Ceci est valable aussi bien dans le contexte multipasses (traitements E et G fig. V-8(a)) que simple passe (traitement H 2^{ème} cycle fig. V-9(a)). Cette tendance est légèrement inversée à de la vitesse la plus faible et aux très faibles déformations $\epsilon=0,05$ et $0,15$ (voir fig.V-9(a)).

Les microstructures les plus fines sont celles qui possèdent les densités de macles les plus élevées ce qui est compatible avec le couplage entre le rayon de courbure des joints de grains et la quantité de macles créées tel que décrit par le modèle de Pande. Les faibles déformations perturbent toutefois ce schéma puisqu'elles semblent également favoriser la formation de macles même lorsque la taille de grain augmente. Il existe un effet cumulatif multipasses si l'on compare la densité de $8 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$ à l'issue du traitement G avec $5 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$ seulement à l'issue du H.

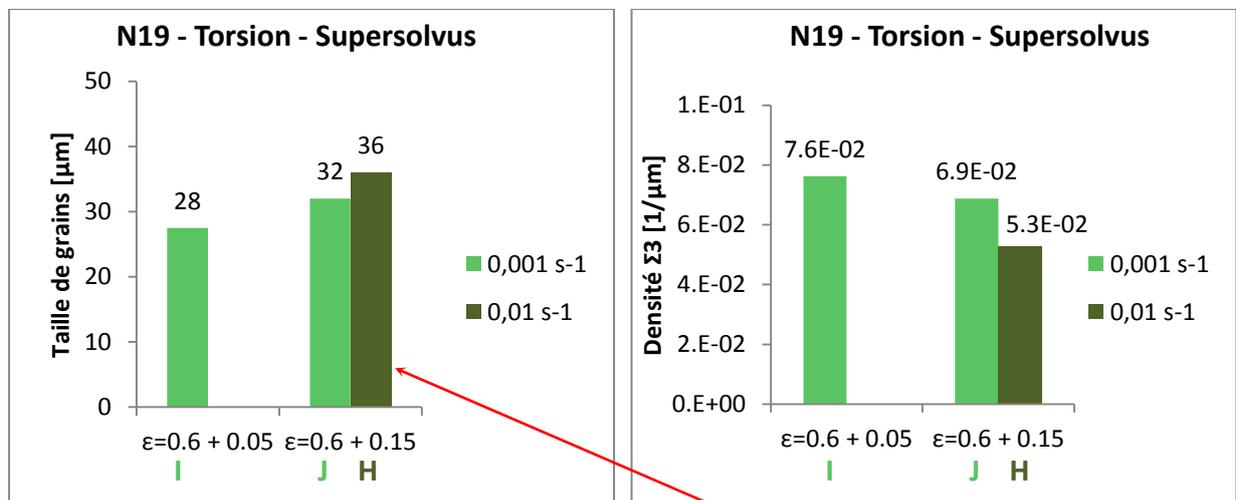


Microstructure représentée en figure V-10



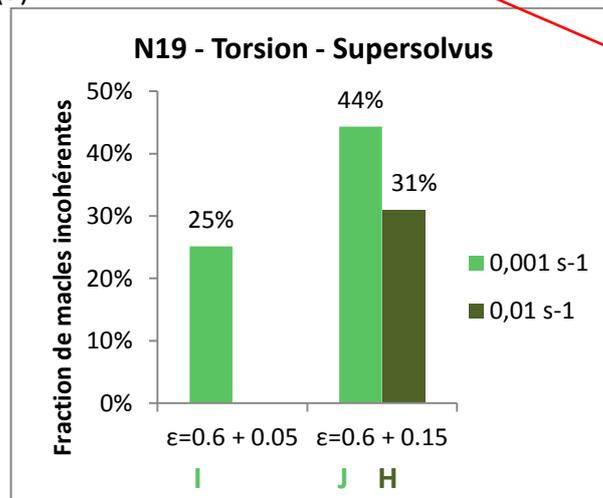
(c)

Figure V-8 : (a) Taille de grains, (b) densité de joints $\Sigma 3$ et (c) fraction de macles incohérentes obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques E, F et G ($0,001 \text{ s}^{-1}$)



(a)

(b)



(c)

Microstructure représentée en figure V-10

Figure V-9 : (a) Taille de grains, (b) densité de joints $\Sigma 3$ et (c) fraction de macles incohérentes obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques H, I et J

Par ailleurs, la fraction de macles incohérentes relativement élevée (44%) enregistrée pour le traitement **G** suggérerait le développement des joints $\Sigma 3$ incohérents provoqué par la migration des joints de grains, et montre que l'effet cumulatif multipasses sur la densité totale de macles vient en partie de ce développement. La microstructure associée représentée en fig. V-10(a) présente, en effet, des joints $\Sigma 3$ sortant de leur configuration parfaite en paroi de macles cohérentes. Cette même microstructure comparée à la microstructure voisine (**H**) montre toutefois que les différences restent visuellement moins marquées que ce que l'on a pu observer sur l'alliage PER[®]72.

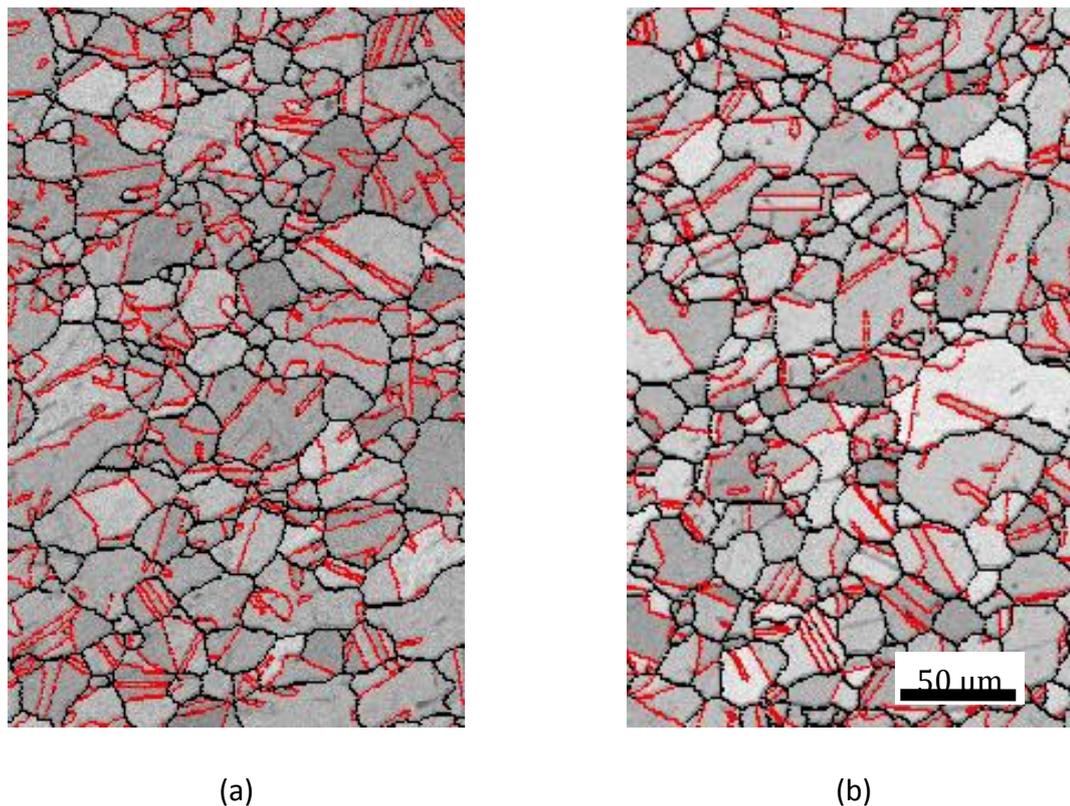


Figure V-10 : Microstructures traitées supersolvus ayant subi préalablement : (a) le traitement **G (b) le traitement **H**. Joints de grains généraux en noir et joints $\Sigma 3$ en rouge. Les nuances de gris correspondent à la qualité du diagramme de diffraction en chaque point de la cartographie.**

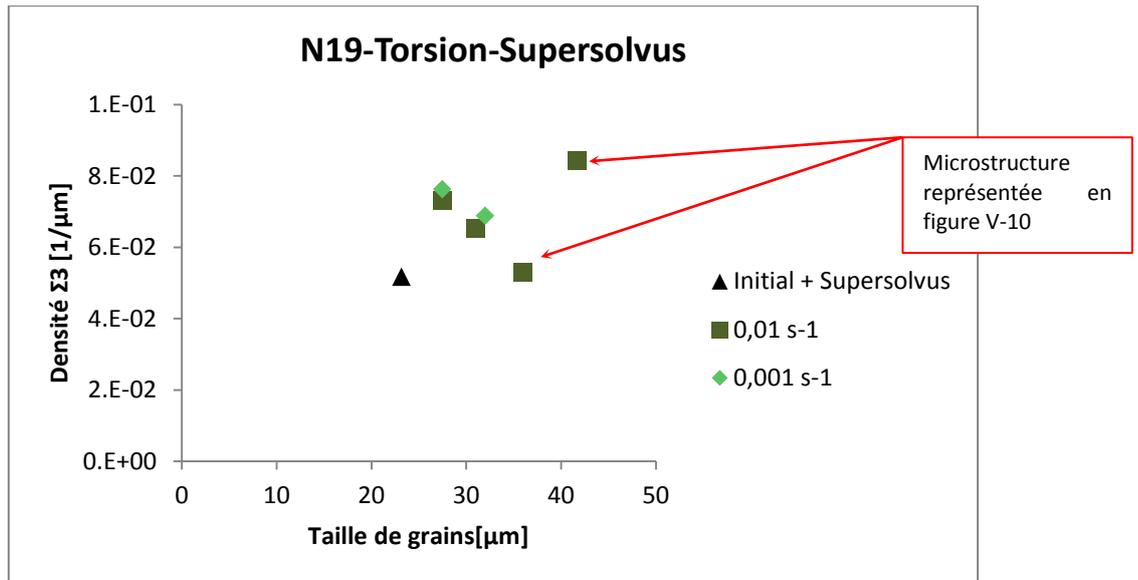


Figure V-11 : Corrélation entre la taille des grains et la densité de joints Σ3. Les points entourés en rouge correspondent aux microstructures de la fig. V-9

A titre de conclusion, il est possible de modifier la microstructure de l'alliage N19 par traitement thermomécanique, bien que les amplitudes de variations de tailles de grains soient limitées. Toutes les microstructures analysées à l'issue des traitements thermomécaniques sont assez différentes de l'état de référence (initial + supersolvus) (voir fig. V-11). La densité de macles est davantage reliée à la taille de grains par rapport à l'alliage PER®72, mais il paraît possible d'induire des effets de type SIBM en conditions multipasses avec des faibles amplitudes de déformation. Les phénomènes de recristallisation paraissent faibles voire absents. Ici aussi une analyse plus détaillée des mécanismes impliqués est nécessaire et nécessitera la caractérisation de l'état de la microstructure avant traitement supersolvus.

L'effet de la vitesse de déformation ne peut pas être analysé de manière exhaustive avec les essais réalisés, mais il apparaît que la vitesse de déformation la plus basse ne correspond pas à un régime entièrement superplastique, puisque de petites déformations permettent de moduler légèrement les tailles de grains et densité de macles.

V.2.3 Influence des traitements thermomécaniques multipasses en compression sur l'évolution microstructurale du superalliage N19

Pour les mêmes raisons que celles évoquées dans la section V-1 consacrée à l'alliage PER®72, c'est-à-dire pour se rapprocher des conditions industrielles de mise en forme, les évolutions microstructurales de l'alliage N19 ayant subi des traitements thermomécaniques par compression (et non par torsion) sont examinées.

V.2.3.1 Plan d'expérience

Le plan d'expérience est défini toujours dans l'optique d'analyser l'effet de différents chemins thermomécaniques menant à une même déformation totale, assimilable à une géométrie finale déterminée dans le contexte de la mise en forme d'une pièce.

Compte tenu des aléas des essais de compression détaillés en section V-1-2 et pour des raisons de lisibilité, les vitesses de déformation et les déformations seront exprimées en valeurs nominales. Pour une déformation totale nominale imposée de $\varepsilon_N = 0,8$, deux traitements thermomécaniques ont été testés : à 1 ou 2 passes après la pré-déformation (cf. tab. V-6). Les essais ont été réalisés à deux vitesses de déformation rationnelles: 0,01 et 0,001 s⁻¹. Un traitement thermomécanique avec un niveau de déformation intermédiaire, à savoir une déformation rationnelle de 0,65 a également été testé à la vitesse 0,01 s⁻¹ en vue d'une meilleure compréhension des mécanismes d'évolution. Les différents traitements thermomécaniques sont désignés par les lettres K à N.

Les microstructures ont été caractérisées après le traitement thermique supersolvus final. Les différents paramètres thermiques relatifs aux essais de compression sont présentées dans le tableau V-7. La température de déformation préconisée pour les essais de compression est de 1070°C au lieu de 1090°C utilisée en torsion.

Les microstructures ayant subi des traitements multipasses sont comparés à deux états de références :

1. Etat initial correspondant au matériau initial auquel est appliqué un simple traitement thermique supersolvus
2. Etats correspondant à la seule pré-déformation de $\varepsilon_N = 0,5$ suivie d'un traitement thermique supersolvus

Tableau V-6 : Chemins thermomécaniques testés en compression sur le N19

	0,001 s ⁻¹	0,01 s ⁻¹
Traitements thermomécaniques à 1 seule passe	$\varepsilon_N = 0,5$	$\varepsilon_N = 0,5$
Traitements thermomécaniques multipasses	$\varepsilon_N = 0,5 + 0,3$ (K) $\varepsilon_N = 0,5 + 0,15 + 0,15$ (L)	$\varepsilon_N = 0,5 + 0,3$ (M) $\varepsilon_N = 0,5 + 0,15$ (O) $\varepsilon_N = 0,5 + 0,15 + 0,15$ (N)

Tableau V-7 : Conditions thermiques des essais de compression

Température de déformation et des recuits intermédiaires	1070 °C
Durée des recuits intermédiaires	15 min
Température du traitement thermique final	1160°C
Durée du traitement thermique final	30 min

V.2.3.2 Résultats

Lorsque le traitement thermomécanique est réalisé à $0,01 \text{ s}^{-1}$, le chemin thermomécanique ne semble pas avoir d'impact sur la croissance de grains puisque la taille de grains obtenue en fin de traitement supersolvus est sensiblement la même : $24 \text{ }\mu\text{m}$. Cette taille de grains est équivalente à celle de l'état initial qui a subi un simple traitement thermique supersolvus (fig. V-12).

Ce constat reste valable pour la vitesse rationnelle $0,001 \text{ s}^{-1}$ à une différence près : la taille de grains se stabilise à une valeur un peu supérieure : autour de $30 \text{ }\mu\text{m}$. Dans l'ensemble, la croissance de grains reste assez limitée. Il est à préciser que la comparaison avec les essais de torsion n'est pas pertinente car la durée du traitement supersolvus est plus courte dans pour les échantillons déformés en compression que pour ceux déformés en torsion (30 min au lieu d'une heure).

Les chemins thermomécaniques jouent en revanche sur la formation de joints $\Sigma 3$. En effet, le traitement multipasses à faible niveau de déformation par cycle appliqué à $0,01 \text{ s}^{-1}$ semble nuire à l'apparition des parois de macles comme en atteste la faible densité de macles à l'issue des traitements **O** et **N** en comparaison avec le traitement **M** (cf. fig.V-13) ainsi que la légère diminution de la proportion de parois de macles incohérentes (fig. V-14). A $0,001 \text{ s}^{-1}$, le traitement multipasses ne présente pas d'intérêt particulier puisque, à taille de grains équivalente, il n'affecte pas la quantité de macles (cf. fig. V-13 traitements K et L). Il contribuerait uniquement à augmenter la proportion de parois de macles incohérentes. Les cycles de faibles déformation rationnelle, $\epsilon_N = 0,15$, ne produisent donc pas l'effet escompté que nous avons associé à la SIBM dans le cas de l'alliage N19 déformé en torsion ou de l'alliage PER[®]72.

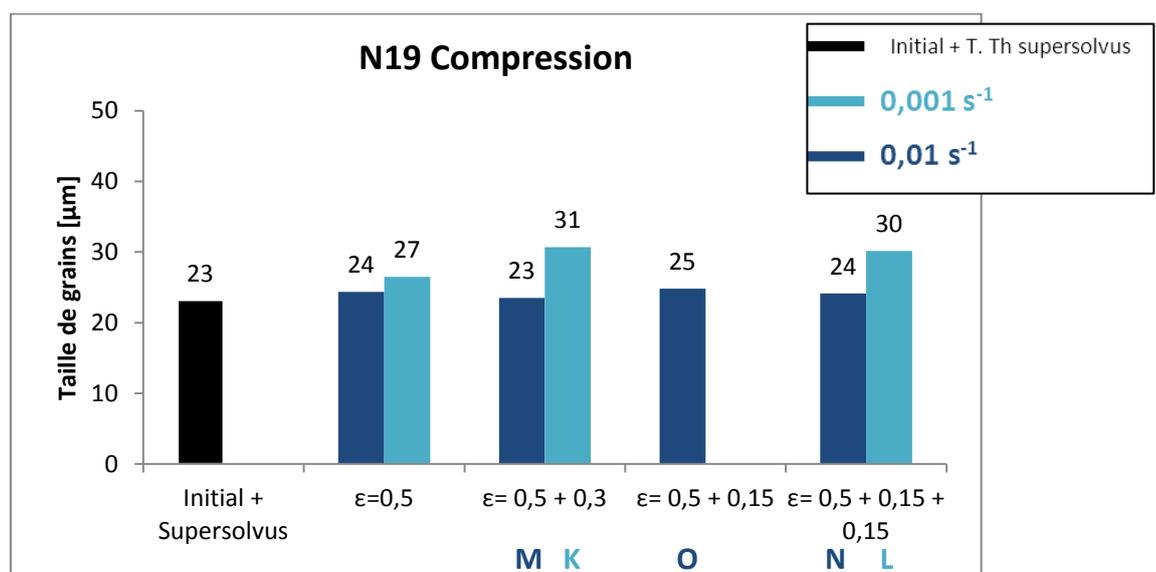


Figure V-12 : Tailles de grains obtenue à l'issue des traitements thermomécaniques pas compression sur le N19. Microstructures caractérisées après traitement supersolvus.

On peut penser que le fait d'avoir déformé le matériau à des vitesses relativement plus élevées, à cause de l'effet du frottement, et d'une température plus basse - 1070°C contre 1090°C pour la torsion - a sans doute inhibé les mécanismes responsables de l'accélération de la migration des joints de grains et donc la formation de macles. Les courbes rhéologiques de la fig V-13 ne montrent cependant pas de signes clairs d'un écrouissage plus important qu'en torsion. Les contraintes sont certes plus élevées mais elles ne semblent pas augmenter en fonction de la déformation. Ceci pourrait être l'effet de l'auto-échauffement d'autant plus que la vitesse de déformation peut augmenter au cours du temps à cœur de l'échantillon compte tenu du frottement.

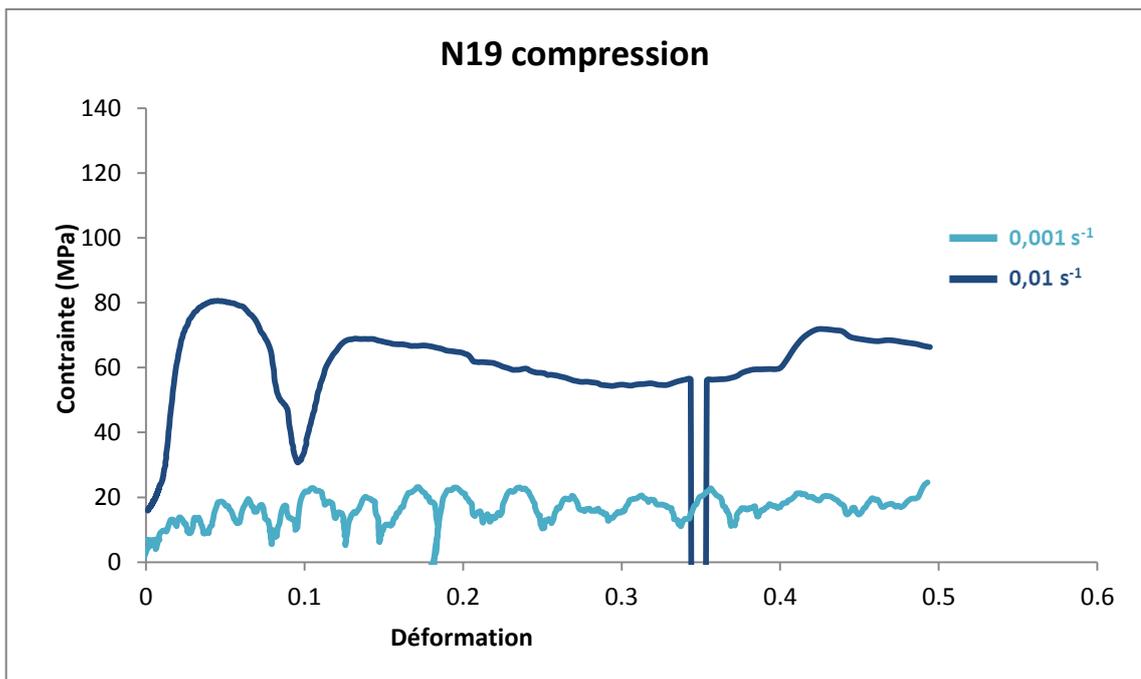


Figure V-13 : Courbes rhéologiques des essais de compression réalisés sur le N19

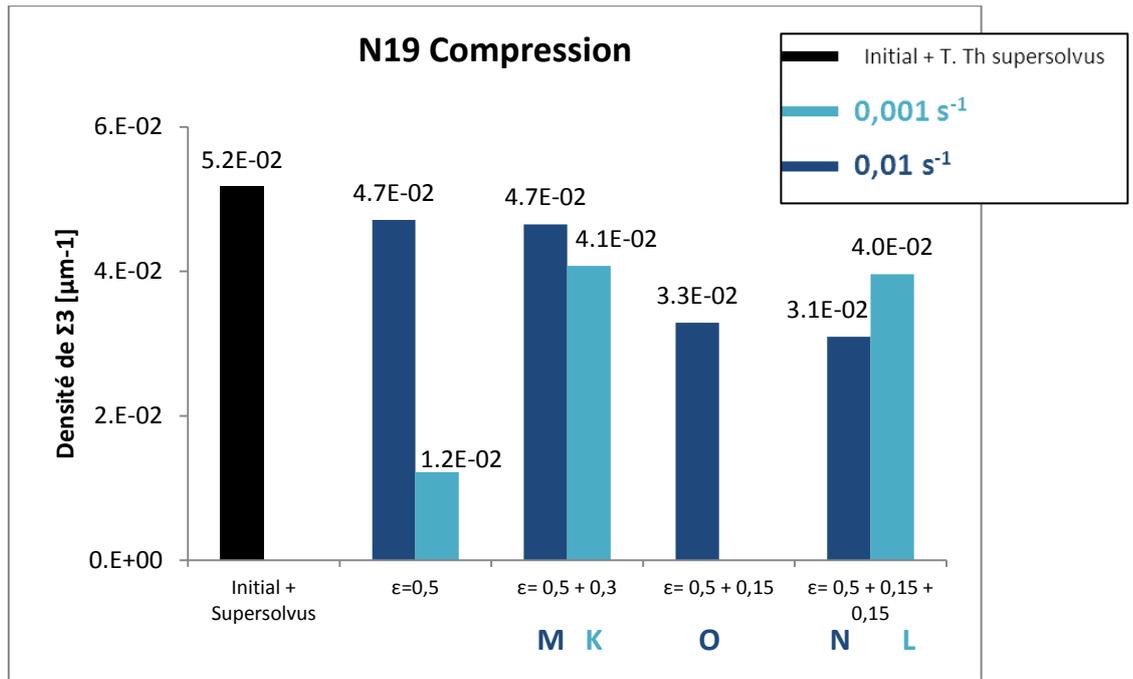


Figure V-14 : Densité de joints Σ3 obtenue à l'issue des traitements thermomécaniques par compression sur l'alliage N19. Microstructures caractérisées après traitement supersolvus.

Vu le nombre de questions que l'on se pose sur ces nouveaux résultats, et la situation relativement différente par rapport l'alliage PER[®]72 (vitesses plus basses, possibilité de superplasticité, température d'essai plus basses), Il serait souhaitable de faire une analyse plus approfondie des états intermédiaires avant passage en supersolvus notamment en examinant les microstructures de dislocations dans les états trempés.

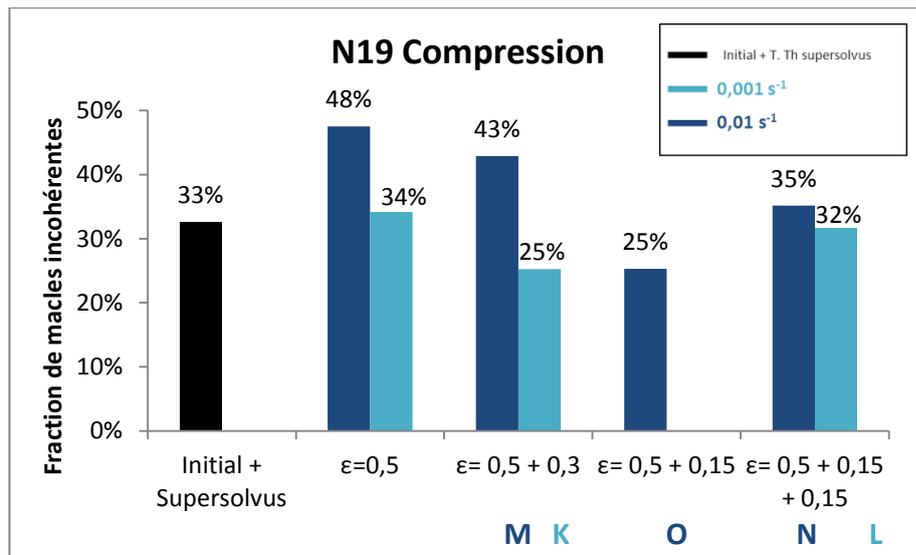


Figure V-15 : Proportions de macles incohérentes obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques par compression sur l'alliage N19. Microstructures caractérisées après traitement supersolvus.

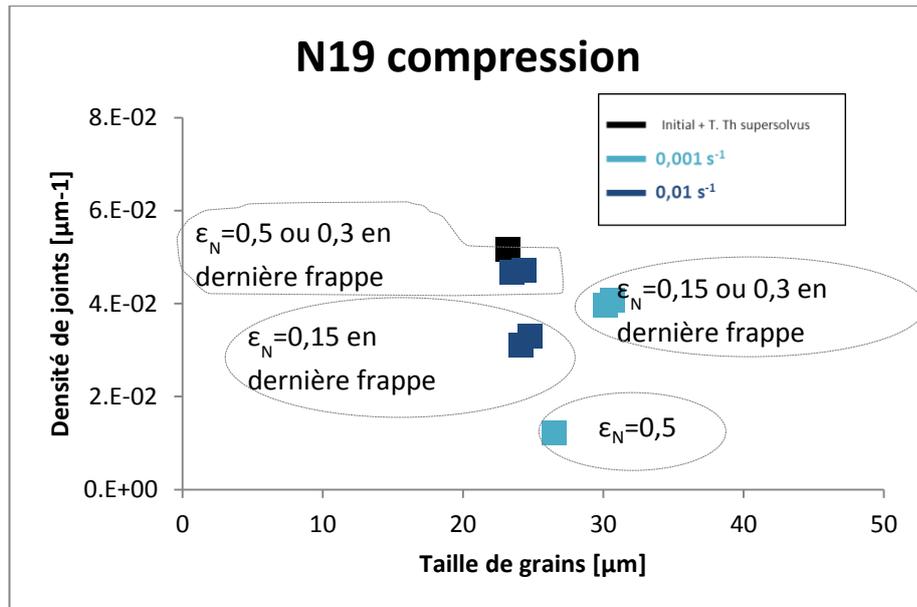


Figure V-16 : Corrélation entre la taille des grains et la densité de joints $\Sigma 3$ obtenues à l'issue de traitements thermomécaniques par compression.

La représentation des densités de joints $\Sigma 3$ en fonction de la taille de grains (fig. V-16) illustre l'effet de la vitesse de déformation sur la croissance de grains. Les tailles les plus importantes ont été atteintes avec la vitesse la plus basse. Néanmoins, l'écart entre les deux vitesses de déformation reste relativement faible : 30 μm contre 25 μm en moyenne. Comme discuté plus haut, la densité de joints $\Sigma 3$ atteint des valeurs plus faibles qu'en torsion mais avec une amplitude de variation non négligeable.

Remarque : La totalité des résultats expérimentaux obtenus suite à la caractérisation des microstructures présentées dans les chapitres III, IV et V sont répertoriés dans l'annexe C.

V.3 Synthèse

Les évolutions de tailles de grains moyennes et de densité de macles observées après traitement supersolvus d'échantillons préalablement soumis à des traitements thermomécaniques par compression sont compatibles avec les mécanismes d'évolution microstructurale identifiés en torsion sur l'alliage PER[®]72 (chapitres III et IV). Pour confirmer les tendances qui se dégagent des résultats présentés dans ce chapitre exploratoire, il serait néanmoins nécessaire d'approfondir l'étude des mécanismes microstructuraux, notamment par l'observation des microstructures avant recuit supersolvus.

Rappelons ici que la mise en œuvre d'essais de compression est moins précise et donc moins pertinente sur le plan académique que les essais de torsion en raison du développement du gradient de déformation et de vitesse de déformation, et d'une difficulté

de pilotage de la machine utilisée dans la gamme d'intérêt de ce travail. Cependant l'essai de compression est plus proche du forgeage industriel. On pourrait donc s'appuyer sur les mécanismes proposés dans les chapitres III et IV pour comprendre l'évolution de la microstructure de l'alliage PER[®]72 au cours de sa mise en forme.

Certes nous n'avons pas pu reproduire l'effet de la vitesse de déformation probablement à cause des incertitudes des essais de compression et des variations de la vitesse au cours des essais. Nous avons, en revanche, clairement mis en évidence le rôle que pourraient jouer les faibles déformations à travers le mécanisme de SIBM sur les vitesses de migration des joints de grains et par conséquent la possibilité de contrôler à la fois la croissance de grains et la genèse de macles, d'où l'importance des petites frappes en mono- ou multipasses en fin de mise en forme.

Le cas de l'alliage N19 est plus complexe étant donné les contraintes thermomécaniques industrielles en termes de gammes de température et de vitesse de déformation. En torsion, nous avons retrouvé certains mécanismes identifiés pour l'alliage PER[®]72, avec, tout de même, un effet moins discriminant sur les microstructures, en particulier au niveau des tailles de grains. Les traitements thermomécaniques par compression appliqué sur l'alliage N19 ne semblent cependant pas avoir déclenché les mécanismes d'évolution de type SIBM car les cycles de faible déformation n'ont pas produit une augmentation plus importante de la taille de grains ni vraiment favorisé la création de macles. Deux raisons peuvent expliquer ce résultat : (1) les mécanismes de déformation/restauration/recristallisation sont différents dans la gamme thermomécanique choisie et (2) la microstructure du N19 apparaît peu favorable à la migration des joints de grains (comme déjà noté en torsion). Une étude complémentaire serait également nécessaire pour une meilleure compréhension des mécanismes d'évolution de l'alliage N19 en examinant les états intermédiaires.

Conclusion & Perspectives

A Synthèse des résultats

Nous avons montré la possibilité de modifier la microstructure de superalliages à base de nickel en contrôlant notamment le maclage thermique et la taille de grains via des traitements thermomécaniques.

S'appuyant sur la théorie l'accident de croissance proposée par Gleiter (1969), qui explique la formation des macles thermique au cours de la migration des joints de grains, le modèle phénoménologique de Pande et al. (1990) relie la variation de la densité de joints $\Sigma 3$ à celle de la taille de grains. Nous avons observé les évolutions de ces deux caractéristiques microstructurales à l'issue de chemins thermomécaniques variés et montré que cette relation simple n'est pas toujours respectée. La densité de macles ne dépend pas uniquement de la taille de grains, mais également de la vitesse à laquelle les joints ont migré pour atteindre cette taille de grains. Les mécanismes physiques d'évolution de la microstructure ont été identifiés pour ces différents chemins thermomécaniques.

Les traitements thermomécaniques testés comprennent des phases de déformation à chaud, seul mode de déformation possible sur les matériaux de cette étude (alliages PER72 et N19), ce qui implique la prise en compte de l'évolution dynamique de la microstructure. Dans la mesure où de nombreuses étapes ont été réalisées dans le domaine subsolvus, l'influence des précipités de seconde phase sont également à prendre en considération.

Nous avons analysé dans un premier temps le comportement de la microstructure de l'alliage PER[®]72, élaboré par voie conventionnelle (coulé-forgé), déformé par torsion en une seule passe et ensuite traité thermiquement. L'étude rhéologique a montré des cinétiques de restauration assez rapides. Un examen détaillé de la microstructure a montré que la recristallisation dynamique intervient à des niveaux de déformation de l'ordre de 0,4, du moins aux vitesses de déformation les plus élevées. La migration dynamique des joints induite par les gradients de déformation (SIBM) a été observée suite aux petites déformations ($\epsilon < 0,23$). Elle est favorisée elle aussi par la vitesse de déformation la plus élevée qui se traduit par des densités de dislocations plus élevées et probablement des gradients de densité de dislocations plus forts. La migration des joints de grains, phénomène clé pour le maclage thermique selon les modèles cités ci-dessus, est pilotée par deux forces motrices : (1) les gradients de densités de dislocations et (2) la courbure des joints de grains. Les précipités primaires exercent une force de freinage sur les joints de grains. La force motrice associée à la courbure des joints peut être amplifiée par un effet de la largeur de la distribution de taille de grains. Les plus gros grains de la microstructure se développent d'autant plus vite que les autres grains sont plus fins. L'analyse des évolutions

microstructurales ne peut donc se fonder uniquement sur la valeur moyenne de la taille de grains mais requiert la prise en compte de l'étendue de sa distribution.

La confrontation de nos résultats en termes de densités de joints de macles en fonction de la taille grain obtenues après passage en supersolvus avec le modèle de Pande et al. (1990) montre clairement que la densité de joints $\Sigma 3$ n'est pas uniquement corrélée à la taille de grains mais dépend également des autres paramètres pouvant influencer sur les vitesses de migration de joints de grains.

La formation de macles thermiques est favorisée par les vitesses importantes de migration des joints de grains. Le déclenchement de la recristallisation dynamique peut, suivant son état d'avancement, homogénéiser les densités de dislocations, affiner et homogénéiser les microstructures, et ainsi amoindrir les forces motrices de la migration des joints de grains, ceci pendant la déformation ou au cours de traitements thermiques sub- ou supersolvus subséquents. Le mode SIBM apparaît favorable à la genèse de macles car il est justement la signature d'importants gradients de densité de dislocations générant des forces motrices suffisamment fortes pour compenser la force de freinage exercée par les précipités primaires. Le mode SIBM favorise sélectivement la croissance des grains à faible densité de dislocations et mène à des distributions de tailles de grains larges, voire parfois bi-modales. La croissance rapide de ces gros grains, sous l'effet d'une force motrice importante et dans une matrice de grains plus fins, conduit après traitement supersolvus à une densité de macles nettement supérieure à celle prévue par le modèle de Pande. Ce modèle considère en effet seulement la force motrice liée à la courbure et l'énergie du joint de grains et ne prend pas en compte l'hétérogénéité de taille de grains. A taille de grains moyenne identique, ce modèle prévoit donc une densité de macles moins élevée, associée à une croissance de grains moins rapide.

Contrairement à ce que prévoit le modèle de Pande, c'est-à-dire une densité de macles qui diminue lorsque la taille de grains augmente, le mode SIBM produit des microstructures où la densité de macles semble même augmenter avec la taille de grains :

Gamme thermomécanique	Taille de grains moyenne	Densité de macles
$\varepsilon = 0,08$ à ε_1 puis traitement thermique supersolvus	117 μm	$6,6 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$
$\varepsilon = 0,4$ à ε_1 puis traitement thermique supersolvus	40 μm	$4,1 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}^{-1}$

On en déduit l'intérêt en termes de densité de macles que pourraient avoir les traitements thermomécaniques multipasses faisant intervenir des cycles élémentaires en mode « Strain Induced Boundary Migration ». Cependant ce processus s'accompagne également d'une augmentation de la taille de grains moyenne qui pourrait s'avérer néfaste pour les propriétés d'usage. Il sera donc nécessaire de tester ces propriétés sur les microstructures produites dans ce travail.

D'après l'analyse des microstructures ayant subi des traitements thermomécaniques multipasses, la création de macles thermiques peut, comme en conditions monopasses, être

reliée en grande partie aux vitesses de joints en migration, elles-mêmes reliées aux forces motrices engendrées par les densités de dislocations locales, la courbure des joints et la largeur de la distribution de tailles de grains. En revanche les effets n'ont pas pu être cumulés au fur et à mesure de l'enchaînement des cycles. En effet, les traitements multipasses n'augmentent pas les quantités de macles par rapport aux essais de torsion simples, mais permettent en revanche d'affiner les microstructures.

Les traitements thermomécaniques par compression ont confirmé le rôle que pourraient jouer les faibles déformations à travers la SIBM sur les vitesses de migration des joints de grains et par conséquent la possibilité de contrôler la croissance de grains et la genèse de macles dans l'alliage PER[®]72. Toutefois ils ne nous ont pas permis de reproduire l'effet de la vitesse de déformation probablement à cause des incertitudes dans le contrôle des essais de compression et notamment des difficultés de pilotage de la vitesse.

Le comportement microstructural de l'alliage N19, élaboré par métallurgie des poudres, est plus complexe étant donné les contraintes thermomécaniques industrielles en termes de gammes de température et de vitesse de déformation. Les traitements thermomécaniques appliqués ont reproduit les mécanismes identifiés pour l'alliage PER[®]72, avec tout-de-même, un effet moins discriminant sur les microstructures, en particulier au niveau des tailles de grains. Les traitements thermomécaniques par compression sur le N19 n'ont pas influé significativement sur la croissance de grains ni sur la formation de macles thermiques. Le choix des gammes thermomécaniques d'une part et la microstructure initiale de l'alliage N19 d'autre part explique sans doute le manque d'efficacité de ces traitements.

B Perspectives

Nous avons démontré la possibilité de contrôler le maillage thermique et la croissance des grains via les conditions de traitements thermomécaniques pour l'alliage PER[®]72. Le contrôle est relativement moins efficace pour l'alliage N19. L'étape suivante sera de montrer l'intérêt que pourraient présenter les microstructures ainsi obtenues au niveau des performances : fluage, fatigue, résistance à la corrosion etc.

L'objectif du projet ORGANDI étant d'optimiser la microstructure au niveau de la pièce finale : le disque de turbine, des traitements thermomécaniques se terminant par un cycle de faible déformation à grande vitesse en subsolvus de manière à favoriser le mode SIBM sont en cours sur des galets de taille et de géométrie analogue à ceux destinés à la réalisation de disques de turbine d'hélicoptère. Les premières analyses (réalisées au CdM et au CEA) des microstructures obtenues à l'issue de gammes thermomécaniques optimisées, inspirées de celles identifiées dans ce travail, montrent la possibilité de transposer les effets liés à la SIBM aux galets. Par ailleurs, compte tenu des gradients de déformation et de vitesse de déformation dans les galets, les microstructures varient considérablement d'une

zone à l'autre. Ces gradients sont à prendre compte d'autant plus qu'ils seront plus importants encore à l'échelle du disque.

Ce travail de thèse montre également la nécessité d'enrichir les modèles existants (Pande et al. 1990 et Cahoon et al. 2009) en intégrant la force motrice associée aux gradients de densité de dislocations, la force de freinage exercée par les précipités, et les effets de largeur de distribution de taille de grains.

Pour ce qui concerne l'alliage N19, une analyse détaillée est nécessaire afin de mieux comprendre les faibles vitesses de migrations des joints de grains que nous avons constatées.

Glossaire

Grain	Un domaine de la matrice γ qui a plus de 10° de degrés de désorientation par rapport aux domaines qui l'entourent. Il a une taille minimale de 8 pixels dans les cartographies obtenues par EBSD. Il est délimité par des joints de grains. Il est à noter que deux domaines délimités par une macle cohérente ne sont pas considérés comme étant des grains distincts mais font partie d'un même grain.
Joint de grains	La frontière entre deux grains adjacents. Il correspond à une désorientation supérieure à 10°
Macle, joint de macle et joint $\Sigma 3$ (Macle Cohérente et Macle incohérente)	Ces trois termes sont employés dans ce mémoire de manière interchangeable. Ils désignent <u>(1)</u> un joint de grains ayant une désorientation $\Sigma 3$ (60° autour de l'axe $[111]$ ou l'un de ses équivalents : cette désorientation doit être détectée avec une déviation maximale de 2° par rapport à la désorientation $\Sigma 3$) dans le cas où le plan du joint est dévié de plus de 5° du plan dense $\{111\}$ le plus proche : il s'agit alors de « macle incohérente » ; et <u>(2)</u> les parois de « macle cohérente » qui correspondent à la même désorientation $\Sigma 3$ mais sont déviées de moins de 5° par rapport au plan dense $\{111\}$ le plus proche. Les parois de macle cohérente ne sont pas considérées comme étant des joints de grains. Si l'un de ces trois termes est utilisé, aucune distinction entre macles cohérentes et incohérentes n'est pas faite. Cela est précisé le cas échéant.
Précipité	Particules faisant partie de la seconde phase γ' . Ils sont appelés γ' primaires lorsqu'ils sont intergranulaires et non-cohérents avec la matrice et γ' secondaires lorsqu'ils sont intragranulaires et cohérents avec la

	matrice
Recristallisation	Création de nouveaux grains. Les domaines délimités par des macles cohérentes n'étant pas considérés comme des grains, le terme recristallisation n'intègre pas la création de macles cohérentes.
SIBM	L'abréviation de l'expression anglaise : <i>Strain Induced Boundary Migration</i> . Dans la littérature elle est utilisée pour désigner la migration des joints de grains induite par les gradients de densité de dislocations que génère la déformation plastique. Ce phénomène intervient en statique au cours de traitements thermiques. Dans ce manuscrit nous montrons que ce phénomène peut être activé en dynamique. Cette expression est donc associée à la migration de joints de grains <u>pendant</u> la déformation sous l'effet de la force motrice produite par les gradients de densités de dislocations

Annexes

A Identification d'un $\Sigma 5$ à partir de l'angle et l'axe de désorientation

Un joint de grain $\Sigma 5$ correspond à une désorientation de $36,9^\circ$ autour de l'axe [100] d'après Sutton et Ballufi (1987). Nous appliquons les méthodes de Ranganathan (1966) et Déchamps et al. (1987) pour vérifier ce résultat.

1- Méthode de Ranganathan (1966)

Identifions d'abord les entiers x et y tels que

$$36,9^\circ = 2 \tan^{-1} \left(\frac{y}{x} \sqrt{1^2 + 0^2 + 0^2} \right) \quad (\text{A-1})$$

$$\frac{y}{x} = \tan \frac{36,9^\circ}{2} \quad (\text{A-2})$$

$$\frac{y}{x} = 0,333 = \frac{1}{3} \quad (\text{A-3})$$

$$\begin{cases} y = 1 \\ x = 3 \end{cases} \quad (\text{A-4})$$

L'expression du degré de coïncidence est alors :

$$x^2 + y^2(h^2 + k^2 + l^2) = 3^2 + 1^2(1^2 + 0^2 + 0^2) = 10, \text{ nombre pair} \quad (\text{A-5})$$

$$\text{Donc } \Sigma = \frac{10}{2} = 5 \quad (\text{A-6})$$

2- Méthode de Déchamps et al. (1987)

La matrice de rotation, R , se calcule de la manière suivante, d'après Déchamps et al. (1987)

$$\begin{aligned} R = \cos 36,9^\circ & \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} + (1 - \cos 36,9^\circ) \begin{pmatrix} 1^2 & 1 \times 0 & 1 \times 0 \\ 0 \times 1 & 0^2 & 0 \times 0 \\ 0 \times 1 & 0 \times 0 & 0^2 \end{pmatrix} \\ & + \sin 36,9^\circ \begin{pmatrix} 0 & -0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (\text{A-7})$$

$$\mathbf{R} = 0,8 \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} + 0,2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} + 0,6 \begin{pmatrix} 0 & -0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ -0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{A-8})$$

$$\mathbf{R} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0,8 & -0,6 \\ 0 & 0,6 & 0,8 \end{pmatrix} \quad (\text{A-9})$$

Le plus petit entier n tel \mathbf{R} peut d'écrire sous la forme :

$$\mathbf{R} = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{n}} \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \quad (\text{A-10})$$

où tous les coefficients a_{ij} ($i, j=1, 2$ ou 3) sont des entiers naturels, est 5. En effet, :

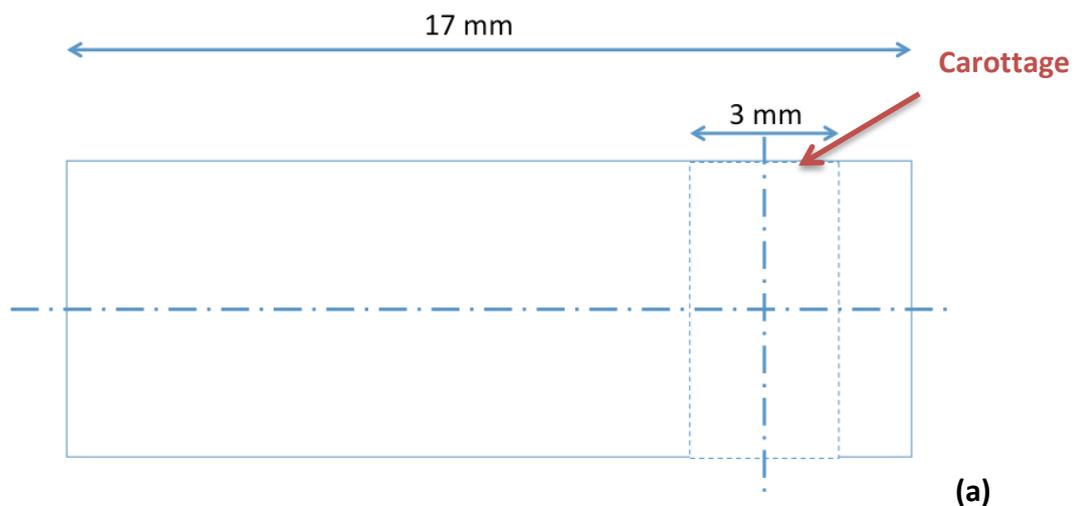
$$\mathbf{R} = \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{5}} \begin{pmatrix} 5 & 0 & 0 \\ 0 & 4 & -3 \\ 0 & 3 & 4 \end{pmatrix} \quad (\text{A-11})$$

$$\text{et donc } \Sigma = 5 \quad (\text{A-12})$$

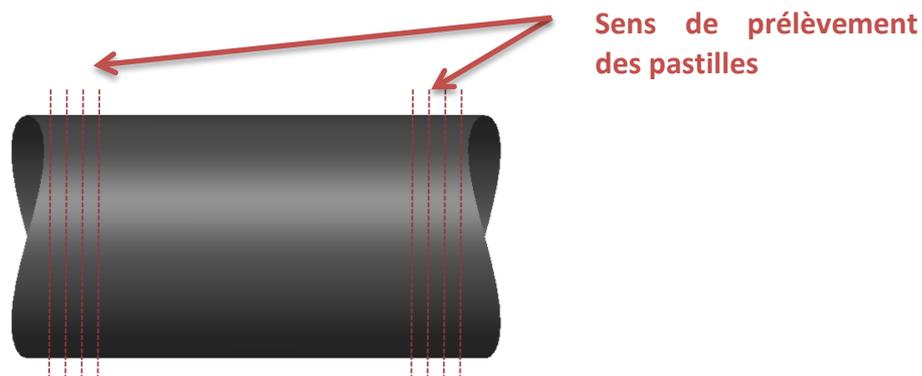
B Préparation de lames minces pour les observations en microscopie électronique en transmission

Les échantillons analysés en microscopie électronique en transmission ont été prélevés dans des éprouvettes de torsion et de compression. La préparation commence par l'extraction de carottes de 3 mm de diamètre par électroérosion :

1. dans l'axe du pion de compression. Des pastilles de 0,3 à 0,5 mm d'épaisseur sont ensuite découpées au niveau du centre de la carotte qui correspond à la zone où la déformation et la vitesse de déformation sont maximales comme expliqué dans le paragraphe II.3.1.
2. perpendiculairement à l'axe de l'éprouvette de torsion comme indiqué dans la figure B1 au niveau de la partie utile. Des pastille de 0,3 à 0,5 mm d'épaisseur sont ensuite découpées dans les deux extrémités de la carotte (cf. fig. B2) c'est-à-dire dans les zones où les déformations et vitesses de déformation sont maximales et donc très proches des valeurs théoriques (cf. section II.3.1).

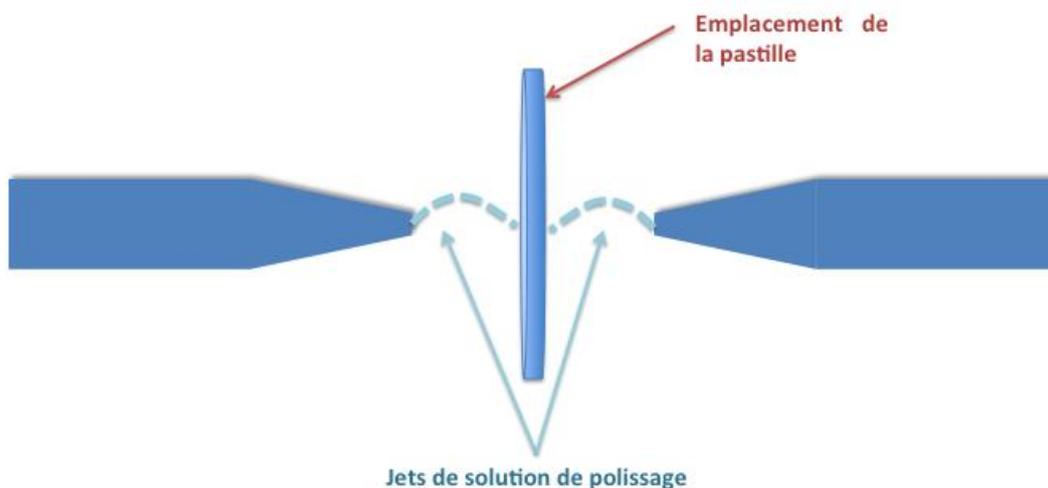


B-1 : Prélèvement de carotte dans la partie utile de l'éprouvette de torsion représenté : (a) en 2D et (b) en 3D



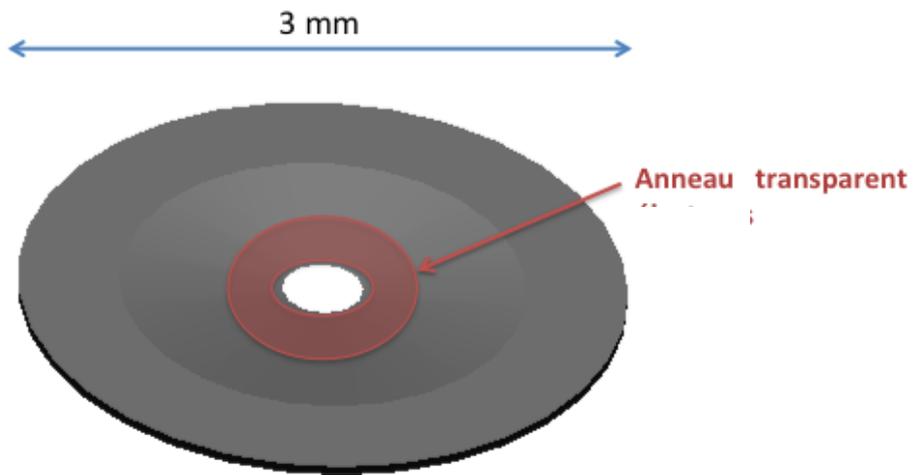
B-2 : Plan de découpe des pastilles à partir d'une carotte prélevée dans l'éprouvette de torsion

Les pastilles sont amincies par polissage mécanique dans un premier temps jusqu'à ce qu'elles atteignent une épaisseur d'environ 0,15 mm. Elles sont ensuite amincies par polissage électrolytique. Le dispositif de polissage représenté ci-dessous comprend deux buses à jet continu qui « arrosent » le centre de la pastille avec un électrolyte contenant 75% de méthanol, 8,3% d'acide perchlorique et 16,6% de d'éther mono-butylque d'éthylène glycol.



B-3 : Dispositif de polissage électrolytique

Le polissage s'arrête dès l'apparition d'un trou au centre de la pastille. Il produit un gradient d'épaisseur allant de l'extrémité de la pastille jusqu'au trou central comme illustré ci-dessous. L'observation est effectuée sur un anneau de 20 à 50 μm de largeur, entourant le trou central, qui est transparent pour les électrons (cf. fig. B4).



B-4 : Forme de lame après polissage électrolytique

C Récapitulatifs des résultats de caractérisations microstructurales

Tous les résultats expérimentaux obtenus à partir des mesures EBSD et présentés dans les chapitres III, IV et V sont récapitulés dans les tableaux suivants

C-1 : Résultats des caractérisations des microstructures de l'alliage PER[®]72 obtenues à l'issue de traitements thermiques simples appliquées sur l'état initial

	Taille moyenne des grains [μm]	Densité des $\Sigma 3$ (4° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Densité des $\Sigma 3$ (2° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Fraction des macles incohérentes [%]
Non déformé (Etat initial)				
Initial	5,77	1,77E-01	1,42E-01	30%
10 min à Tsub	7,52	1,31E-01	5,64E-02	47%
30 min à Tsub	13,3	2,15E-01	1,86E-01	68%
30 min à Tsuper	50,3	4,00E-02	3,86E-02	37%

C-2 : Résultats de caractérisations des microstructures de l'alliage PER[®]72 obtenues à l'issue des traitement thermomécaniques en torsion mono-passe

Déf.	Vitesse de déf.	Taille moyenne des grains [μm]	Densité des $\Sigma 3$ (4° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Densité des $\Sigma 3$ (2° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Fraction des macles incohérentes [%]
Trempe après déformation					
0,08	epp2	9,67	1,46E-01	1,15E-01	38%
0,12	epp2	12,44	1,75E-01	1,33E-01	22%
0,24	epp2	13,38	1,30E-01	8,39E-02	37%
0,4	epp2	9,87	7,79E-02	3,99E-02	52%
0,63	epp2	18,68	5,01E-02	3,72E-02	46%
0,08	epp1	11,4	1,46E-01	1,16E-01	38%
0,12	epp1	14,8	1,21E-01	7,18E-02	44%
0,24	epp1	12,4	1,21E-01	9,94E-02	26%
0,4	epp1	8,62	1,08E-01	6,39E-02	23%
0,63	epp1	16,6	1,02E-01	8,97E-02	41%
Traité thermiquement subsolvus 30 min à Tsub					
0,08	epp2	8,03	2,12E-01	1,78E-01	26%
0,12	epp2	11,78	1,72E-01	1,28E-01	31%
0,24	epp2	12,03	1,01E-01	7,06E-02	44%
0,4	epp2	11,9	1,06E-01	7,77E-02	40%
0,63	epp2	12	5,57E-02	2,86E-02	44%
0,08	epp1	11,1	1,71E-01	1,35E-01	29%

0,12	epp1	18,07	1,51E-01	7,10E-02	44%
0,24	epp1	10,2	1,66E-01	1,51E-01	27%
0,4	epp1	8,84	1,38E-01	1,18E-01	33%
0,63	epp1	18,3	1,16E-01	1,07E-01	25%
Traité thermiquement supersolvus 30 min à Tsuper					
0,08	epp2	82	3,66E-02	3,57E-02	30%
0,12	epp2	121	4,25E-02	4,07E-02	37%
0,24	epp2	66,4	4,95E-02	4,82E-02	35%
0,4	epp2	83,8	4,38E-02	4,18E-02	43%
0,63	epp2	80,9	4,31E-02	4,14E-02	41%
0,08	epp1	117	6,93E-02	6,59E-02	24%
0,12	epp1	90,3	6,35E-02	6,22E-02	37%
0,24	epp1	68,1	5,93E-02	5,75E-02	15%
0,4	epp1	40,2	7,10E-02	5,81E-02	18%
0,63	epp1	50,3	4,71E-02	4,20E-02	29%

C-3 : Résultats de caractérisations des microstructures de l'alliage PER®72 obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques en torsion multipasses

Déf.	Vitesse de déf.	Taille moyenne des grains [μm]	Densité des $\Sigma 3$ (4° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Densité des $\Sigma 3$ (2° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Fraction des macles incohérentes [%]	Maintien intermédiaire
Trempe après déformation						
0,4 + 0,24	epp2	12,5	8,64E-02	4,84E-02	28%	30 min à Tsub
0,4 + 2 x 0,12	epp2	17,6	6,07E-02	4,07E-02	37%	30 min à Tsub
0,4 + 3 x 0,08	epp2	36,3	9,13E-02	6,12E-02	26%	30 min à Tsub
0,4 + 0,24	epp1	10,7	9,09E-02	7,50E-02	34%	30 min à Tsub
0,4 + 2 x 0,12	epp1	25,1	7,15E-02	4,34E-02	41%	30 min à Tsub
0,4 + 3 x 0,08	epp1	63,6	7,85E-02	4,01E-02	31%	30 min à Tsub
0,4 + 0,12	epp2	20,7	6,51E-02	4,06E-02	32%	30 min à Tsub
0,4 + 0,12	epp1	12,1	7,37E-02	4,24E-02	45%	30 min à Tsub
Traité thermiquement subsolvus 30 min à Tsub						
0,4 + 0,24	epp2	12,6	9,80E-02	7,57E-02	38%	30 min à Tsub
0,4 + 2 x 0,12	epp2	15,8	7,11E-02	4,69E-02	34%	30 min à Tsub
0,4 + 3 x 0,08	epp2	18,2	7,09E-02	4,75E-02	87%	30 min à Tsub
0,4 + 0,24	epp1	15,2	1,01E-01	9,31E-02	36%	30 min à Tsub
0,4 + 2 x 0,12	epp1	34,5	8,58E-02	7,45E-02	41%	30 min à Tsub
0,4 + 3 x 0,08	epp1	47	6,96E-02	4,28E-02	48%	30 min à Tsub
0,4 + 0,12	epp2	13,7	8,24E-02	5,35E-02	24%	30 min à Tsub
0,4 + 0,12	epp1	11	1,35E-01	1,04E-01	33%	30 min à Tsub
Traité thermiquement supersolvus 30 min à Tsuper						
0,4 + 0,24	epp2	77,9	5,31E-02	5,22E-02	30%	30 min à Tsub
0,4 + 2 x 0,12	epp2	91	4,96E-02	4,69E-02	27%	30 min à Tsub
0,4 + 3 x 0,08	epp2	88	4,35E-02	4,24E-02	36%	30 min à Tsub

0,4 + 0,24	epp1	60,9	4,37E-02	4,24E-02	25%	30 min à Tsub
0,4 + 2 x 0,12	epp1	54,9	6,04E-02	5,92E-02	22%	30 min à Tsub
0,4 + 3 x 0,08	epp1	77	4,94E-02	4,69E-02	25%	30 min à Tsub
0,4 + 0,12	epp2	91,7	4,53E-02	4,46E-02	28%	30 min à Tsub
0,4 + 0,12	epp1	57,3	5,09E-02	4,91E-02	28%	30 min à Tsub
Traité thermiquement supersolvus 30 min à Tsuper						
2 x 0,24	epp2	54,6	6,03E-02	5,91E-02	22%	15 min à Tsub
3 x 0,24	epp2	47,7	5,69E-02	5,07E-02	27%	15 min à Tsub
4 x 0,24	epp2	57,7	4,95E-02	3,29E-02	22%	15 min à Tsub
5 x 0,24	epp2	57,2	6,10E-02	5,87E-02	25%	15 min à Tsub
6 x 0,24	epp2	49,9	5,84E-02	4,55E-02	15%	15 min à Tsub
7 x 0,24	epp2	60,5	5,08E-02	4,95E-02	25%	15 min à Tsub
2 x 0,4	epp2	49,5	6,82E-02	6,54E-02	30%	15 min à Tsub
3 x 0,4	epp2	50,4	5,43E-02	4,95E-02	31%	15 min à Tsub
4 x 0,4	epp2	71,5	3,47E-02	3,31E-02	40%	15 min à Tsub
0,4 + 3 x 0,12	epp2	57,2	8,14E-02	7,83E-02	25%	15 min à Tsub
0,4 + 4 x 0,12	epp2	60,9	6,26E-02	5,93E-02	29%	15 min à Tsub
0,4 + 5 x 0,12	epp2	72,4	4,88E-02	4,64E-02	45%	15 min à Tsub
0,4 + 2 x 0,12	epp1	55,2	4,56E-02	2,58E-02	20%	30 min à Tsub
0,4 + 2 x 0,12	epp1	62,9	5,53E-02	2,83E-02	24%	30 min à Tsub
0,4 + 2 x 0,12	epp1	46,3	4,68E-02	3,33E-02	25%	30 min à Tsub
2 x 0,4	epp1	52,1	6,32E-02	6,09E-02	23%	15 min à Tsub
3 x 0,4	epp1	52,0	5,72E-02	3,87E-02	27%	15 min à Tsub
4 x 0,4	epp1	52,7	6,38E-02	4,27E-02	23%	15 min à Tsub
7 x 0,24	epp1	56,3	5,70E-02	3,87E-02	20%	15 min à Tsub

C-4 : Résultats de caractérisations des microstructures de l'alliage PER®72 obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques en compression

Déf. th	Vitesse de déf. th	Taille moyenne des grains [µm]	Densité des Σ3 (4° de tolérance sur la désorientation) [1/µm]	Densité des Σ3 (2° de tolérance sur la désorientation) [1/µm]	Fraction des macles incohérentes [%]	Maintien intermédiaire
Traité thermiquement supersolvus 30 min à Tsuper						
0,5	epph2	67,4	3,74E-02	3,61E-02	0,23366934	30 min à Tsub
0,8	epph2	44,5	4,19E-02	4,07E-02	0,507958816	30 min à Tsub
0,5 + 0,3	epph2	82,6	1,76E-02	1,70E-02	0,51719855	30 min à Tsub
0,5 + 2 x 0,15	epph2	57,4	4,43E-02	4,28E-02	0,416975571	30 min à Tsub
0,5 + 3 x 0,1	epph2	146	2,59E-02	2,52E-02	0,347459893	30 min à Tsub
0,5	epph1	63,1	2,11E-02	2,00E-02	0,438048625	30 min à Tsub
0,8	epph1	62,5	3,25E-02	3,13E-02	0,339228272	30 min à Tsub
0,5 + 2 x 0,15	epph1	110	2,22E-02	2,15E-02	0,162573603	30 min à Tsub

C-5 : Résultats de caractérisations des microstructures de l'alliage N19 obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques en torsion

Déf.	Vitesse de déf.	Taille moyenne des grains [μm]	Densité des $\Sigma 3$ (4° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Densité des $\Sigma 3$ (2° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Fraction des macles incohérentes [%]	Maintien intermédiaire
Initial						
0	0	3	1,71E-01	1,40E-01	48%	****
Traité thermiquement 60 min à 1160°C						
0	0	23,2	6,11E-02	5,17E-02	33%	
0,6	0,01	27,5	7,66E-02	7,31E-02	33%	15 min à 1090°C
2 x 0,3	0,01	31	6,76E-02	6,53E-02	33%	15 min à 1090°C
4 x 0,15	0,01	41,7	9,06E-02	8,42E-02	44%	15 min à 1090°C
0,6 + 0,15	0,01	36	5,45E-02	5,30E-02	31%	15 min à 1090°C
0,6 + 0,05	0,001	27,5	7,91E-02	7,62E-02	25%	15 min à 1090°C
0,6 + 0,15	0,001	32	7,40E-02	6,88E-02	44%	15 min à 1090°C

C-6 : Résultats de caractérisations des microstructures de l'alliage N19 obtenues à l'issue des traitements thermomécaniques en compression

Déf.	Vitesse de déf.	Taille moyenne des grains [μm]	Densité des $\Sigma 3$ (4° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Densité des $\Sigma 3$ (2° de tolérance sur la désorientation) [$1/\mu\text{m}$]	Fraction des macles incohérentes [%]	Maintien intermédiaire
Traité thermiquement 30 min à 1160°C						
0,5	0,01	24,4	4,99E-02	4,71E-02	48%	15 min à 1070°C
0,5 + 0,3	0,01	23,5	4,85E-02	4,65E-02	43%	15 min à 1070°C
0,5 + 0,15	0,01	24,8	6,94E-02	3,29E-02	25%	15 min à 1070°C
0,5 + 2 x 0,15	0,01	24,1	5,46E-02	3,09E-02	35%	15 min à 1070°C
0,5	0,001	26,5	3,13E-02	1,22E-02	34%	15 min à 1070°C
0,5 + 0,3	0,001	30,7	7,20E-02	4,08E-02	25%	15 min à 1070°C
0,5 + 2 x 0,15	0,001	30,2	4,10E-02	3,96E-02	32%	15 min à 1070°C
0,5 + 0,3	0,001	32,9	6,05E-02	5,81E-02	34%	15 min à 1070°C

Références

Augustins-Lecallier I. (2007a), Caron P., Guédou J.Y., Locq D., Nazé, L. European Patent EP **1 840 232 A1**, 29/03/07

Augustins-Lecallier I. (2007b), Caron P., Guédou J.Y., Locq D., Nazé, L. US Patent US **2007/0227630 A1**, 30/03/07

Aust K.T. (1981), Progress in Material Science, Chalmers Anniversary Volume, Pergamon Press, p 27

Bäro G., Gleiter H. (1972), The formation of annealing twins, *Z. Metallkde*, **63**, 661-663

Brandon D.G, Ralph B., Ranganathan S., Wald M.S. (1964) A Field Ion Microscope Study of Atomic Configuration at Grain Boundaries, *Acta Metallurgica*, **12**, 813-821

Brandon D.G. (1966), The structure of high-angle grain boundaries, *Acta Metallurgica*, **14**, 1479-1484

Brosse J.B., Fillit R., Biscondi M. (1981), Intrinsic intergranular brittleness of molybdenum, *Scripta Metallurgica*, **15**, 619-623

Burke J.E. (1950), The formation of annealing twins, *Journal of Metals*, **188**, 1324-1328

Cahoon J.R., Li Q., Richards N.L. (2009), Microstructural and processing factors influencing the formation of annealing twins, *Material Science & Engineering A*, **A526**, 56-61

Carpenter H., Tamura S. (1926), The formation of twinned metallic crystals, *Proceedings of the Royal Society A*, **A113**, 161-182

Chalmers B., Gleiter (1971), A Re-interpretation of the "Coincidence Model" for grain boundaries, *Philosophical Magazine*, **23**, pp. 1541-1546

Cottrell A.H., Bilby B.A. (1949), Dislocation theory of yielding and strain ageing of iron, *Proceedings of Physical Society A*, **62**, 49-62

Dash S., Brown N. (1963), An investigation of the origin and growth of Annealing Twins, *Acta Metallurgica*, **11**, 1067

Déchamps M., Baribie F., Marrouche A. (1987), Grain-boundaries: criteria of specialness and deviation from CSL misorientation, *Acta Metallurgica*, **35**, 101-107.

Derby B. (1992), Dynamic recrystallisation: the steady state grain size, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **27**, 1581-1586

Dillon S.J, Rohrer G.S. (2009), Mechanism for the development of anisotropic grain boundary character distributions during normal grain growth, *Acta Materialia*, **57**, 1-7

Ducrocq C., Lasalmonie A., Honnarat Y. (1988), A new damage tolerant P/M superalloy for high temperature turbine discs, *Superalloys TMS 1988*, 63-72

Fields D.S, Backofen W.A. (1979), Determination of strain hardening characteristics by torsion testing, *Proceedings ASTM*, **57**, 583-591

Fullman R.L., Fisher J.C. (1951), Formation of annealing twins during grain growth, *Journal of Applied Physics*, **22**, 1350-1355

Gao Y., Kumar M., Nalla R.K., Ritchie R.O. (2005), High cycle fatigue of a nickel-base superalloy ME3 at ambient and elevated temperature: Role of grain boundary engineering, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **36A**, 3325-3333

Gleiter H. (1969), The formation of annealing twins, *Acta Metallurgica*, **17**, 1421-1421

Goodhew P.J. (1979), Annealing twin formation by boundary dissociation, *Metal Science*, 108

Goodhew P.J. (1980), Grain boundary structure and kinetics, *American Society of Metals*, p 155

Gottstein G., L.S. Shvindlerman (1999), *Boundary Migration in Metals: Thermodynamics, Kinetics, Applications*, CRC Press

Gruber J, George D.S., Kuprat A.P., Rohrer G.S., Rollett A.D. (2005), Effect of anisotropic grain boundary properties on grain boundary plane distributions during grain growth, *Scripta Materialia*, **53**, 351-355

Guédou J.Y. (2008), Augustins-Lecallier I, Nazé L., Caron P., Locq D., Development of a new fatigue and creep resistant PM nickel-base superalloy for disk applications, *Superalloys 2008*, 21-30

Guimares A.A., Jonas J.J. (1981), Recrystallization and aging effects associated with the high temperature deformation of Waspaloy and Inconel 718, *Metallurgical Transactions A*, **12A**, 1655-1666

Hasson G., Biscondi M., Lagarde P., Levy J., Goux C. (1972), *The Nature and Behavior of Grain Boundaries*, Ed. Hsun Hu, Plenum Press, New York P. p.3

Hondros E.D., McLean D. (1974), *Cohesion margin of copper*, *Philosophical Magazine*, **29**, 771-796

Huang Y. Humphreys F.J. (2000), Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminium crystals of orientation $\{110\}\langle 001\rangle$, *Acta Materialia*, **48**, 2017–2030

Huang Y., Humphreys F.J., Ferry M. (2000), The annealing behaviour of deformed cube-oriented aluminium single crystals, *Acta Materialia*, **48**, 2543-2556

Humphreys F.J., Hatherly M., (2004), *Recrystallization and Related Annealing Phenomena Second Edition*, Elsevier

Inman M.C., Tipler H.R. (1963), Interfacial Energy and Composition in Metals and Alloys, *Metallurgical Reviews*, **8**, 105

Kim C.S.; Hu Y., Rohrer G.S, Randle V. (2005), Five-Parameter Grain Boundary Distribution in Grain Boundary Engineered Brass, *Acta Metallurgica*, **52**, 633-637

Kokawa H., Watanabe T., Karashima S. (1981), Sliding behaviour and dislocation structures in aluminium grain boundaries, *Philosophical Magazine*, **A44**, 1239

Kronberg M.L., Wilson F.H. (1949), Secondary Recrystallization in Copper, *Metals Transactions*, Vol, **185**, 501-514

Krueger D.D., Kissinger R.D. , Menzies R.G., Wukusick C.S., US Patent 4,957,567, 13/12/1988

Kurishita H., Kuba S., Kubo H., Yoshinaga H. (1983a), Strength of grain boundary in a molybdenum bicrystal with <100> torsion boundary, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, **47**, 539-545

Kurishita H., Oishi A., Kubo H., Yoshinaga H. (1983b), Fracture of grain boundary of molybdenum bicrystals with symmetric <100> flexion grain boundary, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, **47**, 546-554

Lehockey E.M., Palumbo G. (1997), On the creep behaviour of grain boundary engineered nickel, *Materials Science & Engineering A*, **A237**, 168-172

Leslie W.C., Michalak J.T., Aul F.W. (1963), Iron and its dilute solid solution, Spencer and Werner. Interscience, New York, 119

Li Q., Cahoon J.R., Richards N.L. (2009), Effects of thermo-mechanical processing parameters on the special boundary configurations of commercially pure nickel, *Materials Science and Engineering A*, **A527**, 263-271

Li Q, Cahoon J.R, Richard N.L. (2006), On the Calculation of annealing twin density, *Scripta Materialia*, **55**, 1155-1158

Lin P., Palumbo G., Erb U., Aust K.T. (1995), Influence of grain boundary character distribution on sensitization and intergranular corrosion of alloy 600, *Scripta Metallurgica & Materialia*, **33**, 1387-1392

Liu J.M., Shen B.W. (1982), Grain boundary fracture in tungsten bi-crystals, *Acta Metallurgica*, **30**, 1197-1202

Liu J.M., Shen B.W. (1983), Crack nucleation in tungsten on crystallographic planes and on grain boundaries of twist misorientation, *Scripta Metallurgica*, **17**, 635-638

Mahajan S., Pande C.S., Imam M.A., Rath B.B. (1997), Formation of Annealing Twins in F.C.C. Crystals, *Acta Materialia*, **45**, 2633-2638

Meyers M.A., Murr L.E. (1987), A Model for the formation of annealing twins in F.C.C. Metals and alloys, *Acta Metallurgica*, **26**, 951-962

Molodov C.S., Czubayko U., Gottstein G., Shvindlerman L. S. (1995), Mobility of <111>tilt grain boundaries in the vicinity of the special misorientation $\Sigma 7$ in bicrystals of pure aluminium, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **32**, 529-534

Monajati H., Jahazi M., Yue S., Taheri A.K. (2005), Deformation Characteristics of isothermally forged Udimet 720 nickel-base superalloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **36A**, 895-905

Mons C., Traitements thermiques des superalliages, *Techniques de l'Ingénieur – Traité Matériaux métalliques*, M 1 165 - 1

Montheillet F., Lurdos O., Damamme G. (2009), A grain scale approach for modeling steady-state discontinuous dynamic recrystallization, *Acta Materialia*, **57**, 1602-1612

Pande C.S., M.A. Iman, B.B. Rath (1990), Study of annealing twins in fcc metals and alloys, *Metallurgical Transaction A*, **21A**, 2891-2896

Pande C.S, Imam M. A. (2009), Grain growth and twin formation in boron-doped nickel polycrystals, *Materials Science and Engineering A*, **A-512**, 82-86

Poelt P., Sommitich C., Mitsche S., Walter M. (2006), Dynamic recrystallisation of Ni-base alloys – Experimental results and comparisons with simulations, *Materials Science & Engineering A*, **420**, 306-314

Priester L. (2006), *Les Joints de Grains de la Théorie à l'Ingénierie*, EDP Sciences

Randle V. (2004), Twinning-related grain boundary engineering, *Acta Materialia*, **52**, 4067-4081

Ranganathan S. (1966), On the geometry of coincidence-site lattice, *Acta Crystallographica*, **21**, 197-199

Read W.T., Shockley W., (1950), Dislocation models of crystal grain boundaries, *Physical Review*, **78**, 275

Reed R.C. (2006), *The Superalloys: Fundamentals and Applications*, Cambridge University Press

Saylor D.M., ElDasher B., Adams B.L., Rohrer G.S. (2004), Distribution of grain boundaries in aluminum as a function of five macroscopic parameters, *Acta Materialia*, **52**, 3649-3655.

Schlegel S.M., Hopkins S., Frary M. (2009), Effect of grain boundary engineering on microstructural stability during annealing, *Scripta Materialia*, **61**, 88-91

Sims C.T, Stoloff N.S, Hagel W.S.(1987), *Superalloys II*, Ed. John Wiley & Sons.

Song K.H., Chun Y.B., Hwang S.K. (2007), Direct Observation of annealing twin formation in a Pb-base alloy, *Materials Science & Engineering A*, **A454-455**, 629-636

Tan L, Sridharan K., Allen T.R. (2006), The effect of grain boundary engineering on the oxidation behavior of INCOLOY alloy 800H in supercritical water, *Journal of Nuclear Materials*, **348**, 263-271

Tan L., Sridharan K., Allen T.R. (2007), Effect of thermomechanical processing on grain boundary character distribution of a Nickel-based superalloy, *Journal of Nuclear Materials*, **371**, 171-175

Thaveeprungsriporn V., Was G.S. (1997), The role of coincidence-site-lattice boundaries in Creep of Ni-16Cr-9Fe at 360°C, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **28A**, 2101-2112

Tillier Y (1998), *Identification par analyse inverse du comportement mécanique des polymères solides ; applications aux sollicitations multiaxiales et rapides*, Thèse de Mines-ParisTech (Ecole des Mines de Paris), Centre de Mise en Forme des Matériaux, Sophia Antipolis

Wang W., Guo H. (2007), Effects of thermo-mechanical interactions on the grain boundary character distribution of Pb-Ca-Sn-Al alloy, *Materials Science & Engineering A*, **A445-446**, 155-162

Watanabe T. (1984), An Approach to Grain Boundary Design for Strong and Ductile Polycrystals, *Res. Mechanica*, **11**, 47-84

Yogo Y., Takeuchi H., Ishikawa T., Iwata N., Nakanishi K. (2009), Strain-induced boundary migration of carbon steel at high temperatures, *Scripta Materialia*, **61**, 1001-1003

Contrôle du maclage thermique et de la taille de grains par traitements thermomécaniques dans un superalliage base Ni

RESUME : Cette thèse porte sur l'évolution de la microstructure de superalliages à base de Nickel au cours de traitements thermomécaniques, avec une attention particulière portée sur la taille de grains et la quantité de macles thermiques. Ce travail a été réalisé dans l'optique d'évaluer la possibilité d'optimiser les propriétés de service par le principe de l'ingénierie de joints de grains. Les matériaux étudiés sont principalement l'alliage PER@72, et de manière exploratoire l'alliage N19. Ces deux matériaux appartiennent à la famille des superalliages à base de nickel à durcissement structural élaborés par voie conventionnelle (coulé et forgé) et par métallurgie des poudres respectivement. Deux modes de déformation, la torsion et la compression, ont été testés.

Nous avons démontré que le maclage thermique est favorisé par les grandes vitesses de migration des joints de grains, essentiellement induites par (1) leur courbure qui diminue lorsque la taille de grains augmente et (2) les gradients de densité de dislocations produits par les faibles déformations appliquées à grande vitesse qui peuvent maintenir des vitesses de migration élevées même lorsque la taille de grains augmente. La force motrice associée à la courbure est en outre sensible à la distribution de taille de grains, qui s'est avéré être un paramètre microstructural important. La force motrice associée aux gradients de densité de dislocations peut par ailleurs permettre le franchissement des précipités primaires malgré la force de freinage de Zener qui s'exerce sur les joints de grains, ceci au cours de la déformation comme au cours d'un recuit subsolvus. L'occurrence ou la non-occurrence de la recristallisation dynamique au cours de la phase de déformation s'est ainsi avérée être une condition décisive pour l'évolution de la microstructure au cours d'un recuit ultérieur dans le domaine sub- ou super-solvus. Les conditions thermomécaniques de mise en forme permettent donc de moduler la taille de grains et la quantité de macles, même à l'issue d'un traitement supersolvus final.

Mots clés : superalliage à base de nickel, maclage thermique, optimisation de la microstructure, ingénierie de joints de grains, traitement thermomécanique, ,

Annealing twinning and grain size control in nickel-base superalloy via thermomechanical processing

ABSTRACT : This work has investigated the microstructure evolution of nickel-base superalloys during thermomechanical processing emphasis being placed on grain size and annealing twinning. The aim is to assess the possibility of optimizing the properties of these materials through grain boundary engineering principle. We studied grades belonging to precipitation-hardened superalloys: the alloy PER@72 processed by ingot casting and, less thoroughly, the alloy N19 processed through powder metallurgy. Two deformation modes have been tested: torsion and compression.

We pointed out that annealing twinning is promoted by high velocity grain boundary migration, which can be induced by (1) the grain boundary curvature that decreases when grain size increases (2) dislocation density gradients that are produced by low deformation steps applied at high strain rates and can sustain high velocity grain boundary migration even when grain size increases. The driving force related to curvature depends also on grain size distributions, which have been identified as an important microstructure parameter. When grain boundaries migrate as a result of the driving force related to dislocation density gradients they can pass the primary precipitates despite the zener drag these precipitates exert on grain boundaries in the two-phase microstructures: those that have not undergone any supersolvus heat treatment. The dynamic recrystallization occurrence or non-occurrence during deformation steps has also an important impact on microstructure evolution during subsequent sub- or supersolvus heat treatments.

Thermo mechanical processing conditions are therefore means to adjust grain size and annealing twin densities even after supersolvus heat treatment.

Keywords : Nickel-base superalloy, thermomechanical processing, microstructure optimization, grain boundary engineering, annealing twinning