

# Evolutions de microstructure au cours du forgeage de l'alliage René 65

Marie-Agathe Charpagne

### ► To cite this version:

Marie-Agathe Charpagne. Evolutions de microstructure au cours du forgeage de l'alliage René 65. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2016. Français. NNT: 2016PSLEM041. tel-01764932

# HAL Id: tel-01764932 https://pastel.hal.science/tel-01764932

Submitted on 12 Apr 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

# EVOLUTIONS DE MICROSTRUCTURE AU COURS DU FORGEAGE DE L'ALLIAGE RENE 65

## Ecole doctorale n°364

SCIENCES FONDAMENTALES ET APPLIQUEES

Spécialité SCIENCE ET GENIE DES MATERIAUX

Soutenue par Marie-Agathe CHARPAGNE le 8 Décembre 2016

Dirigée par **Pr. Nathalie BOZZOLO** 





#### **COMPOSITION DU JURY :**

**Pr. Alain HAZOTTE** Université de Lorraine, *Président* 

**Pr. Roger REED** University of Oxford, *Rapporteur* 

**Pr. Bernard VIGUIER** CIRIMAT-ENSIACET, *Rapporteur* 

**Dr. Jonathan CORMIER** Institut P', ISAE-ENSMA, *Examinateur* 

**Pr. Nathalie BOZZOLO** CEMEF Mines ParisTech, *Examinateur* 

**Dr. Julien THEBAULT** Safran Aircraft Engines, *Invité*   $A \ tous \ ceux \ qui \ ont \ cru, \ ou \ auraient \ cru \ en \ moi.$ 

# Table des matières

1	Introduction générale									
	1.1	Contexte industriel								
	1.2	Les alliages base Nickel nouvelle génération								
	1.3	de la thèse $\ldots$	12							
<b>2</b>	Mat	tériau,	méthodes, cadre de l'étude	15						
	2.1	1 Phases du René 65								
	scopie électronique sur des microstructures $\gamma - \gamma'$	19								
		2.2.1	Préparation d'échantillons	19						
		2.2.2	Microscopie électronique à balayage (MEB) $\ldots$	20						
		2.2.3	Cartographies EBSD	22						
		2.2.4	Microscopie électronique à transmission (MET) $\ldots \ldots \ldots$	29						
	2.3	Essais	thermomécaniques	31						
		2.3.1	Compression de pions en double-cônes	31						
		2.3.2	Traitements thermiques « in-situ » dans le MEB	34						
	2.4	Micros	structure du René 65	35						
		2.4.1	Billette	35						
		2.4.2	Etat reçu (E.R.) $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	38						
	2.5	Stabili	ité en température de la microstructure reçue	40						
		2.5.1	Forces motrices en présence lors du chauffage d'une microstruc-							
			ture écrouie	40						
		2.5.2	Régimes d'évolutions microstructurales	42						
	2.6	Conclu	usion et définition du cadre de l'étude	52						
		2.6.1	Sélection du type de zone pour la suite de l'étude	52						
		2.6.2	Préparation de la microstructure reçue pour l'étude de recristal-							
			lisation	53						

Ι	Re	Recristallisation dynamique							
3	Méo	canism	es de recristallisation dynamique	61					
	3.1	Mécar	nismes de recristallisation dynamique des alliages à base Nickel						
		dans l	a littérature	61					
		3.1.1	Recristallisation dynamique discontinue, DDRX	61					
		3.1.2	Recristallisation dynamique continue, CDRX	62					
		3.1.3	Germination induite par les particules de seconde phase, PSN .	63					
	3.2	Séque	nce typique d'évolutions microstructurales dans le René 65 déformé						
		à chau	ıd	65					
	3.3	3 Recristallisation en hétéro-epitaxie dans le domaine des faibles déforma-							
		tions a	$\varepsilon = 0 - 0,60 \dots \dots$	66					
		3.3.1	Caractérisation de l'interface $\gamma'/\gamma_{recristallisé}$	68					
		3.3.2	Origine des grains hétéro-épitaxiés : au cours du traitement de						
			recuit	74					
		3.3.3	Bilan : forces motrices agissant sur les grains hétéro-épitaxiés	88					
	3.4	.4 Recristallisation dynamique classique dans le domaine des grandes dé							
		format	tions $\varepsilon > 0,60\ldots$	90					
		3.4.1	Recristallisation dynamique discontinue à T>1040° C $\ .$	90					
		3.4.2	Recristallisation dynamique continue à T<950° C $\ldots\ldots\ldots\ldots$	93					
		3.4.3	Cas particulier des températures intermédiaires, T=1000°C, et						
			transition entre les différents mécanismes	96					
	3.5	Conclu	usion	99					
4	Cin	étique	s de recristallisation et de précipitation dynamique	101					
	4.1 Méthodes de mesure des fractions et tailles de grains recristallisés								
		4.1.1	Microstructures contenant une seule population de grains recris-						
			tallisés	102					
		4.1.2	Microstructures contenant deux populations de grains recristallisé	s105					
	4.2	Evolutions à $(T, \dot{\varepsilon})$ données							
	4.3	3 Influence des conditions de déformation							
		4.3.1	Température de déformation	109					
		4.3.2	Influence de la vitesse de déformation	121					
	4.4	D'auti	res alliages donnent-ils lieu à la recristallisation en hétéro-épitaxie	<b>'</b> 130					
		4.4.1	Signes de recristallisation en hétéro-épitaxie dans la littérature .	131					
		4.4.2	Mise en œuvre expérimentale de la recristallisation en hétéro-						
			épitaxie	135					

	4.5 Conclusion : interactions entre les mécanismes de recristallisation							
		phénor	mènes de précipitation	142				
		4.5.1	Cinétiques de recristallisation dynamique dans le René $65$	142				
		4.5.2	Recristallisation en hétéro-épitaxie dans d'autres alliages et ci-					
			nétiques correspondantes	143				
тт	Т	raiter	nent de mise en solution appliqué aux microstruc	_				
tυ	ires	défor	mées à chaud	145				
<b>5</b>	$\operatorname{Cro}$	issance	e sélective de grains au cours de traitements de mise en	n				
	solu	ition		147				
	5.1	Caract	éristiques des microstructures contenant des grains "anormaux" .	152				
	5.2	Influer	nce des conditions de déformation à chaud sur les domaines de					
		croissa	nce sélective	160				
		5.2.1	Croissance sélective dans un gradient de déformation $\ . \ . \ .$ .	160				
		5.2.2	Domaines $(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)$ sensibles à la croissance sélective de grains	163				
	5.3	Mécan	ismes de croissance sélective de grains	166				
		5.3.1	Des grains recristallisés dynamiquement à l'origine de la crois-					
			sance sélective? (H1) $\ldots$	167				
		5.3.2	Une cinétique de croissance sélective en faveur d'un mécanisme					
			de recristallisation statique (H2)	181				
		5.3.3	De la croissance sélective à la recristallisation statique critique .	186				
	5.4	Possib	ilité d'un traitement préventif	191				
	5.5	Conclusion : recristallisation statique "critique"						
6	Con	nclusio	n générale et perspectives	195				
	6.1	Comp	réhension des évolutions microstructurales du René 65	195				
		6.1.1	La recristallisation en hétéro-épitaxie : nouveau mécanisme de					
			recristallisation dynamique	195				
		6.1.2	Croissance de grains sélective lors de traitements de mise en so-					
			lution à $1065^{\circ}C$	197				
	6.2	Contri	bution à une meilleure compréhension des évolutions microstruc-					
		turales	s des alliages $\gamma$ - $\gamma'$ lors de leur forgeage à chaud $\ldots \ldots \ldots \ldots$	198				
		6.2.1	Possibilité de recristallisation en hétéro-épitaxie dans d'autres					
			alliages $\gamma - \gamma'$	198				
		6.2.2	Comportement des bandes restaurées	199				
	6.3	Confro	ontation des conclusions tirées des essais de laboratoire aux micro-					
		structu	ures forgées en conditions industrielles	200				

6.3.1	Mécanismes de recristallisation dynamique dans une pièce forgée						
	à l'échelle industrielle	200					
6.3.2	Impact des grains hétéro-épitaxiés sur les propriétés d'emploi	201					
6.3.3	Domaines de croissance de grains sélective dans une pièce forgée						
	à l'échelle industrielle	201					

# Chapitre 1

# Introduction générale

### 1.1 Contexte industriel

Les superalliages à base Nickel sont les matériaux employés pour les pièces exposées à haute température dans les turboréacteurs d'avions, notamment les disques de turbine. Ces pièces subissent également de fortes contraintes mécaniques. La figure 1.1 présente une vue en coupe d'un réacteur d'avion sur laquelle est reportée la température de la veine gazeuse ainsi que les familles de matériaux employés dans les différentes parties. L'ensemble des disques représente jusqu'à 20% du poids du réacteur [1]. Les disques de turbine sont des pièces dimensionnées et certifiées de sorte à garantir leur intégrité en service. Leur durée de vie est certifiée et limitée en terme de nombre de cycles moteur (décollage, croisière et atterrissage) [1]. Les disques supportent les aubes de turbine (fig. 1.2). En service, ils sont soumis à des sollicitations thermo-mécaniques extrêmes. Au cours d'un cycle de décollage-croisière-atterrissage, ils sont exposés à des variations de température allant de 20 à  $650^{\circ}C$  et à un chargement mécanique sévère. Plusieurs propriétés mécaniques sont nécessaires au sein d'un disque : au niveau de l'alésage (rayon externe), de bonnes propriétés en fatigue et une résistance mécanique suffisante pour garantir la tenue du disque en survitesse; d'excellentes propriétés en fatigue et fluage sont requises en tête de disque (rayon interne). Les disques de turbine basse pression sont dimensionnés en termes de fatigue oligocyclique et de fluage. L'obtention des propriétés mécaniques requises est conditionnée par l'optimisation de la microstructure des disques. Une microstructure fine et homogène, contenant des grains de l'ordre de 10  $\mu m$ , est un bon compromis entre de bonnes propriétés en fatigue et une tenue au fluage suffisante.

Les disques de turbine sont mis en forme par forgeage à chaud (températures avoisinant  $1000^{\circ}C$ ). Le procédé de mise en forme comporte plusieurs étapes de déformation à chaud. Au cours de ces opérations, la microstructure du matériau évolue. Les principaux mécanismes régissant la distribution de taille de grains finale sont l'écrouissage, la recristallisation et la précipitation. La distribution de taille et la taille moyenne des grains obtenus à l'issue d'une étape de ce procédé dépendent des conditions thermomécaniques employées : la température de déformation T, le niveau de déformation  $\varepsilon$  et la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$ . Ces mécanismes sont à priori bien connus (recristallisation, croissance de grains) mais leur phénoménologie exacte et leurs cinétiques varient d'un alliage à l'autre.



FIGURE 1.1 – Vue en coupe d'un turboréacteur d'avion. (ONERA).



FIGURE 1.2 – Disque de turbine basse pression d'un moteur CFM. (Safran Aircraft Engines).

## 1.2 Les alliages base Nickel nouvelle génération

Des préoccupations écologiques (réduction des émissions de particules, diminution du niveau sonore) et économiques ont amené les constructeurs à améliorer le rendement énergétique des réacteurs au cours des dernières années. L'amélioration de la performance énergétique passe par l'augmentation de la température interne du réacteur. Successeur du CFM56, le réacteur LEAP a été développé et conçu dans cette optique; il est destiné à équiper certains A320Neo et Boeing 737Max, entre autres. L'augmentation de température du LEAP par rapport au CFM56 est fixée à  $50^{\circ}C$ . Une telle élévation de la température de fonctionnement nécessite l'utilisation d'autres matériaux que ceux classiquement utilisés pour le CFM56, tout au moins pour les parties du réacteur exposées aux températures les plus élevées. L'Inconel 718, largement utilisé jusqu'alors pour la fabrication des disques de turbine, ne possède pas les caractéristiques mécaniques suffisantes pour ces parties. Cela a nécessité l'utilisation d'autres superalliages, plus résistants aux températures plus élevées. Leur microstructure est de type  $\gamma - \gamma'$ . Fortement alliés, ils sont difficiles à élaborer par voie coulée-forgée traditionnelle (un bon exemple est l'Udimet 720). La voie de la métallurgie des poudres est généralement préférée pour leur mise en forme; c'est le cas des alliages LSHR ou René88DT. Dans une optique de réduction des coûts de fabrication, la composition de ce dernier a été légèrement modifiée afin de permettre son élaboration par voie couléeforgée. La nuance obtenue est le René 65.

La nuance René 65 a été développée spécifiquement par General Electric et ATI Allvac, pour les parties rotatives des moteurs d'avions de nouvelle et future génération [2]. Elle a été mise au point en 2012. Cette nuance présente plusieurs avantages dont un coût réduit par rapport aux autres superalliages à base Nickel ayant des propriétés mécaniques comparables.

Cet alliage est élaboré par ATI Allvac, à Monroe (Caroline du Nord) par triple fusion (VIM, ESR, VAR) et sa conversion en billette est effectuée à Bakers (Caroline du Nord également). Le diamètre des billettes utilisées est de 254 mm. Cet alliage possède une large fenêtre de forgeabilité ( $1038^{\circ}C - 1079^{\circ}C$ ;  $\dot{\varepsilon} < 10 \ s^{-1}$ ) [3]; en compression ou en laminage circulaire.

Dans le cadre de la joint-venture entre Safran Aircraft Engines et General Electric, l'alliage René 65 a été sélectionné comme composant pour les disques de turbine basse pression du turboréacteur LEAP.



FIGURE 1.3 – Quelques propriétés mécaniques du René 65 comparées à celles d'autres superalliages  $\gamma$ - $\gamma'$  élaborés par voie coulée-forgée.

### 1.3 Cadre de la thèse

Cette thèse s'inscrit dans le cadre de la chaire ANR OPALE (optimisation des propriétés de superalliages à base nickel polycristallins, par le contrôle de la microstructure issue de la mise en forme). Cette dernière réunit le CEMEF (Mines ParisTech, UMR CNRS), l'Institut P' (UPR CNRS, ISAE/ENSMA) et le groupe Safran. Elle s'inscrit dans une logique d'amélioration des performances des alliages base Nickel polycristallins, dans un objectif d'élévation de la température de fonctionnement des moteurs et d'amélioration de leur rendement énergétique. Cette thèse est dédiée à l'étude des évolutions microstructurales de l'alliage René 65 lors de son forgeage à haute température. Dans le cadre de la chaire, ce matériau a déjà fait l'objet d'une thèse préparée à l'Institut P', soutenue en 2015 par Aude Laurence, et intitulée *Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du superalliage base Nickel pour disques de turbine René 65* [4]. Les aspects traités dans ces deux thèses illustrent la complémentarité des approches des deux centres de recherche impliqués dans la chaire OPALE.

Dans une pièce forgée à l'échelle industrielle, les conditions de déformation couvrent toute une gamme de températures, vitesses et niveaux de déformation, selon la zone considérée. Afin de comprendre les évolutions microstructurales dans des conditions précises de déformation, des essais de laboratoire à plus petite échelle sont réalisés. Les conditions thermo-mécaniques sélectionnées sont représentatives du procédé industriel. L'alliage René 65 étant forgé dans le domaine sub-solvus, l'ensemble de ce travail est réalisé sur des microstructures à grains fins dans le domaine  $\gamma - \gamma'$ .

Le procédé de forgeage comporte des étapes de déformation à chaud, durant lesquelles la microstructure recristallise en régime dynamique. La première partie de cette étude est donc dédiée à l'étude des mécanismes de recristallisation dynamique et à leurs cinétiques. Contrairement à la plupart des études similaires, une attention particulière est portée à la description de l'évolution de la phase secondaire,  $\gamma'$ .

La seconde partie de cette étude est dédiée à la stabilité des microstructures forgées lors de traitements dits de "mise en solution". Le procédé de forgeage industriel comporte en effet un traitement thermique final, qui, dans l'alliage René 65, peut déclencher un phénomène indésirable. Ce phénomène est couramment nommé croissance anormale, croissance critique de grains, ou éclatement de grains. Il conduit à une microstructure très hétérogène par la croissance exagérée de certains grains, dont la taille peut atteindre plusieurs centaines de micromètres. Au regard des propriétés mécaniques requises, décrites ci-avant, de telles microstructures sont indésirables dans des pièces telles que les disques de turbine. La seconde partie est donc consacrée à la détermination des conditions d'apparition de ce phénomène, la compréhension des mécanismes qui en sont responsables, et à sa prévention.

## Communications orales et écrites

Participation à des conférences :

- Charpagne M.-A., Bozzolo N., Coupling of precipitation and recrystallization phenomena in a γ/γ' Ni base superalloy, International Conference on Solid-Solid Phase Transformations in Inorganic Materials (PTM 2015), Whistler, British Columbia, Canada, June 28th - July 3rd 2015. Oral.
- Bozzolo N., Charpagne M.-A., Coupling of Phase Transformation and Recrystallization in Superalloys, *Gordon Research Conference on Physical Metallurgy*, Biddeford, USA, July 19-24 2015. Oral.
- Charpagne M.-A., Billot T., Franchet J.M., Bozzolo N., Recristallisation en hétéro-épitaxie dans les alliages à base nickel γ/γ' à faible écart de paramètre de maille : mécanisme et cinétiques, La Métallurgie : Quel avenir !, Saint Etienne, France, 27 Juin 01 Juillet 2016. Oral.
- Charpagne M.-A., Billot T., Franchet J.M., Bozzolo N., Hetero-epitaxial recrystallization, a new recrystallization mechanism in sub-solvus forged γ/γ' Nickelbased superalloys with low lattice mismatch, *Recrystallization and Grain Growth* VI, Pittsburgh, USA, July 17-21 2016. Oral.
- Charpagne M.-A., Billot T., Franchet J.M., Bozzolo N., Heteroepitaxial recrystallization observed in RENE 65 and UDIMET 720 : A new recrystallization mechanism possibly occurring in all low lattice mismatch γ/γ' Nickel based superalloys ?, Superalloys 2016 : 13th International Symposium on Superalloys Seven

Springs, September 11-15 2016. Oral.

- Bozzolo N., Charpagne M.-A., Hetero-epitaxial recrystallization, a new recrystallization mechanism in sub-solvus forged γ/γ' Nickel-based superalloys with low lattice mismatch, *Materials Science and Technology*, 2016, Salt Lake City, USA, October 23-27 2016. Oral.
- Langlois C., Charpagne M.-A., Vernier S., Dubail S., Douillard T., Bozzolo N., Ni-based superalloy : crystalline orientation mapping and gamma-gamma' phases discrimination with the iCHORD method, *European Microscopy Congress 2016* Lyon, France, August 28th-September 2nd, 2016. Poster.

Articles dans des journaux avec comité de lecture :

- Charpagne M.-A., Vennéguès P., Billot T., Franchet J.-M., Bozzolo N., Evidence of multimicrometric coherent γ' precipitates in a hot-forged γ/γ' nickel-based superalloy, *Journal of Microscopy*, vol. 263, issue 1, pp 106-112 (July 2016).
- Charpagne M.-A., Billot T., Franchet J.-M., Bozzolo N., Heteroepitaxial recrystallization : A new mechanism simultaneous to conventional discontinuous dynamic recrystallization, discovered in a polycrystalline γ/γ' Nickel based superalloy, Journal of Alloys and Compounds published online on July 2016, DOI : 10.1016/j.jallcom.2016.07.240.
- Charpagne M.-A., Billot T., Franchet J.M., Bozzolo N., Heteroepitaxial recrystallization observed in RENE 65 and UDIMET 720 : A new recrystallization mechanism possibly occurring in all low lattice mismatch γ/γ' Nickel based superalloys, *Proceedings of Superalloys 2016 : 13th International Symposium on Superalloys*, pp 417-426.

# Chapitre 2

# Matériau, méthodes, cadre de l'étude

L'objectif de ce chapitre est de présenter l'alliage étudié et sa microstructure ainsi que les méthodes de caractérisation employées. La microstructure reçue est analysée et sa stabilité lors de son exposition à haute température est testée. Ces résultats préliminaires permettent de définir le cadre de l'étude.

### 2.1 Phases du René 65

L'alliage René 65 est un alliage  $\gamma - \gamma'$  dérivé de la nuance René 88 DT (alliage métallurgie des poudres). Leurs compositions chimiques sont présentées dans le tableau 2.1.

élément	Ni	Cr	Co	Ti	Al	Mo	W	Fe	Nb	Zr	В	С
René 65	bal.	13,0	16,0	3,7	2,1	4,0	4,0	1,0	0,7	$0,\!05$	0,016	0,01
René 88DT	bal.	13,0	16,0	4,1	1,8	4,0	4,0	-	0,7	-	0,015	0,03

TABLE 2.1 – Composition chimique (% en masse) du René 65 [3] et du René 88DT [5].

Le René 65 contient une fraction volumique d'environ 40% de phase  $\gamma' Ni_3(Al, Ti)$  à 700°C, distribuée dans la **matrice**  $\gamma$ , une solution solide de Nickel. Lors d'une élévation de la température, la solubilité des éléments Al et Ti, ( $\gamma'$ -gènes) augmente et cette phase se dissout progressivement dans la matrice. L'évolution de la fraction de phase  $\gamma'$  en fonction de la température a été calculée avec ThermoCalc<sup>1</sup> et est présentée en figure

<sup>1.</sup> Les calculs Thermocalc ont été réalisés par Pr. Jean-Marc Fiorani de l'Université de Lorraine.

2.1. La température à laquelle la phase  $\gamma'$  est totalement dissoute est dite température de solvus; elle est de **1111°**C pour la nuance René 65.



FIGURE 2.1 – Evolution de la fraction de phase  $\gamma'$  en fonction de la température, calculs Thermocalc, base TT-Ni-Alloys V8 (calculs réalisés par Jean-Mars Fiorani à l'Institut Jean Lamour, Nancy).

La phase  $\gamma$  est une solution solide de Nickel de structure cristallographique cubique à faces centrées. La phase  $\gamma'$  est intermétallique, de formule  $Ni_3(Al, Ti)$  et de structure ordonnée  $L1_2$  sur une maille cubique simple. Leurs structures cristallographiques sont présentées en figure 2.2. Les paramètres de maille  $a_i^{roomT}$  de ces phases à température ambiante sont très proches dans la nuance René 88DT :  $a_{\gamma}^{roomT} = 0,3590$  nm et  $a_{\gamma'}^{roomT} =$ 0,3592 nm [5]. L'écart de paramètre de maille  $\delta^{roomT}$ , selon la formule 2.1 est donc de +0,05%. Ces paramètres dépendent de la composition chimique de l'alliage ; des valeurs très proches peuvent être attendues dans l'alliage René 65.

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \tag{2.1}$$

Certains éléments ségrègent vers la phase  $\gamma$ , c'est le cas du chrome, cobalt, molybdène, tungstène; d'autres forment la phase  $\gamma'$ , comme le titane, l'aluminium. Le chrome et l'aluminium confèrent à cet alliage une bonne résistance à l'oxydation. La répartition des principaux éléments dans l'une ou l'autre des deux phases est illustrée en figure 2.3 et les données semi-quantitatives correspondantes sont présentées dans le tableau 2.2.



FIGURE 2.2 – Structure cristallographique des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ .



FIGURE 2.3 – Cartographies EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) illustrant la répartition des principaux éléments dans les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ .

élément (%mass.)	Ni	Cr	Co	Ti	Al	Mo	W	Fe	Nb
Matrice $\gamma$	$54,\!9$	17,9	$14,\!3$	3,6	$1,\!6$	$^{3,6}$	2,9	0,9	$0,\!3$
Précipités $\gamma'$ primaires	69,1	3,1	$7,\!7$	11,1	$^{5,3}$	$0,\!7$	$1,\!0$	0,2	$1,\!2$

TABLE 2.2 – Composition des phases de l'alliage René 65 mesurée par EDS, dans un échantillon forgé à  $1050^{\circ}C$  puis refroidi à l'air.

Comme illustré sur cette figure, la phase  $\gamma'$  se présente sous la forme de précipités, parmi lesquels plusieurs populations peuvent être distinguées :

- les précipités  $\gamma'$  **primaires**,  $\gamma'_I$ : ils mesurent plusieurs micromètres de diamètre et sont généralement sphéroïdaux. Leur rôle est extrêmement important pendant le forgeage puisqu'ils servent à freiner ou bloquer le mouvement des joints de grains par le phénomène d'ancrage de Smith-Zener [6] (voir paragraphe 2.5.1). La distribution de tailles de grains est donc en principe contrôlée par la distribution de ces précipités. Ces derniers sont généralement localisés sur les joints de grains dans les microstructures forgées.
- les précipités  $\gamma'$  secondaires,  $\gamma'_{II}$ : ces précipités sont localisés à l'intérieur des grains de la matrice et ont un effet durcissant. Les alliages  $\gamma - \gamma'$  sont généralement forgés à des températures auxquelles ces précipités sont dissous et seuls les précipités primaires sont présents [7, 8]. Les précipités secondaires se reforment lors du refroidissement, alors que la matrice devient sur-saturée en éléments  $\gamma'$ gènes, suivant des distributions de taille et des morphologies qui dépendent de la vitesse de refroidissement [9–15]. Les principales formes rencontrées sont présentées en figure 2.4. Les micrographies 2.4-a illustrent l'influence de la vitesse de refroidissement entre 1060°C et 700°C. Lorsque la vitesse de refroidissement est élevée (50°C/min, micrographie 2.4-a), les précipités sont sphériques et très nombreux. La force motrice pour la germination est élevée tandis que les distances de diffusion sont courtes, induisant la formation de précipités nombreux et de petite taille. Lorsque la vitesse de refroidissement diminue, les morphologies

deviennent plus irrégulières, comme présenté sur les micrographies 2.4-b et c. Un refroidissement lent permet la diffusion des éléments  $\gamma'$ -gènes sur des distances plus importantes et la croissance des précipités  $\gamma'$ . Les résultats obtenus sont cohérents avec les travaux de Laurence et al. [16]. Les précipités de petite taille sont sphériques et cohérents. Leur cohérence et leur morphologie évoluent en fonction de leur taille, comme illustré sur la figure 2.4-d-g. La taille critique à partir de laquelle la relation de cohérence est perdue a été étudiée de manière analytique [17–19]. Elle dépend de l'écart de paramètre de maille  $\delta$  du précipité par rapport à celui de la matrice. Lorsqu'elles sont cohérentes, la différence de paramètre de maille entre les deux phases génère une contrainte élastique sur la particule et dans la matrice, au niveau de l'interface. Cette contrainte augmente avec la taille de la particule et atteint un stade où elle ne peut plus être accommodée dans une configuration cohérente. Des dislocations se forment au niveau de l'interface  $\gamma - \gamma'$  afin d'accommoder la contrainte, ce qui induit une désorientation et une perte de cohérence lorsque le précipité grandit.

– les précipités  $\gamma'$  tertiaires,  $\gamma'_{III}$ : ces derniers se forment occasionnellement lors du refroidissement, lorsque la phase  $\gamma$  devient suffisamment sursaturée en éléments  $\gamma'$ -gènes, après précipitation des  $\gamma'$  secondaires. Les précipités  $\gamma'$  tertiaires sont localisés dans les interstices, entre les précipités secondaires. Ils mesurent généralement quelques dizaines de nanomètres et sont rapidement dissous lors du chauffage avant les opérations de forgeage.



FIGURE 2.4 – Morphologies des précipités  $\gamma'$  secondaires, dans le René 65. a-c) Refroidissement de 1060°C à 700°C à a) 50°C/min, b) 20°C/min c) 5°C/min; d) Refroidissement de 1130°C à 1160°C à 2°C/min (cuboides), puis de 1060°C à 700°C à 5°C/min (e-h) : e) cuboides divisés, f) série de cuboides, g) morphologie dendritique (description des morphologies d'après Durand-Charre [10].

L'analyse détaillée des phases en présence dans la nuance René 65, réalisée par Bond et al. [20], a permis de mettre en évidence la présence de quelques carbures, nitrures et carbo-nitrures (figure 2.5-a). Les nitrures, TiN, ont une morphologie caractéristique, hexagonale comme sur la figure 2.5-b, ou pentagonale, avec des joints rectilignes. Les carbures et carbo-nitrures sont riches en Ti, Nb, et contiennent également des éléments lourds comme W et Mo. On remarque qu'ils sont généralement agglomérés au niveau des nitrures, comme illustré sur la figure 2.5-b. D'après Bond et al., toutes ces particules sont de taille inférieure à 12  $\mu m$ . Ces particules étant peu nombreuses, elles ne seront pas prises en compte dans cette étude.



FIGURE 2.5 – Autres phases en présence dans le René 65. a) Particules telles qu'observées par Bond et al. [20]; b) Nitrure bordé de deux carbo-nitrures.

# 2.2 Microscopie électronique sur des microstructures $\gamma - \gamma'$

Les principales techniques de microscopie utilisées sont la microscopie électronique à balayage (MEB), la cartographie EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) et la cartographie couplée EDS-EBSD. Des techniques comme la microscopie à transmission (MET) sont aussi utilisées de manière ponctuelle.

#### 2.2.1 Préparation d'échantillons

Les échantillons destinés à être caractérisés en microscopie électronique à balayage sont polis suivant la procédure suivante :

Un *pré-polissage* aux papiers abrasifs de plus en plus fins pour des temps de plus en plus longs. La notation est la suivante : papier utilisé / temps / nombre de répétitions / pression / vitesse de rotation de la tête / vitesse de rotation du disque :

- P600 / 45' / 2 / 1 Da<br/>N / 150 rpm / 120 rpm
- P1200 / 60' / 2 / 1 Da<br/>N / 150 rpm / 120 rpm
- P2400 / 90' / 1 / 0,8 Da<br/>N / 150 rpm / 120 rpm

Un *polissage mécanique* sur disque rotatif avec utilisation d'une *suspension diamantée* (même notation) :

- Diamant 6  $\mu m$  / 240' / 1 / 0,8 DaN / 120 rpm / 100 rpm
- Diamant 3  $\mu m$  / 180' / 1 / 0,8 DaN / 120 rpm / 100 rpm
- Diamant 1  $\mu m$  / 120' / 1 / 0,8 DaN / 120 rpm / 100 rpm

Enfin, un polissage méco-chimique est réalisé, avec une solution colloidale de  $SiO_2$  (OP-U de marque Struers) pendant 10 minutes (mêmes conditions de pression et de vitesses de rotation); puis un polissage vibratoire avec une suspension identique, pendant 2 heures. Certaines microstructures sont simplement analysées en microscopie optique. Dans ce cas, le procédé de polissage est identique jusqu'à l'étape Diamant  $3\mu m$ , et suivie d'une attaque de 2 minutes au réactif de Kalling (mélange 20 g  $CuCl_2$ , 500 ml  $C_2H_5OH$  500 ml HCl 35%) qui permet de révéler les joints de grains et les précipités  $\gamma'$ .

#### 2.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Les microscopes utilisés dans cette étude sont un Supra 40 de marque Zeiss, équipé d'un canon FEG (Field Emission Gun) et un FEI XL30 ESEM.

#### a) Analyse de la distribution de précipités $\gamma'$

La phase  $\gamma'$  apparait plus sombre sur les images en électrons rétrodiffusés. En se plaçant à une distance de travail (WD) relativement courte (entre 5 et 9 mm, afin de réduire le contraste cristallographique et de favoriser le contraste chimique), des images avec un fort contraste entre les deux phases peuvent être obtenues. Un exemple typique est présenté en figure 2.6-a. Ces images sont acquises dans le microscope Supra 40, opérant à une tension de 20 kV, avec un diaphragme de 60  $\mu$ m. Elles sont ensuite traitées avec le logiciel Visilog, afin de déterminer la distribution de tailles de précipités. Le procédure de traitement inclut les étapes classiques de seuillage, érosion/dilatation, remplissage des pixels manquants et séparation des particules adjacentes. Le traitement de la micrographie 2.6-a est présenté en figure 2.6-b et la distribution de tailles correspondante en figure 2.6-c.



FIGURE 2.6 – Procédure de quantification de la distribution de précipités  $\gamma'$ . a) Image en électrons rétrodiffusés; b) Image traitée correspondante; c) Distribution de taille de précipités.

#### b) Visualisation de dislocations d'interface

A haute température, la présence de dislocations au niveau de l'interface  $\gamma - \gamma'$ induit une pression qui modifie la morphologie de l'interface selon le schéma de la figure 2.7. Les creux formés à l'interface sont l'empreinte du réseau de dislocations interfaciales. Il est possible d'observer cette empreinte en effectuant une attaque chimique qui dissout uniquement et intégralement la phase  $\gamma'$ . Le procédé est décrit en détail par Epishin et al. [21]. Le réactif utilisé est composé de : 1/3 d'acide nitrique  $HNO_3$  et de 2/3 d'acide chlorhydrique HCl. Il est déposé pendant quelques secondes sur la surface de l'échantillon ; la phase  $\gamma'$  est alors dissoute. L'échantillon est ensuite observé en électrons secondaires, avec le détecteur in-lens, qui est placé dans l'axe de la colonne électronique. Bien que le mécanisme par lequel les creux se forment ne soit pas clairement établi [22], l'analyse de l'intensité collectée sur le détecteur in-lens permet d'obtenir des informations concernant la direction de la pression exercée par les dislocations interfaciales, selon le principe schématisé sur la figure 2.7.



FIGURE 2.7 – Principe de la visualisation des dislocations interfaciales par imagerie en électrons secondaires, d'après Epishin et al. [21].

#### 2.2.3 Cartographies EBSD

#### a) Méthodes de cartographie

Cette technique est basée sur l'analyse des clichés de diffraction produits par une partie des électrons rétrodiffusés, ayant été diffractés par le réseau cristallin. Ces clichés sont projetés sur un écran phosphorescent et se constituent de bandes dites de Kikuchi. Chaque bande de Kikuchi correspond à l'un des plans du réseau cristallin ayant diffracté, d'indices de Miller (h,k,l) donnés. Les bandes de Kikuchi de chaque cliché sont détectées et leur transformée de Hough est calculée. Un point de l'espace de Hough correspond à une bande de diffraction donnée donc à un plan du réseau. Les angles entre les bandes représentant les angles entre les plans du réseau, il est possible, à partir de ces données, de calculer l'orientation cristalline du pixel ayant produit le cliché. Un minimum de six bandes du cliché de Kikuchi sont utilisées pour calculer cette orientation.

La matrice diffracte dans les conditions typiques de la structure CFC : seuls les plans ayant des indices de Miller (h,k,l) de parité identique diffractent ; les plans ne remplissant pas cette condition ont un facteur de structure nul et conduisent à une extinction systématique. Les précipités  $\gamma'$  ont une structure ordonnée  $L1_2$  sur cubique simple. Les conditions d'extinction systématique n'existent donc pas pour cette phase. Les plans dont les indices de Miller sont de parité différente peuvent diffracter, mais avec une faible intensité. L'estimation du facteur de structure de tels plans conduit à une intensité valant seulement quelques pour-cent de l'intensité des plans dont les indices de Miller sont de même parité. Comme les paramètres de maille des deux phases sont proches, la discrimination des deux phases sur la seule base des clichés de Kikuchi serait donc fondée sur la présence ou non de bandes de très faible intensité. De plus, si la matrice contient des précipités secondaires ou tertiaires, ces derniers étant cohérents; le cliché de diffraction issu de la matrice contiendra aussi des bandes de diffraction spécifiques à la phase  $\gamma'$ . La figure 2.8 illustre les clichés de diffraction obtenus pour les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  ayant des orientations cristallographiques similaires, pour un temps d'exposition de 17 ms (temps typique d'indexation dans les conditions réelles de cartographie EBSD). La grande similitude des clichés révèle qu'il est impossible de distinguer les phases sur la seule base de leurs clichés de diffraction. Deux alternatives peuvent alors être envisagées.



FIGURE 2.8 – Clichés de bandes de Kikuchi correspondant aux phases a)  $\gamma$ ; b)  $\gamma'$ , ayant des orientations cristallographiques similaires.

#### b) Séparation des phases en EBSD conventionnelle

Si les grains de matrice sont plus grands que les précipités  $\gamma'$  primaires, ils peuvent être facilement identifiés sur la base d'un critère de taille. Il s'agit d'un principe souvent utilisé [23].

#### c) Couplage EDS-EBSD

L'identification des phases dans les microstructures fines a été réalisée avec une méthode de cartographie plus avancée. Comme résumé dans le tableau 2.2, les phases diffèrent nettement par leur composition chimique. L'idée est donc de prendre en compte cette différence, au moyen d'un couplage entre les techniques EDS et EBSD. Le principe de la méthode est illustré en figure 2.9. La résolution spatiale de l'EDS pour des alliages à base Nickel est d'environ 1  $\mu m$  à 20 kV, contre quelques dizaines de nanomètres pour l'EBSD. Diminuer la tension d'accélération est un moyen efficace pour améliorer cette résolution spatiale. L'utilisation d'une tension de 15 kV permet d'obtenir des clichés de

diffraction corrects, et d'ioniser les principaux éléments, de sorte à provoquer l'émission de photons X caractéristiques des raies K ou L. Lors de la cartographie, la position (x;y) du point, la position des maxima des transformées de Hough, ainsi que le spectre EDS complet sont acquis. Un diaphragme de 120  $\mu$ m et un temps d'exposition de 17 millisecondes par pixel permettent d'obtenir un spectre EDS exploitable. Ce spectre est bruité mais il contient néanmoins des pics d'intensité suffisamment intenses pour pouvoir séparer les deux phases prédéfinies : lors du post-traitement, la quantité de Cr et Ti de chaque spectre est comparée à celle de deux spectres de référence, correspondant à chacune des phases. La phase qui est attribuée au pixel est celle dont le ratio de concentration  $\frac{Cr}{Ti}$  est le plus proche. A titre d'exemple, en utilisant les données du tableau 2.2, le ratio  $\frac{Cr}{Ti}$  de la matrice vaut 5, tandis qu'il vaut 0,3 pour la phase  $\gamma'$ . Les spectres de référence ont été acquis en considérant un grain de matrice ne contenant pas de précipités  $\gamma'$  intragranulaires, et un précipité  $\gamma'$  primaire mesurant plusieurs micromètres de large (voir fig. 2.9-d pour les zones de référence). Le post-traitement des données EDS-EBSD est défini tel que si le spectre EDS s'écarte du spectre de référence de la phase  $\gamma'$ , alors la phase  $\gamma$  lui est assignée. Ainsi, la bordure des précipités  $\gamma'$  primaires est généralement indexée en tant que phase  $\gamma$ . Les précipités  $\gamma'$  primaires apparaissent donc toujours légèrement plus petits qu'en réalité sur les cartographies couplées EDS-EBSD. Néanmoins, cette technique permet de distinguer les précipités  $\gamma'$  primaires et même les grands secondaires par rapport aux petits grains de matrice (voir comparaison entre fig. 2.9-c et -e). La taille minimum des particules résolue est de  $0.5 \ \mu m$ , dans ces conditions. Cette taille est suffisante pour l'échelle considérée dans cette étude.

Le système utilisé pour l'acquisition EDS/EBSD est un modèle Quantax Crystalign de marque Bruker, monté sur le microscope Supra 40. Les modèles de détecteur EDS et de caméra EBSD sont respectivement XFlash5030 et  $e - Flash^{HR}$ . L'ensemble est piloté par le logiciel ESPRIT 1.9.



FIGURE 2.9 – Illustration du couplage EDS-EBSD. a) Image MEB en électrons rétrodiffusés, b) Cartographie d'orientation correspondante, c) Cartographie de phases obtenue par EBSD conventionnelle, d) Cartographie EDS des éléments Al, Ti, Cr et zones de mesure des spectres de référence  $(1 : \gamma', 2 : \gamma)$ , e) Cartographie de phases obtenue avec le couplage EDS-EBSD.

#### d) Conventions utilisées pour le traitement et la représentation des cartographies EBSD

Les cartographies EBSD sont post-traitées avec le logiciel TSL OIM 5.0.

Joints de grains Une désorientation entre deux pixels voisins supérieure à 15° définit un joint de grains, HAGB (High Angle Grain Boundary). Les grains constitués de 1 à 3 pixels suivant cette convention sont supprimés. L'orientation de ces pixels est remplacée par l'orientation moyenne des pixels voisins. Les joints de grains sont représentés en noir sur les cartographies. Une désorientation entre deux pixels comprise entre 3° et 15° définit un joint faiblement désorienté, ou sous-joint de grains, LAGB (Low Angle Grain Boundary). Les sous-joints sont représentés en blanc sur les cartographies. Les joints de macles, TB, sont des joints de grains spéciaux, et correspondent à une désorientation de 60° autour d'un axe <111>. Ils sont représentés en rouge sur les cartographies. Les macles sont considérées comme des défauts intragranulaires pour les mesures de tailles de grains. La longueur surfacique  $L_A^i$  d'un joint de type i (i=HAGB, LAGB, TB) s'exprime par la formule 2.2.

$$L_A^i = \frac{L^i}{S} \tag{2.2}$$

où  $L^i$  est la longueur totale de joints de type i mesurée en excluant les joints de phase  $\gamma - \gamma'$  primaire. La mesure de  $L_A^{HAGB}$  est effectuée en considérant les joints de macles comme des défauts intragranulaires et non comme des joints de grains. Dans cette formule, S est la surface de la matrice.

Les macles thermiques sont caractérisées au moyen de deux paramètres : la densité de joints de macles  $N_L^{TB}$  et le nombre de joints de macles par grain  $N_{G^{TB}}$ . La densité de joints de macles s'exprime par la formule 2.3 [24] :

$$N_L^{TB} = \frac{L_{TwB}}{S} \frac{2}{\pi} \tag{2.3}$$

où  $L_{TB}$  est la longueur totale de joints de macles, mesurée sur la cartographie EBSD (en mm) et S est la surface considérée (en  $mm^2$ ). Le nombre de joints de macle par grain est calculé grâce à la formule 2.4 [24, 25] :

$$N_G^{TB} = \frac{N_2 - N_1}{N_1} \tag{2.4}$$

où  $N_1$  est le nombre total de grains compté en considérant les joints de macles comme des défauts intragranulaires et  $N_2$  est le nombre total de grains compté en les considérant comme de joints de grains.

**Mesures de désorientations** Les désorientations intragranulaires sont quantifiées grâce aux paramètres de *Grain Orientation Spread*, **GOS**; de *Kernel Average Misorientation*, **KAM** et de *Grain Average Misorientation*, **GAM**. Les schémas illustrant les définitions de ces paramètres sont présentés en figure 2.10.

Le paramètre de GOS d'un grain contenant N pixels est défini comme la moyenne des angles de désorientation entre chaque pixel et l'orientation moyenne du grain (définie comme l'orientation moyenne de tous les pixels définissant le grain).

$$GOS = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \theta_i^{moy} \tag{2.5}$$

où  $\theta_i^{moy}$  est l'angle de désorientation entre le pixel *i* et l'orientation moyenne du grain. Ce paramètre n'est pas sensible au pas de mesure mais plutôt à la taille de grains. Le paramètre KAM permet de décrire les désorientations intragranulaires à une échelle plus locale. Il est défini pour chaque pixel du grain; il s'agit de la moyenne de l'angle de désorientation entre le pixel et ses voisins, appartenant au même grain. Dans le cas de pixels hexagonaux (TSL OIM), le nombre maximum de premiers voisins est de 6. La figure 2.10-b présente un cas de pixel à 6 voisins et un cas de pixel à 4 voisins (numérotés 1 à 4), les pixels 5 et 6 appartiennent à un autre grain et ne sont pas pris en compte dans le calcul du KAM du pixel A. Sur les cartographies acquises avec le logiciel Bruker Crystalign, pour lesquelles la forme des pixels est carrée, le nombre maximum de premiers voisins dans le même grain est de 4. Le KAM peut être calculé en considérant les premiers pixels voisins seulement ou plusieurs rangées de voisins. Le KAM est très sensible au pas de mesure et à l'étendue du voisinage considéré. Dans cette étude seuls les premiers voisins sont considérés dans le calcul du KAM.

$$KAM = \frac{1}{v_i} \sum_{j=1}^{v_i} \theta_{ij} \tag{2.6}$$

 $\theta_{ij}$  est l'angle de désorientation entre le pixel *i* et son voisin *j*.  $v_i$  est le nombre de voisins du pixel *i*.

Le GAM d'un grain équivaut à la moyenne des KAM de l'ensemble des pixels de ce grain.

$$GAM = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \frac{1}{v_i} \sum_{j=1}^{v_i} \theta_{ij}$$
(2.7)



FIGURE 2.10 – Schéma de définition des paramètres de désorientation : a) GOS; b) KAM; c) GAM. D'après la notice du logiciel TSL OIM.

A l'inverse du GOS, le GAM n'est pas sensible à la taille de grains mais au pas de mesure. Les désorientations intragranulaires mesurées sur les cartographies EBSD peuvent être reliées à la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GNDs, pour Geometry Necessary Dislocations). Leur densité peut être estimée à partir du paramètre GAM selon la formule 2.8 [26] :

$$\rho_{GND}^{GAM} = \frac{K}{b} \frac{\theta}{x} \tag{2.8}$$

 $\theta$  est l'angle de désorientation entre deux points et x est la distance entre ces deux points. En pratique, cette quantité peut être estimée en remplaçant  $\theta$  par la valeur du GAM mesurée par EBSD et x par le pas de mesure de la cartographie. Il est à noter que  $\rho_{GND} < \rho_{tot}$ , la densité de dislocations totale, puisque les dislocations statistiquement stockées ne sont pas prises en compte. b est la norme du vecteur de Burgers et K est un paramètre qui dépend de la structure de dislocations considérée. K = 1 pour les sous-joints de flexion et K = 2 pour les sous-joints de torsion. Dans cette étude, le paramètre K a été fixé à 2.

Modes de représentation des cartographies EDS-EBSD Les cartographies EBSD et EDS-EBSD de l'ensemble du manuscrit sont représentées avec les codes couleur présentés en figure 2.11. La cartographie d'indice de qualité (IQ) révèle la microstructure (fig. 2.11-a); elle est systématiquement superposée aux différents codes de couleur. Sur les *cartographies de phase* (fig. 2.11-b), la matrice n'est pas colorée et les précipités sont colorés en bleu. Les *cartographies d'orientation* (Figures de Pole Inverse) sont représentées suivant un code couleur indiquant la direction cristallographique parallèle à la normale Z de la surface cartographiée (fig. 2.11-c). Les codes couleur des cartographies de désorientations intragranulaires sont adaptées en fonction de la valeur maximale du paramètre représenté. Les grains recristallisés, caractérisés par de plus faibles désorientations intragranulaires, apparaissent toujours en bleu. C'est le cas des figures 2.11-d et -f. L'échelle du KAM s'étend de 0 à 5°, de sorte à ce que les sous-structures présentes dans les grains déformés soient visibles, comme sur la figure 2.11-e.



FIGURE 2.11 – Codes couleur utilisés pour représenter les cartographies EDS-EBSD. a) Indice de qualité (IQ); b) IQ + Cartographie de phases; c) IQ + Cartographie d'orientation; d) IQ + GOS; e) IQ + KAM; f) IQ + GAM.

#### 2.2.4 Microscopie électronique à transmission (MET)

#### a) Préparation d'échantillons

Les échantillons ont été préparés suivant deux techniques.

**Polissage mécanique et ionique** La première technique consiste à prélever une fine plaquette aux faces parallèles, dont la surface mesure environ 1  $cm^2$ . Cette plaquette est collée sur un support et polie suivant le procédé décrit dans la section 2.2.1 jusqu'à l'obtention d'un miroir. Elle est ensuite collée sur la face polie et son épaisseur est réduite à 100  $\mu m$  grâce à un papier abrasif P1200. Un deuxième polissage miroir est alors réalisé sur la seconde face. Elle est alors décollée et plusieurs petites plaquettes de 2,3 mm de côté sont prélevées à la scie à fil. Leur épaisseur est réduite à 50  $\mu m$  par polissage au moyen de solutions diamantées de 1  $\mu m$  et 0,5  $\mu m$ . Une cuvette est ensuite creusée au centre de chacune au moyen d'un dimpler. Un système d'abrasion ionique PIPS (Precision Ion Polishing system) Gatan 691 permet de les rendre transparentes aux électrons. La tension d'accélération est de 6 kV et l'angle d'incidence de 6°. Les lames obtenues sont fixées sur un support en cuivre adapté au porte-échantillon du MET. **Prélèvement par abrasion ionique, Focused-Ion Beam (FIB)** Cette méthode permet de prélever un échantillon MET dans une zone précise d'une microstructure donnée, et d'obtenir une surface observable plus large qu'avec la méthode précédente ainsi qu'une épaisseur de lame constante. L'échantillon, poli selon la méthode décrite en paragraphe 2.2.1, est introduit dans un microscope équipé de deux canons et colonnes : à électrons et à ions (FIB). Le principe est illustré en figure 2.12. La zone d'intérêt est repérée sur une image en électrons rétrodiffusés (zone en pointillés, fig. 2.12-a). Deux piscines (numérotées 1 et 2, fig. 2.12-b) sont ensuite creusées par abrasion ionique de part et d'autre de cette section. Une pointe en tungstène, qui sert à manipuler l'échantillon, est ensuite soudée à la section dégagée (symbole \* sur la figure 2.12-c) et cette dernière est désolidarisée du reste de l'échantillon par découpe ionique (au niveau des flèches, fig. 2.12-c). Elle est ensuite soudée sur une grille en cuivre, adaptée au porte-échantillon (fig. 2.12-d) du MET.



FIGURE 2.12 – Préparation d'une lame MET par abrasion ionique : a) Identification de la zone d'intérêt ; b) Dégagement de deux piscines dans la masse de l'échantillon, de part et d'autre de la zone d'intérêt ; c) fixation de la lame sur une pointe (\*) et enlèvement de la lame ; d) fixation de la lame sur une grille en cuivre et désolidarisation de la pointe.

#### b) Analyses MET

Les analyses réalisées en microscopie en transmission incluent les modes d'imagerie conventionnels, de l'imagerie à haute résolution et des mesures de composition chimique par EDS. Deux microscopes ont été utilisés : un JEOL 2100 à canon FEG et un FEI Titan 80-300, opérant sous une tension de 200 kV.

## 2.3 Essais thermomécaniques

#### 2.3.1 Compression de pions en double-cônes

Le mode de déformation retenu est la compression, car il est le plus proche des conditions de déformation industrielles, comparé à la torsion par exemple. Parmi les géométries de pions de compression disponibles, le choix s'est porté vers une forme en double-cônes, qui offre plusieurs avantages par rapport à la géométrie cylindrique. Tout d'abord, il s'agit d'une géométrie à gradient de déformation contrôlé. Pour une condition (température, vitesse de déformation) donnée, les évolutions microstructurales peuvent ainsi être étudiées le long du rayon du pion. Dans le cas de pions cylindriques, un pion aurait été nécessaire pour chaque condition (température, vitesse de déformation, niveau de déformation). Bien qu'il existe aussi un gradient de déformation (dû au frottement) dans cette géométrie, il est moins bien contrôlé et se développe sur des distances plus courtes que dans une géométrie double-cône. D'un pion à l'autre, le positionnement de l'échantillon dans le four, la durée de montée en température, la température exacte de l'essai ainsi que le délai de trempe sont des variables qui peuvent influer sur les phénomènes de recristallisation. La géométrie en double-cônes permet donc non seulement de réduire le nombre d'essais, mais aussi de s'affranchir des problèmes de répétabilité pour au moins l'un des paramètres, le niveau de déformation. Les conditions de déformation retenues (température, vitesse, niveau de déformation maximum) ont été choisis en fonction des conditions de déformation subies par différentes zones des pièces industrielles, calculées en utilisant le logiciel FORGE <sup>®</sup>. Ces pions sont constitués d'une partie plane et de deux parties coniques, visibles sur la figure 2.13-a. L'essai de compression consiste à réduire la hauteur du pion de sorte à ce qu'elle corresponde à la hauteur de la partie plane (fig. 2.14 et 2.13-b,c). Deux géométries sont utilisées, couvrant les niveaux de déformation de 0,4 à 1,4 d'une part (type A), et 0 à 0,36 d'autre part (type B). Les dimensions et les niveaux de déformation locaux calculés avec le logiciel FORGE ®sont indiqués sur la figure 2.14.

La machine de compression utilisée est un modèle MTS 250, équipé avec un four MTS 653 en deux parties comportant trois éléments chauffants répartis en hauteur : l'un

d'eux est localisé en face de l'échantillon et les deux autres au niveau des outils. Les paramètres de pilotage de la machine sont le déplacement de l'outil  $\Delta Z$  (en mm) et le temps de compression  $\Delta t$  (en s). La vitesse de déplacement de l'outil est constante. Elle est ajustée de sorte à ce que la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  au centre soit la vitesse désirée. Elle est estimée par la formule  $\dot{\varepsilon} = \frac{\varepsilon}{\Delta t}$ , où  $\varepsilon$  est le niveau de déformation (déformation équivalente) au centre du pion. Une vitesse de déplacement constante de l'outil ne permet cependant pas d'obtenir une vitesse de déformation localement constante au cours de l'essai et uniforme le long du rayon. La figure 2.15 illustre l'évolution du niveau de déformation et de la vitesse locale de déformation en fonction du temps, pour l'essai de compression d'un pion type B à la vitesse  $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} s^{-1}$ . La vitesse de déformation au centre du pion est constante et correspond en moyenne à la consigne. Cependant, elle est beaucoup plus basse le long du rayon du pion. Dans les zones dont la déformation finale est faible, on observe même une augmentation de la vitesse de déformation au cours de l'essai. Autrement dit, aux premiers instants de l'essai, ces parties du pion ne sont pas déformées.

Les pions déformés sont découpés suivant leur diamètre, selon les pointillés de la figure 2.13-b. La section coupée est ensuite polie selon la procédure décrite au paragraphe 2.2.1. Les directions d'intérêt sont présentées sur la figure 2.14; on distingue la direction axiale (DA, axe Y), qui est la direction de compression, la direction radiale (DR, axe X) dans laquelle le gradient de déformation se développe. La troisième direction (Z) est celle choisie pour la représentation des cartographies EBSD; les trois directions définissent un repère orthogonal direct. Les cartographies EBSD sont acquises dans le plan (X;Y). Les cartographies EBSD sont réalisées à mi-hauteur de l'échantillon selon l'axe Y permet d'atteindre les différents niveaux de déformation représentés sur la figure 2.14.



FIGURE 2.13 – Pion double-cône a) Avant déformation; b) Après déformation, vue de face; c) Après déformation, vue en coupe.



FIGURE 2.14 – Géométries de pions double-cônes utilisés, dimensions, cartographies de déformation correspondantes (simulations FORGE) et orientation des axes (X,Y,Z) pour les cartographies EBSD.



FIGURE 2.15 – Simulation FORGE de l'essai de compression d'un pion type B. a) Localisation des capteurs; Evolution au cours du temps b) du niveau de déformation local, c) de la vitesse de déformation locale.

#### 2.3.2 Traitements thermiques « in-situ » dans le MEB

Une platine permettant des traitements thermiques in-situ dans la chambre du MEB a été développée au CEMEF; son fonctionnement est détaillé par Bozzolo et al. [27]. Il est possible de l'incliner à 70° de sorte à réaliser des cartographies EBSD (fig. 2.16-a). L'échantillon est soudé par point sur une lame de Tantale, matériau dont la conductivité électrique est basse et la température de fusion élevée. Le système de chauffage est basé sur l'effet Joule : un courant électrique est envoyé à travers la lame de tantale. Ce système permet une montée et une descente en température rapides, de l'ordre de  $100^{\circ}C$ /seconde; la température maximale étant supérieure à  $1200^{\circ}C$ . Ce dispositif permet d'effectuer des traitements thermiques de quelques secondes seulement, suivi d'un refroidissement très rapide, ce qui permet de suivre les évolutions de microstructure pas à pas [24, 28, 29]. L'échantillon doit être préparé sous forme d'une plaquette de 2 mm par 3 mm maximum; son épaisseur ne doit pas dépasser 150  $\mu m$  pour un meilleur contrôle de la température et limiter l'inertie thermique. Il est préparé selon la méthode de polissage décrite en 2.2.1. Il est soudé par point sur la lame de tantale et deux thermocouples sont eux-mêmes soudés sur sa surface. L'un des deux thermocouples sert de référence et permet d'ajuster la puissance électrique envoyée à travers la lame de tantale (60W maximum). L'autre thermocouple sert à vérifier l'homogénéité de la température de part et d'autre de l'échantillon.



FIGURE 2.16 – Système de traitement thermique in-situ pour le MEB. a) Schéma de la platine en position tiltée pour l'EBSD; b) Photo du montage.

La zone d'intérêt est repérée, et une première cartographie est réalisée, la caméra EBSD est ensuite retirée et le traitement thermique peut être effectué. La caméra est avancée et la zone d'intérêt est cartographiée une deuxième fois, etc.

### 2.4 Microstructure du René 65

#### 2.4.1 Billette

La microstructure de la billette a été étudiée en détail par Gibot [30] et Bond et al. [20]. Elle est hétérogène à l'échelle millimétrique; on peut y distinguer deux types de zones en microscopie optique (fig. 2.17). La majorité de la microstructure est composée de grains fins équiaxes (de taille movenne 10 à 15  $\mu m$ ) et de précipités  $\gamma'$  primaires mesurant quelques micromètres de diamètre, localisés aux joints de grains pour la plupart. Ces zones sont nommées Zones Equiaxes (ZE) dans le suite du manuscrit. Des bandes allongées contenant des précipités  $\gamma'$  plus fins, sub-micrométriques, sont réparties dans cette microstructure. Elles sont parallèles entre elles et alignées suivant l'axe de la billette. Elles mesurent jusqu'à 1 mm de longueur et leur épaisseur est de l'ordre de la cinquantaine de micromètres. Cette hétérogénéité est présente dans l'ensemble de la billette. Ces structures pourraient être héritées de ségrégations survenues lors de la coulée du matériau. Des mesures EDS de composition globale des deux zones, sur des aires de 5.10<sup>5</sup>  $\mu m^2$ , n'ont cependant montré aucune différence. On peut seulement remarquer que les ZE contiennent davantage de carbures et de carbo-nitrures. La figure 2.18 illustre cet aspect : il s'agit d'une image en électrons rétrodiffusés acquise avec un fort contraste, permettant de distinguer les carbures et carbo-nitrures en blanc. Les bordures des ZE sont indiquées en pointillés.



FIGURE 2.17 – Micrographies optiques de la billette. a) Coupe longitudinale (axe de la billette vertical); b) Coupe transverse. D'après Gibot [30].


FIGURE 2.18 – Micrographie en électrons rétrodiffusés révélant la présence de carbures et de carbo-nitrures préférentiellement localisés dans les Zones Equiaxes.

Des cartographies EBSD réalisées par Gibot ont montré que les bandes contenant des précipités  $\gamma'$  plus fins ne sont en fait constituées que d'un seul et unique grain, non recristallisé, de taille millimétrique dont les désorientations internes sont importantes. La figure 2.19-a présente la figure de pôle d'une de ces bandes allongées. On y constate une panoplie d'orientations issues d'une même orientation initiale. Ces grains, contrairement à ceux de la ZE voisine, ne sont pas maclés. Ils sont constitués de petites cellules désorientées de 2 à 3° les unes par rapport aux autres, (fig. 2.19-b), signe que ces grains sont restaurés mais non recristallisés. Les précipités  $\gamma'$  sub-micrométriques ne sont pas visibles sur la cartographie d'orientation, ce qui indique qu'ils sont cohérents avec le grain dans lequel ils se trouvent. Leur trace est cependant visible sur la cartographie de KAM, où une désorientation très faible (quelques degrés) est associée aux interfaces  $\gamma - \gamma'$ . Étant cohérents avec le grain dans lequel ils se trouvent, ces précipités sont en fait plutôt de gros  $\gamma'$  secondaires. Les zones de ce type sont notées **Bandes de Grains Restaurés, BGR** dans la suite du manuscrit.



FIGURE 2.19 – Analyse des deux zones de la billette en EBSD : a) Cartographie d'orientation ; b) Cartographie de KAM associé à la zone encadrée ; c) Cartographies d'orientation associées à la zone encadrée.

Les caractérisations réalisées par Heaney [3] et Gibot [30] ont montré que la microstructure des BGR évolue durant les premières étapes de chauffage et/ou de forgeage. Heaney a montré qu'un simple traitement thermique à 1066°C permet la recristallisation complète de ces zones : les longs grains initiaux sont alors remplacés par de petits grains de quelques micromètres de diamètre, dont les joints sont bordés par les gros précipités  $\gamma'$  secondaires. La figure 2.20 montre la microstructure obtenue après ce traitement, à différentes échelles. Les joints de grains et les précipités  $\gamma'$  sont révélés grâce au réactif de Kalling.

La déformation à chaud déclenche également la recristallisation des BGR. Gibot a montré que ces bandes recristallisent lors de leur déformation à  $1050^{\circ}C$  et  $1080^{\circ}C$ . Pour une même déformation appliquée, elles recristallisent davantage à haute température (pour une vitesse de déformation donnée) et à haute vitesse de déformation (pour une température donnée). Cette dépendance à la vitesse de déformation est contraire au comportement attendu et devrait être confirmée par une étude plus précise (les résultats obtenus par Gibot sont qualitatifs). Dans ce processus, les gros précipités  $\gamma'$ secondaires se retrouvent aux joints de grains, ils jouent alors le même rôle que les précipités  $\gamma'$  primaires dans les ZE. Les BGR ayant recristallisé donnent lieu à des **Bandes de grains fins, BGF** dans la suite du manuscrit et les précipités  $\gamma'$  aux joints de grains sont nommés *petits primaires*.



FIGURE 2.20 – Microstructure d'une billette de René 65 après traitement thermique à  $1066^{\circ}C$ , [3].

#### 2.4.2 Etat reçu (E.R.)

La microstructure reçue pour cette étude est présentée en figure 2.21. Il s'agit d'une pièce déjà forgée, qui se compose de zones de grains équiaxes (ZE) séparées par des bandes de grains fins (BGF). Chacune de ces zones possède ses propres caractéristiques, répertoriées dans le tableau 2.3.

Les grains étant plus grands dans les ZE que dans les BGF, la longueur surfacique de joints de grains  $L_A^{HAGB}$  y est moins élevée. Les précipités  $\gamma'$  primaires (dans les ZE) et les petits  $\gamma'$  primaires (dans les BGF) sont majoritairement situés au niveau des joints de grains (fig. 2.21). Le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  des BGF est plus élevée que celui les ZE. Ces zones contiennent davantage de sous-structures et la longueur surfacique  $L_A^{LAGB}$ y est 2,5 fois plus élevée. L'existence d'une telle différence de microstructure entre les deux zones laisse pré-supposer des évolutions différentes lors de leur exposition à haute température et de leur déformation à chaud.

La cartographie des KAM présentée en figure 2.21 révèle une distribution d'énergie stockée hétérogène, entre les deux types de zones (confirmé par le calcul de  $\rho_{GND}^{GAM}$ ) et entre les différents grains d'une même zone. Ces hétérogénéités d'énergie stockée, donc d'écrouissage, rendent la microstructure reçue inadaptée à une étude précise des phénomènes de recristallisation; pour laquelle une microstructure initiale homogène et non écrouie est préférable.



FIGURE 2.21 – Microstructure reçue : a) Cartographie d'orientation, b) Image en électrons rétrodiffusés correspondante, c) KAM, d) Cartographies de phase des deux zones montrant des précipités  $\gamma'$  primaires aux joints de grains.

		ZE	BGF
Grains	Taille moyenne $(\mu m)$	9,8	7,7
	Taille max. $(\mu m)$	29,5	$15,\!5$
	$ ho_{GND}^{GAM} (m^{-2})$	$3,4  10^{14}$	$2,2  10^{14}$
Précipités $\gamma'$ primaires	Fraction surfacique	0,13	0,17
	Diamètre moyen $(\mu m)$	2,8	$1,\!8$
Joints de grains	$L_A^{HAGB}(mm^{-1})$	666,5	981,0
	$L_A^{LAGB}(mm^{-1})$	$23,\!5$	59,4

TABLE 2.3 – Caractéristiques microstructurales des deux types de zones de la microstructure reçue.

# 2.5 Stabilité en température de la microstructure reçue

Comme établi dans le paragraphe précédent, la microstructure reçue contient de l'énergie stockée. Une différence d'énergie stockée entre deux grains voisins induit une force motrice stimulant le mouvement du joint en direction du grain le plus écroui. Lors de traitements thermiques, les microstructures contenant de l'énergie stockée résiduelle sont donc susceptibles d'évoluer. La section suivante est dédiée aux évolutions microstructurales qui ont lieu lors de maintiens de deux heures à différentes températures, dans la microstructure reçue.

Un des objectifs de cette section est de déterminer un traitement thermique ou thermomécanique permettant d'obtenir une microstructure adaptée à l'étude des phénomènes de recristallisation. Cette dernière doit être constituée de grains recristallisés, avec des précipités  $\gamma'$  primaires localisés aux joints de grains; elle doit aussi présenter un niveau d'énergie stockée faible et homogène. Afin d'étudier l'influence des précipités  $\gamma'$ secondaires sur les phénomènes de recristallisation, leur distribution doit également être homogène dans la microstructure de départ.

#### 2.5.1 Forces motrices en présence lors du chauffage d'une microstructure écrouie

On considère deux grains adjacents numérotés 1 et 2 de diamètres respectifs  $D_1$  et  $D_2$ , dont la densité de dislocations est différente  $(\rho_1 < \rho_2)$ ; en présence de précipités de diamètre moyen  $\overline{d}$  et de fraction volumique f. Parmi ces précipités, la fraction volumique de ceux localisés aux joints de grains est  $f_{GB}$ . La configuration et les forces motrices en présence sont schématisées en figure 2.22.



FIGURE 2.22 – Forces motrices agissant sur un joint séparant deux grains de niveaux d'écrouissage différents, en présence de particules de seconde phase.

L'hétérogénéité de la densité de dislocations de part et d'autre d'un joint de grains se traduit par une pression motrice stimulant sa migration vers le grain contenant le plus d'énergie stockée. L'énergie stockée se déduit de la densité de dislocations. Une différence de densité de dislocations entre deux grains crée une pression  $P_{SE}$  qui s'exprime par :

$$P_{SE} = 0,5\Delta\rho Gb^2 \tag{2.9}$$

où G est le module de cisaillement du matériau, b est la norme du vecteur de Bürgers (de l'ordre de 0,25 nm) et  $\Delta \rho$  est la différence de densité de dislocations totale  $\rho_2 - \rho_1$ . Elle peut être estimée à partir de la valeur du paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  de chaque grain (équation (2.8)).

Par ailleurs, la courbure locale du joint de grains induit une force de capillarité qui tend à réduire la courbure. Sur la figure 2.22, cette pression agit dans le sens opposé à la force  $P_{SE}$ . Pour un grain sphérique de diamètre  $D_1$ , l'amplitude de la pression correspondante est :

$$P_C = \frac{4\gamma}{D_1} \tag{2.10}$$

où  $\gamma$  est la tension interfaciale du joint de grain (0,8  $J.m^{-2}$  dans le Nickel pur à 1000°C [31]).

Les particules de seconde phase exercent elles-aussi une pression qui s'oppose au mouvement du joint de grains. Cette pression peut être estimée selon le modèle de Smith-Zener, dans le cas où les particules sont localisées sur les joints de grains [6], par la formule :

$$P_Z = \frac{3\gamma f_{GB}}{d} \tag{2.11}$$

où  $f_{GB}$  est la fraction volumique de particules situées aux joints de grains et  $\bar{d}$  est le diamètre moyen de ces particules.

L'amplitude relative de ces forces détermine si le joint de grains est bloqué ou non par les particules de seconde phase :  $|P_{SE}| < |P_Z + P_C|$  correspond à un joint de grains bloqué par les particules de seconde phase; le cas contraire correspond à un joint de grains pouvant migrer malgré la présence des particules. Si les précipités bloquent les joints de grains de manière efficace, la taille de grains moyenne stagne à la taille limite de Smith-Zener  $D_Z$  (établie sans énergie stockée) :

$$D_Z = \frac{3\bar{d}}{4f_{GB}}.\tag{2.12}$$

#### 2.5.2 Régimes d'évolutions microstructurales

La stabilité de la microstructure initiale lors de son exposition à haute température a été évaluée, sur une base de temps de deux heures. Les échantillons ont été introduits dans le four froid, et portés à température avec une vitesse de chauffage de  $10^{\circ}C$ /minute. Après le maintien de deux heures à la température de consigne, ils ont été trempés à l'eau. Les microstructures obtenues ont été cartographiées par EBSD afin de déterminer les tailles de grains moyennes  $\overline{D}$  et maximales  $D_{MAX}^{2}$  (représentées sur la figure 2.23), ainsi que de mesurer les désorientations intragranulaires moyennes. Des mesures de microdureté ont été réalisées dans les deux types de zones ZE et BGF (figure (2.24); les états de précipitation secondaire (figure 2.26) et primaire (figure 2.25) ont été analysés, et la pression d'ancrage de Smith-Zener a été calculée (reportée sur la figure 2.27). La taille limite de Smith-Zener  $D_Z$  a été calculée à partir de ces données et a été ajoutée à la figure 2.23. La confrontation de ces données permet de définir différents domaines d'évolutions microstructurales : le premier domaine couvre les températures inférieures à  $1000^{\circ}C$ , le second s'étend de  $1000^{\circ}C$  à  $1060^{\circ}C$ . Enfin, le dernier concerne uniquement les ZE pour les températures supérieures à  $1065^{\circ}C$ . Ces trois domaines sont matérialisés par des lignes pointillées sur les graphiques des figures 2.23 à 2.27.

<sup>2.</sup>  $\overline{D}$  est la moyenne en aire du diamètre équivalent;  $D_{MAX}$  est le diamètre équivalent du plus grand grain de la cartographie, en excluant les grains situés sur les bords.



FIGURE 2.23 – Évolution de la taille de grains après deux heures de maintien à différentes températures, comparaison à la taille limite de Zener  $D_Z$ , calculée à partir des données de la figure 2.27 et de la formule 2.12. a) ZE ; b) BGF.



FIGURE 2.24 – Évolution de la microdureté en fonction de la température (masse : 200 g).



FIGURE 2.25 – Évolution de la fraction surfacique de phase  $\gamma'$  en fonction de la température et comparaison à la fraction d'équilibre thermodynamique calculée avec ThermoCalc. a) ZE; b) BGF.



FIGURE 2.26 – Évolution de l'état de précipitation secondaire (ZE et BGF) en fonction de la température. a) Micrographies BSE; b) Fraction volumique et diamètre moyen 2D.



FIGURE 2.27 – Évolution de l'état de précipitation primaire en fonction de la température. a) Pression d'ancrage de Smith-Zener; b) Fraction surfacique, c) Diamètre moyen 2D.

#### Restauration, T<1000°C

Sur cette plage de températures, les tailles de grains n'évoluent pas par rapport à la microstructure initiale (figure 2.23); il n'y a donc pas ou peu de migration des joints de grains. La mobilité des joints de grains étant thermiquement activée [32], il est possible que ces températures soient trop basses pour observer une évolution lors d'un maintien de deux heures seulement. D'autre part, la force d'ancrage de Smith-Zener calculée à partir des distributions de précipités primaires reste elle-aussi constante et relativement élevée dans ce domaine : elle est de l'ordre de 80 kPa pour les ZE et deux fois supérieure dans les BGF, où elle vaut 170 kPa (fig. 2.27-a). Cet écart est dû à la distribution différente des précipités dans les deux types de zones : une fraction volumique de phase  $\gamma'$  plus élevée et une taille de précipités réduite (fig.2.27-b, c) sont en faveur d'une pression d'ancrage plus élevée dans ces zones. Dans ce domaine, la taille de grains maximum reste inférieure à la taille limite de Smith-Zener dans les deux types de zones; et ce malgré la présence d'énergie stockée susceptible de forcer la migration des joints de grains.

Les figures 2.24 et 2.26 révèlent que les principales évolutions microstructurales se produisent en fait à l'intérieur des grains. Les mesures de microdureté indiquent en effet un adoucissement notable dans cette gamme de températures, la dureté diminuant d'environ 100 HV entre l'état initial et l'état traité à  $1000^{\circ}C$  (fig. 2.24). La variation de l'état de précipitation intragranulaire contribue à la variation de la dureté, mais des mécanismes de restauration sont aussi potentiellement actifs à ces températures. La dureté des BGF est toujours supérieure à celle des ZE, cela peut être attribué soit à la différence de taille de grains (conséquence de la distribution différente de précipités primaires), soit à une cinétique de restauration différente dans ces deux types de zones, soit à un état de précipitation durcissante différent; ou une combinaison de ces facteurs. L'observation de l'état de précipitation intragranulaire (fig. 2.26) révèle qu'une population de précipités secondaires s'est développée alors qu'elle était absente dans la microstructure initiale. Les mesures de fractions volumiques totales (précipités primaires et secondaires) de la figure 2.25 indiquent qu'à chaque température de traitement, la fraction de phase  $\gamma'$  atteint la valeur de l'équilibre thermodynamique prédite par les calculs ThermoCalc. Cet équilibre est atteint grâce à la formation de précipités intragranulaires, tandis que la distribution de précipités primaires reste constante. L'état de précipitation secondaire est similaire dans les deux types de zones (ZE et BGF), ce n'est donc pas le facteur responsable de la différence de dureté observée sur la figure 2.24. En revanche, ces précipités ont un effet durcissant : ils étaient absents à l'état initial et une diminution de la dureté est néanmoins observée sur cette plage de températures, malgré le durcissement structural. Cela signifie que la restauration est beaucoup plus avancée que ce qui transparait des mesures de microdureté. Afin d'estimer cet avancement, les microstructures traitées ont été cartographiées en EBSD et les désorientations intragranulaires de chaque zone ont été mesurées dans le but de calculer le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$ . Les résultats de ces mesures sont présentés en figure 2.28.



FIGURE 2.28 – Évolution du paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  moyen en fonction de la température.

Les hypothèses associées au calcul de  $\rho_{GND}^{GAM}$  sont fortes et introduisent une incertitude importante. Néanmoins, les résultats des mesures de désorientations, même semi-quantitatives, indiquent que le phénomène de restauration est effectivement plus rapide que la tendance relevée en figure 2.24. Le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$ , initialement élevé, chute en-dessous du seuil de détection dès que la température dépasse 1000°C. Les désorientations mesurées dans les BGF sont supérieures à celle mesurées dans les ZE, quelle que soit la température, ce qui révèle que ces zones comportent davantage de dislocations. Néanmoins, aux températures supérieures à 1000°C, le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$ n'est plus mesurable, puisqu'il devient inférieur au bruit de mesure de la technique EBSD.

#### Croissance de grains homogène : $1000^{\circ}C < T < 1060^{\circ}C$

De 1000°C à 1060°C, la taille de grains évolue légèrement, l'écart entre la taille moyenne et maximum reste constant, ce qui indique que la croissance est homogène (fig. 2.23). L'élévation de la température active la mobilité des joints de grains alors que l'ancrage de Smith-Zener diminue légèrement (fig. 2.27), la fraction mais aussi la taille moyenne de précipités diminuent. L'évolution des précipités  $\gamma'$  (fraction et taille moyenne de précipités) est plus rapide dans les BGF que dans les ZE : la fraction de phase  $\gamma'$  reste constante jusqu'à 1040°C dans les ZE avant de décroitre, tandis qu'elle décroit à partir de 1000°C dans les BGF. Pour les deux populations, la taille de grains suit l'évolution de la taille de grains limite de Smith-Zener (fig. 2.23). Les micrographies correspondantes (fig. 2.29-a) montrent que les précipités  $\gamma'$  primaires sont toujours localisés sur les joints de grains. Dans cette gamme de température, des précipités secondaires sont encore visibles, leur diamètre est plus large que dans la plage de restauration (ils mesurent plus de 150 nm d'après la figure 2.26) et ils sont beaucoup moins nombreux. A ces températures, la force motrice pour la germination de précipités est réduite, et les phénomènes de diffusion accélérés permettent la formation de précipités de taille supérieure. L'effet durcissant est moindre : la dureté continue en effet de décroitre dans les deux zones (fig. 2.24), tandis qu'elles ne contiennent plus ou très peu d'énergie stockée (fig. 2.28).

#### Croissance sélective de grains : T>1065°C

On observe une différence de comportement entre les deux zones, en termes de tailles de grains, à partir de  $1065^{\circ}C$ :

- dans les ZE, la taille de grains  $D_{MAX}$  est multipliée par trois entre les échantillons traités à 1060°C et 1065°C. On observe un pic de taille de grains à 1065°C puis une décroissance aux températures plus élevées, 1080 et 1090 °C (fig. 2.23).
- dans les BGF, on observe une augmentation progressive de la taille de grains moyenne  $\bar{D}$  et maximum  $D_{MAX}$  lorsque la température augmente.

L'apparition de quelques très larges grains dans une microstructure fine, sous l'effet de la seule force de capillarité, est un phénomène appelé croissance anormale de grains dans la littérature, ou encore recristallisation secondaire. Des microstructures montrant des distributions de tailles de grains similaires peuvent être obtenues dans les superalliages à base Nickel, lorsqu'ils subissent une petite déformation suivie d'un traitement thermique. Les études relatant ces phénomènes les désignent généralement comme des cas de croissance anormale de grains [33, 34] mais ce terme est impropre en présence d'énergie stockée. Lorsqu'elles sont observées en microscopie optique, les microstructures présentées dans ces études sont effectivement très semblables à des cas de croissance anormale. Néanmoins, plusieurs publications récentes ont démontré le rôle de l'énergie stockée concernant la croissance exagérée de certains grains dans ces alliages [35–37]. L'obtention d'une microstructure hétérogène suivant une petite déformation et un traitement thermique ne serait donc pas un cas de croissance anormale, mais plutôt de croissance sélective de grains induite par l'énergie stockée. Dans cette section, les évolutions microstructurales ont lieu en présence d'énergie stockée. Les grains anormalement larges ne sont donc pas, à priori, issus d'un phénomène de croissance anormale, au sens strict du terme. Différents termes sont utilisés dans la littérature, pour décrire des évolutions microstructurales similaires : croissance critique de grains (CGG) [33], développement de grains anormalement larges [37] ou encore croissance sélective de grains [36]. Le terme retenu pour cette étude est croissance sélective de grains, selon la terminologie d'Agnoli et al. [36].

D'après les profils de tailles de grains obtenus en figure 2.23, la croissance sélective de grains a lieu dans les ZE uniquement. La figure 2.29 illustre les microstructures obtenues aux températures concernées par la croissance sélective.

a. Cas des bandes de grains fins (BGF) Dans ces zones, on observe une augmentation progressive de la taille de grains avec la température (fig. 2.23-b). En parallèle, l'ancrage de Smith-Zener décroit, par diminution rapide de la fraction de précipités (fig. 2.27-a, b). A 1090°C, l'ancrage de Smith-Zener a presque diminué de moitié par rapport à sa valeur initiale (E.R.). Les micrographies présentées en figure 2.29 montrent que dans les BGF, la distribution de tailles reste homogène, semblable à celle de l'échantillon traité à 1060°C, seules les tailles de grains ont augmenté. La croissance de grains observée en figure 2.23 peut donc être attribuée à une perte d'ancrage de Smith-Zener aux hautes températures, qui n'est plus suffisant pour bloquer le mouvement des joints de grains. Des phénomène similaires ont été reportés dans d'autres alliages  $\gamma - \gamma'$ , traités à une température proche du solvus de la phase  $\gamma'$ . Dans ce cas, la dissolution des précipités  $\gamma'$  permet la croissance de grains aux hautes températures [38]. Néanmoins il s'agit toujours d'un régime de croissance homogène et non sélective.

**b.** Cas des zones équiaxes (ZE) Dans les zones équiaxes, le comportement observé est nettement différent puisqu'il marque un pic suivi d'une décroissance en termes de tailles de grains (fig. 2.23). La microstructure obtenue à  $1065^{\circ}C$  est la plus critique, elle est présentée en figure 2.29-b sur laquelle deux grains anormalement développés sont entourés. A cette température, ces grains sont peu nombreux et recouvrent la totalité de la surface des zones équiaxes initiales. Aux températures supérieures, la densité de ces grains augmente et leur taille diminue. En parallèle, la force d'ancrage de Smith-Zener diminue légèrement entre 1060°C et 1065°C puis chute rapidement (fig.2.27-a),  $1080^{\circ}C$  et  $1090^{\circ}C$  étant proches de la température de solvus de la phase  $\gamma'$ . A ces températures, la chute de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  mesurée est cohérente avec les valeurs prédites par les calculs ThermoCalc (fig. 2.25). Aucun précipité  $\gamma'$  secondaire ne se forme et la mise à l'équilibre thermodynamique se produit par dissolution des précipités  $\gamma'$  primaires : leur fraction et leur rayon movens diminuent rapidement avec la température (fig. 2.27-b, c). En conséquence, la force d'ancrage de Smith-Zener chute (fig. 2.27-a) et la taille limite de Smith-Zener  $D_Z$  augmente. Les mesures de tailles de grains relevées en figure 2.23 excèdent cependant largement cette valeur, indiquant que l'ancrage de Smith-Zener n'est pas suffisant pour bloquer le mouvement des joints de grains. L'examen des microstructures obtenues (fig. 2.29-b, c, d) révèle en effet que de



FIGURE 2.29 – Images en électrons rétrodiffusés des microstructures obtenues après deux heures de maintien à : a)  $1060^{\circ}C$ ; b)  $1065^{\circ}C$ ; c)  $1080^{\circ}C$ ; d) $1090^{\circ}C$ . Les BGF sont entourées en pointillés jaunes. Sur chaque micrographie, deux grains caractéristiques des ZE sont délimités en orange et en rouge.

nombreux précipités  $\gamma'$  primaires sont localisés à l'intérieur des grains les plus larges; même à 1090°C, alors que la taille maximum de grains semble se rapprocher de la taille limite de Smith-Zener de la figure 2.23. Le profil d'évolution de taille de grains est brutal et ne correspond pas avec la diminution de l'ancrage de Smith-Zener, qui est progressive. Le phénomène de croissance de grains exagérée qui est observé n'est donc pas lié à la diminution de l'ancrage de Smith-Zener seul. Ce régime d'évolution microstructurale est propre aux ZE.

#### 2.6 Conclusion et définition du cadre de l'étude

#### 2.6.1 Sélection du type de zone pour la suite de l'étude

La microstructure reçue (E.R.) pour cette étude est hétérogène. Elle se compose de deux types de zones, les zones équiaxes (ZE) et les bandes de grains fins (BGF). Elles sont héritées de la microstructure de la billette. Leurs caractéristiques (tailles de grains, distribution des précipités  $\gamma'$ , écrouissage) et leur comportement lors de maintiens en température sont différents. La microstructure initiale contient de l'énergie stockée, distribuée de manière hétérogène entre les différents grains des différentes zones. Le traitement thermique de cette microstructure déclenche son évolution. On distingue deux régimes d'évolutions pour les bandes de grains fins : un régime de restauration aux températures inférieures à  $1000^{\circ}C$  et un régime de croissance homogène aux températures supérieures à  $1000^{\circ}C$ . Le régime de restauration permet une diminution de l'énergie stockée sans mouvement des joints de grains. En régime de croissance homogène, l'énergie stockée est consommée lors de la croissance des grains, qui s'effectue de manière homogène. La dissolution des précipités  $\gamma'$  primaires induit une diminution de l'ancrage de Smith-Zener et l'augmentation de la taille de grains limite de Smith-Zener avec la température. La taille de grains augmente progressivement dans ces zones. Les zones équiaxes suivent une tendance similaire, puisqu'on peut distinguer un régime de restauration effectif sur la même plage de températures, un régime de croissance homogène qui s'étend de  $1000^{\circ}C$  à  $1060^{\circ}C$ .

Il existe cependant un troisième régime d'évolution microstructurale dans ces zones; il s'agit de la croissance sélective de grains. Ce phénomène admet une température seuil de 1065°C, à laquelle de très larges grains envahissent la microstructure (ZE uniquement), malgré la présence de précipités  $\gamma'$  primaires dont la pression d'ancrage est élevée. Ce type de microstructure est indésirable dans des pièces telles que les disques de turbine, puisqu'il est néfaste du point de vue des propriétés en fatigue [39–43]. Il est nécessaire de comprendre dans quelles conditions il apparait; afin de pouvoir l'éviter. Dans cet objectif, la compréhension de l'origine des phénomènes de croissance sélective est donc nécessaire. Ces aspects sont traités dans la partie II.

Les ZE ont un comportement plus complexe que les BGF. En conséquence, elles seules seront étudiées dans la suite du manuscrit.

## 2.6.2 Préparation de la microstructure reçue pour l'étude de recristallisation

L'étude de la microstructure reçue a montré qu'elle était hétérogène en termes de niveau et de distribution d'énergie stockée entre les différents grains. Une microstructure homogène et non écrouie est requise pour l'étude de recristallisation. De par leur massivité, les pièces industrielles subissent généralement un refroidissement lent depuis l'étape de forgeage N-1. Cela induit la formation de précipités  $\gamma'$  secondaires, qui peuvent potentiellement interagir avec le front de recristallisation. Dans la microstructure de départ pour cette étude, la présence de ces précipités intragranulaires est donc souhaitée. Les résultats obtenus dans la section 2.5 ont montré qu'un maintien à  $1050^{\circ}C$  pendant deux heures permet d'effacer les hétérogénéités d'énergie stockée, tout en maintenant la taille de grains constante. Il a aussi été vu qu'un refroidissement lent permet la formation de précipités  $\gamma'$  secondaires. Un traitement de recuit est donc appliqué à la microstructure reçue, afin de la conditionner pour l'étude des phénomènes de recristallisation. Il se compose d'un plateau de deux heures à  $1050^{\circ}C$  suivi d'un refroidissement lent jusqu'à  $600^{\circ}C$ , à  $5^{\circ}C$  par minute, comme illustré sur la figure 2.30. La figure 2.31 illustre l'effet de ce traitement sur la microstructure reçue. Sur la figure 2.31-a, les fluctuations de l'intensité rétrodiffusée visibles dans les grains indiqués par des flèches jaunes, traduisent la présence de dislocations. En lien avec ces hétérogénéités d'énergie stockée, la distribution de précipités  $\gamma'$  secondaires est elle aussi hétérogène. On remarque que les précipités  $\gamma'$  secondaires se sont formés préférentiellement dans les zones écrouies, probablement lors du refroidissement après forgeage. D'autres précipités secondaires plus larges sont également visibles. La microstructure obtenue après un maintien de deux heures à  $1050^{\circ}C$  et trempe à l'eau est présentée en figure 2.31-b). Les hétérogénéités d'énergie stockée ont disparu (le paramètre de GOS des grains est inférieur à 0,5° sur la cartographie EBSD correspondante, donc de l'ordre de grandeur du bruit de mesure associé à cette technique). La taille de grains a peu évolué (12  $\mu m$ en moyenne). Le traitement à 1050°C permet de dissoudre tous les précipités  $\gamma'$  secondaires. La microstructure obtenue à l'issue du recuit complet (E.R.R.) est présentée en figure 2.31-c. Le refroidissement lent a conduit à la formation de précipités  $\gamma'$  secondaires cuboïdes et de  $\gamma'$  tertiaires sphériques. La phase  $\gamma'$  est finalement constituée de quatre populations différentes, comme résumé dans le tableau 2.4.



FIGURE 2.30 – Traitement de recuit appliqué à la microstructure reçue (E.R.), et obtention de l'état recuit (E.R.R.)



FIGURE 2.31 – a) Microstructure reçue (E.R.); b) Microstructure après maintien de 2h à  $1050^{\circ}C$  et trempe à l'eau; c) Microstructure après maintien de 2h à  $1050^{\circ}C$  et refroidissement lent à  $5^{\circ}C$  par minute jusqu'à  $600^{\circ}C$  puis refroidissement à l'air : état recuit (E.R.R.) pour l'étude de recristallisation.

état recuit	primaires	secondaires sphériques	secondaires cuboïdes	tertiaires
fraction	0,165	0,028	0,077	< 0,01
diam. éq. $(\mu m)$	2,76	1,29	0,45	< 0,1

TABLE 2.4 – Distribution de précipités  $\gamma'$  dans l'état recuit.

Les précipités  $\gamma'$  secondaires ont été différenciés par rapport à leur morphologie : comme présenté sur la figure 2.31-c, des précipités sphériques plus grands que les cu-

boïdes sont également présents dans les grains de matrice mais leur fraction volumique est relativement restreinte. Dans les deux chapitres suivants, les précipités secondaires cuboïdes et sphériques sont traités comme une seule même population de précipités secondaires. La distribution de précipités tertiaires n'a pas pu être quantifiée précisément, leur taille et leur fraction volumique sont négligeables comparées à celles des autres populations.

L'état recuit présenté sur la figure 2.31-c, est l'état de départ pour l'étude des mécanismes et cinétiques de recristallisation. Cette étude fait l'objet des Chapitres 3 et 4, de la première Partie de cette étude.

# Première partie Recristallisation dynamique

L'objectif de cette partie est de présenter les évolutions microstructurales en régime dynamique, notamment la recristallisation dynamique et l'évolution dynamique des précipités de phase  $\gamma'$  (dissolution ou précipitation).

#### Chemin thermo-mécanique appliqué aux pions double-cônes

Les pions double-cônes sont soumis au traitement de recuit présenté en figure 2.30 puis déformés à chaud. Lors de l'essai, ils sont reliés à un thermocouple, ce qui permet de suivre leur température en temps réel. Ils sont placés dans le four chaud, et déformés cinq minutes après que la température mesurée en surface atteint la consigne. Le temps typique de montée en température est compris entre 5 et 10 minutes. Après déformation, les pions sont trempés à l'eau dans un délai de moins de 5 secondes, afin de figer leur microstructure et de limiter les évolutions post-dynamiques. La figure 2.32 résume le chemin thermo-mécanique subi par les pions double-cône. Le tableau 2.5 résume les conditions de compression testées pour chaque géométrie.



FIGURE 2.32 – Chemin thermo-mécanique subi par les pions double-cône.

T (° $C$ )	$0,001 \ s^{-1}$	$0,\!01\ s^{-1}$	$0,1 \ s^{-1}$
950	В	A-B	-
1000	В	A-B	А
1040	В	A-B	А
1070	В	A-B	А
1090	-	-	А

TABLE 2.5 – Conditions de déformation des pions double-cônes (A et B correspondent aux géométries présentées en figure 2.14).

## Chapitre 3

## Mécanismes de recristallisation dynamique

### 3.1 Mécanismes de recristallisation dynamique des alliages à base Nickel dans la littérature

#### 3.1.1 Recristallisation dynamique discontinue, DDRX

L'énergie de faute d'empilement du Nickel pur est relativement élevée. Les valeurs trouvées dans la littérature s'accordent pour une valeur de 125  $mJ.m^{-2}$  [44–48]. Cependant, l'addition d'éléments d'alliage tend à diminuer la valeur de cette énergie [49–54]. Xie et al. [50] et Shang et al. [54] ont montré que les éléments Al, Co, Cr, Mo, Ti et W diminuent particulièrement la valeur de cette énergie à température ambiante. Cette tendance a été confirmée par calculs DFT, d'après Shang et al. [54], qui ont également prédit sa diminution lors d'une élévation de température. Les superalliages base nickel se comporte finalement comme les métaux à moyenne voire basse énergie de faute d'empilement ; et le mécanisme de recristallisation le plus fréquemment reporté est la recristallisation dynamique discontinue (DDRX) donc de germination-croissance. Ce phénomène s'initie par l'ondulation des joints de grains lorsque le matériau est déformé [32]; un exemple typique est présenté en figure 3.1-a. Ces ondulations sont stimulées par des hétérogénéités locales d'énergie stockée de part et d'autre du joint de grains et définissent des sites préférentiels pour la germination. La partie ondulée du joint se sépare ensuite du grain parent. Les scénarios proposés dans la littérature évoquent une séparation par formation d'un sous-joint de grains (à relativement basse température ou vitesse de déformation élevée), ou encore par maclage (à haute température ou basse vitesse de déformation) [55–59]. Les premiers grains recristallisés DDRX sont donc situés sur les joints de grains de la matrice initiale, induisant une microstructure

dite « en collier » (voir figure 3.1-b). S'ensuit un régime de croissance dynamique. La matrice initiale continue de s'écrouir et est progressivement remplacée par de nouveaux grains recristallisés dynamiquement (voir figure 3.1-c). Ces grains s'écrouissent à leur tour et sont remplacés par de nouveaux grains recristallisés. Ce phénomène cyclique conduit à une taille de grains recristallisés stationnaire aux grandes déformations [32].



FIGURE 3.1 – Recristallisation dynamique dans l'Inconel 718 forgé dans le domaine supersolvus. a) Ondulation des joints de grains à  $\varepsilon = 0,55$ ; b) Premières étapes de la recristallisation dynamique à  $\varepsilon = 1$ ; c) Microstructure partiellement recristallisée à  $\varepsilon = 1,5$ . D'après Zouari [60]

#### 3.1.2 Recristallisation dynamique continue, CDRX

Si la recristallisation dynamique discontinue est le mécanisme généralement observé dans les alliages à base nickel, quelques auteurs ont également reporté l'occurrence de recristallisation dynamique continue dans ces alliages, modèles [61] ou industriels [62– 67], déformés à moyenne ou basse température et basse vitesse. La recristallisation continue est le mécanisme régissant l'adoucissement des alliages à haute énergie de faute d'empilement (alliages d'aluminium [68], de magnésium). Lorsqu'une microstructure est déformée, les dislocations se regroupent en « murs » (ou parois) à l'intérieur des grains initiaux. La désorientation associée à la présence du mur de dislocations définit un sous-joint de grains. Lorsque la déformation augmente, les sous-joints piègent de plus en plus de dislocations, et la désorientation du sous-joint augmente progressivement. Lorsqu'un sous-grain est suffisamment désorienté par rapport à ses voisins (typiquement, de plus de 15°), il devient un nouveau grain recristallisé. La taille des grains recristallisés est sensiblement la même que celle des sous-grains, en conséquence de la migration limitée des nouveaux joints. La figure 3.2-a présente un exemple typique de microstructure partiellement recristallisée par CDRX. Malgré le niveau de déformation élevé, cette microstructure est inhomogène, avec des grains initiaux allongés et très écrouis et des grains recristallisés micrométriques. Un réseau dense de sous-joints s'est formé à l'intérieur des grains écrouis, préférentiellement au niveau des joints de grains initiaux et des jonctions triples. La désorientation au niveau des sous-joints augmente à l'approche du joint de grains initial (fig. 3.2-b). Les sous-joints qui atteignent une désorientation de 15° ou plus définissent de nouveaux grains CDRX. Les profils de désorientation (fig. 3.2-c Ligne 1) le long du joint montrent les sauts caractéristiques associés au passage d'un sous-grain à l'autre. La Ligne 2 montre également de tels sauts mais de moindre amplitude qui s'ajoutent à des segments avec une augmentation graduelle de la désorientation. Ces derniers sont caractéristiques de l'accumulation de dislocations sans formation de sous-joints, notamment au centre des grains initiaux écrouis.



FIGURE 3.2 – Recristallisation dynamique continue dans l'alliage Nimonic 80A déformé en compression à 950°C,  $\varepsilon < 1,1$  et  $\dot{\varepsilon} = 1 \ s^{-1}$ . a) Cartographie d'orientation présentant des grains recristallisés par CDRX en bordure des grains initiaux. b) Réseaux de sousjoints dans les zones encadrées sur la cartographie a). c) Profils de désorientations le long des lignes 1 et 2 de la cartographie a). D'après Chen et al. [65]

#### 3.1.3 Germination induite par les particules de seconde phase, PSN

La présence de particules de seconde phase peut stimuler des mécanismes de germination supplémentaires. En particulier, un mécanisme de germination très local a été mis en évidence par Humphreys [69] dans un alliage d'aluminium contenant des particules de silice. La présence de particules dures et suffisamment grandes dans une matrice déformable génère de larges gradients de déformation localisés autour de ces particules, donc une rotation importante du réseau cristallin [70] (fig. 3.3). Le réarrangement des dislocations, présentes en forte densité dans cette zone, stimule la germination de nouveaux grains. Ce phénomène est nommé « Particle Stimulated Nucleation », ou PSN. Le gradient d'orientation autour de la particule dépend de l'orientation du grain initial, de la déformation imposée et de la taille de la particule. Des modèles visant à prédire l'orientation des grains recristallisés à partir des caractéristiques de ce gradient d'orientation suggèrent que leur orientation n'est pas aléatoire [70–72], ce qui reste discutable au vu des résultats expérimentaux obtenus [73–75]. Ce phénomène se traduit par l'apparition d'un ou plusieurs grains autour de la particule, comme illustré sur la figure 3.4. Dans les alliages base nickel, la PSN se produit autour des particules les plus dures comme les carbures [76, 77]. Wang et al. [78] ont également constaté des phénomènes de PSN autour de porosités et de composants eutectiques dans un superalliage monocristallin.



FIGURE 3.3 – Zone de déformation autour d'une particule dans un matériau polycristallin, d'après Humphreys [32]



FIGURE 3.4 – Phénomène de PSN autour d'un carbure dans l'Incoloy 901 déformé à T=950°C,  $\varepsilon$ =0,35 et  $\dot{\varepsilon}$ =1s<sup>-1</sup>, d'après Momeni et al. [76]

## 3.2 Séquence typique d'évolutions microstructurales dans le René 65 déformé à chaud



FIGURE 3.5 – Séquence d'évolutions microstructurales observées le long du rayon d'un pion double-cône déformé à  $1040^{\circ}C$  et  $0.01s^{-1}$ , a)  $\varepsilon = 0.05$ ; b)  $\varepsilon = 0.36$ ; c)  $\varepsilon = 0.60$ ; d)  $\varepsilon = 0.95$ ; e)  $\varepsilon = 1.40$ .

La figure 3.5 présente les évolutions microstructurales en fonction du niveau de déformation à  $1040^{\circ}C$  et  $0.01s^{-1}$ , avec un code couleur basé sur le paramètre GOS. La microstructure initiale est progressivement écrouie puis remplacée par de nouveaux grains recristallisés, caractérisés par de plus faibles désorientations internes (en bleu sur les cartographies). En observant les sites de germination des grains recristallisés, deux domaines d'évolutions microstructurales peuvent être identifiés. Le premier couvre la plage des basses déformations ( $\varepsilon = 0$  à 0,60), le second concerne les niveaux de déformation plus élevés ( $\varepsilon > 0.60$ ).

### 3.3 Recristallisation en hétéro-epitaxie dans le domaine des faibles déformations $\varepsilon = 0 - 0, 60$

Dans le domaine des faibles déformations, une première population de grains recristallisés apparait. Un exemple typique de ces grains est présenté dans l'insert 1 de la figure 3.5-c. Leurs sites de germination sont tout à fait inhabituels : un seul et unique grain se forme autour de chaque précipité  $\gamma'$  primaire, en l'enveloppant complètement. Au niveau de déformation le plus bas ( $\varepsilon = 0.05$ ), les désorientations intragranulaires (GOS) de la matrice restent inférieures au seuil de détection de la technique EBSD  $(0,5^{\circ})$ . Les joints de grains ne sont pas ondulés et les joints de macles thermiques toujours visibles. Lorsque le niveau de déformation augmente ( $\varepsilon = 0.36$ ), chaque précipité  $\gamma'$  primaire est progressivement enveloppé d'un grain recristallisé. Quand tous les précipités sont dans cette configuration ( $\varepsilon = 0.60$ ), plus aucun grain recristallisé de ce type n'apparait; les grains déjà formés sont simplement en régime de croissance. La figure 3.6 reprend la cartographie présentée en figure 3.5-c; avec différents codes de couleur. En plus de la cartographie de GOS, cette figure présente la cartographie de phases issue du couplage EDS-EBSD (fig. 3.6-b) et une cartographie d'orientation des deux phases (fig. 3.6-c). La cartographie de phases confirme que tous les précipités  $\gamma'$  primaires sont enveloppés d'un grain recristallisé, plus aucun d'entre eux n'est localisé sur les joints de grains de la matrice à ce stade. La faible désorientation intragranulaire de ces grains suggère qu'ils se développent sous l'effet de la différence d'énergie stockée avec la matrice environnante, dont le GOS est plus élevé. La figure 3.6-c révèle une caractéristique supplémentaire surprenante de ces grains : ils semblent avoir la même orientation cristallographique que leur précipité  $\gamma'$ . Le profil de désorientation de la figure 3.6-d montre un léger gradient d'orientation, du précipité vers son grain recristallisé, d'environ 1°. $\mu m^{-1}$ ; mais aucune désorientation notable n'est associée à l'interface  $\gamma'/\gamma$ , matérialisée par la ligne en pointillés. S'il existe une désorientation entre les deux phases, elle est inférieure à la résolution angulaire de la technique EBSD

dans les conditions mises en œuvre pour la réalisation de ces cartographies<sup>1</sup>. En raison de cette relation d'orientation très particulière, ces grains seront par la suite appelés grains hétéro-épitaxiés.



FIGURE 3.6 – Microstructure du pion double-cône déformé à  $1040^{\circ}C$  et  $0,01s^{-1}$  jusqu'à  $\varepsilon = 0,60$  a) Cartographie du GOS; b) Cartographie de phases; c) Cartographie d'orientation; d) Profil de désorientation typique à travers l'interface  $\gamma' - \gamma$  recristallisé issu du couplage EDS-EBSD.

Les micrographies présentées jusqu'ici présentent des grains hétéro-épitaxiés ayant une morphologie en couronne relativement fine autour des précipités  $\gamma'$  primaires. Ce n'est pas toujours le cas, en particulier aux plus hautes températures, où ces grains atteignent une taille plus importante. Dans ce cas, les précipités  $\gamma'$  primaires sont localisés en plein milieu dans ces grains, comme présenté sur la figure 3.7. Le grain central (macles bleues et jaunes) contient un précipité  $\gamma'$  primaire, dont la présence est

<sup>1.</sup> Des profils similaires sont obtenus pour l'ensemble des grains issu de ce mécanisme. Un autre exemple de profil est présenté dans Charpagne et al. [79], dans un pion double-cône forgé à 1000°C,  $\dot{\varepsilon} = 0, 1s^{-1}$  jusqu'à  $\varepsilon = 0, 36$ .

indiscernable sur la figure 3.7-a et -b mais révélée par les images basées sur un contraste chimique (figs. 3.7-c et -d). Des macles thermiques très visibles traversent l'ensemble du précipité et le grain recristallisé associé.



FIGURE 3.7 – Microstucture d'un pion déformé à  $1070^{\circ}C$  contenant plusieurs grains hétéro-épitaxiés de grande taille. a) cartographie d'orientation; b) Kernel Average Misorientation calculé sur les premiers voisins de chaque pixel; c) cartographie de phases issue du couplage EDS-EBSD; d) micrographie correspondante en électrons rétrodiffusés.

#### 3.3.1 Caractérisation de l'interface $\gamma'/\gamma_{recristallisé}$

Afin d'étudier plus précisément ces structures  $\gamma'$  primaire /  $\gamma$  hétéro-épitaxié, une lame mince a été prélevée dans un échantillon déformé à 1000°C et 0,01 s<sup>-1</sup>, dans lequel ces grains étaient systématiquement présents autour des précipités  $\gamma'$ . La figure 3.8 montre une image en mode STEM<sup>2</sup> d'un précipité entouré de son grain recristallisé. Une macle thermique très fine traverse l'ensemble du précipité et de son grain recristallisé, indiquée par une flèche sur la figure 3.8-a. Les cartographies EDS associées (figure 3.8b) confirment la nature des phases par la ségrégation d'éléments tels que Ti et Al dans

<sup>2.</sup> Les caractérisations MET ont été réalisées au CRHEA, Centre de Recherche sur l'Hétéro-Épitaxie et ses Applications, en collaboration avec Philippe Vennéguès.

le précipité, et de Cr, Co, Mo dans la matrice. Les clichés de diffraction présentés en figure 3.8-b confirment l'orientation identique du précipité et de son grain recristallisé. Le cliché de diffraction obtenu en plaçant le diaphragme de sélection d'aire sur le grain recristallisé (figure 3.8-b, position 1) est typique d'un réseau CFC orienté en axe de zone [011], avec ses extinctions systématiques caractéristiques. En revanche, le cliché de diffraction associé au précipité  $\gamma'$  (figure 3.8 b, position 2) présente des taches de surstructure associées à la mise en ordre  $L1_2$ . Ces taches caractéristiques supplémentaires sont indexées en jaune sur le cliché de diffraction correspondant.



FIGURE 3.8 – Lame mince prélavée à travers un précipité et son grain hétéro-épitaxié a) Image en mode STEM; b) Clichés de diffraction correspondant au grain recristallisé (1) et au précipité (2); c) Cartographies EDS correspondantes

L'interface cohérente  $\gamma - \gamma'$  été observée en microscopie à transmission à haute résolution (HRTEM), comme présenté sur la figure 3.9. Bien que l'interface ne soit

pas bien visible sur l'image haute résolution, les simulations des clichés de diffraction calculés par transformée de Fourier rapide (FFT) confirment que la partie A est bien la phase  $\gamma'$  avec ses taches de sur-structure (entourées en rouge); et que la partie B est la phase  $\gamma$  avec les extinctions systématiques du réseau CFC. L'absence de transition nette de gauche à droite de l'image suggère que les deux phases ont des paramètres de maille très proches. Cependant, cet écart n'a pas pu être mesuré par cette technique. Aucune dislocation n'est visible sur cette image; cela suggère que la densité de dislocations d'interface est suffisamment basse pour que des plages aussi longues que la hauteur de l'image 3.9 soient dépourvues de tout défaut.



FIGURE 3.9 – Interface  $\gamma - \gamma'$  en microscopie à transmission haute résolution et Transformées de Fourier Rapides correspondant aux zones A (phase  $\gamma'$ ) et B (phase  $\gamma$ ).

L'écart de paramètre de maille n'ayant pu être mesuré par HRTEM, un échantillon déformé à T=1070°C contenant des grains recristallisés cohérents avec les précipités  $\gamma'$  primaires a été caractérisé par diffraction des rayons X. Le diffractogramme obtenu après 4h30 d'exposition sur la plage des angles  $2\theta \in [20^\circ; 50^\circ]$  a permis d'acquérir les pics caractéristiques des plans 001 de la phase  $\gamma'$  et 111 de la phase  $\gamma$  (fig. 3.10. Les paramètres de maille calculés à partir de ces pics conduisent à des valeurs de  $0,361 \pm 0,001$  nm pour  $\gamma'$  et  $0,360 \pm 0,001$  nm pour  $\gamma$ . Cette mesure suggère un écart de paramètre de maille très faible puisque les plages d'incertitude des paramètres mesurés se recouvrent. L'écart de paramètre de maille est donc inférieur à la limite de détection de la technique [80]. La mesure d'écart de paramètres de maille aussi faibles requiert l'utilisation d'autres techniques, comme la CBED (Convergent Beam Electron Diffraction) [81], qui n'a pas pu être réalisée. L'existence de précipités  $\gamma'$ primaires enveloppés d'un grain de matrice cohérent implique en effet un paramètre de maille proche de zéro. Si les précipités intragranulaires (secondaires et tertiaires) sont généralement cohérents avec leur grain hôte, une telle configuration n'a jamais été reportée concernant les précipités primaires. Des études spécifiquement dédiées à la croissance des précipités secondaires  $\gamma'$  lors de traitements de vieillissement ont permis de montrer que la taille critique au-dessus de laquelle les précipités deviennent incohérents est liée à la valeur de l'écart de paramètre de maille  $\gamma - \gamma'$  [9, 82]. Dans les alliages à très faible écart de paramètre de maille (typiquement  $\epsilon < 0.05\%$ ), le diamètre des précipités cohérents atteint au maximum  $0.5 \ \mu m \ [9, 19, 83]$ . D'un point de vue énergétique, la relation de cohérence est perdue lorsque la basse énergie associée à l'interface cohérente ne peut plus compenser la contribution de l'énergie élastique, qui augmente avec la taille du précipité. Des dislocations se forment alors à l'interface  $\gamma - \gamma'$  afin d'accommoder la contrainte liée à l'écart de paramètre de maille. La densité de dislocations interfaciales, et donc la désorientation à l'interface augmente avec la taille du précipité. Dans le cas d'un précipité cohérent, l'écart de paramètre de maille « contraint » est défini comme une fonction du paramètre de maille du précipité dans l'état contraint, et de celui de la matrice, mesuré loin de l'interface cohérente [84] :

$$\epsilon = 2 \frac{(a_{\gamma',contraint} - a_{\gamma})}{a_{\gamma',contraint} + a_{\gamma}}$$
(3.1)

Lorsque le précipité atteint la taille critique à laquelle la cohérence est perdue, il retrouve son paramètre de maille "non-contraint", comme si il était séparé de la matrice. L'écart de paramètre de maille correspondant  $\delta$  est plus élevé, toujours exprimé par l'équation 3.1 mais avec la valeur du paramètre de maille "non-contraint" du précipité. Les deux expressions de l'écart de paramètre de maille sont liées entre elles par la formule 3.2, dans laquelle  $\nu$  est le coefficient de Poisson et K est le rapport entre le module de cisaillement de la matrice et celui du précipité :

$$\epsilon = \delta(\frac{1+\nu}{1+2K+\nu(1-4K)})$$
(3.2)

Aucune dislocation interfaciale n'est visible sur la figure 3.9. La plage d'observation y est cependant limitée à une quarantaine de nanomètres. Il est possible de vérifier la présence de dislocations d'interface sur des plages plus larges, selon la technique détaillée en section 2.2.2. L'attaque chimique décrite dans cette section permet de dissoudre uniquement la phase  $\gamma'$  et révèle la trace du réseau de dislocations interfaciales,
selon le principe décrit par Epishin et al. [21]. La figure 3.11 illustre le résultat obtenu sur un précipité entouré d'un grain hétéro-épitaxié. Les cellules visibles au niveau de la bordure du précipité traduisent la présence d'un réseau de dislocations d'interface. La taille de ces cellules est de l'ordre d'une centaine de nanomètres, ce qui peut expliquer qu'aucune dislocation n'avait été observée sur la figure 3.9. La désorientation à l'interface peut être estimée comme  $\theta \simeq \frac{b}{h}$ , avec b=0,25 nm et h= 100 nm (taille des mailles de la figure 3.11). La valeur de désorientation à l'interface obtenue est  $\theta = 0,15^{\circ}$ , ce qui est inférieur à la résolution angulaire de l'EBSD. L'interface  $\gamma'_I - \gamma$  hétéro-épitaxié est donc semi-cohérente et non strictement cohérente.

L'observation de précipités semi-cohérents mesurant 5  $\mu m$  de diamètre suppose néanmoins un écart de paramètre de maille relativement faible. Les valeurs d'écart de paramètre de maille contraints d'autres alliages à base nickel (mesurées à température ambiante) sont remarquablement basses. Les superalliages peuvent être regroupés en différentes classes, selon leur écart de paramètre de maille :

- faible : IN100 (0,65%), RR2000 (0,79%), MAR M 002 DS (0,55%) et SRR 99 (0,59%) [85]
- très faible : Nimonic 115 (-0,18%), Nimonic 90 (0,34%) [85]
- proche de zéro : Nimonic 105 (-0,04 % [85] à 0,03% [80]), Udimet 720 (<0,02% [9]).

L'alliage René 65 appartient vraisemblablement au dernier groupe. Le René 88DT dont il est dérivé (ayant une composition chimique quasiment identique) a un écart de paramètre de maille contraint  $\epsilon^{roomT} < 0.05\%$  [5] à 0.06% [86]. Ces valeurs très faibles sont en accord avec les résultats obtenus par diffraction des rayons X.



FIGURE 3.10 – Diffractogramme d'un échantillon de René 65 sur la plage  $2\theta \in [20^\circ; 50^\circ]$ à température ambiante.



FIGURE 3.11 – Réseau de dislocations interfaciales au niveau de l'interphase  $\gamma'$  primaire -  $\gamma$  recristallisé en hétéro-épitaxie, révélé selon la méthode décrite en section 2.2.2. [21].

L'observation de ce type de grains recristallisés aurait été difficilement possible sans le couplage des techniques EDS et EBSD. Ces grains sont rapportée pour la première fois dans cette étude, ils ont été nommés « Grains recristallisés en hétéro-épitaxie », ou « Grains hétéro-épitaxiés ». Ils seront dénommés ainsi dans la suite du manuscrit, avec comme abbréviation « HERX » pour heteroepitaxially recrystallized grains.

#### 3.3.2 Origine des grains hétéro-épitaxiés : au cours du traitement de recuit

#### a. De l'état faiblement déformé à l'état recuit : germination des grains hétéro-épitaxiés au cours du recuit

Sur la figure 3.5-a, des grains HERX semblent être déjà présents autour de certains précipités  $\gamma'$  primaires. Leur taille est à la limite de résolution spatiale de l'EDS. L'observation de ces microstructures en électrons rétrodiffusés (fig. 3.12) permettent de confirmer qu'aux basses déformations, tous les précipités  $\gamma'$  sont déjà enveloppés d'un petit germe de grain hétéro-épitaxié. Sur cette figure, la cohérence du germe est suggérée par la présence d'une macle thermique traversant l'ensemble du précipité et de son germe recristallisé. Compte-tenu du faible niveau de déformation, il est peu probable que ces germes se soient formés en régime dynamique. La durée de l'essai de compression étant elle-aussi limitée, il est légitime de vérifier si ces germes sont déjà présents dans la microstructure recuite, avant déformation.

La caractérisation plus précise des microstructures issues du traitement de recuit (figure 3.13), permet en effet de mettre en évidence la présence d'une phase claire autour des précipités  $\gamma'$  primaires, dont le contraste et la morphologie sont similaires aux fines couronnes de grains HERX de la figure 3.12. La comparaison de la microstructure 3.13-a, obtenue après maintien de deux heures à 1050°C et trempe à l'eau avec les microstructures 3.13-b à -d, montrent que la phase claire s'est formée durant le refroidissement, de 1050°C à 600°C à 5°C/min. On remarque également que la forme des précipités  $\gamma'$  primaires est toujours régulière (sphérique) après maintien de deux heures à 1050 ° alors qu'elle est très sinueuse après maintien à 1050°C et refroidissement lent. Les micrographies 3.13-b à -d illustrent la variété des morphologies rencontrées après le traitement de recuit : la phase claire se retrouve généralement sous forme d'insertions en bordure du précipité (fig. 3.13-b) ; en particules à l'intérieur du précipité (fig. 3.13-c) ou ayant fragmenté le précipité en nodules (fig. 3.13-d).



FIGURE 3.12 – Morphologie des grains hétéro-épitaxiés dans l'échantillon déformé à  $1000^{\circ}C$ ;  $0.1s^{-1}$ ;  $\varepsilon = 0.05$ .



FIGURE 3.13 – Morphologie des précipités  $\gamma'$  primaires a) après maintien à 1050°C et trempe à l'eau b-d) après traitement de recuit complet.

Afin de confirmer que cette phase est bien le germe d'un futur grain  $\gamma$  recristallisé, sa composition doit être mesurée. Pour ce faire, une lame TEM a été prélevée par découpe ionique en microscopie à double faisceau (Focused Ion Beam, FIB), en sélectionnant un précipité autour duquel l'enveloppe de phase claire est particulièrement visible. La microstructure de cette lame est présentée en figure 3.14. La composition de la phase claire a été mesurée par plusieurs pointés EDS, et comparée à celle des phases  $\gamma$  (matrice  $\gamma$  sur la figure 3.14) et  $\gamma'$  (précipité  $\gamma'$  primaire sur la même figure). Les résultats sont résumés dans le tableau 3.1 : la phase claire est riche en Co et Cr, qui sont des éléments  $\gamma$ -gènes typiques, et contient en revanche peu d'Al et Ti, éléments  $\gamma'$ gènes. Sa composition est très proche de celle de la matrice  $\gamma$ , à la seule différence de sa teneur en tungstène W qui est (avec la précision associée à l'EDS) plus élevée que celle de la matrice. Ces observations permettent donc de confirmer la nature de cette phase claire, comme étant  $\gamma$ , et que c'est bien cette phase formée durant le refroidissement peut bien être à l'origine de grains hétéro-épitaxiés.



FIGURE 3.14 – Microstructure de la lame prélevée par FIB dans l'échantillon recuit. a) image en électrons rétrodiffusés de la microstructure, l'aire encadrée correspond à la section à travers laquelle la lame a été prélevée; b) image en mode STEM du précipité d'intérêt; c) schéma annoté correspondant à b).

élément	Ni	Co	Cr	Al	Ti	Mo	Nb	W	Fe
précipités $\gamma'$ primaire	75,1	7,1	$1,\!5$	4,5	10,3	-	0,8	-	0,8
matrice $\gamma$	$49,\!6$	17,3	22,9	0,3	$0,\!6$	4,9	-	$^{3,1}$	1,2
phase claire	$46,\!6$	16,5	$23,\!3$	0,4	$^{0,5}$	4,2	-	$^{7,1}$	1,4

TABLE 3.1 – Composition chimique des phases annotées sur la figure 2.12, mesurée par EDS (moyenne de 3 à 5 pointés par phase).

#### b. La précipitation inverse, transformation de phase à l'origine de la formation des germes hétéro-épitaxiés

La formation de phase  $\gamma$  au sein de précipités  $\gamma'$  est un phénomène connu sous le nom de « précipitation inverse » dans la littérature. Il est même couramment rencontré dans les alliages  $\gamma - \gamma'$  monocristallins soumis à des traitements de vieillissement [87, 88]. En 1961, Radavich et Couts ont observé des particules nanométriques à l'intérieur de précipités  $\gamma'$  dans un alliage à base nickel [89], et plus tard dans l'Udimet 700 [90] après un traitement de sur-vieillissement. Des caractérisations plus approfondies réalisées sur des particules similaires dans l'Inconel 738 ont permis à Merrick d'affirmer qu'il s'agit bien de phase  $\gamma$  [91]. Plus récemment, des particules de structure CFC et enrichies en Chrome ont également été observées dans les précipités  $\gamma'$  primaires du

N18 [43, 92] et dans un alliage à base Nickel-Cobalt [93], toujours après un traitement de vieillissement. Le point commun entre toutes ces études est le chemin thermique subi par les échantillons : tous ont été soumis à un maintien à une température T1 élevée mais sub-solvus, puis traités à une température T2 inférieure (traitement de vieillissement). Oblak et al. [94] ont identifié la force motrice pour la précipitation inverse comme étant la sur-saturation en éléments  $\gamma$ -gènes dans les précipités  $\gamma'$ . La solubilité des éléments  $\gamma$ -gènes dans la phase  $\gamma'$  augmente avec la température. Lorsqu'un alliage  $\gamma - \gamma'$  initialement à l'équilibre thermodynamique à une température T1, est porté à une température T2 inférieure à T1, les précipités  $\gamma'$  deviennent sur-saturés en éléments  $\gamma$ -gènes. Ces derniers ont donc tendance à être rejetés hors de la phase  $\gamma'$ . Lorsque la sur-saturation est importante et la diffusion limitée, une petite particule de  $\gamma$  peut être formée à l'intérieur du précipité  $\gamma'$  [91, 92, 95]. Dans ces études, la sursaturation en éléments  $\gamma$ -gènes est considérable : les microstructures subissant le traitement de vieillissement ont subi des étapes de transformation à des températures supérieures de plus de  $300^{\circ}C$ . La grande force motrice qui résulte de cet écart de température, associée à une diffusion limitée à la température du traitement de vieillissement, permettent la précipitation homogène de petites particules  $\gamma$  cohérentes dans les précipités  $\gamma'$ . Si Vogel et al. [87] observent la séparation de précipités  $\gamma'$  par des particules de  $\gamma$  ayant coalescé, les configurations le plus souvent reportées sont celles ou une forte densité de particules  $\gamma$  nanométriques est présente dans les précipités  $\gamma'$  primaires, comme illustré sur la figure 3.16. Ces particules coalescent finalement peu au cours du traitement de vieillissement, la température et l'énergie interfaciale  $\gamma - \gamma'_{coh\acute{e}rente}$  étant relativement faibles.



FIGURE 3.15 – Evolution de la composition des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  dans l'alliage René 65 en fonction de la température. a)  $\gamma$ ; b)  $\gamma'$ .

Les calculs Thermocalc réalisés sur le René 65 (figure 3.15) indiquent que la solu-

bilité des éléments  $\gamma$ -gènes dans la phase  $\gamma'$  diminue au cours du refroidissement (et réciproquement). Il existe donc une possibilité de sur-saturation en éléments  $\gamma$ -gènes lorsque la température décroit, donc une force motrice pour la transformation  $\gamma \rightarrow \gamma'$ . Cependant, l'amplitude de cette force motrice est nettement moins importante au cours d'un refroidissement lent que dans le cas d'un traitement de vieillissement. De plus, les phénomènes de diffusion sont accélérés de manière exponentielle avec la température. Pour ces raisons, la précipitation homogène n'est pas observée dans le cas présent et les morphologies obtenues ne sont absolument pas comparables à celles reportées dans la littérature mentionnée ci-dessus. La figure 3.16 illustre la configuration typiquement obtenue dans la littérature [88]. La formation de phase  $\gamma$  majoritairement à la surface des précipités correspondrait davantage à un cas de germination hétérogène.



FIGURE 3.16 – Reconstruction par sonde atomique tomographique de la microstructure d'un échantillon de l'alliage RRHT1, après traitement de vieillissement de 16 heures à  $850^{\circ}C$ . Des précipités  $\gamma$  sont présents dans les précipités  $\gamma'$ . D'après Antonov et al. [88]

Sans mentionner explicitement la précipitation inverse, quelques rares publications relatent l'apparition d'une phase CFC, non ordonnée et riche en nickel, au niveau des joints de grains de certains alliages Ni-Al, transformés dans des conditions bien spécifiques. Baker et al. [96] reportent une configuration très étonnament similaire à la présente étude, dans un alliage Ni-24%at.Al, traité thermiquement et refroidi lentement. Leur analyse de la structure des joints de grains de  $Ni_3Al$  en microscopie en transmission a permis de montrer l'existence d'une fine épaisseur (15 à 20 nm) de phase désordonnée CFC, riche en nickel, et cohérente avec le grain sur lequel elle se trouve. Cette phase est distribuée de manière hétérogène entre les différents grains et se manifeste par des inclusions discontinues le long des joints des grains concernés. Les auteurs reportent par ailleurs que les joints des grains  $Ni_3Al$  sont sinueux, aux endroits où cette phase s'est formée. Cela suggère qu'une migration très locale du joint de grains a eu lieu et qu'elle est impliquée dans la formation d'inclusion de  $\gamma$ . Ces caractéristiques sont autant de points communs avec les germes de grains hétéro-épitaxiés. Si la présence effective de cette phase dans l'échantillon de Baker et al. est discutable, selon la technique de caractérisation employée (microscopie ionique ou électronique à transmission), Horton et al. [97] ont confirmé son existence. Des structures similaires avaient été observées auparavant au niveau des joints de grains de  $Ni_3Al$  dopé au bore. Mackenzie et Sass avaient attribué cet effet à la ségrégation du bore aux joints de grains [98]; puis cette hypothèse avait été rejetée par la suite [99]. En parallèle, Hanada et al. [100] ont observé une configuration similaire dans un échantillon de Ni-22,5%at.Al. Selon ces auteurs, la non-stoechiométrie de l'alliage est le facteur déterminant l'apparition de phase  $\gamma$  aux joints de grains. En effet, le  $Ni_3Al$  sur-stoechiométrique en nickel contient toujours de la phase  $\gamma$ , comme illustré sur le diagramme de phase du système binaire Ni-Al (fig. 3.17).



FIGURE 3.17 – Diagramme de phase du système binaire Ni-Al. La région  $\gamma - \gamma'$  est encadrée en rouge.

Les deux alliages présentant cette phase aux joints de grains contiennent en effet moins de 25% at. d'Al et se situent dans le domaine biphasé  $\gamma - \gamma'$ . Des caractérisations similaires réalisées sur des alliages rigoureusement stoechiométriques ( $Ni_3Al$ ) ont montré que la mise en ordre  $L1_2$  est maintenue jusqu'au joints de grains [97]. L'écart à la stoechiométrie, ou plutôt la sursaturation en nickel (supérieure à 75% at.) conduit à la

ségrégation de cet élément aux joints de grains [97, 100]. Cela se traduit par l'apparition d'inclusions de phase  $\gamma$  cohérentes, dont la distribution dépend des fluctuations locales de composition du grain  $Ni_3Al$  considéré. Le processus par lequel un joint de grains peut migrer localement sous l'effet de fluctuations de composition est nommé Diffusion-Induced Grain Boundary Migration (ou DIGM en anglais, migration induite par la diffusion). Les fluctuations de composition stimulent la diffusion d'atomes de soluté le long du joint de grains, induisant sa migration locale. Ce phénomène est surtout documenté dans les couches minces (couples de diffusion W(Cr), Ag(Pd), Fe(Zn), Au(Cu), Cu(Zn) entre autres [101]), dans lesquelles il peut même donner naissance à des grains recristallisés. On parle alors de Diffusion-Induced Recrystallization (ou DIR, recristallisation induite par la diffusion). Dans le cas d'un matériau biphasé A-B, ce mécanisme de recristallisation particulier conduit à la formation de plusieurs grains recristallisés à l'interface A-B, non-cohérents, et dont la composition est une solution solide de A et B [102]. La recristallisation en hétéro-épitaxie n'est donc pas un mécanisme de DIR, mais la germination des grains hétéro-épitaxiés est possiblement initiée par un phénomène de DIGM dans les précipités  $\gamma'$  primaires. Les calculs Thermocalc permettent également d'évaluer l'écart à la stoechiométrie en fonction de la température. Dans le René 65, les précipités ne sont plus  $Ni_3Al$  mais  $Ni_3(Al, Ti)$ . Néanmoins, le ratio  $\frac{\% at.Ni}{(\% at.Al+\% at.Ti)}$ peut être calculé et comparé à la valeur stoechiométrique ( $\frac{\% at.Ni}{(\% at.Al+\% at.Ti)}$ =3). La figure 3.18 présente l'évolution de la stoechiométrie dans les précipités  $\gamma'$  du René 65 en fonction de la température. Les résultats de Hanada et al. et Baker et al. sont également reportés. Dans le René 65, la phase  $\gamma'$  a une composition stoechiométrique à 1060°C. Aux températures supérieures à  $1060^{\circ}C$ , elle est sous-saturée en Nickel, aux températures inférieures, elles est sur-saturée en Nickel (tout comme les matériaux de Baker et Hanada). Durant le refroidissement du traitement de recuit, la phase  $\gamma'$  est donc de plus en plus sur-saturée en Nickel. Cette sur-saturation peut initier la formation de phase  $\gamma$  en bordure du précipité, à condition que le Nickel excédant puisse être ségrégé à la périphérie du précipité. La figure 3.19 révèle que de nombreux défauts cristallins (fautes d'empilement, dislocations) sont présents dans les précipités  $\gamma'$  primaires après le traitement de recuit. Sur cette micrographie, un contraste est visible à l'intérieur du précipité, qui pourrait être dû à des fluctuations de composition chimique. Les inclusions de phase  $\gamma$  observées au niveau du joint du précipité  $\gamma'$  sont connectées au réseau de dislocations (flèches jaunes sur la fig. 3.19). Le scénario suivant peut être proposé comme un mécanisme de germination possible : les phénomènes de diffusion étant accélérés le long des dislocations, ces dernières ont pu agir comme court-circuits de diffusion pour l'évacuation des atomes de nickel excédentaires vers la périphérie du précipité. Le nickel ségrégé à la surface des précipités  $\gamma'$  crée des fluctuations locales

de composition qui stimulent la migration locale du joint par DIGM et la formation de l'inclusion de  $\gamma$ . Le mécanisme exact de cette transformation de phase reste à confirmer.



FIGURE 3.18 – Ecart à la sto<br/>echiométrie dans la phase  $\gamma'$  du René 65 en fonction de la température.



FIGURE 3.19 – Image BSE en contraste ECCI du réseau de dislocations et de défauts cristallins dans un précipité  $\gamma'$  après traitement de recuit. Les flèches indiquent les inclusions de phase  $\gamma$  connectées au réseau de dislocations.

D'après la figure 3.18, la précipitation inverse devrait pouvoir se produire au refroidissement depuis la température de 1060°C. Inversement, aux températures supérieures à 1060°C, la phase  $\gamma$  cohérente autour des précipités  $\gamma'$  devrait se dissoudre. La figure 3.20 illustre la configuration obtenue lorsque la microstructure "recuite" est portée à 1070°C durant une heure puis trempée à l'eau. Les précipités  $\gamma'$  primaires ont retrouvé leur forme sphérique et régulière, l'enveloppe de  $\gamma$  ayant été complètement dissoute. Cette phase n'est donc pas stable à 1070°C, ce qui est cohérent avec la scénario proposé au paragraphe précédent.



FIGURE 3.20 – Microstructure recuite après maintien de 1<br/>h à  $1070^{\circ}C$  et trempe à l'eau.

#### c. Un faible écart de paramètre de maille à haute température : condition nécessaire à la cohérence du grain HERX

Les résultats précédents indiquent qu'une enveloppe de matrice  $\gamma$  cohérente s'est formée à une température comprise entre 1050°C et 600°C autour de chaque précipité  $\gamma'$ . A ces températures, l'écart de paramètre de maille n'est pas celui mesuré à température ambiante. Grose et Ansell [103] et Nathal et al. [82] ont étudié l'évolution de l'écart de paramètre de maille de différents alliages  $\gamma - \gamma'$  de 25 à 1000°C. Ils ont montré que le paramètre de maille de la matrice augmente davantage avec la température que celui des précipités  $\gamma'$ . Ce comportement différent est dû à l'existence d'une mise en ordre dans les précipités  $\gamma'$ , qui limite la dilatation du réseau cristallin [82]. En conséquence, les alliages possédant un écart de paramètre de maille faible mais positif à température ambiante peuvent atteindre un écart quasi nul aux hautes températures. Si l'enveloppe adopte une morphologie plutôt discontinue dans l'état recuit, elle englobe déjà les précipités  $\gamma'$  primaires de manière continue dans l'état légèrement déformé. Deux scénarios peuvent expliquer la transition à une enveloppe  $\gamma$  continue :

- un phénomène de mouillage peut avoir eu lieu : l'énergie interfaciale cohérente  $\gamma/\gamma'$  étant très faible, il est possible que la formation d'un joint d'interphase  $\gamma_{enveloppe}/\gamma'_I$  cohérent tout autour du précipité soit moins coûteux que la formation de différents joints de grains  $\gamma_{enveloppe}/\gamma_{matrice}$  et d'interphases  $\gamma'_I/\gamma_{matrice}$  cohérentes et incohérentes. Sous cette hypothèse, sur la figure 3.21, la somme des énergies des joints de grains  $GB_{1,2,3}$ , des interfaces cohérentes  $\Gamma(\gamma', \gamma, coh)_{1,2,3}$  et incohérentes  $\Gamma(\gamma', \gamma, inc)_{1,2,3}$  serait supérieure à la somme de l'énergie du joint de grains  $GB_4$  et de l'interface cohérente  $\Gamma(\gamma', \gamma, coh)_4$ .
- davantage de phase  $\gamma$  a pu se former au cours de la montée en température et/ou la déformation à chaud, avant déformation. Les germes cohérents se rejoignent mutuellement pour former une seule enveloppe  $\gamma$ , dont l'orientation est celle du précipité  $\gamma'$ .
- l'enveloppe a pu se développer par consommation de l'énergie stockée au voisinage du précipité  $\gamma'$ , qui serait moins déformable que la phase  $\gamma$ . De plus, certaines parties de l'enveloppe peuvent se trouver "protégées" de la déformation par la présence des précipités  $\gamma'$ , plus durs. Les analyses EDS ont également montré une légère différence de composition, notamment concernant la teneur en tungstène de l'enveloppe. Cette différence de composition chimique pourrait également influer sur le comportement de l'enveloppe relativement à la matrice.



FIGURE 3.21 – Schéma illustrant les configurations interfaciales de a) l'état recuit; b) l'état faiblement déformé.

#### d. Influence des conditions de refroidissement sur la précipitation inverse

La transformation  $\gamma' - \gamma$  se produit à priori aux températures inférieures à 1060°C, et la phase formée disparait si la microstructure est portée à des températures plus élevées. Dans le cas du traitement de recuit, une vitesse de refroidissement particulièrement lente avait été appliquée, permettant cette transformation de phase. Afin d'évaluer l'influence de la vitesse de refroidissement sur le phénomène de précipitation inverse, une campagne de traitements thermiques spécifiques a été réalisée. Le chemin thermique appliqué est similaire à celui du traitement de recuit mais la température choisie pour le plateau initial est de  $1060^{\circ}C$  pour une durée de maintien d'une heure, et les vitesses de refroidissement appliquées sont 5, 20 et  $50^{\circ}C/min$ , jusqu'à 700°C. Pour un bon contrôle de la température, ces traitements thermiques ont été réalisés dans le four Netzsch équipé d'un appareil dédié à la DSC (Differential Scanning Calorimetry) à haute température, sur des échantillons cubiques de 5 mm de côté. Certains traitements ont été réalisés avec interruption du refroidissement contrôlé à des températures intermédiaires (1040°C et 960°C) suivie d'une trempe à l'air (la température de l'échantillon atteint  $200^{\circ}C$  en moins de 5 minutes lors d'un tel refroidissement). Les enregistrements de température au cours des différents traitements sont présentés en figure 3.22. La figure 3.23 présente les microstructures obtenues : morphologies typiques des précipités  $\gamma'$  obtenues à l'issue de ces traitements et diamètres moyens équivalents des précipités  $\gamma'$  primaires et des ensembles { $\gamma'$  primaire + enveloppe  $\gamma$ } (mesurés sur une centaine de précipités dans chaque échantillon). Après une heure de maintien à 1060°C et trempe à l'eau, les précipités  $\gamma'$  primaires ont un contour lisse et régulier et un diamètre moyen équivalent de 2,7  $\mu m$ , il n'y a pas d'enveloppe de  $\gamma$  à ce stade. Les

autres micrographies présentées sur la figure 3.23 révèlent que quelle que soit la vitesse de refroidissement appliquée, le phénomène de précipitation inverse a lieu. Il se produit tout au long du refroidissement pour une vitesse donnée et est d'autant plus important que la vitesse de refroidissement est lente. Les encadrés sur les échantillons refroidis de  $1060^{\circ}C$  à  $1040^{\circ}C$  sur la figure 3.23, indiquent que le phénomène est déjà initié à cette température, sous forme d'inclusions de quelques dizaines de nanomètres en bordure du joint du précipité, qui est localement ondulé. Les mesures de diamètres équivalents de précipités  $\gamma'$  primaires suggèrent une très légère diminution du diamètre de ces derniers, au tout début de la descente (elle passe de 2,7  $\mu m$  à 2,6  $\mu m$  entre 1060°C et  $1040^{\circ}C$  puis s'y stabilise jusqu'à 700°C). A  $1040^{\circ}C$ , la phase  $\gamma$  est contenue dans le contour initial du précipité  $\gamma'$ : l'interface  $\gamma' - \gamma$  recule dans le contour initial et la phase  $\gamma$  occupe la fine épaisseur laissée libre par la rétractation du précipité. Lors de la suite du refroidissement, l'épaisseur de l'enveloppe de  $\gamma$  augmente. Cette augmentation se produit surtout entre 1060°C et 960°C, mais aussi entre 960°C et 700°C alors que les cinétiques de diffusion sont réduites. L'influence de la vitesse de refroidissement est surtout visible à ces températures, puisque l'épaisseur de l'enveloppe de  $\gamma$  augmente de 0,14  $\mu m$  pour le refroidissement à 5°C/min contre 0,04  $\mu m$  pour le refroidissement à  $20^{\circ}C/min$ . On remarque également qu'il existe un contraste à l'intérieur des précipités et que ce dernier est accentué au cours du refroidissement. La compréhension des transformations avant lieu dans ces précipités est l'une des perspectives de ce travail. Ces observations permettent de raffiner le scénario de la formation du germe hétéroépitaxié : lors du refroidissement, le précipité  $\gamma'$  devient sur-saturé en éléments  $\gamma$ -gènes, qu'il doit rejeter. La présence de défauts cristallins dans le précipité (possiblement liés aux contraintes thermiques dues aux coefficients de dilatation différents des phase  $\gamma$ et  $\gamma'$ ) favorise la réjection de ces éléments vers la bordure de ce dernier, et résulte en la formation d'une fine couche de phase  $\gamma$  tout autour du précipité. Cette couche est initialement contenue dans l'enveloppe du précipité, dont le diamètre est légèrement réduit. Une telle configuration nécessite une énergie d'interface  $\gamma - \gamma'$  extrêmement basse, ce qui est compatible avec les résultats présentés dans le paragraphe dédié à la caractérisation de l'interface  $\gamma'_{primaire} - \gamma_{HERX}$ . A partir de cette configuration, lorsque la température diminue, la taille de l'enveloppe augmente alors que celle du précipité reste constante. Le joint du germe hétéro-épitaxié a donc migré, en consommant la matrice. La légère différence de composition chimique qui a été mise en évidence par les mesures EDS est une force motrice potentielle de cette migration. Pour cela il faudrait que l'enthalpie libre de la phase  $\gamma$  ayant la composition de la matrice soit plus élevée que celle ayant la composition de l'enveloppe  $\gamma$  cohérente (plus riche en W). Dans ce cas, la migration du joint du germe vers la matrice diminuerait l'énergie libre globale du système.



FIGURE 3.22 – Enregistrement des profils de température pour les traitements thermiques de la campagne dédiée à l'influence de la température et de la vitesse de refroidissement sur la précipitation inverse.



FIGURE 3.23 – Microstructures typiques obtenues après maintien d'une heure à  $1060^{\circ}C$  puis différentes températures et vitesses de refroidissement.



FIGURE 3.24 – Mesure des diamètres des précipités  $\gamma'$  et des ensembles  $\gamma'$  primaire + enveloppe  $\gamma$  au cours des refroidissements à différentes vitesses et températures, à partir de micrographies type fig. 3.23.

#### 3.3.3 Bilan : forces motrices agissant sur les grains hétéroépitaxiés

Les forces motrices agissant sur les germes HERX sont plus complexes que pour des grains ayant recristallisé par un mécanisme conventionnel; elles agissent comme présenté sur la figure 3.25.

- Capillarité liée au rayon de courbure. Aux premiers stades de leur croissance, les grains hétéro-épitaxiés ont une morphologie particulière, en forme de coquille sphérique. A volume identique, le rayon de courbure du joint de grains HERX est plus important, et la force de capillarité qui tend à le faire disparaitre est moindre comparée à celle exercée sur un grain sphérique de même volume.
- Force motrice thermochimique. Cette force est liée au potentiel chimique des éléments  $\gamma$ -gènes dans la phase  $\gamma'$  et vice-versa. Plus précisément, elle dépend de l'écart de potentiel chimique des éléments entre les deux phases. Typiquement, les précipités  $\gamma'$  sont sur-saturés en Nickel aux températures inférieures à 1060°C. Cette température apparait comme le seuil d'apparition ou de dissolution du germe HERX. Lors des essais de compression, la montée en température avant

déformation dure moins de 10 minutes. Il est peu probable que les enveloppes de  $\gamma$ aient pu totalement se dissoudre en un temps aussi court. D'après les figures 3.23 et 3.24, la transformation  $\gamma' \to \gamma$  est rapide. Cependant, la transformation  $\gamma \to \gamma'$ nécessite la diffusion des éléments  $\gamma$ -gènes vers le précipité  $\gamma'$ . Or, les cinétiques de diffusion dans la phase  $\gamma'$  sont plus lentes que dans la phase  $\gamma$ ; cela est dû à l'existence d'une mise en ordre dans la phase  $\gamma'$  [104]. De plus, lorsque l'échantillon est à température, sa déformation immédiate introduit l'énergie stockée stimulant la croissance des germes épitaxiés. Dans le cas présent, ces grains se développent effectivement à toutes les températures, y compris 1070°C (fig. 3.7). Cet aspect sera détaillé au chapitre suivant.

Différence d'énergie stockée avec la matrice. Une première force motrice est liée à la différence d'énergie stockée entre le germe hétéro-épitaxié et la matrice environnante. C'est la force motrice principale de tous phénomènes de recristallisation. Cependant, ces grains englobent des précipités  $\gamma'$ , plus durs que la matrice  $\gamma$ , ils sont donc susceptibles de se déformer au cours de la compression et de stocker des dislocations. A priori, leur énergie stockée n'est pas nulle aux premiers stades de déformation. Les cartographies de GOS présentées aux figures 3.5, 3.28, et 3.6 suggèrent que les grains sont néanmoins peu déformés par rapport à la matrice. Les raisons pour lesquelles le grain stocke moins de dislocations que la matrice restent à clarifier. La légère différence de composition chimique entre le germe et la matrice pourrait être à l'origine de leur comportement mécanique différent. Certaines parties des enveloppes peuvent également se trouver "protégées" du champ de déformation, par la présence des précipités  $\gamma'$ , plus durs que la matrice. La raison pour laquelle ces enveloppes sont moins déformées que la matrice environnante reste à définir, cela fait partie des perspectives de ce travail de thèse.



FIGURE 3.25 – Illustration des forces motrices agissant lors du développement d'un grain hétéro-épitaxié. a) précipité  $\gamma'$  primaire situé sur un joint de grain, sur-saturé en éléments  $\gamma$ -gènes; b) réjection des éléments  $\gamma$ -gènes en bordure du précipité (flèches vertes); c) création d'une enveloppe cohérente de phase  $\gamma$  par précipitation inverse; d) inversion de la force motrice thermo-chimique lors du chauffage avant déformation; e) introduction d'énergie stockée sous forme de dislocations lors de la compression; f) migration du joint de grain hétéro-épitaxié sous l'effet de la différence d'énergie stockée avec la matrice voisine; g) développement du grain hétéro-épitaxié.

# 3.4 Recristallisation dynamique classique dans le domaine des grandes déformations $\varepsilon > 0,60$

#### 3.4.1 Recristallisation dynamique discontinue à T>1040°C

Sur la séquence d'évolutions de la figure 3.5, une deuxième population de grains recristallisés apparait aux niveaux de déformation  $\varepsilon = 0,95$  et 1,40. Si les joints de grains de la matrice sont initialement lisses (fig. 3.5-a,b), ils deviennent progressivement ondulés lorsque la déformation augmente (voir l'insert 2 de la fig. 3.5-c). La figure 3.26 montre un grain déformé ayant trois ondulations; un sous-joint désorienté de 6 à 9° s'est développé derrière chacune d'elles. Certains germes à un stade plus avancé sont également visibles sur la figure 3.5-c. La faible taille de grains de la matrice initiale et la présence des grains HERX ne permet cependant pas de visualiser clairement d'ondulations ni de configuration en collier. Aux plus grandes déformations, les grains recristallisés dynamiquement envahissent la matrice initiale, sous l'effet de la différence d'énergie stockée. Simultanément les grains HERX s'écrouissent de plus en plus, leur GOS est significativement plus élevé aux niveaux de déformation  $\varepsilon$ =0,95 et 1,40 (comme le grain dans l'insert A sur la figure 3.5-e). Lorsque leur densité de dislocations atteint un seuil critique, ces grains sont consommés par les nouveaux grains recristallisés issus du mécanisme classique de recristallisation discontinue. Le grain de l'insert B de la même figure a été partiellement consommé de cette manière. La séquence 3.5 révèle également que les grains recristallisés dynamiquement sont maclés. L'ondulation des joints de grains écrouis et la présence de macles thermiques dans les grains recristallisés sont deux caractéristiques typiques des microstructures recristallisées par DDRX. C'est le mécanisme dominant à 1040 °C et aux températures plus élevées.



FIGURE 3.26 – Joint de grains ondulé dans l'échantillon déformé à  $1040^{\circ}C$ ;  $\varepsilon=0,60$  et  $\dot{\varepsilon}=0,01 \ s^{-1}$ ; trois ondulations avec formation en cours d'un joint de grains sont entourées.

#### Germination à partir d'une macle

Dans les microstructures déformées à basse température, certains grains ont recristallisé à l'intérieur des grains écrouis, et non sur les joints. Un exemple typique est présenté sur la figure 3.27 : le grain rouge entouré sur la figure 3.27-a est recristallisé (figure 3.27-b,c). De plus, il a une orientation cristallographique proche de la macle sur laquelle il se trouve. Les profils de type A (A', A", voir l'insert dans 3.27-a et 3.27-d) entre la macle et le grain recristallisé indiquent en effet une faible désorientation (de 10 à 13 °). Le profil B montre que le grain recristallisé est désorienté d'environ 59° par rapport au grain écroui, ce qui confirme qu'il a conservé une orientation proche de celle de la macle initiale. Les joints de macle possèdent une énergie d'interface faible et sont des obstacles à la transmission du glissement des dislocations. La germination de grains recristallisés sur les joints de macles est généralement effective aux grandes déformations, lorsque suffisamment de dislocations se sont accumulées au niveau du joint de macle [61, 105, 106]. Il y a alors germination de nouveaux grains recristallisés aux abord du joint de macle, comme sur un joint de grains. Ici, l'orientation du grain recristallisé suggère qu'une partie de la macle existante s'est développée en grain recristallisé, en consommant son grain hôte. Un scénario possible est que la macle centrale a été déformée et qu'une partie de celle-ci se soit désorientée (d'où les désorientations mesurées en A, A' et A"). La relation de macle avec le grain parent a été localement perdue (d'où le profil B ou la désorientation est proche de 60°, et non égale à 60° autour d'un axe <111>) et la portion de joint concernée est devenue mobile. La désorientation importante avec le grain parent et la forte densité de dislocations dans ce grain ont permis la migration de l'ancien joint de macle. Ce scénario suppose cependant que la densité de dislocations dans la macle soit plus faible que dans le grain parent, ce qui n'a pas pu être mesuré ici.



FIGURE 3.27 – Grain recristallisé ayant germé à partir d'une macle d'un grain écroui, échantillon déformé à T=950°C;  $\varepsilon$ =0,40;  $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s<sup>-1</sup>. \* Les profils de désorientation A' et A" sont similaires au profil A avec désorientation de 9° et 11° respectivement.

Des grains recristallisés similaires ont été observé dans l'Inconel 718 déformé à chaud [106]. Bien que la relation d'orientation n'ait pas été décrite précisément, ces grains

recristallisés sont localisés dans des macles et ont une orientation cristallographique proche de celles-ci.

#### 3.4.2 Recristallisation dynamique continue à $T < 950^{\circ}C$

L'analyse des cartographies d'orientation de microstructures déformées à plus basse température (typiquement  $T < 950^{\circ}C$ ), révèle des similitudes et des configurations différentes de la séquence présentée précédemment. Aux basses déformations (figure 3.28a,d), la recristallisation en hétéro-épitaxie est là-encore le mécanisme dominant; des grains en anneaux sont présents autour de tous les précipités  $\gamma'$  primaires. Cependant, les joints de grains sont nettement moins ondulés. On observe un ilot de grains recristallisés (entouré) ainsi que quelques grains recristallisés isolés; tous sont localisés sur les joints de grains et les jonctions triples. Lorsque la déformation augmente, de plus en plus de joints de grains sont décorés de ces grains recristallisés; d'autres grains de taille similaire (environ 1  $\mu m$ ) ont également germé à l'intérieur des grains écrouis (zone entourée sur la figure 3.28- $\varepsilon$ =0,60). A  $\varepsilon$ =1,40, la matrice initiale est presque entièrement consommée. Les grains hétéro-épitaxiés sont toujours visibles; ils n'ont donc pas été consommés par la seconde population recristallisée. Sur la figure 3.28-c, des flèches indiquent trois grains écrouis ayant des orientations très similaires. Ces grains sont très probablement issus d'un même grain initial qui a recristallisé dynamiquement. Cette configuration suggère que les grains recristallisés se sont développés non seulement sur les anciens joints de grains mais aussi directement à l'intérieur des grains entre  $\varepsilon = 0.60$ et  $\varepsilon = 1,4^3$ . Le mécanisme de recristallisation opérant à 950 °C semble donc différent de celui identifié à 1040 °C.

Des mesures de désorientation ont été effectuées dans les grains écrouis, les profils typiques obtenus sont présentés en figure 3.29. La cartographie des KAM (figure 3.29-a) révèle que les grains écrouis contiennent des sous-joints, très visibles. Le profil A a été tracé en suivant le joint du grain écroui. Les sous-joints ont une désorientation moyenne de 10° dans cette zone. Le gradient d'orientation est de 40°/4,5  $\mu m$ =8,9°. $\mu m^{-1}$ . Le profil B, qui va du centre du grain vers sa périphérie, montre une augmentation continue et monotone de l'angle de désorientation par rapport à l'origine. Le gradient d'orientation est de 4°/0,9  $\mu m$ =4,4°. $\mu m^{-1}$ . La structure de sous-grains est donc plus développée en périphérie du grain écroui. En effet, ces sous-joints peuvent être considérés comme « géométriquement nécessaires »[107, 108] : ils se développent afin d'accommoder l'incompatibilité de déformation entre deux grains voisins. Ils sont donc plus développés au voisinage des joints de grains qu'à l'intérieur. Des profils similaires à ceux de la figure

<sup>3.</sup> Il peut également s'agir d'un artefact lié à l'observation de coupes en deux dimensions et non de la microstructure dans son volume.

3.29-b ont été tracés aux différents stades de la séquence 3.28, la taille moyenne des sous-grains ainsi que leur désorientation moyenne sont présentées dans le tableau 3.2. Lorsque la déformation augmente, la taille des sous-grains reste constante, de l'ordre du micromètre. En revanche, la désorientation des sous-joints augmente. La cartographie des sous-joints présentée en figure 3.29-c permet de visualiser les sous-structures dans le grain écroui. Les sous-joints correspondent à de faibles désorientations ( $< 3^{\circ}$ ) au cœur du grain, tandis que leur désorientation augmente de plus en plus à l'approche de la périphérie du grain écroui. Des portions de joints (désorientation > 15°, indiquées par des flèches bleues sur la figure 3.29-c) sont intégrés dans ces sous-structures, connectées au réseau de sous-joints. Ce réseau de sous-joints est comparable à celui présenté en figure 3.2.

A la température de  $950^{\circ}C$ , le mécanisme de recristallisation dynamique consiste donc en la formation de sous-grains dont la désorientation les uns par rapport aux autres augmente au cours de la déformation. Lorsqu'un sous-grain est suffisamment désorienté par rapport à ses voisins (typiquement, de plus de 15°), il est considéré comme un nouveau grain recristallisé. Ce mécanisme de recristallisation dynamique continue est généralement rencontré dans les alliages à haute énergie de faute d'empilement [32] ainsi que les alliages à base nickel déformés à moyenne ou basse température [61, 62, 65, 109]. A basse température, la faible mobilité des joints de grains ne permet pas le phénomène d'ondulation initiant la recristallisation dynamique discontinue. En revanche, les dislocations se regroupent et forment des sous-joints dans les grains initiaux (restauration dynamique) [61, 68]. Lorsque la déformation augmente, de plus en plus de dislocations sont absorbées dans ces sous-joints, augmentant leur désorientation [65, 110]. Les sous-joints de plus forte désorientation sont localisés préférentiellement en bordure des grains écrouis [62]. Ce sont en effet des zones de concentration de la déformation et les sous-structures qui s'y développent peuvent être considérées comme des « joints géométriquement nécessaires » pour accommoder les incompatibilités de déformation entre grains voisins [61, 108]. Il se forme alors un réseau de sous-joints interconnectés, dont certains deviennent de véritables joints de grains [65, 68], comme ceux observés en figure 3.29. La germination a donc lieu préférentiellement aux joints de grains. Aux niveaux de déformation plus élevés, d'autres grains germent directement à l'intérieur des grains écrouis [62]. En conséquence de la faible mobilité des joints à cette température, la taille des grains recristallisés reste proche de la taille des sous-grains initiaux [65].



FIGURE 3.28 – Séquence d'évolutions microstructurales à 950°C et 0,01 s<sup>-1</sup>. a-c) Cartographies d'orientation, d-f) Code couleur basé sur le paramètre GOS. a,d)  $\varepsilon = 0, 40$ ; b,e)  $\varepsilon = 0, 60$ ; c,f)  $\varepsilon = 1, 40$ .

	$\varepsilon = 0,40$	$\varepsilon = 0,60$	$\varepsilon = 1,40$
taille moyenne des sous-grains $(\mu m)$	0,8	1,1	0,8
désorientation moyenne des sous-joints (°)	2,6	4,1	6,2

TABLE 3.2 – Caractéristiques des sous-grains dans l'échantillon déformé à 950°C et 0,01  $s^{-1}$ .



FIGURE 3.29 – Désorientations intragranulaires et réseau de sous-joints dans un grain écroui à 950 °C;  $\varepsilon = 1,4$ ;  $\varepsilon^{-1}$  a) Kernel Average Misorientation; b) Profils de désorientations intragranulaires; c) Cartographie du réseau de sous-joints.

#### 3.4.3 Cas particulier des températures intermédiaires, T=1000°C, et transition entre les différents mécanismes

D'après les paragraphes 3.4.1 et 3.4.2, deux mécanismes de recristallisation dynamique peuvent prendre le relais de la recristallisation en hétéro-épitaxie (HERX) : la recristallisation dynamique discontinue (DDRX) aux hautes températures (T>1040°C) et la recristallisation dynamique continue (CDRX) aux températures plus basses (T<950°C). Aux températures intermédiaires, la figure 3.30 révèle que les deux mécanismes conventionnels se produisent simultanément. La figure 3.30-a montre une configuration microstructurale typique de la CDRX à  $\varepsilon$ =0,60, avec un grain écroui présentant des cellules de plus en plus désorientées à l'approche du joint de grains, ainsi qu'un petit grain recristallisé. La figure 3.30-b montre un joint de grains ondulé séparant deux grains écrouis à  $\varepsilon$ =0,90, caractéristique de la DDRX.



FIGURE 3.30 – Occurence simultannée des trois mécanismes de recristallisation dynamique à 1000 °C,  $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s<sup>-1</sup>, HERX et a) CDRX à  $\varepsilon$ =0,60; b) Ondulation des joints de grains à  $\varepsilon$ =0,36. Les précipités  $\gamma'$  apparaissent en noir, les grains HERX sont indiqués par des flèches.

L'existence d'une zone de transition entre les deux mécanismes de recristallisation dynamique conventionnels a déjà été mise en évidence auparavant. Dudova et al. [61] ont caractérisé les différents mécanismes opérant dans un alliage modèle Ni-20%Cr déformé à chaud entre  $500^{\circ}C$  et  $950^{\circ}C$ . Ils ont établi qu'un niveau de déformation critique est nécessaire pour initier soit : l'ondulation des joints de grains, soit la création de sous-joints fortement désorientés. A une température donnée, le niveau de déformation critique pour la création de grains CDRX est plus élevé que celui permettant la formation de grains DDRX. En revanche, les phénomènes d'ondulation de joints de grains supposent une certaine mobilité des joints initiaux. Cette mobilité étant thermiquement activée [32], la DDRX n'est possible qu'au-dessus d'une température seuil pour une déformation donnée. Ces tendances sont résumées sur le schéma de la figure 3.31-a. Chen et al. [65] ont discuté de la zone de transition plus en détail, en termes de forces motrices. Le phénomène de transition peut être expliqué par l'influence de la température sur le mobilité des joints de grains et sur l'énergie stockée dans la microstructure. Pour créer une ondulation sur un joint de grains, une différence d'énergie stockée suffisante est requise de part et d'autre de ce joint. Puisque la mobilité des joints de grains croit de manière exponentielle avec la température [32], la force motrice requise pour créer une ondulation décroit elle-aussi. On obtient donc le profil  $F_r$ , tracé sur la figure 3.31-b. La force motrice réellement accumulée dans la microstructure de part et d'autre d'un joint de grains,  $F_a$ , varie elle aussi avec la température. elle varie également selon l'orientation relative des deux grains voisins par rapport à la sollicitation appliquée. Aux basses températures, l'énergie stockée dans la microstructure est globalement plus

élevée qu'aux hautes températures. De plus, le paramètre  $F_a$  est défini de manière très locale dans la microstructure (sub-micrométrique). Il existe donc pour une température donnée, une plage de valeurs  $F_a$  :  $[F_{a-low}-F_{a-high}]$ . En première approche, les auteurs ont représenté cet intervalle avec une amplitude constante pour toutes les températures (profils parallèles  $F_{a,low}$  et  $F_{a,high}$ ). Trois domaines sont définis à partir de ce graphe :

- $F_{a-low}$ ,  $F_{a-high} < F_r$ : pas d'ondulation possible car la force motrice n'est pas suffisante, le mécanisme de CDRX est dominant.
- $-F_{a-low} < F_r < F_{a-high}$ : les deux mécanismes sont possibles, selon la configuration microstructurale locale.
- $F_{a-low}$ ,  $F_{a-high} > F_r$ : la force motrice requise pour créer une ondulation des joints de grains est suffisante dans l'ensemble de la microstructure, le mécanisme de DDRX est dominant.



FIGURE 3.31 – Domaines de prédominance des mécanismes de recristallisation dynamique continue et discontinue (CDRX/DDRX) a) dans un alliage Ni-20%Cr [61]; b) dans l'alliage Nimonic 80A [65].

Dans leurs travaux, Chen et al. ont identifié la température de 1000°C comme transition entre les deux mécanismes de recristallisation, pour l'alliage Nimonic 80A. Wang et al. [62] ont montré que l'Inconel 718 recristallise de manière discontinue à  $1100^{\circ}C$ et de manière continue à  $950^{\circ}C$ ; la transition a donc lieu entre ces deux températures. De la même manière Guo et al. [64] situent la zone de transition entre  $950^{\circ}C$  et  $1150^{\circ}C$ dans l'Inconel 625. Les travaux de Lin et al. [66] permettent de situer la température de transition de l'alliage FGH4169 entre  $980^{\circ}C$  et  $1040^{\circ}C$ . Mitsche et al. [63] rapportent une transition entre  $950^{\circ}C$  et  $1050^{\circ}C$ , pour les vitesses de déformation inférieures à  $0,1 \ s^{-1}$  uniquement. Ces résultats obtenus sur d'autres superalliages commerciaux sont très similaires à ceux obtenus pour le René 65, où la température de transition se situe autour de 1000°C. En revanche, l'alliage modèle de Dudova et al. [61] a une température de transition nettement plus basse, à 700°C. L'influence de la température sur ces mécanismes de recristallisation est liée à l'énergie de faute d'empilement du matériau, elle-même dépendante de la composition chimique de l'alliage. Cet aspect pourrait expliquer la température de transition plus basse pour l'alliage modèle Ni-20%Cr. Dans le cas du René 65, les analyses de microstructure ont non seulement permis de démontrer l'occurrence des deux mécanismes DDRX et CDRX avec existence d'une transition, mais également l'existence d'un troisième mécanisme (HERX), effectif sur une large plage de températures. Il y a donc dans ce matériau systématiquement deux voire trois mécanismes de recristallisation opérant simultanément. Le mécanisme d'HERX est dominant aux basses déformations, puis les mécanismes de CDRX ou DDRX sont activés. La DDRX est principalement déclenchée aux hautes températures (typiquement T>1000°C) et la CDRX aux températures plus basses. Ce nouveau mécanisme étant déclenché en amont, il va certainement influencer les deux autres.

#### 3.5 Conclusion

#### Domaines de prédominance des différents mécanismes en présence

Les résultats présentés dans ce chapitre ont permis de montrer l'existence de trois mécanismes de recristallisation différents dans le René 65 : les deux mécanismes classiques de recristallisation dynamique (DDRX et CDRX) avec une transition aux alentours de 1000°C, ainsi que la recristallisation en hétéro-épitaxie (HERX), dont l'existence est reportée ici pour la première fois. Cette dernière opère à toutes les températures de l'étude, de 950°C à 1090°C. Ces différents mécanismes ont des domaines de prédominance en fonction des conditions de déformation mais peuvent se produire simultanément au cours de la déformation à chaud du matériau.

#### La recristallisation en hétéro-épitaxie

Ce chapitre établit l'existence d'un nouveau mécanisme de recristallisation dynamique. Ce mécanisme produit un grain recristallisé par précipité  $\gamma'$  primaire. Les grains recristallisés sont localisés autour des précipités  $\gamma'$  primaires et ont la même orientation que ces derniers. Leur localisation et leur semi-cohérence sont les conséquences d'un mécanisme de germination particulier : les germes hétéro-épitaxiés sont formés par une transformation de phase ayant lieu dans les précipités  $\gamma'$  primaires, lors du refroidissement depuis une température élevée (typiquement 1060°C). Quelques caractéristiques de cette transformation de phase ont été étudiées, et un scénario de formation a été proposé. Néanmoins, le mécanisme détaillé reste à clarifier. A haute température, l'écart de paramètre de maille entre les phases est suffisamment faible pour permettre la formation d'enveloppes semi-cohérentes de phase  $\gamma$  autour des précipités. Ce sont ces enveloppes qui sont à l'origine des grains hétéro-épitaxiés : lors de la compression à chaud, ces enveloppes croissent sous la différence d'énergie stockée avec la matrice environnante, générant les grains hétéro-épitaxiés. Ce mécanisme de recristallisation est stimulé par la présence de particules de seconde phase mais il est différent du mécanisme de PSN. Pour un essai de compression donné, il n'y a qu'une seule salve d'apparition de grains hétéro-épitaxiés.

Le développement de ces grains aux basses déformations modifie considérablement la microstructure avant que l'un et/ou l'autre des mécanismes plus conventionnels ne soit initié :

- Les précipités  $\gamma'$  primaires ne sont plus localisés aux joints de grains mais désormais enveloppés d'un grain recristallisé, cohérent. En régime de croissance de grains, les phénomènes d'ancrage de Smith-Zener seront donc possiblement altérés.
- La quantité de joints de grains dans la microstructure est plus importante après l'apparition des grains HERX, offrant davantage de sites de germination pour les autres mécanismes de recristallisation.
- La population de grains HERX se développe aux faibles déformations mais reste présente dans la microstructure tant qu'elle n'a pas été écrouie puis consommée par d'autres grains ayant recristallisé par d'autres mécanismes. Les cinétiques de recristallisation des différents mécanismes sont donc susceptibles d'interférer, dans des proportions variables en fonction des conditions thermo-mécaniques de déformation.

La détermination précise des cinétiques de recristallisation en fonction des conditions de déformation permettra donc de comprendre quelles sont les interactions entre ces différents mécanismes. Outre l'interaction directe entre les populations de grains, se pose également la question de l'évolution des précipités  $\gamma'$  primaires et secondaires (dissolution, précipitation, coalescence, phénomènes d'ancrage). Ces aspects sont présentés au chapitre suivant.

### Chapitre 4

# Cinétiques de recristallisation et de précipitation dynamique

## 4.1 Méthodes de mesure des fractions et tailles de grains recristallisés

Le Chapitre 3 a permis de mettre en évidence différents mécanismes de recristallisation, se produisant parfois simultanément lors de la déformation à chaud du René 65. Afin de décorréler les influences relatives de ces populations, l'analyse de chacune doit être effectuée indépendamment des autres. Selon les conditions de déformation, ces populations peuvent être séparées par différentes méthodes se basant sur un critère de désorientations intragranulaires (GOS), de taille, ou de morphologie. Le but de ces dépouillements est d'obtenir pour chaque condition (T;  $\dot{\varepsilon}$ ) l'évolution de la fraction, de la taille moyenne et de la densité de dislocations de chaque population, en fonction du niveau de déformation appliqué. La morphologie des grains HERX ne se prête pas à la conversion de l'aire moyenne en diamètre du grain sphérique équivalent. Pour cette raison, ce sont les aires moyennes de chaque population qui sont considérées. Dans cette section, les méthodes employées pour séparer les différentes populations de grains recristallisés et extraire les données listées ci-dessus sont présentées. Les précipités  $\gamma'$ primaires sont identifiés par couplage EDS-EBSD et sont exclus de cette analyse de recristallisation de la matrice. Les évolutions de la phase  $\gamma'$  sont réalisées au moyen d'images en électrons rétrodiffusés, ce qui permet de caractériser plus précisément les fractions, tailles et distributions de tailles des précipités de cette phase.

#### 4.1.1 Microstructures contenant une seule population de grains recristallisés

Aux faibles déformations ( $\varepsilon < 0,40$ ), seuls les grains HERX se sont développés. Deux méthodes de mesure sont appliquées : la première est applicable lorsqu'il existe une différence d'écrouissage mesurable entre la matrice déformée et les grains recristallisés. La seconde est appliquée aux très basses déformations, lorsque l'épaisseur des grains HERX est inférieure à la limite de détection du couplage EDS-EBSD et que le niveau d'écrouissage est inférieur à la limite de détection de l'EBSD.

#### Cas des microstructures suffisament écrouies, seuillage sur le GOS

Dans le cas de microstructures suffisamment écrouies pour pouvoir mesurer des valeurs de GOS et des tailles de grains recristallisés significatives, les grains recristallisés peuvent être identifiées sur la base de leur GOS. La figure 4.1-a présente la cartographie des GOS de la matrice, sur laquelle on identifie visuellement une population recristallisée (en bleu) et une population déformée (en vert à rouge). La figure 4.1-b présente la distribution surfacique des valeurs de GOS correspondantes. Cette distribution est bimodale avec une première population avec de faibles désorientations intragranulaires (GOS<1,1°) et une population ayant une distribution de GOS plus étalée (GOS>1,1°). Les cartographies de GOS des partitions issues du seuillage (fig. 4.1-c et d) permettent de visualiser respectivement : les populations de grains déformés, et recristallisés (HERX dans ce cas). La détermination du seuil de GOS séparant les deux populations est effectuée par dichotomie et visualisation des cartographies des partitions obtenues. Les partitions créées à partir de ce seuillage permettent d'obtenir les caractéristiques de chaque population et de les traiter individuellement.



FIGURE 4.1 – Seuillage sur le GOS pour la séparation des grains HERX et déformés, dans le double cône déformé à T=1040°C;  $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s<sup>-1</sup>;  $\varepsilon$ =0,60. a) Cartographie des GOS dans la matrice; b) Distribution de GOS correspondante; c) Grains déformés (GOS>1,1°; d) Grains recristallisés (GOS<1,1°).

## Cas des microstructures très peu écrouies, comptage manuel sur images BSE

Le seuillage décrit au paragraphe précédent est possible seulement si il existe une différence significative de GOS entre les populations écrouie et recristallisée, et si la taille de grains HERX est supérieure à la résolution de la technique EDS-EBSD (i.e. si l'épaisseur des grains HERX autour des précipités est supérieure à  $0.5\mu m$  environ). Cependant, il a été vu en section 3.3.1 que les grains HERX sont déjà présents aux faibles niveaux de déformation (typiquement  $\varepsilon < 0.30$ ). Dans ce cas, ils apparaissent comme des anneaux très fins autour des précipités  $\gamma'$  et la matrice est très peu écrouie. Ces grains sont donc à peine visibles sur les cartographies EBSD et ne peuvent être séparés des grains de matrice sur la base de leur GOS. Dans ce cas, les mesures de fractions recristallisées ont été réalisées manuellement à partir d'images BSE, à l'aide du logiciel Visilog. Pour une condition (T;  $\dot{\varepsilon}$ ;  $\varepsilon$ ) donnée, N images en contraste d'électrons rétrodiffusés sont réalisées. Sur chaque image, on mesure la taille de tous les grains HERX visibles, selon la méthode présentée en figure 4.2. L'aire du grain HERX présenté en figure 4.2-a est estimée comme étant l'aire du disque de diamètre AD à laquelle on retranche l'aire du disque de diamètre BC (équation (4.1)). Les distances AD et BC sont mesurées à partir du profil d'intensité 4.2-b. La fraction recristallisée est donnée par l'équation (4.2).

$$a_{HERX} = \frac{\pi (AD^2 - BC^2)}{4}$$
(4.1)

$$f_{\gamma,HERX} = \frac{\sum\limits_{grains_{HERX}} a_{HERX}}{N * a_{imageBSE} * f_{\gamma}}$$
(4.2)



FIGURE 4.2 – Exemple de mesure de taille et fraction recristallisée dans une microstructures déformée à T=1040°C;  $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s<sup>-1</sup>;  $\varepsilon$ =0,30. a) Image BSE; b) Profil d'intensité correspondant.

Le terme  $f_{\gamma}$  correspond à la fraction surfacique de la matrice qui est calculée à partir de la mesure de fraction surfacique de phase  $\gamma'$  (voir Chapitre 2). Cette méthode repose sur l'approximation de la morphologie des grains HERX comme étant des coquilles *sphériques*. Pour une estimation correcte de la fraction recristallisée, il est indispensable de mesurer tous les grains HERX visibles sur chaque image BSE. Le nombre de grains HERX mesurés de cette sorte est supérieur ou égal 100, pour chaque condition de déformation.

#### 4.1.2 Microstructures contenant deux populations de grains recristallisés

#### Deux populations de niveaux d'écrouissage différents, double seuillage sur le paramètre GOS

Comme détaillé au Chapitre 3, les grains HERX se forment aux basses déformations et s'écrouissent alors que le niveau de déformation augmente. Simultanément, des grains DDRX ou CDRX germent dans la microstructure. Aux niveaux de déformation suffisamment importants, il existe une différence entre le GOS des deux populations de grains recristallisés. Elles peuvent alors être isolées par un double seuillage appliqué sur le GOS. La figure 4.3 illustre le principe de ce double seuillage, et les partitions obtenues.



FIGURE 4.3 – Séparation des populations HERX et DDRX dans l'échantillon déformé à  $T=950^{\circ}C$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,01 \ s^{-1}$ ;  $\varepsilon=0,95$ . a) Cartographie des GOS de la matrice; b) Distribution correspondante et seuils appliqués; c) Grains écrouis; d) Grains HERX; e) Grains DDRX.

#### Deux populations ayant des niveaux d'écrouissage similaires

La figure 4.4 présente la méthode de séparation des populations recristallisées dans l'échantillon déformé à T=950°C;  $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s<sup>-1</sup>;  $\varepsilon$ =1,40. La microstructure est partiel-

lement recristallisée (fig. 4.4-a); les grains recristallisés peuvent être séparés des grains déformés par un seuillage appliqué sur le GOS (fig. 4.4-b à d). Deux populations de grains recristallisés sont visibles dans la microstructure 4.4-d : des grains de forme annulaire (HERX) et des grains équiaxes (CDRX à cette température), dont le GOS est similaire. En revanche, la figure 4.4-e montre que la taille de grains HERX est globalement supérieure à celle des grains CDRX. Un deuxième seuillage appliqué sur la taille de grains (fig. 4.4-f) permet d'isoler les grains recristallisés en hétéro-épitaxie (fig. 4.4-g) des grains CDRX (fig. 4.4-h).



FIGURE 4.4 – Séparation des populations HERX et CDRX dans l'échantillon déformé à  $T=950^{\circ}C$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,01 \ s^{-1}$ ;  $\varepsilon=1,40$ . a) Cartographie des GOS de la matrice; b) Distribution correspondante et seuil appliqué; c) Grains écrouis; d) Grains recristallisés; e) Grains recristallisés avec un code couleur basé sur la taille de grains; f) Distribution de taille de grains correspondante et seuil appliqué; g) Grains HERX; h) Grains CDRX.

#### Cas des microstructures déformées à haute température, comptage manuel sur cartographies EBSD

Si les populations recristallisées ne diffèrent ni par leur GOS ni par leur taille (c'est le cas des microstructures déformées aux hautes températures), leur morphologie reste le seul critère permettant de les différencier. La procédure consiste donc à identifier les grains HERX parmi les grains recristallisés et à les reconstruire d'après les cartographies EBSD, comme présenté en figure 4.5. A partir de la cartographie de GOS de la matrice (fig. 4.5-a), les grains écrouis et recristallisés sont séparés dans deux partitions, par un seuillage portant sur le GOS (fig. 4.5-b et c). On obtient alors une partition ne contenant que des grains recristallisés de laquelle on extrait un fichier « Grain File.txt » contenant les informations relatives aux différents grains de la partition (aire de chaque grain, diamètre équivalent, GOS, GAM, voisins, voir fig. 4.5-d). En faisant apparaître le numéro identifiant chaque grain sur la cartographie EBSD (fig. 4.5-e), il est possible de reconstruire les deux populations de grains HERX et DDRX dans deux fichiers séparés, manuellement. Par exemple, à partir du fichier 4.5-e, les grains numérotés 274, 236, 238 et 231 définissent en fait un même grain hétéro-épitaxié. Les lignes correspondant à ces numéros sont exportées vers un fichier excel rassemblant les informations des grains HERX, et le grain correspondant est reconstitué en termes d'aire, GOS et GAM moyen en aire. Les grains DDRX contenus dans la même partition sont reconstitués de la même manière, en assemblant les parties maclées de chacun. Par exemple, les grains numérotés 190, 196, 197 et 253 sont assemblés dans un nouveau fichier ne concernant que les grains DDRX, comme étant un seul et même grain recristallisé.



FIGURE 4.5 – Séparation des populations HERX et CDRX dans l'échantillon déformé à T=1070°C;  $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s<sup>-1</sup>;  $\varepsilon$ =0,95. a) Cartographie des GOS de la matrice; b) Grains recristallisés; c) Grains écrouis; d) Fichier « Grain File » extrait de la partition des grains recristallisés; e) Cartographie Pattern Quality des grains recristallisés avec numérotation correspondant au fichier Grain File.
## 4.2 Evolutions à $(T, \dot{\varepsilon})$ données

La figure 4.6 présente les cinétiques de recristallisation de chaque population recristallisée à T=1040°C et  $\dot{\varepsilon} = 0,01 \ s^{-1}$ , soit la séquence présentée en figure 3.5. Les cinétiques de chaque population sont totalement différentes : les mesures de fractions recristallisées (fig. 4.6-a,b) confirment la prédominance des grains HERX aux basses déformations et celle des grains DDRX aux grandes déformations. Les grains HERX se développent sans période d'incubation, de  $\varepsilon = 0$  à  $\varepsilon = 0, 50$ , déformation pour laquelle leur fraction et leur aire moyenne atteignent leurs valeurs maximum (respectivement 19% et 7,  $45\mu m^2$ , voir fig. 4.6-a,c). La diminution de cette population aux niveaux de déformation plus élevés s'effectue au profit du développement des grains DDRX, dont les cinétiques caractéristiques sont celles observées classiquement dans la littérature [32]. La fraction DDRX adopte un profil sigmoidal du type  $f = 1 - exp(-K\varepsilon^n)$  (fig. 4.6-c) incluant une étape d'incubation (aux faibles déformations, la microstructure n'est pas assez écrouie pour que des germes de grains DDRX puissent se former), une étape de croissance durant laquelle la taille de grains atteint sa valeur stationnaire (fig. 4.6-d) et un ralentissement aux déformations supérieures à 1,4, peu visible sur le graphique. Au maximum de déformation atteint ( $\varepsilon = 1, 4$ ), la population DDRX a entièrement remplacé la matrice initiale, mais pas encore la population HERX. L'aire moyenne des grains DDRX en régime stationnaire est de 2  $\mu m^2$ , ce qui correspond à une taille de grains moyenne de 1,6  $\mu m$  en diamètre équivalent.

Ces profils illustrent les cinétiques très différentes des deux populations recristallisées : les grains HERX adoptent un profil croissant-décroissant tandis que les grains DDRX tendent à occuper l'ensemble de la microstructure avec une taille de grains stationnaire.



FIGURE 4.6 – Cinétiques de recristallisation à T=1040°;  $\dot{\varepsilon} = 0,01 \ s^{-1}$ . a) Fraction recristallisée totale, b) Fraction HERX; c) Fraction DDRX; d) Aire moyenne des grains HERX; e) Aire moyenne des grains DDRX.

### 4.3 Influence des conditions de déformation

#### 4.3.1 Température de déformation

La figure 4.7 présente les mesures de fraction recristallisée et de taille de grains recristallisés dans les échantillons déformés à  $0,01 \ s^{-1}$  à différentes températures. Quelle que soit la température, les profils d'évolution de chaque population sont similaires à ceux présentés à la figure 4.6. Si la taille de grains des deux populations est d'autant plus grande que la température est élevée (fig. 4.7-c, d), l'influence de la température sur chacune des fractions recristallisées est opposée.

Pour un niveau de déformation  $\varepsilon$  donné, la fraction recristallisée CDRX et/ou DDRX est d'autant plus élevée que la température est élevée, comme le traduit l'augmentation du facteur K des profils sigmoïdaux correspondants (fig. 4.7-b). C'est l'évolution attendue pour ce mécanisme [32]. La fraction recristallisée augmente lentement à 950°C avec un temps d'incubation moins marqué qu'à 1000°C; le paramètre n est inférieur à celui calculé à 1000°C ou 1040°C. Ces différences sont liées à la transition de mécanisme de recristallisation dans cette plage de températures, le passage de recristallisation dynamique continue à discontinue. Les cinétiques de DDRX à  $1000^{\circ}C$  et  $1040^{\circ}C$  sont très similaires autant en termes de fraction que de taille de grains recristallisée (fig. 4.7-d) les facteurs K et n calculés sont très proches ainsi que les tailles de grains moyennes (le diamètre équivalent des grains DDRX est de 1,5  $\mu m$  à 1000°C et 1,6  $\mu m$  à 1040°C). La taille de grains DDRX plafonne rapidement en fonction du niveau de déformation. Ce n'est pas le cas à la température de  $1070^{\circ}C$ , pour laquelle les cinétiques de recristallisation sont considérablement accélérées : le facteur K est largement supérieur à celui des autres courbes et le temps d'incubation est réduit. La taille de grains est très largement supérieure à celle des autres températures : le diamètre équivalent des grains DDRX est 5,5  $\mu m$  à cette température, soit trois fois plus que la taille atteinte à 1040°C. La mobilité des joints de grains augmente de manière exponentielle avec la température; ce n'est certainement pas le seul facteur responsable d'une telle différence de taille de grains. La fraction volumique de précipités  $\gamma'$  diminue avec la température; l'ancrage de Smith-Zener correspondant est donc réduit. L'observation des microstructures en cours de recristallisation et la quantification de la distribution de précipités  $\gamma'$  permettront de mieux comprendre cet écart.

L'évolution de la population hétéro-épitaxiée est complètement opposée puisque pour un niveau de déformation donné, sa fraction est plus élevée dans les échantillons déformés à basse température (fig. 4.7-a), et ce malgré une taille de grains plus petite (fig. 4.7-c). Le nombre de grains HERX est donc plus important à basse température. Cette tendance illustre la contribution de la force motrice thermodynamique sur ces grains : les germes sont davantage dissous au cours des essais à haute température. Les fractions HERX ont été superposées avec des courbes de tendance polynomiales de degré 2, pour plus de lisibilité des données. Il n'a pas été démontré que l'évolution de la fraction HERX suive une tendance mathématique particulière. Néanmoins, les mesures indiquent qu'elle atteint un maximum pour un niveau de déformation donné, qui diminue lorsque la température augmente. Cette remarque est également applicable à la taille de grains HERX. La taille de grains HERX maximum reste similaire (aire  $< 10 \ \mu m^2$ ) aux températures inférieures à 1040°C. Elle est nettement plus importante à 1070°C (25  $\mu m^2$ ). L'écart de taille de grains entre 1040°C et 1070°C est comparable pour les deux populations; avec un rapport de 3 entre l'aire moyenne des grains HERX par rapport aux grains DDRX. Aux niveaux de déformation plus élevés, la population HERX voit sa fraction volumique et sa taille de grains diminuer. Ce phénomène est très prononcé à  $1070^{\circ}C$ .

A 1070°C, les évolutions des deux populations sont parfaitement corrélées : la somme  $f_{HERX} + f_{DDRX}$  atteint 1 pour une déformation de 0,60. En d'autres termes, la matrice

initiale a été totalement consommée et remplacée par les deux populations recristallisées. Aux déformations plus élevées, la fraction et la taille de grains HERX diminuent alors que la fraction et la taille de grains DDRX continuent d'augmenter. Les grains DDRX sont donc en train de consommer les grains HERX. Les mesures de désorientations intragranulaires confirment l'existence d'une force motrice dans ce sens à partir de  $\varepsilon = 0, 60$ : le GOS moyen des grains HERX est de 1,1° contre 0,65° pour les grains DDRX. L'énergie stockée des grains HERX est donc supérieure à celle des DDRX. Aux niveaux de déformation supérieurs, ces valeurs restent semblables, et maintiennent la force motrice pour la croissance des grains DDRX au détriment des HERX. Au niveau de déformation de 1,4 la fraction hétéro-épitaxiée est quasiment nulle.

Aux températures inférieures, les tendances d'évolution des deux populations sont globalement similaires, avec une différence notable : le développement de la population HERX est freiné à un niveau de déformation où  $f_{HERX} + f_{DDRX}$  est encore inférieur à 1 et qu'il existe encore une force motrice pour la croissance des grains hétéro-épitaxiés. A 1000°C, et  $\varepsilon$ =0,60 la population hétéro-épitaxiée ne se développe plus bien que son GOS (0,9°) soit nettement inférieur à celui de la matrice (3,5°). La situation est semblable à 1040°C, les grains HERX ont un GOS de 0,7°, contre 3,1° en moyenne pour les grains écrouis. Enfin, à 950°C et  $\varepsilon$ =0,6, le GOS des grains HERX vaut en moyenne 2,0°, contre 5,5° dans la matrice. En parallèle, à ce niveau de déformation, la population DDRX ou CDRX apparait. Les micrographies présentées en figure 3.28 indiquent que les grains DDRX germent en premier lieu sur les joints de grains de la matrice, plutôt que sur les joints des grains HERX. La germination de cette population n'influe pas sur la croissance des grains HERX à ce stade. Il existe donc un autre phénomène qui limite la croissance des grains HERX à ces températures.



FIGURE 4.7 – Cinétiques de recristallisation à  $0,01s^{-1}$ . a) Fraction HERX; b) Fraction DDRX ou CDRX, les valeurs (K; n) des profils sigmoïdaux sont indiqués sur les courbes; c) Aire moyenne des grains HERX; d) Aire moyenne des grains DDRX ou CDRX.

#### Ancrage du front de recristallisation hétéro-épitaxié

L'observation des microstructures en électrons rétrodiffusés révèle des états de précipitation très différents selon que l'échantillon est déformé à une température inférieure ou supérieure à 1040°C. Des exemples typiques sont présentés en figure 4.8 : il existe deux configurations d'ancrage des joints de grains HERX. Aux basses températures, les précipités  $\gamma'$  secondaires de l'état restauré sont toujours présents et sont capables de bloquer un joint de grains en mouvement, comme le démontre la figure 4.8-a, b. La taille moyenne des précipités  $\gamma'$  secondaires est plus importante à 1000°C qu'à 1040°C. Ces derniers se sont formés à une température inférieure à 1050°C. En revanche, à 1070°C, la majorité des précipités  $\gamma'$  secondaires a été dissoute, autorisant une taille de grains recristallisée plus importante, globalement limitée par la distribution de précipités  $\gamma'$  primaires. Sur la figure 4.8-c, chaque précipité numéroté a initié un grain recristallisé en hétéro-épitaxie; comme le traduit la présence de macles thermiques traversant l'ensemble du précipité et de son grain recristallisé. Ces structures se bloquent mutuellement dans leur croissance : le précipité 2 bloque le grain issu du précipité 1. Le précipité 4 bloque le grain 3 et est lui même bloqué par le précipité 5.



FIGURE 4.8 – Joints des grains hétéro-épitaxiés ancrés par les précipités  $\gamma'$ . a) 1000°C; 0,01s<sup>-1</sup>;  $\varepsilon = 0, 30$ . b) 1040°C; 0,01s<sup>-1</sup>;  $\varepsilon = 0, 36$ . c) 1070°C; 0,01s<sup>-1</sup>;  $\varepsilon = 0, 40$ .

Les microstructures présentées sur la figure 4.8 révèlent non seulement diverses configurations d'ancrage mais également l'hétérogénéité de précipitation intragranulaire entre les différents types de grains. Les grains écrouis contiennent des précipités  $\gamma'$  secondaires dont la taille diminue avec la température. En revanche, les grains hétéroépitaxiés n'en contiennent pas. Les précipités  $\gamma'$  secondaires ont donc été dissous au passage du front de recristallisation, sans re-précipiter dans le nouveau grain recristallisé. La figure 4.9 montre différents précipités secondaires en cours de dissolution dans un joint de grains hétéro-épitaxié. Les précipités sont indiqués par des flèches. Il s'agit des mêmes conditions de déformation  $(T, \dot{\varepsilon})$  que pour la figure 4.8-b, mais à un niveau de déformation moindre.



FIGURE 4.9 – Dissolution de précipités  $\gamma'$  secondaires dans le joint d'un grain hétéroépitaxié, dans la microstructure déformée à 1040°C, 0,01 s<sup>-1</sup>, et  $\varepsilon$ =0,2.

La dissolution de précipités  $\gamma'$  dans un front de recristallisation a été étudiée par différents auteurs, [111]. Porter et Ralph [8] ont étudié en détail les différents mécanismes d'interaction entre un joint de grains en mouvement et diverses distributions de précipités  $\gamma'$  secondaires. Ils ont notamment démontré l'importance de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  sur la dissolution (partielle ou totale) des précipités au passage du front de recristallisation, et leur re-précipitation ultérieure dans le grain recristallisé. Les scenarii possibles sont présentés en figure 4.11. Dans des alliages à faible fraction de phase  $\gamma'$  (Nimonic PE16, f = 0,08, fig. 4.11-a), les précipités  $\gamma'$  intragranulaires sont entièrement dissous dans le front de recristallisation mais ne re-précipitent pas dans les grains recristallisés. Ils restent donc en solution dans le grain recristallisé. Pour une fraction plus élevée (Nimonic 80A, f = 0, 15, fig. 4.11-b), les précipités se reforment dans les grains recristallisés sous forme de particules de petite taille, en marquant une zone de déplétion derrière le front de recristallisation. Enfin, dans les alliages à forte fraction volumique de phase  $\gamma'$  (Nimonic 115, f = 0, 50, fig. 4.11-c), la re-précipitation est immédiate derrière le front de recristallisation, entrainant la création de précipités de forme longilignes; ce phénomène est appelé précipitation discontinue.



FIGURE 4.10 – Dissolution d'un précipité  $\gamma'$  dans un front de recristallisation. Alliage Ni-16%atCr-6,3%Al, d'après Smidoda et al. [111].



a) Nimonic PE16; fv=0,08

b) Nimonic 80A; f<sub>v</sub>=0,15

c) Nimonic 115; f<sub>v</sub>=0,50

FIGURE 4.11 – Re-précipitation derrière le front de recristallisation, dans des alliages contenant différentes fraction de phase  $\gamma'$  a) pas de re-précipitation; b) re-précipitation avec création d'une zone de déplétion; c) re-précipitation discontinue. Sur chaque micrographie, la lettre A désigne le grain écroui et B le grain recristallisé. D'après Porter et Ralph [8].

Dans les échantillons de René 65, aucun phénomène de re-précipitation n'a été observé derrière le front de recristallisation, quelle que soit la température. Cela correspond au cas des faibles fractions volumiques dans l'étude de Porter et Ralph (environ 0,08). La fraction volumique de précipités  $\gamma'$  secondaires mesurée dans l'état recuit est d'ailleurs du même ordre de grandeur : 0,11 (voir tableau 2.4). L'absence de reprécipitation peut être attribuée à une grande solubilité des éléments  $\gamma$ -gènes, dans le front de recristallisation et/ou dans le grain hétéro-épitaxié. Comme l'indique la comparaison entre les figures 4.9 et 4.8-b, entre lesquelles seul le niveau de déformation varie, les phénomènes d'ancrage par les précipités  $\gamma'$  secondaires ne sont visibles qu'à partir d'un certain seuil de déformation (typiquement  $\varepsilon > 0,3-0,4$ ). A ce stade les grains hétéro-épitaxiés ont déjà consommé la matrice sur une distance de l'ordre du micromètre. Les joints de grains ont donc déjà dissout des précipités  $\gamma'$  secondaires au cours de leur croissance et se sont chargés en éléments  $\gamma'$ -gènes. Ils sont plus facilement bloqués par les précipités  $\gamma'$  secondaires rencontrés par la suite. La solubilité des éléments  $\gamma'$ -gènes dans la phase  $\gamma$  diminuant avec la température, cet effet de freinage devrait donc être plus prononcé aux basses températures, limitant d'autant plus la taille de grains. C'est ce qui est observé sur la courbe 4.7-c. A basse température, la mobilité des joints de grains est réduite, elle aussi, ce qui tend à ralentir la croissance des grains recristallisés. La taille réduite des grains recristallisés est le résultat de la combinaison de ces deux effets.

#### Dissolution-coalescence dynamique aux grandes déformations

Les grains recristallisés DDRX ne contiennent pas non plus de précipités  $\gamma'$  intragranulaires. Ces observations suggèrent que ces précipités sont dissous dans les joints DDRX par le même procédé que dans les grains HERX. Les précipités secondaires n'ayant pas été dissous bloquent eux aussi le mouvement des joints de grains DDRX. La figure 4.12 présente la microstructure obtenue après déformation à 1000°C,  $0, 1 s^{-1}$ et  $\varepsilon$ =1,40. La cartographie 4.12-a et la figure 4.12-b ont été acquises sur la même zone de la microstructure, qui contient plusieurs types de grains. Les grains écrouis (fig. 4.12-c) contiennent des précipités  $\gamma'$  secondaires dont la taille de la morphologie sont différentes de l'état recuit. Les joints de grains HERX sont bloqués par des précipités secondaires (fig. 4.12-d). Les joints de grains DDRX se bloquent mutuellement (effet de densité de germes) ou sont bloqués par les précipités  $\gamma'$  secondaires restant dans les grains écrouis (fig. 4.12-e). Ces derniers sont indiqués par des flèches sur la figure 4.12-d,e. La taille de grains DDRX est finalement contrôlée à la fois par la densité de germes et par la présence de précipités  $\gamma'$  intragranulaires n'ayant pas été dissous.



FIGURE 4.12 – Structure de précipitation intragranulaire dans la microstructure déformée à 1000°C, 0,1  $s^{-1}$  et  $\varepsilon$ =1,40. a) Cartographie des GOS; b) Image BSE correspondante; c) Grain écroui; d) Grain hétéro-épitaxié; e) Grains DDRX.

Les précipités bloquant les joints des grains DDRX (fig. 4.12-e) sont plus grands que les précipités bloquant le joint HERX (fig. 4.12-d). Leur diamètre est même supérieur à celui des précipités  $\gamma'$  secondaires de l'état recuit, ce qui indique qu'ils ont évolué durant la déformation à chaud. L'observation des microstructures modérément déformées, comme celle présentée en figure 4.13, révèlent que les précipités localisés au niveau des joints de grains se sont développés au détriment de ceux situés à l'intérieur du grain. Autrement dit un phénomène de dissolution-coalescence a lieu dans les grains écrouis, préférentiellement aux joints de grains. La cause de cette coalescence préférentielle est certainement la densité de dislocations plus élevée au voisinage des joints de grains, qui agissent comme des courts-circuits de diffusion, et apportent des éléments  $\gamma'$ -gènes aux précipités situés dans ces zones. Dans le grain présenté sur cette figure, les précipités secondaires sont distribués préférentiellement au niveau des zones où l'intensité rétrodiffusée est la plus hétérogène, donc dans lesquelles la densité de dislocations est élevée. Ces précipités atteignent une taille micrométrique au cours de leur coalescence, et ne peuvent plus être dissous dans le front de recristallisation. Aux niveaux de déformation plus élevés, les grains écrouis sont totalement consommés et

ces précipités se retrouvent aux joints des grains recristallisés, comme illustré sur la figure 4.12-e.



FIGURE 4.13 – Coalescence des précipités  $\gamma'$  secondaires aux joints d'un grain écroui, dans l'échantillon déformé à 1040°C, 0,01 s<sup>-1</sup> et  $\varepsilon = 0, 36$ .

D'après les micrographies présentées en figure 4.8, le phénomène de coalescencedissolution est plus ou moins avancé selon la température. Afin de quantifier le phénomène, les distributions de tailles de précipités  $\gamma'$  secondaires mesurées aux différents niveaux de déformation ont été subdivisées en :

- petits secondaires : précipités  $\gamma'$  secondaires en régime de dissolution dans les grains écrouis. Leur taille est inférieure à la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires dans l'état recuit.
- grands secondaires : précipités secondaires ayant coalescé. Leur taille est supérieure à celle des précipités secondaires dans l'état recuit.



FIGURE 4.14 – Coalescence dynamique à 0,01  $s^{-1}$ . a) Fraction volumique de précipités  $\gamma'$  secondaires; b) Diamètre moyen équivalent des précipités  $\gamma'$  secondaires.

La figure 4.14 présente les caractéristiques (fraction, taille moyenne) de chacune de ces catégories de précipités secondaires. On remarque, à toutes les températures, que les deux types de précipités secondaires divergent en termes de fraction et de taille. Les petits secondaires voient leur taille et leur fraction diminuer, les grandes secondaires suivent une tendance opposée. La séparation des deux populations est particulièrement visible à 1040°C et 1000°C. A 1070°C, le phénomène semble déjà terminé, puisque la taille et la fraction volumique de grands précipités sont stationnaires et que la fraction de petits précipités est négligeable (<1%). Pour que des tels phénomènes aient lieu, la diffusion d'éléments doit se produire, ce qui nécessite un certain temps, donc une vitesse de déformation relativement lente. La vitesse considérée dans cette partie (0,01  $s^{-1}$ ) permet d'observer les évolutions dynamiques des précipités  $\gamma'$  secondaires au cours de la déformation.

Evolution des précipités  $\gamma'$  primaires aux grandes déformations Si les précipités secondaires évoluent de manière significative, la distribution de taille des précipités  $\gamma'$  primaires reste constante tout au long de la déformation. La figure 4.15 présente l'évolution de la fraction volumique et du diamètre moyen équivalent de ces précipités au cours de la déformation à 0,01  $s^{-1}$ , pour différentes températures. Aucune évolution significative de l'un ou l'autre de ces paramètres n'est visible, puisqu'ils restent dans la plage d'incertitude par rapport à l'état recuit.



FIGURE 4.15 – Evolution de la population de précipités  $\gamma'$  primaires au cours de la déformation à 0,01  $s^{-1}$  à différentes températures.

Si la distribution de ces précipités évolue peu lors de la déformation à chaud, c'est plutôt leur morphologie qui est modifiée. La séquence 4.16 illustre leur évolution dans un gradient de déformation à 1000°C et  $0,1 \ s^{-1}$ . Aux basses déformations leur forme est irrégulière, comme à l'état recuit. Lorsque la déformation augmente, les irrégularités disparaissent progressivement et les précipités retrouvent une forme sphéroïdale (fig.  $4.16-\varepsilon=1,40$ ). Cette évolution permet une diminution de l'aire de l'interface  $\gamma'/\gamma_{cohérent}$ donc une diminution de l'énergie interfaciale associée, même si cette énergie est dans l'absolu relativement faible. Le passage à une morphologie sphérique se produit d'autant plus rapidement aux températures plus élevées.



FIGURE 4.16 – Evolution de la morphologie des précipités  $\gamma'$  primaires à l'intérieur des grains hétéro-épitaxiés, dans le pion double-cône déformé à T=1000°C;  $\dot{\varepsilon} = 0.1 \ s^{-1}$ .

Mise à l'équilibre de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  en régime dynamique Aux grandes déformations, la fraction volumique de phase  $\gamma'$  évolue et tend vers la fraction d'équilibre de la température considérée. La figure 4.17 permet de comparer les fraction volumiques totales de phase  $\gamma'$  mesurées, à la fraction d'équilibre, pour différentes températures de déformation. Quelle que soit la température, la fraction volumique atteint l'équilibre. L'écart entre les fractions d'équilibre et mesurée peut être attribué à la précision de la température lors de la réalisation l'essai; ou au fait que la fraction d'équilibre sous contrainte puisse être légèrement différente de celle prévue par les calculs ThermoCalc sans contrainte. Pour les températures supérieures à 1070°C, la maitrise de la température de l'essai est rendue difficile à cause des pertes thermiques à travers les jonctions du four. Cette mise à l'équilibre se produit quelle que soit la vitesse de déformation, mais avec une cinétique différente (cet effet est visible sur les mesures effectuées à 1070°C). Le paragraphe suivant est consacré à l'influence de la vitesse de déformation sur les différents mécanismes et sur l'évolution des précipités  $\gamma'$  en régime dynamique.



FIGURE 4.17 – Mise à l'équilibre de la fraction volumique totale de phase  $\gamma'$  au cours de la déformation à chaud.

#### 4.3.2 Influence de la vitesse de déformation

La figure 4.18 présente l'évolution des fractions recristallisées par chaque mécanisme (HERX/DDRX) aux températures allant de 950°C à 1090°C, et aux vitesses de 0,01  $s^{-1}$  (courbes en traits pleins) et 0,1  $s^{-1}$  (courbes en pointillés). Les paramètres K et n obtenus pour chaque courbe sont résumés dans le tableau 4.1. Pour chacune des

vitesses, la fraction DDRX augmente d'autant plus rapidement que la température est élevée (fig. 4.18-a).

Cependant, pour une température donnée, la fraction recristallisée dynamiquement augmente plus rapidement lorsque la vitesse de déformation est élevée. A un même niveau de déformation, l'écart de fraction recristallisée est d'autant plus important que la température est élevée. A  $1000^{\circ}C$ , l'écart de fraction entre les deux vitesses reste faible. A  $1040^{\circ}C$  et  $1070^{\circ}C$ , il est plus visible (l'écart entre les paramètres K augmente avec la température). Les modifications microstructurales opérant lors de la recristallisation (croissance de grains mais surtout germination de nouveaux grains) sont des processus qui nécessitent le réarrangement de dislocations ou le mouvement d'un joint de grains. Le phénomène de recristallisation admet donc un temps d'incubation. Pour un niveau de déformation donné, alors qu'une vitesse de déformation lente permet à ces mécanismes d'opérer, une vitesse de déformation élevée le permet de manière plus limitée. Les cinétiques de recristallisation dynamique sont donc généralement plus lentes (dans une échelle de déformation) à haute vitesse. Dans le cas présent, c'est l'inverse.

La figure 4.18-b révèle que les grains hétéro-épitaxiés se développent dans des proportions différentes selon la vitesse de compression, pour une même température. Un même phénomène est visible aux températures de  $1040^{\circ}C$  et  $1070^{\circ}C$  : la fraction recristallisée HERX est plus élevée à 0,1  $s^{-1}$  qu'à 0,01  $s^{-1}$  aux faibles déformations. Les flèches verte et orange indiquent deux points de mesure où la fraction HERX est plus élevée à 0,1  $s^{-1}$  qu'à 0,01  $s^{-1}$ , aux niveaux de déformation de 0,40 et 0,20 respectivement.



FIGURE 4.18 – Evolution de la fraction recristallisée pour chaque mécanisme en fonction de la déformation, pour les températures des vitesses de 0,01 et 0,1  $s^{-1}$ . a) Fraction DDRX ; b) Fraction HERX.

(K; n)	$950^{\circ}C$	$1000^{\circ}C$	$1040^{\circ}C$	$1070^{\circ}C$	$1090^{\circ}C$
0,01 $s^{-1}$	(0,4;2,4)	(0,7;2,9)	(0,8;3,5)	(2,7; 1,8)	-
$0,1 \ s^{-1}$	-	(0,7; 3,2)	(1,2;2,0)	(10,5; 3,2)	(16,7;3,2)

TABLE 4.1 – Paramètres K et n  $(f = 1 - exp(-K\varepsilon^n))$  identifiés à partir des courbes de fraction recristallisée DDRX de la figure 4.18-a.

#### Cas des grains hétéro-épitaxiés

L'effet de la vitesse de déformation, aux faibles déformations et sur la population hétéro-épitaxiée a été étudiée de manière plus précise. Les microstructures déformées à 1000°C, 1040°C et 1070°C, aux vitesses nominales de 0,01  $s^{-1}$  et 0,001  $s^{-1}$ , sur les plages de déformation de 0,1 à 0,36 ont été caractérisées à partir d'images en électrons rétrodiffusés. Dans ces conditions de déformation, l'enveloppe de phase  $\gamma$ présente autour des précipités  $\gamma'$  primaires à l'état recuit est plus ou moins développée. Les principales morphologies observées sont présentées en figure 4.19. Dans certains cas, l'enveloppe s'est développée autour du précipité; les enveloppes sont surlignées en pointillés rouges sur la figure 4.19-a,b,c. Lorsque la température augmente ou que la vitesse de déformation diminue, cette enveloppe est de plus en plus fine. Elle se limite parfois à une petite inclusion, comme sur l'exemple indiqué par une flèche (fig. 4.19-e). Elle peut même être totalement dissoute; c'est le cas des précipités marqués par un symbole  $\emptyset$ .



FIGURE 4.19 – Morphologie des grains hétéro-épitaxiés a) après le traitement de recuit ; b-e) à  $\varepsilon$ =0,17 : b) 1000°C ;  $\dot{\varepsilon}$ =0,01  $s^{-1}$ . c) 1040°C ;  $\dot{\varepsilon}$ =0,01  $s^{-1}$ . d) 1040°C ;  $\dot{\varepsilon}$ =0,001  $s^{-1}$ . e) 1070°C ;  $\dot{\varepsilon}$ =0,001  $s^{-1}$ . Les contours des enveloppes de  $\gamma$  sont entourés en pointillés rouges. Les symboles  $\varnothing$  indiquent les précipités dont le germe hétéro-épitaxié a été dissous.

La croissance ou la dissolution de cette enveloppe autour des précipités est le résultat de la combinaison complexe de forces motrices présentées au paragraphe 3.3.3. Afin de comprendre l'influence de ces différentes forces motrices, la densité de grains hétéroépitaxiés (i.e. la quantité de précipités  $\gamma'$  primaires enveloppés d'un grain/enveloppe HERX par unité de surface) a été calculée. Pour chaque mesure, la surface analysée est de 8800  $\mu m^2$ , ce qui inclut environ 250 précipités  $\gamma'$  primaires. Cela correspond à une densité de précipités de 0,028  $\mu m^{-2}$ . La ligne horizontale  $N_S(\gamma'_I)$  indique cette densité, qui est également la densité initiale d'enveloppes à l'état recuit. Les résultats sont présentés en figure 4.20. Pour une meilleure lisibilité, les droites de tendance correspondant à chaque condition de déformation ont été superposées aux points de mesure.



FIGURE 4.20 – Densité de germes hétéro-épitaxiés aux faibles niveaux de déformation.

Pour toutes les conditions de déformation, la densité de germes augmente lorsque le niveau de déformation augmente. La déformation de l'échantillon génère l'énergie nécessaire pour la croissance des grains recristallisés. Plus le niveau de déformation est élevé, plus la force motrice pour la croissance des grains est importante. Pour une vitesse donnée, la densité de germes diminue lorsque la température augmente. A haute température et pour un niveau de déformation donné, la densité de germes restants est plus basse à haute température. Enfin, pour une même température et un même niveau de déformation, la densité de germes héréto-épitaxiés est plus élevée lorsque la vitesse est élevée (les courbes à  $0.01 \ s^{-1}$  se situent toutes au-dessus des courbes à 0.001 $s^{-1}$ ). Une déformation plus rapide laisse moins de temps aux phénomènes de diffusion pour opérer. Ainsi la dissolution du germe est moindre et sa croissance est stimulée par la présence d'énergie stockée dans la matrice. L'effet de la vitesse de déformation est particulièrement visible à  $1040^{\circ}C$ : à cette température, l'écart entre les deux séries de mesures est important. Pour un niveau de déformation de 0,2, l'échantillon déformé à  $0.01 \ s^{-1}$  contient deux fois plus de germes que celui déformé à  $0.001 \ s^{-1}$ . Au niveau de déformation de 0,30, il en contient quatre fois plus. Aux autres températures, l'écart entre les deux courbes est moins important. A  $1070^{\circ}C$ , le matériau est capable de stocker moins d'énergie sous forme de dislocations et les phénomènes de diffusion sont plus rapides. L'évolution des grains hétéro-épitaxiés est donc dominée par la dissolution des enveloppes de  $\gamma$ . A 1000°C, la dissolution des germes est moins importante, dans l'échantillon déformé à  $0.01 \ s^{-1}$ , aucun germe n'a même été dissout aux niveaux de déformation supérieurs à 0,30 (la densité de germes est de 0,028  $\mu m^{-2}$ ).

L'influence de la vitesse de déformation sur cette population recristallisée est donc particulière puisque plus la microstructure est déformée rapidement, moins la diffusion (donc la dissolution des germes) est effective. En parallèle, leur croissance est stimulée par la différence d'énergie stockée, qui est d'autant plus élevée à basse température et haute vitesse de déformation.

#### Cas des grains recristallisés DDRX

Sur les courbes présentées en figure 4.18-a, les grains DDRX adoptent eux-aussi une dépendance inverse à la vitesse de déformation : plus elle est élevée, plus la fraction recristallisée est élevée, à  $\varepsilon$  donné. Le tableau 4.2 compare les tailles de grains DDRX aux deux vitesses pour différentes températures, au niveau de déformation de  $\varepsilon = 0, 60$ . La taille de grains recristallisée est toujours supérieure ou égale dans l'échantillon déformé à plus grande vitesse, quelle que soit la température.

T/vitesse	$0,01 \ s^{-1}$	$0,1 \ s^{-1}$
1000 °C	$1,\!0$	1,3
1040 °C	2,0	4,4
1070 °C	$^{5,4}$	5,3

TABLE 4.2 – Tailles de grains recristallisés à  $\varepsilon = 0, 60$ .

D'après les résultats présentés précédemment, les grains DDRX sont soit bloqués mutuellement (effet de densité de germes), soit bloqués par les précipités  $\gamma'$  secondaires ayant coalescé. Si la densité de germes est moindre à grande vitesse de déformation, la coalescence dynamique des précipités est différente, elle-aussi. Les graphes présentés en figure 4.21 illustrent l'effet de la vitesse de déformation sur la coalescence dynamique des précipités  $\gamma'$  secondaires pour trois températures différentes : 1000°C, 1040°C et 1070°C.

Sur ces graphes, les distributions de précipités  $\gamma'$  secondaires ont été analysées en détail afin d'identifier deux populations, relativement à la taille de ces précipités  $\gamma'$  dans l'état recuit. Les petits secondaires sont ceux dont la taille est inférieure à celle de l'état recuit, et vice et versa pour les grands précipités. Pour chaque condition de déformation, les petits précipités ont tendance à se dissoudre : leur taille et leur fraction volumique diminuent; on observe l'évolution opposée pour les grands précipités. Ces évolutions relatives sont typiques d'un régime de coalescence. Pour chaque température étudiée, la coalescence est plus prononcée à la vitesse de déformation la plus basse : les courbes respectives des petits précipités et des grands précipités s'écartent davantage à 0,01  $s^{-1}$  qu'à  $0,1 \ s^{-1}$  lorsque la déformation augmente, autant en termes de fraction volumique que de diamètre équivalent. La coalescence est particulièrement visible à  $1000^{\circ}C$  et  $1040^{\circ}C$  (fig. 4.21-a et c). A  $1070^{\circ}C$ , les précipités secondaires sont davantage dissous (fig. 4.21-e,f).



FIGURE 4.21 – Coalescence dynamique des précipités  $\gamma'$  secondaires en fonction de la vitesse de déformation. a) fraction volumique ; b) diamètre moyen équivalent.

Pour un niveau de déformation donné, quelle que soit la température, la coalescence dynamique est moins avancée à la vitesse de  $0,1 \ s^{-1}$ . Les précipités secondaires susceptibles de bloquer le front de recristallisation ont donc une fraction volumique et une taille moyenne moins élevée, ce qui permet une fraction et une taille de grains recristallisée plus importante à haute vitesse.

## 4.4 D'autres alliages donnent-ils lieu à la recristallisation en hétéro-épitaxie?

Dans les sections précédentes, un nouveau mécanisme de recristallisation a été identifié et étudié. Les conditions permettant son déclenchement sont : 1/ l'occurrence d'une transformation de phase  $\gamma' \rightarrow \gamma$  dans les précipités primaires ; 2/ un faible écart de paramètre de maille entre les phases permet la semi-cohérence. Comme le René 65, d'autres alliages possèdent ces deux caractéristiques. Les nuances Udimet 720 et RR1000 possèdent un faible écart de paramètre de maille, respectivement <0,02% [9] et de -0,01% à -0,05% [112]. Les variations de composition de la phase  $\gamma'$ , calculées par ThermoCalc et présentés en figure 4.22, montrent que l'Udimet 720 et l'AD730 sont des alliages dont la phase  $\gamma'$  présente elle-aussi une sur-saturation en éléments  $\gamma$ -gènes, lors d'un refroidissement dans le domaine sub-solvus. Cette section est dédiée à la recristallisation en hétéro-épitaxie dans d'autres alliages  $\gamma - \gamma'$  à faible écart de paramètre de maille. Un premier paragraphe est dédié à la revisite de la littérature existante sur différents alliages. Un second paragraphe est dédié à la validation expérimentale dans trois alliages.



FIGURE 4.22 – Evolution de la composition de la phase  $\gamma'$  de a) l'AD730, b) l'Udimet 720, calculs Thermocalc.

## 4.4.1 Signes de recristallisation en hétéro-épitaxie dans la littérature

Si ce mécanisme n'a jamais été reporté dans la littérature auparavant, les micrographies présentées dans certains articles donnent des indices sérieux quant à l'existence de grains hétéro-épitaxiés dans d'autres superalliages ayant subi un chemin thermomécanique favorable.

Des chemins thermiques de ce type peuvent être trouvés dans la littérature. Des structures similaires à celle de la figure 3.13-b-d peuvent être reconnues dans les micrographies des articles correspondants, même s'ils ne portent pas sur les mécanismes de recristallisation.

#### a. Udimet 720

Enveloppes de phase  $\gamma$  autour de précipités  $\gamma'$  dans une billette d'Udimet 720 La figure 4.23 présente la microstructure d'une billette d'Udimet 720, issue de l'article de Fahrman et Suzuki [12]. Comme mentionné par les auteurs, la forte fraction de précipités  $\gamma'$  secondaires (d'environ 150 nm de diamètre) indique que cette billette a subi un refroidissement lent depuis une température élevée. La morphologie des précipités primaires révèle une interface plutôt irrégulière, semblable à celle présentée en figure 3.13-b,d. Une zone dépourvue de précipités secondaires est visible autour de ces précipités mais les micrographies laissent supposer la présence d'un joint de grains, indiqué par les flèches jaunes. Bien que la relation d'orientation entre les deux phases n'ait pas pu être vérifiée, la similitude avec la figure 3.13-b,d est remarquable. Le refroidissement a donc permis à la fois la formation d'une forte population de précipités  $\gamma'$  secondaires, mais certainement aussi, par symétrie, la précipitation inverse autour des précipités  $\gamma'$  primaires.



FIGURE 4.23 – Micrographie de la microstructure de la billette d'Udimet 720, telle que présentée par Fahrman et Suzuki [12]. Des flèches ont été ajoutées indiquant le joint de grains délimitant une très probable enveloppe cohérente de phase  $\gamma$  autour des précipités  $\gamma'$  primaires.

Grains recristallisés englobant des précipités  $\gamma'$  primaires cohérents, dans l'Udimet 720LI forgé dans le domaine sub-solvus Des grains hétéro-épitaxiés plus développés sont visibles sur une cartographie EBSD présentée par Lindsley et Pierron [113], dans une étude portant sur les mécanismes de recristallisation dans le domaine sub-solvus de l'Udimet 720 LI. La microstructure obtenue est typique pour un alliage coulé-forgé, déformé à chaud. Sur la figure 4.24 la superposition (fig. 4.24-b) entre l'image en électrons secondaire (fig. 4.24-a) et la cartographie d'orientation correspondante (fig. 4.24-c) permet de mettre en évidence la présence de précipités primaires dans certains grains recristallisés, et ayant la même orientation cristallographique. Trois exemples typiques A, B et C, sont identifiés et ajoutés sur la figure originale (fig. 4.24. Sur ces exemples, la relation de cohérence est vérifiée (fig. 4.24-c) ainsi que l'unicité du précipité dans chaque grain ; deux caractéristiques de la recristallisation en hétéroépitaxie. Ces grains particuliers ont vraisemblablement échappé aux auteurs, puisqu'ils n'en font aucun commentaire dans leur article.



FIGURE 4.24 – Udimet 720LI, déformé à chaud dans le domaine sub-solvus, par Lindsley et Pierron [113]. a) Micrographie en électrons secondaires; b) Micrographie en électrons secondaires superposée avec la cartographie d'orientation; c) Cartographie d'orientation.

#### b. Alliage LSHR

Dans une étude consacrée à la recristallisation dynamique de l'alliage LSHR ("Low-Solvus, High-Refractory"), Semiatin et al. [114] présentent des micrographies sur lesquelles des grains recristallisés ressemblant aux grains HERX sont visibles. Cet alliage est préparé par métallurgie des poudres, sa température de solvus est de  $1157^{\circ}C$  et sa composition est donnée en Table 4.3. Les auteurs ont travaillé sur des microstructures fines, avec des tailles de grains inférieures à 10  $\mu m$ . Les échantillons utilisés sont extraits d'une billette préparée par pression isostatique à chaud et ayant refroidi à l'air. Différentes températures de déformation (sub-solvus pour la plupart) ont été testées, ainsi que différentes vitesses dans la gamme de  $5.10^{-4}s^{-1}$  à  $10s^{-1}$  pour un taux de déformation fixe de  $\varepsilon = 0, 7$ . Les échantillons sont maintenus pendant 10 à 60 minutes à température, avant d'être déformés puis refroidis à l'air. Les microstructures obtenues sont cartographiées en utilisant un couplage EDS-EBSD. Cependant, les auteurs mentionnent que le manque de résolution de l'EDS rend la discrimination des précipités  $\gamma'$  primaires par rapport aux petits grains  $\gamma$  parfois difficile voire impossible. De plus, aucune cartographie relatant l'orientation cristallographique des deux phases n'est présentée, seulement des micrographies en électrons rétrodiffusés. Des indices conduisent néanmoins à penser que des grains hétéro-épitaxiés se sont bien développés dans les microstructures présentées.

Elément	Ni	Al	В	Co	Cr	Ta	Mo	Nb	Ti	W	Zr	С
% mass.	bal.	3,5	0,027	20,4	$12,\!3$	$1,\!5$	2,7	$1,\!5$	$^{3,5}$	4,3	$0,\!05$	$0,\!045$

TABLE 4.3 – Composition chimique de l'alliage LSHR, [114].

La figure 4.25 présente des micrographies en électrons rétrodiffusés des microstructures obtenues après deux temps de maintien avant déformation et deux températures de déformation, pour une vitesse de déformation de  $5.10^{-4}s^{-1}$ . Dans l'échantillon déformé à 1066°C après un maintien de 10 minutes à température (fig. 4.25-a), tous les précipités  $\gamma'$  primaires sont entourés d'un grain  $\gamma$  plus clair. Après un même temps de maintien et déformation à une température plus élevée,  $1135^{\circ}C$  (fig. 4.25-b), seulement la moitié des précipités  $\gamma'$  primaires sont dans cette configuration. Les encadrés b') et b") correspondent au précipité indiqué par une astérisque jaune sur la figure 4.25-b. On y voit deux précipités A et B, entourés d'un grain de matrice plus clair (A' et B', respectivement). La présence d'une macle thermique traversant A et A' (indiquée en rouge sur le schéma b") est une forte indication quant à la cohérence des deux phases. Il y a donc davantage de grains autour des précipités à basse température. La condition a) correspondrait, en termes d'écart à la température de solvus, à une déformation à  $1025^{\circ}C$  dans le René 65; et la condition b) à une déformation à  $1090^{\circ}C$  dans le René 65. A  $1135^{\circ}C$ , la dissolution des germes hétéro-épitaxiés est déjà significative après 10 minutes de maintien pré-déformation. Lorsque ce temps de maintien est augmenté à 60 minutes, la microstructure déformée ne contient pratiquement plus de grains de ce type, comme illustré sur la figure 4.25-c. Cette observation est cohérente avec une dissolution plus importante lors du maintien prolongé à  $1135^{\circ}C$ .



FIGURE 4.25 – Microstructures de l'alliage LSHR après maintien et déformation à  $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-4}s^{-1}$ ,  $\varepsilon = 0, 7$  et a) maintien de 10 minutes et T=1066°C; b) maintien de 10 minutes et T=1135°C, b') Zoom sur le précipité indiqué par une astérisque sur b), b") Schéma correspondant à b'); c) maintien de 60 minutes à T=1135°C.

Si la nature exacte des grains entourant les précipités  $\gamma'$  primaires dans cet alliage reste à confirmer, de nombreuses observations renforcent l'hypothèse qu'il s'agit de grains recristallisés en hétéro-épitaxie : leur localisation dans la microstructure, l'unicité de chaque grain autour de chaque précipité, la présence de macles thermiques traversantes.

Dans les articles pré-cités, malgré de nombreuses similitudes, les micrographies présentées ne permettent pas de conclure quant à la nature exacte des grains identifiés. L'objet du paragraphe suivant est de vérifier si le mécanisme d'HERX peut être effectivement déclenché dans d'autres alliages  $\gamma/\gamma'$  présentant un faible écart de paramètre de maille.

# 4.4.2 Mise en œuvre expérimentale de la recristallisation en hétéro-épitaxie

Parmi ces alliages, trois ont été choisis afin de vérifier si le mécanisme de recristallisation en hétéro-épitaxie pouvait effectivement s'y produire : l'Udimet 720Li (le PER72 d'Aubert et Duval), le RR1000 (Rolls-Royce), et l'AD730 (Aubert et Duval).

#### Udimet 720Li (PER72 d'Aubert et Duval)

Traitement de recuit appliqué sur l'Udimet 720Li La composition chimique de l'Udimet 720 est mentionnée dans la table 4.4. Cet alliage comporte une fraction volumique de phase  $\gamma'$  plus élevée que le René 65, d'environ 0,45 [115]. Trois pions de compression ont été prélevés à partir de la partie utile d'une éprouvette de torsion restant d'une précédente étude. Ce sont des pions cylindriques de diamètre 6 mm et de hauteur 9 mm. Le chemin thermomécanique subi par l'éprouvette étant inconnu, un premier traitement thermique destiné à homogénéiser et réduire l'énergie stockée, tout en maintenant une microstructure de grains fins, a été appliqué. Il consiste en un maintien de 6 heures à  $1070^{\circ}C$ . A l'issue de ce traitement, la microstructure est fine, homogène, sans énergie stockée et les précipités  $\gamma'$  primaires se trouvent aux joints de grains. Ensuite, le même traitement de recuit (avec refroidissement lent) que pour le René 65 est appliqué. L'état obtenu est présenté en figure 4.26. L'image en électrons rétrodiffusés (fig. 4.26-a) suggère qu'une enveloppe de phase  $\gamma$  englobe chaque précipité  $\gamma'$  primaire. La figure 4.26-b permet de le confirmer et de vérifier la relation d'orientation entre chaque couple  $\gamma'$  primaire - enveloppe  $\gamma$ . Un phénomène de précipitation inverse a donc eu lieu au cours du traitement de recuit, dans cet alliage également. Enfin, tout comme dans le René 65, de nombreuses dislocations sont présentes à l'intérieur des précipités  $\gamma'$  primaires (fig. 4.26-c,d).

Elément	Ni	Al	В	Co	Cr	Fe	Mo	Nb	Ti	W	Zr	С
% mass.	bal.	2,1	0,016	13	16	1	4	0,7	3,7	4	$0,\!05$	< 0,02

TABLE 4.4 – Composition chimique de l'Udimet 720, [115].



FIGURE 4.26 – Udimet 720 ayant subi le traitement de recuit. a) Image BSE; b) Image FSE présentant un contraste topographique et cristallographique. c,d) Images ECCI de deux précipités  $\gamma'$  primaires contenant une forte densité de dislocations.

Udimet 720 recuit, déformé à chaud Les pions cylindriques d'Udimet 720 traités sont ensuite déformés à chaud, suivant un protocole identique à celui appliqué pour le René 65. Les conditions de déformation incluent deux températures et deux vitesses de déformation : 1000°C et  $\dot{\varepsilon} = 0, 1s^{-1}$ ; 1040°C et  $\dot{\varepsilon} = 0, 1s^{-1}$  et 1040°C et  $\dot{\varepsilon} = 0, 01s^{-1}$ . Les microstructures obtenues peuvent alors être comparées deux à deux. Lors de l'essai les pions sont réduits de moitié en hauteur, ce qui correspond à un niveau de déformation nominal de 0,7. Les cartographies EBSD sont réalisées au centre des échantillons et sont traitées en utilisant un double seuillage sur le paramètre GOS.



FIGURE 4.27 – Microstructure d'un échantillon d'Udimet 720 recuit puis déformé à  $1000^{\circ}C$  et  $\dot{\varepsilon} = 0, 1s^{-1}$  et trempé. a) Image en électrons rétrodiffusés ; b-d) Cartographies EDS-EBSD correspondantes, contraste de bandes superposé avec b) la cartographie de phases issue du couplage EDS-EBSD ; c) la cartographie d'orientation ; d) le paramètre GOS dans la matrice.

La figure 4.27 présente la microstructure de l'échantillon déformé à 1000°C et  $\dot{\varepsilon} = 0, 1s^{-1}$ . La comparaison de cette figure avec les cartographies d'orientation (fig 4.27-c) et de GOS (fig.4.27-d) révèle la présence de deux populations de grains recristallisés, dont l'une est hétéro-épitaxiée. Un exemple typique de grain HERX est encadré sur les quatre images. La distribution de GOS dans la matrice permet d'identifier une troisième population de grains, selon leur écrouissage. Les trois populations sont présentées en figure 4.28. Des dépouillements similaires ont été effectués pour les autres conditions de déformation, conduisant aux résultats résumés en figure 4.29. Concernant l'influence de

la température de déformation à  $0,1s^{-1}$ , l'aire moyenne des deux populations de grains recristallisés augmente avec la température. La fraction de grains hétéro-épitaxiés est plus haute : à la vitesse de  $0, 1s^{-1}$  pour la température de  $1040^{\circ}C$ ; à la température de  $1000^{\circ}C$  pour la vitesse de  $0, 01s^{-1}$ . Ces résultats sont en accord avec la dépendance déjà observée dans le René 65.



FIGURE 4.28 – Seuillage des populations écrouie, HERX et DDRX dans l'Udimet déformé à  $1000^{\circ}C$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0, 1s^{-1}$  et trempé. a) Cartographie des GOS de la matrice; b) Distribution de GOS correspondante et seuils appliqués; c) Grains recristallisés DDRX (GOS<1,2°; d) Grains hétéro-épitaxiés (1,2°<GOS<4,1°); e) Grains écrouis (GOS>4,1°).

<b>Fraction</b> Aire moyenne (μm <sup>2</sup> ) Diamètre moyen (μm)	1000°C 0,1 s <sup>-1</sup>	1040°C 0,1 s <sup>-1</sup>	1040°C 0,01 s <sup>-1</sup>	
	0,03	0,08	0,14	
Grains écrouis	61	9,0	1964	
	2,1	1,3	5,0	
	0,30	0,24	0,21	
Grains HERX	9,0	16	88	
	nd	nd	nd	
	0,67	0,68	0,65	
Grains DDRX	3,1	9,0	88	
	1,0	1,3	2,3	

FIGURE 4.29 – Statistiques de recristallisation dans l'Udimet 720.

#### **RR1000**

L'alliage RR1000 est un alliage  $\gamma/\gamma'$  dont la composition est présentée dans le tableau 4.5. Sa température de solvus est de 1145°C. Un échantillon a été prélevé dans une chute de pièce forgée présentant une structure de grains fins, avec écrouissage résiduel.

**RR1000 après traitement de recuit** Pour cet alliage, le traitement de recuit appliqué consiste en un plateau de 2 heures à  $1095^{\circ}C$ , suivi d'un refroidissement jusqu'à  $745^{\circ}C$  à  $5^{\circ}C/\text{min}$ . La microstructure obtenue est présentée en figure 4.30.

élément	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	В	Zr	Hf	Ta	С
% mass.	bal.	18,5	$15,\!0$	$^{5,0}$	3,0	3,6	$0,\!015$	0,06	$0,\!5$	2,0	$0,\!027$

TABLE 4.5 – Composition chimique de l'alliage RR1000.



FIGURE 4.30 – Microstructure de l'alliage RR1000 après traitement de recuit. a) Image FSE présentant un contraste topologique et un contraste d'orientation; b) Contraste de bandes; c) Cartographie d'orientation superposée au contraste de bandes; d) KAM superposé au contraste de bandes.

Les paramètres de GOS et GAM moyens mesurés sur cette cartographie étant de 0,5°, on peut en conclure que l'énergie stockée est très basse et homogène à l'état recuit. Le maintien à 1095°C a donc permis d'effacer les hétérogénéités d'énergie stockée. A l'issue du traitement de recuit, les précipités  $\gamma'$  primaires sont tous enveloppés de phase  $\gamma$  épitaxiée. Les précipités annotés A, B, D, E et F sur la figure 4.30-b sont les cas les plus flagrants, puisqu'une macle thermique traverse le précipité et son enveloppe épitaxiée. La cartographie d'orientation (fig. 4.30-c) permet de confirmer la relation de cohérence et la cartographie des KAM (fig. 4.30-d) montre que, comme dans le René 65, la désorientation à l'interface  $\gamma' - \gamma$  recristallisé n'est pas mesurable par EBSD.

**RR1000 recuit puis déformé à chaud** Un pion de compression cylindrique (de hauteur 9 mm et de diamètre 6 mm) ayant subi le traitement de recuit a été déformé à  $1060^{\circ}C$ ,  $0,01 \ s^{-1}$ , pour une réduction en hauteur de 0,5 puis trempé. La microstructure obtenue est présentée en figure 4.31, elle est en début de recristallisation (fig. 4.31-a). Les grains recristallisés représentent 15% de la surface de la matrice et sont localisés soit autour des précipités  $\gamma'$  primaires (fig. 4.31-b) soit au niveau des joints de grains. Les sous-structures très développées visibles sur la cartographie 4.31-c suggèrent que l'un des mécanismes de recristallisation actifs à cette température est la recristallisation dynamique continue. L'autre mécanisme est la recristallisation en hétéro-épitaxie, comme le révèle la cartographie d'orientation (fig. 4.31-d). Un exemple typique de pré-

cipité associé à un grain épitaxié est encadré sur les cartographies. Ce résultat démontre que la recristallisation en hétéro-épitaxie se produit également dans cet alliage.



FIGURE 4.31 – Microstructure de l'alliage RR1000 recuit puis déformé à  $1060^{\circ}C$  et 0,01  $s^{-1}$ . a) Cartographie de GOS de la matrice; b) Cartographie de phases issue du couplage EDS-EBSD; c) Cartographie de KAM de la matrice; d) Cartographie d'orientation des deux phases.

#### AD730

L'AD730 présente une température de solvus de  $1100^{\circ}C$  [116] et sa composition chimique est présentée dans le tableau 4.6. Pour cet alliage, seul le traitement de recuit a été réalisé, la température de palier est de  $1050^{\circ}C$  et le refroidissement à  $5^{\circ}C/min$  a été mené jusqu'à 710 °C.

élément	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	W	Zr	В	С
% mass.	bal.	8,5	15,7	$3,\!1$	2,25	3,4	$1,\!1$	2,7	$0,\!03$	0,01	0,015

TABLE 4.6 – Composition chimique de l'AD730, [116].

La figure 4.32 présente trois exemples de précipités  $\gamma'$  primaires entourés d'un germe hétéro-épitaxié. Dans cet alliage, la précipitation inverse est donc possible.



FIGURE 4.32 – Microstructure de l'AD730 après traitement de recuit.

# 4.5 Conclusion : interactions entre les mécanismes de recristallisation et les phénomènes de précipitation

## 4.5.1 Cinétiques de recristallisation dynamique dans le René 65

Ce chapitre traite des interactions entre les phénomènes de précipitation et de recristallisation en régime dynamique, alors que deux mécanismes de recristallisation sont actifs.

Le mécanisme de recristallisation en hétéro-épitaxie a une dépendance doublement originale aux conditions de déformation, comparé aux autres mécanismes plus conventionnels : pour un niveau de déformation donné, il est favorisé aux **basses températures** et aux **vitesses élevées**. Cette dépendance spécifique est due aux interactions entre diverses forces motrices. D'une part, la variation des potentiels chimiques et de la solubilité des éléments  $\gamma$ -gènes en fonction de la température stabilise les germes aux basses températures et tend à les dissoudre lorsque la température augmente. D'autre part, l'apport d'énergie, stockée sous forme de dislocations dans les grains de matrice, stimule la croissance des germes. Plus le matériau est déformé à basse température et rapidement, plus la croissance des germes est stimulée avant qu'ils ne se soient dissout. Lors de la déformation, la fraction volumique de phase  $\gamma'$  évolue de façon à se mettre à l'équilibre à la température concernée. La population de précipités primaires évoluant peu cette mise à l'équilibre se produit essentiellement par évolution des précipités  $\gamma'$  secondaires. Ces précipités sont exclusivement localisés dans les grains de matrice initiale, les grains recristallisés étant dépourvus de précipités intragranulaires. Alors qu'une partie des précipités secondaires est dissoute dans le front de recristallisation (aux basses déformations notamment), la population restante se subdivise en deux groupes distincts :

- de grands précipités secondaires, dont la taille est supérieure à celle des précipités secondaires à l'état recuit. Au cours de la déformation, la taille moyenne et la fraction volumique de ces précipités augmente. Ils se développent préférentiellement au niveau des joints de grains.
- les petits précipités secondaires, dont la taille est inférieure à la taille initiale des secondaires à l'état recuit. Ils se dissolvent au cours de la déformation.

Cette évolution des précipités  $\gamma'$  se produit simultanément aux phénomènes de recristallisation dynamique et les précipités secondaires s'étant développé bloquent le mouvement des joints de grains recristallisés, quel que soit le mécanisme de recristallisation. Les évolutions des précipités étant liées à la diffusion des éléments  $\gamma'$ -gènes, elles sont plus prononcées lorsque la vitesse de déformation est basse (donc le temps d'exposition à température, long). De ce fait, la taille de grains recristallisés ainsi que la fraction recristallisée sont plus élevées à haute vitesse de déformation, même pour le mécanisme de recristallisation conventionnel (DDRX). Cela va à l'encontre du comportement classique en recristallisation dynamique.

Les évolutions microstructurales ont été quantifiées et étudiées en détail dans ce chapitre, en régime strictement dynamique. Il a été montré que le mécanisme de recristallisation en hétéro-épitaxie était dominant aux basses déformations, mais que les grains particuliers qui en résultent tendent à être remplacés par les grains DDRX ou CDRX, moins écrouis car apparus plus tardivement.

## 4.5.2 Recristallisation en hétéro-épitaxie dans d'autres alliages et cinétiques correspondantes

Les caractéristiques du mécanisme en hétéro-épitaxie ont été étudiées en détail dans le René 65; mais il se déclenche aussi potentiellement dans d'autres alliages  $\gamma - \gamma'$  possédant un faible écart de paramètre de maille. Il a pu être observé dans les
alliages Udimet 720Li, RR1000 et AD730, soumis à un chemin thermique favorable. La dépendance de la fraction HERX aux conditions thermomécaniques dans l'Udimet 720 est similaire à celle observée dans le René 65.

Une meilleure compréhension de la transformation de phase initiant ce mécanisme permettra de mieux comprendre dans quelles mesures il peut avoir lieu : la variation relative de composition chimique des deux phases, l'évolution de l'écart de paramètre de maille avec la température et notamment la température à laquelle il est le plus faible sont sans doute les paramètres-clé pour mieux comprendre ce mécanisme.

## Deuxième partie

## Traitement de mise en solution appliqué aux microstructures déformées à chaud

## Chapitre 5

## Croissance sélective de grains au cours de traitements de mise en solution

Il est difficile d'attraper un chat noir dans une pièce sombre, surtout quand il n'y est pas.

Proverbe chinois

L'étude de la stabilité de la microstructure reçue (section 2.5) a permis de mettre en évidence un phénomène de croissance sélective de grains. Il se caractérise par l'existence d'une température seuil, de  $1065^{\circ}C$  dans le cas de la microstructure reçue. Comme déjà discuté dans la section 2.4.2, ce phénomène n'est pas à proprement parler un cas de croissance anormale puisqu'il implique la présence d'énergie stockée sous forme de dislocations dans la microstructure.

Des phénomènes similaires ont été reportés et étudiés dans d'autres superalliages à base nickel, initialement sans énergie stockée, ayant subi une étape de déformation (à chaud ou à froid), suivie d'un traitement thermique (sub-solvus ou super-solvus). Les profils typiques de la taille du plus grand grain, observé dans un gradient de déformation, sont présentés en figure 5.1, dans le cas de l'alliage René 88 DT [117]. On distingue, aux très basses déformations, une taille de grains stationnaire puis, lorsque la déformation augmente, un pic suivi d'une décroissance. Dahlen [118] reporte que le pic correspond, dans l'alliage N18, à une distribution bimodale de tailles de grains, avec une majorité de grains fins et quelques grains de taille nettement supérieure, contenant une faible densité de dislocations. Ce profil a été obtenu dans des nuances  $\gamma - \gamma'$  élaborées par voie coulée-forgée : Waspaloy, Inconel X-550, Nimonic 80A [119] ; mais aussi par métallurgie des poudres : N18 [120], René 95 [121], René 88DT [37, 117], Astroloy [118] ; ainsi que des nuances  $\gamma - \gamma$ " comme l'Inconel 718 [25, 36, 122, 123]. Certaines de ces publications reportent l'existence d'une plage de déformation "critique" [119] pour l'apparition des grains anormalement larges ("anormaux"). Le seuil de déformation critique auquel ces grains apparaissent,  $\varepsilon^C$ , est faible voire très faible; il vaut en général quelques pourcent. La plage de déformation critique est étroite; elle varie d'un alliage à l'autre et en fonction du traitement thermique appliqué et n'excède pas 15% de déformation. Pour prévenir la formation de telles configurations microstructurales, une première solution consiste à simplement éviter ces plages de déformation critiques [33, 117]. Suivant cette idée, de nombreuses études ont été menées, leur but étant de déterminer la plage de déformation critique d'un alliage donné, pour un traitement thermique donné.



FIGURE 5.1 – Profil de tailles de grains moyenne (Background) et maximale (ALA) en fonction du niveau de déformation, dans le René 88DT déformé à température ambiante puis traité dans le domaine super-solvus (1150°C, 2h). D'après Blankenship et al. [117].

En revanche, peu d'études se focalisent sur les mécanismes microstructuraux conduisant à de telles microstructures. La croissance exclusive de certains grains de la microstructure est permise, soit par une mobilité plus élevée de certains joints de grains, soit par l'existence d'une force motrice permettant une croissance sélective. On distingue, parmi les hypothèses proposées :

 - 1/ une force d'ancrage de Smith-Zener insuffisante : dans les alliages contenant des particules de seconde phase destinées à bloquer le mouvement des joints de grains, une pression d'ancrage de Smith-Zener globalement ou localement faible (absence de particules, ou simplement une fraction faible pour une taille moyenne de particules élevée) peut permettre à certains grains de se développer davantage que les autres.

- 2/ une orientation cristallographique favorisée : dans les matériaux fortement texturés, ne contenant que des LAGB, un grain d'orientation différente est délimité par un joint de grains HAGB dont la mobilité est largement supérieure.
- 3/ une distribution d'énergie stockée propice à la croissance de certains grains : une distribution d'énergie stockée hétérogène ou bien la présence d'un niveau d'énergie stockée suffisant, peut permettre la croissance des grains dont la densité de dislocations est basse. Il peut s'agir de grains déjà présents dans la microstructure ou bien de grains recristallisés.

Les microstructures déformées présentées dans la littérature sont relativement homogènes en termes de tailles de grains et non-texturées [33], l'hypothèse 2/ peut donc être éliminée.

Plusieurs cas peuvent ensuite être distingués, selon les conditions de déformation : à température ambiante ou élevée; et de traitement thermique : au-dessus ou en-dessous de la température de solvus.

Dans le cas d'une déformation à température ambiante et un traitement super-solvus, l'hypothèse avancée est celle de la *recristallisation statique "critique"* [37, 118]. L'énergie stockée sous forme de dislocations durant l'étape de compression est la force motrice pour la recristallisation statique, lors du traitement thermique. En-dessous du niveau de déformation critique, la quantité d'énergie stockée est insuffisante et ne permet pas la germination de nouveaux grains recristallisés. La densité de dislocations étant faible, seuls des phénomènes de restauration ont lieu dans les grains initiaux. Ces phénomènes ne modifient pas la taille de grains. Aux niveaux de déformation élevés, la quantité d'énergie stockée permet la recristallisation statique complète. Les grains déformés sont entièrement remplacés par des grains recristallisés. Dans le régime de recristallisation, pour un traitement super-solvus, la taille des grains recristallisés est limitée par la densité de germes [117]. Sur la plage de déformation critique, l'énergie stockée ne permet la germination que d'un nombre restreint de grains qui consomment entièrement la microstructure initiale [37]. Leur taille devient donc très supérieure à la taille de grains initiale.

Dans le cas d'un traitement sub-solvus suivant une étape de déformation à froid, la présence de particules de seconde phase devrait limiter la croissance exagérée des grains recristallisés [117, 121, 124]. Dahlen et al. [118] ont néanmoins observé ce phénomène dans l'Astroloy, en présence de particules de seconde phase. Selon ces auteurs, il s'agit là-aussi d'un cas critique de recristallisation statique : le niveau de déformation critique est simplement supérieur au niveau de déformation requis pour déclencher la germina-

tion de nouveaux grains recristallisés. Dans ce cas, l'apparition de grains "anormaux" est due à la combinaison de deux facteurs : d'une part une force d'ancrage (par les particules de seconde phase) insuffisante pour bloquer le mouvement des joints de grains et d'autre part un apport d'énergie stockée faible mais suffisant pour déclencher la germination d'un nombre restreint de germes recristallisés.

Enfin, dans le cas d'une déformation à chaud, la "plage de déformation critique" varie en fonction des conditions de déformation (dont les paramètres sont la température et la vitesse de déformation) [120, 124, 125]. A haute température, des phénomènes de restauration et de recristallisation dynamique et/ou post-dynamique ont lieu dans la microstructure. Selon Blankenship et al. [117], les tendances établies dans le cas d'une déformation à température ambiante devraient pouvoir être translatées à haute température, en prenant en compte les phénomènes de recristallisation dynamique. Des études sont consacrées à la variation de la plage critique de déformation, en fonction des conditions de température et de vitesse, mais les mécanismes de formation des grains anormaux dans ce contexte restent difficiles à établir [124]. Certains grains peuvent être la conséquence d'une force d'ancrage de Smith-Zener localement insuffisante ; un exemple est présenté en figure 5.2. Cependant, des grains "anormaux" peuvent se développer malgré la présence de précipités  $\gamma'$  primaires. La micrographie présentée en figure 5.3, montre effectivement des grains très larges qui se sont développés malgré la présence de précipités  $\gamma'$  primaires.



FIGURE 5.2 – Croissance anormale de grains attribuée à une distribution inhomogène de particules de seconde phase. René 65 déformé à chaud puis traité pendant 2h à  $1065^{\circ}C$ . Microscopie optique sur un échantillon attaqué au réactif de Kalling.



FIGURE 5.3 – Microstructure hétérogène, obtenue après un traitement de 2h à  $1065^{\circ}C$  dans le René 65 déformé à chaud. Microscopie optique sur un échantillon attaqué au réactif de Kalling.

Selon Agnoli et al. [36], une distribution hétérogène d'énergie stockée à l'état déformé, serait à l'origine de la formation de microstructures hétérogènes durant le traitement thermique. Les grains qui se développent durant le traitement thermique sont ceux dont l'énergie stockée est la plus basse. Ce sont soit des grains déjà présents à l'état déformé et issus de phénomènes de recristallisation dynamique, soit des grains qui germent et se développent durant le traitement thermique. Le premier scénario correspond à un phénomène de croissance de grains simple ; le second est un phénomène de recristallisation statique avec une étape de germination. Les études menées jusqu'alors n'ont pas permis de déterminer quel scénario a lieu, ces grains étant par définition peu nombreux voire absents dans la microstructure écrouie. Néanmoins, Agnoli et al. reportent que le phénomène de croissance sélective admet un temps d'incubation. Cela correspondrait à l'étape de germination dans le cas du second scénario, et renforce l'hypothèse de recristallisation statique.

En ce qui concerne le René 65, l'étude de la stabilité de la microstructure reçue (section 2.4.2) a montré l'existence d'une température de traitement critique, de  $1065^{\circ}C$ , pour l'apparition de grains "anormaux". Il conviendrait donc d'éviter cette température de traitement. Or, il a été vu que les traitements effectués aux températures supérieures à  $1060^{\circ}C$  permettent de dissoudre totalement les précipités  $\gamma'$  secondaires. La température de traitement est extrêmement important d'un point de vue industriel puisqu'il permet en

théorie de diminuer la contrainte d'écoulement et d'effacer les hétérogénéités d'énergie stockée entre deux passes de déformation. Il est donc indispensable de pouvoir prévoir l'apparition de ce phénomène et de comprendre son origine, afin de pouvoir l'éviter. L'objectif de ce chapitre est de déterminer les *conditions de déclenchement* de la croissance sélective ainsi que sa *cause métallurgique*. Cela inclut la détermination des conditions de déformation critiques pour le déclenchement du phénomène et une analyse précise des microstructures sensibles à ce phénomène. Au-delà de cet objectif, la compréhension des mécanismes de croissance sélective peut permettre de proposer des solutions pour pouvoir la prévenir. Pour ce faire, des pions double-cônes déformés dans des conditions ( $T, \dot{\varepsilon}, \varepsilon$ ) connues sont traités à 1065°C (retenue comme température « critique » de mise en solution), afin de déterminer leur sensibilité à la croissance sélective. La microstructure initiale est donc une première variable, la durée de traitement est la seconde. La variation du temps de maintien permet d'identifier la cinétique de développement des grains anormaux, mais également de comprendre les mécanismes à l'origine de ce phénomène.

### 5.1 Caractéristiques des microstructures contenant des grains "anormaux"

D'après la section 2.4.2, les grains anormaux se développant dans les ZE ont plusieurs particularités :

- leur **taille** : ces grains peuvent atteindre plus de 100  $\mu m$  en diamètre de cercle équivalent et recouvrent l'ensemble des ZE initiales (voir fig. 5.4-a,b).
- la présence de **précipités primaires intragranulaires** : en conséquence de leur croissance exagérée, ces grains contiennent de nombreux précipités  $\gamma'$  primaires, comme illustré sur la figure 2.29-b-d et 5.4-b.
- un faible niveau d'énergie stockée : ces grains comportent très peu de désorientations intragranulaires (la valeur du GOS y est inférieure ou égale à 0, 5° (valeur correspondant à la précision de la mesure d'orientation par EBSD), comme illustré sur la cartographie de la figure 5.4-c. Ces grains se sont développés en consommant l'énergie stockée dans la matrice initiale (tableau 2.3).
- la tortuosité des joints de grains, qui est une conséquence de la croissance dans un champ d'énergie stockée hétérogène, et en présence de précipités primaires. Comme illustré sur la figure 5.4-b, les joints des grains anormaux sont particulièrement ondulés et présentent des protubérances convexes, dues à la migration locale de ces joints sous l'effet des hétérogénéités d'énergie stockée de la matrice.

 leur densité de macles thermiques : les microstructures présentées en figures
2.29 et 5.4 révèlent que ces grains sont fortement maclés. La diversité des orientations observées au sein de chacun de ces grains témoigne de nombreux maclages successifs, par comparaison des figures 5.4-a et b.



FIGURE 5.4 – Microstructure de l'échantillon traité à  $1065^{\circ}C$  pendant 2h. a) Cartographie d'orientation; b) Grains colorés en couleurs arbitraires en considérant les joints de macles comme des défauts intragranulaires; c) GOS.

Afin de confirmer que ces grains sont effectivement plus maclés que si ils s'étaient développés sous la seule force de capillarité et en l'absence de précipités, un échantillon ne contenant initialement pas d'énergie stockée a été traité dans le domaine super-solvus (maintien de 15 minutes à 1150°C), de manière à atteindre une taille de grains moyenne similaire à celle de l'échantillon traité à 1065°C. Les paramètres  $N_L^{TB}$  et  $N_G^{TB}$  ont été mesurés dans ces deux échantillons. La figure 5.5 présente les microstructures considérées, avec des grains colorés de manière arbitraire selon les critères correspondant au calcul de  $N_1$  et  $N_2$  de  $N_G^{TB}$ .



FIGURE 5.5 – Microstructures (une couleur par grain) des échantillons traités à : a-b) 1065°C-2h (fig. 5.4), c-d) 1150°C-0,25h et sans énergie stockée. a,c) Critère pour le calcul de  $N_1$ , b,d) Critère pour le calcul de  $N_2$ . Les précipités  $\gamma'$  primaires apparaissent en noir.

Le tableau 5.1 résume les grandeurs mesurées dans chacune des microstructures. Les grains anormaux se caractérisent par une densité de macles  $N_L^{TB}$  presque deux fois plus élevée que des grains s'étant développés par capillarité et en l'absence de précipités  $\gamma'$  primaires. La comparaison des paramètres  $N_G^{TB}$  de chaque type de grains permet de montrer que les phénomènes de maclage thermique sont environ 4 fois plus fréquents dans les grains anormaux que dans les grains issus de la croissance pilotée par la capillarité, dans le domaine super-solvus. Ces proportions sont cohérentes avec les valeurs calculées par Agnoli [25] dans l'Inconel 718, reportées entre parenthèses dans le tableau 5.1. Bien que la taille de grains soit différente (50  $\mu m$  dans l'Inconel 718 contre 80-85  $\mu m$  dans le René 65) le ratio  $N_L^{TB}/N_G^{TB}$  est identique dans les deux matériaux.

traitement	$\bar{D}~(\mu m)$	$N_L^{TB} \ (mm^{-1})$	$N_G^{TB}$
$1065^{\circ}C - 2h$	81 (50)	<b>96</b> (150)	10,5(7,7)
$1150^{\circ}C - 0,25h$	85 (50)	<b>51</b> (64)	2,4 (3)

TABLE 5.1 – Caractéristiques des macles thermiques dans les microstructures présentées en figure 5.5. Les valeurs indiquées entre parenthèses sont celles mesurées par Agnoli [25] dans l'Inconel 718.

Les mécanismes de formation des macles thermiques proposés dans la littérature permettent d'émettre des hypothèses justifiant le nombre élevé et la forte densité de macles dans les grains "anormaux". De nombreuses études portent sur l'évolution de la densité de macles, lors de traitements thermiques, dans des matériaux purs ou alliés. Différents mécanismes de formation des macles thermiques lors de la croissance de grains ont été proposés, on distingue : le mécanisme de *rencontre* de deux grains ayant une relation d'orientation définissant une macle [126-128]; le mécanisme d'accumulation des fautes d'empilement [129]; celui de dissociation [130] et celui de l'accident de croissance [131]. Ce dernier est le plus répandu et deux modèles visant à prédire la densité de macles thermiques sous cette hypothèse ont été proposés : celui de Gleiter [132] et celui de Pande [133]. Ce dernier prend en compte l'amplitude de la force motrice F stimulant la croissance de grains selon la formule :  $dN \propto dD \times F$  où dN est le nombre de joints de macles formées, dD est l'augmentation de taille de grain au cours d'un incrément de temps. Ce modèle prédit une diminution de la densité de macles thermiques au cours de la croissance de grains, en conséquence de la diminution de la force motrice F, et a été validé expérimentalement [134, 135]. Cependant, Jin et al. [24] ont montré qu'il était insuffisant pour expliquer l'évolution de la densité de macles au cours de la croissance de grains sous l'effet d'une différence d'énergie stockée (recristallisation statique). Deux scenarii ont été proposés pour expliquer la diminution de la densité de macles en régime de croissance de grains et son augmentation lors de croissance sous l'effet d'une différence d'énergie stockée (fig. 5.6). Une macle thermique  $\Sigma$ 3 cohérente est formée sur une facette {111}, selon le modèle de l'accident de croissance, par l'apparition d'un plan de type A au lieu d'un plan de type C. L'accident de croissance a lieu au niveau du front de migration d'un grain qui migre de bas en haut sous l'effet d'une différence d'énergie stockée (cas 5.6-a) ou de la capillarité (cas 5.6-c). Dans le cas a) la courbure du joint de grains est convexe, et la macle s'étend au cours de la croissance du grain, selon la figure 5.6-b. Selon ce modèle, le nombre de macles par grain  $N_G$  augmente au cours de la croissance sous une différence d'énergie stockée. Dans le cas b), la courbure du joint de grains est concave, ce qui est le cas pour la croissance de grains sous l'effet de la capillarité. L'apparition de la macle s'accompagne de la formation de dislocations partielles de Shockley à ses extrémités [136] (deux par plan atomique), représentées par des croix rouges. Ces dislocations forment des joints de type  $\Sigma$ 3 incohérents. L'énergie d'un joint  $\Sigma$ 3 incohérent est plus élevée que celle d'un joint  $\Sigma$ 3 cohérent [137], cette configuration est donc plus couteuse en énergie. Au cours de la croissance de grains, fig. 5.6-d, les dislocations s'empilent derrière le front de migration. Ces dislocations étant mobiles, elles peuvent s'annihiler au cours de la migration du joint de grains. En conséquence, selon ce modèle, la densité de macles thermiques est susceptible d'augmenter dans le cas d'un front de migration à courbure convexe, soit en présence d'énergie stockée. Jin et al. [24] montre qu'il semble en effet que la densité de macles se formant a cours de la recristallisation du Nickel pur soit directement corrélée à la tortuosité du front de recristallisation. Dans le cadre des traitements thermiques de ce chapitre, le front de migration présente effectivement des portions convexes. C'est donc un premier facteur qui pourrait permettre d'expliquer la densité de macles élevée dans les grains "anormaux".



FIGURE 5.6 – Création d'une macle thermique cohérente (trait rouge) par accident de croissance : formation d'un plan A au lieu d'un plan C sur une facette {111}. a) Formation de la macle dans un front de croissance convexe (front de recristallisation); b) Extension de cette macle au cours de la croissance du grain recristallisé; c) Formation de la macle dans un front de croissance concave (croissance de grains par capillarité). Les dislocations partielles de Shockley qui accompagnent sa formation sont représentées par des croix rouges; d) Migration du joint de grains et formation de segments incohérents derrière ce joint par empilement de dislocations derrière le front de migration. D'après [24].

La comparaison de la morphologie des joints de grains des microstructures présentées en figure 5.5 montre que les joints des grains "anormaux" sont beaucoup plus tortueux que les joints des grains formés lors de la croissance dans le domaine supersolvus. L'estimation de la tortuosité de joints de grains a été effectuée de manière indirecte par la mesure de la longueur de joints de grains par unité de surface,  $L_A^{HAGB}$ (formule 2.2). Les résultats de ces mesures sont résumés dans le tableau 5.2.

condition	$L_A^{HAGB} \ (mm^{-1})$		
$1065^{\circ}C$ -2h; grains "anormaux"	$55,\!5$		
1150°C-0,25h, croissance par capillarité	46,8		

TABLE 5.2 – Longueur surfacique de joints de grains dans les microstructures présentées en figure 5.5.

La longueur de joints de grains par unité de surface est plus élevée dans le cas de grains anormaux que dans le cas de croissance par capillarité, avec un écart relatif de 19%. Les distributions de tailles de grains étant similaires, cet écart est du à la tortuosité plus marquée des grains "anormaux". Ces irrégularités du front de migration sont autant de portions localement convexes du joint de grains. Selon le raisonnement de Jin et al., les macles thermiques se formant dans ces régions peuvent subsister et se développer au cours de la croissance du grain.

L'examen de la localisation précise des macles à l'intérieur des grains "anormaux" permet de mettre en évidence un lien entre leur localisation et la position de certains précipités  $\gamma'$  primaires. Plusieurs exemples sont visibles dans l'encadré de la figure 2.29-c, reportée en figure qui correspond au grain entouré en rouge sur la même figure. Les macles thermiques sont souvent localisées au niveau des précipités  $\gamma'$  primaires; débutent au niveau des précipités et s'étendent jusqu'au bord du grain. Parfois, un maclage double est observé, encadrant un précipité, seulement sur l'un des côtés de ce dernier. C'est le cas du précipité central dans l'encadré, qui marque le début d'une macle bordée de deux joints, qui s'étend jusqu'au bord du grain. Des configurations similaires ont été reportées dans d'autres alliages : au niveau de carbures de Niobium NbC dans l'Inconel 718 [138] et au niveau de précipités  $\gamma'$  primaires dans l'alliage PER72 [23]. Cette observation suggère que l'interaction du joint de grains en mouvement et la particule de seconde phase puisse jouer un rôle dans le mécanisme de formation des macles thermiques. Kim et Kishi [139] ont étudié l'interaction entre un joint de grains courbé (initialement concave) et une particule de seconde phase, par éléments finis. La figure 5.8 présente l'évolution de la courbure du joint de grains en fonction du temps. A l'état initial, le joint de grains est en contact ponctuel avec la particule, au niveau du point C. Bien qu'il ne s'agisse pas de la concavité d'intérêt ni d'une position physiquement possible du joint de grains [32], le schéma 5.8-a montre une inversion de la courbure du joint de grains lors de son passage au niveau de la particule. En particulier, avant de se détacher de la particule, il devient convexe et fortement courbé. La vitesse de migration locale au niveau du point C (fig. 5.8-b) montre une accélération lorsque le joint entre en contact avec la particule (premiers instants de la simulation) et après que le joint de grains se soit détaché de la particule (au niveau de la ligne en pointillés). La vitesse de migration du point T, localisé loin de la particule, est fixée. La courbure locale forte du joint de grains au cours de ce processus et son changement de convexité sont favorables, en cas de formation d'une macle, à son extension au cours de la croissance de grains. De plus, plusieurs auteurs ont reporté qu'une vitesse de migration élevée du joint de grains pourrait stimuler la formation de macles thermiques [23, 136]. Les deux zones d'accélération identifiées sur la figure 5.8-b sont en effet localisées de part et d'autre de la particule, ce qui correspond aux zones de maclage préférentielles identifiées dans la figure 2.29-c.



FIGURE 5.7 – Microstructure reçue après exposition de deux heures à  $1080^{\circ}C$ , correspondant à la figure 2.29-c.



FIGURE 5.8 – Interaction entre un joint de grains courbé (initialement concave) et une particule de seconde phase. a) Évolution de la courbure locale du joint de grains en fonction du temps; b) distance de migration locale du joint au niveau des points C et T.

Cette accélération locale, associée à la forte courbure du joint de grains pourraient permettre de justifier l'apparition de macles au niveau des précipités  $\gamma'$  primaires.

### 5.2 Influence des conditions de déformation à chaud sur les domaines de croissance sélective

Dans cette section, l'influence des conditions de déformation de la microstructure initiale est étudiée. Des pions biconiques déformés à des températures comprises entre  $950^{\circ}C$  et  $1070^{\circ}C$ , des vitesses de 0,001 à 0,01  $s^{-1}$  et des niveaux de déformation de 0 à 1,4 ont été trempés après déformation puis soumis à un traitement de mise en solution dont la température est fixée à  $1065^{\circ}C$ .

#### 5.2.1 Croissance sélective dans un gradient de déformation

La figure 5.9 présente le gradient de microstructure typique observé le long du rayon des pions double-cônes traités. Il s'agit du pion déformé à 1040°C et 0,001  $s^{-1}$ , trempé, puis traité pendant 30 minutes à 1065°C. Le gradient de déformation s'étend de gauche à droite de la figure. Aux niveaux de déformation inférieurs à 0,15, la microstructure est fine et homogène, la distribution de grains est monomodale avec une taille moyenne d'environ 15  $\mu m$ . Au niveau de déformation de 0,15 un premier grain plus grand que les autres apparait. Il présente les mêmes caractéristiques que les grains décrits dans le chapitre 2.4.2 : il contient des précipités  $\gamma'$  primaires et de nombreuses macles thermiques. Avec le niveau de déformation croissant, d'autres grains de ce type apparaissent. Leur nombre augmente avec la déformation, jusqu'à  $\varepsilon = 0, 17$ , où ils recouvrent la totalité des zones équiaxes.



FIGURE 5.9 – Gradient de microstructure ( $\varepsilon$ =0,15 à 0,19) dans l'échantillon déformé à 1040°C, 0,001s<sup>-1</sup>, trempé puis traité à 1065°C pendant 30 minutes. Micrographie en électrons rétrodiffusés.

On retrouve un comportement similaire sur la figure 5.10, qui présente l'évolution de la taille de grains maximale et moyenne (mesurée par méthode d'intersection), le long du rayon de l'échantillon déformé à  $1040^{\circ}C$ ,  $0,01 \ s^{-1}$  et traité pendant une heure à  $1065^{\circ}C$ . A partir de ces mesures, différents domaines peuvent être identifiés.



FIGURE 5.10 – Profils d'évolution des tailles de grains maximum et moyenne, dans le gradient de déformation d'un pion déformé à  $1040^{\circ}C$ ,  $0,01 \ s^{-1}$  et traité pendant une heure à  $1065^{\circ}C$ . A : apparition du premier grain "anormal"; B : les grains "anormaux" recouvrent 100% de la microstructure; C : retour à une distribution monomodale de taille de grains et une microstructure fine.

Aux basses déformations ( $\varepsilon < 0,03$ ), la distribution de taille de grains est fine et homogène; la taille moyenne est de 15  $\mu m$ . Le point A marque le début d'une distribution bimodale de tailles de grains, avec l'apparition du premier grain "anormal". Ce grain crée un pic dans le profil de taille de grain maximum, sans variation significative de la taille moyenne. Sa taille est 8 fois supérieure à celle des autres grains. Sur la plage de déformation A-B, la densité de grains anormaux augmente et leur taille diminue, conduisant à une diminution de la taille de grains maximum et une augmentation progressive de la taille moyenne. Lorsque ces grains occupent la totalité de la microstructure (au niveau du point B), la distribution redevient monomodale, mais grossière. On observe un écart constant entre la taille de grains moyenne et maximum ; ce domaine est représenté en bleu. La taille de grains moyenne diminue lorsque la déformation augmente, jusqu'au point C. Dans ce régime, la taille de grains diminue alors que leur densité augmente. La taille de grains est donc vraisemblablement contrôlée par leur densité. Au-delà du point C, la microstructure est de nouveau fine et homogène et la taille de grains reste stationnaire.

Ces résultats permettent de montrer que pour des conditions de déformation  $(T, \dot{\varepsilon})$  données, le phénomène de croissance sélective génère un pic de taille de grains maximum pour un niveau de déformation critique  $\varepsilon^c$ , suivi d'une décroissance. L'existence d'un seuil de déformation critique a déjà été mentionné et cette évolution particulière de la taille de grains maximum a déjà été observée dans d'autres superalliages à base Nickel. Miller et al. [37] ont observé ce comportement dans le René 88DT, déformé à froid puis traité pendant une minute à  $1150^{\circ}C$  (dans le domaine supersolvus). Dahlen et Winberg [118] reportent également l'existence d'un seuil de déformation critique pour le déclenchement de la croissance sélective dans l'alliage Astroloy, préparé par métallurgie des poudres. Si dans ce type d'alliages, la taille de grains est généralement majorée par la taille des particules de poudre, une petite déformation à froid suivie d'un traitement thermique à température élevée conduit à un phénomène de croissance sélective lors duquel la taille de grains dépasse cette limite. En-dessous du seuil de déformation  $\varepsilon^c$ , la microstructure reste fine et homogène. Au-dessus de ce seuil, ces auteurs ont observé une décroissance progressive de la taille de grains lorsque la déformation augmente. Les niveaux de déformation critiques, dans le cas de déformation à froid, sont de quelques pourcent, Miller et al. reportent  $\varepsilon^c = 0,019$  et Dahlen et Winberg  $\varepsilon^c = 0,02$ . Cet ordre de grandeur est cohérent avec la valeur présentée en figure 5.10 ( $\varepsilon^c = 0, 03$ ), mais varie très probablement d'un alliage à l'autre [124]. Les profils de tailles de grains obtenus dans l'alliage René 65 suivent donc les mêmes tendances que celle reportées dans la littérature.

Néanmoins, dans le cas d'une déformation à chaud, les cinétiques d'écrouissage et de restauration varient en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

# 5.2.2 Domaines $(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)$ sensibles à la croissance sélective de grains

Des pions double-cônes ont été déformés à des températures de 1000, 1040 et  $1070^{\circ}C$ et des vitesses de 0,001 et 0,01  $s^{-1}$ , trempés, puis traités pendant une heure à  $1065^{\circ}C$ . Les tailles de grains moyenne et maximum ont été mesurées le long de leur rayon suivant la méthode décrite au paragraphe précédent. Quelles que soient les conditions de déformation, tous les profils obtenus sont similaires à celui de la figure 5.10, avec toujours les trois mêmes domaines. Pour chaque condition, les niveaux de déformation correspondant aux points A et C ont été déterminés, ce qui permet de tracer l'abaque présenté en figure 5.11. Les plages sensibles à la croissance sélective sont situés entre les lignes pointillées rouge et verte.



FIGURE 5.11 – Plages de déformation menant à une distribution de taille de grains bimodale après traitement d'une heure à  $1065^{\circ}C$ , en fonction de la température et de la vitesse de déformation. Les lignes rouges et verte correspondent respectivement à la position du point A et C identifiés sur la figure 5.10.

La taille de grains maximum varie avec la température; le tableau 5.3 en donne un ordre de grandeur pour chaque température de déformation, mesuré en microscopie optique.

Température (° $C$ )	950	1000	1040	1070
Taille de grains maximum $(\mu m)$	110	150	170	200

TABLE 5.3 – Taille de grains maximum obtenue après une heure à  $1065^{\circ}C$  en fonction de la température de déformation et pour une vitesse de 0,01  $s^{-1}$ .

La plage de déformation critique dépend à la fois de la température et de la vitesse de déformation. Pour une vitesse de déformation donnée, une augmentation de la température décale cette plage vers les basses déformations. A  $1070^{\circ}C$ , la déformation critique est extrêmement basse puisque ce phénomène a été observé jusqu'au bord du pion. Il faut cependant remarquer que malgré l'utilisation d'une géométrie de pions double-cônes spécifique aux faibles déformations, la détermination du seuil  $\varepsilon^c$  exact reste difficile lorsqu'il est inférieur à 0,06. C'est le cas des échantillons déformés à 1070°C et 1040°C-0,001  $s^{-1}$ .

La déformation à une vitesse nominale plus élevée décale la plage de déformation critique vers des déformations plus importantes. Le niveau de déformation critique augmente lorsque la température diminue et lorsque la vitesse de déformation augmente. L'apparition des grains "anormaux" n'est donc pas due à un simple phénomène d'écrouissage critique dans la microstructure.

Lors du traitement thermique à 1065°C, une partie des précipités  $\gamma'$  est dissoute. La quantité de précipités à dissoudre est plus importante lorsque l'échantillon a été déformé à basse température. Il a été vu en figure 4.17 que la fraction de phase  $\gamma'$  atteint la fraction volumique d'équilibre de la température de déformation, à partir d'un niveau de déformation de l'ordre de 0,8 ; aux niveaux de déformation inférieurs, cette fraction volumique est supérieure à la fraction d'équilibre. Lors du traitement à 1065°C, (d'après les calculs Thermocalc des fractions d'équilibre) la fraction de phase  $\gamma'$  à dissoudre est de 10% pour un échantillon ayant été déformé à 1000°C et de 4% pour un échantillon déformé à 1040°C. En pratique, les fractions de phase  $\gamma'$  à dissoudre sont légèrement supérieures à ces valeurs. La comparaison entre les états de précipitation des échantillons déformés à 1040°C et  $\varepsilon$ =0,15 (fig. 5.12) montre que la fraction de précipités  $\gamma'$  est plus élevée dans l'échantillon déformé à 0,01  $s^{-1}$  qu'à 0,001  $s^{-1}$ .



FIGURE 5.12 – Microstructure des pions double-cône déformés à 1040°C,  $\varepsilon = 0,7$  et a)  $\dot{\varepsilon} = 0,001 \ s^{-1}$ ; b)  $\dot{\varepsilon} = 0,01 \ s^{-1}$ .

Parmi les différentes conditions de déformation, les microstructures dans lesquelles la fraction de précipités  $\gamma'$  est la plus élevée à l'état déformé-trempé (basse température et haute vitesse de déformation) sont celles dans lesquelles le seuil critique de déformation est le plus élevé. Il est donc fort probable que les précipités  $\gamma'$  aient une influence importante sur les phénomènes de croissance sélective de grains.

#### 5.3 Mécanismes de croissance sélective de grains

Dans la section précédente, les domaines sensibles à la croissance sélective ont été déterminés, pour différentes conditions de déformation à chaud. Ces domaines correspondent à des niveaux de déformation faibles voire très faibles. Les résultats présentés dans la littérature permettent de retenir deux hypothèses quant à l'origine de ces grains :

- H1/ croissance de germes issus de la recristallisation dynamique lors du traitement thermique.
- H2/ phénomène de recristallisation statique avec germination puis croissance de nouveaux grains lors du traitement.

Ce paragraphe est dédié à la compréhension des mécanismes de croissance sélective, au regard de ces deux hypothèses.

### 5.3.1 Des grains recristallisés dynamiquement à l'origine de la croissance sélective? (H1)

L'étude détaillée des microstructures déformées à chaud et des mécanismes de recristallisation dynamique effectuée en Partie I a permis de montrer que deux mécanismes de recristallisation se superposent dans l'alliage René 65 (et potentiellement aussi dans d'autres alliages  $\gamma - \gamma'$  dans lesquels la croissance sélective a également lieu). Sous l'hypothèse *H1*, les grains "anormaux" peuvent être issus de l'un ou l'autre des deux mécanismes de recristallisation dynamique.

#### a) Rôle des grains HERX dans les phénomènes de croissance sélective

Le mécanisme de recristallisation en hétéro-épitaxie est dominant aux basses déformations. Le nombre de grains HERX présents à l'état déformé-trempé est plus élevé à basse température et à vitesse de déformation élevée (fig. 4.20). Or, comme reporté dans le tableau 5.3, la taille de grains "anormaux" obtenue lors d'un traitement de mise en solution de ces microstructures est relativement basse. A l'inverse, des conditions de déformation ne générant que peu de grains HERX donnent lieu à des grains "anormaux" de taille plus élevée. Dans l'hypothèse ou la taille des grains "anormaux" serait limitée par leur nombre, il existerait une corrélation entre le nombre de grains HERX à l'état déformé-trempé et la taille des grains anormaux obtenue après traitement de mise en solution. Cette tendance est valable pour les conditions de déformation du paragraphe 5.2.2. Les paragraphes suivants sont consacrés à l'étude de l'évolution des grains HERX lors des traitements de mise en solution et de leur rôle dans les phénomènes de croissance sélective.

a-1) Recherche de précipités  $\gamma'$  primaires cohérents dans les grains "anormaux" Parmi les deux mécanismes de recristallisation actifs dans le René 65, l'un d'eux présente des caractéristiques microstructurales facilement identifiables : les grains issus du mécanisme de recristallisation en hétéro-épitaxie présentent tous un précipité  $\gamma'$  primaire intragranulaire de même orientation. Afin de déterminer précisément si les grains anormaux pourraient être issus de la croissance des grains HERX, des microstructures contenant des grains anormaux ont été observées en contraste FSE. Les micrographies FSE présentent l'avantage de combiner un contraste d'orientation et un contraste topologique, qui permet de localiser les précipités  $\gamma'$  primaires cohérents à l'intérieur des grains, s'il y en a. Les grains anormaux pouvant mesurer plus de 100  $\mu m$  de diamètre, ils contiennent potentiellement des dizaines de précipités  $\gamma'$  primaires en position intragranulaire, comme illustré sur les micrographies 5.3. La probabilité p de trouver un précipité  $\gamma'$  primaire cohérent, de diamètre d, dans une coupe 2D d'un grain de diamètre D est de :

$$p = \frac{d}{D} \tag{5.1}$$

En considérant une taille moyenne de précipités de 3  $\mu m$ , la probabilité p vaut 0,03 pour un grain de diamètre 100  $\mu m$ , 0,06 pour un grain de diamètre 50  $\mu m$  et 0,10 pour un grain de diamètre 30  $\mu m$ . Si les grains anormaux contiennent effectivement tous un précipités  $\gamma'$  primaire cohérent, la probabilité d'observer ce dernier est 3 fois plus élevée dans des grains de 30  $\mu m$  que dans des grains de 100  $\mu m$ . L'observation des microstructures de la figure 5.13 montre que des grains HERX sont visibles sur la figure 5.13-a mais beaucoup moins dans la microstructure 5.13-b. La première microstructure a été déformée à un taux plus élevé que la seconde, le stade de développement des grains anormaux correspond à la partie verte sur la figure 5.10. D'après les résultats du chapitre 4, la microstructure -a contient initialement des grains HERX plus larges et plus nombreux que la microstructure -b. De plus, le niveau d'énergie stockée global y est plus élevé. A l'inverse, la deuxième microstructure a été peu déformée, la distribution bimodale de taille de grains obtenue correspond à la partie rouge de la figure 5.10. Seuls quelques grains HERX sont visibles, et comptent parmi les plus petits de la microstructure. Les forces motrices qui s'appliquent sur les grains HERX lors d'une exposition à haute température sont décrites dans le chapitre 3 : un grain HERX peu développé situé dans un champ d'énergie stockée faible sera davantage dissous qu'un grain initialement plus large et situé dans un champ d'énergie stockée plus important.



FIGURE 5.13 – Images FSD de la microstructure du pion double-cône déformé à 1040°C,  $0,01 \ s^{-1}$  puis trempé et traité pendant 20 minutes à 1065°C. a)  $\varepsilon = 0, 30$ , distribution monomodale et fine; b)  $\varepsilon = 0, 17$ , pic de taille de grains et distribution bimodale. Les grains HERX sont entourés en blanc.



FIGURE 5.14 – Image en électrons rétrodiffusés correspondant au même état que la micrographie 5.13-b.

Le fait de ne pas observer de précipités  $\gamma'$  primaires cohérents dans les grains anormaux les plus larges, aux faibles déformations, peut donc être attribué à plusieurs facteurs :

- soit à la probabilité très faible d'observer ce précipité dans une coupe 2D d'un grain de grande taille,
- soit au fait que les grains HERX présents au niveaux de déformation les plus faibles ont effectivement été dissous lors du traitement à 1065°C (comme présenté auparavant sur la figure 3.20), sous l'effet d'une force motrice thermochimique élevée contre une faible différence d'énergie stockée; tandis que les grains HERX initialement plus larges localisés dans les zones plus déformées ont pu se développer sous l'effet de la différence d'énergie stockée.

a-2) Estimation de la taille des grains "anormaux" sous l'hypothèse H1 avec croissance des grains HERX Si les grains "anormaux" sont effectivement issus des grains HERX présents à l'état déformé-trempé, alors il devrait exister une corrélation entre la taille de grains "anormaux" après traitement et la densité de grains HERX (nombre par unité de surface) à l'état déformé-trempé. Il est possible d'estimer la taille moyenne de grains "anormaux"  $D^*$  qui serait atteinte si tous les grains HERX se développaient de cette manière durant le traitement de mise en solution. Sous cette hypothèse, pour une surface considérée S contenant N grains HERX, l'aire moyenne a des grains HERX après traitement serait  $a = \frac{S}{N}$  et le diamètre équivalent des grains "anormaux" serait alors :

$$D^* = 2\sqrt{\frac{S}{\pi N}} \tag{5.2}$$

Cette taille  $D^*$  a été calculée pour l'ensemble des pions traités, et comparée à la taille moyenne de grains mesurée. Les résultats sont reportés en figure 5.15. Pour le pion déformé à 1070°C et 0,001  $s^{-1}$ , la taille D\* coïncide tout à fait avec la taille de grains "anormaux" mesurée. Ce n'est pas le cas pour les microstructures déformées aux températures inférieures,  $1040^{\circ}C$  et  $1000^{\circ}C$ , pour lesquelles la taille de grains "anormaux" est largement sous-estimée par  $D^*$ . Le calcul du paramètre  $D^*$  suppose que tous les grains HERX présents dans la microstructure déformée-trempée vont se développer; la dissolution possible de certains grains à  $1065^{\circ}C$  n'est donc pas prise en compte. On remarque que cette approche est satisfaisante pour la condition  $1070^{\circ}C$ -0,001 s<sup>-1</sup> uniquement. Or, c'est précisément la condition pour laquelle une grande partie des grains HERX a déjà été dissoute durant la déformation (fig. 4.20), et les grains HERX restants sont de grande taille (plusieurs micromètres selon la figure 4.7). La probabilité que ces grains se dissolvent à  $1065^{\circ}C$ , température inférieure à la température de déformation, est donc faible. Pour les cas présentés en figure 5.15-b et -c, la température de déformation est inférieure à la température de mise en solution. Les grains HERX présents à l'état déformé-trempé sont de petite taille (environ 5 à 7  $\mu m^2$  d'après la figure 4.7, ce qui représente moins de 1  $\mu m$  d'épaisseur autour des précipités  $\gamma'$  primaires) et plus nombreux qu'à  $1070^{\circ}C$  (fig. 4.20). Une partie de ces germes pourrait donc se dissoudre à 1065°C. Le calcul de  $D^*$  ne prend pas en compte ce phénomène, ce qui conduit à une taille de grains "anormaux" largement sous-estimée. La figure 5.14 montre qu'après traitement thermique de 20 minutes à 1065°C, certains précipités  $\gamma'$  sont toujours englobés par un grain HERX (indiquées par des flèches), tandis que d'autres ne le sont plus. Sans mesure intermédiaire entre l'état déformé-trempé et l'état traité, il est impossible de déterminer si la dissolution a eu lieu durant le traitement ou bien si elle était déjà effective à l'état déformé-trempé.



FIGURE 5.15 – Comparaison entre la taille de grains anormaux "mesurée" et leur taille estimée D\* dans un scénario de croissance de tous les grains HERX présents dans l'état déformé-trempé sous forme de grains "anormaux".

L'évolution des petits grains hétéro-épitaxiés au cours du traitement à  $1065^{\circ}C$  peut être déterminée en première approche en calculant leur densité dans la partie écrouie de la microstructure, pour la séquence de traitements thermiques du paragraphe 4.3. Cela revient à mesurer la densité de grains HERX dans une partie de la microstructure sensible à la croissance sélective, juste avant qu'elle ne se déclenche. Les tailles  $D^*$ mesurées au cours du traitement sont donc censées être plus réalistes que  $D^*$  à l'état déformé-trempé. La figure 5.16 montre en effet une diminution de la densité de grains HERX au cours du maintien à 1065°C. En conséquence, les tailles  $D^*$  calculés après des maintiens de 10, 20 et 30 minutes sont de plus en plus proches de la taille de grains réellement mesurée D après 40 minutes de traitement, bien qu'aucun ne prédise correctement la taille de grains "anormaux" mesurée. Il y a donc bien dissolution d'une partie des grains HERX au cours du traitement à  $1065^{\circ}C$ ; mais ces observations ne permettent pas de savoir si les grains HERX qui ne se sont pas dissous sont à l'origine des grains "anormaux" ou non.



FIGURE 5.16 – a) Évolution de la densité de grains HERX dans la partie écrouie de la microstructure, en fonction du temps d'exposition à  $1065^{\circ}C$ ; b) Tailles  $D^*$  correspondant aux densités mesurées en a).

a-3) Suivi de l'évolution des grains HERX au moyen de traitements thermiques in-situ Afin de déterminer le rôle des grains HERX dans les phénomènes de croissance sélective, des traitements thermiques ont été réalisés in-situ dans le MEB sur une microstructure préalablement déformée dans des conditions critiques, au sens de la figure 5.2.2 : 1040°C, 0,01 s<sup>-1</sup> et  $\varepsilon = 0, 18$ .

Les expériences de traitements in-situ ont l'avantage de permettre de suivre pas à pas l'évolution d'une microstructure lors d'un traitement thermique [27–29]. Elles ont été réalisées dans le microscope XL30 dont la résolution ne permet pas d'observer les grains HERX de quelques centaines de nanomètres d'épaisseur. Le couplage EDS-EBSD n'est pas disponible sur ce MEB. La microstructure initiale a donc été caractérisée finement, en imagerie en électrons rétrodiffusés ainsi qu'en EDS-EBSD à l'aide du MEB Supra 40. Cette cartographie initiale permet de sélectionner la zone d'intérêt. La platine de traitement est ensuite insérée dans le microscope XL30 pour la série de traitements thermiques.

La figure 5.17 présente les analyses réalisées sur la microstructure initiale. La zone sélectionnée contient de nombreux grains recristallisés HERX, qui prennent la forme d'une fine enveloppe autour des précipités  $\gamma'$  primaires. Ils sont entourés en jaune sur la figure 5.17-a, un exemple typique est présenté dans le cadre à droite. Cette zone est ensuite cartographiée en EDS-EBSD, et les précipités identifiés sur la figure 5.17-a sont repérés sur la cartographie EBSD 5.17-b. et sur la cartographie d'orientation 5.17-c, qui ne concerne que les précipités. Leur orientation ne changera pas au cours du traitement thermique. Si les grains "anormaux" sont effectivement issus de ces grains HERX, alors ils auront initialement (i.e. lorsque aucun phénomène de maclage n'a encore eu lieu), la même orientation que les précipités entourés sur la cartographie 5.17-c; d'où l'importance d'analyser précisément la microstructure initiale et l'orientation des précipités  $\gamma'$  primaires.



FIGURE 5.17 – a) Microstructure initiale pour les traitements thermiques in-situ. a) Micrographie en électrons rétrodiffusés, les grains HERX sont entourés en jaune; b) Cartographie d'orientation; c) Cartographie d'orientation des précipités  $\gamma'$ .

Une fois la platine transférée dans le MEB XL30, la cartographie 5.17-b est utilisée

comme repère afin de retrouver la zone d'intérêt. Des traitements thermiques de 2 à 5 secondes sont effectués à  $1065^{\circ}C$  et la microstructure est cartographiée à l'issue de chaque traitement, avec un pas de mesure de  $0.5 \ \mu m$ . Dans ces conditions la durée des cartographies EBSD est d'environ 1 heure. Les traitements sont poursuivis jusqu'à ce que des grains "anormaux" apparaissent. La figure 5.18 présente l'enregistrement de la température lors des traitements thermiques. Vingt traitements sont réalisés. Au cours des 13 premiers traitements, la structure de grains n'évolue pas. Lors des 6 derniers traitements, la croissance sélective se déclenche et la vitesse de croissance de ces grains est très élevée.



FIGURE 5.18 – Enregistrement de la température de l'échantillon au cours des 20 traitements thermiques in-situ.

La figure 5.19 résume les étapes importantes de l'évolution de la microstructure au cours du temps. La zone d'intérêt a été élargie afin de visualiser le contour des grains "anormaux" qui se forment.



FIGURE 5.19 – Évolutions de microstructure au cours des traitements thermiques insitu, le numéro du traitement ainsi que le temps cumulé d'exposition à  $1065^{\circ}C$  sont indiqués. a) Cartographies d'orientation, la zone d'intérêt initiale est encadrée; b) Cartographies colorées selon la taille de grains; c) Distributions de tailles de grains (fraction d'aire). 176

Le fait d'étudier des phénomènes de croissance de grains sur une surface libre peut fausser les cinétiques et/ou les mécanismes. Il est donc préférable de vérifier que les phénomènes de croissance sélective observés ne soient pas uniquement un phénomène surfacique. L'échantillon traité a été désolidarisé de la lame de tantale sur laquelle il avait été soudé pour le traitement thermique in-situ; puis poli dans son épaisseur, par polissage ionique. La coupe transverse obtenue a été caractérisée par EBSD afin de vérifier la présence de larges grains dans toute l'épaisseur. La microstructure est présentée en figure 5.20; elle est très semblable à celle obtenue en surface. Elle contient presque exclusivement des grains "anormaux" dont la taille moyenne est de 42  $\mu m$ , ce qui est très proche de la taille finale des grains observés en surface. On peut donc conclure que les phénomènes observés en surface sont représentatifs du comportement en volume du matériau.



FIGURE 5.20 – Microstructure obtenue dans l'épaisseur de l'échantillon après les 20 traitements thermiques. a) Cartographie d'orientation; b) Cartographie colorée par grain (couleurs arbitraires).

Les cartographies d'orientation (fig. 5.19-a) ne permettent pas de visualiser exactement les contours de ces grains à cause du nombre important de macles et de précipités  $\gamma'$  intragranulaires. La présence de grains "anormaux" est plus visible sur le cartographies 5.19-b et les distributions de tailles de grains associées (fig. 5.19c). Les distributions de tailles de grains montrent l'apparition de quelques grains de taille nettement supérieure aux autres, qui se détachent progressivement de la distribution monomodale initiale. Le code couleur de la figure 5.19-b est lié à ces deux distributions : les grains appartenant à la distribution initiale apparaissent en blanc, ceux n'appartenant pas à cette distribution sont colorés en rouge. Ces derniers sont encadrés sur les distributions de tailles de grains correspondantes. En particulier, cinq grains peuvent être identifiés dans la microstructure finale, indiqués par les lettres A à E. Une fois les traitements thermiques terminés, la microstructure finale est à nouveau cartographiée en EDS-EBSD. On retrouve, sur la cartographie d'orientation, la position des précipités  $\gamma'$  primaires qui étaient initialement entourés d'un grain HERX, grâce à leur orientation qui n'a pas changé. A l'état final, aucun grain parmi les grains anormaux, ne possède d'orientation identique aux grains HERX initiaux (ou à leur précipité  $\gamma'$  d'origine). De plus, aucun grain HERX ne s'est développé au cours des traitements thermiques. L'analyse de la position de ces précipités particuliers par rapport aux grains "anormaux" indique même qu'ils seraient plutôt localisés au niveau des joints de ces grains. Dans chacun des 5 grains A à E, la nature de tous les précipités (hétéro-épitaxié ou non) et leur localisation (intragranulaire ou au joint de grains) ont été relevées. Les proportions de chaque type de précipité en fonction de leur localisation sont reportées dans le tableau 5.4.

-	Précipités HERX	Précipités non HERX	Total
Intragranulaires	11	71	82
Aux joints de grains	37	32	69
Total	48	103	151

TABLE 5.4 – Nature et localisation des précipités  $\gamma'$  primaires à l'issue des 20 traitements thermiques successifs.

Parmi les précipités se situant à l'intérieur des grains A à E, la fraction de précipités initialement hétéro-épitaxiés n'est que de 11/82=13%, et parmi les précipités hétéro-épitaxiés, 37/48=77% sont localisés sur les joints de grains à l'état final. Ces résultats montrent au contraire que ces précipités participeraient davantage que les autres à l'ancrage des joints de grains. Cependant, parmi l'ensemble des précipités localisés aux joints de grains, la proportion de chaque type de précipités est plus équilibrée : 37/69=53% d'entre eux sont des précipités initialement hétéro-épitaxiés. Ces chiffres ne permettent pas de démontrer que ces précipités sont plus efficaces que d'autres en termes d'ancrage de Smith-Zener, mais ils indiquent tout de même que ces précipités se retrouvent majoritairement aux joints de grains plutôt qu'à l'intérieur. Un comptage plus important serait nécessaire pour pouvoir confirmer cette tendance.

La microstructure finale a été comparée à la microstucture initiale : les précipités  $\gamma'$  primaires, dont l'orientation n'a pas changé, ont été identifiés sur la base des cartographies d'orientation, comme illustré sur la figure 5.21. Parmi eux, les précipités initialement entourés d'un grain HERX ont été retrouvés et leur orientation a été comparée à celle de leurs grains adjacents dans l'état final. Plus aucun précipité n'est entouré d'un grain HERX (fig. 5.21-b et c).



FIGURE 5.21 – Analyse de l'évolution des grains HERX au cours des traitements thermiques in-situ à 1065°C a) Identification de la zone d'intérêt sur la base des cartographies d'orientation initiale et finale de la phase  $\gamma'$ ; b) Cartographie d'orientation des deux phases à l'état final; c) Image en électrons rétrodiffusés correspondante. Les précipités  $\gamma'$  initialement englobés d'un grain HERX sont entourés en jaune sur les figures -a à -c

Les résultats obtenus montrent que les grains hétéro-épitaxiés présents dans la microstructure déformée-trempée ne sont vraisemblablement pas à l'origine des grains "anormaux" qui apparaissent lors du traitement de mise en solution. Parmi les 47
grains hétéro-épitaxiés identifiés dans la microstructure initiale, tous se sont dissous lors du traitement de mise en solution tandis que des grains "anormaux" sont apparus. Aucun des grains hétéro-épitaxiés présents dans la microstructure initiale n'a donné lieu à un phénomène de croissance sélective.

#### b) Des grains anormaux issus de la DDRX?

En comparant les cartographies d'orientation une à une depuis l'état final jusqu'à l'état initial, il est possible de reconstituer l'historique d'évolution de chacun des grains A à E malgré les nombreuses macles. La séquence 5.22 montre que les cinq grains sont présents à partir du traitement n°15. Seuls les grains B et C apparaissent déjà au traitement n°13 mais aucun n'est visible à l'état initial. Deux hypothèses peuvent expliquer l'apparition de ces grains :

- un phénomène de germination a eu lieu durant le traitement thermique
- des grains initialement situés en-dessous de la surface polie se sont développés de sorte à atteindre la surface

Cette observation ne permet donc pas de déterminer si il y a simplement croissance de grains déjà présents (H1) ou bien germination puis croissance (H2). Dans la partie I il a été montré que le mécanisme de recristallisation en hétéro-épitaxie se superpose au mécanisme plus conventionnel de recristallisation dynamique discontinue. Ce dernier se manifeste avec une densité de germes croissante, dans un gradient de déformation [32]. Il est le mécanisme dominant aux grandes déformations; il est donc possible que quelques germes soient déjà formés à l'état déformé-trempé aux niveaux de déformation considérés dans cette partie. Il est aussi possible que la microstructure ait été déformée dans des conditions critiques, où quelques germes de grains recristallisés se forment durant le traitement de mise en solution.



FIGURE 5.22 – Reconstitution de l'historique d'évolution des grains A à E identifiés sur la figure 5.19-b au cours du traitement thermique.

### 5.3.2 Une cinétique de croissance sélective en faveur d'un mécanisme de recristallisation statique (H2)

La croissance sélective n'est pas propre au René 65 et a même déjà été observée dans d'autres alliages  $\gamma - \gamma'$  ou  $\gamma - \gamma$ " faiblement déformés puis traités à haute température, dans lesquels le mécanisme HERX n'a pas lieu [36]. Dès lors, il n'est pas exclu que des phénomènes de recristallisation plus conventionnels (germination suivant l'ondulation des joints de grains puis croissance) aient lieu lors du traitement thermique [36, 37]. Ce paragraphe est dédié à la cinétique de développement des grains anormaux, lors du traitement de l'échantillon déformé à 1040°C et 0,001  $s^{-1}$ . Quatre sections du pion double-cône déformé puis trempé sont soumises à des traitements thermiques à 1065°C, pour différents temps de maintien  $t_i: t_1=10 \text{ min}; t_2=20 \text{ min}; t_3=30 \text{ min}; t_4=40$ min. Les échantillons sont introduits dans le four chaud et sont trempés à l'eau après traitement. Les microstructures traitées sont analysées en microscopie électronique à balayage, afin de déterminer les profils de taille de grains le long du rayon des sections.  $\varepsilon_{i,i=1,2,3,4}$  désigne le niveau de déformation critique pour lequel le premier grain anormal apparait lors du traitement i. La détermination précise des niveaux de déformation critiques  $\varepsilon_i$  demeure difficile, notamment à cause de la découpe des quatre sections, qui ne sont pas rigoureusement identiques. La figure 5.23 présente l'évolution de la taille de grains maximum pour les quatre traitements, en fonction du niveau de déformation. Pour plus de lisibilité, les barres d'erreur ne sont pas représentées. La figure 5.24 présente les microstructures observées aux niveaux de déformation  $\varepsilon_i$ , pour chaque traitement i. Celles contenant des grains "anormaux" sont encadrées en rouge. Sur la figure 5.23, on retrouve un profil comprenant un pic et une décroissance, dont la hauteur est de plus en plus élevée lorsque la durée de traitement augmente. Le niveau de déformation auquel le premier grain "anormal" apparait décroit avec le temps de maintien. Autrement dit, après 10 minutes de traitement, un premier grain anormal dont le diamètre est de 40  $\mu m$  apparait. Lorsque la durée de traitement augmente, d'autres grains de taille similaire ou légèrement supérieure se forment au niveau de déformation  $\varepsilon_1$  tandis que des grains plus larges et moins nombreux apparaissent au niveau de déformation  $\varepsilon_2$  ( $<\varepsilon_1$ ). Après 30 minutes de traitement, le front d'apparition des grains anormaux est de nouveau décalé vers un niveau de déformation plus bas et ainsi de suite. Le décalage du seuil  $\varepsilon_i$  vers les basses déformations est également visible sur la figure 5.24, sur laquelle la première micrographie encadrée en rouge est décalée vers la gauche lorsque le temps de maintien augmente. L'observation des différentes lignes de cette figure montre que l'évolution de la microstructure suit les différents domaines observés sur la figure 5.10.



Chapitre 5. Croissance sélective de grains au cours de traitements de mise en solution

FIGURE 5.23 – Profil de taille de grain maximum obtenu après traitement du pion déformé à 1040°C,  $\dot{\varepsilon} = 0,001 \ s^{-1}$ , pour les temps de maintien  $t_i$  à 1065°C.



FIGURE 5.24 – Micrographies des microstuctures déformées à  $1040^{\circ}C$ ,  $0,01s^{-1}$  et traitées à  $1065^{\circ}C$  pendant les temps  $t_i$ , aux niveaux de déformation  $\varepsilon_i$ 

La figure 5.25-a présente l'évolution de la taille des grains anormaux au cours du temps, pour les quatre niveaux critiques de déformation. On constate des profils similaires pour chacun des niveaux, au cours du temps. Pour chaque  $\varepsilon_i$ , la taille de grains reste stationnaire lorsque  $t < t_i$ , et augmente brutalement lorsque  $t = t_i$ . Par la suite, pour  $t > t_i$ , la taille de grains n'augmente que très peu. Cette taille stationnaire augmente légèrement avec le niveau de déformation. La figure 5.25-b révèle que pour  $t > t_i$ , le nombre de grains "anormaux" augmente, plutôt que leur taille. Cette figure présente les niveaux de déformation auxquels le premier grain "anormal" apparait et ceux auxquels la microstructure est constituée uniquement de grains "anormaux" (quelle que soit leur taille). On constate que les différents plateaux observés sur la figure 5.25-a correspondent à des régimes durant lesquels la microstructure n'est constituée que de grains "anormaux". Par exemple, pour t = 30 min, le premier grain "anormal" apparait pour le niveau de déformation  $\varepsilon_3$ , ce qui se traduit par une nette augmentation de la taille de grains sur la courbe orange de la figure 5.25-a. Les grains "anormaux" occupent 100% de la microstructure pour les niveaux de déformation  $\varepsilon > \varepsilon_2$ ; or la taille de grains sur la courbe bleue de la figure 5.25-a, correspondant à  $\varepsilon > \varepsilon_2$ , reste stationnaire. Un raisonnement similaire peut être fait pour t = 20 min. Le premier grain "anormal" apparait pour  $\varepsilon = \varepsilon_2$ , ce qui correspond au pic observé sur la courbe bleue de la figure 5.25-a. Les grains "anormaux" occupent 100% de la microstructure pour  $\varepsilon < \varepsilon_1$ , ce qui signifie qu'à  $\varepsilon_1$ , la microstructure est déjà composée de ce type de grains uniquement. On constate effectivement que la courbe violette de la figure 5.25-a admet un plateau pour t > 20 min. Lorsque la microstructure n'est constituée que de grains "anormaux", elle ne contient plus d'énergie stockée. Ces résultats montrent le régime de développement des grains anormaux : les premiers grains se forment et grandissent en consommant l'énergie stockée des grains fins; leur croissance s'arrête lorsqu'ils occupent la totalité de la microstructure, qui ne contient alors plus d'énergie stockée. A ce stade, la taille des grains anormaux reste stationnaire. La seule force motrice agissant sur ces grains est la force capillaire, qui est insuffisante pour contrebalancer l'ancrage de Smith-Zener.



FIGURE 5.25 – Cinétiques de développement des grains "anormaux" a) diamètre du plus grand grain en fonction du temps, aux niveaux de déformation  $\varepsilon_i$ ; b) Niveaux de déformation auxquels apparaissent le premier grains "anormal" et auquel ces grains occupent 100% de la microstructure.

L'étude des phénomènes de croissance sélective dans des échantillons présentant un gradient de déformation permet de mettre en évidence que ce phénomène a des caractéristiques et des cinétiques très proches de celles de la recristallisation statique. Lors de traitements à haute température, on observe l'apparition de nouveaux grains dépourvus d'énergie stockée dans une matrice déformée. Au cours du temps, les premiers grains apparaissent d'abord dans les zones les plus déformées de la microstructure, et le front d'apparition se décale vers les basses déformations. Le nombre de grains anormaux créés est d'autant plus important que le niveau de déformation est élevé. Le temps d'incubation au bout duquel ces grains apparaissent augmente lorsque le niveau de déformation diminue. Ces grains se développent sous l'effet de la différence d'énergie stockée avec les grains fins, jusqu'à les remplacer complètement. A ce stade, la seule force motrice agissant sur ces grains est la capillarité, ils entrent donc dans un régime de croissance de grains et leur taille reste stationnaire à cause de la présence de précipités  $\gamma'_{I}$ . Cela correspond aux plateaux observés sur la figure 5.25-a. Le nombre restreint de grains "anormaux" formés aux niveaux de déformation les plus bas leur permet d'atteindre une taille très élevée lorsqu'ils se développent en consommant l'énergie stockée de leurs voisins. Ainsi, la hauteur du pic de taille de grains augmente au cours du temps et se décale vers les basses déformations, comme observé sur la figure 5.23. La taille des grains anormaux est donc bien limitée par leur nombre par unité de volume. Les phénomènes de recristallisation statique comportent une étape de germinationcroissance pilotées par l'énergie stockée sous forme de dislocations et sont suivis d'une étape croissance de grains pilotée par la force capillaire. Si les deux modes de croissance de grains sont bien présents dans les résultats présentés jusqu'ici, aucun phénomène de germination n'a été observé directement. Néanmoins, l'existence d'un temps d'incuba-

tion avant l'apparition des grains "anormaux" est en faveur de l'hypothèse H2.

# 5.3.3 De la croissance sélective à la recristallisation statique critique

Dans une étude dédiée à la stabilité de microstructures d'Inconel 718 déformées à chaud lors de traitements thermiques sub-solvus  $\delta$ , Agnoli et al. [36] ont proposé la recristallisation statique comme explication au phénomène de croissance sélective dans le régime sub-solvus. Ces auteurs ont montré que la microstructure obtenue à l'issue d'un traitement sub-solvus (en présence de particules de phase  $\delta$  pour ce matériau) dépend essentiellement de la distribution d'énergie stockée à l'état initial. Une microstructure fine et homogène ne contenant pas d'énergie stockée est stable lors de son exposition à haute température, la taille de grains restant identique. Cette même microstructure déformée à  $\varepsilon > 0, 1$  devient plus grossière mais homogène. Pour un niveau de déformation intermédiaire,  $0, 05 < \varepsilon < 0, 1$ , la microstructure obtenue à l'issue du traitement thermique est hétérogène et bimodale, contenant des grains fins et écrouis et quelques grains sans énergie stockée de taille 10 fois supérieure aux autres. Ces grains se sont développés malgré la présence de particules de seconde phase, ce qui signifie que la force motrice pour la croissance de ces grains est plus importante que la force de freinage de

Smith-Zener. Le nombre de germes concernés étant très faible, ces derniers peuvent se développer en consommant l'énergie stockée dans la microstructure, d'où la notion de "recristallisation statique critique".

Les résultats obtenus dans l'alliage René 65, en termes de caractéristiques des grains "anormaux", de leurs régimes d'évolution dans des gradients de déformation, de l'existence d'une plage de déformation critique et l'existence d'un temps d'incubation sont cohérents avec un phénomène de recristallisation statique "critique". Les cinétiques et l'évolution des tailles de grains "anormaux" au cours du temps sont typiques de celles des mécanismes de recristallisation statique. Le comportement du René 65 faiblement déformé est donc très similaire à celui de l'Inconel 718.

Miller et al. [37] ont répertorié la vitesse de migration des joints de grains de divers phénomènes (croissance de grains par capillarité, croissance anormale, recristallisation statique) et ont montré que la vitesse de migration du front de recristallisation est de l'ordre de 1 à 20  $\mu m/s$ . La vitesse de migration des joints du grain C de la figure 5.22 a été estimée. La figure 5.26 montre l'évolution de la taille des grains C et D en fonction du temps de traitement. La vitesse de migration des joints de ces grains est de 5 à 8  $\mu m/s$ . Cette valeur classe ces grains parmi les grains recristallisés, au sens des vitesses de migration identifiées par Miller et al. Ces résultats soutiennent l'idée de l'importance de l'énergie stockée dans le phénomène de croissance anormale.



FIGURE 5.26 – Evolution de la taille des grains C et D de la figure 5.22 en fonction du temps d'exposition à  $1065^{\circ}C$ .

#### L'énergie stockée : facteur de premier ordre pour la croissance sélective

Afin de ne considérer que les forces motrices en présence, indépendamment des conditions de déformation, l'ensemble des échantillons déformés de ce travail de thèse

a été caractérisé en EBSD de sorte à caractériser le niveau d'énergie stockée des grains écrouis, via le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$ . Ces échantillons sont soit traités thermiquement, soit déformés à chaud. La force d'ancrage de Smith-Zener a également été déterminée pour chacune des microstructures en utilisant la formule 2.11. Ce sont respectivement les ordonnées et les abscisses de la figure 5.27. Chaque échantillon a ensuite subi le traitement d'une heure à 1065°C. Les distributions de tailles de grains ont été analysées : les marqueurs verts correspondent à une distribution homogène, et les marqueurs rouges à une distribution hétérogène (croissance sélective). La taille des marqueurs traduit la taille de grains maximum obtenue après traitement, selon le code de taille présenté en bas de la figure.

Parmi l'ensemble des échantillons analysés, 55 ont été sélectionnés pour décrire le comportement du René 65 lors du traitement d'une heure à  $1065^{\circ}C$ . Sur cette figure, différents domaines peuvent être identifiés.

Tout d'abord, pour les faibles niveaux d'énergie stockée, la microstructure traitée reste fine et homogène. Il s'agit du domaine "1" sur la figure 5.27. Un niveau bas d'énergie stockée ne permet ni germination [32] ni croissance de grains [36, 37]. Dans les microstructures correspondantes, la taille de grains obtenue à l'issue du traitement à  $1065^{\circ}C$ reste similaire à la taille de grains à l'état déformé-trempé. La seule force agissant sur les joints de grains étant la capillarité, il s'agit d'un régime de restauration ou de croissance de grains "simple".

Lorsque le niveau d'énergie stockée augmente, deux régimes sont possibles lors du traitement à  $1065^{\circ}C$ . Deux échantillons se distinguent par une microstructure homogène mais grossière, en zone 2 sur la figure, qui est la conséquence d'une force d'ancrage de Smith-Zener très faible. Les échantillons de ce type contiennent une très basse fraction volumique de précipités  $\gamma'$  primaires, qui deviennent ainsi inefficaces pour bloquer le mouvement des joints de grains. L'ensemble des grains se développe alors dans ces microstructures. Dans les microstructures où le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  des grains écrouis est élevé (typiquement supérieur à  $4.10^{14} m/m^3$ ), la force motrice pour la croissance de grains recristallisés est très élevée. Il s'agit du domaine "3". Les microstructures de ce type ont en fait déjà partiellement recristallisé en régime dynamique et de nombreux germes (formés en régime dynamique) sont présents à l'état déformé-trempé. Les grains écrouis ont un paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  élevé, ce qui permet aux germes de se développer (hypothèse H1 du paragraphe précédent), ainsi qu'à de potentiels nouveaux germes de se former (recristallisation statique, hypothèse H2). L'ancrage de Smith-Zener élevé dans cette zone  $(P_Z > 80 \text{ kPa})$  permet de maintenir une distribution de taille de grains relativement fine et homogène, leur diamètre ne dépassant pas 30  $\mu m$ . Les microstructures hétérogènes sont obtenues lorsque la force d'ancrage de Smith-Zener est élevée, et le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  des grains écrouis est bas (mais mesurable :  $2.10^{14}$  à  $4.10^{14} m/m^3$ ). Il s'agit du domaine "4". Dans ces microstructures, certains grains se développent malgré la présence de précipités  $\gamma'$  primaires en grande quantité. Les tailles de grains obtenues après le traitement à 1065°C sont les plus élevées lorsque le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$ est proche de  $2.10^{14} m/m^3$ . Cela correspond aux microstructures faiblement écrouies ne contenant pas ou peu de germes de grains recristallisés DDRX. La taille de grains maximum obtenue est de 200  $\mu m$  dans ce régime. Cette taille est atteinte pour une pression d'ancrage de Smith-Zener de 85 kPa, et un paramètre  $\rho^{GAM}_{GND}$  de 2.10<sup>14</sup>  $m/m^3.$ A l'issue du traitement à  $1065^{\circ}C$ , la microstructure contient de très larges grains en nombre restreint. Cette valeur de  $\rho_{GND}^{GAM}$  apparait comme critique pour l'ensemble des microstructures, elle est matérialisée par la ligne en pointillés rouges sur la figure. Néanmoins pour ce niveau d'énergie stockée, un ancrage de Smith-Zener élevé (100 kPa) semble limiter la taille de grains anormaux tandis qu'un ancrage de Smith-Zener plus faible (65-70 kPa) permet la croissance de davantage de grains "anormaux" dont la taille est alors limitée par leur densité. Pour une valeur d'ancrage de Smith-Zener donné, le long du profil A, la microstructure obtenue est fine et homogène en l'absence d'énergie stockée, devient hétérogène lorsque  $\rho_{GAM}$  atteint le seuil critique de 2.10<sup>14</sup>  $m/m^3$  qui déclenche la croissance d'un nombre restreint de grains, puis s'affine progressivement lorsque  $\rho_{GAM}$  augmente. Le retour à une distribution de tailles de grains homogène s'effectue progressivement, alors que le niveau d'énergie stockée augmente dans les grains écrouis et que le nombre de grains se développant augmente. La comparaison des profils A et B montre que le retour à une distribution homogène s'effectue plus rapidement (en termes de paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$ ) lorsque l'ancrage de Smith-Zener est faible et il est plus lent lorsque l'ancrage de Smith-Zener augmente. Un ancrage de Smith-Zener faible (70-80 kPa, profil B) correspond aux échantillons déformés à haute température (typiquement  $1070^{\circ}C$ ); tandis qu'un ancrage de Smith-Zener supérieur à 85 kPa correspond aux échantillons déformés à plus basse température (1000-1040°C). La ligne "5" matérialise cette zone de transition, qui correspond au point C de la figure 5.10. Les tendances exposées tout au long du chapitre se retrouvent donc sur ce graphe, et les domaines d'évolutions microstructurales identifiés sur ce dernier ne dépendent que des forces motrices en présence à l'état déformé-trempé et non des conditions de déformation, ou du seul niveau de déformation comme souvent reporté dans la littérature.



FIGURE 5.27 – Influence du paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  des grains écrouis et de l'ancrage de Smith-Zener sur l'apparition de croissance sélective lors d'un traitement d'une heure à 1065°C.

La formation de microstructures hétérogènes lors de traitements thermiques est conditionnée par la présence d'énergie stockée. En particulier, le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  doit être supérieur à un seuil critique, de l'ordre de  $2.10^{14} \text{ m/m}^3$ . En l'absence d'énergie stockée, les microstructures restent stables, fines et homogènes. Si le niveau d'énergie stockée est élevé ( $\rho_{GND}^{GAM} > 4.10^{14} \text{ m/m}^3$ ), alors de nombreux germes recristallisés se forment lors du traitement thermique, dont les joints de grains sont efficacement bloqués par les particules de seconde phase. Le phénomène de croissance sélective est finalement très sensible à l'énergie stockée, et en second ordre à la force d'ancrage de Smith-Zener.

### 5.4 Possibilité d'un traitement préventif

Connaissant les plages de déformation critiques pour l'apparition de microstructures hétérogènes, une première idée consiste à éviter ces plages dans les pièces forgées [33, 119, 124]. Le problème étant dû à un niveau d'énergie stockée critique, il est également possible de définir un traitement thermique dont le but serait de réduire l'énergie stockée dans la microstructure, avant son exposition à  $1065^{\circ}C$ .

La microstructure brute de réception devient elle-même hétérogène lorsqu'elle est exposée à  $1065^{\circ}C$  pendant une heure. L'étude de la stabilité de la microstructure brute de réception lors de traitements thermiques (paragraphe 2.5) avait permis de montrer que certains traitements pouvaient abaisser l'énergie stockée dans la microstructure, tout en maintenant une taille de grains fine et homogène. Au vu de ces résultats, il est possible d'envisager un traitement préventif (TP) avant le traitement à  $1065^{\circ}C$ , afin de prévenir la formation de cette microstructure indésirable. La plage de températures correspondante est de 1000°C à 1060°C. La température de 1060°C étant proche de  $1065^{\circ}C$ , la gamme de température retenue pour ces traitements préventifs ne dépassera pas  $1050^{\circ}C$ . Une base de 2 heures de traitement a été choisie en premier lieu. La stabilité des microstructures traitées lors d'une exposition d'une heure à  $1065^{\circ}C$  a été testée, dans le but d'identifier si un tel traitement préventif permettrait de prévenir la croissance sélective. Le chemin thermique appliqué est présenté en figure 5.28. La figure 5.29 présente la taille de grains maximum obtenue après les deux traitements thermiques, en fonction du paramètre  $\rho^{GAM}_{GND}$  et de la force d'ancrage de Smith-Zener mesurés après le traitement préventif.



FIGURE 5.28 – Chemins thermiques subis par les échantillons, pour la détermination d'un traitement préventif (TP).



FIGURE 5.29 – Influence d'un traitement préventif sur une microstructure initialement sensible à la croissance sélective de grains. Taille de grains après traitement préventif et traitement à 1065°C, en fonction de la pression d'ancrage de Smith-Zener et du paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  à l'issue du traitement préventif.

Les TP conduisant à une restauration partielle de la microstructure  $(T < 975^{\circ}C)$ ne permettent pas de prévenir la croissance sélective de grains lors de l'exposition à  $1065^{\circ}C$ . La taille de grains maximum obtenue à l'issue des deux traitements  $900^{\circ}C$ -2h + 1065°C-1h est même plus élevée que celle obtenue sans TP. Le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  obtenu après le traitement à 900°C se rapproche du seuil critique de  $2.10^{14} m/m^3$ , identifié sur la figure 5.27. De plus, la pression d'ancrage de Smith-Zener a été diminuée durant le TP, par rapport à l'état initial, conduisant à une taille de grains "anormaux" encore plus élevée que si aucun traitement n'avait été appliqué. Les TP aux températures de 900 et  $950^{\circ}C$  amplifient le phénomène de croissance sélective qui survient lors du traitement à  $1065^{\circ}C$ . Un TP à  $975^{\circ}C$  ne permet pas non plus de restauration complète de la microstructure ( $\rho_{GND}^{GAM}$  est supérieur au seuil de détection de l'EBSD). Cependant, le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  obtenu à l'issue de ce traitement est inférieur à la valeur seuil de  $2.10^{14} m/m^3$  et permet de prévenir la croissance sélective. On peut donc supposer que la restauration, même incomplète, à l'issue de ce traitement empêche la formation et/ou la croissance de grains. Les traitements à  $1000^{\circ}C < T < 1050^{\circ}C$  permettent par le même effet de réduction d'énergie stockée de prévenir la croissance sélective de grains lors de l'exposition à  $1065^{\circ}C$ . Ces résultats confirment l'effet de premier ordre de l'énergie stockée et de second ordre de la pression d'ancrage de Smith-Zener, sur le phénomène de croissance sélective de grains. Ils permettent aussi de démontrer la possibilité d'empêcher le phénomène par un simple traitement thermique.

### 5.5 Conclusion : recristallisation statique "critique"

Les résultats présentés dans ce chapitre montrent que le phénomène de croissance sélective déjà mis en évidence dans le paragraphe 2.5 est susceptible d'apparaitre lors d'un traitement de mise en solution suivant une étape de déformation.

L'analyse des évolutions microstructurales (notamment la distribution de tailles de grains) dans des gradients de déformation, a permis de comprendre le mode de développement des grains "anormaux". Les caractéristiques de ces grains (l'évolution de leur taille et de leur nombre en fonction de la déformation appliquée, leur très faible énergie stockée) laissent penser qu'ils sont issus de la croissance de quelques germes de grains recristallisés. Ils se développent par consommation de l'énergie stockée et leur taille est grande car ils sont peu nombreux. Ces résultats sont en accord avec la littérature existante dans d'autres alliages à base Nickel ou d'autres matériaux faiblement déformés puis exposés à haute température.

Une étude fine des mécanismes de recristallisation impliqués dans le phénomène de croissance sélective a permis de montrer que les grains recristallisés en hétéro-épitaxie ne sont à priori pas à l'origine de ces grains très larges, mais qu'il s'agit plutôt de l'autre mécanisme de recristallisation, plus conventionnel. Des germes de grains recristallisés sont soit déjà présents à l'état déformé-trempé, soit ils se forment durant le traitement d'une heure à  $1065^{\circ}C$ . Si la question de leur germination ou non n'a pas pu être élucidée, il a été montré que les cinétiques de développement de ces grains admettent un temps d'incubation. Ce temps d'incubation est un indice en faveur d'un scénario de germination-croissance lors du traitement thermique, donc d'un phénomène de recristallisation statique.

Quel que soit le moment de la germination de ces grains, leur croissance est conditionnée par l'existence d'une force motrice. Indépendamment des conditions de déformation à chaud  $(T,\varepsilon, \dot{\varepsilon})$ , une énergie stockée suffisante (correspondant à un paramètre  $\rho_{GND}^{GAM} = 2.10^{14} \ m/m^3$ ) doit être présente dans les grains écrouis pour permettre la croissance de ces grains. En première approche, la valeur seuil de  $\rho_{GND}^{GAM}$  permettant la germination de quelques grains est critique, comparée à la force d'ancrage exercée par les précipités  $\gamma'$  primaires. Une fois les germes formés, ils se développent en consommant l'énergie stockée dans la matrice : plus elle est importante, plus ils se développent rapidement. Les zones dans lesquelles l'énergie stockée est importante correspondent aussi aux zones dans lesquelles ces grains sont plus nombreux. Leur taille étant limitée par leur nombre, ces grains sont finalement plus petits que dans les zones moins déformées. En l'absence totale d'énergie stockée, la microstructure reste stable et homogène. Ces résultats sont en accord avec les conditions de déformation critiques identifiées dans ce chapitre. La pression d'ancrage de Smith-Zener influe sur la taille des grains "anormaux". L'énergie stockée est donc un facteur de premier ordre et la pression d'ancrage de Smith-Zener un facteur de second ordre dans les phénomènes de croissance sélective de grains.

La mise en évidence de la force motrice responsable du développement de ces grains permet de proposer une solution préventive sous forme d'un traitement thermique préventif (TP), dont l'objectif est d'abaisser le niveau et d'homogénéiser la distribution d'énergie stockée dans les microstructures déformées-trempées. Les traitements thermiques sont proposés au regard de l'étude de stabilité de la microstructure reçue (Chapitre 2), et ont été testés directement sur cette dernière. Les traitements permettant d'abaisser le paramètre  $\rho_{GND}^{GAM}$  en-dessous de la valeur critique de 2.10<sup>14</sup>  $m/m^3$  permettent de maintenir une microstructure stable, fine et homogène lors du traitement d'une heure à  $1065^{\circ}C$ . A l'inverse, les traitements ne remplissant pas cette condition ne permettent pas d'éviter la croissance sélective de grains lors du traitement à  $1065^{\circ}C$ . Les traitements ne permettant qu'une restauration partielle de la microstructure, à l'issue des quels le paramètre  $\rho^{GAM}_{GND}$  s'approche de la valeur critique, peuvent même avoir un effet néfaste et induire des microstructures encore plus hétérogènes. La plage de température convenable pour le traitement préventif est de  $975^{\circ}C$  à  $1050^{\circ}C$ . Les conditions de ce traitement préventif restent à ajuster en fonction de la microstructure initiale.

## Chapitre 6

## Conclusion générale et perspectives

Les objectifs de ce travail de thèse étaient de comprendre les évolutions microstructurales de l'alliage René 65 lors de son forgeage à chaud, dans des conditions proches du procédé de forgeage industriel (i.e. dans le domaine sub-solvus). Cela suggère des évolutions à la fois en régime statique et dynamique.

## 6.1 Compréhension des évolutions microstructurales du René 65

La microstructure de cet alliage est hétérogène : elle contient deux types de zones, les bandes de grains fins et les zones équiaxes. L'étude de la stabilité de la microstructure reçue, lors de son exposition à haute température, a montré que cet alliage est sensible à un phénomène de croissance sélective de grains, couramment dénommé (à tort) croissance anormale dans la littérature. Il est particulièrement critique lors d'une exposition à  $1065^{\circ}C$  et se manifeste par l'apparition de très larges grains dans une matrice plus fine. Seules les zones équiaxes sont sensibles à ce phénomène; la suite de l'étude a donc été centrée sur ces zones uniquement. Une étude exhaustive de la recristallisation dynamique et des phénomènes connexes dans ces zones a été menée.

### 6.1.1 La recristallisation en hétéro-épitaxie : nouveau mécanisme de recristallisation dynamique

#### Mise en évidence et caractéristiques

Les mécanismes et cinétiques de recristallisation dynamique ont été étudiés dans une microstructure à grains équiaxes de 10-15  $\mu m$  et dans diverses conditions de déformation. Une attention particulière a été accordée à la caractérisation précise des microstructures déformées. Une technique de cartographie couplée EDS-EBSD a permis de mettre en évidence un nouveau mécanisme de recristallisation dynamique, qui a été nommé recristallisation en hétéroépitaxie. Ce dernier donne lieu à des grains recristallisés localisés autour des précipités  $\gamma'$  primaires, à raison d'un seul et unique grain recristallisé par précipité ayant de plus la même orientation cristallographique. Un faible écart de paramètre de maille entre les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  est une condition nécessaire pour la formation de tels grains. Dans ce mécanisme, une transformation de phase ayant lieu avant l'étape de déformation remplace l'étape classique de germination des grains recristallisés. Lorsque le matériau est refroidi lentement depuis une température T1, pour laquelle il est à l'équilibre thermochimique, jusqu'à une température T2 inférieure T1, la phase  $\gamma'$  devient sursaturée en éléments  $\gamma$ -gènes. Cette sur-saturation est la force motrice pour la formation de phase  $\gamma$  à partir de la phase  $\gamma'$ . Elle prend la forme d'une enveloppe cohérente autour des précipités  $\gamma'$  primaires. Cette transformation de phase est connue dans la littérature sous le nom de précipitation inverse. Néanmoins, les conditions dans lesquelles elle a été reportée, ainsi que la morphologie qu'elle adopte sont très différentes dans cette étude. De nombreux défauts (macles, fautes d'empilement, dislocations) sont présents à l'intérieur des précipités  $\gamma'$ . Ils pourraient agir comme court-circuit de diffusion des éléments  $\gamma$ -gènes et accélérer leur transport jusqu'en bordure du précipité  $\gamma'$ .

# Cinétiques de recristallisation dynamique, interaction entre les différents mécanismes

La recristallisation en hétéro-épitaxie se superpose à d'autres mécanismes plus conventionnels. La quantification précise des fractions volumiques recristallisées et des tailles de grains recristallisés pour chacun des mécanismes a permis de montrer que chacun possède sa propre cinétique. Aux faibles niveaux de déformation (typiquement,  $\varepsilon < 0, 6$ ), la recristallisation en hétéro-épitaxie est le mécanisme dominant. Elle se déclenche dès les tous premiers stades de déformation car elle ne nécessite pas de germination. Un niveau de déformation plus important permet d'activer un second mécanisme de recristallisation dynamique, qui devient dominant aux grandes déformations et consomme les grains hétéroépitaxiés. A basse température (T<1000°C) ce second mécanisme est la recristallisation dynamique continue; à haute température (T>1000°C), ce mécanisme est la recristallisation dynamique discontinue. Les fraction volumiques de grains hétéroépitaxiés les plus importantes sont obtenues aux basses températures et aux vitesses de déformation élevées; à l'opposé des autres mécanismes de recristallisation. Cette dépendance est due à l'existence d'une force supplémentaire, thermochimique, qui agit sur les grains hétéro-épitaxiés.

#### Perspectives liées à la recristallisation en hétéro-épitaxie

Le mécanisme exact de cette transformation de phase reste à étudier. Des analyses à une échelle adaptée (microscopie en transmission entre autres) sont à envisager, afin de comprendre le mécanisme de cette transformation de phase. Ce travail sera réalisé dans le cadre d'un post-doctorat.

L'influence de ces grains sur les propriétés d'emploi sera étudiée dans le cadre d'un travail de post-doctorat également. Ces travaux incluent notamment la caractérisation des mécanismes d'endommagement au moyen d'essais de traction à froid in-situ en microscopie à balayage et EBSD.

# 6.1.2 Croissance de grains sélective lors de traitements de mise en solution à $1065^{\circ}C$

L'alliage René 65, comme d'autres superalliages à base Nickel, est sensible au phénomène de *croissance sélective de grains*. Ce phénomène se traduit par l'apparition de grains "anormaux" et sans énergie stockée, dans une matrice plus fine et faiblement écrouie, lors de traitements thermiques suivant une étape de déformation. Les caractéristiques de ces grains, les conditions de leur apparition et leur cinétique d'apparition sont cohérentes avec un scénario de recristallisation statique d'un nombre restreint de germes. Ces germes pourraient être déjà présents dans la microstructure initiale, ou s'être formés durant le traitement thermique.

Le suivi in-situ des évolutions de microstructure a montré que les grains recristallisés en hétéroépitaxie n'est probablement pas à l'origine des grains "anormaux". L'observation d'un temps d'incubation suggère un mécanisme classique de germination-croissance. Les évènements de germination étant rares, il est difficile de les observer sur des coupes en deux dimensions. La raison pour laquelle ils se développent jusqu'à atteindre des tailles aussi grandes est en revanche désormais très claire : ils se développent sous l'effet de la différence d'énergie stockée. Les résultats obtenus sur le René 65 confortent les conclusions d'études précédentes sur d'autres alliages, comme l'Inconel 718.

Les mesures de désorientations intragranulaires des grains non recristallisés ont montré qu'il existe une plage critique d'énergie stockée permettant la croissance exagérée de certains grains, malgré l'existence d'une force d'ancrage de Smith-Zener. Sans énergie stockée, la microstructure reste stable et homogène. Un niveau d'énergie stockée plus élevé conduit à la recristallisation statique des grains écrouis en grains fins. Suivant cette observation, la possibilité d'un traitement thermique visant à abaisser le niveau d'énergie stockée en dessous de la plage critique a été testée. Parmi les conditions retenues, un traitement à  $1025^{\circ}C$  mené avant le traitement à  $1065^{\circ}C$  s'est avéré être efficace pour éviter la croissance sélective, dans une microstructure y étant sensible. Ce traitement doit néanmoins être ajusté en fonction de la microstructure initiale.

#### Perspectives liées à la compréhension de la cause de la croissance anormale

Les résultats obtenus dans cette étude et notamment l'obtention du graphique 5.27 ont permis de montrer l'importance de l'énergie stockée dans les phénomènes de croissance sélective de grains. La mesure de l'énergie stockée dans les microstructures écrouies a été effectuée au moyen du paramètre  $\rho_{GAM}^{GND}$ , dont le calcul est conditionné par de nombreuses hypothèses. La mesure de ce paramètre est aussi limitée par le bruit de mesure associé à la technique EBSD. Une méthode de post-traitement des cartes EBSD améliorée a été développée au CEMEF. Elle permet de mesurer la densité de dislocations en s'affranchissant du bruit de mesure. Les résultats obtenus dans la deuxième partie de ce travail seront re-considérés en appliquant cette technique de post-traitement.

## 6.2 Contribution à une meilleure compréhension des évolutions microstructurales des alliages $\gamma$ - $\gamma'$ lors de leur forgeage à chaud

# 6.2.1 Possibilité de recristallisation en hétéro-épitaxie dans d'autres alliages $\gamma - \gamma'$

Les résultats obtenus sur l'alliage René 65 ont permis d'identifier les conditions nécessaires pour la recristallisation en hétéroépitaxie : un faible écart de paramètre de maille  $\gamma - \gamma'$ , et un chemin thermique (ou thermomécanique) permettant la transformation de phase  $\gamma' \rightarrow \gamma$  avant déformation à chaud. Une fois ces conditions connues, la relecture d'articles entrant dans ce cadre a révélé que certaines microstructures présentées dans la littérature contiennent vraisemblablement des grains hétéroépitaxiés, par exemple dans les alliages Udimet 720 ou alliage LSHR. La possibilité de recristallisation en hétéroépitaxie a en outre été vérifiée expérimentalement dans trois alliages  $\gamma - \gamma'$ à faible écart de paramètre de maille : Udimet 720Li ("PER72"), RR1000 et AD730. Moyennant un chemin thermomécanique favorable, ce mécanisme de recristallisation a pu en effet être déclenché dans ces trois alliages. Ces résultats confortent l'hypothèse que ce mécanisme est possible dans l'ensemble des superalliages réunissant les conditions citées ci-avant.

#### 6.2.2 Comportement des bandes restaurées

Ces zones n'étant pas sensibles aux phénomènes de croissance anormale, leur comportement n'a pas été étudié particulièrement dans ce travail. Ce type de microstructure hétérogène n'est cependant pas propre au René 65. D'autres alliages comme l'AD730 présentent ce type de microstructure; un exemple est présenté en figure 6.1.



FIGURE 6.1 – Microstructure de la billette d'AD730, montrant des bandes restaurées et des zones équiaxes.

L'état de précipitation différent dans ces zones laisse supposer des mécanismes de recristallisation et des cinétiques de recristallisation différents. L'étude détaillée des différences de comportement entre les deux types de zones dans l'AD730 fait l'objet d'une thèse en cours au CEMEF Mines ParisTech. La micrographie présentée en figure 6.2 montre que la recristallisation en hétéro-épitaxie a également lieu dans les bandes de grains fins de cet alliage.



FIGURE 6.2 – Recristallisation en hétéro-épitaxie dans une bande de grains fins dans une billette de l'alliage AD730.

## 6.3 Confrontation des conclusions tirées des essais de laboratoire aux microstructures forgées en conditions industrielles

Les essais de laboratoire ont permis de mieux comprendre les évolutions de microstructure du René 65, dans une vaste gamme de conditions de déformation dans le domaine sub-solvus. Une partie des travaux réalisés, non présentée dans ce manuscrit, pour des raisons de confidentialité, a consisté à comparer les résultats obtenus dans les parties I et II, aux microstructures de pièces forgées en conditions industrielles.

## 6.3.1 Mécanismes de recristallisation dynamique dans une pièce forgée à l'échelle industrielle

Différents échantillons ont été prélevés dans une pièce industrielle forgée, dont les conditions locales de déformation ont été calculées au moyen du logiciel FORGE. Les microstructures de ces échantillons ont été comparées à celles des pions doubles-cônes déformés dans les mêmes conditions. Les mêmes mécanismes de recristallisation que ceux identifiés dans le Chapitre 3 ont été retrouvés. Les fractions recristallisées et les tailles de grains recristallisés sont en très bonne adéquation avec les cinétiques établies au Chapitre 4, compte-tenu des évolutions post-dynamiques, qui ont lieu au cours du refroidissement (lent) des pièces industrielles. La figure 6.3 démontre par ailleurs que le recristallisation hétéroépitaxiée existe dans le contexte industriel.



FIGURE 6.3 – Microstructure d'un échantillons prélevé dans une pièce industrielle forgée. a) Cartographie de GOS, b) Cartographie de phases obtenue par couplage EDS-EBSD, c) Cartographie d'orientation.

# 6.3.2 Impact des grains hétéro-épitaxiés sur les propriétés d'emploi

La présence de grains hétéro-épitaxiés dans les microstructures forgées à l'échelle industrielle permet de soulever la question de leur impact sur les propriétés mécaniques. Cet aspect est l'une des perspectives de ce travail.

### 6.3.3 Domaines de croissance de grains sélective dans une pièce forgée à l'échelle industrielle

De même, la croissance sélective de grains peut survenir dans les conditions de forgeage industrielles. Le traitement préventif mis au point sur échantillons de laboratoire donne quelques pistes pour éviter de phénomène indésirable. Les conditions de ce traitement restent à adapter en fonction des caractéristiques des microstructures industrielles.

## Liste des symboles

#### Notations générales

 $\gamma'_I$  précipité gamma prime primaire  $\gamma_{II}^\prime$  précipité gamma prime secondaire  $\gamma_{III}^\prime$  précipité gamma prime tertiaire  $a_i$  paramètre de maille de la phase i ( $i=\gamma$  ou  $\gamma'$ )  $\delta$  écart de paramètre de maille contraint G module de cisaillement de la matrice b vecteur de Burgers de la matrice  $\epsilon$  écart de paramètre de maille non contraint T température  $\varepsilon$  niveau de déformation  $\dot{\varepsilon}$  vitesse de déformation  $f_{\gamma'}$  fraction totale de phase  $\gamma'$  $f_{GB}$  fraction de précipités  $\gamma'$  sur les joints de grains d diamètre moyen équivalent des précipités  $\gamma'$  primaires  $P_Z$  pression d'ancrage de Zener  $D_Z$  diamètre limite de grains de Smith-Zener  $\overline{D}$  diamètre moyen équivalent des grains  $\gamma$  $P_C$  pression de capillarité  $D_{MAX}$  diamètre moyen équivalent du plus grand grain  $\gamma$  $P_{SE}$  pression associée à la différence d'énergie stockée

#### Microscopie électronique

MEB Microscope Electronique à Balayage EDS Energy Dispersive Spectroscopy EBSD Electron Back-Scattered Diffraction GOS Grain Orientation Spread KAM Kernel Average Misorientation GAM Grain Average Misorientation GND dislocations géométriquement nécessaires

 $\rho^{GND}_{GAM}$  densité moyenne de dislocations géométriquement nécessaires estimée à partir du GAM

MET Microscope Electronique à Transmission

FIB Focused Ion Beam

FFT Fast Fourier Tranformation (transformée de Fourier rapide)

BGR Bandes de Grains Restaurés

BGF Bandes de Grains Fins

ZE Zones Equiaxes

E.R. Etat reçu

 $T_{MES}$  Traitement thermique de Mise En Solution

TP Traitement Préventif

#### Recristallisation

DDRX Discontinuous Dynamic Recrystallization, recristallisation dynamique discontinue

CDRX Continuous Dynamic Recrystallization, recristallisation dynamique continue

HERX Hetero-Epitaxial Recrystallization, recristallisation en hétéro-épitaxie

SRX Static Recrystallization, recristallisation statique

PSN Particle Stimulated Nucleation, germination induite par les particules de seconde phase

AGG Abnormal Grain Growth, croissance anormale de grains

SGG Selective Grain Growth, croissance sélective de grains

# Table des figures

1.1	Vue en coupe d'un turboréacteur d'avion. (ONERA)	10
1.2	Disque de turbine basse pression d'un moteur CFM. (Safran Aircraft	
	Engines).	10
1.3	Quelques propriétés mécaniques du René $65$ comparées à celles d'autres	
	superalliages $\gamma$ - $\gamma'$ élaborés par voie coulée-forgée	12
2.1	Evolution de la fraction de phase $\gamma'$ en fonction de la température, cal-	
	culs Thermocalc, base TT-Ni-Alloys V8 (calculs réalisés par Jean-Mars	
	Fiorani à l'Institut Jean Lamour, Nancy).	16
2.2	Structure cristallographique des phases $\gamma$ et $\gamma'$	16
2.3	Cartographies EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) illustrant	
	la répartition des principaux éléments dans les phases $\gamma$ et $\gamma'.$	17
2.4	Morphologies des précipités $\gamma'$ secondaires, dans le René 65. a-c) Refroi-	
	dissement de 1060°C à 700°C à a) 50°C/min, b) 20°C/min c) 5°C/min;	
	d) Refroidissement de 1130° $C$ à 1160° $C$ à 2° $C/{\rm min}$ (cuboides), puis de	
	1060°C à 700°C à 5°C/min (e-h) : e) cuboides divisés, f) série de cu-	
	boides, g) morphologie dendritique (description des morphologies d'après	
	Durand-Charre [10]. $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	18
2.5	Autres phases en présence dans le René 65. a) Particules telles qu'ob-	
	servées par Bond et al. $\left[20\right];$ b) Nitrure bordé de deux carbo-nitrures	19
2.6	Procédure de quantification de la distribution de précipités $\gamma'.$ a) Image	
	en électrons rétrodiffusés ; b) Image traitée correspondante ; c) Distribu-	
	tion de taille de précipités	21
2.7	Principe de la visualisation des dislocations interfaciales par imagerie en	
	électrons secondaires, d'après Epishin et al. [21]	22
2.8	Clichés de bandes de Kikuchi correspondant aux phases a) $\gamma$ ; b) $\gamma'$ ,	
	ayant des orientations cristallographiques similaires	23

2.9	Illustration du couplage EDS-EBSD. a) Image MEB en électrons rétro-	
	diffusés, b) Cartographie d'orientation correspondante, c) Cartographie	
	de phases obtenue par EBSD conventionnelle, d) Cartographie EDS des	
	éléments Al, Ti, Cr et zones de mesure des spectres de référence (1 : $\gamma'$ ,	
	$2: \gamma$ ), e) Cartographie de phases obtenue avec le couplage EDS-EBSD.	25
2.10	Schéma de définition des paramètres de désorientation : a) GOS; b)	
	KAM; c) GAM. D'après la notice du logiciel TSL OIM	27
2.11	Codes couleur utilisés pour représenter les cartographies EDS-EBSD.	
	a) Indice de qualité (IQ); b) IQ + Cartographie de phases; c) IQ +	
	Cartographie d'orientation; d) $IQ + GOS$ ; e) $IQ + KAM$ ; f) $IQ + GAM$ .	29
2.12	Préparation d'une lame MET par abrasion ionique : a) Identification	
	de la zone d'intérêt; b) Dégagement de deux piscines dans la masse de	
	l'échantillon, de part et d'autre de la zone d'intérêt; c) fixation de la	
	lame sur une pointe (*) et enlèvement de la lame; d) fixation de la lame	
	sur une grille en cuivre et désolidarisation de la pointe	30
2.13	Pion double-cône a) Avant déformation; b) Après déformation, vue de	
	face; c) Après déformation, vue en coupe.	32
2.14	Géométries de pions double-cônes utilisés, dimensions, cartographies de	
	déformation correspondantes (simulations FORGE) et orientation des	
	axes (X,Y,Z) pour les cartographies EBSD	33
2.15	Simulation FORGE de l'essai de compression d'un pion type B. a) Lo-	
	calisation des capteurs; Evolution au cours du temps b) du niveau de	
	déformation local, c) de la vitesse de déformation locale	33
2.16	Système de traitement thermique in-situ pour le MEB. a) Schéma de la	
	platine en position tiltée pour l'EBSD; b) Photo du montage. $\ldots$ .	34
2.17	Micrographies optiques de la billette. a) Coupe longitudinale (axe de la	
	billette vertical); b) Coupe transverse. D'après Gibot [30]	35
2.18	Micrographie en électrons rétrodiffusés révélant la présence de carbures	
	et de carbo-nitrures préférentiellement localisés dans les Zones Equiaxes.	36
2.19	Analyse des deux zones de la billette en EBSD : a) Cartographie d'orien-	
	tation; b) Cartographie de KAM associé à la zone encadrée; c) Carto-	
	graphies d'orientation associées à la zone encadrée	37
2.20	Microstructure d'une billette de René 65 après traitement thermique à	
	$1066^{\circ}C, [3].$	38
2.21	Microstructure reçue : a) Cartographie d'orientation, b) Image en élec-	
	trons rétrodiffusés correspondante, c) KAM, d) Cartographies de phase	
	des deux zones montrant des précipités $\gamma'$ primaires aux joints de grains.	39

2.22	Forces motrices agissant sur un joint séparant deux grains de niveaux	
	d'écrouissage différents, en présence de particules de seconde phase	41
2.23	Évolution de la taille de grains après deux heures de maintien à diffé-	
	rentes températures, comparaison à la taille limite de Zener $D_Z$ , calculée	
	à partir des données de la figure 2.27 et de la formule 2.12. a) ZE; b)	
	BGF	43
2.24	Évolution de la microdure té en fonction de la température (masse : 200 $$	
	g)	44
2.25	Évolution de la fraction surfacique de phase $\gamma'$ en fonction de la tempéra-	
	ture et comparaison à la fraction d'équilibre thermodynamique calculée	
	avec ThermoCalc. a) ZE; b) BGF.	44
2.26	Évolution de l'état de précipitation secondaire (ZE et BGF) en fonction	
	de la température. a) Micrographies BSE; b) Fraction volumique et	
	diamètre moyen 2D	45
2.27	Évolution de l'état de précipitation primaire en fonction de la tempéra-	
	ture. a) Pression d'ancrage de Smith-Zener; b) Fraction surfacique, c)	
	Diamètre moyen 2D	46
2.28	Évolution du paramètre $\rho^{GAM}_{GND}$ moyen en fonction de la température	48
2.29	Images en électrons rétrodiffusés des microstructures obtenues après	
	deux heures de maintien à : a) $1060^{\circ}C$ ; b) $1065^{\circ}C$ ; c) $1080^{\circ}C$ ; d) $1090^{\circ}C$ .	
	Les BGF sont entourées en pointillés jaunes. Sur chaque micrographie,	
	deux grains caractéristiques des ZE sont délimités en orange et en rouge.	51
2.30	Traitement de recuit appliqué à la microstructure reçue (E.R.), et ob-	
	tention de l'état recuit (E.R.R.)	54
2.31	a) Microstructure reçue (E.R.); b) Microstructure après maintien de 2h	
	à 1050°C et trempe à l'eau; c) Microstructure après maintien de 2 h à	
	$1050^\circ C$ et refroidissement lent à $5^\circ C$ par minute jusqu'à $600^\circ C$ puis re-	
	froidissement à l'air : état recuit (E.R.R.) pour l'étude de recristallisation.	54
2.32	Chemin thermo-mécanique subi par les pions double-cône	59
3.1	Recristallisation dynamique dans l'Inconel 718 forgé dans le domaine	
	supersolvus. a) Ondulation des joints de grains à $\varepsilon = 0.55$ : b) Premières	
	étapes de la recristallisation dynamique à $\varepsilon = 1$ : c) Microstructure par-	
	tiellement recristallisée à $\varepsilon = 1.5$ . D'après Zouari [60]	62

3.2	Recristallisation dynamique continue dans l'alliage Nimonic 80A dé-	
	formé en compression à 950°C, $\varepsilon{<}1,1$ et $\dot{\varepsilon}{=}$ 1 $s^{-1}.$ a) Cartographie	
	d'orientation présentant des grains recristallisés par CDRX en bordure	
	des grains initiaux. b) Réseaux de sous-joints dans les zones encadrées	
	sur la cartographie a). c) Profils de désorientations le long des lignes 1	
	et 2 de la cartographie a). D'après Chen et al. [65]	63
3.3	Zone de déformation autour d'une particule dans un matériau polycris-	
	tallin, d'après Humphreys [32]	64
3.4	Phénomène de PSN autour d'un carbure dans l'Incoloy 901 déformé à	
	T=950°C, $\varepsilon$ =0,35 et $\dot{\varepsilon}$ =1 $s^{-1}$ , d'après Momeni et al. [76]	64
3.5	Séquence d'évolutions microstructurales observées le long du rayon d'un	
	pion double-cône déformé à 1040°C et $0,01s^{-1}$ , a) $\varepsilon = 0,05$ ; b) $\varepsilon = 0,36$ ;	
	c) $\varepsilon = 0.60$ ; d) $\varepsilon = 0.95$ ; e) $\varepsilon = 1.40$ .	65
3.6	Microstructure du pion double-cône déformé à 1040°C et $0,01s^{-1}$ jus-	
	qu'à $\varepsilon = 0,60$ a) Cartographie du GOS; b) Cartographie de phases; c)	
	Cartographie d'orientation ; d) Profil de désorientation typique à travers	
	l'interface $\gamma' - \gamma$ recristallisé issu du couplage EDS-EBSD	67
3.7	Microstucture d'un pion déformé à 1070° $C$ contenant plusieurs grains	
	hétéro-épitaxiés de grande taille. a) cartographie d'orientation; b) Ker-	
	nel Average Misorientation calculé sur les premiers voisins de chaque	
	pixel; c) cartographie de phases issue du couplage EDS-EBSD; d) mi-	
	crographie correspondante en électrons rétrodiffusés	68
3.8	Lame mince prélavée à travers un précipité et son grain hétéro-épitaxié a)	
	Image en mode STEM ; b) Clichés de diffraction correspondant au grain	
	recristallisé (1) et au précipité (2); c) Cartographies EDS correspondantes	69
3.9	Interface $\gamma-\gamma'$ en microscopie à transmission haute résolution et Trans-	
	formées de Fourier Rapides correspondant aux zones A (phase $\gamma')$ et B	
	(phase $\gamma$ )	70
3.10	Diffractogramme d'un échantillon de René 65 sur la plage 2 $\theta \in \ [20^\circ; 50^\circ]$	
	à température ambiante	73
3.11	Réseau de dislocations interfaciales au niveau de l'interphase $\gamma'$ primaire	
	- $\gamma$ recristallisé en hétéro-épitaxie, révélé selon la méthode décrite en	
	section 2.2.2. [21]	73
3.12	Morphologie des grains hétéro-épitaxiés dans l'échantillon déformé à	
	$1000^{\circ}C; 0, 1s^{-1}; \varepsilon = 0, 05$	75
3.13	Morphologie des précipités $\gamma'$ primaires a) après maintien à 1050°C et	
	trempe à l'eau b-d) après traitement de recuit complet	75

3.14	Microstructure de la lame prélevée par FIB dans l'échantillon recuit.	
	a) image en électrons rétrodiffusés de la microstructure, l'aire encadrée	
	correspond à la section à travers la quelle la lame a été prélevée ; b) image	
	en mode STEM du précipité d'intérêt ; c) schéma annoté correspondant	
	à b)	76
3.15	Evolution de la composition des phases $\gamma$ et $\gamma'$ dans l'alliage René 65 en	
	fonction de la température. a) $\gamma$ ; b) $\gamma'$	77
3.16	Reconstruction par sonde atomique tomographique de la microstructure	
	d'un échantillon de l'alliage RRHT1, après traitement de vieillissement	
	de 16 heures à 850°C. Des précipités $\gamma$ sont présents dans les précipités	
	$\gamma'.$ D'après Antonov et al. [88]	78
3.17	Diagramme de phase du système binaire Ni-Al. La région $\gamma - \gamma'$ est	
	encadrée en rouge.	79
3.18	Ecart à la sto echiométrie dans la phase $\gamma'$ du René 65 en fonction de la	
	température	81
3.19	Image BSE en contraste ECCI du réseau de dislocations et de défauts	
	cristallins dans un précipité $\gamma'$ après traitement de recuit. Les flèches	
	indiquent les inclusions de phase $\gamma$ connectées au réseau de dislocations.	82
3.20	Microstructure recuite après maintien de 1 h à 1070° $C$ et trempe à l'eau.	82
3.21	Schéma illustrant les configurations interfaciales de a) l'état recuit; b)	
	l'état faiblement déformé.	84
3.22	Enregistrement des profils de température pour les traitements ther-	
	miques de la campagne dédiée à l'influence de la température et de la	
	vitesse de refroidissement sur la précipitation inverse	86
3.23	Microstructures typiques obtenues après maintien d'une heure à 1060° $C$	
	puis différentes températures et vitesses de refroidissement	87
3.24	Mesure des diamètres des précipités $\gamma'$ et des ensembles $\gamma'$ primaire $+$	
	enveloppe $\gamma$ au cours des refroidissements à différentes vitesses et tem-	
	pératures, à partir de micrographies type fig. 3.23	88

3.25	Illustration des forces motrices agissant lors du développement d'un	
	grain hétéro-épitaxié. a) précipité $\gamma'$ primaire situé sur un joint de grain,	
	sur-saturé en éléments $\gamma$ -gènes; b) réjection des éléments $\gamma$ -gènes en bor-	
	dure du précipité (flèches vertes); c) création d'une enveloppe cohérente	
	de phase $\gamma$ par précipitation inverse; d) inversion de la force motrice	
	thermo-chimique lors du chauffage avant déformation; e) introduction	
	d'énergie stockée sous forme de dislocations lors de la compression; f)	
	migration du joint de grain hétéro-épitaxié sous l'effet de la différence	
	d'énergie stockée avec la matrice voisine; g) développement du grain	
	hétéro-épitaxié.	90
3.26	Joint de grains ondulé dans l'échantillon déformé à $1040^{\circ}C$ ; $\varepsilon = 0.60$ et	
	$\dot{\varepsilon}=0.01 \ s^{-1}$ ; trois ondulations avec formation en cours d'un joint de	
	grains sont entourées	91
3.27	Grain recristallisé ayant germé à partir d'une macle d'un grain écroui,	
	échantillon déformé à T=950°C; $\varepsilon$ =0,40; $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s <sup>-1</sup> . * Les profils de	
	désorientation A' et A" sont similaires au profil A avec désorientation	
	de 9° et 11° respectivement. $\ldots$	92
3.28	Séquence d'évolutions microstructurales à 950°C et 0.01 $s^{-1}$ . a-c) Car-	
	tographies d'orientation, d-f) Code couleur basé sur le paramètre GOS.	
	a,d) $\varepsilon = 0, 40$ ; b,e) $\varepsilon = 0, 60$ ; c,f) $\varepsilon = 1, 40, \ldots, \ldots, \ldots$	95
3.29	Désorientations intragranulaires et réseau de sous-joints dans un grain	
	écroui à 950 °C ; $\varepsilon = 1.4$ ; $\varepsilon^{-1}$ a) Kernel Average Misorientation ; b) Profils	
	de désorientations intragranulaires : c) Cartographie du réseau de sous-	
	joints.	96
3.30	Occurence simultannée des trois mécanismes de recristallisation dyna-	
	mique à 1000 °C, $\dot{\varepsilon}$ =0.01 s <sup>-1</sup> , HERX et a) CDRX à $\varepsilon$ =0.60; b) Ondula-	
	tion des joints de grains à $\varepsilon = 0.36$ . Les précipités $\gamma'$ apparaissent en noir.	
	les grains HERX sont indiqués par des flèches	97
3.31	Domaines de prédominance des mécanismes de recristallisation dyna-	
	mique continue et discontinue (CDRX/DDRX) a) dans un alliage Ni-	
	20%Cr [61]: b) dans l'alliage Nimonic 80A [65].	98
4.1	Seuillage sur le GOS pour la séparation des grains HERX et défor-	
	més, dans le double cône déformé à T=1040°C; $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s <sup>-1</sup> ; $\varepsilon$ =0,60.	
	a) Cartographie des GOS dans la matrice; b) Distribution de GOS cor-	
	respondante; c) Grains déformés (GOS>1,1°; d) Grains recristallisés	
	$(GOS < 1, 1^{\circ})$	103

4.2	Exemple de mesure de taille et fraction recristallisée dans une micro-	
	structures déformée à T=1040°C; $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s <sup>-1</sup> ; $\varepsilon$ =0,30. a) Image BSE;	
	b) Profil d'intensité correspondant.	104
4.3	Séparation des populations HERX et DDRX dans l'échantillon déformé à	
	T=950°C; $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s <sup>-1</sup> ; $\varepsilon$ =0,95. a) Cartographie des GOS de la matrice;	
	b) Distribution correspondante et seuils appliqués; c) Grains écrouis; d)	
	Grains HERX; e) Grains DDRX	105
4.4	Séparation des populations HERX et CDRX dans l'échantillon déformé à	
	T=950°C; $\dot{\varepsilon}$ =0,01 s <sup>-1</sup> ; $\varepsilon$ =1,40. a) Cartographie des GOS de la matrice;	
	b) Distribution correspondante et seuil appliqué; c) Grains écrouis; d)	
	Grains recristallisés; e) Grains recristallisés avec un code couleur basé	
	sur la taille de grains; f) Distribution de taille de grains correspondante	
	et seuil appliqué; g) Grains HERX; h) Grains CDRX. $\ldots$	106
4.5	Séparation des populations HERX et CDRX dans l'échantillon déformé	
	à T=1070°C; $\dot{\varepsilon}{=}0,01~s^{-1};~\varepsilon{=}0,95.$ a) Cartographie des GOS de la ma-	
	$trice;b)Grainsrecristallisés;c)Grains\acute{e}crouis;d)Fichier<\!GrainFile>$	
	extrait de la partition des grains recristallisés; e) Cartographie Pattern	
	Quality des grains recristallisés avec numérotation correspondant au fi-	
	chier Grain File	107
4.6	Cinétiques de recristallisation à T=1040°; $\dot{\varepsilon} = 0,01 \ s^{-1}$ . a) Fraction	
	recristallisée totale, b) Fraction $\mathrm{HERX};$ c) Fraction $\mathrm{DDRX};$ d) Aire	
	moyenne des grains HERX; e) Aire moyenne des grains DDRX. $\ldots$ .	109
4.7	Cinétiques de recristallisation à 0, $01s^{-1}$ . a) Fraction HERX; b) Fraction	
	DDRX ou CDRX, les valeurs $({\rm K;n})$ des profils sigmoïdaux sont indiqués	
	sur les courbes; c) Aire moyenne des grains HERX; d) Aire moyenne	
	des grains DDRX ou CDRX	112
4.8	Joints des grains hétéro-épitaxiés ancrés par les précipités $\gamma'.$ a) 1000°C ;	
	0, $01s^{-1}$ ; $\varepsilon = 0, 30.$ b) $1040^{\circ}C$ ; $0, 01s^{-1}$ ; $\varepsilon = 0, 36.$ c) $1070^{\circ}C$ ; $0, 01s^{-1}$ ;	
	$\varepsilon = 0, 40$	113
4.9	Dissolution de précipités $\gamma'$ secondaires dans le joint d'un grain hétéro-	
	épitaxié, dans la microstructure déformée à 1040°C, 0,01 s <sup>-1</sup> , et $\varepsilon = 0,2$ .	114
4.10	Dissolution d'un précipité $\gamma'$ dans un front de recristallisation. Alliage	
	Ni-16%atCr-6,3%Al, d'après Smidoda et al. [111]	115

4.11	Re-précipitation derrière le front de recristallisation, dans des alliages	
	contenant différentes fraction de phase $\gamma'$ a) pas de re-précipitation; b)	
	re-précipitation avec création d'une zone de déplétion ; c) re-précipitation	
	discontinue. Sur chaque micrographie, la lettre A désigne le grain écroui	
	et B le grain recristallisé. D'après Porter et Ralph [8]	115
4.12	Structure de précipitation intragranulaire dans la microstructure dé-	
	formée à 1000°C, 0,1 $s^{-1}$ et $\varepsilon{=}1{,}40{.}$ a) Cartographie des GOS; b)	
	Image BSE correspondante; c) Grain écroui; d) Grain hétéro-épitaxié;	
	e) Grains DDRX	117
4.13	Coalescence des précipités $\gamma'$ secondaires aux joints d'un grain écroui,	
	dans l'échantillon déformé à 1040°C, 0,01 $s^{-1}$ et $\varepsilon=0,36.$	118
4.14	Coalescence dynamique à 0,01 $s^{-1}.$ a) Fraction volumique de précipités	
	$\gamma'$ secondaires ; b) Diamètre moyen équivalent des précipités $\gamma'$ secondaires.	119
4.15	Evolution de la population de précipités $\gamma'$ primaires au cours de la	
	déformation à 0,01 $s^{-1}$ à différentes températures	120
4.16	Evolution de la morphologie des précipités $\gamma'$ primaires à l'intérieur des	
	grains hétéro-épitaxiés, dans le pion double-cône déformé à T=1000°C ;	
	$\dot{\varepsilon} = 0,1 \ s^{-1}$ .	120
4.17	Mise à l'équilibre de la fraction volumique totale de phase $\gamma'$ au cours	
	de la déformation à chaud	121
4.18	Evolution de la fraction recristallisée pour chaque mécanisme en fonction	
	de la déformation, pour les températures des vites ses de 0,01 et 0,1 $s^{-1}.$	
	a) Fraction DDRX; b) Fraction HERX	123
4.19	Morphologie des grains hétéro-épitaxiés a) après le traitement de re-	
	cuit; b-e) à $\varepsilon = 0.17$ : b) $1000^{\circ}C$ ; $\dot{\varepsilon} = 0.01 \ s^{-1}$ . c) $1040^{\circ}C$ ; $\dot{\varepsilon} = 0.01 \ s^{-1}$ . d)	
	1040°C; $\dot{\varepsilon}$ =0,001 s <sup>-1</sup> . e) 1070°C; $\dot{\varepsilon}$ =0,001 s <sup>-1</sup> . Les contours des enve-	
	loppes de $\gamma$ sont entourés en pointillés rouges. Les symboles $\varnothing$ indiquent	
	les précipités dont le germe hétéro-épitaxié a été dissous	125
4.20	Densité de germes hétéro-épitaxiés aux faibles niveaux de déformation.	126
4.21	Coalescence dynamique des précipités $\gamma'$ secondaires en fonction de la	
	vitesse de déformation. a) fraction volumique; b) diamètre moyen équi-	
	valent.	129
4.22	Evolution de la composition de la phase $\gamma'$ de a) l'AD730, b) l'Udimet	
	720, calculs Thermocalc	130

4.23	Micrographie de la microstructure de la billette d'Udimet 720, telle que	
	présentée par Fahrman et Suzuki [12]. Des flèches ont été ajoutées indi-	
	quant le joint de grains délimitant une très probable enveloppe cohérente	
	de phase $\gamma$ autour des précipités $\gamma'$ primaires	132
4.24	Udimet 720LI, déformé à chaud dans le domaine sub-solvus, par Lindsley	
	et Pierron [113]. a) Micrographie en électrons secondaires; b) Microgra-	
	phie en électrons secondaires superposée avec la cartographie d'orienta-	
	tion: c) Cartographie d'orientation.	133
4.25	Microstructures de l'alliage LSHR après maintien et déformation à $\dot{\varepsilon} =$	
	$5.10^{-4}s^{-1}$ , $\varepsilon = 0.7$ et a) maintien de 10 minutes et T=1066°C ; b) main-	
	tien de 10 minutes et T=1135°C, b') Zoom sur le précipité indiqué par	
	une astérisque sur b), b") Schéma correspondant à b'); c) maintien de	
	$60 \text{ minutes à T}=1135^{\circ}C.$	134
4.26	Udimet 720 avant subi le traitement de recuit, a) Image BSE: b) Image	
	FSE présentant un contraste topographique et cristallographique. c.d)	
	Images ECCI de deux précipités $\gamma'$ primaires contenant une forte densité	
	de dislocations	136
4.27	Microstructure d'un échantillon d'Udimet 720 recuit puis déformé à	100
1.21	$1000^{\circ}C$ et $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$ et trempé, a) Image en électrons rétrodiffusés:	
	b-d) Cartographies EDS-EBSD correspondantes, contraste de bandes	
	superposé avec b) la cartographie de phases issue du couplage EDS-	
	EBSD: c) la cartographie d'orientation: d) le paramètre GOS dans la	
	matrice	137
4.28	Seuillage des populations écrouie HERX et DDRX dans l'Udimet dé-	101
1.20	formé à $1000^{\circ}C$ : $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$ et trempé, a) Cartographie des GOS de	
	la matrice : b) Distribution de GOS correspondante et seuils appliqués :	
	c) Grains recristallisés DDRX (GOS<1.2°: d) Grains hétéro-épitaxiés	
	$(1.2^{\circ} < \text{GOS} < 4.1^{\circ})$ : e) Grains écrouis (GOS>4.1°).	138
4.29	Statistiques de recristallisation dans l'Udimet 720.	139
4.30	Microstructure de l'alliage BB1000 après traitement de recuit, a) Image	100
	FSE présentant un contraste topologique et un contraste d'orientation :	
	b) Contraste de bandes: c) Cartographie d'orientation superposée au	
	contraste de bandes : d) KAM superposé au contraste de bandes	140
4.31	Microstructure de l'alliage RR1000 recuit puis déformé à $1060^{\circ}C$ et 0.01	- 5
	$s^{-1}$ . a) Cartographie de GOS de la matrice: b) Cartographie de phases	
	issue du couplage EDS-EBSD; c) Cartographie de KAM de la matrice:	
	d) Cartographie d'orientation des deux phases	141
	, OF	

4.32	2 Microstructure de l'AD730 après traitement de recuit	142
5.1	Profil de tailles de grains moyenne (Background) et maximale (ALA) en fonction du niveau de déformation, dans le René 88DT déformé à température ambiante puis traité dans le domaine super-solvus (1150° $C$ ,	
5.2	2h). D'après Blankenship et al. [117]	148
5.3	au reactif de Kalling	190
5.4	attaqué au réactif de Kalling	151
5.5	dérant les joints de macles comme des défauts intragranulaires; c) GOS. Microstructures (une couleur par grain) des échantillons traités à : a- b) 1065°C-2h (fig. 5.4), c-d) 1150°C-0,25h et sans énergie stockée. a,c) Critère pour le calcul de $N_1$ , b,d) Critère pour le calcul de $N_2$ . Les	153
5.6	précipités $\gamma'$ primaires apparaissent en noir	154
5.7	dislocations derrière le front de migration. D'après [24] Microstructure reçue après exposition de deux heures à $1080^{\circ}C$ , corres-	150
5.8	Interaction entre un joint de grains courbé (initialement concave) et une particule de seconde phase. a) Évolution de la courbure locale du joint de grains en fonction du temps; b) distance de migration locale du joint	198
	au niveau des points C et T	160

5.9	Gradient de microstructure ( $\varepsilon$ =0,15 à 0,19) dans l'échantillon déformé	
	à 1040°C, $0,001s^{-1}$ , trempé puis traité à 1065°C pendant 30 minutes.	
	Micrographie en électrons rétrodiffusés	161
5.10	Profils d'évolution des tailles de grains maximum et moyenne, dans le	
	gradient de déformation d'un pion déformé à 1040°C, 0,01 $s^{-1}$ et traité	
	pendant une heure à $1065^{\circ}C$ . A : apparition du premier grain "anor-	
	mal"; B : les grains "anormaux" recouvrent 100% de la microstructure;	
	C : retour à une distribution monomodale de taille de grains et une	
	microstructure fine.	162
5.11	Plages de déformation menant à une distribution de taille de grains	
	bimodale après traitement d'une heure à $1065^{\circ}C$ , en fonction de la tem-	
	pérature et de la vitesse de déformation. Les lignes rouges et verte cor-	
	respondent respectivement à la position du point A et C identifiés sur	
	la figure 5.10	164
5.12	Microstructure des pions double-cône déformés à 1040°C, $\varepsilon{=}0{,}7$ et a)	
	$\dot{\varepsilon}=0,001 \ s^{-1}; b) \ \dot{\varepsilon}=0,01 \ s^{-1}.$	166
5.13	Images FSD de la microstructure du pion double-cône déformé à 1040°C,	
	0,01 $s^{-1}$ puis trempé et traité pendant 20 minutes à 1065°C. a) $\varepsilon=0,30,$	
	distribution monomodale et fine; b) $\varepsilon=0,17,$ pic de taille de grains et	
	distribution bimodale. Les grains HERX sont entourés en blanc. $\ . \ . \ .$	169
5.14	Image en électrons rétrodiffusés correspondant au même état que la mi-	
	crographie 5.13-b	170
5.15	Comparaison entre la taille de grains anormaux "mesurée" et leur taille	
	estimée $D^*$ dans un scénario de croissance de tous les grains HERX	
	présents dans l'état déformé-trempé sous forme de grains "anormaux"	172
5.16	a) Évolution de la densité de grains HERX dans la partie écrouie de la	
	microstructure, en fonction du temps d'exposition à $1065^{\circ}C$ ; b) Tailles	
	$D^*$ correspondant aux densités mesurées en a)	173
5.17	a) Microstructure initiale pour les traitements thermiques in-situ. a)	
	Micrographie en électrons rétrodiffusés, les grains HERX sont entourés	
	en jaune; b) Cartographie d'orientation; c) Cartographie d'orientation	
	des précipités $\gamma'$	174
5.18	Enregistrement de la température de l'échantillon au cours des 20 trai-	
	tements thermiques in-situ	175
5.19	Évolutions de microstructure au cours des traitements thermiques in-	
------	---	-----
	situ, le numéro du traitement ainsi que le temps cumulé d'exposition à	
	$1065^\circ C$ sont indiqués. a) Cartographies d'orientation, la zone d'intérêt	
	initiale est encadrée; b) Cartographies colorées selon la taille de grains;	
	c) Distributions de tailles de grains (fraction d'aire)	176
5.20	Microstructure obtenue dans l'épaisseur de l'échantillon après les 20 trai-	
	tements thermiques. a) Cartographie d'orientation; b) Cartographie co-	
	lorée par grain (couleurs arbitraires)	177
5.21	Analyse de l'évolution des grains HERX au cours des traitements ther-	
	miques in-situ à 1065° $C$ a) Identification de la zone d'intérêt sur la base	
	des cartographies d'orientation initiale et finale de la phase $\gamma';{\rm b})$ Carto-	
	graphie d'orientation des deux phases à l'état final; c) Image en électrons	
	rétrodiffusés correspondante. Les précipités $\gamma'$ initialement englobés d'un	
	grain HERX sont entourés en jaune sur les figures -a à -c	179
5.22	Reconstitution de l'historique d'évolution des grains A à E identifiés sur	
	la figure 5.19-b au cours du traitement thermique	181
5.23	Profil de taille de grain maximum obtenu après traitement du pion dé-	
	formé à 1040°C, $\dot{\varepsilon} = 0,001 \ s^{-1}$ , pour les temps de maintien $t_i$ à 1065°C.	183
5.24	Micrographies des microstuctures déformées à 1040°C, $0,01s^{-1}$ et trai-	
	tées à 1065°C pendant les temps $t_i$ , aux niveaux de déformation $\varepsilon_i$	184
5.25	Cinétiques de développement des grains "anormaux" a) diamètre du plus	
	grand grain en fonction du temps, aux niveaux de déformation $\varepsilon_i$ ; b) Ni-	
	veaux de déformation auxquels apparaissent le premier grains "anormal"	
	et auquel ces grains occupent 100% de la microstructure	185
5.26	Evolution de la taille des grains C et D de la figure 5.22 en fonction du	
	temps d'exposition à $1065^{\circ}C$ .	187
5.27	Influence du paramètre $\rho_{GND}^{GAM}$ des grains écrouis et de l'ancrage de Smith-	
	Zener sur l'apparition de croissance sélective lors d'un traitement d'une	
	heure à $1065^{\circ}C$	190
5.28	Chemins thermiques subis par les échantillons, pour la détermination	
	d'un traitement préventif (TP)	191
5.29	Influence d'un traitement préventif sur une microstructure initialement	
	sensible à la croissance sélective de grains. Taille de grains après traite-	
	ment préventif et traitement à $1065^{\circ}C$ , en fonction de la pression d'an-	
	crage de Smith-Zener et du paramètre $\rho_{GND}^{GAM}$ à l'issue du traitement	
	préventif.	192

6.1	Microstructure de la billette d'AD730, montrant des bandes restaurées	
	et des zones équiaxes	199
6.2	Recristallisation en hétéro-épitaxie dans une bande de grains fins dans	
	une billette de l'alliage AD730.	200
6.3	Microstructure d'un échantillons prélevé dans une pièce industrielle for-	
	gée. a) Cartographie de GOS, b) Cartographie de phases obtenue par	
	couplage EDS-EBSD, c) Cartographie d'orientation	201

## Liste des tableaux

2.1	Composition chimique (% en masse) du René 65 [3] et du René 88DT [5]	. 15
2.2	Composition des phases de l'alliage René 65 mesurée par EDS, dans un	
	échantillon forgé à 1050°C puis refroidi à l'air	17
2.3	Caractéristiques microstructurales des deux types de zones de la micro-	
	structure reçue.	39
2.4	Distribution de précipités $\gamma'$ dans l'état recuit	54
2.5	Conditions de déformation des pions double-cônes (A et B correspondent	
	aux géométries présentées en figure 2.14)	60
3.1	Composition chimique des phases annotées sur la figure 2.12, mesurée	
	par EDS (moyenne de 3 à 5 pointés par phase). $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	76
3.2	Caractéristiques des sous-grains dans l'échantillon déformé à $950^\circ C$ et	
	$0,01 \ s^{-1}.$	95
4.1	Paramètres K et n $(f = 1 - exp(-K\varepsilon^n))$ identifiés à partir des courbes	
	de fraction recristallisée DDRX de la figure 4.18-a	124
4.2	Tailles de grains recristallisés à $\varepsilon = 0, 60. \dots \dots \dots \dots \dots \dots$	127
4.3	Composition chimique de l'alliage LSHR, [114].	134
4.4	Composition chimique de l'Udimet 720, [115]	136
4.5	Composition chimique de l'alliage RR1000	139
4.6	Composition chimique de l'AD730, [116]	142
5.1	Caractéristiques des macles thermiques dans les microstructures présen-	
	tées en figure 5.5. Les valeurs indiquées entre parenthèses sont celles	
	mesurées par Agnoli [25] dans l'Inconel 718	155
5.2	Longueur surfacique de joints de grains dans les microstructures présen-	
	tées en figure 5.5	157
5.3	Taille de grains maximum obtenue après une heure à $1065^{\circ}C$ en fonction	
	de la température de déformation et pour une vites se de 0,01 $s^{-1}.\ .\ .$	164

5.4	Nature et localisation des précipités $\gamma'$ primaires à l'issue des 20 traite-	
	ments thermiques successifs	178

## Bibliographie

- [1] Roger C. Reed. *The Superalloys*. Cambridge University Press, Cambridge, 2006.
- [2] Jeniski R. Forging the future in aerospace. ATI focus, page 14, 2012.
- [3] C. M. Heaney, M.L. Lasonde, A.M. Powell, B.J. Bond, and C.M. O'Brien. Development of a New Cast and Wrought Alloy (René 65) for High Temperature Disk Applications. In 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, pages 67–77, 2014.
- [4] A. Laurence. Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65. Phd thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2015.
- [5] ST Wlodek, M Kelly, and DA Alden. The structure of Rene 88 DT. Superalloys 1996, 8th International Symposium on Superalloys1996, pages 129–136, 1996.
- [6] C.S. Smith. Zener pinning. Trans. Metall. Soc. AIME, 175 :15–51, 1948.
- [7] JV Bee, AR Jones, and PR Howell. The interaction of recrystallizing interfaces with intragranular precipitate dispersions in a Nickel-base super-alloy. *Journal* of Materials Science, 16(6) :1471–1476, 1981.
- [8] A. Porter and B. Ralph. The recrystallization of nickel-base superalloys. *Journal of Materials Science*, 16(3):707–713, mar 1981.
- [9] R.A. Ricks, A.J. Porter, and R.C. Ecob. The growth of gamma' precipitates in nickel-base superalloys. Acta Metallurgica, 31(1):43–53, jan 1983.
- [10] Madeleine Durand-Charre. The Microstructure of Superalloys. Gordon and Breach Science Publishers, 1998.
- [11] R.J. Mitchell, M. Preuss, and M.C. Hardy. The influence of cooling rate from temperatures above the γ solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering : A*, 473(1-2) :158–165, jan 2008.

- [12] M. Fahrmann and A. Suzuki. Effect of cooling rate on Gleeble hot ductility of Udimet alloy 720 billet. *Superalloys 2008*, pages 311–316, 2008.
- [13] J. Tiley, G.B. Viswanathan, R. Srinivasan, R. Banerjee, D.M. Dimiduk, and H.L. Fraser. Coarsening kinetics of γ precipitates in the commercial nickel base Superalloy René 88 DT. Acta Materialia, 57(8) :2538–2549, may 2009.
- [14] A.R.P. Singh, S. Nag, J.Y. Hwang, G.B. Viswanathan, J. Tiley, R. Srinivasan, H.L. Fraser, and R. Banerjee. Influence of cooling rate on the development of multiple generations of γ precipitates in a commercial nickel base superalloy. *Materials Characterization*, 62(9) :878–886, sep 2011.
- [15] A.R.P. Singh, S. Nag, S. Chattopadhyay, Y. Ren, J. Tiley, G.B. Viswanathan, H.L. Fraser, and R. Banerjee. Mechanisms related to different generations of γ precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy. *Acta Materialia*, 61(1) :280–293, jan 2013.
- [16] A. Laurence, J. Cormier, P. Villechaise, T. Billot, J.-M. Franchet, F. Pettinari-Sturmel, M. Hantcherli, F. Mompiou, and A. Wessman. Impact of the solution cooling rate and of thermal aging on the creep properties of the new cast & amp; wrought René 65 Ni-based superalloy. In 8th International Symposium on superalloy 718 and derivatives, pages 333–348, Pittsburgh, PA, 2014.
- [17] F. R. N. Nabarro. The Strains Produced by Precipitation in Alloys. Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 175(963) :519–538, jul 1940.
- [18] W. A. Jesser. On the theory of loss of coherency by spherical precipitates. *Phi-losophical Magazine*, 19(161) :993–999, may 1969.
- [19] L. M. Brown and G. R. Woolhouse. The loss of coherency of precipitates and the generation of dislocations. *Philosophical Magazine*, 21(170) :329–345, feb 1970.
- [20] B.J. Bond, C.M. O'Brien, J.L. Russell, J.A. Heaney, and M.L. Lasonde. René 65 Billet Material for Forged Turbine Components. In USA John Wiley & sons, Inc., Hoboken, NJ, editor, 8th International Symposium on Superalloys718 and Derivatives, pages 107–118, 2014.
- [21] Alexander Epishin, Thomas Link, and Gert Nolze. SEM investigation of interfacial dislocations in nickel-base superalloys. *Journal of microscopy*, 228(Pt 2):110–7, nov 2007.

- [22] Thomas Link, Alexander Epishin, Melanie Paulisch, and Thomas May. Topography of semicoherent γ/γ-interfaces in superalloys : Investigation of the formation mechanism. *Materials Science and Engineering : A*, 528(19-20) :6225–6234, jul 2011.
- [23] N. Bozzolo, N. Souaï, and R.E. Logé. Evolution of microstructure and twin density during thermomechanical processing in a γ-γ' nickel-based superalloy. *Acta Materialia*, 60(13-14) :5056–5066, aug 2012.
- [24] Y. Jin, B. Lin, M. Bernacki, G.S. Rohrer, A.D. Rollett, and N. Bozzolo. Annealing twin development during recrystallization and grain growth in pure nickel. *Materials Science and Engineering : A*, 597 :295–303, mar 2014.
- [25] A. Agnoli. Origin of inhomogeneous grain growth in Inconel 718 forgings. PhD thesis, Mines ParisTech, 2013.
- [26] Marion Calcagnotto, Dirk Ponge, Eralp Demir, and Dierk Raabe. Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD. *Materials Science and Engineering : A*, 527(10-11) :2738–2746, apr 2010.
- [27] N. Bozzolo, S. Jacomet, and R.E. Logé. Fast in-situ annealing stage coupled with EBSD : A suitable tool to observe quick recrystallization mechanisms. *Materials Characterization*, 70 :28–32, 2012.
- [28] Nathalie Bozzolo, S. Jacomet, M. Houillon, B. Gaudout, and Roland E. Logé. EBSD Coupled to SEM In Situ Annealing as a Tool to Identify Recrystallization Mechanisms - Application to Zr and Ta Alloys. *Materials Science Forum*, 715-716 :486–491, apr 2012.
- [29] Kerisit C., R. Logé, S. Jacomet, V. Llorca, and N. Bozzolo. EBSD coupled to SEM in situ annealing for assessing recrystallization and grain growth mechanisms in pure tantalum. *Journal of Microscopy*, 250(3) :189–199, jun 2013.
- [30] Alexandre Gibot. Etude de l'évolution microstructurale au cours du forgeage du René 65. Technical report, Rapport de stage de Master II, CEMEF Mines-ParisTech, Sophia-Antipolis, 2013.
- [31] D. Prokoshkina, V.A. Esin, G. Wilde, and S.V. Divinski. Grain boundary width, energy and self-diffusion in nickel : Effect of material purity. *Acta Materialia*, 61(14) :5188–5197, 2013.

- [32] HumphreysF.J. and M. Hatherly. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Elsevier, 1995.
- [33] DD Whitis. Recovery and recrystallization after critical strain in the nickelbased superalloy Rene 88DT Databases Full Record. In KA Green, TM Pollock, H Harada, TE Howson, RC Reed, JJ Schirra, and S Walston, editors, *Superalloys* 2004, 10th International Symposium on Superalloys, pages 391–400, Champion, PA, 2004.
- [34] Young Kyu Cho, Duk Yong Yoon, and Michael F. Henry. The effects of deformation and pre-heat-treatment on abnormal grain growth in RENÉ 88 superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32(12) :3077–3090, dec 2001.
- [35] Nathalie Bozzolo, Andrea Agnoli, Nadia Souaï, Marc Bernacki, and Roland E. Logé. Strain Induced Abnormal Grain Growth in Nickel Base Superalloys. *Materials Science Forum*, 753:321–324, mar 2013.
- [36] Andrea Agnoli, Marc Bernacki, Roland Logé, Jean-Michel Franchet, Johanne Laigo, and Nathalie Bozzolo. Selective Growth of Low Stored Energy Grains During δ Sub-solvus Annealing in the Inconel 718 Nickel-Based Superalloy. Metallurgical and Materials Transactions A, 46(9) :4405–4421, jul 2015.
- [37] Victoria M. Miller, Anthony E. Johnson, Chris J. Torbet, and Tresa M. Pollock. Recrystallization and the Development of Abnormally Large Grains After Small Strain Deformation in a Polycrystalline Nickel-Based Superalloy. *Metallurgical* and Materials Transactions A, 47(4):1566–1574, apr 2016.
- [38] J. Chen, P. Zhang, J. Dong, M. Zhang, and Z. Yao. Relevance of Primary Gamma-Gamma prime Dissolution and Abnormal Grain Growth in Udimet 720LI. *Materials Transactions*, 56(12) :1968–1976, 2015.
- [39] Jiashi Miao, Tresa M. Pollock, and J. Wayne Jones. Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature. *Acta Materialia*, 57(20) :5964–5974, 2009.
- [40] Jiashi Miao, Tresa M. Pollock, and J. Wayne Jones. Microstructural extremes and the transition from fatigue crack initiation to small crack growth in a polycrystalline nickel-base superalloy. Acta Materialia, 60(6):2840–2854, 2012.
- [41] J. C. Healy, L. Grabowski, and C. J. Beevers. Monitoring Fatigue of a Nickelbase Superalloy at Positive and Negative Stress Ratios using an Optical System.

Fatigue & Fracture of Engineering Materials and Structures, 15(3):309–321, mar 1992.

- [42] A. Shyam, CJ. Torbet, SK. Jha, JM. Larsen, MJ. Caton, CJ. Szczepanski, Tresa M. Pollock, and JW. Jones. Development of ultrasonic fatigue for rapid, high temperature fatigue studies in turbine engine materials. In KA Green, Tresa M. Pollock, H. Harada, TE. Howson, Roger C. Reed, JJ. Schirra, and S. Walston, editors, *Superalloys 2004*, pages 259–268, 2004.
- [43] B. Flageolet, M. Jouiad, P. Villechaise, and J. Mendez. On the role of gamma particles within gamma prime precipitates on damage accumulation in the P/M nickel-base superalloy N18. *Materials Science and Engineering : A*, 399(1-2) :199– 205, jun 2005.
- [44] S Poulat, J Thibault, and L Priester. HRTEM studies of the structures and the defects of exact and near Sigma=11 {332} tilt grain boundaries in Ni. Interface Science, 8(1) :5–15, jan 2000.
- [45] S Poulat, B Decamps, and L Priester. In-situ transmission electron microscopy study of the dislocation accommodation in [101] tilt grain boundaries in nickel bicrystals. *Philosophical Magazine A-Physics of condensed matter structure defects* and mechanical properties, 79(11) :2655–2680, nov 1999.
- [46] C. B. Carter and S. M. Holmes. The stacking-fault energy of nickel. *Philosophical Magazine*, 35(5) :1161–1172, may 1977.
- [47] L. E. Murr. Interfacial Phenomena in Metals and Alloys. Addison-Wesley Reading, 1975.
- [48] M. F. de Campos. Selected values for the stacking fault energy of face centered cubic metals. In 6th International Latin American Conference on Power Technology, pages 708–711, Assoc Brasileira Ceram, Buzios, BRAZIL, 2007.
- [49] PC GALLAGHER. Influence of alloying, temperature and related effects on stacking fault energy. *Metallurgical Transactions*, 1(9):2429, 1970.
- [50] X.S. Xie, G.L. Chen, P.J. McHugh, and J.K. Tien. Including stacking fault energy into the resisting stress model for creep of particle strengthened alloys. *Scripta Metallurgica*, 16(5):483–488, may 1982.
- [51] Donald J. Siegel. Generalized stacking fault energies, ductilities, and twinnabilities of Ni and selected Ni alloys. *Applied Physics Letters*, 87(12) :121901, 2005.

- [52] S. Ma, L. Carroll, and T.M. Pollock. Development of γ phase stacking faults during high temperature creep of Ru-containing single crystal superalloys. Acta Materialia, 55(17) :5802–5812, oct 2007.
- [53] Xiao-Xiang Yu and Chong-Yu Wang. The effect of alloying elements on the dislocation climbing velocity in Ni : A first-principles study. Acta Materialia, 57(19) :5914–5920, 2009.
- [54] S L Shang, C L Zacherl, H Z Fang, Y Wang, Y Du, and Z K Liu. Effects of alloying element and temperature on the stacking fault energies of dilute Ni-base superalloys. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 24(50) :505403, dec 2012.
- [55] Andrey Belyakov, Hiromi Miura, and Taku Sakai. Recrystallization and Related Phenomena. Dynamic Recrystallization under Warm Deformation of Polycrystalline Copper. *ISIJ International*, 38(6) :595–601, 1998.
- [56] A. Belyakov, H. Miura, and T. Sakai. Dynamic recrystallization under warm deformation of a 304 type austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering*: A, 255(1-2):139–147, oct 1998.
- [57] H. Miura, H Aoyama, and Taku Sakai. Effect of grain-boundary micorientation on dynamic recrystallization of Cu-Si bicrystals. *Journal of the Japan Institute* of Metals, 58(3) :267–275, mar 1994.
- [58] A.M Wusatowska-Sarnek, H Miura, and T Sakai. Nucleation and microtexture development under dynamic recrystallization of copper. *Materials Science and Engineering* : A, 323(1-2) :177–186, jan 2002.
- [59] H. Miura, T. Sakai, R. Mogawa, and G. Gottstein. Nucleation of dynamic recrystallization at grain boundaries in copper bicrystals. *Scripta Materialia*, 51(7):671–675, oct 2004.
- [60] Meriem Zouari. Modélisation de la recristallisation de l'Inconel 718 pendant sa mise en forme à chaud. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Mines ParisTech PSL, 2015.
- [61] N. Dudova, A. Belyakov, T. Sakai, and R. Kaibyshev. Dynamic recrystallization mechanisms operating in a Ni-20%Cr alloy under hot-to-warm working. Acta Materialia, 58(10) :3624–3632, jun 2010.
- [62] Y. Wang, W.Z. Shao, L. Zhen, and X.M. Zhang. Microstructure evolution during dynamic recrystallization of hot deformed superalloy 718. *Materials Science and Engineering* : A, 486(1-2) :321–332, jul 2008.

- [63] Stefan Mitsche, Christof Sommitsch, Daniel Huber, Martin Stockinger, and Peter Poelt. Assessment of dynamic softening mechanisms in Allvac<sup>®</sup> 718Plus<sup>™</sup> by EBSD analysis. *Materials Science and Engineering : A*, 528(10-11) :3754–3760, apr 2011.
- [64] Qingmiao Guo, Defu Li, Shengli Guo, Haijian Peng, and Jie Hu. The effect of deformation temperature on the microstructure evolution of Inconel 625 superalloy. *Journal of Nuclear Materials*, 414(3) :440–450, jul 2011.
- [65] Ke Chen, Jieqiong Wu, Hui Shi, Xingfang Chen, Zhi Shen, Mei Zhang, Lanting Zhang, and Aidang Shan. Transition of deformation behavior and its related microstructure evolution in Nimonic 80A under hot-to-warm working. *Materials Characterization*, 106 :175–184, aug 2015.
- [66] Y.C. Lin, Xian-Yang Wu, Xiao-Min Chen, Jian Chen, Dong-Xu Wen, Jin-Long Zhang, and Lei-Ting Li. EBSD study of a hot deformed nickel-based superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 640 :101–113, aug 2015.
- [67] Yanhui Liu, Yongquan Ning, Zekun Yao, Hui Li, Xiaopu Miao, Yuzhi Li, and Zhanglong Zhao. Plastic deformation and dynamic recrystallization of a powder metallurgical nickel-based superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 675:73– 80, mar 2016.
- [68] S Gourdet and F Montheillet. An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminium. *Materials Science and Engineering*: A, 283(1-2):274–288, may 2000.
- [69] F.J. Humphreys. The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium. Acta Metallurgica, 25(11) :1323–1344, nov 1977.
- [70] F.J. Humphreys. Local lattice rotations at second phase particles in deformed metals. Acta Metallurgica, 27(12) :1801–1814, dec 1979.
- [71] F.J. Humphreys and P.N. Kalu. The plasticity of particle-containing polycrystals. Acta Metallurgica et Materialia, 38(6) :917–930, jun 1990.
- [72] F.J. Humphreys and M.G. Ardakani. The deformation of particle-containing aluminium single crystals. Acta Metallurgica et Materialia, 42(3):749–761, mar 1994.
- [73] F.J Humphreys. Particle stimulated nucleation of recrystallization at silica particles in nickel. Scripta Materialia, 43(7):591–596, sep 2000.

- [74] J.D. Robson. Microstructural evolution in aluminium alloy 7050 during processing. Materials Science and Engineering : A, 382(1-2) :112–121, sep 2004.
- [75] L.P. Troeger and E.A. Starke. Particle-stimulated nucleation of recrystallization for grain-size control and superplasticity in an Al–Mg–Si–Cu alloy. *Materials Science and Engineering*: A, 293(1-2) :19–29, nov 2000.
- [76] A. Momeni, S.M. Abbasi, M. Morakabati, H. Badri, and X. Wang. Dynamic recrystallization behavior and constitutive analysis of Incoloy 901 under hot working condition. *Materials Science and Engineering* : A, 615 :51–60, oct 2014.
- [77] Baohui Tian, Christoph Lind, and Oskar Paris. Influence of Cr23C6 carbides on dynamic recrystallization in hot deformed Nimonic 80a alloys. *Materials Science* and Engineering : A, 358(1-2) :44–51, oct 2003.
- [78] L. Wang, W.G. Jiang, and L.H. Lou. The deformation and the recrystallization initiation in the dendrite core and interdendritic regions of a directionally solidified nickel-based superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 629 :247–254, apr 2015.
- [79] Marie-Agathe Charpagne, Thomas Billot, Jean-Michel Franchet, and Nathalie Bozzolo. Heteroepitaxial recrystallization : A new mechanism discovered in a polycrystalline  $\gamma$ - $\gamma$  nickel based superalloy. Journal of Alloys and Compounds, 2016.
- [80] R.C. Ecob, R.A. Ricks, and A.J. Porter. The measurement of precipitate/matrix lattice mismatch in nickel-base superalloys. *Scripta Metallurgica*, 16(9) :1085– 1090, sep 1982.
- [81] G. Brunetti, A. Settefrati, A. Hazotte, S. Denis, J.-J. Fundenberger, A. Tidu, and E. Bouzy. Determination of γ-γ lattice misfit in a single-crystal nickel-based superalloy using convergent beam electron diffraction aided by finite element calculations. *Micron*, 43(2-3) :396–406, feb 2012.
- [82] M.V. Nathal, R.A. Mackay, and R.G. Garlick. Temperature dependence of γ-γ' lattice mismatch in Nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering*, 75(1-2) :195–205, nov 1985.
- [83] R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner, P. Poelt, and E. Kozeschnik. Evolution of size and morphology of gamma ' precipitates in Udimet 720 Li during continuous cooling. *Superalloys 2008*, pages 829–836, 2008.

- [84] G. C. Weatherly and R. B. Nicholson. An electron microscope investigation of the interfacial structure of semi-coherent precipitates. *Philosophical Magazine*, 17(148) :801–831, apr 1968.
- [85] H. M. Tawancy, N. M. Abbas, A. I. Al-Mana, and T. N. Rhys-Jones. Thermal stability of advanced Ni-base superalloys. *Journal of Materials Science*, 29:2445– 2458, 1994.
- [86] R. Srinivasan, R. Banerjee, J. Hwang, G. Viswanathan, J. Tiley, D. Dimiduk, and H. Fraser. Atomic Scale Structure and Chemical Composition across Order-Disorder Interfaces. *Physical Review Letters*, 102(8) :086101, feb 2009.
- [87] F. Vogel, N. Wanderka, Z. Balogh, M. Ibrahim, P. Stender, G. Schmitz, and J. Banhart. Mapping the evolution of hierarchical microstructures in a Ni-based superalloy. *Nature communications*, 4 :2955, jan 2013.
- [88] Stoichko Antonov, Dieter Isheim, David Seidman, and Sammy Tin. γ' Phase Instabilities in High Refractory Content γ-γ' Ni-Base Superalloys. In Superalloys 2016, International Symposium on Superalloys, pages 199–208, Seven Springs, PA, 2016. John Wiley & Sons, The atrium, Southern Gate, Chichester, W Sueezx PO 19 8SQ, England.
- [89] JF. Radavich and WH. Couts. Effect of temperature exposure on the microstructure of 4.5 Al-3.5 Ti Nickel-base alloy. *Trans. ASM*, 54 :591–597, 1961.
- [90] JF. Radavich and WH. Couts. Metallography of the superalloys. Rev. High Temp. Mater., 1:55–96, 1971.
- [91] H. F. Merrick. Precipitation within  $\gamma'$  particles in nickel-base superalloys. *Me*tallurgical Transactions, 4(3) :885–887, mar 1973.
- [92] E Cadel, D Lemarchand, S Chambreland, and D Blavette. Atom probe tomography investigation of the microstructure of superalloys N18. Acta Materialia, 50(5) :957–966, mar 2002.
- [93] Y. Yuan, Y.F. Gu, Z.H. Zhong, Z. Shi, T. Osada, T. Yokokawa, and H. Harada. Gamma precipitation in the primary gamma prime of a new Ni–Co-base disc superalloy. *Materials Science and Engineering* : A, 579 :35–40, sep 2013.
- [94] J. M. Oblak, J. E. Doherty, A. F. Giamei, and B. H. Kear. Precipitation of γ in the γ of nickel-base superalloys. *Metallurgical Transactions*, 5(5) :1252–1255, may 1974.

- [95] M.K Miller, R Jayaram, L.S Lin, and A.D Cetel. APFIM characterization of single-crystal PWA 1480 nickel-base superalloy. *Applied Surface Science*, 76-77(1-4) :172–176, mar 1994.
- [96] I. Baker and E.M. Schulson. On grain boundaries in nickel-rich Ni3Al. Scripta Metallurgica, 23(11):1883–1886, nov 1989.
- [97] J.A. Horton and C.T. Liu. Does a grain boundary phase exist in Ni-24% Al? Summary of recent experimental work. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 24(7):1251–1256, jul 1990.
- [98] R.A.D. Mackenzie and S.L. Sass. Direct observation of the compositional disordering of Ni3Al in the vicinity of grain boundaries using high resolution electron microscopy techniques. *Scripta Metallurgica*, 22(11) :1807–1812, jan 1988.
- [99] E.P George, C.L White, and J.A Horton. Grain boundary cohesion and fracture in ordered intermetallics. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25(6) :1259–1264, jun 1991.
- [100] S. Hanada, S. Watanabe, and O. Izumi. Deformation behaviour of recrystallized Ni3Al. Journal of Materials Science, 21(1) :203–210, jan 1986.
- [101] R.W. Balluffi and J.W. Cahn. Mechanism for diffusion induced grain boundary migration. Acta Metallurgica, 29(3):493–500, mar 1981.
- [102] F.J.A. den Broeder and S. Nakahara. Diffusion induced grain boundary migration and recrystallization in the CuNi system. *Scripta Metallurgica*, 17(3):399–404, mar 1983.
- [103] D. A. Grose and G. S. Ansell. The influence of coherency strain on the elevated temperature tensile behavior of Ni-15Cr-AI-Ti-Mo alloys. *Metallurgical Transactions A*, 12(9) :1631–1645, sep 1981.
- [104] Md. Moniruzzaman, Hiroaki Fukaya, Yoshinori Murata, Katsushi Tanaka, and Haruyuki Inui. Diffusion of Al and Al-Substituting Elements in Ni3Al at Elevated Temperatures. *Materials Transactions*, 53(12):2111–2118, 2012.
- [105] D. Ponge and G. Gottstein. Necklace formation during dynamic recrystallization : mechanisms and impact on flow behavior. Acta Materialia, 46(1) :69–80, dec 1998.
- [106] Meriem Zouari, Nathalie Bozzolo, and Roland E. Loge. Mean field modelling of dynamic and post-dynamic recrystallization during hot deformation of Inconel

718 in the absence of  $\delta$  phase particles. Materials Science and Engineering : A, 655 :408–424, feb 2016.

- [107] D. Kuhlmann-Wilsdorf and Niels Hansen. Geometrically necessary, incidental and subgrain boundaries. Scripta Metallurgica et Materialia, 25(7):1557–1562, jul 1991.
- [108] B. Bay, N. Hansen, D.A. Hughes, and D. Kuhlmann-Wilsdorf. Overview no. 96 evolution of f.c.c. deformation structures in polyslip. Acta Metallurgica et Materialia, 40(2) :205-219, feb 1992.
- [109] Defu Li, Qingmiao Guo, Shengli Guo, Haijian Peng, and Zhigang Wu. The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy. *Materials & Design*, 32(2):696–705, feb 2011.
- [110] D.A. Hughes. Microstructural evolution in a non-cell forming metal : Al-Mg. Acta Metallurgica et Materialia, 41(5) :1421–1430, may 1993.
- [111] K. Smidoda, W. Gottschalk, and H. Gleiter. Diffusion in migrating interfaces. Acta Metallurgica, 26(12):1833–1836, dec 1978.
- [112] Benedict M.B. Grant, Elisabeth Knoche, Michael Preuss, Joao Quinta da Fonseca, and Mark R. Daymond. The Effect of Lattice Misfit on Deformation Mechanisms at High Temperature. Advanced Materials Research, 278 :144–149, jul 2011.
- B Lindsley and X Pierron. Sub-solvus recrystallization mechanisms in UDIMET (R) alloy 720LI. Superalloys 2000, pages 59–68, 2000.
- [114] S. L. Semiatin, K. E. McClary, A. D. Rollett, C. G. Roberts, E. J. Payton, F. Zhang, and T. P. Gabb. Plastic Flow and Microstructure Evolution during Thermomechanical Processing of a PM Nickel-Base Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44(6) :2778–2798, mar 2013.
- [115] F.E. Sczerzenie and G.E. Maurer. Development of Udimet 720 for High Strength Disk Applications, 1984.
- [116] A. Devaux, B. Picque, MF. Gervais, E. Georges, T. Poulain, and P. Heritier. AD730 (TM) - A new Nickel-based superalloy for high temperature engine rotative parts. In 12th International Symposium on Superalloys, pages 911–919, Seven springs, PA, 2012.

- [117] CP Blankenship, MF Henry, JM Hyzak, RB Rohling, and EL Hall. Hot-die forging of P/M Ni-base superalloys. In DA Kissinger, RD; Deye, DJ; Anton, DL; Cetel, AD; Nathal, MV; Pollock, TM; Woodford, editor, Superalloys 1996, 8th International Symposium on Superalloys, pages 653–662, Champion, PA, 1996.
- [118] M. Dahlen and L. Winberg. Grain coarsening of PM Nickel-base superalloy by critical strain annealing. *Met. Science*, pages 163–169, 1979.
- [119] R.F. Decker, A.I. Rush, A.G. Dano, and J.W. Freeman. Abnormal Grain Growth in Nickel-based heat-resistant alloys. In *National advisory comitee for aeronautics, Technical note 4082*, page 1. National Advisory Commitee for Aeronautics, Washington DC, 1957.
- [120] M. Soucail, M. Marty, and H. Octor. Effect of high temperature deformation on grain growth in a PM nickel base superalloy. In *Superalloys 1996*, pages 663–666, 1996.
- [121] M. N. Menon and F. J. Gurney. Microstructural investigation of the growth of large grains in prealloyed powder extrusions of a nickel base superalloy. *Metallurgical Transactions A*, 7(5):731–743, may 1976.
- [122] Andrea Agnoli, Marc Bernacki, Roland Loge, Jean-Michel Franchet, Johanne Laigo, and Nathalie Bozzolo. Understanding and modeling of grain boundary pinning in Inconel 718. SUPERALLOYS 2012, pages 73–82, 2012.
- [123] Andrea Agnoli, Nathalie Bozzolo, Roland Logé, Jean-Michel Franchet, Johanne Laigo, and Marc Bernacki. Development of a level set methodology to simulate grain growth in the presence of real secondary phase particles and stored energy Application to a nickel-base superalloy. *Computational Materials Science*, 89:233–241, jun 2014.
- [124] E. Huron, S. Srivatsa, and E. Raymond. Control of grain size via forging strain rate limits for R'88DT. In *Superalloys 2000*, pages 49–58, 2000.
- [125] M. Soucail, M. Marty, and H. Octor. Development of coarse grain structures in a powder metallurgy nickel base superalloy N18. *Scripta Materialia*, 34(4):519– 525, feb 1996.
- [126] W.G. Burgers. Crystal growth in the solid state (Recrystallization). Physica, 15(1-2):92–106, apr 1949.
- [127] W. G. BURGERS. 'Stimulation Crystals' and Twin-formation in Recrystallized Aluminium. Nature, 157(3977) :76–77, jan 1946.

- [128] John P. Nielsen. The origin of annealing twins. Acta Metallurgica, 15(6) :1083– 1085, jun 1967.
- [129] S Dash and N Brown. An investigation of the origin and growth of annealing twins. Acta Metallurgica, 11(9) :1067–1075, sep 1963.
- [130] Marc A. Meyers and Lawrence E. Murr. A model for the formation of annealing twins in F.C.C. metals and alloys. *Acta Metallurgica*, 26(6):951–962, jun 1978.
- [131] R. L. Fullman and J. C. Fisher. Formation of Annealing Twins During Grain Growth. Journal of Applied Physics, 22(11) :1350, 1951.
- [132] H Gleiter. The formation of annealing twins. Acta Metallurgica, 17(12) :1421– 1428, dec 1969.
- [133] C. S. Pande, M. A. Imam, and B. B. Rath. Study of annealing twins in fcc metals and alloys. *Metallurgical Transactions A*, 21(11) :2891–2896, nov 1990.
- [134] J.R. Cahoon, Qiangyong Li, and N.L. Richards. Microstructural and processing factors influencing the formation of annealing twins. *Materials Science and Engineering* : A, 526(1):56–61, 2009.
- [135] Qiangyong Li, J.R. Cahoon, and N.L. Richards. Effects of thermo-mechanical processing parameters on the special boundary configurations of commercially pure nickel. *Materials Science and Engineering* : A, 527(1) :263–271, 2009.
- [136] S Mahajan, C.S. Pande, M.A. Imam, and B.B. Rath. Formation of annealing twins in f.c.c. crystals. Acta Materialia, 45(6) :2633–2638, jun 1997.
- [137] David L. Olmsted, Stephen M. Foiles, and Elizabeth A. Holm. Survey of computed grain boundary properties in face-centered cubic metals : I. Grain boundary energy. Acta Materialia, 57(13) :3694–3703, 2009.
- [138] L.M. Wang and C.C. Chen. Twin growth and its interaction with precipitates. 2012.
- [139] B.-N. Kim and T. Kishi. Finite element simulation of Zener pinning behavior. Acta Materialia, 47(7) :2293–2301, 1999.

## Résumé

Les alliages à base Nickel polycristallins sont pièces largement utilisés pour les aéronautiques soumises à des sollicitations extrêmes en service. Des objectifs toujours plus ambitieux en termes de rendement énergétique moteurs d'avions ont conduit les des constructeurs à augmenter leur température de fonctionnement. Les nuances utilisées jusqu'alors dans les parties chaudes, tels que l'Inconel 718, n'ont pas une tenue mécanique suffisante à ces températures. Le René 65 est un nouvel alliage à microstructure y-y' élaboré spécifiquement pour ces applications. Il a été retenu par Safran Aircraft Engines comme constituant des disques de turbine basse pression du nouveau turboréacteur LEAP. Pour garantir la bonne tenue des disques, une microstructure fine et homogène est requise. Le procédé de forgeage de ces pièces est une séquence d'étapes de déformation à chaud et de traitements thermiques, durant lesquelles la microstructure évolue. Si les phénomènes gouvernant physiques les évolutions microstructurales sont connus. leurs mécanismes exacts et leurs cinétiques varient d'un alliage à l'autre.

Des essais de déformation à chaud ont été réalisés en laboratoire dans différentes conditions de température, vitesse et taux de déformation représentatifs des procédés industriels. L'étude précise des mécanismes de recristallisation dynamique, ainsi que de leurs cinétiques, constitue la première partie de ce travail. La caractérisation fine des microstructures déformées a permis de mettre en évidence un nouveau mécanisme de recristallisation, dit de recristallisation en hétéroépitaxie, qui se superpose aux autres mécanismes conventionnels. L'interaction entre ces différents mécanismes ainsi que leurs cinétiques relatives ont été établies dans une vaste gamme de conditions de déformation. Il démontré que ce mécanisme est de recristallisation s'applique également à d'autres alliages y-y'. La deuxième partie de l'étude est consacrée à la stabilité des microstructures déformées lors de leur exposition à haute température. L'alliage René 65, comme d'autres alliages à base Nickel, est sensible à un phénomène indésirable dit de croissance sélective de grains. Ses conditions de déclenchement ont été déterminées, de manière à délimiter une fenêtre de forgeage critique. Les mécanismes microstructuraux à l'origine de ce phénomène ont été discutés, ainsi que la possibilité d'une solution préventive.

Mots-clés : Superalliages à base-nickel polycristallins, forgeage à chaud, recristallisation, croissance de grains.

## Abstract

Polycrystalline Nickel-based alloys are widely used as components for rotative parts of jet engines submitted to extreme conditions. Endlessly increasing objectives in terms of energy efficiency have led the engine increase their manufacturers to service temperature. As a consequence, Inconel 718 and similar allovs -that were used until nowcannot withstand such severe conditions anymore, and lack mechanical resistance at the increased temperature. René 65 is a new y-y' superalloy which has been designed specifically for that purpose by General Electric. It has been selected by Safran Aircraft Engines as the material for low-pressure turbine disks in the new LEAP engine. To reach the desired mechanical properties, a fine and homogeneous microstructure is required. The forging process is a complex sequence which involves various hot deformation stages and thermal treatments, during which the microstructure evolves. Although the underlying mechanisms governing the microstructure evolutions are quite known, their specific mechanism and kinetics may vary depending on the alloy.

Interrupted compression tests were conducted at laboratory scale under thermomechanical conditions (temperature, strain and strain rate) in accordance with the industrial process. In the first part, the focus is placed on the dynamic recrystallization mechanisms. Accurate characterization of the deformed microstructures has enabled to highlight a new recrystallization mechanism which superimposes with more conventional ones. It was named heteroepitaxial recrystallization. The interactions between those mechanisms as well as their relative kinetics have been established in a wide range of deformation conditions. . It is demonstrated that this mechanism occurs in other y-y' Nickel-based alloys. The second part of the study is dedicated to the stability of deformed microstructures when exposed to high temperature thermal treatments. René 65, as many other Nickel-based alloys, is subjected to the undesirable phenomenon of selective grain growth, which leads to very heterogeneous microstructures containing abnormally large grains in a fine matrix. Critical deformation conditions leading to heterogeneous microstructures during subsequent annealing have been determined in an aim to identify the critical forging window which should be avoided. The microstructural mechanisms responsible of this phenomenon have been investigated, and the possibility of a preventive solution is discussed.

Keywords: Polycrystalline Nickel-based superalloys, forging, recrystallization, grain growth.