HAL
open science

# Évolution de la microstructure du superalliage base nickel AD730 au cours des opérations de forgeage industrielles

Suzanne Vernier

## To cite this version:

Suzanne Vernier. Évolution de la microstructure du superalliage base nickel AD730 au cours des opérations de forgeage industrielles. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2018. Français. NNT : 2018PSLEM051 . tel-02149391

**HAL Id: tel-02149391**

**https://pastel.hal.science/tel-02149391**

Submitted on 6 Jun 2019

**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**

# EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE DU SUPERALLIAGE BASE NICKEL AD730™ AU COURS DES OPERATIONS DE FORGEAGE INDUSTRIELLES

**Ecole doctorale n°364** Sciences fondamentales et appliquées
**Spécialité** Mécanique Numérique et Matériaux


Soutenue par
**Suzanne VERNIER**
le **17 Décembre 2018**

Dirigée par **Pr. Nathalie BOZZOLO**


**COMPOSITION DU JURY :**

**Pr. Alain HAZOTTE**
LEM3 – Université de Lorraine, Président

**Dr. Lydia LAFFONT**
CIRIMAT– ENSIACET, Rapporteur

**Dr. Anne-Laure HELBERT**
ICMMO – Université Paris Sud, Rapporteur

**Dr. Cyril LANGLOIS**
MATEIS – INSA Lyon, examinateur

**Pr. Marc BERNACKI**
CEMEF – MINES ParisTech, examinateur

**Pr. Nathalie BOZZOLO**
CEMEF – MINES ParisTech, examinateur

**M. Jean-Michel FRANCHET**
SAFRAN TECH – Safran SA, invité

**Dr. Christian DUMONT**
Aubert & Duval, invité

# Remerciements

Je souhaite tout d'abord remercier ma directrice de thèse, le professeur Nathalie Bozzolo, pour tout ce qu'elle m'a appris et pour toute l'énergie qu'elle a investie à la fois dans le groupe de recherche MSR et dans la chaire ANR-SAFRAN OPALE pendant ces trois années.

Je suis très reconnaissante envers mes encadrants industriels, Jean-Michel Franchet (Safran), Anne-Laure Rouffié (Safran) et Christian Dumont (Aubert&Duval), qui malgré un emploi du temps parfois très chargé ont fait part d'implication, de réactivité et d'intérêt pour cette étude. De plus, je remercie sincèrement Jean-Michel d'avoir appuyé ma candidature à cette thèse auprès du service des ressources humaines de Safran.

Je voudrais exprimer toute ma gratitude envers les personnes qui m'ont aidée sur le plan technique. Tout d'abord je souhaite remercier les ingénieurs du Cemef, Suzanne Jacomet et Gilbert Fiorucci, qui ont fait tout leur possible pour m'aider à réaliser mes expérimentations. Sans eux cette thèse n'aurait pas été possible. Je remercie également Cyrille Colin de m'avoir aidée dans la préparation des échantillons et Marie-Agathe Charpagne (doctorante 2013-2016) de m'avoir appris les fondamentaux des superalliages base nickel $\gamma$-$\gamma'$.

À différents moments de ma thèse, j'ai pu bénéficier du conseil de personnes qui ne faisaient pas partie de mon encadrement mais qui m'ont généreusement aidée. Je souhaite les remercier chaleureusement : Mickaël Piellard (Safran), Daniel Galy (Safran), Cyril Langlois (INSA Lyon), Jérémie Silvent (Orsay Physics), Philippe Vennéguès (CNRS-CRHEA) et Paraskevas Kontis (Institut Max Planck, Düsseldorf).

Je remercie les membres du jury et en particulier les rapporteurs, Lydia Laffont (CIRIMAT-ENSIACET) et Anne-Laure Helbert (ICMMO - Université Paris Sud), de s'être intéressés à mon travail et de s'être déplacés à Sophia Antipolis pour ma soutenance de thèse. Je remercie particulièrement Lydia de me faire confiance pour un post-doctorat au CIRIMAT.

J'en viens maintenant aux collègues qui m'ont été les plus proches. Je remercie très fort tous les étudiants de MSR et de la chaire OPALE pour leur convivialité et leur entraide sans lesquelles les laboratoires fonctionneraient moins bien. Côté Cemef je citerais : Romane, Julien, Alexis, Karen, Sebastian, Ludovic, Brayan, Malik, Inès, Jules, Juhi, Anthony et Danaï. Côté Pprime je citerais : Nicolas, Marco, Louis, Adèle, Arantxa, Marina, Flavio, Elodie et François. Mention très spéciale à François avec qui j'ai partagé bien plus que des réunions OPALE, et je souhaite que cela continue ainsi encore très longtemps.

Enfin, je suis très reconnaissante envers mes parents et mon frère qui ont vraiment su me soutenir moralement pendant ces trois années de thèse.

# Table des matières

**Remerciements** **I**

**Introduction** **1**

## I Méthodes et matière initiale 6

**1 Éléments de microstructures et techniques** **7**
1.1 Présentation des microstructures $\gamma$-$\gamma'$ polycristallines . . . 7
1.1.1 Phases . . . 7
1.1.2 Joints de grains . . . 11
1.1.3 Forces motrices de migration . . . 14
1.2 Microscopie électronique à balayage . . . 17
1.2.1 Préparation des échantillons et imagerie . . . 17
1.2.2 EBSD et TKD . . . 18
1.2.3 Identification des phases sur les cartographies d'orientation . . . 22
1.3 Conclusion . . . 25

**2 Matière à l'état reçu** **27**
2.1 Hétérogénéités dans les billettes . . . 27
2.1.1 Microstructures locales . . . 27
2.1.2 Hétérogénéité de microstructure et hétérogénéité de composition chimique 35
2.2 Comparaison avec d'autres billettes de superalliages $\gamma$-$\gamma'$ polycristallins . . . 37
2.3 Conclusion . . . 37

## II Évolutions de microstructure pendant/suivant la déformation 40

**3 Plan d'expériences** **41**
3.1 Essais thermomécaniques . . . 41
3.1.1 Prélèvement des échantillons et paramètres expérimentaux . . . 41
3.1.2 Compression subsolvus en une passe . . . 44
3.1.3 Compression subsolvus double-passe . . . 45
3.2 Modélisation FORGE® . . . 46
3.3 Microstructures à l'issue de la chauffe pré-déformation . . . 49
3.3.1 Grains équiaxes . . . 50
3.3.2 Grains restaurés . . . 52
3.4 Conclusion . . . 56

**4 État de l'art : Mécanismes de recristallisation dynamique 57**
4.1 Mécanismes de recristallisation dynamique dans les alliages monophasés . . . . . 57
4.1.1 L'énergie de faute d'empilement $\gamma_{SFE}$ . . . . . 57
4.1.2 Recristallisation Dynamique Discontinue (DDRX) . . . . . 59
4.1.3 Recristallisation Dynamique Continue (CDRX) . . . . . 61
4.1.4 Transition entre DDRX et CDRX . . . . . 63
4.2 Impact des particules de seconde phase sur la recristallisation dynamique . . . . 64
4.2.1 Impact sur l'énergie stockée . . . . . 64
4.2.2 Recristallisation dynamique stimulée par les particules (PSDRX) . . . . . 68
4.2.3 Ancrage des *LAGBs* et *HAGBs* . . . . . 68
4.2.4 Recristallisation en hétéroépitaxie (HERX) . . . . . 70
4.3 Conclusion . . . . . 72

**5 Évolutions des grains équiaxes pendant/suivant la déformation 74**
5.1 Mécanismes de recristallisation dynamique des grains équiaxes . . . . . 74
5.2 Compression en une passe : lien entre rhéologie et précipitation . . . . . 79
5.3 Compression en une passe : lien entre recristallisation et précipitation . . . . . 84
5.4 Évolutions des grains équiaxes suivant la déformation . . . . . 90
5.5 Effet de la compression double-passe sur la recristallisation des grains équiaxes . 92
5.6 Conclusion . . . . . 98

**6 Évolutions des grains restaurés pendant/suivant la déformation 100**
6.1 Mécanismes de recristallisation dynamique des grains restaurés . . . . . 100
6.2 Gradient d'orientation dans les grains restaurés . . . . . 103
6.3 Évolutions des grains restaurés suivant la déformation et compression double-passe 107
6.4 Conclusion . . . . . 108

**III Évolutions de microstructure pendant la mise en solution 110**

**7 État de l'art : Mécanismes d'évolution statiques 111**
7.1 Mécanismes des évolutions statiques des microstructures monophasées . . . . . 111
7.1.1 Recristallisation et croissance de grains . . . . . 111
7.1.2 Maclage thermique . . . . . 116
7.2 Interaction entre un front de recristallisation statique et des précipités cohérents 118
7.2.1 Force d'ancrage et contournement des précipités . . . . . 119
7.2.2 Mécanismes de dissolution et reprécipitation . . . . . 120
7.2.3 Traversée des précipités . . . . . 124
7.2.4 Arrêt du front par des précipités cohérents . . . . . 125
7.3 Conclusion . . . . . 126

**8 Évolutions des grains équiaxes pendant la mise en solution 127**
8.1 Évolutions statiques des grains équiaxes . . . . . 127
8.2 Taille des grains équiaxes . . . . . 130
8.2.1 Définition de la distribution cible . . . . . 130
8.2.2 Quantification et origine des "petits" et "gros" grains après mise en solution 132
8.3 Conclusion . . . . . 145

**9 Évolutions des grains restaurés pendant la mise en solution 148**
9.1 Mécanismes de recristallisation métadynamique et statique des grains restaurés . 148
9.2 Gradient d'orientation dans les grains restaurés résiduels . . . . . 150
9.3 Quantification des grains restaurés après mise en solution . . . . . 153
9.4 Conclusion . . . . . 158

**10 Précipités de type T et C 160**
10.1 État de l'art : Morphologies/relations d'orientations "classiques" des précipités $\gamma\prime$ 160
10.1.1 Précipités secondaires . . . . . 160
10.1.2 Précipités primaires . . . . . 162
10.2 Précipités de type T et C . . . . . 163
10.2.1 Observations . . . . . 163
10.2.2 Caractéristiques des précipités de type T et C . . . . . 164
10.3 Occurrence des précipités de type T et C . . . . . 170
10.3.1 Dans l'alliage AD730$^{TM}$ . . . . . 170
10.3.2 Dans d'autres superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins . . . . . 176
10.4 Formation des précipités de type T et C . . . . . 178
10.4.1 Origine de l'axe <111> commun . . . . . 178
10.4.2 Effet de la désorientation du front de recristallisation . . . . . 179
10.4.3 Précipitation sur le front de recristallisation . . . . . 179
10.4.4 Mécanisme proposé . . . . . 183
10.5 Conclusion . . . . . 185

**Conclusions et perspectives 188**

**Communications orales et écrites 195**

# Introduction

## Contexte industriel

Dans les parties chaudes des moteurs d'avion, les pièces tournantes sont exposées à des sollicitations mécaniques sévères et multiples. Ainsi, les matériaux qui constituent les disques de turbine ou de compresseur de moteur d'avion doivent présenter de très bonnes propriétés en traction, fatigue, fluage et oxydation jusqu'à des températures actuellement de l'ordre de 650 ° C pour des moteurs d'avion civils [1, 2]. Les superalliages base nickel polycristallins ont été développés pour pouvoir répondre à un tel cahier des charges (Figure 1/a). De ce fait, à l'heure actuelle, l'alliage 718 qui est un alliage base nickel polycristallin renforcé par des particules de phase $\gamma''$ est l'alliage le plus utilisé pour la fabrication de disques de moteurs d'avions civils [3], notamment parce que sa teneur relativement élevée en fer (Tableau 1) rend son prix plus abordable .

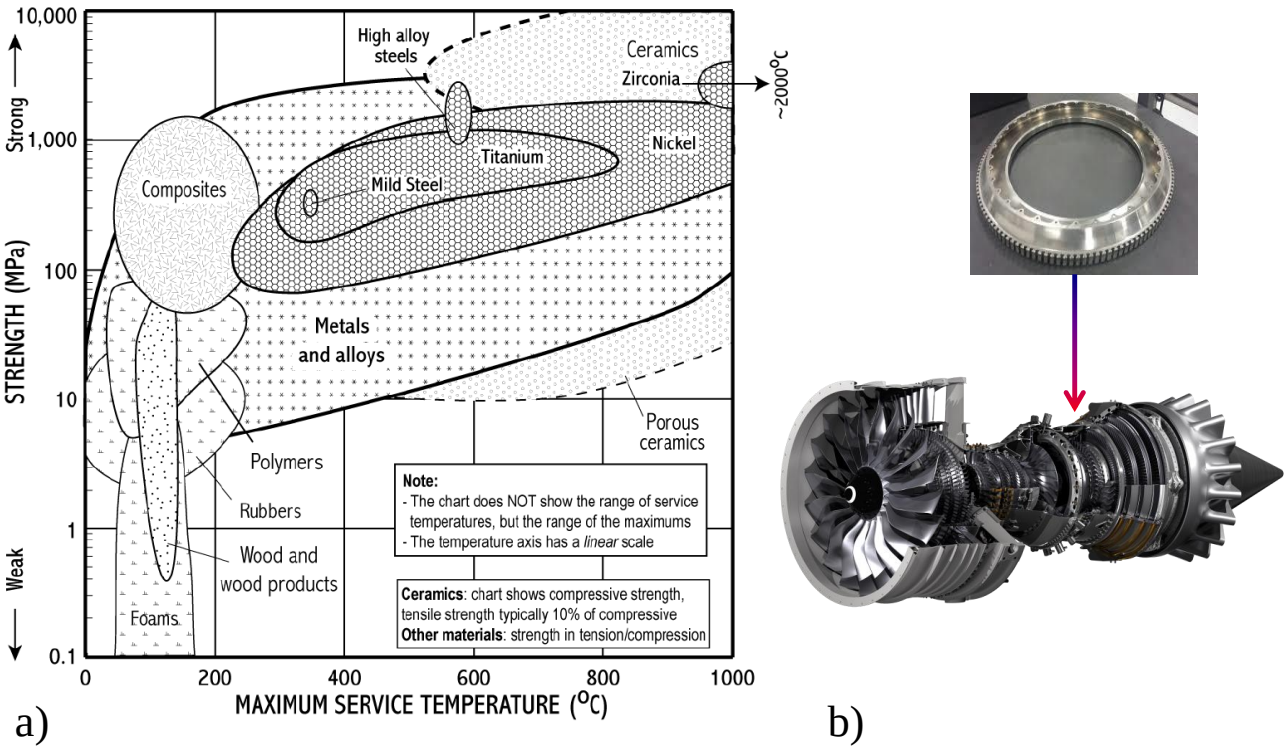



**Figure 1** – *Propriétés mécaniques des superalliages base nickel et leurs applications. a) Diagramme comparatif des différentes classes de matériaux : résistance et température maximum d'utilisation. Figure tirée de [4]. b) Disque de turbine basse pression d'un moteur d'avion civil.*

Néanmoins, les objectifs définis à l'échelle de l'Union Européenne dans les rapports *Vision 2020* puis *Flightpath 2050* imposent désormais à l'industrie aéronautique une réduction des nuisances environnementales et notamment une réduction des émissions de gaz à effet de serre et d'oxydes d'azote. Une des possibilités pour réduire les émissions des gaz à effet de serre

| Alliage | Ni | Fe | Co | Cr | Mo | W | Al | Ti | Nb | B | C | Zr | P |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 718 | Bal. | 18 | - | 18 | 3 | - | 0,5 | 1 | 5,4 | 0,004 | 0,03 | - | 0,01 |
| AD730$^{TM}$ | Bal. | 4,00 | 8,50 | 15,70 | 3,10 | 2,70 | 2,25 | 3,40 | 1,10 | 0,01 | 0,015 | 0,03 | - |

***Tableau 1*** *– Composition nominale des alliages 718 et AD730$^{TM}$ (% massiques). Données tirées de [5].*

consiste à améliorer le rendement des moteurs. Le rendement des moteurs peut être amélioré en augmentant la température de fonctionnement des turbines, ne serait-ce que de 50 °C. Or, à 700 °C les propriétés de l'alliage 718 ne sont plus suffisantes (Figure 2) et il devient alors nécessaire de chercher de nouveaux alliages pour remplir l'objectif des 700 °C. Pour cela, les motoristes se sont tournés vers la famille des superalliages base nickel $\gamma$-$\gamma'$ polycristallins, qui est également appelée famille des superalliages base nickel polycristallins de nouvelle génération. Dans cette famille d'alliages sont notamment répertoriés les alliages 720, 720Li, René65, et l'alliage AD730$^{TM}$ qui est un superalliage récemment mis au point par la société Aubert & Duval [5] (Tableau 1).

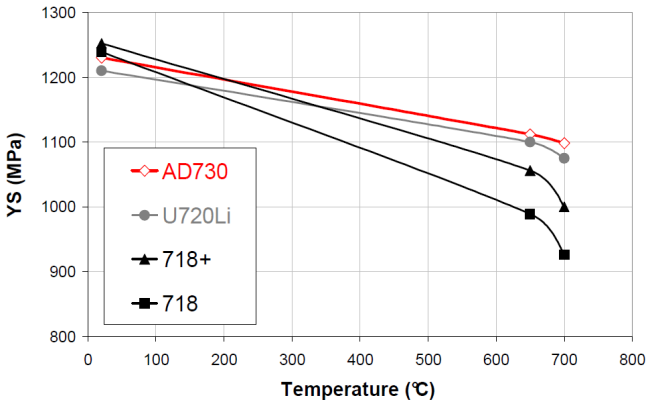



**Figure** ***2*** *– Limite d'élasticité en fonction de la température pour différents alliages base nickel polycristallins. Les alliages AD730$^{TM}$ et U720Li sont des superalliages $\gamma$-$\gamma'$ polycristallins. Figure tirée de [5].*

Comme l'alliage 718, les superalliages base nickel polycristallins de nouvelle génération sont élaborés et mis en forme par la voie "coulé-forgé" conventionnelle. La voie "coulé-forgé" commence par la coulée d'un lingot sous vide, selon le procédé *VIM* (*Vacuum Induction Melting*) [1]. Cependant, à l'issue de cette première coulée, de nombreux défauts tels que des porosités, des macro-ségrégations et des inclusions sont présents dans le lingot. Le lingot nécessite donc d'être affiné selon des procédés de refusion que sont les procédés *ESR* (*Electro-Slag Remelting*) et *VAR* (*Vacuum Arc Remelting*) [1, 6]. Souvent une combinaison des procédés *ESR* et *VAR* est réalisée, il est alors dit que l'alliage est obtenu par une "triple fusion".

Une fois tous les procédés de fusion et de refusion réalisés, le lingot subit une première série de forgeage, appelée "conversion" [6]. L'objectif de la conversion est de casser la microstructure de solidification (Figure 3/a-b) pour obtenir une microstructure beaucoup plus fine et homogène. A l'issue de la conversion, le demi-produit obtenu est appelé billette. La conversion est un procédé qui implique un grand nombre de passes de déformation avec des refroidissements et des chauffes intermédiaires [6]. Les étapes de déformations peuvent être réalisées selon différents procédés (forgeage en presse hydraulique, forgeage radial, extrusion, filage, laminage...) et également sur des plages de température très différentes (déformation supersolvus, déformation subsolvus).

**Figure 3** – *Illustration de la voie conventionnelle "coulé-forgé". a) Microstructure d'un lingot d'alliage 718 brut de coulée ESR, coupe longitudinale. Figure tirée de [6]. b) Forgeage d'un lingot dans une presse hydraulique. c) Pièce en fin de matriçage.*

Néanmoins, pour les superalliages base nickel avec des teneurs importantes en éléments d'alliage comme c'est le cas des superalliages base nickel polycristallins de nouvelle génération (Tableau 1), il est classique que la conversion ne réussisse pas à complètement homogénéiser la microstructure. En effet, dans les billettes, de gros grains non recristallisés et allongés parallèlement à l'axe longitudinal de la billette sont classiquement observés parmi les grains équiaxes [6–8] (Figure 3/a).

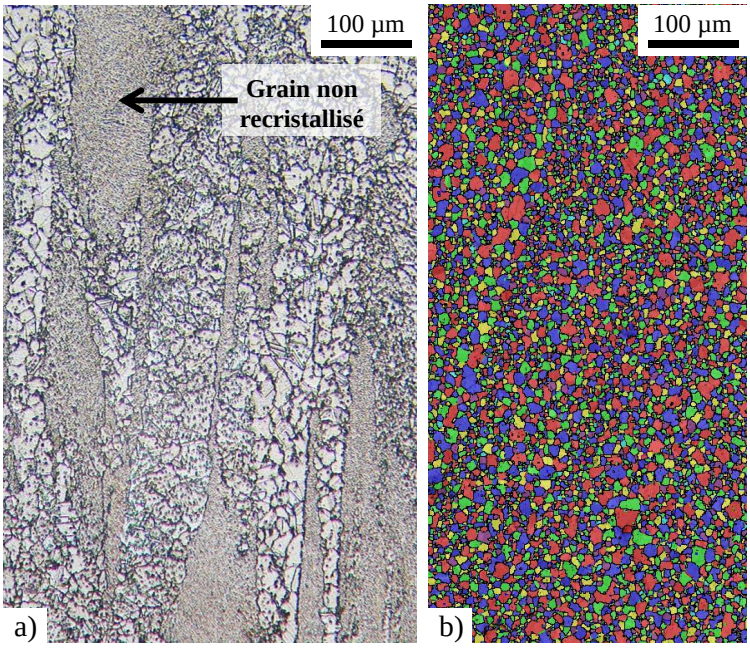



**Figure 4** – *Microstructure dans les billettes et microstructure cible pour le disque. a) Microstructure au centre d'une billette de diamètre 12 pouces en alliage AD730$^{TM}$, microscopie optique. b) Microsctructure cible pour un disque de turbine basse pression.*

Après la conversion, la billette est forgée et matricée en quelques passes de déformation. Ces passes de déformation sont beaucoup moins nombreuses que lors de la conversion, et cette fois elle sont appliquées parallèlement à l'axe longitudinal de la billette. Cette série de forgeage et matriçage permet d'obtenir l'ébauche de la géométrie de la pièce finale (Figure 3/c). Ensuite, un traitement de mise en solution subsolvus est réalisé sur l'ébauche afin de terminer la recristallisation, de relâcher les contraintes résiduelles générées par la déformation et également de dissoudre partiellement la précipitation $\gamma\prime$. Les éléments $\gamma\prime$-gène dissous vont ensuite reprécipiter lors du refroidissement suivant la mise en solution. Ce refroidissement est contrôlé et paramétré de façon à obtenir une distribution de précipités intragranulaire convenable pour les propriétés mécaniques visées. La précipitation intragranulaire pourra ensuite continuer à évoluer pendant les traitements de revenus ultérieurs mais pas la taille de grains qui est dé-

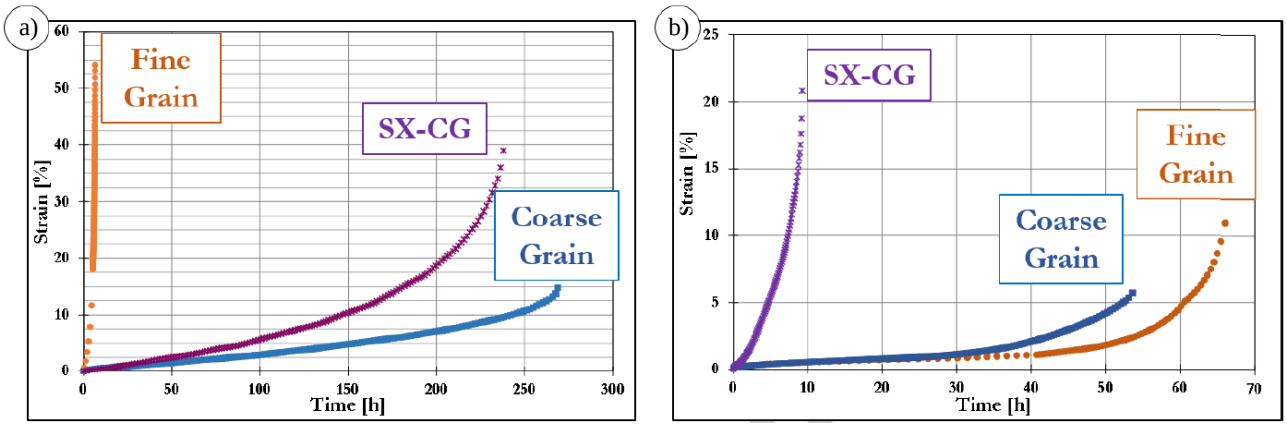



**Figure 5** – *Comportement en fluage de microstructures avec des tailles de grains différentes. a) 850 ° C/250 MPa. b) 700 ° C/800 MPa. La microstructure "Coarse Grain" a des grains de 350 µm et la microstructure "Fine Grain" a des grains de 10 µm. "SX" signifie monograin. Figure tirée de [9].*

finitivement fixée à l'issue de la mise en solution. Ainsi, à l'issue de la mise en solution, il est classiquement demandé une microstructure exclusivement composée de grains équiaxes aux tailles fines et homogènes (Figure 4/b). En effet, comme la précipitation intragranulaire, la taille de grains fait partie des paramètres microstructuraux qui peuvent avoir des effets importants sur les propriétés mécaniques. Par exemple, Thébaud et al. [9] ont mis en évidence par une étude sur l'alliage AD730$^{TM}$ qu'à 800 ° C les propriétés en fluage sont contrôlées par la taille de grains. Cet effet là n'est en revanche plus vérifié à 700 ° C (Figure 5).

À l'heure actuelle, l'effet de la subsistance dans les pièces industrielles des grains non recristallisés présents dans les billettes a très peu été étudié. Minisandram et al. [8] ont réalisé des essais de fatigue oligocyclique à 400 ° C et 649 ° C à partir d'une pièce forgée en alliage René65 contenant ces grains non recristallisés, et aucun grain non recristallisé n'a constitué de site d'amorçage de rupture. Cependant, davantage d'essais mécaniques devraient être réalisés pour pouvoir vraiment établir les effets des grains non recristallisés sur les propriétés mécaniques des pièces. Ainsi, en l'état actuel des connaissances, il est souhaité réduire au maximum la fraction de grains non recristallisés dans les pièces finales. Par ailleurs, dans l'hypothèse où ces grains non recristallisés n'avaient pas d'effet négatif sur les propriétés mécaniques, ils restent néanmoins gênant pour les industriels car ils sont responsables d'un bruit de fond élevé lors des contrôles des pièces aux ultrasons [7, 8]. Ce bruit de fond élevé pourrait potentiellement empêcher la détection de réels défauts de microstructure .

# Objectifs de la thèse

Cette thèse s'inscrit dans le cadre de la chaire industrielle ANR-SAFRAN OPALE qui traite de l'optimisation des propriétés de superalliages base nickel polycristallins par le contrôle de la microstructure issue de la mise en forme. Les objectifs de cette thèse sont :

— comprendre comment évoluent les hétérogénéités de microstructure des billettes d'alliage AD730$^{TM}$, et en particulier les grains non recristallisés mentionnés précédemment, au cours d'un procédé de forgeage subsolvus et de la mise en solution qui s'en suit (Figure 6)

— dégager des conditions thermomécaniques ou des paramètres qui améliorent la résorption de ces hétérogénéités.

La première étape a consisté à identifier et caractériser les hétérogénéités de microstructure qui se trouvent dans les billettes d'alliage AD730$^{TM}$ (Chapitre 2). Trois types de microstructures locales ont ainsi été définies. Ensuite, des échantillons de billettes d'alliage AD730$^{TM}$ ont subi

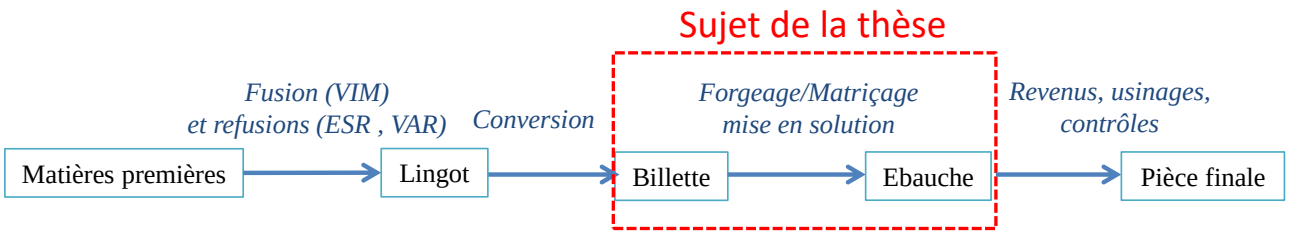



**Figure 6** – *Périmètre du sujet de la thèse*

en laboratoire des chemins thermomécaniques (Chapitre 3) assez représentatifs d'un procédé de mise en forme industriel (Figure 7). Comme le procédé de mise en forme industriel, ces chemins thermomécaniques comportent une étape de chauffe, au moins une étape de compression à chaud puis, suite à la déformation, le traitement de mise en solution. Le refroidissement suivant la mise en solution ainsi que les traitements de revenus ultérieurs qui sont réalisés dans l'industrie sont hors du cadre de cette thèse.

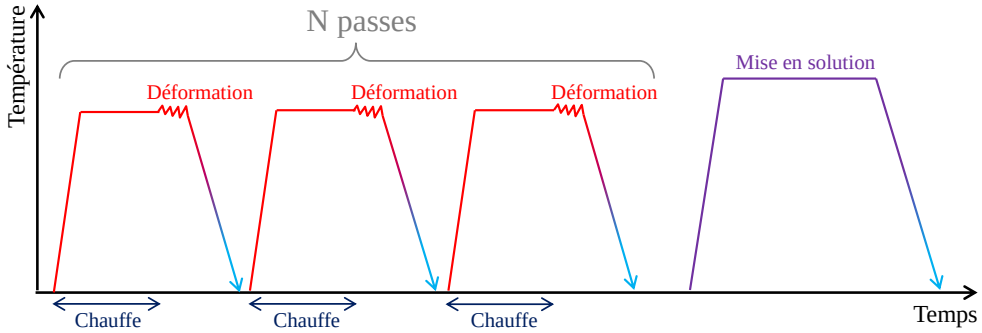



**Figure 7** – *Représentation schématique d'un procédé de mise en forme industriel : forgeage/matriçage de la billette puis traitement de mise en solution.*

Les évolutions des microstructures locales ont été analysées aux différentes étapes des chemins thermomécaniques de laboratoire. Ces évolutions de microstructure se classent en trois catégories :

- les évolutions statiques qui se produisent pendant la chauffe (Chapitre 3) ou la mise en solution (Chapitres 7, 8, 9 et 10)
- les évolutions dynamiques qui se produisent simultanément à la déformation (Chapitres 4, 5 et 6)
- les évolutions post-dynamiques qui se produisent immédiatement après la déformation (Chapitres 5 et 6).

Suite à la mise en solution, les chemins thermomécaniques de laboratoire ont été évalués dans leur efficacité à homogénéiser la microstructure (Chapitres 8 et 9). Enfin, suite à la mise en solution, une interaction front de recristallisation-précipités $\gamma\prime$ jusque-là très peu décrite dans la littérature a été identifiée et étudiée en détail (Chapitre 10).

# Première partie

# Méthodes et matière initiale

# Chapitre 1

# Éléments de microstructures et techniques de caractérisation

Ce premier chapitre a une visée introductive. L'objectif est de présenter les éléments fondamentaux du sujet d'étude ainsi que les techniques de caractérisation de microstructure qui ont été utilisées. Dans la suite de ce mémoire de thèse, différents points bibliographiques traitant notamment des mécanismes de recristallisation seront développés (Chapitre 4, Chapitre 7 et Chapitre 10 - Section 10.1).

## 1.1 Présentation des microstructures $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallines

### 1.1.1 Phases

Cette thèse est initialement dédiée à l'étude de l'alliage AD730$^{TM}$. Néanmoins, pour vérifier certains points de l'étude, des échantillons d'autres superalliages base nickel $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins issus de la voie "coulé-forgé" que sont les alliages René65 et PER72®[1] ont été analysés. Les compositions nominales de ces alliages ainsi que celle de l'alliage 720 sont données dans le Tableau 1.1.

| Alliage | Ni | Fe | Co | Cr | Mo | W | Al | Ti | Nb | B | C | Zr |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| AD730$^{TM}$ [5] | Bal. | 4,00 | 8,50 | 15,70 | 3,10 | 2,70 | 2,25 | 3,40 | 1,10 | 0,01 | 0,015 | 0,03 |
| René65 [10] | Bal. | 1,0 | 13 | 16 | 4 | 4 | 2,1 | 3,7 | 0,7 | 0,016 | - | 0,05 |
| PER72® [11] | Bal. | 0,138 | 14,5 | 16,06 | 2,88 | 1,21 | 2,57 | 5,07 | - | 0,016 | 0,017 | - |
| 720 [12] | Bal. | - | 15 | 18 | 3 | 1,2 | 2,5 | 5 | - | - | - | - |

***Tableau 1.1*** *– Compositions chimiques nominales d'alliages $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins proches de l'alliage AD730$^{TM}$ (pourcentages massiques).*

Lorsque la température est inférieure au solvus de la phase $\gamma\prime$, les superalliages base nickel $\gamma$-$\gamma\prime$ comportent majoritairement deux phases : la phase $\gamma$ et la phase $\gamma\prime$ (Figure 1.1). La phase $\gamma$ a une structure cristallographique Cubique à Faces Centrées (CFC, Figure 1.2/a). La phase $\gamma$ est une solution solide de nickel désordonnée, ce qui signifie que des éléments d'alliages se substituent aux atomes de nickel de la maille CFC de façon arbitraire. La phase $\gamma$ peut contenir de nombreux éléments d'alliage en solution, les teneurs en chrome, cobalt et fer étant les plus significatives dans le cas de l'alliage AD730$^{TM}$ (Figure 1.3/a). La solubilité de ces éléments d'alliage dans la phase $\gamma$ varie avec la température. A l'inverse, la phase $\gamma\prime$ est une solution

1. L'alliage PER72® est une nuance de l'alliage 720 mise au point par la société Aubert& Duval.

solide ordonnée $L1_2$, de composition stœchiométrique $Ni_3(Al, Ti)$. L'ordre se traduit par le fait que les atomes de nickel sont toujours situés au centre des faces de la maille cubique tandis que les atomes d'aluminium ou de titane sont situés sur les sommets de la maille (Figure 1.2/b). Dans le cas des superalliages base nickel comportant un grand nombre d'éléments d'alliage comme c'est le cas de l'AD730$^{TM}$, d'autres éléments d'alliages s'incorporent à la phase $\gamma\prime$ (par exemple le cobalt et le niobium) avec des concentrations qui varient également avec la température (Figure 1.3/b).

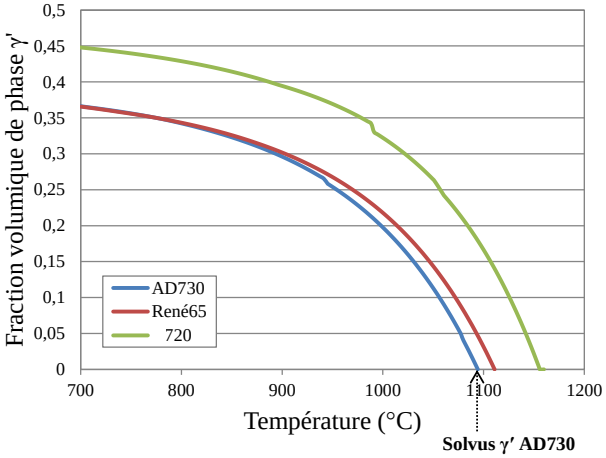



**Figure *1.1*** – *Fraction volumique de phase $\gamma\prime$ à l'équilibre thermodynamique dans les alliages AD730$^{TM}$, René65 et 720 en fonction de la température. Calculs Thermo-Calc réalisés par le Professeur Jean-Marc Fiorani de l'Institut Jean Lamour à Nancy.*

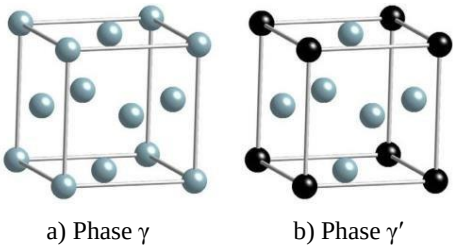



**Figure *1.2*** – *Structures cristallographiques des phases $\gamma$ et $\gamma\prime$. a) Phase $\gamma$ - $Ni$, structure Cubique à Faces Centrées (CFC). b) Phase $\gamma\prime$ - $Ni_3(Al, Ti)$, structure ordonnée $L1_2$. Les atomes de nickel sont représentés en gris, et les atomes d'aluminium et de titane sont représentés en noir. Figure tirée de [13].*

Malgré les différences de chimie et de cristallographie évoquées, les mailles cubiques des phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ ont des tailles très proches. L'écart entre les paramètres de maille des phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ est défini, à une température donnée, par :

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma\prime} - a_\gamma)}{a_{\gamma\prime} + a_\gamma} \tag{1.1}$$

où $a_{\gamma\prime}$ et $a_\gamma$ sont les paramètres des mailles cubiques des phases $\gamma\prime$ et $\gamma$. L'alliage AD730$^{TM}$ étant un alliage récent, les valeurs d'écart de paramètre n'ont pas encore été publiées. Le Tableau 1.2 donne cependant des valeurs d'écart de paramètre de maille typiquement obtenues pour des superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ base nickel à température ambiante.

Dans la microstructure, la phase $\gamma$ constitue la matrice du matériau tandis que la phase $\gamma\prime$ se présente sous la forme de précipités de différentes tailles (Figure 1.4). Dans les microstruc-

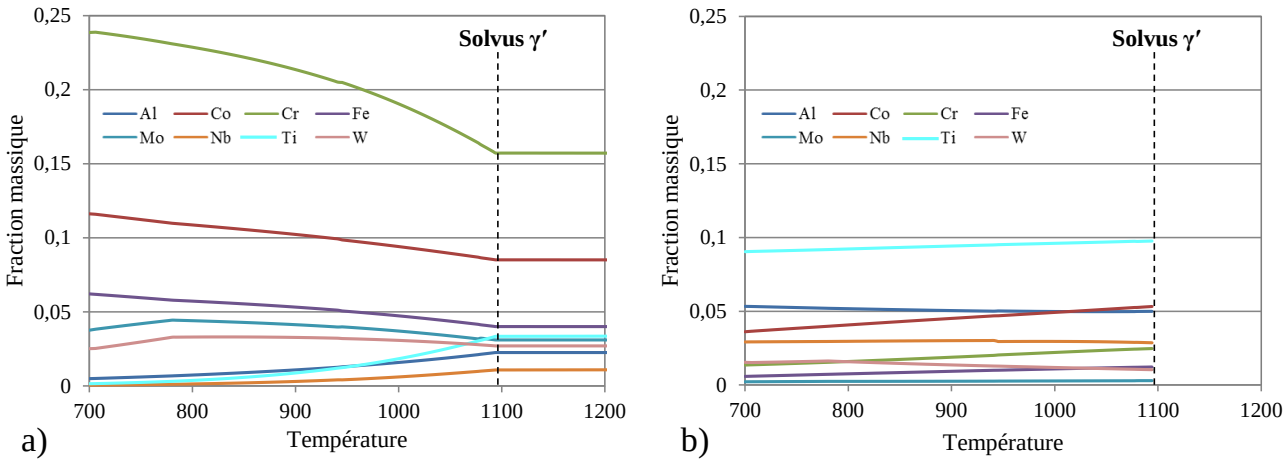



**Figure *1.3*** – *Évolution des concentrations en éléments d'alliage dans les phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ en fonction de la température - Alliage AD730$^{TM}$. a) Phase $\gamma$. b) Phase $\gamma\prime$. Calculs Thermo-Calc réalisés par le Professeur Jean-Marc Fiorani de l'Institut Jean Lamour à Nancy.*

| Alliage | $\delta$ (%) |
|---|---|
| Udimet 720 | <0,02 |
| Nimonic 105 | -0,04 |
| Nimonic 115 | -0,18 |
| Nimonic 80A | +0,32 |
| Nimonic 90 | +0,34 |

***Tableau 1.2*** – *Écarts de paramètre de maille $\delta$ calculés par la méthode de diffraction d'électrons en faisceau convergent (convergent-beam electron diffraction) pour différents superalliages base nickel $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins à température ambiante. Tableau adapté de [12].*

tures équiaxes des alliages $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins, il est classiquement identifié trois populations de précipités [1] : les précipités primaires, les précipités secondaires et les précipités tertiaires. Les précipités primaires ont un diamètre équivalent de quelques microns et se trouvent très fréquemment aux joints de grains. Ils se forment lors des refroidissements suivant les étapes de transformation supersolvus du lingot. Les précipités secondaires et tertiaires sont quant à eux beaucoup plus petits et se trouvent à l'intérieur des grains. Ils se forment à moins haute température, lors des refroidissements après transformations subsolvus du lingot ou de la billette.

Les précipités secondaires et tertiaires ont la même orientation cristallographique que la matrice autour, car ils se forment en cohérence avec la matrice [14]. La cohérence signifie qu'à l'interface $\gamma/\gamma\prime$ les réseaux des deux phases se prolongent l'un l'autre, si bien qu'il n'y a pas de dislocation à l'interface (Figure 1.5/a). La cohérence des phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ est rendue possible par le faible écart de paramètre de maille évoqué précédemment. Par ailleurs, une interface $\gamma$-$\gamma\prime$ cohérente a une énergie très faible, typiquement de l'ordre de la dizaine de millijoules par mètre carré [15]. Pour comparaison, l'énergie d'une interface $\gamma$-$\gamma\prime$ incohérente est beaucoup plus élevée et classiquement prise égale à l'énergie d'un joint de grains $\gamma/\gamma$ quelconque, c'est-à-dire de l'ordre de 1 Joule par mètre carré [16]. La faible énergie d'une interface cohérente explique pourquoi les précipités secondaires et tertiaires se forment naturellement en cohérence avec la matrice. Davantage de détails sur la cohérence et les morphologies de précipités $\gamma\prime$ associées seront donnés dans le Chapitre 10 (Section 10.1).

A l'inverse, les précipités primaires n'ont le plus souvent pas de relation d'orientation avec la matrice autour et sont incohérents avec cette dernière (Figure 1.5/b).

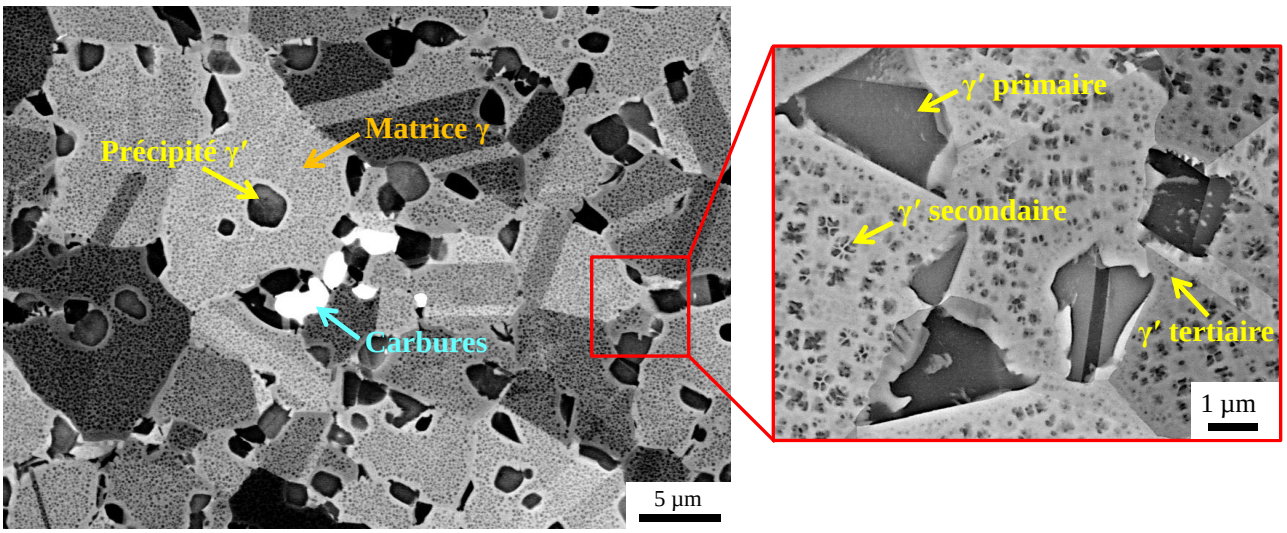
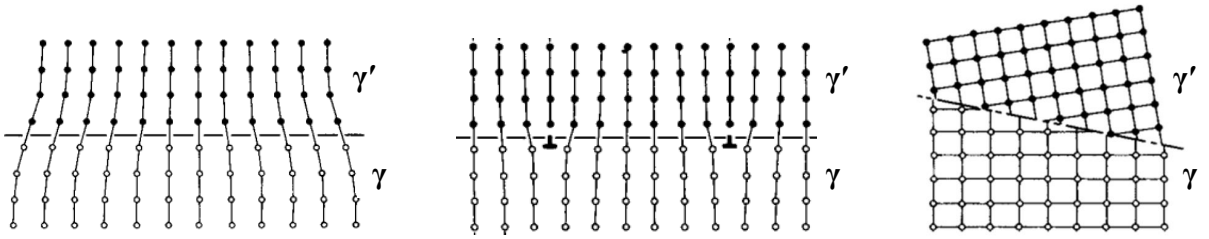



**Figure *1.4*** – *Distribution des phases typique d'un superalliage base nickel polycristallin. Images BSE, billette d'alliage AD730$^{TM}$.*




a) Interface γ/γ′ cohérente b) Interface γ/γ′ semi-cohérente c) Interface γ/γ′ incohérente

**Figure *1.5*** – *Les trois types d'interface $\gamma/\gamma\prime$ possibles. Figures adaptées de [17].*

D'autres phases que les phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ peuvent être observées en petite quantité dans la microstructure (Figure 1.4 et Figure 1.6). Les carbures ($MC$ - structure cubique), nitrures ($MN$ - structure cubique) et carbo-nitrures ($M(CN)$) sont des phases primaires qui se forment durant la solidification du lingot [1,19]. Les carbures primaires $MC$ peuvent ensuite se décomposer en carbures $M_{23}C_6$, $M_6C$ ou $M_7C_3$ lors de traitements thermiques ultérieurs ou lors du vieillissement des pièces en service. Des borures ($M_3B_2$ - structure tétragonale) peuvent être également observés (Figure 1.6/a). Une analyse EDS réalisée sur un échantillon d'alliage AD730$^{\mathrm{TM}}$ [18] a montré que les borures et les carbure primaires $MC$ sont riches en titane, molybdène et niobium et que les carbures secondaires de type $M_{23}C_6$ sont riches en chrome, cobalt et tungstène. Néanmoins, les particules de phase autre que $\gamma\prime$ ne seront pas davantage étudiées dans la suite de l'étude. En effet, si elles peuvent avoir localement un effet sur les mécanismes de recristallisation (en générant par exemple de la recristallisation stimulée par les particules - Chapitre 4), ces mécanismes de recristallisation sont peu représentatifs des mécanismes de recristallisation de la microstructure car ces particules restent rares et aléatoirement distribuées.

Enfin, une petite parenthèse est faite ici concernant la valeur de la température de solvus de la phase $\gamma\prime$. Cette valeur varie un peu selon la technique utilisée pour la déterminer. Ainsi, pour l'alliage AD730$^{\mathrm{TM}}$, une valeur de solvus de 1094 $^\circ$C a été obtenue par des calculs Thermo-Calc (Figure 1.1), alors que 1127 $^\circ$C a été obtenue par dilatométrie [7]. En pratique, des observations de la microstructure ont montré qu'au delà de 1110 $^\circ$C il reste suffisamment peu de précipités $\gamma\prime$ pour que la taille de grains ne soit plus influencée par ces derniers. Dans toute cette étude il sera donc considéré que pour l'alliage AD730$^{\mathrm{TM}}$ le solvus de la phase$\gamma\prime$ vaut 1110 $^\circ$C. De plus,

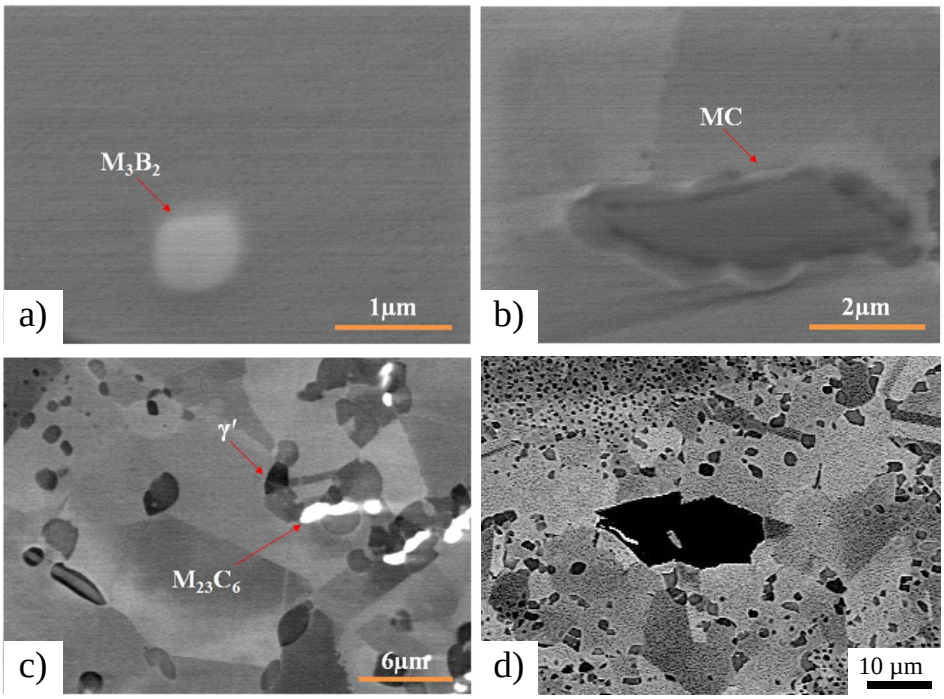



**Figure *1.6*** – *Différentes natures de particules mises en évidence dans l'alliage AD730$^{TM}$. Image en électrons rétrodiffusés (Backscattered Electron - BSE). a) Borure $M_3B_2$. b) Carbure MC. c) Carbure $M_{23}C_6$. d) Inclusion de type carbo-nitrure. Figures a), b) et c) tirées de [18].*

pour l'alliage René65 le solvus sera pris à 1111 ° C [10], et pour les alliage 720 et PER72® les solvus seront pris à 1155 ° C [12].

### 1.1.2 Joints de grains

Un joint de grains est une interface entre deux cristaux de même phase [20]. Les joints de grains sont traditionnellement classés en deux catégories : les joints de grains de faible désorientation (*Low Angle Grain Boundary* - LAGB) et les joints de grains de forte désorientation (*High Angle Grain Boundary* - HAGB). L'angle de désorientation seuil définissant un *HAGB* est habituellement pris à 15 ° . La valeur de 15 ° correspond au seuil à partir duquel la désorientation d'un sous-joint de flexion entre deux cristaux de structure cubique à faces centrées (CFC) ne peut plus être accommodée par un empilement de dislocations coins individuelles (i.e. sans superposition des cœurs des dislocations coins) [20].

La catégorie des joints de grains de forte désorientation peut être ensuite subdivisée en deux sous-catégories que sont les joints de grains spéciaux et les joints de grains généraux [21]. Un joint de grains est dit spécial lorsqu'il constitue l'interface de deux grains liés par une relation de coïncidence de densité réciproque faible (conventionnellement inférieure ou égale à 29 [21]). Deux grains sont liés par une relation de coïncidence lorsque leurs réseaux possèdent des sites en communs [22]. Les sites communs forment une superstructure appelée *Coincidence Site Lattice* (*CSL*). La densité réciproque de sites communs, appelée $\Sigma$, correspond au nombre de sites du réseau contenus dans une cellule de la superstructure CSL. Un joint entre deux grains liés par une relation de coïncidence est appelé joint de coïncidence. Cependant, pour une relation de coïncidence de densité réciproque $\Sigma$ donnée, la densité réciproque de sites communs se trouvant sur le joint de coïncidence $\sigma$ peut être bien différente selon l'orientation du plan du joint de coïncidence. Figure 1.7 montre en effet que $\sigma$ peut valoir 1, $\Sigma$ ou $\infty$ selon l'orientation du joint. Les configurations menant à une densité réciproque $\sigma$ égale à 1 sont attendues comme les

configurations donnant un joint de coïncidence de moindre énergie [22]. En effet, Olmsted et al. [16] ont montré par le calcul que, pour une relation de coïncidence de densité réciproque $\Sigma$ donnée, un large spectre d'énergie de joint de grains peut être obtenu dépendant de l'orientation du plan du joint dans l'espace (Figure 1.8). L'énergie d'un joint de coïncidence (i.e. d'un joint de grains spécial) peut même être tout aussi élevée que celle d'un joint de grains général, car l'énergie d'un joint de grains qu'il soi spécial ou général dépend de la rotation entre les deux cristaux impliqués et du plan du joint de grains [16].

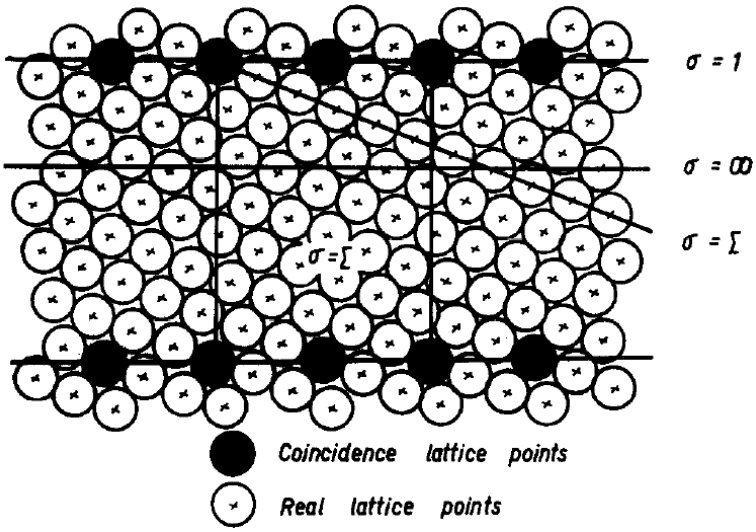



**Figure *1.7*** – *Densité réciproque de sites communs sur le joint de coïncidence ($\sigma$) en fonction de l'orientation du joint de coïncidence. Dans cet exemple $\Sigma$ vaut 19. Figure tirée de [22].*

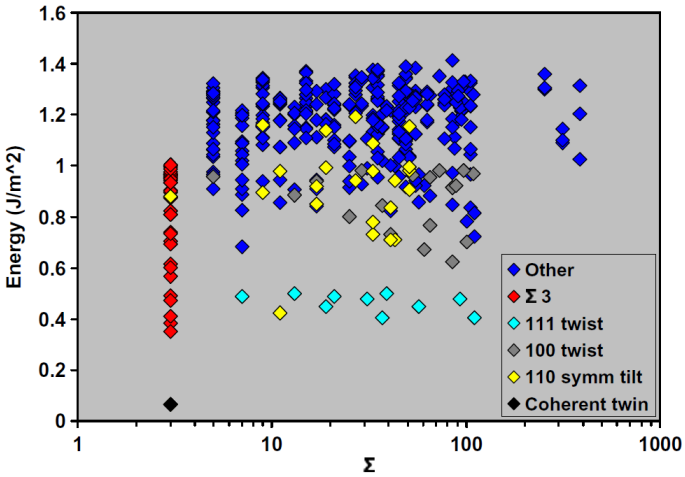



**Figure *1.8*** – *Énergies de joints de coïncidence obtenues via des simulations de dynamique moléculaire pour du nickel pur. Figure tirée de [16].*

Les macles thermiques (Figure 1.9) sont fréquentes dans des alliages CFC possédant une énergie de faute d'empilement faible à intermédiaire [23], comme les superalliages base nickel (Chapitre 4). Dans la structure cristallographique cubique à faces centrées, une relation de macle entre deux cristaux correspond à une symétrie miroir par rapport à un plan 111 commun, ce qui revient également à appliquer à une rotation de 60 ° autour d'un axe <111> commun. Les joints de macles font partie des joints de grains spéciaux car la relation de macle est aussi une relation de coïncidence de densité réciproque $\Sigma$ égale à 3. Lorsque la densité réciproque sur le joint de

macle $\sigma$ est égale à 1, le joint de macle est dit cohérent (Figure 1.10/a). Cette configuration est seulement réalisée lorsque le plan du joint de macles est confondu avec le plan {111} de la symétrie miroir. Dans ce cas, l'énergie du joint de macle est très faible et apparaît être la plus faible énergie de joints de grains de la microstructure (Figure 1.8). Du fait de leur planéité et de leur parallélisme, les joints de macles cohérents sont facilement reconnaissables dans la microstructure (Figure 1.9). Quant aux joints de macles incohérents, ils relient les joints de macles cohérents entre eux et sont souvent caractérisés par de petites "marches" (ou de petites "facettes") montrant qu'ils suivent ponctuellement des plans cristallographiques (Figure 1.9).

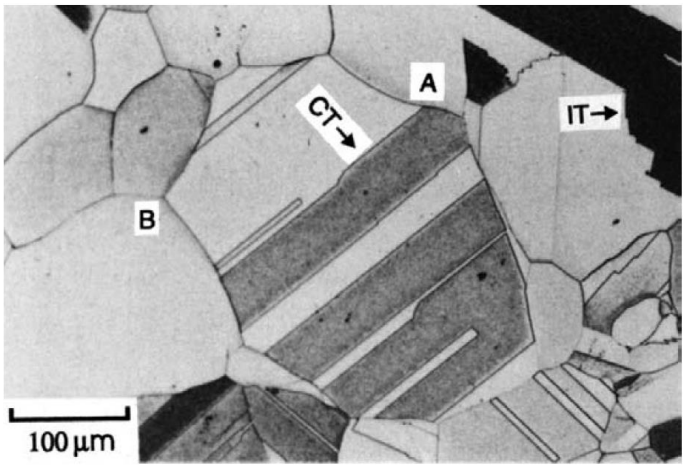



**Figure *1.9*** – *Exemples de macles thermiques dans du laiton. "CT" et "IT" signalent respectivement les joints de macle cohérents et incohérents. Figure tirée de [23].*

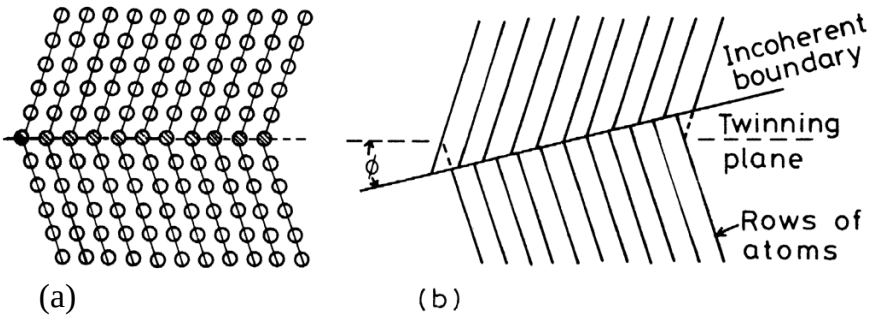



**Figure *1.10*** – *Représentation schématique d'un joint de macles cohérent et d'un joint de macle incohérent pour une structure CFC vue selon une direction <110>. a) Joint de macles cohérent ($\sigma = 1$). b) Joint de macles incohérent. Figure tirée de [24].*

En plus de leur très faible énergie, des joints de macles cohérents comportent de nombreuses propriétés qui en font des éléments microstructuraux à considérer. Par exemple, les macles thermiques peuvent avoir un effet délétère sur la tenue mécanique du matériau, car la cristallographie et la topographie d'un joint de macle cohérent font qu'un système de glissement activé dans un cristal n'est pas toujours transmissible dans le cristal macle [25]. Il en résulte alors une accumulation de contrainte au niveau du joint de macles qui peut conduire à l'amorçage d'une fissure [25–28]. Par ailleurs, il a été montré que l'augmentation de la densité de macles et plus généralement des joints de coïncidence dans une microstructure réduit certains types de dégradations intergranulaires [29]. Par exemple, l'oxygène diffusant plus lentement le long des joints de coïncidence, l'oxydation intergranulaire est ralentie.

### 1.1.3 Forces motrices de migration

Les dislocations et les interfaces (dont les joints de grains) constituent des défauts cristallins qui rendent thermodynamiquement instable un métal ou un alliage [23]. De ce fait, à haute température, des phénomènes thermiquement activés vont réarranger ou faire disparaître ces défauts pour ainsi faire évoluer le système vers un état de plus faible énergie. La migration des joints de grains fait partie de ces phénomènes. Les joints de grains vont migrer sous l'effet de deux forces motrices, la force motrice liée à l'énergie stockée et la force motrice de capillarité, qui conduisent respectivement à réduire :

— l'énergie stockée associée à la présence de dislocations
— la surface et/ou l'énergie des joints de grains.

La force motrice liée à l'énergie stockée fait que les grains écrouis vont avoir tendance à être "consommés" par des grains moins écrouis (Figure 1.11). La force motrice de capillarité va avoir tendance à ramener un joint courbe vers un joint plan (i.e. un joint de grains convexe va avoir tendance à reculer vers le centre du grain alors qu'un joint de grains concave va avoir tendance à avancer vers l'extérieur du grain). Ces deux forces motrices peuvent se traduire par deux pressions exercées sur le joint de grains : $P_E$ (énergie stockée) et $P_C$ (capillarité). Les valeurs de $P_E$ et $P_C$ sont classiquement obtenues par les formules suivantes [23] :

$$\begin{cases} \vec{P_E} = P_E.\vec{n} = \frac{1}{2}.G.b^2.\Delta\rho.\vec{n} & (1.2) \\ \vec{P_C} = P_C.\vec{n} = -\Gamma. \mid \kappa \mid .\vec{n} & (1.3) \end{cases}$$

où $\vec{n}$ est le vecteur unitaire normal à la surface du joint de grains, $G$ est le module de cisaillement, $b$ est le vecteur de Burgers des dislocations, $\Delta\rho$ est la différence des densités de dislocations stockées dans les 2 grains adjacents, $\Gamma$ est l'énergie du joint de grains , et $\mid \kappa \mid$ est la valeur absolue de la courbure du joint de grains.

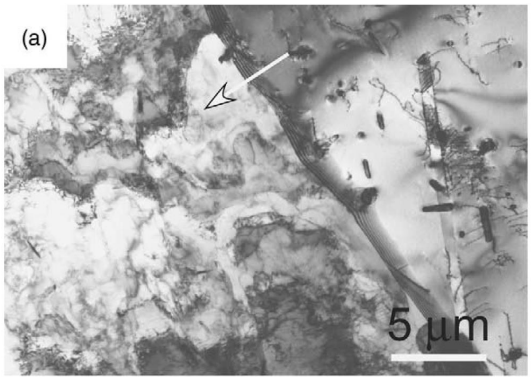



**Figure *1.11*** – *Migration d'un joint de grains sous l'effet de la force motrice liée à l'énergie stockée. Observation MET réalisée dans l'Inconel 600 (Ni-16Cr-9Fe) après traitement thermique. La migration du joint (flèche blanche) conduit à la résorption des dislocations présentes dans le grain écroui. Figure tirée de [30].*

Néanmoins, certains phénomènes peuvent ralentir la migration du joint de grains en exerçant des forces de freinage sur celui-ci. C'est le cas par exemple de l'ancrage de Smith-Zener que peut exercer une particule de seconde phase sur un joint de grains. En effet, la rencontre d'un joint de grains avec une particule de seconde phase modifie localement la courbure du joint du fait de l'équilibre des énergies d'interface qui s'opère au contact de la particule (Figure 1.12). Cette modification locale de la courbure se traduit par une modification locale des forces de capillarité qui est interprétée comme une force d'ancrage qui s'exerce sur le joint de grains [31, 32]. La

force d'ancrage exercée par une particule sphérique et inerte (i.e. qui ne se déforme pas ou ne se dissout pas au passage du joint) s'exprime par la formule suivante :

$$F_{SZ} = 2\pi r \Gamma_{12} \cos(\alpha - \theta). \cos(\theta) \tag{1.4}$$

où $r$ est le rayon de la particule, et $\alpha$ et $\theta$ sont les angles qui paramètrent l'interaction du joint de grains avec la particule (ils sont définis Figure 1.12/b). De plus, l'équilibre des énergies d'interface donne :

$$\cos\alpha = \frac{\Gamma_{1p} - \Gamma_{2p}}{\Gamma_{12}} \tag{1.5}$$

où $\Gamma_{1p}$ et $\Gamma_{2p}$ sont les énergies des interfaces entre la particule $p$ et le grain 1/2. Si la particule est incohérente avec le grain 1 et incohérente avec le grain 2 alors $\Gamma_{1p} \approx \Gamma_{2p}$ et donc $\alpha \approx \pi/2$ d'après l'équation 1.5. La force maximale que peut alors exercer la particule incohérente vaut :

$$F_{SZ} = \pi r \Gamma_{12} \tag{1.6}$$

Elle est atteinte lorsque $\theta = \pi/4$. En revanche, si la particule est cohérente avec le grain 2 et incohérente avec le grain 1, alors $\Gamma_{2p}$ est négligeable devant $\Gamma_{1p}$ et $\Gamma_{12}$, et donc $\alpha \approx 0$. La force maximale que peut exercer la particule cohérente avec le grain 2 est alors atteinte pour $\theta = 0$ et vaut :

$$F_{SZ} = 2\pi r \Gamma_{12} \tag{1.7}$$

soit le double de la force que peut exercer d'une particule incohérente de même taille.

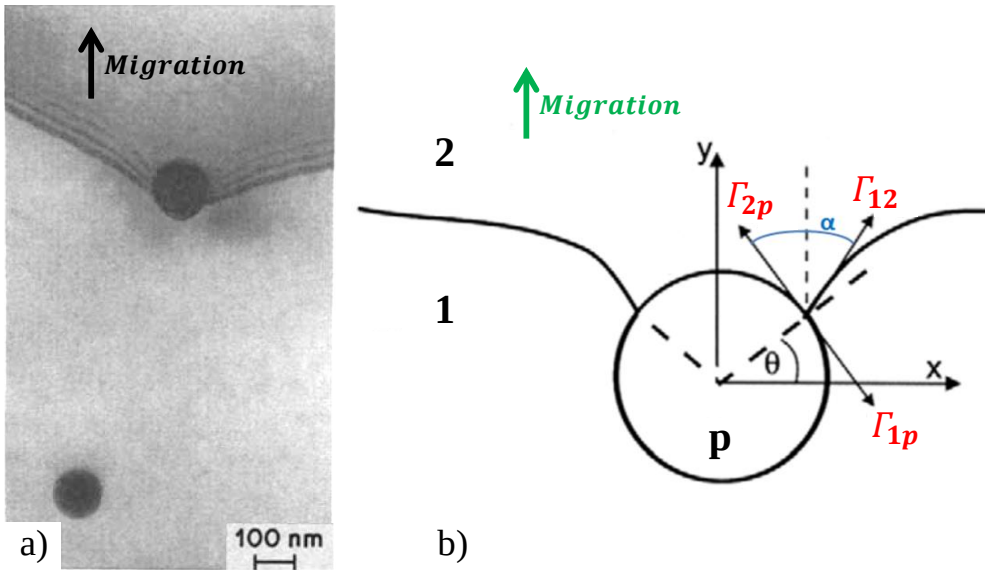



**Figure *1.12*** – *Force d'ancrage de Smith-Zener exercée par une particule sur un joint de grains en migration. a) Observation MET réalisée dans un acier inoxydable. Interaction entre un joint de grains en migration et un carbure TiC. Figure adaptée de [33]. b) Représentation schématique de interaction entre une particule (p) et un joint de grains en migration. Figure adaptée de [23].*

Comme pour les forces motrices de capillarité et d'énergie stockée, la force d'ancrage exercée par des particules sur un joint de grains en migration peut se traduire par une pression, appelée pression d'ancrage de Smith-Zener ($P_{SZ}$). Si les particules sont incohérentes $P_{SZ}$ vaut [31] :

$$P_{SZ} = \frac{3f.\Gamma_{12}}{2.r} \tag{1.8}$$

où $f$ est la fraction volumique de particules. Si les particules sont cohérentes avec le grain auquel elles appartiennent initialement alors $P_{SZ}$ double :

$$P_{SZ} = \frac{3f.\Gamma_{12}}{r} \tag{1.9}$$

Dans la littérature il est généralement considéré que la vitesse du joint de grains $v$ est proportionnelle à la somme des pressions $\sum P_i$ qui s'exercent sur lui [23] :

$$v = M.\sum P_i \tag{1.10}$$

où le coefficient de proportionnalité $M$ est appelé la mobilité du joint de grains. Ainsi, même si d'autres pressions de freinage peuvent s'ajouter à la pression d'ancrage de Smith-Zener (certaines seront présentées au Chapitre 4), l'équation de base qui régit la vitesse de migration d'un joint de grains dans une microstructure polycristalline $\gamma$-$\gamma\prime$ est :

$$v.\vec{n} = M.(P_E + P_C - P_{SZ}).\vec{n} \tag{1.11}$$

La mobilité du joint de grains $M$ augmente avec la température. Elle est souvent décrite par une loi de type Arrhenius modifiée [23] :

$$M = M_0(T).\exp(-\frac{Q}{R.T}) \tag{1.12}$$

où $M_0(T)$ est le facteur préexponentiel qui peut être une fonction de la température, $R$ est la constante des gaz parfaits et $Q$ une énergie d'activation qui peut être comprise comme l'énergie d'activation des processus qui contrôlent la migration du joint à l'échelle atomique [23]. De plus, pour les *LAGBs* de désorientation supérieure à 2 ° , il a expérimentalement été constaté que la mobilité $M$ et l'énergie d'activation $Q$ augmentent avec la désorientation du joint (Figure 1.13). En revanche, à partir de 15 ° , l'énergie d'activation n'est plus sensible à la désorientation, ce qui peut être interprété comme la conséquence d'un changement de structure du joint de grains.

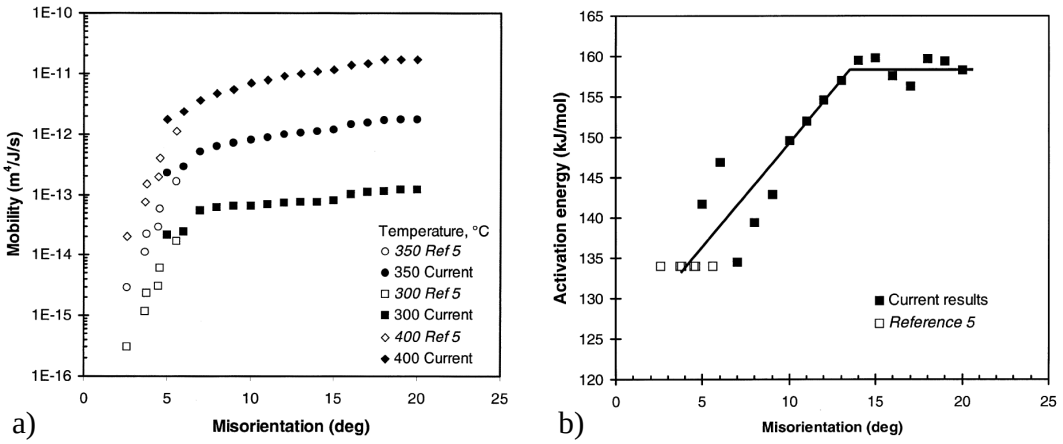



**Figure *1.13*** – *Évolution de la mobilité $M$ et de l'énergie d'activation $Q$ en fonction de la désorientation du joint de grains. Données expérimentales obtenues dans un alliage Al-0,05% Si. a) Mobilité. b) Énergie d'activation. Figures tirées de [34]. Les données de la référence 5 sont celles présentées dans [35].*

Il est néanmoins important de dire que la relation de proportionnalité $v = M.\sum P_i$ au sens stricte peut ne pas être vérifiée dans certains cas [23]. Par exemple dans les cas où la mobilité du joint de grains dépend de la force motrice (dépendance supposée pour certains mécanismes de migration du joint) ou dans les cas où la pression de freinage dépend de la vitesse de migration du joint de grains (cas du *Solute Drag* - Chapitre 4).

## 1.2 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage est la principale technique de caractérisation des microstructures qui a été pratiquée pendant cette thèse. Le microscope électronique à balayage utilisé est un microscope avec un canon à émission de champ (Microscope MEB-FEG Supra40 de la marque ZEISS). Pour les besoins de l'étude, deux lames minces ont également été analysées en microscopie électronique en transmission. Elles ont été prélevées dans un microscope électronique équipé d'une colonne ionique délivrant un faisceau d'ions focalisé (*Focused Ion Beam - FIB*) (Figure 1.14).

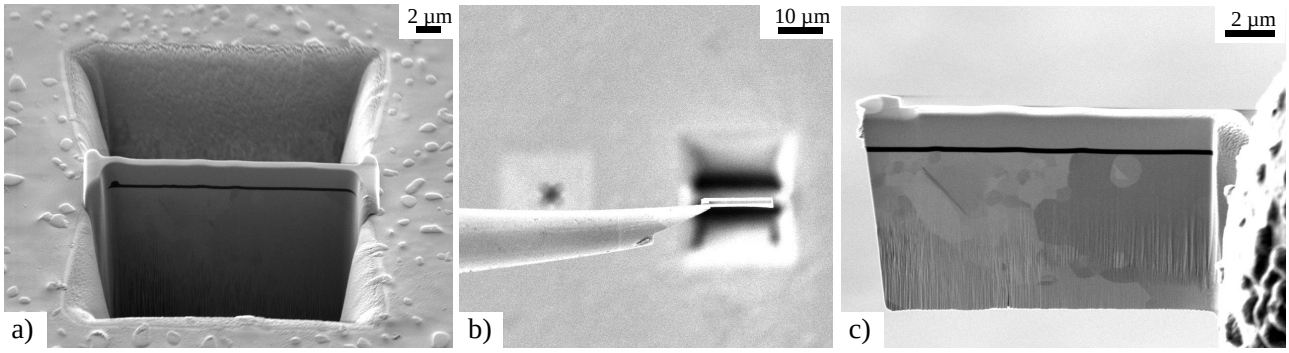



**Figure *1.14*** – *Différentes étapes de prélèvement d'une lame mince dans un microscope électronique équipé d'une colonne ionique (FIB). Images en ions secondaires. Prélèvement de la lame perpendiculairement à la surface de l'échantillon initial, prélèvement réalisé au centre de démonstrations de la société ZEISS (Oberkochen, Allemagne).*

### 1.2.1 Préparation des échantillons et imagerie

Pour les observations en microscopie électronique à balayage, tous les échantillons ont été pré-polis à l'aide de papiers abrasifs (indices granulométriques : 600, 1200 et 2400) puis polis à l'aide de suspensions diamantées (taille de particules : 6, 3 et 1 micron). La finition du polissage dépend ensuite de l'état de surface souhaité. L'utilisation d'une solution de silice colloïdale (*OPS* - particules de 20 nanomètres) sur une machine de polissage vibrant permet d'obtenir une surface polie miroir avec très peu de relief (Figure 1.15/a). En effet, les précipités $\gamma\prime$ ne sont que très légèrement creusés par la solution de silice colloïdale. A l'inverse, pour mettre en évidence les phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ par un contraste topographique plus marqué, trois autres finitions ont été réalisées. Le polissage électrolytique (bain de composition $CH_3OH - 10\%HClO_4$) est réalisé après le polissage avec la suspension diamantée de 1 micron. Il fait légèrement ressortir les précipités $\gamma\prime$ en relief tout en garantissant un état de surface adapté pour la technique EBSD (Figure 1.15/b). Comme le polissage électrolytique, l'attaque électrolytique ($H_2SO_4 - 42\%HNO_3 - 13\%H_3PO_4$) est réalisée après la suspension diamantée de 1 micron et fait ressortir les précipités $\gamma\prime$ avec un relief plus prononcé du fait de l'attaque préférentielle de la matrice (Figure 1.15/d). En revanche, si cette attaque permet d'observer la forme des précipités dans le volume, après l'attaque aucun contraste cristallographique n'a pu être mis en évidence. Enfin, l'attaque à l'eau régale ($HCl - 25\%HNO_3$), qui est réalisée après le polissage à la solution de silice colloïdale, dissout les précipités $\gamma\prime$ (Figure 1.15/c). Cette attaque permet d'observer le négatif des précipités, mais aussi de quantifier fractions et tailles de précipités. En effet, les zones où siégeaient les précipités ne renvoient pas de signal et apparaissent donc très noires sur les images en électrons rétrodiffusés ce qui permet de les isoler facilement de la phase $\gamma$ par traitement d'image (Chapitre 3, Figure 3.11).

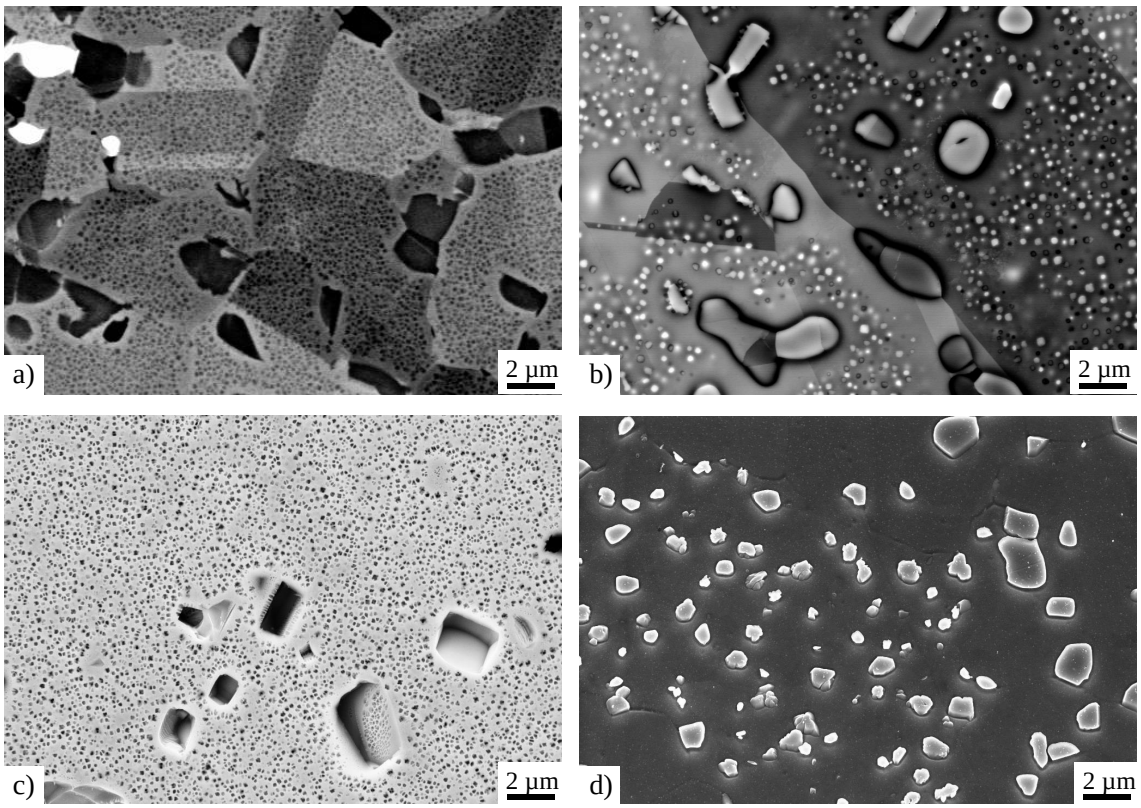



**Figure *1.15*** – *Les différentes finitions appliquées aux échantillons. a) et b) : Images en électrons rétrodiffusés (Backscattered Electron - BSE). a) Solution de silice colloïdale. Les précipités $\gamma\prime$ sont très légèrement creusés et apparaissent plus sombres que la matrice, les carbures $M_{23}C_6$ apparaissent en blanc. b) Polissage électrolytique. Les précipités $\gamma\prime$ sont en relief et apparaissent plus clairs sue la matrice. c) et d) : Image en électrons secondaires (Secondary Electrons - SE). c) Attaque à l'eau régale. Les précipités $\gamma\prime$ ont été dissous. d) Attaque électrolytique. La matrice a été creusée laissant les précipités $\gamma\prime$ en relief.*

Sur les images en électrons rétrodiffusés (images BSE), il est important de noter que les précipités $\gamma\prime$ apparaissent plus sombres que la matrice après finition à la silice colloïdale (Figure 1.15/a), alors qu'ils apparaissent plus clairs que la matrice après polissage électrolytique (Figure 1.15/b). En effet, le très faible relief des échantillons finis à la silice colloïdale fait que le contraste associé aux précipités provient majoritairement de la chimie de la phase $\gamma\prime$ (des contrastes cristallographiques plus légers sont également visibles). Or le numéro atomique moyen étant plus faible dans la phase $\gamma\prime$ que dans la phase $\gamma$, la phase $\gamma\prime$ apparaît plus sombre sur les images BSE [36]. A l'inverse, la mise en relief des précipités $\gamma\prime$ par le polissage électrolytique fait que le contraste topographique est dominant sur le contraste chimique, et les précipités $\gamma\prime$ apparaissent plus clairs que la matrice.

### 1.2.2 EBSD et TKD

L'interaction du faisceau d'électrons avec la matière conduit au renvoi d'électrons rétrodiffusés qui sont ensuite diffractés par le réseau cristallin. La technique EBSD consiste à acquérir les clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés (ou clichés de Kikuchi) et à ensuite les analyser pour déterminer l'orientation du cristal dans l'espace [37]. Un exemple de cliché de diffraction est donné Figure 1.16 : chaque bande visible sur le cliché (bande de Kikuchi) correspond à un plan du réseau cristallin qui a diffracté, et les angles entre les bandes correspondent à la projection des angles entre les plans du réseau sur l'écran du détecteur.

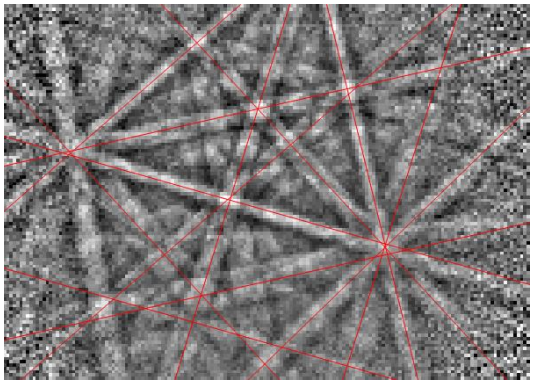


**Figure *1.16*** – *Exemple de cliché de diffraction obtenu dans un échantillon d'alliage AD730$^{TM}$. Les lignes rouges correspondent à l'identification des bandes de Kikuchi réalisée par le logiciel d'acquisition EBSD ESPRIT.*

Si l'échantillon est très fin (typiquement de 100 à 300 nanomètres d'épaisseur [38, 39]) il est également possible d'obtenir des clichés de diffraction d'électrons diffusés à travers l'échantillon (Figure 1.17/b et d) : cette technique est appelée *TKD* (*Transmission Kikuchi Diffraction*). Le TKD a l'avantage de fournir une meilleure résolution spatiale que l'EBSD. En effet, si l'on prend l'exemple de l'aluminium analysé avec un microscope MEB-FEG, en EBSD la résolution latérale (i.e. dans la direction perpendiculaire à l'axe de tilt de l'échantillon) est typiquement de 60 nm [37] alors que la résolution spatiale en TKD est en dessous des 10 nm [38]. Cette meilleure résolution du TKD s'explique par un volume d'interaction faisceau-matière réduit du fait de la très fine épaisseur de l'échantillon.

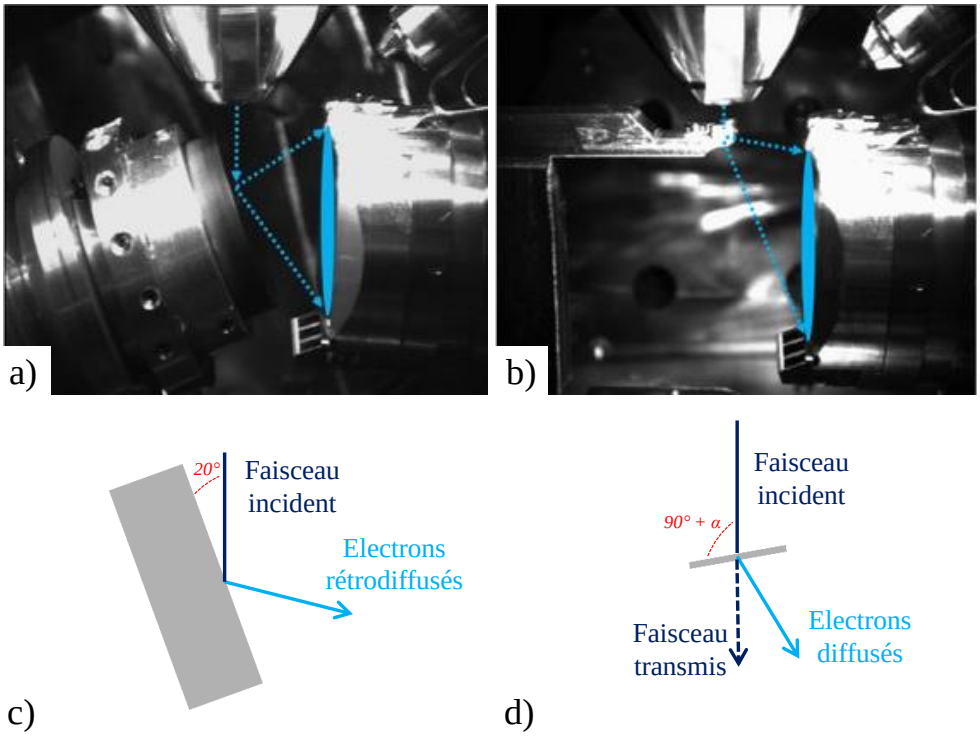



**Figure *1.17*** – *Configurations géométriques des techniques EBSD et TKD conventionnelles. a) et c) : EBSD, l'échantillon est tilté à 70 ° par rapport à l'horizontale. b) et d) : TKD, la valeur de l'angle $\alpha$ varie selon les études trouvées dans la littérature : $\alpha = 0$ dans [38] et $10\ ^\circ \leq \alpha \leq 30\ ^\circ$ dans [40]. Figures a) et b) tirées de [39].*

Dans la présente étude quelques analyses TKD ont été réalisées sur les deux lames minces

prélevées dans un microscope MEB-FIB. Cependant la majorité des cartographies d'orientation ont été réalisées par EBSD. Les données EBSD ont été collectées grâce au système QUANTAX EDS/EBSD de la société Bruker. Ce système est contrôlé par le logiciel ESPRIT et se compose d'un détecteur EDS XFlash 5030 et d'une caméra EBSD $e^{-}$Flash$^{HR}$. Le post-traitement des données a ensuite été réalisé avec le logiciel ESPRIT de Bruker et avec MTEX, une boîte à outil MATLAB en accès libre et spécifiquement développée pour le post-traitement des données EBSD/TKD [41, 42].

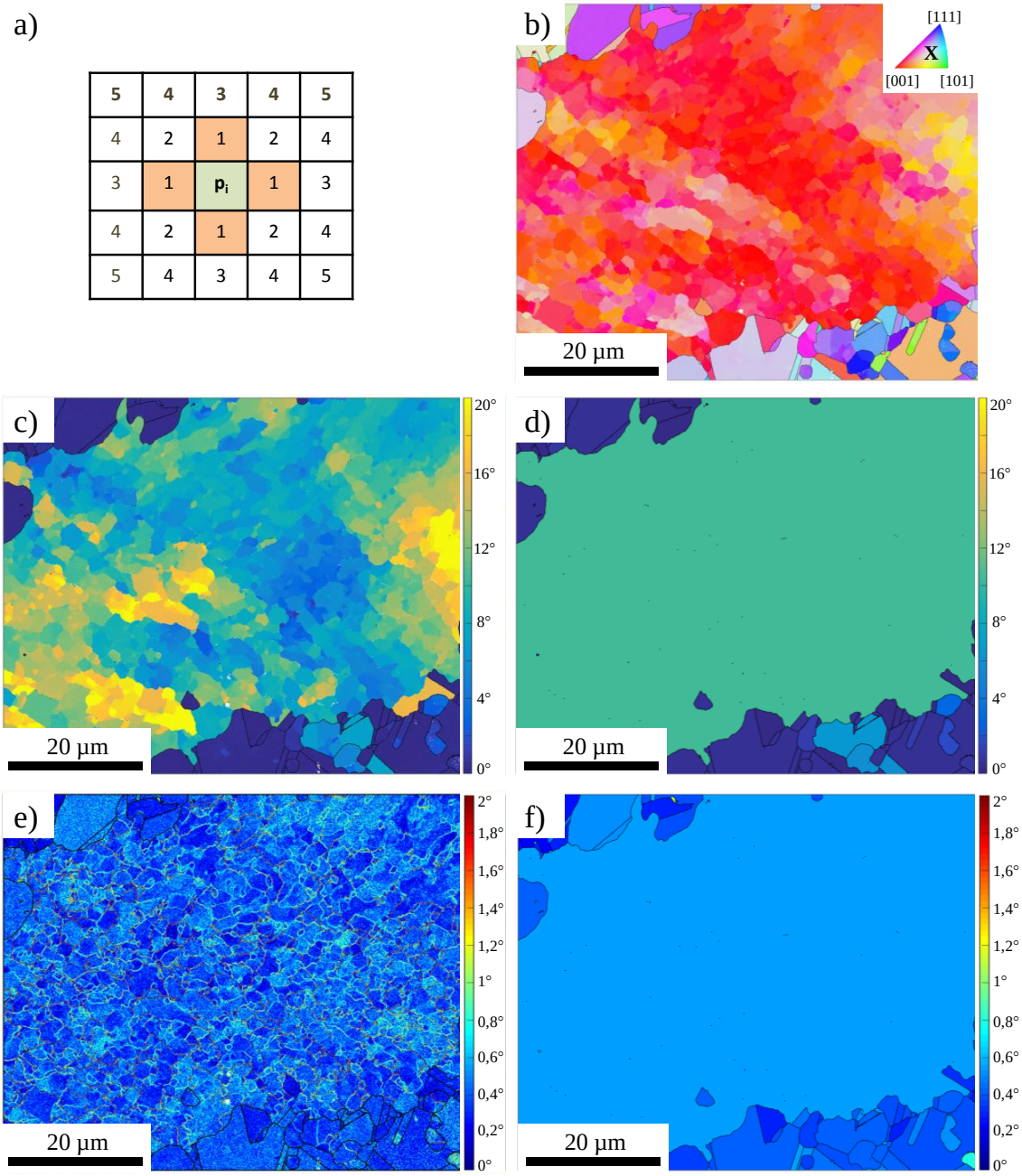



**Figure *1.18*** – *Différentes cartographies qui peuvent être réalisées à partir de données EBSD. a) Grille d'acquisition avec des pixels carrés et localisation des pixels voisins (du premier au cinquième ordre). b) Cartographie d'orientation, l'axe X du repère macroscopique est projeté dans le repère du cristal. c) Angle de désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain. d) GOS. e) KAM aux premiers voisins. f) GAM calculé aux premiers voisins.*

Les orientations cristallographiques obtenues à partir d'analyses EBSD/TKD peuvent clas-

siquement être représentées sous la forme d'une cartographie d'orientation où le code couleur indique le résultat de la projection d'un axe du repère macroscopique ($X$ sur la Figure 1.18/a) dans le repère du cristal. Le repère du cristal est résumé au triangle standard [001]-[101]-[111] du fait des symétries de la maille cubique. De plus, des quantités renseignant sur les désorientations intragranulaires et donc sur l'état de déformation des grains peuvent être calculées et représentées sous la forme de cartographies. Le *KAM* (*Kernel Average Misorientation*) et la désorientation à l'orientation moyenne du grain (*Misorientation To Mean orientation*) sont des quantités calculées en chaque pixel $p_i$ de la grille d'acquisition par les formules suivantes :

$$\begin{cases} MisToMean(p_i) = \Theta_{i,moy} & (1.13) \\ KAM(p_i) = \dfrac{1}{v_i}.\sum_{j=1}^{v_i} \Theta_{i,j} & (1.14) \end{cases}$$

où $\Theta_{i,moy}$ est l'angle de désorientation entre l'orientation du pixel $p_i$ et l'orientation moyenne du grain, $\Theta_{i,j}$ est l'angle de désorientation entre l'orientation du pixel $p_i$ et l'orientation du pixel voisin $p_j$, et $v_i$ est le nombre de voisins du pixel $p_i$ appartenant à l'ordre de voisinage choisi. En effet, dans une grille d'acquisition, il peut être défini des voisins au premier ordre, au second ordre, au troisième ordre, etc... L'ordre des voisins est donné Figure 1.18/a pour une grille d'acquisition comprenant des pixels carrés.

Figure 1.18/c montre une cartographie de désorientation moyenne par rapport à l'orientation moyenne du grain et Figure 1.18/e montre une cartographie de *KAM* aux premiers voisins. Alors que la désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain met en évidence les "sous-blocs" du grain (c'est-à-dire les sous-grains ou cellules) et les gradients d'orientation, le *KAM* met en évidence les discontinuités d'orientation (c'est-à-dire les sous-joints et les contours des cellules de déformation ou restauration). Par la suite, il peut être calculé la moyenne de ces deux quantités sur les pixels du grain : la moyenne des écarts à l'orientation moyenne du grain donne le *GOS* (*Grain Orientation Spread* - Figure 1.18/d) et la moyenne du *KAM* donne le *GAM* (*Grain Average Misorientation* - Figure 1.18/d).

Une mesure de désorientation intragranulaire peut être reliée à une quantité de dislocations géométriquement nécessaires, c'est-à-dire à la densité de dislocations minimale qu'il faudrait pour accommoder la déformation plastique associée à la désorientation mesurée [43]. En première approche, il peut être même considéré que la densité de dislocations géométriquement nécessaires est proportionnelle au gradient d'orientation mesuré [44, 45]. Le gradient d'orientation peut être obtenu en divisant le *KAM* par le pas de mesure de la cartographie. Ainsi, diviser le *GAM* par le pas de mesure permet d'obtenir un gradient d'orientation moyen dans le grain qui traduit une densité de dislocations géométriquement nécessaires moyenne et donc dans une certaine mesure l'énergie stockée dans le grain. En effet, si les variations de gradient d'orientation sont en général représentatives des variations d'énergie stockée, le gradient d'orientation ne rend pas compte des dislocations statistiquement stockées dans la microstructure. Les dislocations statistiquement stockées sont des dislocations qui s'accumulent dans les grains sous l'effet de la déformation mais sans générer de désorientations intragranulaires (donc de gradient d'orientation) [43] et qui ne sont donc pas quantifiables par EBSD. De plus, la désorientation mesurée avec le *KAM* dépend du pas de mesure considéré. Aussi, dans toute cette étude, le *KAM* a été calculé aux premiers voisins avec un pas de mesure de 0,30 $\mu$m de façon à ce que les valeurs de *KAM*, de *GAM* et de gradient d'orientation moyen soient comparables entre elles. Enfin, si le grain a complètement restauré, c'est-à-dire que les dislocations se sont annihilées et réarrangées pour former des sous-grains ou des sous-cellules quasiment dépourvus de dislocations dans le volume, alors le gradient d'orientation moyen du grain n'est pas représentatif d'une énergie stockée car les joints des sous-grains et des cellules (qui marquent des discontinuités d'orientation) vont faire augmenter la valeur du *KAM* et donc la valeur du gradient d'orientation moyen sans pour autant qu'il y ait d'énergie stockée dans le volume. Néanmoins,

les vitesses de déformation étudiées dans cette étude (Chapitre 3) font que les grains ne peuvent que très partiellement restaurer en dynamique. En cas de doute, les désorientations intragranulaires mesurées en EBSD seront analysées en terme de gradient d'orientation et non en terme d'énergie stockée.

Pour finir, les joints de grains peuvent être superposés aux cartographies de données EBSD/TKD. Dans toute l'étude, les joints de grains représentés sur les cartographies ont été définis comme les joints séparant 2 cristaux désorientés de plus de 10 ° . Il a en effet été choisi 10 ° plutôt que 15 ° car le phénomène de recristallisation continue (défini au Chapitre 4) qui se produit dans l'alliage conduit à un certain nombre de joints de désorientations comprises entre 10 ° et 15 ° . Or, comme représenté Figure 1.13/a, un joint de 10 ° de désorientation a une mobilité équivalente à celle d'un *HAGB* et peut donc autant migrer qu'un *HAGB*. C'est pourquoi il a été choisi de classer les joints de désorientation comprises entre 10 ° et 15 ° dans la catégorie des joints de grains (sous-entendu joints de forte désorientation), les joints désorientés de moins de 10 ° étant appelés des sous-joints. Dans les chapitres à venir, les joints de macles seront très souvent identifiés (en blanc) sur les cartographies. Les joints de macles sont définis avec une certaine tolérance qui sera précisée à chaque fois. Cette tolérance s'applique à la fois sur l'angle de rotation (60 ° ) et sur l'axe de rotation (<111>) de la relation de macle théorique. Par ailleurs, pour les états recristallisés (états à l'issue de la chauffe pré-déformation et états à l'issue de la mise en solution), les tailles de grains sont calculées après "fusion" des cristaux macles (i.e. deux cristaux liés par une relation de macle sont considérés comme un seul grain). Pour la fusion des macles, la tolérance appliquée à la relation de macle est réduite et est toujours prise égale à 2 ° (i.e. seules les macles parfaites sont prises en compte). Le fait de fusionner les macles revient à considérer les joints de macles comme des défauts intragranulaires plutôt que comme des *HAGB*. Cette pratique est courante chez les industriels qui utilisent la norme ASTM pour déterminer les tailles de grains [46]. Ainsi, calculer la taille de grains après fusion des macles permet d'obtenir des valeurs qui peuvent être comparées aux standards industriels.

### 1.2.3 Identification des phases sur les cartographies d'orientation

Les phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ ont des structures cubiques de paramètres de maille très proches (Section 1.1.1). Néanmoins, en théorie, pour une orientation cristallographique donnée, les clichés de diffraction des phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ sont un peu différents. En effet, la phase $\gamma\prime$ étant ordonnée, des plans cristallographiques supplémentaires vont diffracter par rapport à la phase $\gamma$. Ces plans sont les plans comportant des indices de Miller à la fois pairs et impairs (pour pouvoir diffracter un plan d'une phase désordonnée doit avoir ses indices de Miller de même parité). Ces plans vont générer des bandes de Kikuchi supplémentaires sur les clichés de diffraction de la phase $\gamma\prime$, appelées bandes de surstructure. Cependant, ces bandes de surstructure montrent des intensités bien plus faibles que les autres bandes de diffraction et c'est pourquoi elles nécessitent l'acquisition de clichés de diffraction très peu bruités et hautement résolus pour pouvoir être détectées. Or, cette qualité de cliché n'est pas réalisable avec les systèmes d'acquisition EBSD commerciaux qui sont optimisés pour la réalisation de grandes cartographies (de plusieurs centaines de milliers de pixels) en un temps raisonnable, ce qui implique l'indexation rapide de diagrammes de diffraction assez bruités et peu résolus (typiquement diagrammes de $160 \times 120$ pixels). Par conséquent, en pratique, il n'est pas possible de détecter les bandes de surstructure et donc de discriminer la phase $\gamma\prime$ de la phase $\gamma$ à partir de clichés de diffraction EBSD (Figure 1.19/a,b).

Des informations autres que cristallographiques sont donc nécessaires pour pouvoir attribuer la phase $\gamma$ ou $\gamma\prime$ à un point d'une cartographie EBSD. Ces informations peuvent être de nature chimique. En effet, comme illustré à la Section 1.1.1 ainsi que Figure 1.19 et Tableau 1.3,

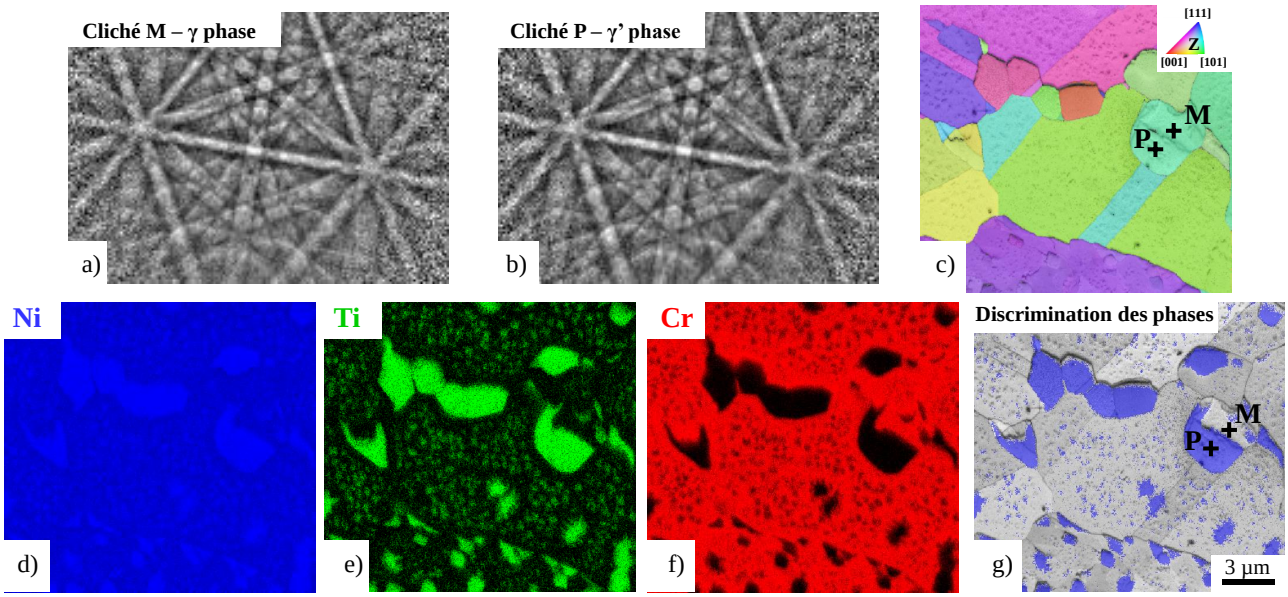



**Figure *1.19*** – *Principe du couplage EDS-EBSD. a) et b) : Clichés de diffraction EBSD des points M (Matrice) et P (Précipité) identifiés sur c). La taille de chaque cliché fait* $160 \times 120$ *pixels. c) Cartographie d'orientation EBSD. De d) à f) : Distribution des éléments Ni, Ti et Cr obtenues par analyse EDS. g) Discrimination des phases obtenue à l'issue du post-traitement du couplage EDS-EBSD, la phase* $\gamma\prime$ *est représentée en bleu sur le contraste de bande.*

les phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ ont des compositions suffisamment distinctes pour pouvoir être discriminées par EDS (*Energy Dispersive X-ray spectrometry*). Ainsi, la réalisation simultanée d'une acquisition EBSD et d'une acquisition EDS permet, après un post-traitement semi-automatique réalisé avec le logiciel ESPRIT, d'attribuer une phase à chaque point de la cartographie EBSD (Figure 1.19/g) : cette technique se nomme le couplage EDS-EBSD.

| Phase | Ni | Fe | Co | Cr | Mo | W | Al | Ti | Nb |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $\gamma$ | 54,6 | 5,1 | 9,9 | 19,8 | 3,1 | 2,1 | 2,3 | 2,5 | 0,6 |
| $\gamma\prime$ | 70,7 | 1,5 | 5,1 | 3,6 | 0,3 | 0,9 | 6,0 | 10,6 | 1,4 |

***Tableau 1.3*** – *Compositions chimiques des phases* $\gamma$ *et* $\gamma\prime$ *mesurées par EDS dans une billette d'alliage AD730*$^{TM}$ *(% massique). Mesures semi-quantitatives réalisées à 15 kV sans utiliser de calibration.*

Un des avantages du couplage EDS-EBSD est que les deux analyses sont faites simultanément ce qui permet de limiter le décalage ou les distorsions entre les données cristallographiques et les données chimiques. Néanmoins, un des inconvénients de la technique est que la résolution spatiale de l'EDS est limitée. Cette résolution spatiale dépend de la composition du matériau et de l'énergie du faisceau d'électrons incident [47, 48]. Ainsi, pour un superalliage $\gamma$-$\gamma\prime$ base nickel analysé 15 kV, la résolution spatiale de l'EDS est au mieux de 500 nanomètres [49]. Or, comme vu à la Section 1.1.1, les superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ peuvent montrer des précipités $\gamma\prime$ qui font moins de 500 nanomètres de diamètre (typiquement les précipités secondaires et tertiaires des grains équiaxes). De ce fait, toute méthode permettant de discriminer la phase $\gamma\prime$ sur des cartographies d'orientation avec une meilleure résolution spatiale que celle de l'EDS est très intéressante pour la caractérisation des microstructures $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallines.

Ainsi, à l'occasion d'une collaboration avec Cyril Langlois (Laboratoire MATEIS, INSA de Lyon) et la société Orsay Physics, les possibilités de la combinaison iCHORD-SI ont été évaluées

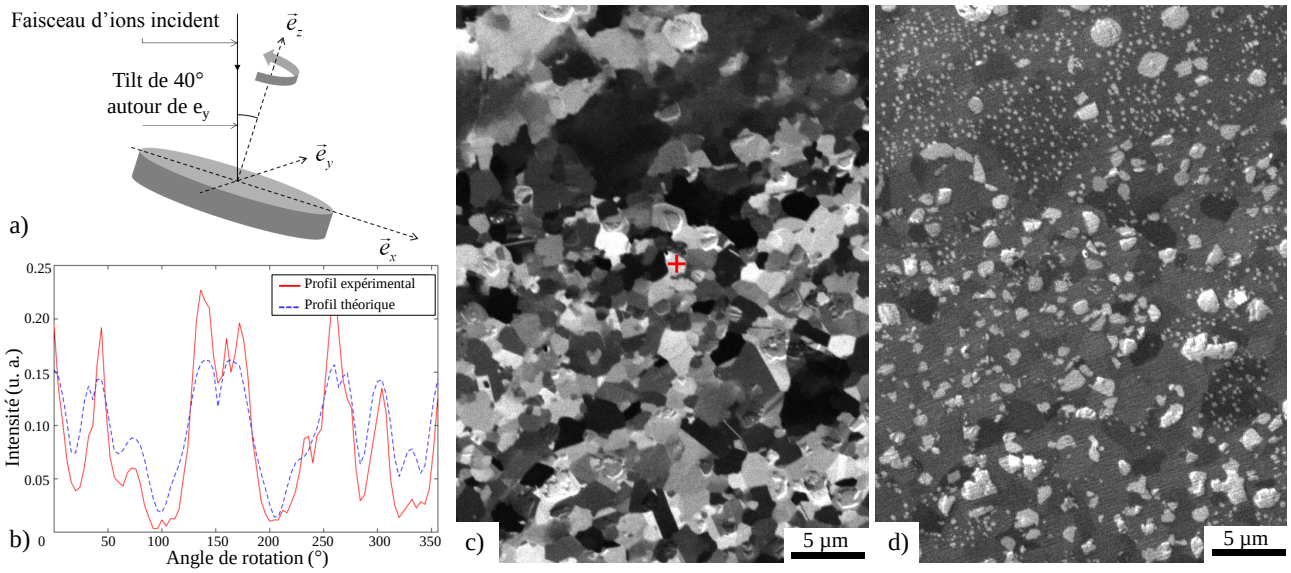



**Figure *1.20*** – *Principe de la combinaison iCHORD-SI. a) Position de l'échantillon pour la mise en œuvre de la méthode. b) En rouge : profil d'intensité obtenu en un point suite à l'acquisition d'une succession d'images SE à différents degrés de rotation de l'échantillon. En bleu : le profil théorique d'orientation cristallographique connue correspondant le mieux au profil expérimental. c) Image en électrons secondaires (SE), le contraste cristallographique provient de l'effet tunnel des ions incidents. d) Image en ions secondaires à la même position d'échantillon, les niveaux de gris correspondent principalement à un contraste chimique (un léger contraste cristallographique est également visible du fait de la canalisation des ions incidents).*

[49]. Cette combinaison nécessite un microscope MEB-FIB. Comme le couplage EDS-EBSD, la combinaison iCHORD-SI superpose une information chimique obtenue dans ce cas à partir d'images en ions secondaires (*Secondary Ion - SI*) à une cartographie d'orientations cristallines. Or, dans la combinaison iCHORD-SI les orientations cristallines sont déterminées en utilisant la technique iCHORD qui a été récemment développée par Cyril Langlois [50]. Pour déterminer les orientations, cette technique exploite l'intensité des électrons secondaires (SE) collectés. Les électrons secondaires sont collectés alors que la surface de l'échantillon est balayée avec le faisceau d'ions focalisé (Figure1.20/c). L'intensité du signal en électrons secondaires apportent une information cristallographique puisqu'elle est le résultat de la canalisation (*channeling effect*) des ions dans le réseau cristallin et que cette canalisation dépend de l'orientation des plans cristallins par rapport au faisceau d'ion incident. Après l'acquisition d'une image SE, une image SI est acquise pour le même angle de tilt d'échantillon. Du fait de sa composition chimique, la phase $\gamma\prime$ ressort bien plus claire que la phase $\gamma$ sur les images SI (Figure1.20/d). Ce contraste permet donc, après post-traitement des données, de discriminer la phase $\gamma\prime$ de la phase $\gamma$ sur la cartographie d'orientation iCHORD.

La combinaison iCHORD-SI a fait l'objet d'un article dans lequel les performances de la méthode sont mises en regard de celles du couplage EDS-EBSD [49]. Pour plus de détails sur les deux méthodes le lecteur est invité à consulter cet article. Il ressort principalement de cette étude que, à temps total équivalent (temps d'acquisition + temps de post-traitement), la combinaison iCHORD-SI offre une meilleure résolution spatiale pour la discrimination de phases que le couplage EDS-EBSD. La résolution spatiale des données SI est en effet inférieure à 150 nm pour un temps total de 19 ms/pixel. Or un temps total de 19 ms/pixel correspond au temps total par pixel nécessaire pour un couplage EDS-EBSD à 20 kV mais pour lequel la résolution spatiale de la phase $\gamma\prime$ est proche du micron.

Néanmoins, si le couplage EDS-EBSD comme la combinaison iCHORD-SI sont des méthodes

qui sont dignes d'intérêt pour le contexte de cette l'étude, ce ne sont pas des méthodes qui ont été utilisées pour obtenir les résultats présentés dans les chapitres suivants. En effet, la méthode iCHORD-SI est encore en développement chez la société Orsay Physics et la résolution de l'EDS et/ou le temps d'exposition [1] qui serait demandé pour améliorer la résolution de la technique EDS n'étaient pas toujours adaptés aux besoins de l'étude.

## 1.3 Conclusion

Dans ce chapitre, les éléments de microstructure ainsi que les notions importantes pour l'étude ont été décrits. Les phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ constituent les deux phases majoritaires de l'alliage AD730$^{TM}$. La phase $\gamma\prime$ s'organise sous la forme de précipités distribués dans une matrice de phase $\gamma$. Les précipités $\gamma\prime$ s'organisent en populations de tailles distinctes : primaires, secondaires et tertiaires dans les microstructures équiaxes. D'autres phases peuvent être rencontrées en très petite quantité sous la forme de particules insolubles sous la température de fusion de l'alliage : carbures, nitrures, carbonitrures et borures. Ces phases minoritaires ne seront pas davantage étudiées dans la suite car elles n'influencent que très localement les mécanismes d'évolution de microstructure. Un joint de grains se définit comme l'interface entre deux cristaux de même phase. Il peut être de faible désorientation ($LAGB$), de forte désorientation ($HAGB$) et quelconque ou de forte désorientation ($HAGB$) et spécial. Les joints de macles sont les joints spéciaux les plus importants de la microstructure du fait des propriétés spécifiques qui leurs sont attribués, et notamment de la très faible énergie du joint de macle cohérent. A haute température, un joint de grains de mobilité non négligeable a naturellement tendance à migrer du fait des forces motrices qui s'exercent sur lui : force motrice liée à l'énergie stockée et force motrice de capillarité. Néanmoins, le joint de grains peut être ralenti ou même arrêté dans sa migration par des forces de freinage dont la plus connue est l'ancrage de Smith-Zener. L'ancrage de Smith-Zener est la force de freinage qui résulte de la modification locale de la courbure du joint du fait de sa rencontre avec une particule de seconde phase, une inclusion ou même un pore. Ainsi, les précipités $\gamma\prime$ primaires sont très utiles pendant les opérations de forgeage subsolvus car ils limitent, par l'exercice de forces d'ancrage de Smith-Zener, la migration des joints de grains ce qui permet le plus souvent de contrôler la taille de grains finale.

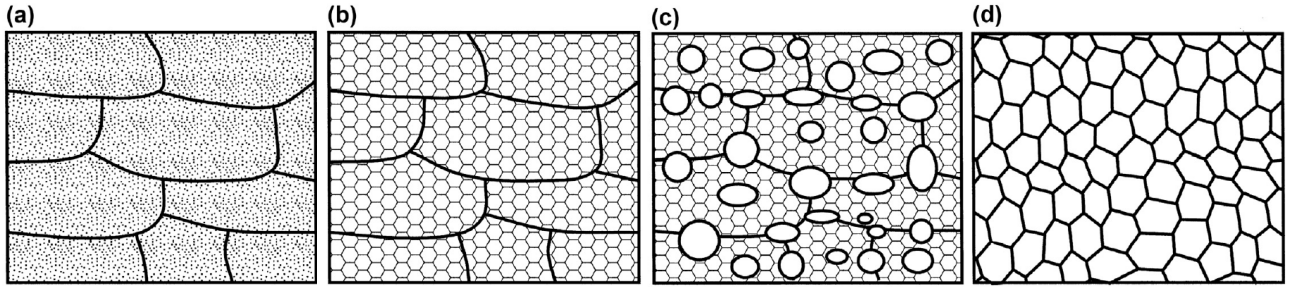



**Figure *1.21*** – *Représentation schématique des phénomènes de restauration et de recristallisation. a) État déformé. b) État restauré. c) État partiellement recristallisé. d) État complètement recristallisé. Figures tirées de [23].*

A cela, il convient ici de définir deux autres notions qui sont également très importantes pour l'étude : la restauration et la recristallisation. La restauration consiste en un ré-arrangement et à l'annihilation d'une partie des dislocations générée par la déformation [23]. Ce ré-arrangement

1. Plus la tension d'accélération est faible, meilleure est la résolution de la technique EDS. Cependant, la diminution de la tension d'accélération doit s'accompagner d'une augmentation significative du temps d'exposition afin d'avoir un nombre de coups par spectre suffisant pour faire une quantification [49].

se fait à l'intérieur des grains initiaux et mène à la formation de parois de dislocations ou de sous-joints (*LAGBs*) (Figure 1.21/b). La recristallisation se définit comme la formation, à partir de la matière déformée, de nouveaux grains dépourvus de dislocation et donc dépourvus d'énergie stockée [23]. Une fois germé, un nouveau grain va donc avoir tendance à grossir (Figure 1.21/c), car la force motrice liée à l'énergie stockée qui s'applique vers l'extérieur du grain est supérieure à la force de capillarité qui tendrait à le faire rétrécir du fait de sa petite taille (i.e. courbure de joint élevée). Par ailleurs, si l'initiation de la recristallisation nécessite certains processus de restauration locaux nécessaires à la formation des germes (Chapitres 4 et 7), la restauration et la recristallisation sont des phénomènes concurrents [23]. En effet, le ré-arrangement et l'annihilation des dislocations qui se produisent lors de la restauration font diminuer la force motrice liée à l'énergie stockée, ce qui peut ralentir voire inhiber la recristallisation. A l'inverse, en consommant les sous-structures induites par la déformation, les grains recristallisés empêchent la restauration de se produire.

# Chapitre 2

# Matière à l'état reçu

## 2.1 Hétérogénéités dans les billettes

Dans le cadre de cette thèse, deux billettes d'alliage AD730$^{TM}$ fabriquées en conditions industrielles ont été étudiées : une billette de diamètre 8 pouces (203 mm) et une billette de diamètre 12 pouces (305 mm). Les deux billettes sont issues de lingots de taille différentes : lingot de diamètre 500 mm pour la billette 8 pouces et lingot de diamètre 640 mm pour la billette 12 pouces. Néanmoins, les lingots ont subi des procédés de transformation similaires, à savoir une première série de transformations au dessus du solvus de la phase gamma prime (transformations supersolvus) puis une finition sous le solvus de la phase gamma prime (transformations subsolvus). Par rapport à la billette 8 pouces, la billette 12 pouces correspond à un format non standard qui été sélectionné pour l'étude car il était susceptible de montrer davantage d'hétérogénéités de microstructure du fait de la plus grande taille du lingot initial et aussi du fait de la plus faible déformation cumulée qui a lui été appliquée.

### 2.1.1 Microstructures locales

Figure 2.1 et Figure 2.2 montrent les microstructures typiquement observées au centre, à mi-rayon et en périphérie des billettes 12 et 8 pouces. Les microstructures sont hétérogènes car composées de différentes microstructures locales. Les trois mêmes types de microstructures locales ont été identifiées dans les deux billettes : les gros grains non recristallisés et allongés évoqués dans l'Introduction (microstructure 1), des ensembles de nombreuses petites cristallites (microstructure 2) et des grains équiaxes (microstructure 3).

Les grains équiaxes ont des formes compactes qui peuvent être approximées par des sphères [23]. Issus de la recristallisation de l'alliage lors du procédé de conversion, les grains équiaxes des billettes comportent peu de dislocations donc peu d'énergie stockée et leurs orientations cristallographiques sont aléatoires. A l'inverse, sur les images FSE (Figures 2.1 et 2.2) les grains non recristallisés et allongés parallèlement aux axes longitudinaux des billettes sont reconnaissables aux variations de couleur intragranulaires qu'ils présentent et qui traduisent des gradients d'orientation. Ces grains non recristallisés comportent de nombreux précipités intragranulaires qui sont plus petits que les précipités primaires mais plus grands que les précipités secondaires des grains équiaxes (encarts des Figure 2.1/a et Figure 2.2/b). De plus, des cellules plus ou moins marquées sont visibles à l'intérieur des grains non recristallisés (Figure 2.3/a). Les gros précipités des grains non recristallisés sont situés aux joints de ces cellules, même s'il est pour le moment impossible de dire lesquels des précipités ou des cellules se sont formés en premier. Les cellules des grains non recristallisés apparaissent être des cellules de restauration. C'est pourquoi les grains non recristallisés et allongés parallèlement aux axes longitudinaux des billettes initiales (microstructure 1) seront appelés grains restaurés dans toute la suite de l'étude. Cette

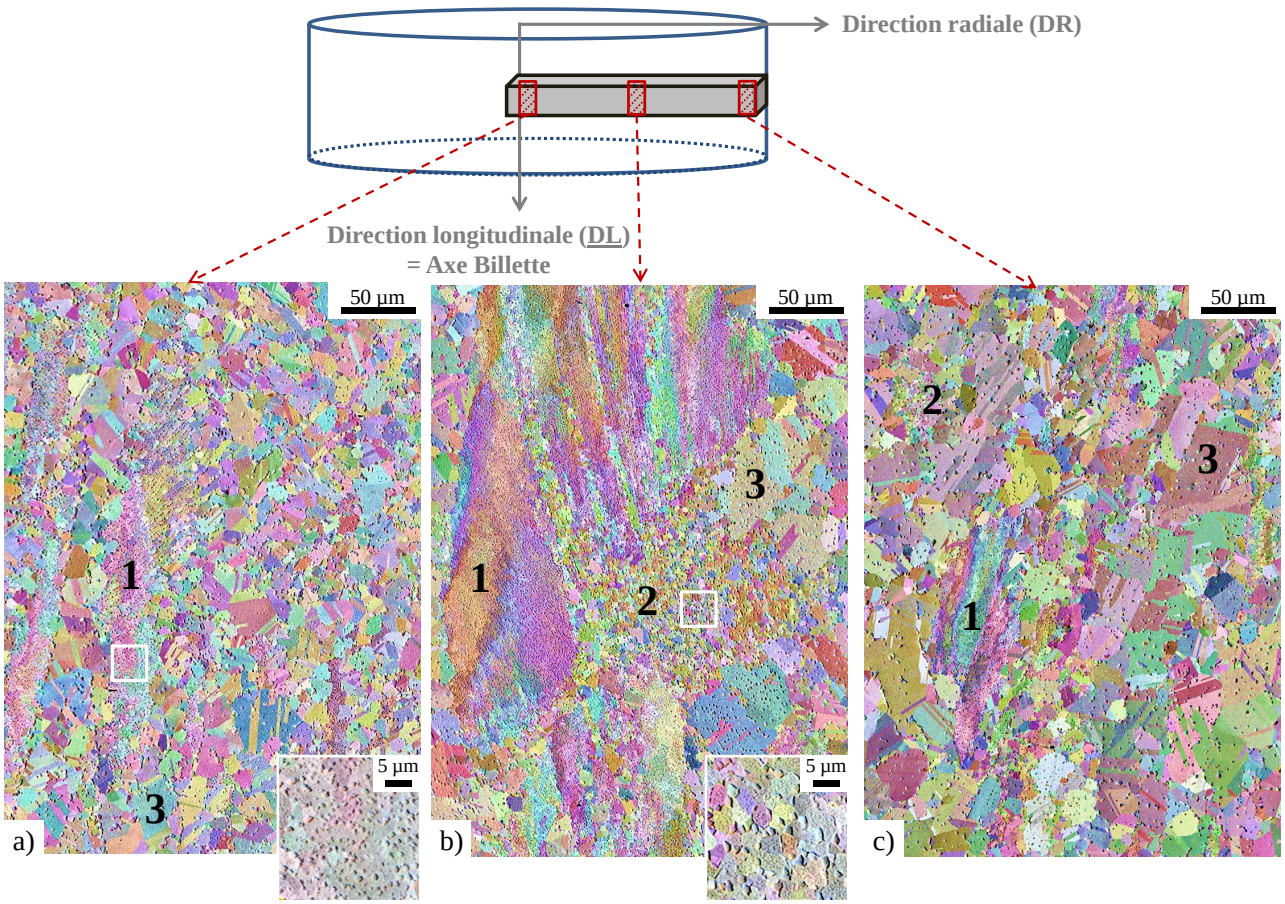



**Figure** ***2.1*** *– Microstructures locales observées dans la billette 12 pouces. Images FSE (Foreward Scattered Electron), analyse qualitative : un changement de couleur correspond à un changement d'orientation cristallographique. a) Centre de la billette. b) Mi-rayon de la billette. c) Périphérie de la billette."1", "2" et "3" signalent les trois types de microstructures locales observées.*

appellation permettra ainsi de bien différencier les grains non recristallisés des billettes initiales (microstructure 1) d'autres grains non recristallisés qui résulteront de la déformation ultérieure de la billette.

Les petites cristallites regroupées par paquet (microstructure 2) mesurent jusqu'à 5 microns de large. Des précipités sont visibles aux joints des cristallites (Figure 2.3/b). Ces précipités sont une nouvelle fois plus petits que les précipités primaires et plus gros que les précipités secondaires des grains équiaxes, mais cependant plus gros que les précipités des grains restaurés (encarts des Figure 2.1/b et Figure 2.2/c). Une analyse EBSD d'un ensemble de cristallites montre que les cristallites sont désorientées de moins de 10 ° entre elles (Figure 2.4/e). Si bien qu'avec le critère de 10 ° de désorientation adopté pour définir un joint de grains (Chapitre 1), l'ensemble de cristallites ne forme qu'un seul grain. Ce type de grain sera appelé dans toute la suite de l'étude grain sous-structuré.

Dans les grains restaurés comme dans les grains sous-structurés, les précipités ont des orientations identiques à très proches de celle de la matrice située autour (Figure 2.4/b,f). Des analyses en microscopie électronique en transmission seraient nécessaires pour pouvoir caractériser la nature des interfaces $\gamma$-$\gamma'$ [51]. Néanmoins, étant donné les valeurs de désorientations déduites des analyses EBSD (Figure 2.4/d,h), il peut être raisonnablement pensé que les précipités des grains restaurés et sous-structurés sont cohérents à semi-cohérents avec la matrice autour. La semi-cohérence signifie qu'il existe un réseau de dislocations à l'interface $\gamma$-$\gamma'$ pour accommoder la légère désorientation entre précipité et matrice (Chapitre 1 - Figure 1.5, Figure 2.5).

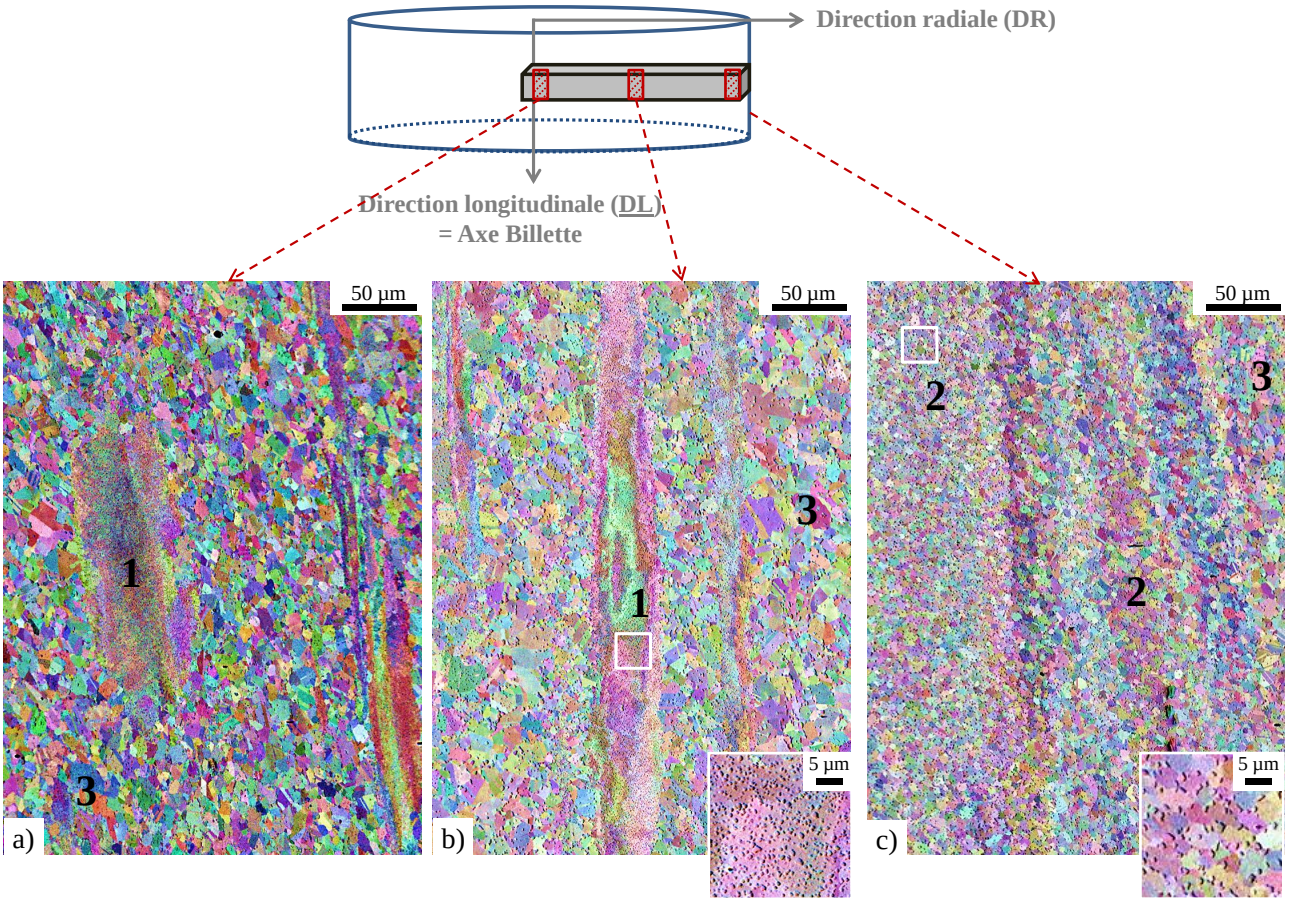



**Figure** ***2.2*** – *Microstructures locales observées dans la billette 8 pouces. Images FSE (Foreward Scattered Electron), analyse qualitative : un changement de couleur correspond à un changement d'orientation cristallographique. a) Centre de la billette. b) Mi-rayon de la billette. c) Périphérie de la billette."1", "2" et "3" signalent les trois types de microstructures locales observées.*

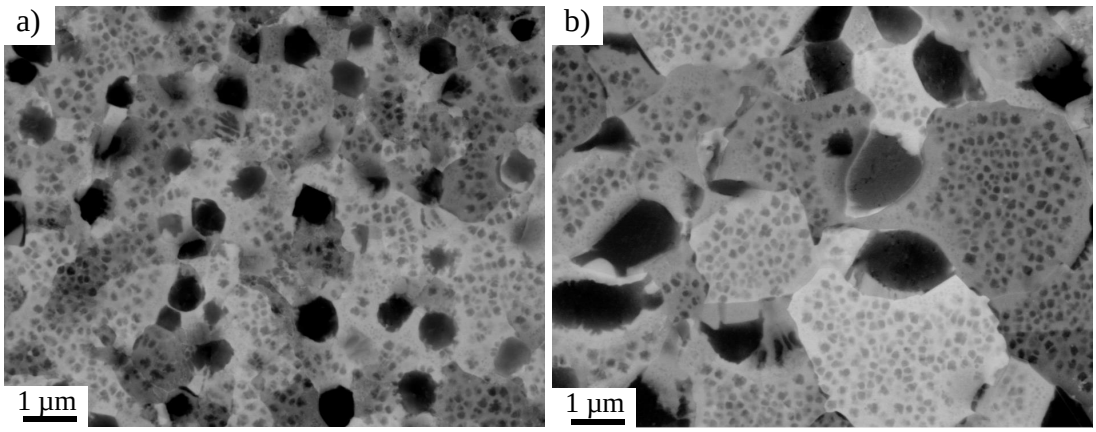



**Figure** ***2.3*** – *Structure des grains non recristallisés et des ensembles de cristallites. Images BSE acquises à la périphérie de la billette 8 pouces. a) Grain non recristallisé (microstructure 1). b) Ensemble de cristallites (microstructure 2).*

Tous les grains restaurés analysés au centre et à mi-rayon des billettes montrent une couleur rouge ou bleu sur les cartographies d'orientation EBSD dont le code couleur correspond à la projection de l'axe de la billette (i.e. Direction Longitudinale - DL) dans le repère du cristal (Figure 2.4/a, Figure 2.6/a et Figure 2.7). Ceci signifie que les grains restaurés ont soit un axe <111> (couleur bleue) soit un axe <100> (couleur rouge) proche de l'axe longitudinal de

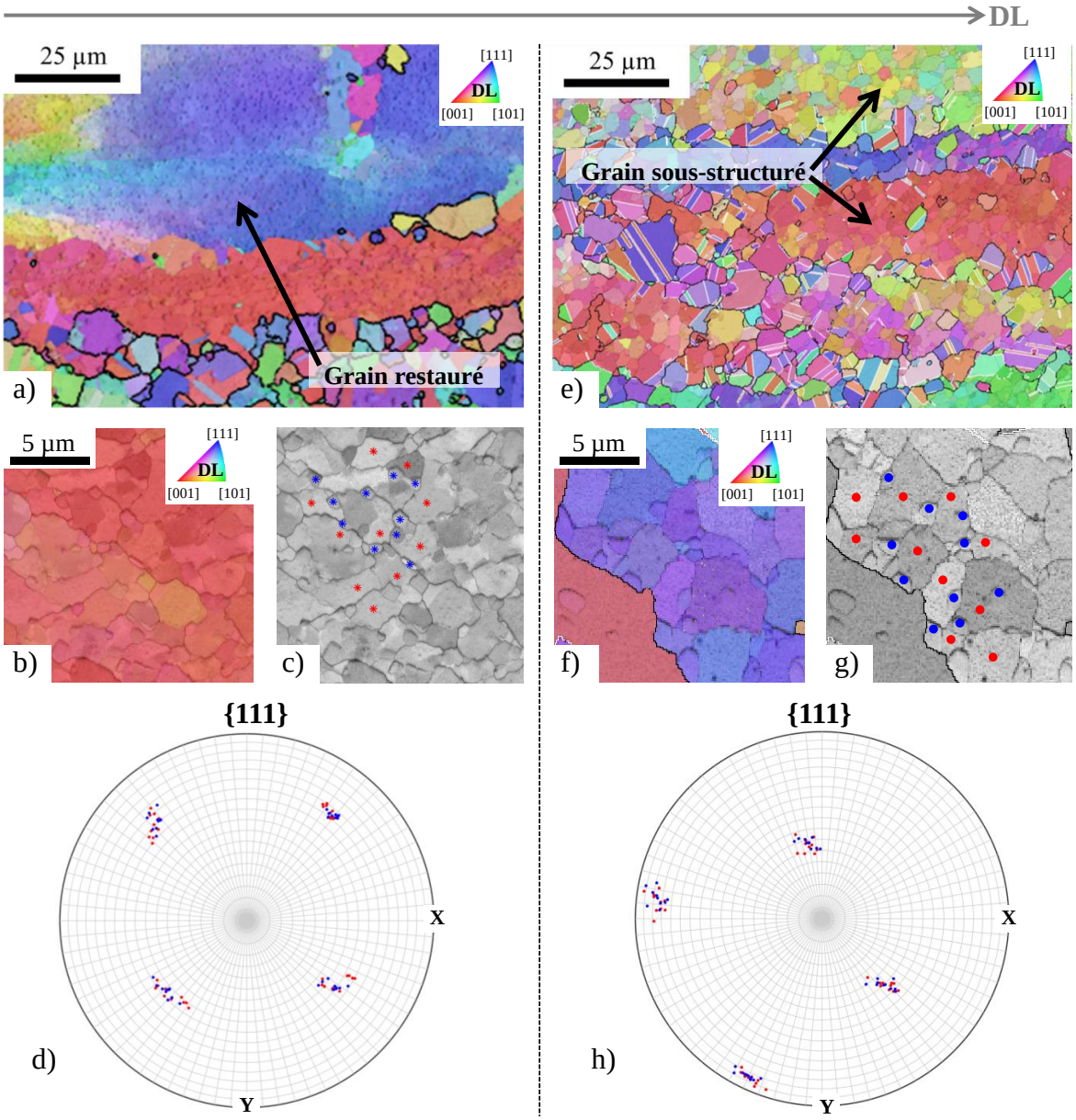



**Figure 2.4** – *Caractéristiques cristallographiques des grains restaurés et des ensembles de cristallites (appelés grains sous-structurés). Colonne de gauche : grain restauré. Colonne de droite : grain sous-structuré. a), b), e) et f) : cartographies d'orientation EBSD (sans distinction des phases $\gamma$ et $\gamma'$) superposées au contraste de bandes, les joints de grains sont représentés en noir. c) et g) : Contraste de bandes, les précipités sélectionnés pour les figures de pôle sont marqués d'un point bleu et les points de la matrice sélectionnés pour les figures de pôle sont marqués d'un point rouge. d) et h) Figures de pôle {111} représentées sur des grilles sphériques d'espacement 5 °. Les points bleus et rouges correspondent respectivement aux orientations sélectionnées parmi les précipités et la matrice.*

la billette. Si cet alignement des axes <111> ou <100> est perdu pour beaucoup de grains restaurés situés en périphérie de la billette 12 pouces (Figure 2.6/b), il est en revanche constaté pour les très nombreux grains sous-structurés observés à l'extrême périphérie de la billette 8 pouces (Figure 2.7). Pour un alliage de structure cubique à faces centrées, l'alignement des axes <111> ou <100> par rapport à un axe donné constitue une texture de fibre qui est classiquement obtenue lorsque l'alliage a subi un étirement contraint [52], par exemple lors d'opérations de filage qui peuvent être pratiquées dans l'industrie pour transformer les lingots.

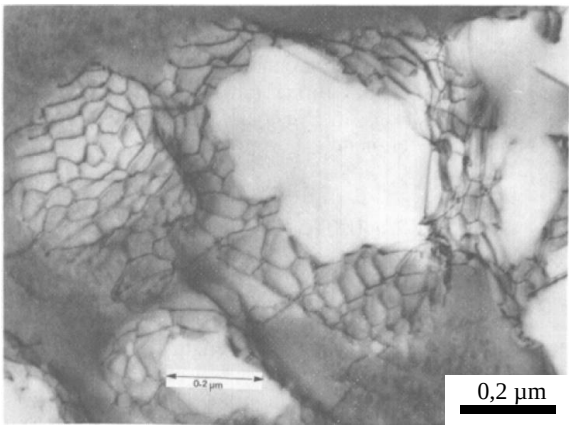



**Figure *2.5*** – *Réseau de dislocations observé aux interfaces $\gamma$-$\gamma\prime$. Image de Microscopie électronique en transmission (MET) réalisée à partir d'un échantillon de superalliage base nickel $\gamma$-$\gamma\prime$ monogranulaire. Figure tirée de [51].*

Dans l'état reçu, les grains restaurés et sous-structurés peuvent être identifiés et quantifiés grâce à leur *GAM* (Chapitre 1) bien plus élevé que celui des grains équiaxes. Ainsi, il ressort que la fraction surfacique de grains restaurés/sous-structurés augmente avec la distance au centre de la billette (Figure 2.6/c,d et Figure 2.7/c,d). La dépendance radiale de la fraction de grains restaurés/sous-structurés témoigne de gradients de déformation appliqués à la matière au cours de la conversion. En effet, selon les procédés utilisés pour la conversion du lingot, la matière est davantage déformée à cœur (pilon, presse hydraulique... ) ou davantage déformée en surface (laminage, filage... ). Plus la matière est déformée, plus elle recristallise et moins la fraction de grains restaurés/sous-structurés est élevée.

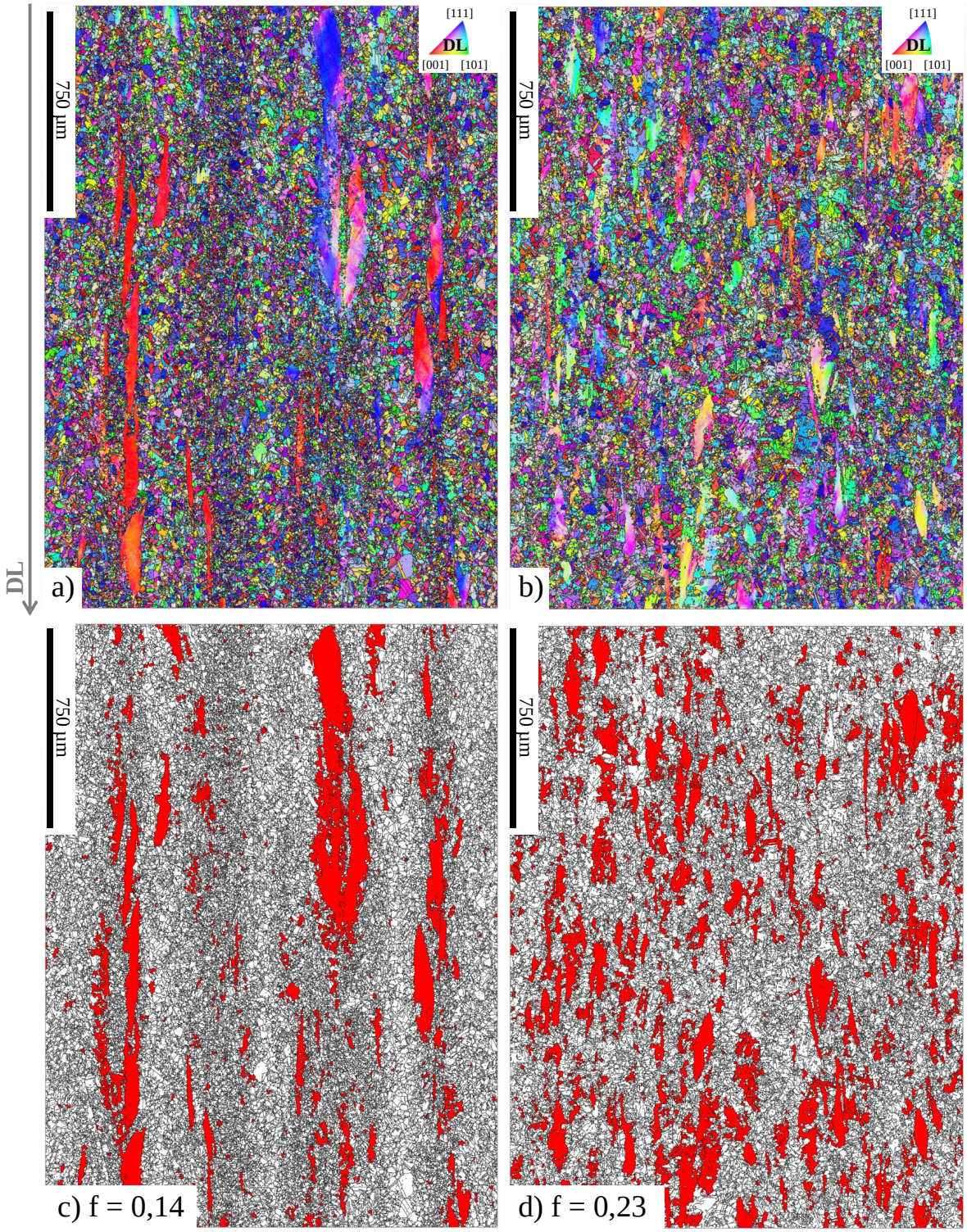



**Figure 2.6** – *Distribution des microstructures locales au centre et en périphérie de la billette 12 pouces. Colonne de gauche : centre de la billette 12 pouces. Colonne de droite : périphérie de la billette 12 pouces. a) et b) Cartographie d'orientation EBSD, les joints de grains sont représentés en noir. c) et d) Les grains colorés en rouge sur les cartographies correspondent majoritairement à des grains restaurés*[1]*, f correspond à la fraction surfacique des grains colorés.*

1. Le seuil sur GAM utilisé ne permet pas de départager les grains restaurés des grains sous-structurés. Néanmoins, les observations ont montré que les grains restaurés sont majoritaires dans la billette 12 pouces.

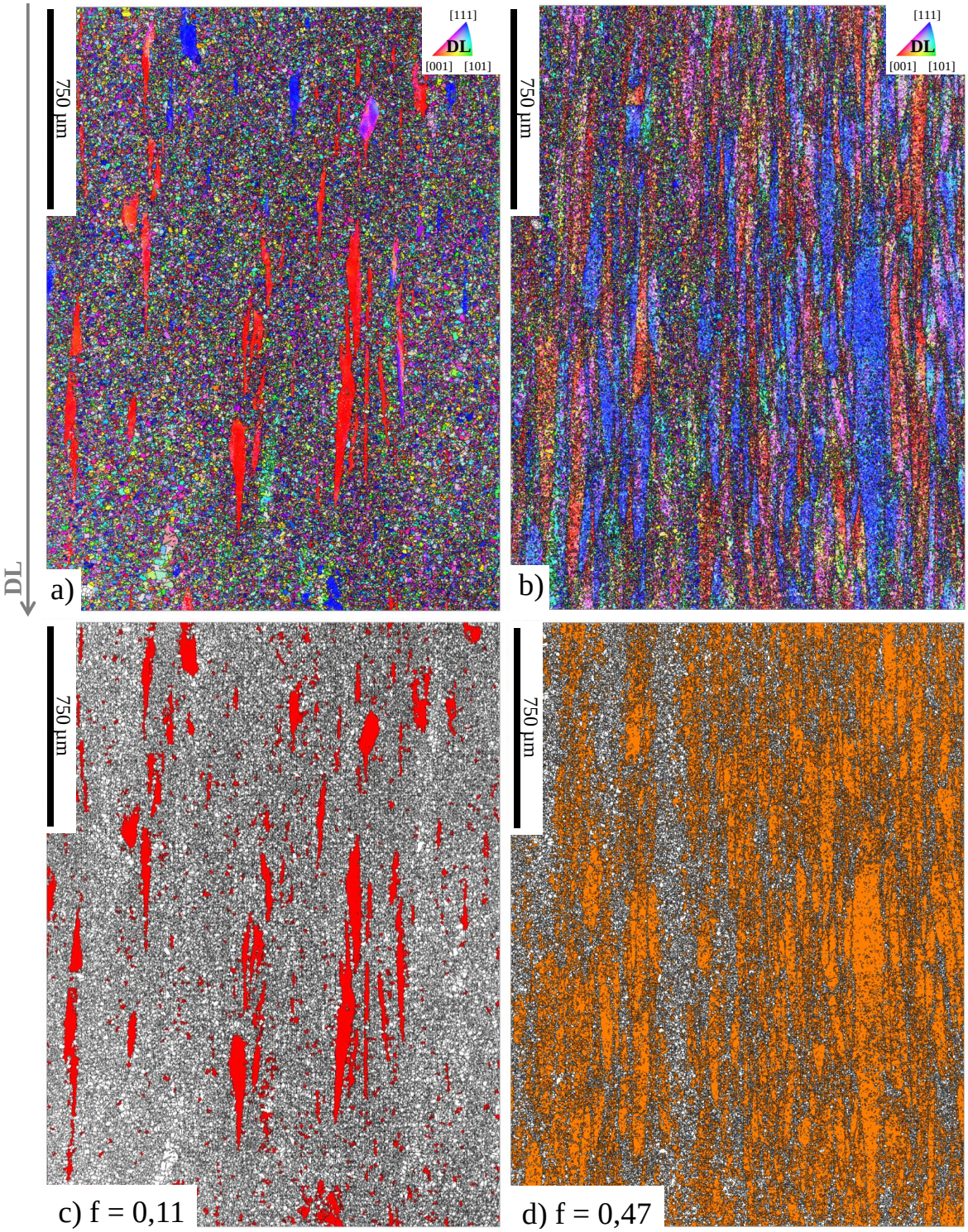



**Figure 2.7** – *Distribution des microstructures locales au centre et en périphérie de la billette 8 pouces. Colonne de gauche : centre de la billette 8 pouces. Colonnes de droite : périphérie de la billette 8 pouces. a) et b) Cartographie d'orientation EBSD, les joints de grains sont représentés en noir. c) Les grains colorés en rouge sur la cartographie correspondent majoritairement à des grains restaurés. d) Les grains colorés en orange sur la cartographie correspondent majoritairement à des grains sous-structurés. f correspond à la fraction surfacique des grains colorés.*

L'analyse de la précipitation a une échelle plus fine met en évidence trois populations de précipités dans chaque microstructure locale (Figure 2.8). En effet, en plus des précipités cohérents à semi-cohérents évoqués jusqu'à maintenant (population 1), les grains restaurés et

sous-structurés présentent deux populations de précipités plus fins et cohérents avec la matrice (population 2 et 3). Les populations 2 et 3 des grains restaurés et sous-structurés sont donc les pendants des précipités secondaires et tertiaires des grains équiaxes. Les précipités cohérents à semi-cohérents (population 1) sont quant à eux les pendants des précipités primaires des zones équiaxes.

Des distributions trimodales de précipités $\gamma\prime$ sont typiquement obtenues lorsqu'un alliage est refroidi lentement depuis une température supersolvus [14, 53]. La précipitation issue des étapes de transformation supersolvus du lingot a forcément évolué pendant les étapes de transformation subsolvus ultérieures. Néanmoins, les distributions trimodales et la grande taille des précipités des populations 1 suggèrent que les précipités des populations 1 des grains restaurés et des grains sous-structurés sont les premiers précipités à être apparu dans les grains correspondants lors du refroidissement suivant un traitement supersolvus. C'est pourquoi ils pourraient être qualifiés de précipités primaires et même de "petits primaires" étant donné qu'ils sont plus petits que les précipités primaires des zones équiaxes. Cependant, les précipités de population 1 des grains restaurés ont des caractéristiques en commun avec les précipités secondaires des grains équiaxes puisqu'ils sont également intragranulaires et d'orientation très proche de celle de la matrice autour. De ce fait, les précipités de population 1 des grains restaurés ont des propriétés plus proches de celles des précipités secondaires des zones équiaxes que de celles des précipités primaires des zones équiaxes : comme les précipités secondaires des zones équiaxes ils contribuent au durcissement du grain et non au contrôle de la taille de grains comme c'est le cas des précipités primaires. Les précipités de population 1 des grains restaurés pourraient donc être aussi appelés "gros secondaires". Ainsi, à l'heure actuelle il n'y a pas de consensus concernant le nom à attribuer aux précipités de population 1 des grains restaurés. Dans cette étude, il a été choisi de nommer les précipités des grains restaurés et des grains sous-structurés en fonction de leur taille. Par ordre décroissant de taille il a donc été défini : la population 1, la population 2 et la population 3 (Figure 2.8).

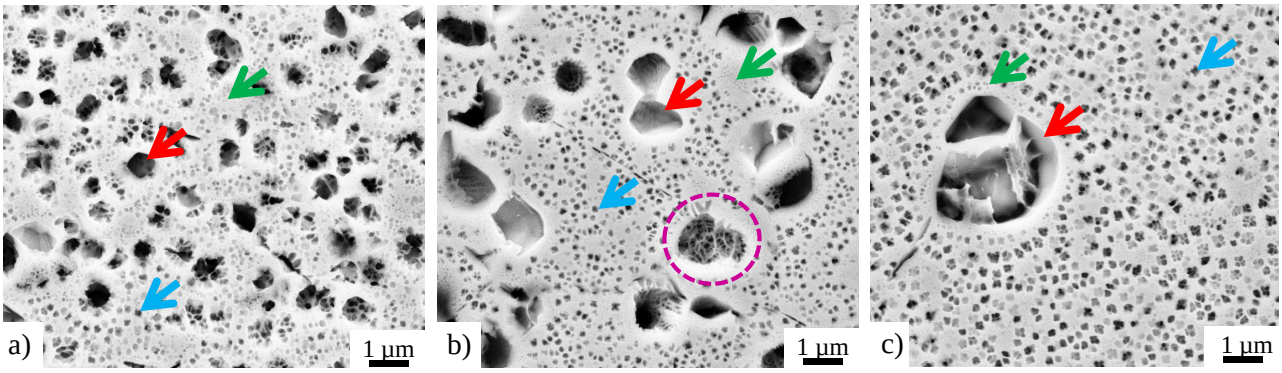



**Figure 2.8** – *Les trois populations de précipités des microstructures locales. Billette 8 pouces, images SE après attaque à l'eau Régale. a) Grain restauré (centre billette). b) Grain sous-structuré (périphérie billette). c) Grain équiaxe (centre billette). Les flèches mettent en évidence les différentes populations de précipités. Par ordre de taille décroissante il a été défini : la population 1 (flèches rouges), la population 2 (flèches bleues) et la population 3 (flèches vertes). Le cercle en pointillés roses met en évidence un emplacement de précipité où les dislocations interfaciales (indices de semi-cohérence) sont bien visibles.*

### 2.1.2 Hétérogénéité de microstructure et hétérogénéité de composition chimique

Au centre la billette 8 pouces, la taille des grains équiaxes apparaît assez homogène (Figure 2.9/c). En revanche, les cartographies EBSD réalisées au centre de la billette 12 pouces montrent des hétérogénéités de taille de grains équiaxes : des bandes de petits grains et gros grains alternent parallèlement à l'axe longitudinal de la billette (Figure 2.9/a). Les bandes de petits grains sont espacées d'environ 400 microns. De plus, les grains restaurés se révèlent être préférentiellement situés dans ces bandes de petits grains (Figure 2.6). Une acquisition EDS réalisée à faible grossissement au centre de la billette 12 pouces permet de constater de légères différences de composition chimique entre les bandes de petits grains et les bandes de gros grains (Figure 2.9/b). Néanmoins, la quantification de ces différences de composition chimique est ici limitée par la précision de la technique EDS (la précision est typiquement de l'ordre de 0,5% à 1% en composition relative selon les éléments chimiques). De ce fait, seules des tendances peuvent être dégagées (Tableau 2.1) : alors que les bandes de petits grains sont enrichies en nickel et en titane, les bandes de gros grains sont enrichies en chrome. De telles micro-ségrégations sont typiques des zones interdendritiques et dendritiques. En effet, les zones dendritiques sont plus riches en chrome et en cobalt tandis que les zones interdendritiques sont plus riches en nickel, en aluminium et en titane [54]. De plus, l'espacement de plusieurs centaines de microns des bandes de petits grains est également cohérent avec un espacement de zones interdendritiques. De ce fait, il peut être déduit que les bandes de petits grains correspondent à d'anciennes zones interdendritiques du lingot et que les bandes de gros grains correspondent aux anciennes zones dendritiques.

| | Ni | Cr | Co | Al | Ti | Fe | Mo | W | Nb |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Gros grains | 53,8 | 18,9 | 8,6 | 6,5 | 4,6 | 4,5 | 1,9 | 0,6 | 0,6 |
| Petits grains | 54,3 | 18,3 | 8,4 | 6,6 | 5,0 | 4,4 | 1,9 | 0,6 | 0,5 |
| Écart | -0,5 | +0,6 | +0,2 | -0,1 | -0,4 | +0,1 | 0 | 0 | +0,1 |

***Tableau 2.1*** *– Compositions chimiques moyenne des bandes de gros grains et des bandes de petits grains visibles au centre de la bilette 12 pouces mesurées par EDS à 20 kV (pourcentages atomiques). Moyennes obtenues à partir de mesures effectuées sur des surfaces de plusieurs centaines de microns de large.*

Le nickel, l'aluminium et le titane sont des éléments $\gamma\prime$-gène. Ainsi, les zones interdendritiques qui sont enrichies en nickel, aluminium et titane ont une température de solvus $\gamma\prime$ un peu plus élevée que dans les zones dendritiques (Figure 2.10/b). De plus, du fait de cette teneur supérieure en éléments $\gamma\prime$-gène la fraction volumique de phase $\gamma\prime$ doit être légèrement supérieure dans les zones interdendritiques, et les précipités y sont aussi probablement distribués de façon légèrement différente. Ceci conduirait à des forces d'ancrage plus élevées dans les zones interdendritiques d'où la taille de grains plus fine observée dans ces zones. La quantification de la phase $\gamma\prime$ dans les zones dendritiques/interdendritiques n'a pas été réalisée dans le cadre de cette thèse faute de temps, d'autres points de l'étude ayant été privilégiés. La billette 8 pouces ne montre pas quant à elle de micro-ségrégations aussi prononcées que la billette 12 pouces. Mais le diamètre du lingot initial étant plus petit que celui de la billette 12 pouces, ceci est cohérent avec les résultats de la littérature. Il a en effet été montré que plus le diamètre du lingot est petit, moins les micro-ségrégations sont marquées dans la billette [7] (Figure 2.10).

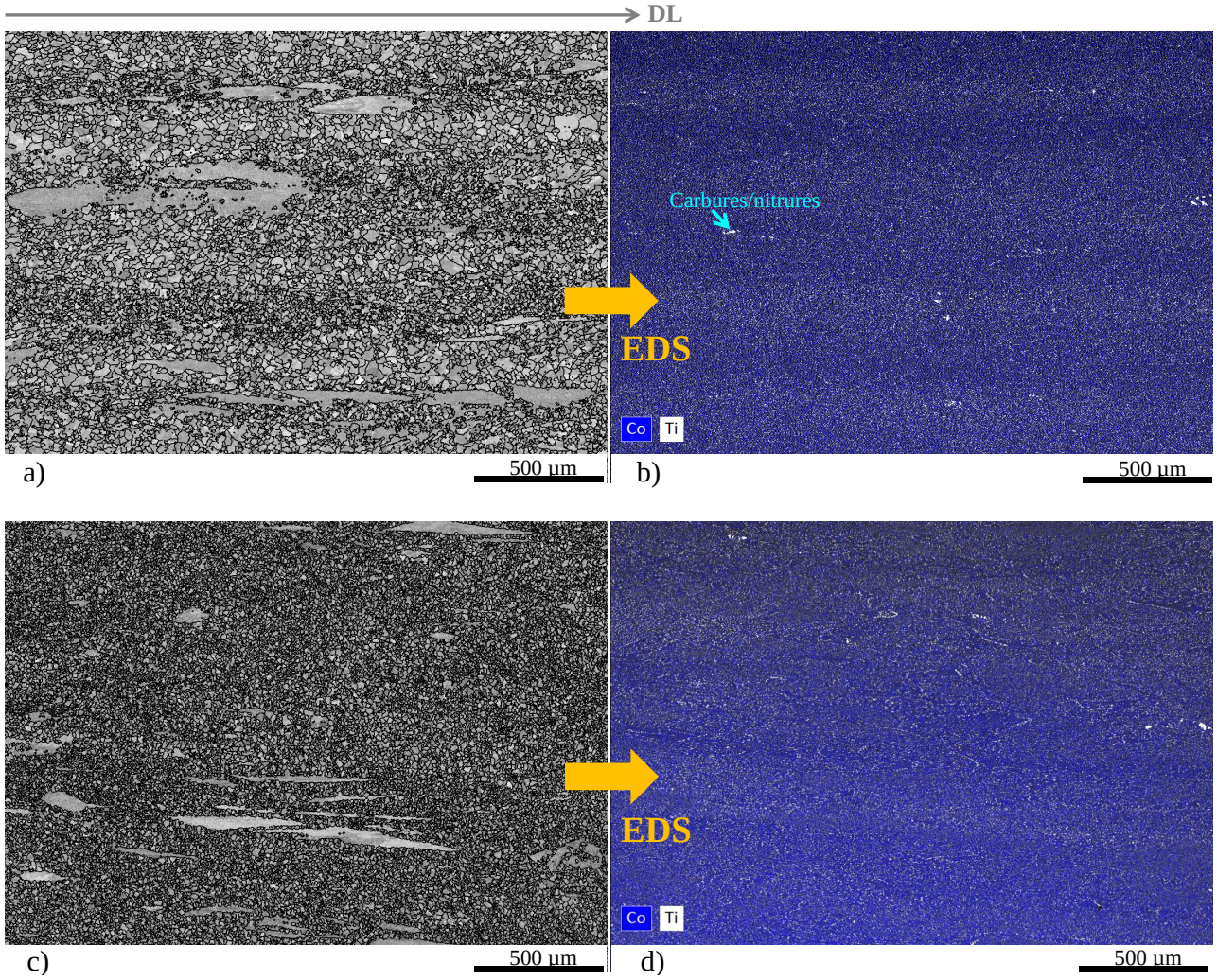



**Figure 2.9** – *Hétérogénéité de taille des grains équiaxes et ségrégation chimique associée. Cartographies de joints de grains obtenu par analyse EBSD et analyse EDS (20 kV) correspondante. a) et b) : Centre de la billette 12 pouces. Les bandes de petits grains ressortent par leur teneur plus élevée en titane. c) et d) : Centre de la billette 8 pouces.*

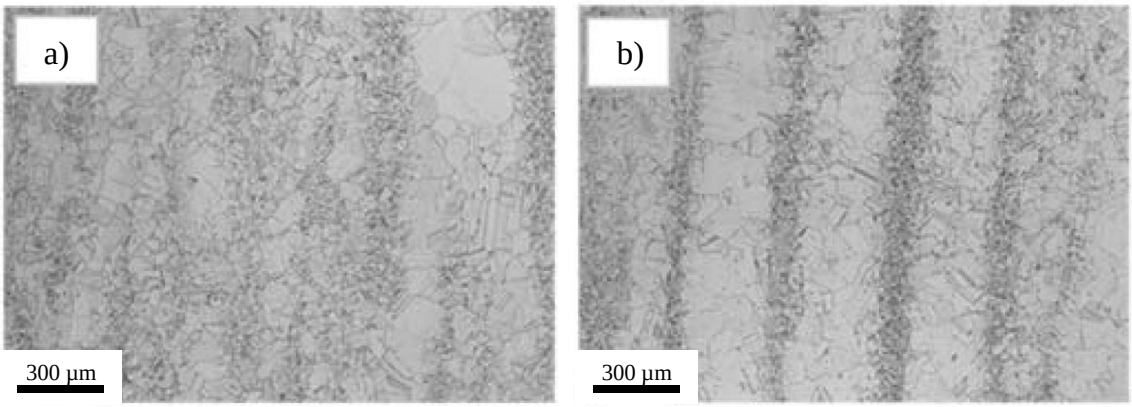



**Figure 2.10** – *Micro-ségrégations observées dans les billettes en fonction de la taille du lingot initial. Microscopie optique, billettes d'alliage AD730$^{TM}$ traités 4 heures à 1100 °C (refroidissement air). a) Billette issue d'un lingot de 508 mm de diamètre. b) Billette issue d'un lingot de 635 mm de diamètre. Les zones interdendritiques (petits grains) montrent une température de solvus $\gamma\prime$ plus élevée, surtout dans la billette issue du lingot le plus large. Figure adaptée de [7].*

## 2.2 Comparaison avec d'autres billettes de superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins

Les billettes de tous les alliages base nickel $\gamma$-$\gamma\prime$ riches en éléments d'alliages et élaborés par la voie conventionnelle "coulé-forgé" sont susceptibles de présenter des grains non recristallisés allongés parallèlement à l'axe longitudinal de la billette. L'analyse de grains non recristallisés de billettes d'alliage René65 et PER72® montre que ces grains ont les mêmes caractéristiques que celles relevées précédemment pour les grains restaurés des billettes d'alliage AD730$^{TM}$ (Figure 2.11). En effet, le même type de gros précipités intragranulaires cohérents à semi-cohérents, la même texture de fibre et les mêmes cellules de restauration sont constatés. Par conséquent, les évolutions des grains restaurés qui seront analysées dans le cadre de cette étude pour l'alliage AD730$^{TM}$ pourront très vraisemblablement se généraliser aux grains restaurés de billettes d'autres superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ élaborés par la voie coulée forgée.

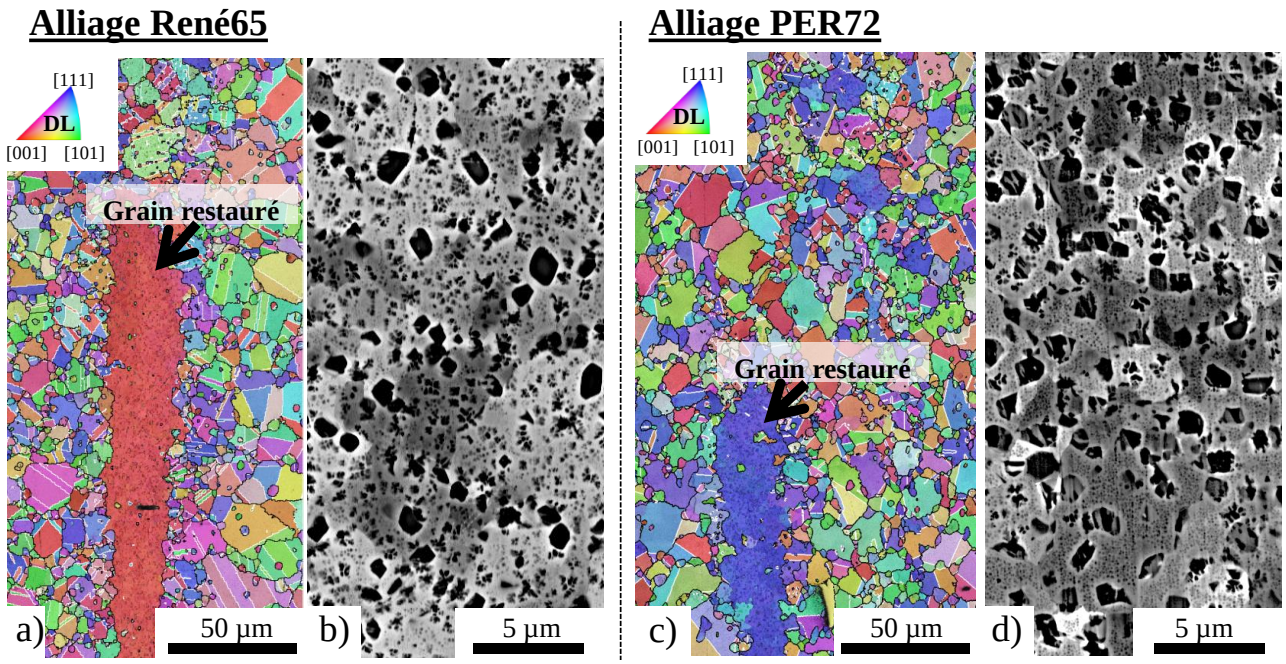



**Figure** ***2.11*** *– Grains restaurés dans une billette d'alliage René65 (diamètre 254 mm) et dans une billette d'alliage PER72 (diamètre 175 mm). a) et c) : Cartographies d'orientation EBSD, les joints de grains sont représentés en noir et les joints de macles sont représentés en blanc (tolérance : 8,66 ° ). Les flèches noires mettent en évidence des grains restaurés. b) et d) : Images BSE acquises à l'intérieur des grains restaurés.*

## 2.3 Conclusion

Trois types de microstructures locales ont été identifiées dans les billettes d'alliage AD730$^{TM}$ : les grains équiaxes, les grains restaurés et les grains sous-structurés. L'étude de leurs caractéristiques permet de formuler des hypothèses quant à leurs origines et leurs mécanismes de formation.

Les grains restaurés correspondent aux longs grains non recristallisés classiquement observés dans les billettes d'alliages $\gamma$-$\gamma\prime$ fortement alliés et élaborés par la voie conventionnelle "coulé-forgé". Pouvant mesurer plusieurs centaines de microns de long, ces grains se caractérisent par une précipitation intragranulaire trimodale et une texture de fibre (<111> ou <100> aligné

avec l'axe longitudinal de la billette). Les plus gros précipités de la distribution trimodale mesurent plus de 500 nanomètres de diamètre équivalent et les analyses EBSD révèlent qu'ils sont au minimum semi-cohérents avec la matrice autour. Une telle taille de précipités associée à une distribution trimodale suggère que les plus gros précipités des grains restaurés se sont formés pendant un refroidissement depuis une température supersolvus. De plus, la texture de fibre permet de dire qu'avant précipitation les grains avaient subi un fort étirement, dû par exemple à des opérations de filage. Ainsi, il peut être supposé que, lors du refroidissement d'une opération d'étirement supersolvus du lingot, de gros précipités cohérents se sont formés dans les grains texturés. L'application ultérieure de déformations subsolvus a pu ensuite conduire à la perte de cohérence de certains précipités qui sont alors devenus semi-cohérents. Une partie de ces grains texturés a également dû recristalliser pendant les étapes de transformation subsolvus. Néanmoins, les raisons pour lesquelles les grains restaurés sont préférentiellement localisés dans les zones interdendritiques ne sont toujours pas claires. Il pourraient être supposé que, du fait d'une température de solvus $\gamma\prime$ légèrement plus élevée dans ces zones (typiquement 10 ° C supérieure à celle des zones dendritiques), les grains restaurés aient plus de mal a recristalliser, mais ceci ne reste qu'une hypothèse.

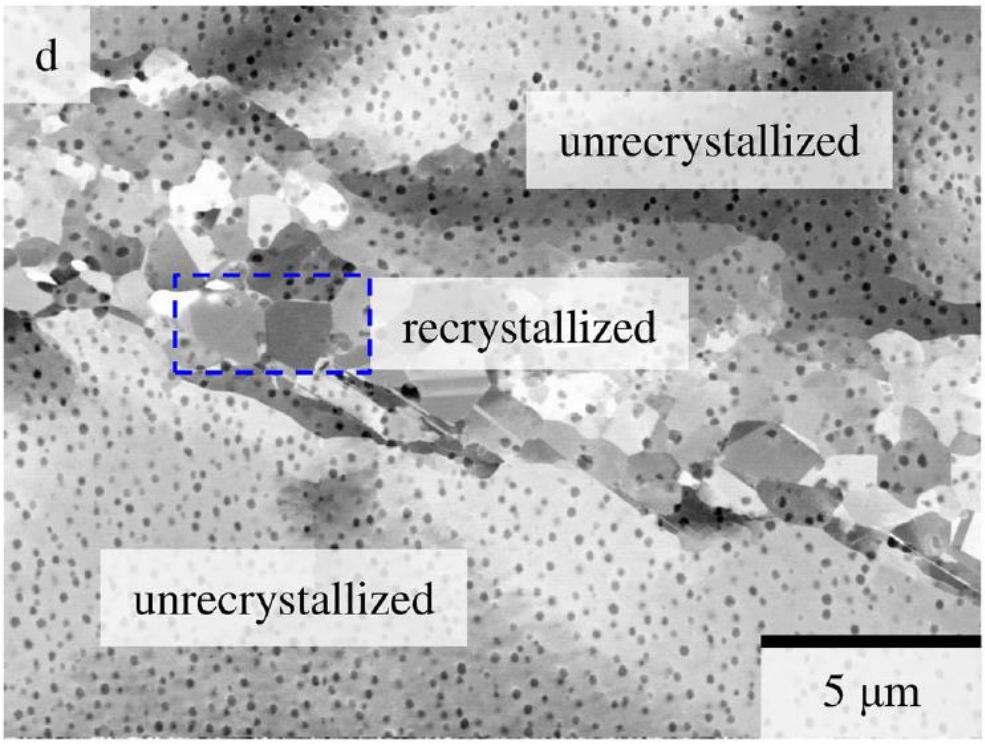



**Figure** ***2.12*** – *Recristallisation et précipitation post-dynamiques s'opérant dans l'alliage AD730$^{TM}$ pendant un refroidissement suivant une compression supersolvus. Échantillon trempé à l'eau à 1075 ° C après un refroidissement de 19,5 ° C/min depuis 1125 ° C (température de compression). "recrystallized" signale une zone de grains recristallisés post-dynamiquement. Figure tirée de [55].*

Composés d'un ensemble de cristallites de moins de 5 microns de large et désorientés entre elles de moins de 10 ° , les grains sous-structurés comportent plusieurs points communs avec les grains restaurés. Comme les grains restaurés, ils montrent une précipitation trimodale et parfois une texture de fibre (<111> ou <100> aligné avec l'axe longitudinal de la billette), comme c'est le cas en extrême périphérie de la billette 8 pouces. Les plus gros précipités de la distribution trimodale sont situés aux joints des cristallites et ont des orientations très proches

de celle de la matrice autour. Ainsi, il pourrait être imaginé que les cristallites des grains sous-structurés correspondraient à un stade avancée de recristallisation continue (Chapitre 4) des grains restaurés. Cependant, les précipités aux joints des cristallites sont significativement plus gros et plus espacés que les précipités situés aux joints des cellules des grains restaurés. C'est pourquoi il semblerait plutôt que les grains restaurés et les grains sous-structurés soient apparus simultanément dans le procédé et non l'un à la suite de l'autre. Ainsi, il pourrait être imaginé que les sous-structures et les précipités formés durant le refroidissement suivant la déformation supersolvus soient un peu différents selon l'écrouissage emmagasiné dans le grain pendant la déformation. Les grains très écrouis pourraient en effet avoir commencé à recristalliser continument pendant le refroidissement formant des cristallites d'orientation proches autour desquelles la précipitation apparaîtrait. Ceci conduirait aux grains sous-structurés. D'autre part, les grains plus légèrement écrouis pourraient avoir seulement restauré pendant le refroidissement et la précipitation apparaîtrait à l'intérieur des grains. Ceci conduirait aux grains restaurés. Ce scénario est soutenu par l'étude de Seret et al. [55] sur le couplage recristallisation-précipitation qui s'opère dans l'alliage AD730$^{TM}$ lors d'un refroidissement suivant une compression supersolvus. Sur la Figure 2.12, l'ensemble de petits grains recristallisés post-dynamiquement pendant le refroidissement (zone "recrystallized") ressemble à un grain sous-structuré au sens où les grains sont très petits (moins de 5 microns de large) et où des précipités sont visibles aux joints de ces petits grains. D'autre part, les grains non recristallisés de la Figure 2.12 (zones "unrecrystallized") ressemblent aux grains restaurés avec leurs nombreux précipités intragranulaires.

# Deuxième partie

# Évolutions de microstructure pendant/suivant la déformation

# Chapitre 3

# Plan d'expériences

## 3.1 Essais thermomécaniques

### 3.1.1 Prélèvement des échantillons et paramètres expérimentaux

A partir de la caractérisation des billettes à l'état reçu, le centre de la billette 12 pouces (C12) et le centre de la billette 8 pouces (C8) ont été retenus pour réaliser des essais thermomécaniques (Figure 3.1/a-b). Car, si les deux microstructures présentent principalement des grains restaurés et des grains équiaxes (les grains sous-structurés étant beaucoup plus rares), les tailles caractéristiques des grains sont bien différentes entre les deux microstructures puisque la microstructure C12 est beaucoup plus grossière que la microstructure C8.

Des pions de compression de deux géométries différentes ont été prélevés dans les microstructures C12 et C8 : des pions droits et des pions biconiques grandes déformations (Figure 3.1/c-d). Les cotes des deux géométries sont présentées Figure 3.2. Au cours de la compression, la hauteur des pions droits est réduite de 50%. Les pions droits sont principalement utilisés pour étudier la rhéologie de l'alliage. Les pions biconiques grandes déformations sont écrasés jusqu'à leur méplat périphérique. Ils sont utilisés pour établir des cinétiques de recristallisation car, une fois écrasés, ils présentent un fort gradient de déformation radial ce qui permet d'étudier les évolutions de microstructure à différents niveaux de déformation à partir de seulement un essai de compression (ce point sera illustré Section 3.2). Par ailleurs, les pions peuvent être prélevés selon deux directions différentes par rapport à l'axe de la billette (Figure 3.1/c-d). Les échantillons axiaux seront écrasés parallèlement à l'axe longitudinal de la billette (ce qui correspond à la direction de déformation appliquée lors du forgeage/matriçage de la billette). Les échantillons transverses seront écrasés perpendiculairement à l'axe longitudinal de la billette (ce qui correspond à la direction de déformation appliquée lors de la conversion du lingot). Dans le cas des pions droits les deux types d'échantillons ont été prélevés ; pour les pions biconiques seuls des échantillons axiaux ont été prélevés.

Les essais de compression ont été réalisés avec une machine MTS Landmark® 250 kN sur laquelle ont été montés des outils de compression conçus et fabriqués au laboratoire. Ces outils sont fabriqués à partir d'acier réfractaire, de superalliage et de céramique, ce qui leur permet de résister à des températures élevées. Deux jeux d'outils, de petit diamètre (40 mm) et de grand diamètre (80 mm) ont été utilisés. Afin de réaliser une compression isotherme, les outils sont entourés d'un four tubulaire LGTEC avec une électronique également conçue au laboratoire. Ce four peut monter jusqu'à 1200 °C. Instrumenter un pion de compression avec un thermocouple est très délicat à réaliser du fait de la compression qui lui est appliquée. Ce sont donc les outils de compression qui ont chacun été instrumentés avec un thermocouple. Il a

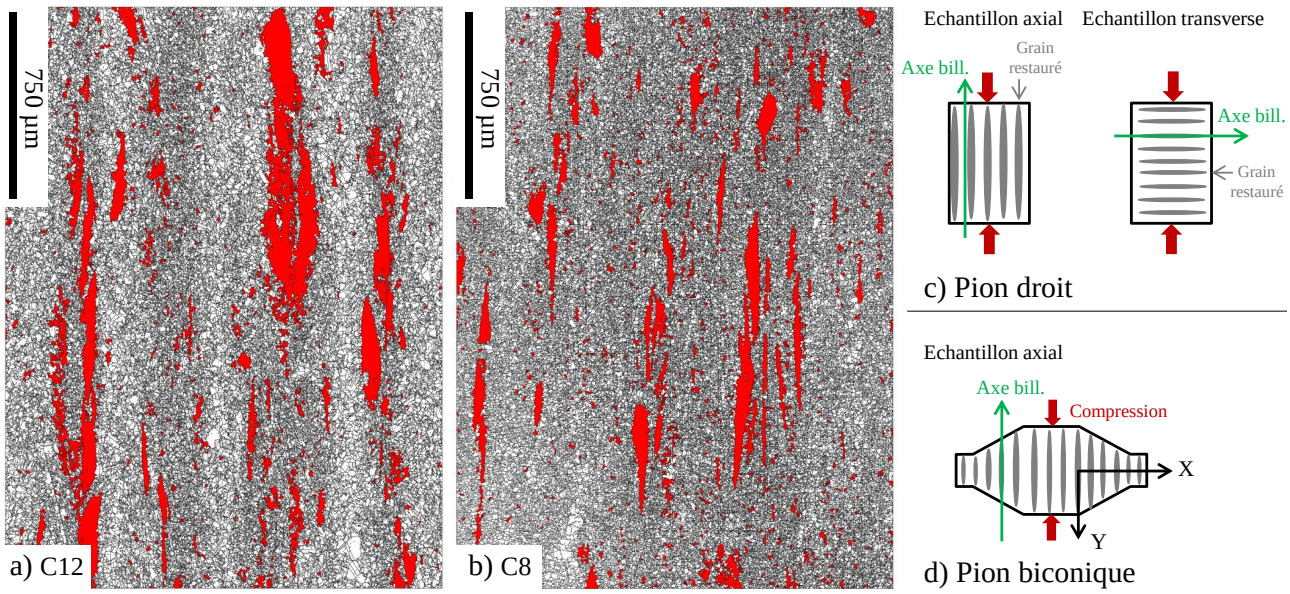



**Figure** ***3.1*** – *Échantillons utilisés pour les essais thermomécaniques. a) et b) Microstructures représentatives du centre des billettes 12 et 8 pouces. Les grains colorés en rouge correspondent majoritairement à des grains restaurés (i.e. quelques grains sous-structurés peuvent être inclus). c) et d) Géométries des pions de compression et directions de compression appliquées pour chaque géométrie.*

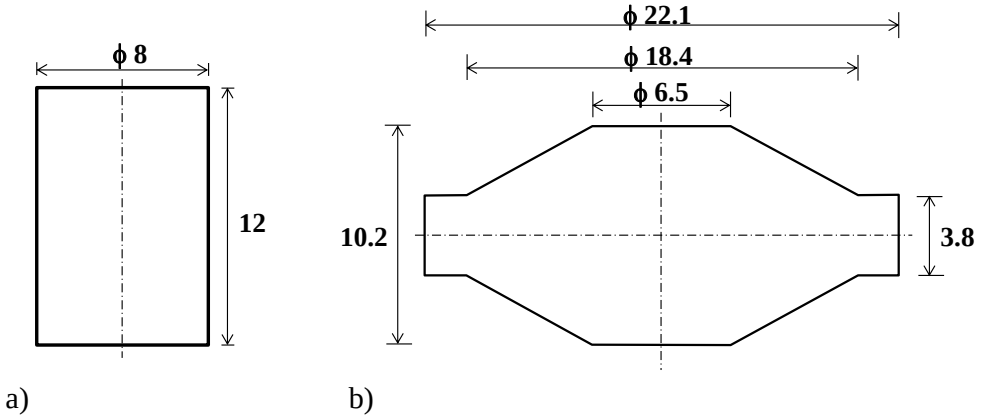



**Figure** ***3.2*** – *Cotes des pions de compression. a) Pion droit. b) Pion biconique grandes déformations.*

pu être démontré, dans le cadre d'une autre étude (A. Nicolaÿ, thèse OPALE, 2016-2019), que la température du pion atteint la température de l'outil du bas sur lequel il est posé au bout de quelques minutes seulement (3 à 5 minutes). Il a aussi été vérifié, dans le cadre de cette étude cette fois, qu'après l'ouverture et la fermeture du four nécessaires à la mise en place du pion, la montée en température du pion se fait dans les 5 à 10 minutes selon la durée d'ouverture du four (pour un essai à 1070 ° C). Un gradient de température peut exister entre l'outil du haut et l'outil du bas. Les essais de compression ont été réalisés pour un gradient inférieur ou égal à 10 ° C. Le temps de chauffe cible (défini depuis la fermeture du four jusqu'au début de l'essai de compression) a été fixé à 25 minutes. En pratique quelques minutes supplémentaires peuvent être ajoutées le temps que le gradient entre les outils diminue ou le temps que la température de l'outil du bas se stabilise à la valeur de consigne. La compression est isotherme. Une fois la compression terminée, deux types de refroidissement ont été réalisés. La trempe à l'eau permet de figer la microstructure et ainsi d'observer les évolutions dynamiques de microstructure.

Cette trempe est réalisée le plus rapidement possible (en moins de 10 secondes). Pour étudier les évolutions post-dynamiques de microstructure, un refroidissement beaucoup plus lent est réalisé en injectant de l'azote sous pression dans le four tubulaire. Une courbe de refroidissement typique de la méthode est représentée Figure 3.3 : l'outil du bas sur lequel est posé le pion lors du refroidissement se refroidit à environ 20 ˚ C/min. Cette vitesse de refroidissement est représentative de la vitesse de refroidissement que verrait la matière située au centre d'une pièce industrielle massive pendant un refroidissement à l'air.

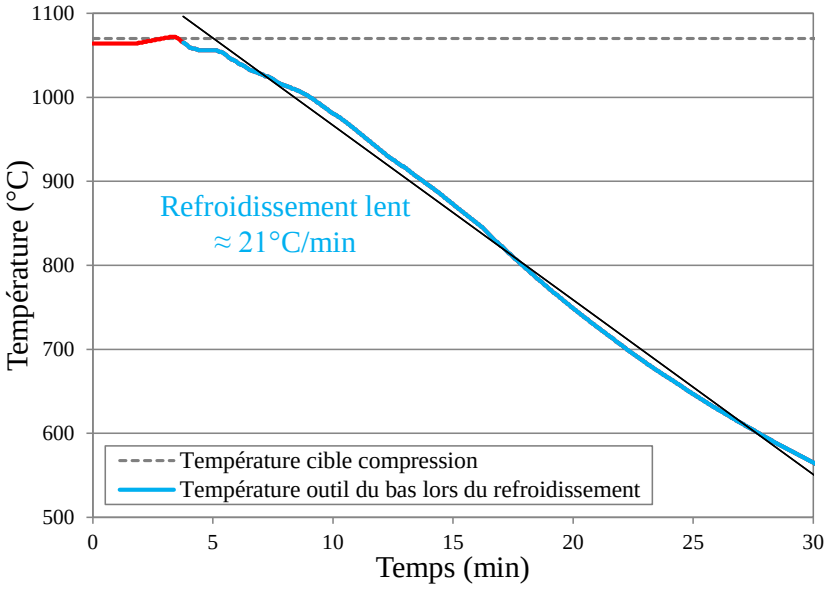



**Figure** ***3.3*** *– Refroidissement réalisé pour l'étude des évolutions post-dynamiques de microstructure. L'outil du bas sur lequel est posé le pion lors du refroidissement se refroidit à environ 20 ˚ C/min.*

Sur la machine de compression seul l'outil du bas se déplace pendant la compression (Figure 3.4/a). L'idée initiale est de paramétrer la vitesse de l'outil $V_{outil}$ de façon à avoir une vitesse de déformation macroscopique $\dot{\epsilon}_{macro}$ constante. Or, dans le cas d'une déformation unidirectionnelle, la déformation macroscopique $\epsilon_{macro}$ est définie par :

$$d\epsilon_{macro} = \frac{dh}{h} \tag{3.1}$$

où $h$ est la hauteur du pion. En dérivant par rapport au temps il est obtenu :

$$\dot{\epsilon}_{macro} = \frac{d\epsilon_{macro}(t)}{dt} = \frac{dh(t)}{dt}.\frac{1}{h(t)} \tag{3.2}$$

Si $\dot{\epsilon}_{macro}$ est prise constante alors l'équation 3.2 est une équation différentielle linéaire du premier ordre en la fonction *h(t)*. La résolution de cette équation permet d'obtenir ($\dot{\epsilon}_{macro} < 0$) :

$$V_{outil}(t) = -\frac{dh(t)}{dt} = -h_0.\dot{\epsilon}_{macro}.\exp(\dot{\epsilon}_{macro}.t) \tag{3.3}$$

Cependant, le logiciel de commande de la machine ne permettait pas d'entrer une fonction aussi complexe pour le déplacement de l'outil. Cette fonction exponentielle a alors dû être approximée par une fonction constante par morceaux comme montré dans l'exemple Figure 3.4/b. Pour éviter que les changements de vitesse ne soient pas trop brusques et affectent la réponse

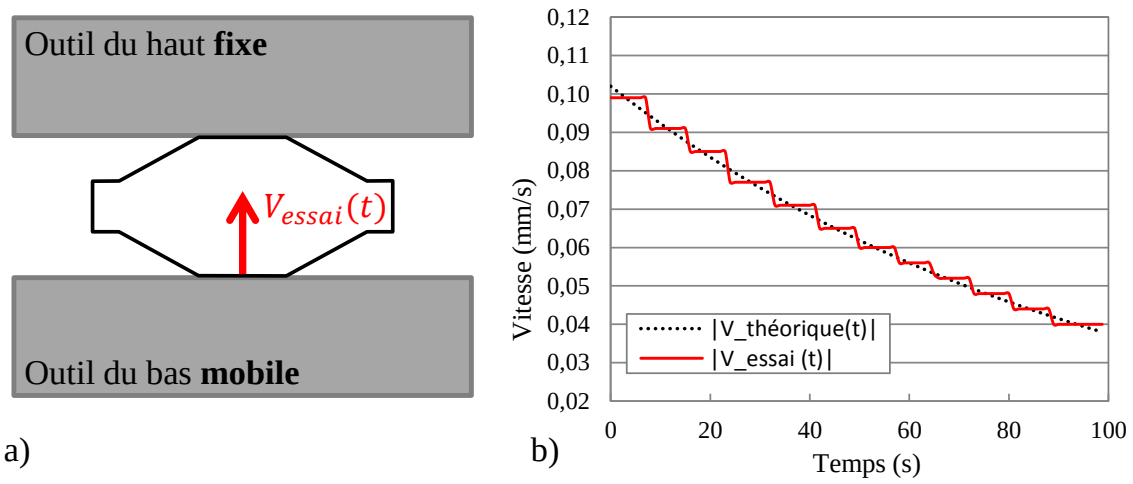



**Figure** *3.4* – *Paramétrage de la machine de compression. a) Configuration des outils de la machine. b) Vitesse constante par morceaux définie pour l'outil du bas afin d'approcher la vitesse théorique qui donne une déformation macroscopique constante.*

du matériau, les paliers de vitesse ont été choisis de façon à ce que l'écart relatif entre deux vitesses successives soit inférieur à 10%.

Dans certains cas les échantillons ont subi des traitements thermiques avant compression. Ces traitements thermiques ont été réalisés dans un four Carbolite - RWF 12/23 pouvant aller jusqu'à 1200 °C. Ce même four a été utilisé pour réaliser le traitement de mise en solution réalisé après la déformation. Ce four permet de réaliser des rampes de refroidissement en fin de traitement thermique (Figure 3.5).

### 3.1.2 Compression subsolvus en une passe

Dans l'industrie, l'ébauche de la pièce finale est souvent obtenue en appliquant plusieurs passes de déformation à la billette (en général à 2 ou 4 passes). Ceci implique des refroidissements et des chauffes intermédiaires. Cependant, dans un premier temps pour cette étude, la compression des échantillons a été faite en une passe afin de bien décorréler les évolutions dynamiques des évolutions statiques et post-dynamiques de microstucture. L'objectif est également de bien comprendre l'impact de l'état initial et des conditions de déformation sur ces évolutions. En tout, six conditions d'essais avec des compressions en une passe ont été réalisées, elles sont présentées Figure 3.5. Pour toutes les conditions, la vitesse de déformation macroscopique $|\dot{\epsilon}_{macro}|$ a été conservée à $10^{-2}s^{-1}$. Cette vitesse de déformation est en effet représentative d'un forgeage industriel en presse hydraulique. De plus, deux températures de déformation , toutes deux sous la température de solvus de la phase $\gamma\prime$ ont été testées : 1070 °C et 1090 °C. Ceci conduit à deux conditions de déformation différentes : 1070 °C/$10^{-2}s^{-1}$ et 1090 °C/$10^{-2}s^{-1}$. Les conditions d'essais qui appliquent simplement ces conditions de déformation sont appelées *Def-1070* (Figure 3.5/a) et *Def-1090* (Figure 3.5/c). La condition de déformation 1070 °C / $10^{-2}s^{-1}$ a aussi été appliquée à des états initiaux différents générés par différents traitements thermiques (tous sous le solvus de la phase $\gamma\prime$) : 1 et 2 heures à 1070 °C suivi d'une trempe à l'eau (*TTh-1070-X/Def-1070*, Figure 3.5/d), 2 heures à 1070 °C suivi d'un refroidissement à 5 °C/min (*TTh-1070-2h-Ref_5 °/Def-1070*, Figure 3.5/e), et 8 heures à 1090 °C suivi d'une trempe à l'eau (*TTh-1090-8h/Def-1070*, Figure 3.5/f). L'objectif des traitements thermiques à 1070 °C étaient d'observer l'effet d'une chauffe plus longue sur les évolutions de microstructure. En effet, une chauffe industrielle peut durer quelques heures au cours desquelles la microstructure est susceptible d'évoluer statiquement ce qui peut également avoir des conséquences sur

les évolutions dynamiques. Pour le traitement de 8 heures à 1090 ° C, l'objectif était de diminuer l'ampleur des hétérogénéités de microstructure avant déformation par un traitement long à plus haute température. Ces traitements thermiques n'ont pas été réalisés dans le four de la machine de compression mais dans le four Carbolite - RWF 12/23 car, longs de plusieurs heures, ils risquaient de faire vieillir de façon prématurée le montage de la machine de compression. Enfin, les évolutions post-dynamiques de microstructure ont été étudiées à l'issue d'un refroidissement à 20 ° C/min après la compression à 1070 ° , cette condition d'essai est appelée condition *Def-1070-Ref_20 °* (Figure 3.5/b).

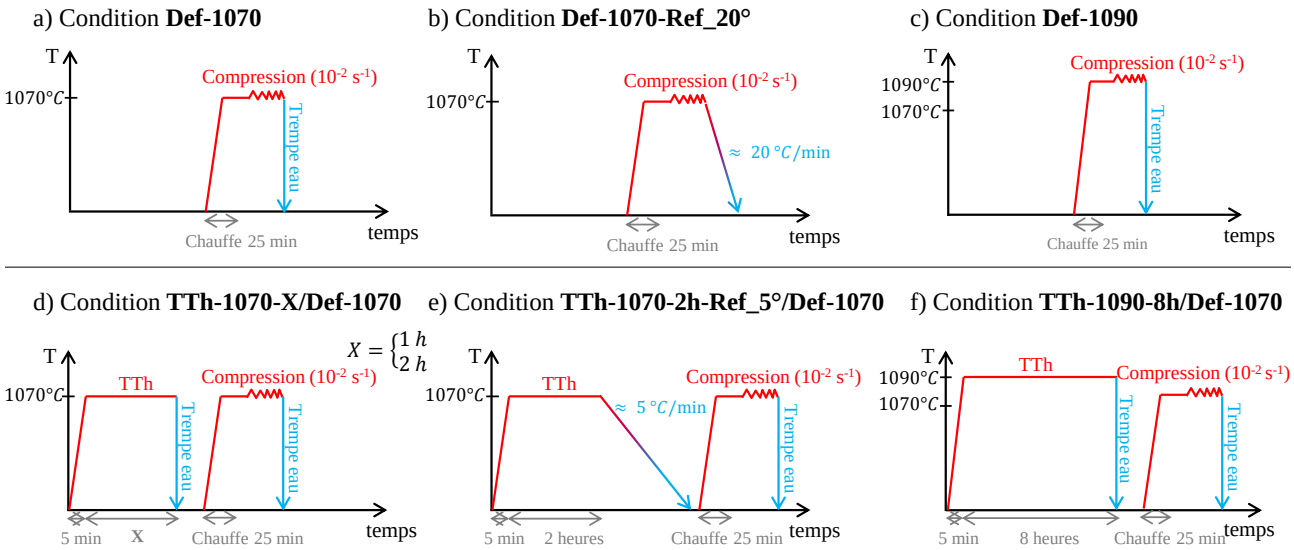



**Figure *3.5*** – *Conditions d'essais thermomécaniques appliquées pour la compression subsolvus en une passe.*

### 3.1.3 Compression subsolvus double-passe

Écraser les pions en deux passes permet de se rapprocher davantage des conditions de mise en forme industrielle et en particulier de comprendre si multiplier le nombre de passes est efficace pour réduire les hétérogénéités de microstructure. Les trois conditions testées pour la compression double-passe sont présentées Figure 3.6. Pour chacune des trois conditions d'essais la condition de déformation est 1070 ° C/$10^{-2}s^{-1}$. Afin d'être plus représentatif d'une passe de forgeage industriel, la première passe est toujours suivie d'un refroidissement à 20 ° C/min. Ensuite, pour la deuxième passe, plusieurs configurations ont été étudiées. Dans la première configuration, le pion est directement rechauffé dans le four de compression mais avec une chauffe un peu plus longue (35 minutes) pour laisser davantage de temps à la recristallisation de se produire (*Def-1070-Ref_20 °/35min-Def-1070*, Figure 3.6/a)). Dans la deuxième et la troisième configuration, le pion subit un traitement thermique intermédiaire de deux heures à 1070 ° C dans le four Carbolite. Ce traitement thermique intermédiaire est suivi d'une trempe à l'eau (*Def-1070-Ref_20 °/TTh-1070-2h/Def-1070*, Figure 3.6/b) ou d'un refroidissement à 5 ° C/min (*Def-1070-Ref_20 °/TTh-1070-2h-Ref_5 °/Def-1070*, Figure 3.6/c). L'objectif du traitement thermique de deux heures est encore une fois d'être plus représentatif des temps de chauffe industrielle et donc de la recristallisation qui s'opère pendant ces chauffes intermédiaires.

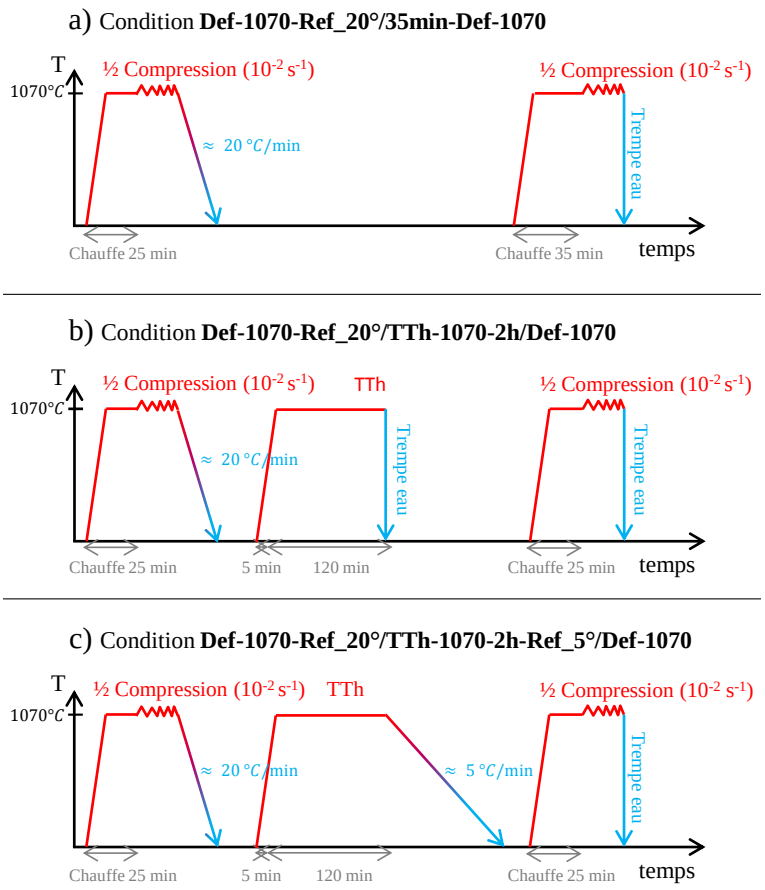



**Figure** ***3.6*** – *Conditions d'essais thermomécaniques appliquées pour la compression subsolvus double-passe.*

## 3.2 Modélisation FORGE®

Pour connaître les niveaux de déformation réels vus par la microstructure, les essais de compression ont été modélisés avec le logiciel FORGE®. Pour décrire le comportement rhéologique de l'alliage, une loi de comportement visco-plastique a été choisie. Ce type de loi de comportement est en général utilisée pour la modélisation de la mise en forme d'un métal à chaud, car dans ce cas les niveaux de déformation sont tels que la composante élastique est négligeable [56]. De plus, une loi de comportement visco-plastique permet de prendre en compte de la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation. La loi de comportement visco-plastique entrée dans le modèle est une loi de type Hansel et Spittel. Cette loi permet de prendre en compte les phénomènes d'écrouissage et d'adoucissement et se présente sous la forme suivante :

$$\bar{\sigma} = A.T^{m_9}.\bar{\epsilon}^{m_2}.(1+\bar{\epsilon})^{m_5.T}.\dot{\bar{\epsilon}}^{(m_3+m_8.T)}.\exp\left(m_1.T + \frac{m_4}{\bar{\epsilon}} + m_7.\bar{\epsilon}\right) \tag{3.4}$$

où $\bar{\sigma}$ est la contrainte équivalente, $\bar{\epsilon}$ est la déformation équivalente et T est la température en °C. Les coefficients de la loi ont été déterminés par la société Aubert&Duval à partir d'essais de torsion.

Les déformations calculées par la simulation dépendent de plusieurs éléments du modèle. L'élément de premier ordre est le frottement appliqué à l'interface outil-pion. Lorsque la matière subit une déformation plastique importante tel que c'est le cas lors du forgeage, la loi de frottement généralement utilisée est la loi de Tresca [57]. Dans le cas d'un critère de plasticité

de Von Mises elle s'exprime ainsi :

$$\tau = m.\frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \tag{3.5}$$

Où $\tau$ est la contrainte de cisaillement à l'interface, $m$ est le coefficient de frottement de Tresca et $\sigma_0$ la contrainte d'écoulement. $m$ est compris entre 0 et 1, et le frottement sera d'autant plus important que la valeur de $m$ est élevée.

La simulation FORGE® montre un fort gradient de déformation le long du rayon du pion biconique écrasé (Figure 3.7). Il apparaît que l'impact du coefficient de frottement sur le niveau de déformation dépend de la position radiale : le coefficient de frottement $m$ a peu d'influence sur le niveau de déformation atteint jusqu'à mi-rayon mais il influence grandement le niveau de déformation à cœur du pion (Figure 3.7/c). En effet, si le coefficient de frottement augmente de 0,1 alors le niveau de déformation à cœur augmente de 0,125.

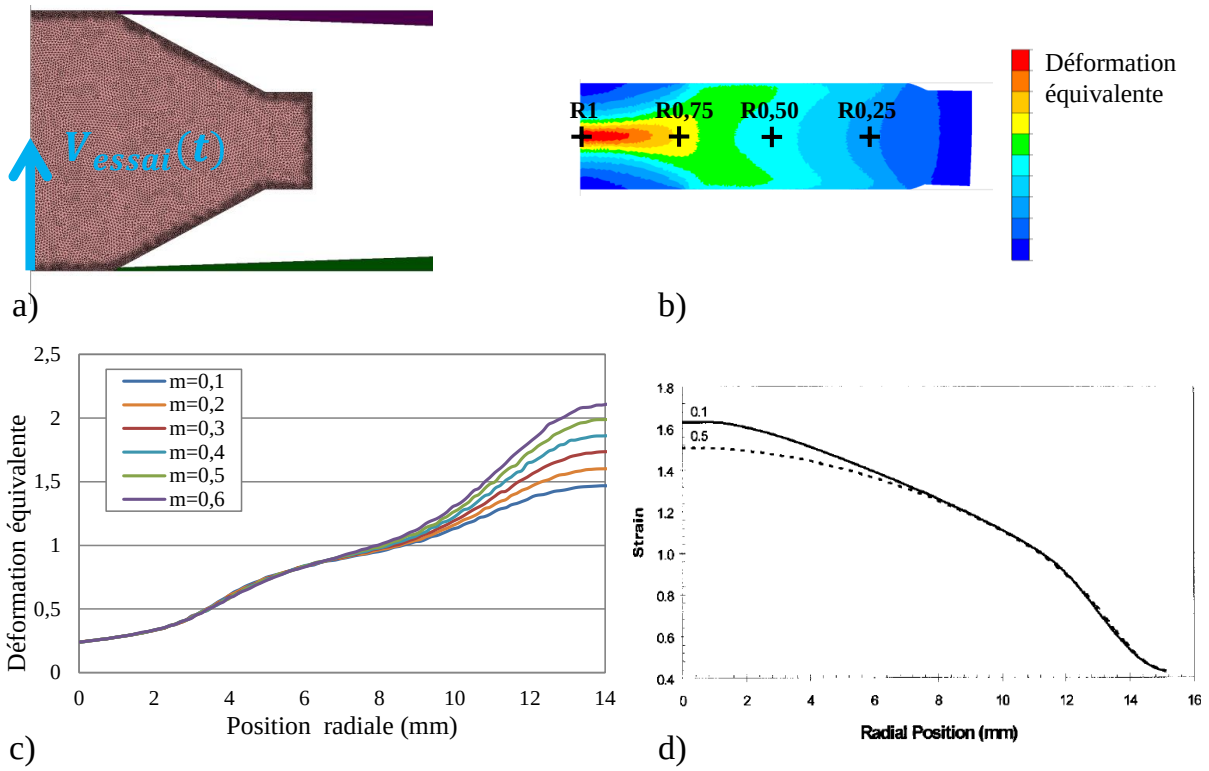



**Figure 3.7** – *Gradient de déformation dans les pions biconiques écrasés. a) Modélisation 2D-axisymétrique de la compression du pion biconique dans FORGE®. b) Cartographie de déformation équivalente FORGE® pour le pion biconique écrasé. R1/R0,75/R0,50/R0,25 correspondent aux quatre positions radiales où a été analysée la microstructure. Ces positions sont chacune espacées d'une distance égale au quart du rayon du pion biconique écrasé. c) Calculs FORGE® : Influence du coefficient de frottement de Tresca m sur la déformation équivalente. d) Figure tirée de [58] : influence du paramètre rhéologique "sensibilité à la vitesse de déformation" sur la déformation équivalente*[1].

Le coefficient de frottement $m$ dépend du lubrifiant utilisé lors de l'essai. A titre d'exemple, il est reporté dans [59] qu'à haute température un lubrifiant à base de graphite lubrifie un peu moins bien ($0{,}2<m<0{,}4$) qu'un lubrifiant à base de verre ($0{,}1<m<0{,}3$). Dans cette thèse, le lubrifiant utilisé est le nitrure de bore. Très peu de valeurs de coefficient de frottement ont été trouvées dans la littérature pour ce lubrifiant. Par ailleurs, le pouvoir lubrifiant d'un composé

1. La géométrie du pion biconique utilisée dans [58] est différente de celle utilisée dans cette thèse.

dépend de nombreux paramètres expérimentaux dont la température à laquelle il est utilisé, la vitesse de déformation (échauffement à l'interface outil-pion), la pression exercée lors de l'essai... De ce fait, il a été décidé de déterminer le coefficient de frottement expérimentalement, à partir d'essais de compression sur pions droits (Figure 3.8). En effet, pour les pions droits, il existe un lien entre le bombé du pion écrasé et le coefficient de frottement [59, 60]. Plus le pion est bombé, plus le coefficient de frottement est élevé. Le bombé du pion se quantifie par le calcul du ratio $\frac{rayon\ maximum}{rayon\ minimum}$, appelé ratio $B$ (Figure 3.8/b). Le ratio $B$ a donc été calculé pour des pions écrasés expérimentalement, puis les valeurs ont été comparées à celles données par des simulations numériques de coefficients de frottement connus. De cette confrontation expérimental/numérique, le coefficient de frottement moyen a été estimé à 0,50 (moyenne calculée sur trois essais de compression, Figure 3.8/c).

Dans une moindre mesure, d'autres éléments peuvent avoir une influence sur les niveaux de déformations calculés par la simulation. Par exemple, Jackson et al. [58] ont montré que la sensibilité à la vitesse de déformation définie dans la loi de comportement rhéologique modifie légèrement le niveau de déformation à cœur du pion (Figure 3.7/d). Dans le cas d'une loi de type Hansel et Spittel, la sensibilité à la vitesse de déformation correspond au terme $(m_3 + m_8.T)$.

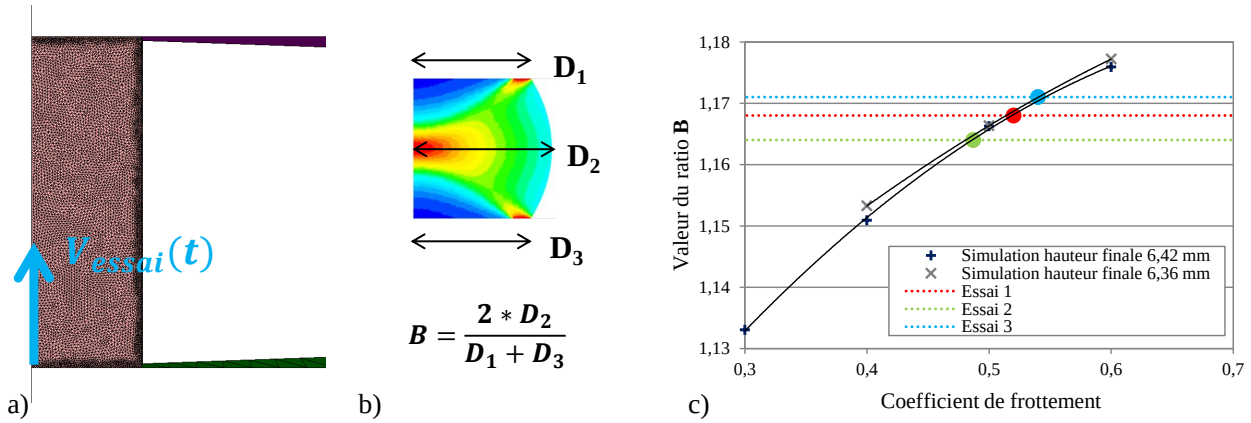



**Figure** ***3.8*** – *Détermination du coefficient de frottement via la simulation. a) Modélisation 2D-axisymétrique de la compression du pion droit dans FORGE®. b) Cartographie de déformation équivalente FORGE® pour le pion droit écrasé. Le ratio B permet de quantifier le bombé du pion. c) Valeur du ratio B en fonction du coefficient de frottement de Tresca m, données obtenues par la simulation FORGE® pour deux hauteurs finales de pion. Trois valeurs de B calculées pour des pions écrasés expérimentalement (Essai 1, 2 et 3) sont superposées aux courbes numériques et montrent que le coefficient de frottement effectif est proche de 0,5.*

Une fois les pions biconiques écrasés, la microstructure a été analysée aux quatre positions radiales : R1/R0,75/R0,50/R0,25 (Figure 3.7/b). Chacune de ces positions est espacée d'un quart du rayon du pion écrasé. Avec un frottement de 0,50 et un écrasement jusqu'aux méplats, ces quatre positions correspondent respectivement aux déformations 1,99/1,18/0,91/0,52. En pratique, la rigidité du montage (outils en acier/superalliage/céramique + attache des outils au niveau des mords) fait que la hauteur finale des pions est un peu supérieure à la hauteur finale théorique (i.e. celle définie par le déplacement de l'outil rentré en consigne). De ce fait, la simulation FORGE® a été ajustée pour que la hauteur finale du pion dans la simulation soit égale à la hauteur finale du pion mesurée expérimentalement. Ainsi, après ajustement les quatre positions R1/R0,75/R0,50/R0,25 correspondent à des déformations d'environ 1,70/1,15/0,70/0,30. En remontant les incréments de la simulation FORGE®, il est possible d'accéder aux vitesses de déformation qu'ont effectivement vues les quatre points associés aux positions finales R1/R0,75/R0,50/R0,25. Ces vitesses de déformation sont représentées Figure 3.9 en fonction de

la diminution de hauteur du pion $\Delta h$, pour un frottement de 0,50 et pour un frottement de 0,10. Pour les deux coefficients de frottement, dans la première moitié de la simulation (0< $\Delta h$ <3,2), il existe une dispersion marquée de vitesse de déformation selon la position du point le long du rayon final : la vitesse de déformation est décroissante du centre vers la périphérie du pion. Sur la deuxième moitié de l'essai (3,2< $\Delta h$ <6,4), l'écart de vitesse entre les différents points diminue (excepté pour le point R0,25) et diminue d'autant plus que le coefficient de frottement est faible. En effet, alors que pour un frottement de 0,1 les vitesses (sauf celle de R0,25) se rejoignent à $10^{-2}s^{-1}$, pour un frottement de 0,50 les vitesses (sauf celle de R0,25) se retrouvent dans la fourchette $10^{-2}s^{-1}$-$2.10^{-2}s^{-1}$ ce qui correspond néanmoins toujours à ordre de grandeur visé.

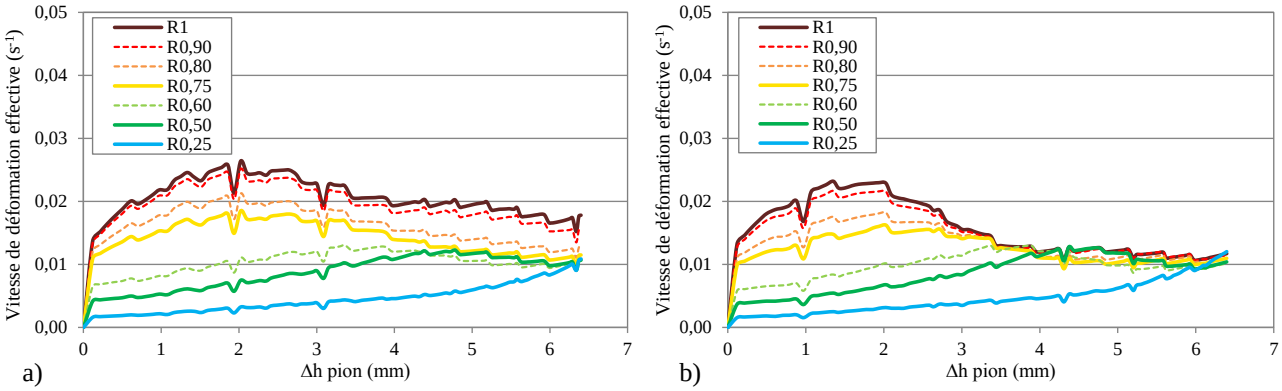



**Figure** ***3.9*** – *Vitesse de déformation effective vue au cours de la déformation par différents points définis le long du rayon du pion biconique écrasé. $\Delta h$ correspond à la diminution de hauteur du pion au cours de la déformation. Rx définit le point situé à la distance relative x du bord extérieur du pion (le centre du pion étant à la distance relative 1 du bord extérieur). a) Le coefficient de frottement vaut 0,50. b) Le coefficient de frottement vaut 0,1.*

## 3.3 Microstructures à l'issue de la chauffe pré-déformation

Différents traitements thermiques à 1070 ° C, 1090 ° C et 1100 ° C ont été réalisés pour simuler différentes chauffes pré-déformation. Comme le montre la Figure 3.10, après une heure de chauffe à 1070 ° C les hétérogénéités de microstructure mises en évidence dans le Chapitre 2 sont toujours visibles. En particulier, les grains restaurés sont toujours bien identifiables. Les paragraphes suivants s'attachent donc à décrire les évolutions s'opérant dans les grains équiaxes et les grains restaurés au cours des différents traitements thermiques [1].

1. Les grains sous-structurés étant plus rares et plus difficiles à identifier que les grains restaurés (différencier un ensemble de cristallites d'orientations cristallographiques proches d'un ensemble de très petits grains équiaxes indépendants n'est pas toujours simple sans cartographie EBSD), les évolutions de ces grains-là pendant la chauffe pré-déformation n'ont pas été analysées.

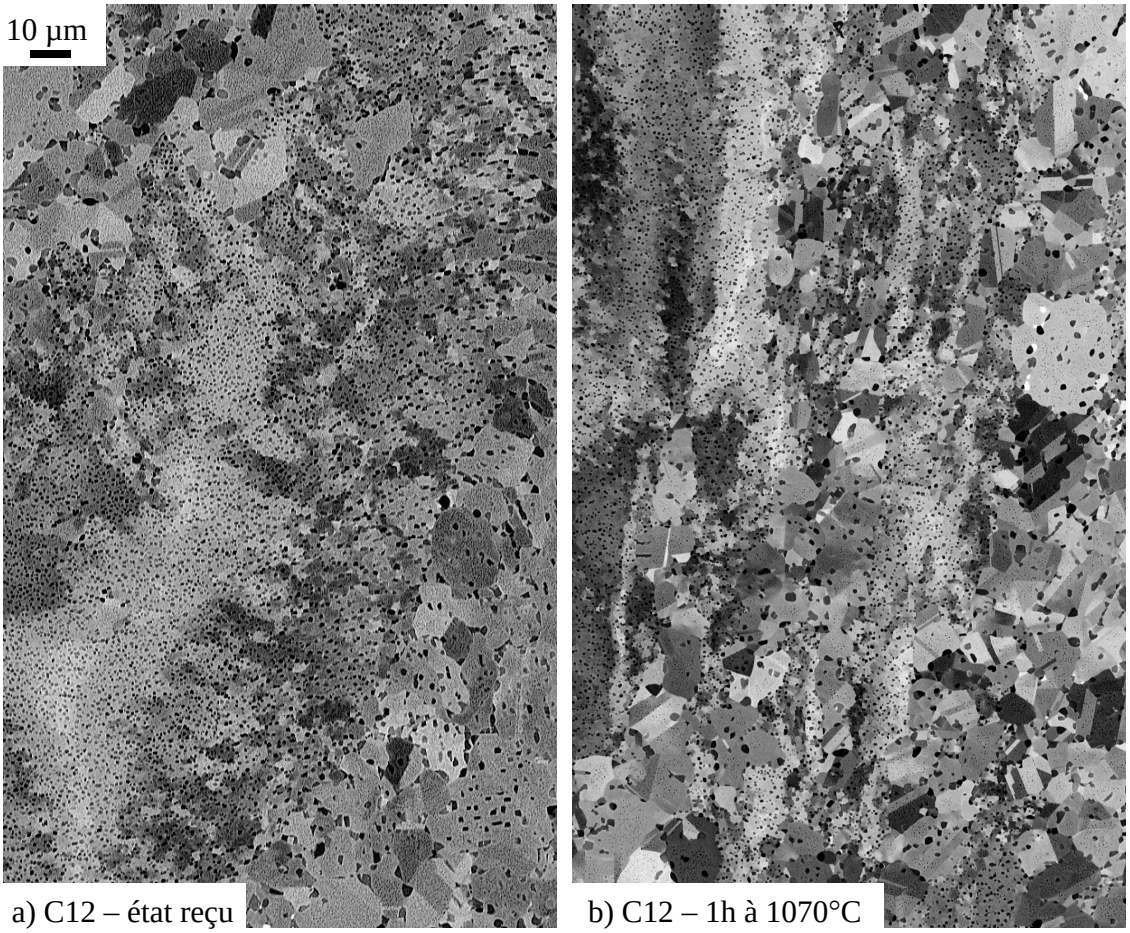



**Figure** ***3.10*** *– Hétérogénéité de microstructure après une heure de traitement thermique à 1070 ° C. Images BSE. a) Microstructure C12 à l'état reçu. b) Microstructure C12 après une heure de traitement thermique à 1070 ° C. Les hétérogénéités de microstructure, et en particulier les grains restaurés, sont toujours visibles.*

### 3.3.1 Grains équiaxes

Tableau 3.1 donne les tailles des grains équiaxes mesurées après différents traitements thermiques à 1070 ° C et 1090 ° C. Chacune des valeurs correspond à une moyenne calculée à partir d'une cartographie EBSD de champ $389 \times 303$ $\mu m^2$. De ce fait, étant donné les hétérogénéités de taille de grains observées à l'échelle de la centaine de microns dans les billettes à l'état reçu (Chapitre 2, Section 2.1.2), il n'est pas raisonnable de dégager des tendances fines à partir de ces valeurs. Il peut donc juste être conclu que la taille des grains équiaxes évolue assez peu au cours des traitements à 1070 ° C et 1090 ° C.

| Microstructure | Traitement thermique | Taille moyenne ($\mu$m) | Taille maximum ($\mu$m) |
|---|---|---|---|
| C12 | 20 min à 1070 ˚ C | 11,6 | 95,3 |
| C12 | 2 heures à 1070 ˚ C | 14,7 | 73,7 |
| C12 | 20 min à 1090 ˚ C | 14,1 | 90,2 |
| C12 | 8 heures à 1090 ˚ C | 14,3 | 102,7 |
| C8 | 20 min à 1070 ˚ C | 8,2 | 32,2 |
| C8 | 2 heures à 1070 ˚ C | 8,8 | 37,0 |

***Tableau 3.1*** *– Taille des grains équiaxes après traitements thermiques à 1070 ˚ C et à 1090 ˚ C. Chaque mesure est obtenue à partir d'une cartographie EBSD de champ* $389 \times 303$ $\mu m^2$*, macles fusionnées avec une tolérance de 2 ˚ . La taille d'un grain correspond ici au "diamètre équivalent" du grain. Le diamètre équivalent est défini comme le diamètre du disque qui aurait la même aire que le grain.*

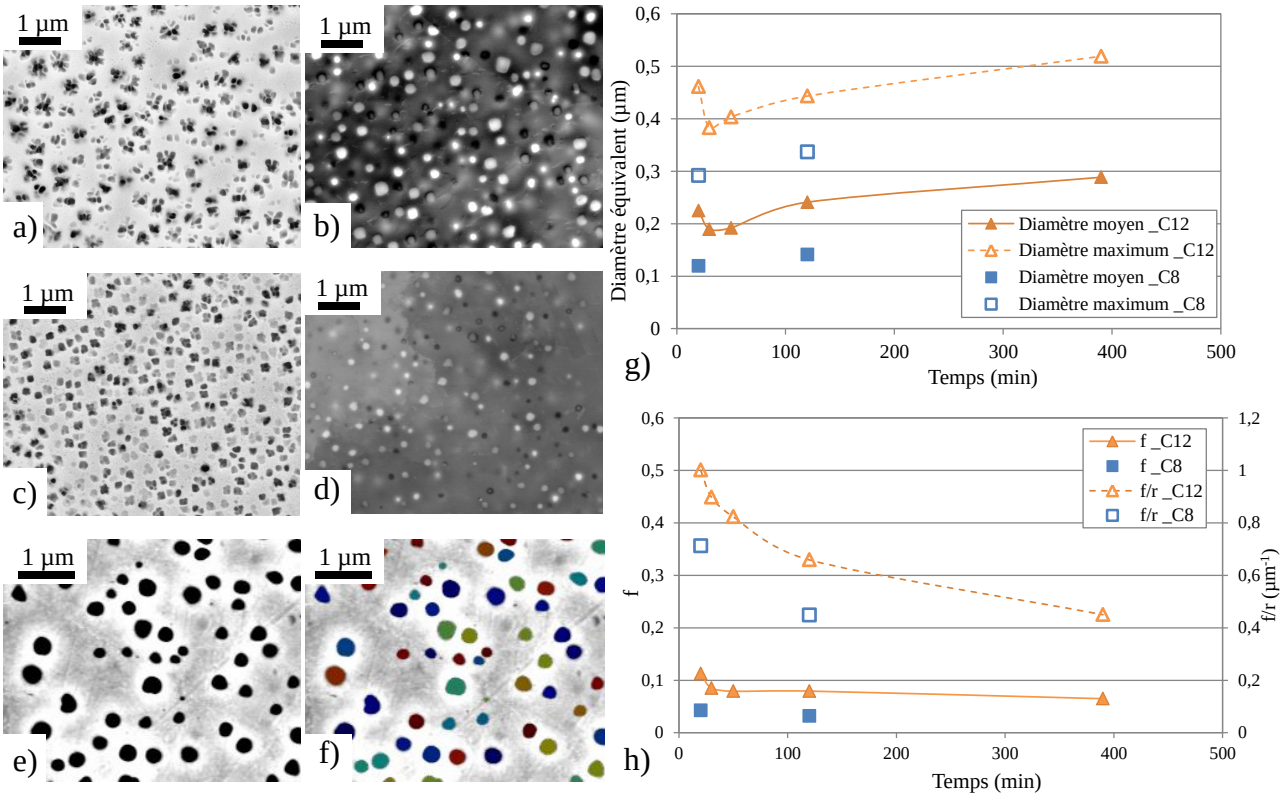



**Figure** ***3.11*** *– Évolution de la précipitation dans les grains équiaxes à 1070 ˚ C. a) et c) C12 et C8 à l'état reçu. b) et d) C12 et C8 après 20 minutes de traitement thermique à 1070 ˚ C. e) et f) Images BSE brutes des précipités (attaque eau Régale) et le résultat du traitement de l'image (programme MATLAB codé par A. Seret - thèse OPALE, 2015-2018). g) Évolution du diamètre équivalent des précipités pour les échantillons C12 et C8 en fonction du temps de maintien à 1070 ˚ C*[1]*. h) Évolution de la fraction surfacique de précipités f et du ratio f/r pour les échantillons C12 et C8 en fonction du temps de maintien à 1070 ˚ C.*

La précipitation intragranulaire évolue quant à elle de façon plus visible. Dès 20 minutes à 1070 ˚ C, les précipités tertiaires sont dissous et les précipités secondaires ont pris des formes sphériques (Figure 3.11). Avec l'augmentation du temps de maintien à 1070 ˚ C, les précipités

1. Seuls les précipités de plus de 2 pixels de diamètre (ie D > 45 nm) ont été pris en compte.

secondaires évoluent en deux phases. Dans la première phase (de 0 à 30 minutes), les précipités se dissolvent, leur diamètre ($d$) et leur fraction surfacique ($f$) diminuent. Dans la seconde phase (au delà de 30 minutes), les précipités continuent à se dissoudre car leur fraction surfacique diminue, mais les éléments $\gamma\prime$-gène se ré-organisent car le diamètre moyen augmente. Une telle cinétique d'évolution a aussi été reportée dans les travaux de Masoumi et al [18] pour des précipités primaires, au cours du traitement à 1080 ° C d'un échantillon d'alliage AD730$^{TM}$. La ré-augmentation du diamètre des précipités est attribué au phénomène de mûrissement d'Ostwald ("*Ostwald ripening*"). Le mûrissement d'Ostwald se produit afin de diminuer l'énergie libre de surface du système et consiste au grossissement des plus gros précipités au détriment des plus petits [61]. C'est un phénomène lent et contrôlé par la diffusion : le diamètre moyen des précipités évolue toujours après 6h30 de traitement à 1070 ° C (Figure 3.11/g). Cependant, même si le diamètre des précipités secondaire ré-augmente, l'ancrage de Smith-Zener qu'ils sont susceptibles d'exercer (proportionnel à $f/r$ où $r$ est le rayon moyen des précipités) diminue avec l'augmentation du temps de maintien à 1070 ° C (Figure 3.11/h).

Si le traitement thermique est fait à 1090 ° C, la Figure 3.12 montre que dès 20 minutes de traitement, les précipités tertiaires et secondaires ont totalement été dissous.

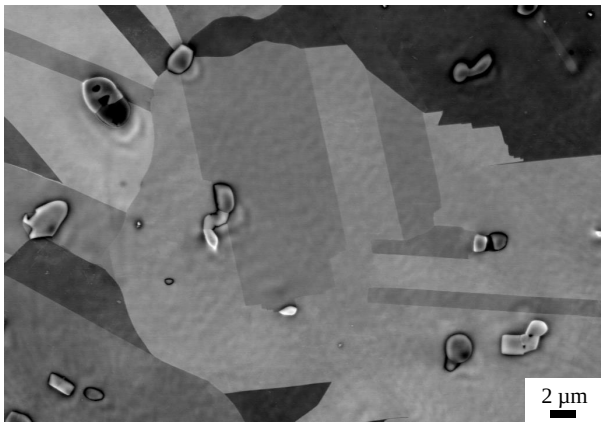



**Figure *3.12*** – *Précipitation dans les grains équiaxes après 20 minutes à 1090 ° C. Image BSE. Les précipités secondaires et tertiaires ont été entièrement dissous.*

### 3.3.2 Grains restaurés

De la même façon que pour les grains équiaxes, la précipitation intragranulaire des grains restaurés évolue avec le temps de maintien à 1070 ° C (Figure 3.13). Dès 20 minutes à 1070 ° C, les plus petits précipités (populations 2 et 3) sont dissous. Les plus gros précipités (population 1) subsistent et deux sous-populations de taille deviennent visibles : les plus petits précipités de la population 1 dont le diamètre ne dépasse pas 300 nm pour C12 et 200 nm pour C8, et les plus gros précipités de la population 1 dont le diamètre peut être proche du micron. Figure 3.13/g-h présente la cinétique d'évolution à 1070 ° C de la sous-population la plus grosse. En effet, c'est cette population qui est la plus susceptible de persister pendant les traitements thermomécaniques et donc d'exercer une force d'ancrage sur le front de recristallisation. Il apparaît alors que les précipités de la sous-population la plus grosse évoluent selon la même cinétique que celle décrite précédemment pour les précipités secondaires des grains équiaxes. Le diamètre moyen commence par diminuer lors d'une première phase (de 0 à 50 minutes) de dissolution pure puis ré-augmente lors d'une seconde phase (au delà de 50 minutes) où le mûrissement d'Ostwald se produit. Par ailleurs, la force d'ancrage de Smith-Zener que sont susceptibles d'exercer les plus gros précipités des grains restaurés a tendance à diminuer avec

le temps de maintien à 1070 ˚C (Figure 3.13/h), mais de façon beaucoup plus lente que dans le cas des précipités secondaires des grains équiaxes.

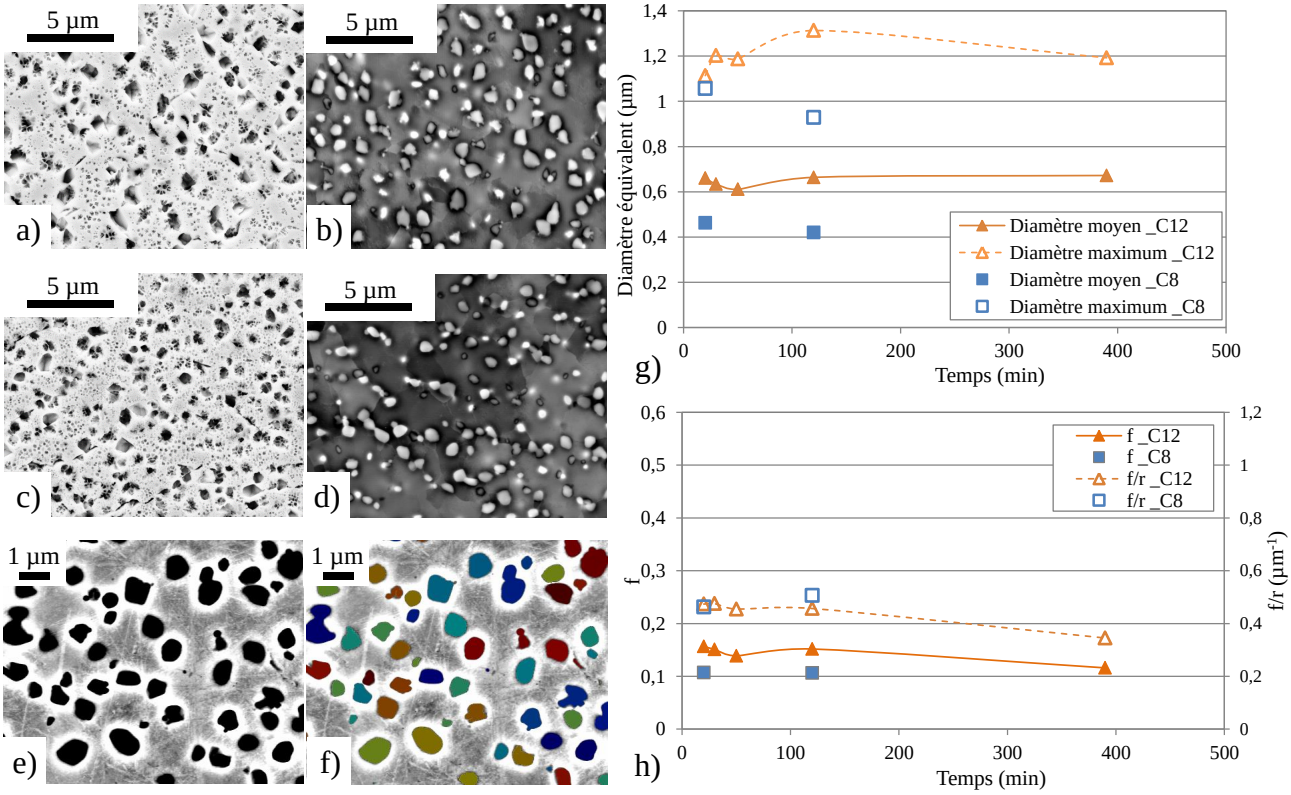



**Figure *3.13*** – *Évolution de la précipitation dans les grains restaurés à 1070 ˚C. a) et c) C12 et C8 à l'état reçu. b) et d) C12 et C8 après 20 minutes de traitement thermique à 1070 ˚C. e) et f) Images brutes des précipités (C12 20 minutes à 1070 ˚C) et le résultat du traitement de l'image réalisé sous MATLAB (programme codé par A. Seret (2015-2018)). g) Évolution du diamètre équivalent des précipités pour les échantillons C12 et C8 en fonction du temps de maintien à 1070 ˚C. h) Évolution de la fraction surfacique de précipités f et du ratio f/r pour les échantillons C12 et C8 en fonction du temps de maintien à 1070 ˚C. Seule la sous-population la plus grosse de la population 1 (ie D > 300 nm pour C12 et D> 200 nm pour C8) est quantifiée sur les graphiques g) et h).*

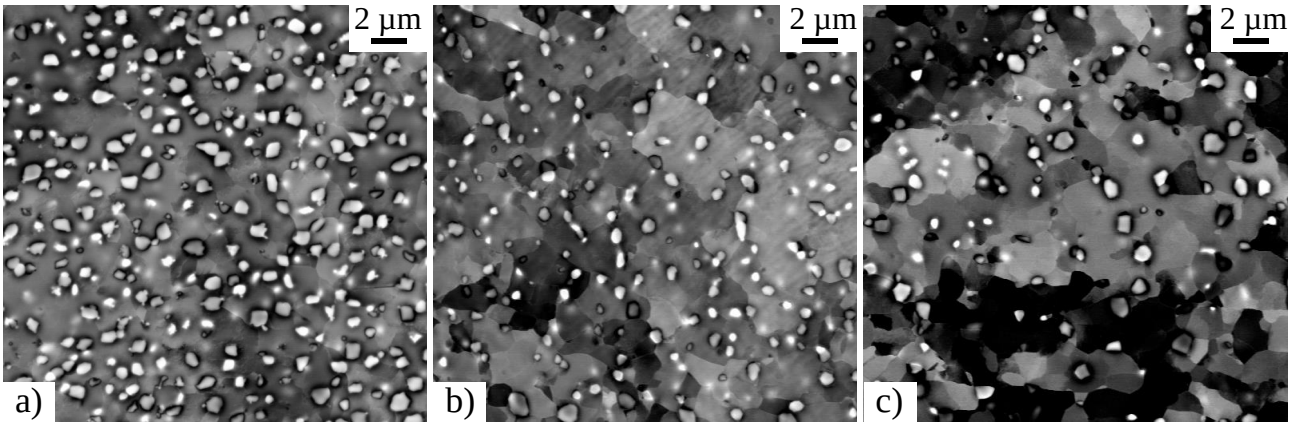



**Figure *3.14*** – *Évolution de la précipitation dans les grains restaurés à 1090 ˚C. a) C12 après 20 minutes à 1070 ˚C. b) C12 après 20 minutes à 1090 ˚C. c) C12 après 8 heures à 1090 ˚C.*

La comparaison de la précipitation après 20 minutes à 1090 ˚C avec celle obtenue après 8 heures à 1090 ˚C (Figure 3.14) montre que les phases de dissolution et de mûrissement s'opèrent aussi pour les précipités des grains restaurés traités à 1090 ˚C. Néanmoins, la dissolution est logiquement plus marquée qu'à 1070 ˚ (Figure 3.14/c). Par ailleurs, après 8 heures de traitement à 1090 ˚C appliqué C12, il a été mesuré une légère diminution de la fraction surfacique de grains restaurés (Tableau 3.2). Cependant, cette diminution de fraction surfacique (même si elle est cohérente avec le traitement thermique appliqué) est dans l'incertitude de la mesure, puisque, du fait de la distribution irrégulière des grains restaurés dans les microstructures, entre deux cartographies EBSD de champ $2332 \times 1820$ $\mu m^2$ il peut y avoir une variation de 2-3% de fraction surfacique de grains restaurés.

| Microstructure | Traitement thermique | $f$ | Diamètre maximum ($\mu$m) |
|---|---|---|---|
| C12 | - | 0,13 | 252 |
| C12 | 8 heures à 1090 ˚C | 0,11 | 291 |

***Tableau 3.2*** *– Fraction et taille des grains restaurés avant et après le traitement thermique de 8 heures à 1090 ˚C. Grains restaurés supérieurs à 10 microns de diamètre équivalent identifiés par un seuil sur le GAM : cartographies EBSD de champ* $2332 \times 1820$ $\mu m^2$ *et de pas de mesure 2,01 µm. Au minimum deux cartographies EBSD ont été réalisées par condition afin d'avoir une donnée plus statistique. Le diamètre maximum correspond au diamètre équivalent maximum.*

Outre la fraction et la taille, le nombre et la désorientation des sous-joints et sous-structures contenus dans les grains restaurés peuvent être analysés. Ces deux quantités sont prises en compte dans le gradient d'orientation moyen du grain qui traduit une densité de dislocations géométriquement nécessaires moyenne (Chapitre 1). Pour cela, après calcul du *KAM* aux 1$^{\text{ers}}$ voisins en chaque point du grain restauré (Figure 3.15), le gradient d'orientation moyen dans le grain restauré est obtenu en divisant le *GAM* du grain par le pas de mesure. D'après le Tableau 3.3, il ressort que le gradient d'orientation moyen diminue de façon sensible lorsque le temps de maintien à haute température (1070 ˚C ou 1090 ˚C) augmente.

Enfin, un dernier traitement thermique de 1100 ˚C pendant 4 heures a été appliqué à la microstructure C12 afin d'observer l'évolution des grains restaurés à des températures très proches du solvus de la phase $\gamma\prime$. Il apparaît alors que de nombreux grains restaurés, du fait de la dissolution de leurs précipités et de l'énergie stockée qu'ils contiennent, recristallisent statiquement et d'une façon bien particulière (Figure 3.16). En effet, les grains restaurés ne

| Microstructure | Traitement thermique | Gradient moyen ( ˚/$\mu$m) |
|---|---|---|
| C12 | 20 min à 1070 ˚C | 3,3 |
| C12 | 2 heures à 1070 ˚C | 2,5 |
| C12 | 20 min à 1090 ˚C | 3,0 |
| C12 | 8 heures à 1090 ˚C | 2,6 |
| C8 | 20 min à 1070 ˚C | 3,6 |
| C8 | 2 heures à 1070 ˚C | 3,1 |

***Tableau 3.3*** *– Gradient d'orientation moyen dans les grains restaurés traitements thermiques à 1070 ˚C et 1090 ˚C. Le gradient d'orientation est calculé à partir du KAM au 1$^{\text{ers}}$ voisins (pas de mesure : 0,3 µm). Chaque valeur est une moyenne surfacique des gradients d'orientation moyen des grains restaurés se trouvant sur la cartographie EBSD de champ* $389 \times 303$ $\mu m^2$.

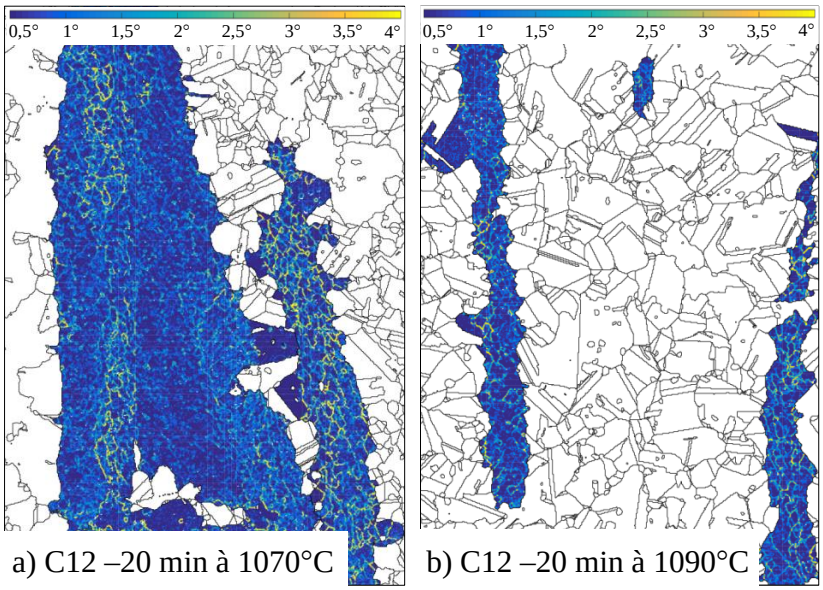



**Figure *3.15*** – *KAM calculé aux 1$^{ers}$ voisins dans les grains restaurés après traitement thermique (Pas de mesure : 0,3 µm). a) C12 après 20 minutes à 1070 ˚C. b) C12 après 20 minutes à 1090 ˚C.*

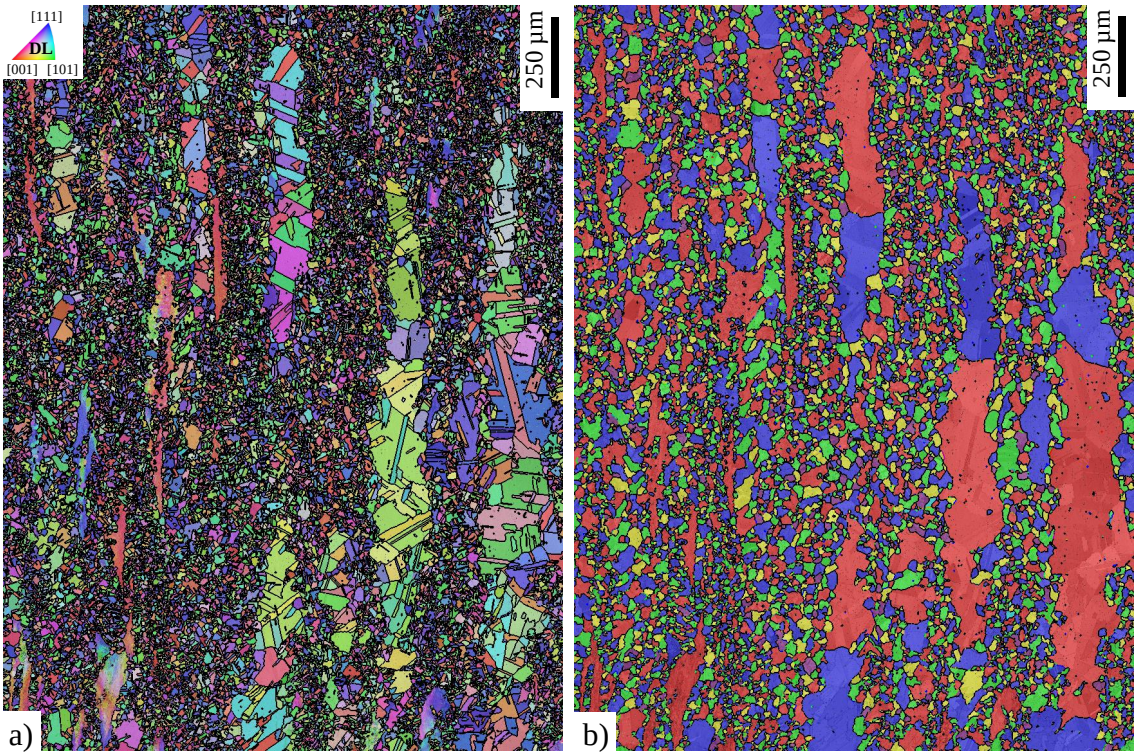



**Figure *3.16*** – *Microstructure C12 traitée 4 heures à 1100 ˚C. a) Cartographie d'orientation EBSD. b) Une couleur par grain, grains défini après fusion des macles (tolérance de 1 ˚).*

se font pas consommer de façon homogène par les grains équiaxes qui les entourent mais par seulement quelques très gros grains maclés. Ces très gros grains sont allongés parallèlement à l'axe longitudinal de la billette et semblent épouser la forme des grains restaurés initiaux (Figure 3.16/b). Ceci pousse à penser que les quelques grains qui ont dominé la recristallisation statique du grain restauré étaient issus du grain restauré lui-même et donc que le grain restauré s'est fait consommer de l'intérieur. Il s'agit ici de premiers éléments sur les mécanismes de recristallisation des grains restaurés.

## 3.4 Conclusion

Les différents détails techniques de l'étude ont été présentés dans ce chapitre afin de permettre la bonne compréhension des résultats exposés dans les chapitres suivants. Ainsi, deux microstructures ont été choisies pour l'usinage de pions de compression : le centre de la billette 12 pouces (microstructure C12) et le centre de la billette 8 pouces (microstructure C8). Ces pions de compression ont deux géométries différentes : les pions droits seront utilisés pour accéder à la rhéologie de l'alliage alors que les pions biconiques grandes déformations seront utilisés pour établir des cinétiques de recristallisation en fonction de la déformation appliquée.

Les conditions d'essais thermomécaniques n'impliquent que des températures subsolvus (i.e. inférieures à 1100 ° C) et des déformations à des vitesses de $10^{-2}s^{-1}$. Elles sont classées en deux catégories : compression en une passe et compression double-passe. Ces conditions peuvent impliquer un traitement thermique avant déformation qui a pour but de simuler une chauffe de durée industrielle. Les conditions double-passe ont également pour but d'être plus représentatives des mises en forme industrielles qui se déroulent en plusieurs passes de déformation. La nomenclature des conditions d'essais définie dans ce chapitre sera reprise dans les chapitres suivants.

La modélisation FORGE® des essais de compression permet d'accéder aux niveaux de déformation et aux vitesses de déformation effectivement vus par la microstructure. La mise en données du frottement à l'interface outil-pion est une étape importante de la modélisation car la valeur du frottement influence significativement les valeurs de déformation au centre du pion. Le modèle choisi pour le frottement est la loi de Tresca, qui relie la contrainte de cisaillement à l'interface à la contrainte d'écoulement via le coefficient de frottement $m$.

Des traitements thermiques à 1070 ° C, 1090 ° C et 1100 ° C ont été réalisés pour simuler des chauffes pré-déformation. Les évolutions de microstructure concernent principalement la précipitation intragranulaire. A 1070 ° C et à 1090 ° C, les plus gros précipités intragranulaires (précipités secondaires des grains équiaxes et précipités de population 1 des grains restaurés) subissent une phase de dissolution pure suivie d'une phase dissolution accompagnée de mûrissement d'Ostwald. Néanmoins, l'ancrage de Smith-Zener que sont susceptibles d'exercer ces précipités diminue avec le temps de maintien à 1070 ° C et à 1090 ° C. Cette diminution de la force d'ancrage devrait faciliter la migration des joints de grains pendant les phases de recristallisation ultérieures. Enfin, le traitement thermique à 1100 ° C pendant 4 heures met en évidence un mécanisme intéressant de recristallisation statique des grains restaurés : à cette température les grains restaurés recristallisent de l'intérieur.

# Chapitre 4

# État de l'art : Mécanismes de recristallisation dynamique des microstructures polycristallines $\gamma$-$\gamma'$

## 4.1 Mécanismes de recristallisation dynamique dans les alliages monophasés

La recristallisation dynamique est la recristallisation qui se produit simultanément à la déformation du matériau. Pour les alliages monophasés, trois types de recristallisation dynamique sont rapportés dans la littérature [23, 62] : la Recristallisation Dynamique Discontinue (DDRX), la Recristallisation Dynamique Continue (CDRX) et la Recristallisation Dynamique Géométrique (GDRX). La GDRX implique un affinement important des grains sous l'effet d'une grande déformation à température élevée (e.g. laminage à chaud). Lorsque l'épaisseur du grain atteint celle de un à deux sous-grains, les joints de grains dentelés fusionnent définissant alors de nouveaux grains (Figure 4.1). Ce type de recristallisation ne sera pas davantage abordé dans la suite car les conditions d'essais définie au Chapitre 3 ne permettent pas de telles élongations de grains. En revanche, les mécanismes de DDRX et de CDRX seront détaillés dans les paragraphes qui suivent.

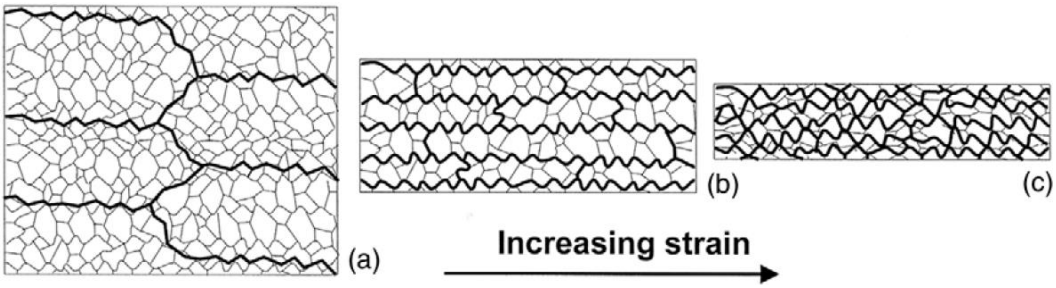



**Figure** ***4.1*** *– Mécanisme de la Recristallisation Dynamique Géométrique (GDRX). Les HAGBs sont représentés en traits épais et les LAGBs sont représentés en traits fins. Figure tirée de [23].*

### 4.1.1 L'énergie de faute d'empilement $\gamma_{SFE}$

Dans la structure cubique à faces centrées (CFC), une dislocation parfaite glisse dans les plans denses {111} selon les directions <110>. Mais une dislocation parfaite peut se décomposer

en deux dislocations dites partielles (ou dislocations de Shockley) qui vont alors créer une faute dans l'empilement compact des plans cristallins. Par exemple [62] :

$$\overrightarrow{b_1} = \overrightarrow{b_2} + \overrightarrow{b_3} \Rightarrow \frac{a}{2}[\bar{1}10] = \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \frac{a}{6}[\bar{2}11] \tag{4.1}$$

Où $\overrightarrow{b_i}$ est le vecteur de Burger de la dislocation $i$ et $a$ est le paramètre de maille. La dissociation a des chances de se produire si elle est énergétiquement favorable (i.e. si $b_1^2 > b_2^2 + b_3^2$) et si l'énergie de faute d'empilement $\gamma_{SFE}$ est faible. L'énergie de faute d'empilement est liée à l'énergie de liaison des atomes. Une énergie $\gamma_{SFE}$ favorise la dissociation en dislocations partielles. Or la dissociation en dislocations partielles empêche la réalisation de mouvements de dislocations à la base de la restauration du cristal [23] : la montée des dislocations (*dislocation climb*) et le glissement dévié (*dislocation cross slip*) (Figure 4.2). C'est pourquoi l'énergie de faute d'empilement est un paramètre qui influence grandement les mécanismes de recristallisation actifs dans une microstructure.

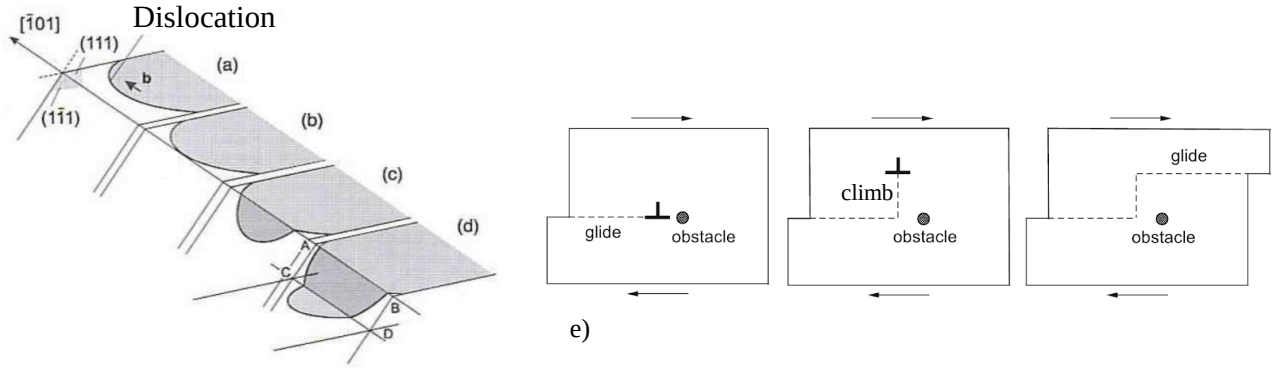



**Figure 4.2** – *Représentation schématique d'un glissement dévié et d'une montée de dislocation. De a) à d) Glissement dévié d'une dislocation vis dans une structure CFC. Figure tirée de [63]. e) Montée d'une dislocation au contact d'un obstacle. Figure tirée de [64].*

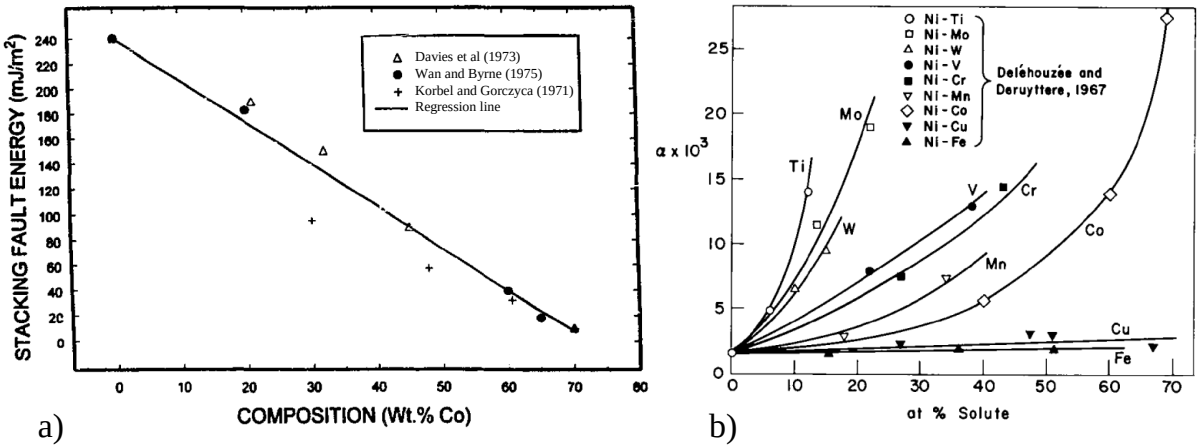



**Figure 4.3** – *Effet de l'ajout d'éléments d'alliages sur l'énergie de faute d'empilement. a) Effet de l'ajout de cobalt dans du nickel. Figure tirée de [65]. b) Probabilité de faute d'empilement $\alpha$ en fonction de la concentration en différents solutés dans le nickel. Figure tirée de [66].*

Dans la littérature, aucune valeur d'énergie de faute d'empilement pour les superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ n'est disponible. Pour le nickel pur à température ambiante, les valeurs reportées varient du simple au quadruple selon les méthodes utilisées [67]. Deux valeurs reviennent néanmoins souvent : $\sim 130\ mJ/m^2$ [67,68] et $\sim 240\ mJ/m^2$ [65,69]. Cependant, il est certain que le nickel

pur fait partie des métaux avec une énergie de faute d'empilement élevée et que l'addition d'éléments d'alliages diminue de façon importante l'énergie de faute d'empilement du matériau (Figure 4.3) [65, 66, 69]. De ce fait, les superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ commerciaux peuvent être considérés comme des matériaux avec une énergie de faute d'empilement moyenne à faible.

### 4.1.2 Recristallisation Dynamique Discontinue (DDRX)

La recristallisation dynamique discontinue est souvent observée dans les matériaux à faible énergie de faute d'empilement, c'est-à-dire dans les matériaux qui restaurent très peu et donc qui accumulent rapidement des dislocations. Sur une courbe contrainte-déformation, la DDRX se traduit par un pic de contrainte dû à cette accumulation de dislocations puis à la recristallisation dynamique qui s'en suit (Figure 4.4). La contrainte finit ensuite par rejoindre un plateau qui correspond à un état stationnaire où les grains initiaux ont tous été consommés et où ce sont les grains recristallisés dynamiquement qui recristallisent à leur tour de façon cyclique. Dans le cas où les grains DDRX sont plus gros que les grains initiaux (au moins 2 fois plus gros), que la température de déformation est élevée ou que la vitesse de déformation est faible, plusieurs pics de contraintes successifs peuvent être enregistrés (Figure 4.4) [62].

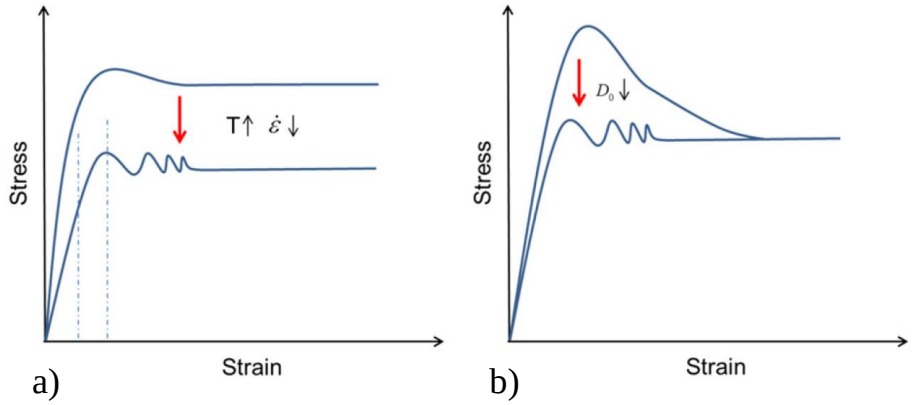



**Figure 4.4** – *Courbes contrainte-déformation caractéristiques de la DDRX. a) Effet des conditions thermomécaniques. b) Effet de la taille de grain initiale. Figure tirée de [62].*

La recristallisation dynamique discontinue se produit le plus fréquemment aux joints de grains (HAGBs), même s'il a aussi été rapporté des germes au niveau des bandes de glissement et des macles mécaniques [23, 70] (Figure 4.5).

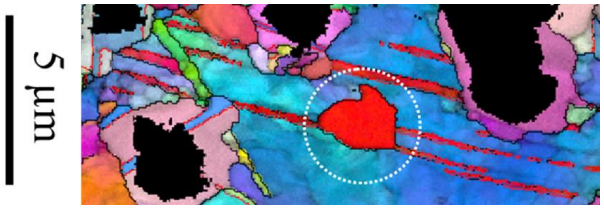



**Figure 4.5** – *Germination sur des macles mécaniques dans l'alliage René65 déformé à 950 °C/$10^{-2}s^{-1}$. Cartographie d'orientation EBSD sur laquelle la phase $\gamma\prime$ est représentée en noir. Le cercle en pointillés blancs met en évidence un grain DDRX formé sur des macles mécaniques. Figure tirée des travaux de M.A. Charpagne (2013-2016) [70].*

Des renflements aux joints de grains (HAGBs) ont fréquemment été reportés avant l'initiation de la recristallisation dynamique discontinue [23]. C'est pourquoi le mécanisme de germination généralement accepté pour la DDRX est le suivant. Du fait que le matériau restaure

peu et que les joints de grains constituent des obstacles à la propagation des dislocations, les dislocations s'accumulent aux joints de grains mais de façon non-homogène. Une distribution localement hétérogène de dislocations de part et d'autre du joint de grains fournit alors une force motrice pour la migration d'une partie du joint (qui est mobile car c'est un HAGB). Cette migration conduit au renflement local du joint (Figure 4.6). Ensuite, les dislocations générées par la déformation s'organisent en sous-joint derrière le renflement du fait d'une restauration locale du cristal [71] (Figure 4.6/b). Il est également possible qu'un joint de macle se forme derrière le renflement du fait de contraintes de cisaillement au joint de grains [71] ou du fait d'un maclage thermique se produisant au cours de la migration du renflement [72]. Le germe est formé quand la désorientation du sous-joint atteint celle d'un HAGB.

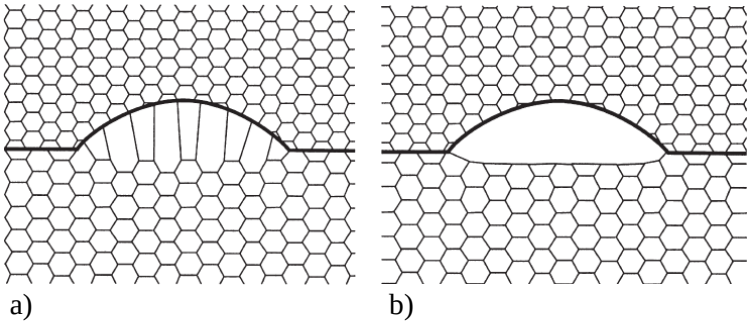



**Figure *4.6*** – *Renflement au joint de grains précédant la recristallisation dynamique discontinue. a) Migration locale du joint de grains sous l'effet d'une différence de densité de dislocations de part et d'autre du joint de grains. b) Formation d'un sous-joint derrière le renflement du fait d'un ré-arrangement des dislocations issues de la déformation. Figure tirée de [23].*

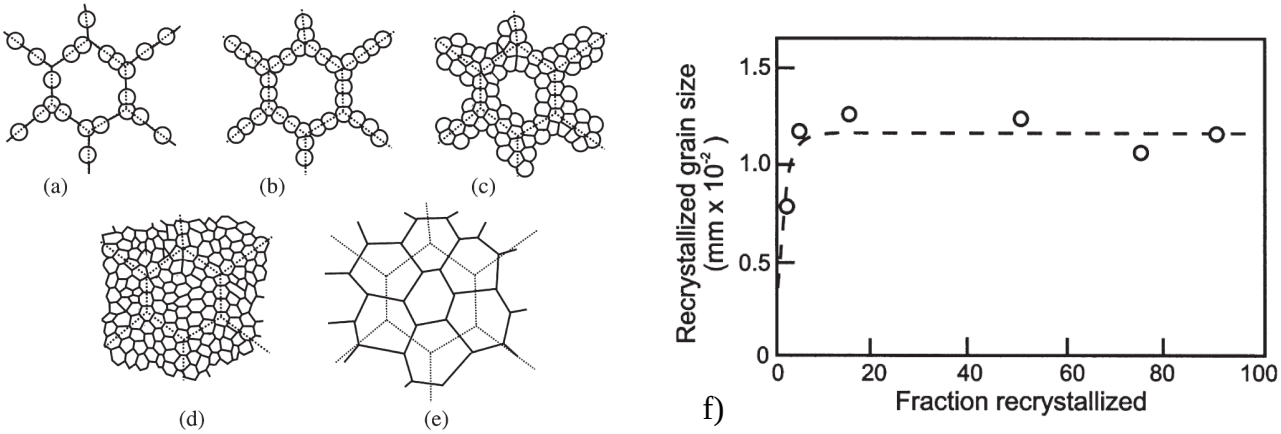



**Figure *4.7*** – *Caractéristiques des grains DDRX. De a) à d) Distribution schématique des grains DDRX lorsqu'ils sont plus beaucoup plus petits que les grains initiaux. e) Distribution schématique des grains DDRX lorsqu'ils ont une taille proche de celle des grains initiaux. Les joints des grains initiaux apparaissent en pointillés, ceux des grains DDRX sont en trait plein. Figures tirées de [23]. f) Évolution de la taille des grains DDRX dans du nickel à 880 ˚C/0,057 $s^{-1}$ en fonction de la fraction recristallisée. Figure tirée de [73].*

Une fois les germes formés sur les joints de grains, ils vont croître tout en emmagasinant des dislocations sous l'effet de la déformation appliquée. À un certain point, ces dislocations réduisent leur force motrice de croissance liée à l'énergie stockée (car $\Delta\rho$ diminue, Chapitre 1). Parallèlement, de nouveaux grains germent aux joints des anciens grains gênant davantage la croissance des premiers grains recristallisés qui s'arrêtent alors de croître. A leur tour, les

grains issus de la deuxième vague de recristallisation vont croître tout en emmagasinant des dislocations. Le processus se répète ainsi de façon cyclique.

La taille des grains recristallisés dynamiquement demeure constante à partir d'un certain niveau de déformation (Figure 4.7/f). En revanche, la taille des grains DDRX dépend des conditions thermomécaniques : elle augmente quand la vitesse de déformation diminue et/ou quand la température de déformation augmente. Lorsque les grains DDRX germent aux joints de grains et que leur taille est bien plus petite que celle des grains initiaux, une structure "en collier" est visible dans la microstructure (Figure 4.7/a-c et Figure 4.8). Il s'agit d'une structure très fréquemment rencontrée en cas de DDRX. Sur la Figure 4.8, des macles sont visibles dans les grains DDRX. Ceci montre donc que l'étape de croissance des grains DDRX peut s'accompagner de maclage thermique.

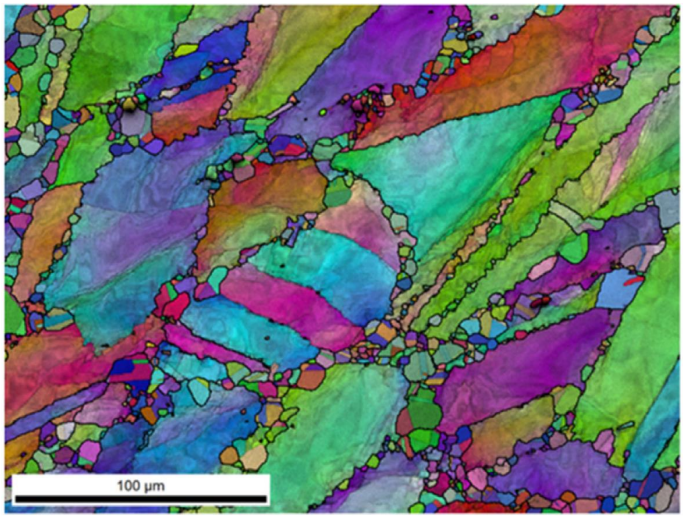



**Figure *4.8*** – *Recristallisation dynamique discontinue observée dans l'alliage 718 déformé supersolvus δ (1020 °C/0,1 $s^{-1}$, $\epsilon = 0,25$). Cartographie d'orientation EBSD superposée au contraste de bande, joints de grains (joints de macles exclus) représentés en noir. Une structure en collier est visible. Figure tirée de [74].*

Le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue est le mécanisme de recristallisation le plus souvent rapporté dans la littérature pour les superalliages base nickel déformés à température élevée [74–76].

### 4.1.3 Recristallisation Dynamique Continue (CDRX)

A l'inverse de la recristallisation dynamique discontinue, la recristallisation dynamique continue est fréquemment observée dans les matériaux à énergie de faute d'empilement élevée, c'est-à-dire dans les matériaux qui restaurent facilement [62]. La courbe contrainte-déformation typique de la recristallisation dynamique continue montre une augmentation de la contrainte d'écoulement avec la déformation jusqu'à l'atteinte de l'état stationnaire (Figure 4.9). Ainsi, contrairement au cas de la recristallisation dynamique discontinue, la plupart du temps aucun pic de contrainte n'est observé dans le cas de la recristallisation dynamique continue. Il est aussi reporté que la valeur de contrainte d'écoulement est indépendante de la taille de grain initiale [62].

Du fait de la capacité du matériau à restaurer, les dislocations issues de la déformation se réorganisent le long de LAGBs qui segmentent les grains en sous-grains. A partir de là, trois mécanismes de recristallisation ont été reportés [62]. Le premier a été reporté à très haute température et consiste en l'augmentation progressive et homogène de la désorientation de tous

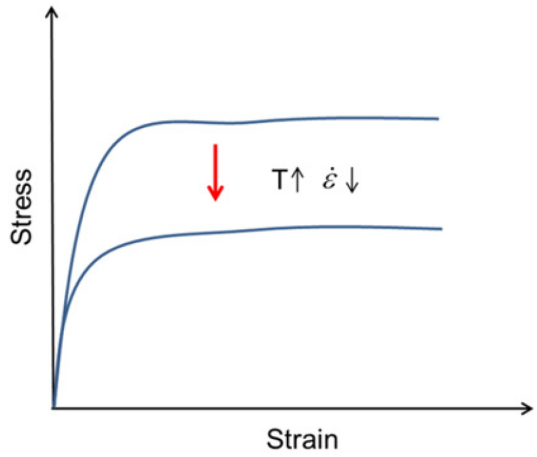



**Figure *4.9*** – *Courbe contrainte-déformation caractéristique de la CDRX. Effet des conditions thermomécaniques. Figure tirée de [62].*

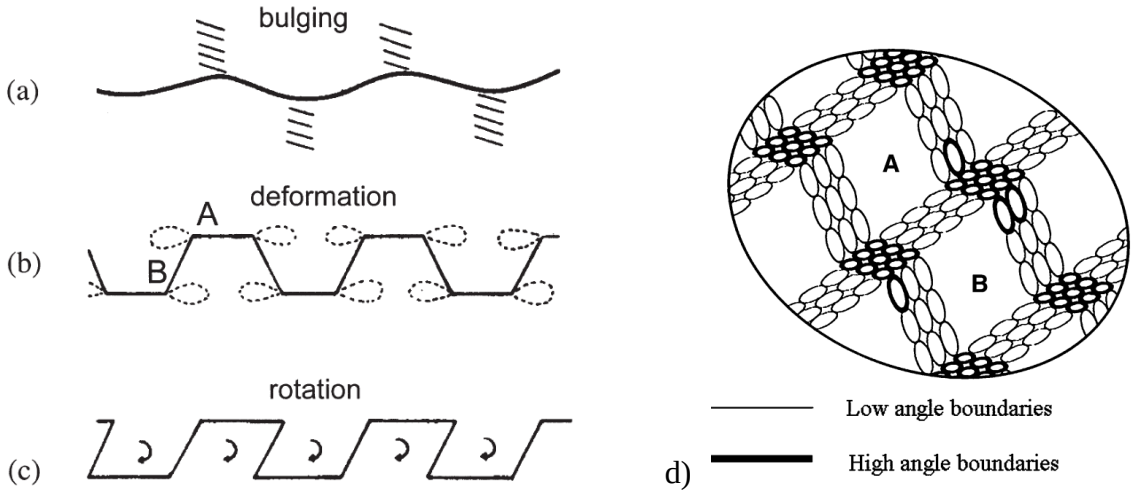



**Figure *4.10*** – *Deux mécanismes de CDRX reportés dans la littérature. De a) à c) : Mécanisme de CDRX par rotation progressive du réseau cristallin en bord de grain. Mécanisme proposé par Drury et Humphreys pour les alliages Al-Mg, figure tirée de [62]. a) Ondulation du joint de grains sous l'effet de la déformation. b) Le glissement qui se produit au joint de grains induit des contraintes au niveau des renflements. c) Sous l'effet de la contrainte, les renflements tournent. d) CDRX induite par des micro-bandes de cisaillement. Mécanisme proposé par Sakai et al., figure tirée de [77].*

les LAGBs du grain en même temps. Lorsque les LAGBs atteignent la désorientation critique d'environ 15 ° , ils deviennent des HABGs mobiles et les sous-grains deviennent des grains. Le deuxième mécanisme consiste en l'augmentation progressive de la désorientation des LAGBs situés aux bords du grain. Ce mécanisme se produit lorsque les grains développent un gradient d'orientation du centre vers le bord : au centre du grain les sous-grains sont peu désorientés alors qu'au bord du grain leurs désorientations augmentent. Figure 4.10/a-c résume le raisonnement de Drury et Humphreys (1986) pour ce mécanisme. Il est intéressant de noter que lorsque ce mécanisme se produit, une structure en collier est également obtenue. Néanmoins à l'inverse des grains DDRX, il peut être constaté que les grains CDRX ont des orientations très proches de celles des grains non recristallisés situés autour. Le troisième mécanisme se produit dans des conditions de déformation sévères, par exemple dans le cas de forgeage multi-passe et multi-directionnel jusqu'à des déformations totales de 8 [77]. Il correspond à de la recristallisation dynamique continue induite par l'apparition de micro-bandes de cisaillement. En effet, en faisant

glisser la matière à l'intérieur du grain, les micro-bandes de cisaillement contribuent à augmenter la désorientation des LAGBs. Des HAGBs sont formés dans les micro-bandes de cisaillement et tout particulièrement à leurs intersections (Figure 4.10/d).

Les trois mécanismes de CDRX qui viennent d'être évoqués impliquent peu de migration de joint de grains : les grains CDRX ont une taille très proche du sous-grains dont ils proviennent. Ceci constitue une autre différence avec la recristallisation dynamique discontinue dans laquelle les grains DDRX proviennent d'une étape marquée de croissance après leur germination. Concernant la taille des grains CDRX, elle diminue sur les faibles niveaux de déformation puis reste constante à partir d'un certain seuil de déformation [62].

Aucun exemple de recristallisation dynamique continue à un stade avancé n'a été trouvé dans la littérature pour du nickel ou un alliage de nickel. Pour permettre d'illustrer le phénomène, un exemple de recristallisation dynamique continue dans un alliage d'aluminium est présenté Figure 4.11. La recristallisation dynamique continue est fréquemment observée dans l'aluminium et les alliages d'aluminium car l'aluminium pur a une énergie de faute d'empilement plus élevée que celle du nickel pur [68].

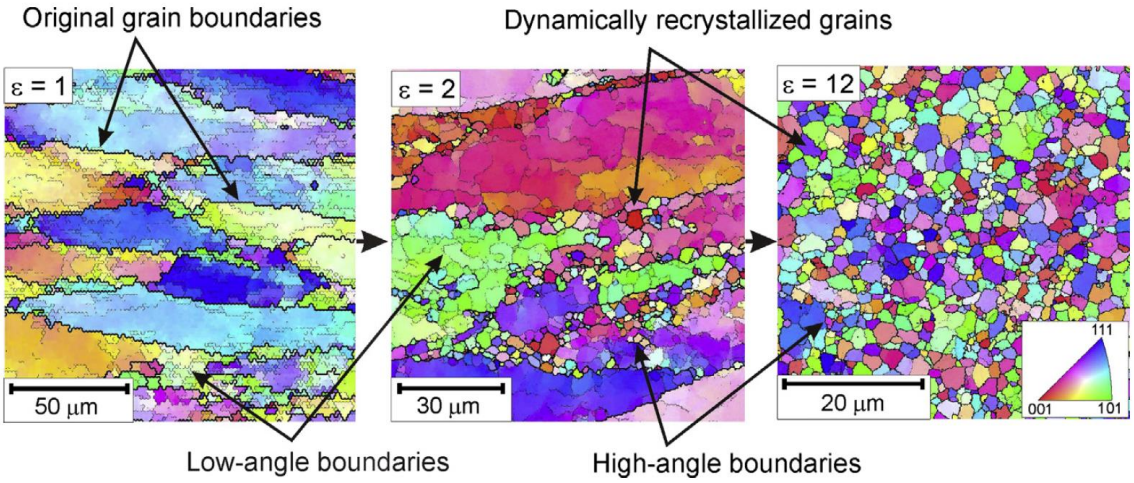



**Figure *4.11*** – *CDRX dans l'alliage d'aluminium AA1421. Déformation selon le procédé d'Equal Channel Angular Extrusion à 400 ° C. À $\epsilon = 2$, une structure en collier est visible. Figure tirée de [78].*

### 4.1.4 Transition entre DDRX et CDRX

Certaines études sur des alliages de nickel ont montré que, à vitesse de déformation fixée, il existe une température seuil à partir de laquelle la recristallisation dynamique change de CDRX et à DDRX [79, 80]. Ainsi, pour l'alliage monophasé Ni-20%Cr, la transition a été située aux alentours de 700 ° C pour une vitesse de déformation de $7.10^{-4}s^{-1}$ [79]. Pour l'alliage biphasé $\gamma$-$\gamma\prime$ Nimonic 80A la transition a été établie à 950 ° C pour une vitesse de déformation de $1s^{-1}$ [80]. L'existence d'une température seuil à partir de laquelle la DDRX se déclenche est attribuée à la dépendance de la mobilité des joints de grains et de l'énergie stockée à la température. En effet, comme expliqué précédemment, dans le cas de la DDRX une différence locale d'énergie stockée conduit à la migration locale du joint de grains de façon à former un renflement. Or, pour que le joint bouge, sa mobilité doit être suffisante par rapport à la force motrice de migration liée à l'énergie stockée : une faible mobilité nécessite une grande différence d'énergie stockée alors qu'une grande mobilité nécessite une faible différence d'énergie stockée ($v = M.P$, Chapitre 1). Et la mobilité d'un joint de grains croît avec la température (Chapitre 1).

D'un autre côté, l'énergie stockée est liée à la capacité du matériau à restaurer qui dépend également de la température. En effet, premièrement, l'énergie de faute d'empilement varie avec la température. Par exemple, dans l'argent et ses alliages il a été montré qu'elle diminue avec la température [66, 81]. Deuxièmement, le mouvement et l'annihilation des dislocations sont des phénomènes thermiquement activés : la vitesse de restauration augmente avec la température [23]. Or l'augmentation de la vitesse de restauration contribue à réduire l'énergie stockée dans le matériau et donc la force motrice de migration. Finalement, les études citées précédemment [79, 80] prouvent qu'il existe une température à partir de laquelle la mobilité du joint et la force motrice liée à l'énergie stockée ($P_E$) sont suffisantes pour que la DDRX se déclenche.

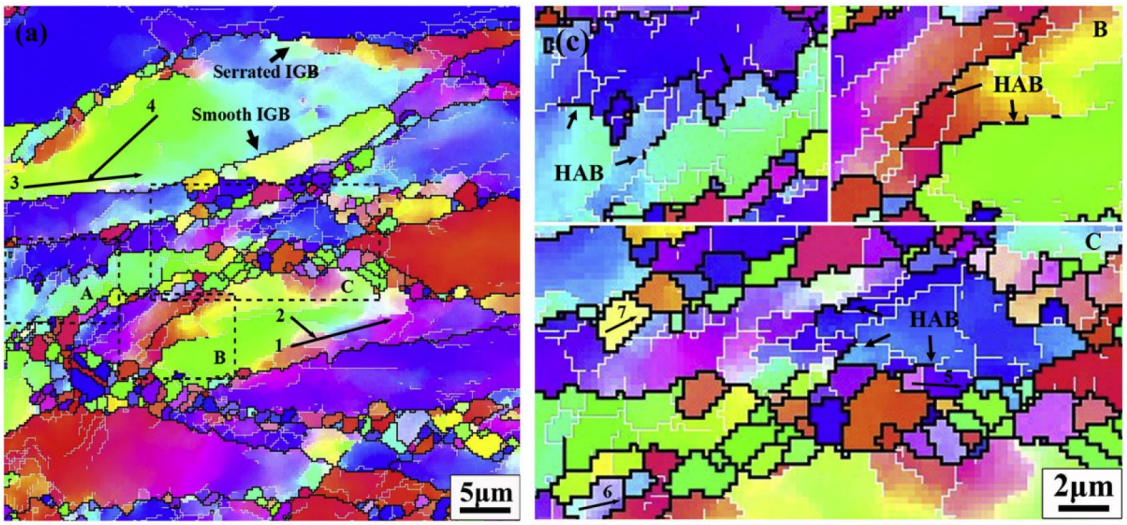



**Figure** ***4.12*** – *Température de transition entre CDRX et DDRX dans l'alliage Nimonic 80A (950 ° C/1s$^{-1}$, $\epsilon = 1,1$). Les HAGBs et les LAGBs sont respectivement représentés en noir et blanc sur la cartographie d'orientation EBSD. Des sous-grains de la taille des grains recristallisés sont visibles, preuve que de la CDRX se produit. La structure en collier contient aussi des grains DDRX d'orientations indépendantes de celles des grains non recristallisés autour. Figure tirée de [80].*

## 4.2 Impact des particules de seconde phase sur la recristallisation dynamique

Les mécanismes de recristallisation dynamique ont été décrits dans la Section 4.1 tels qu'ils se produisent dans des matériaux monophasés. Or la présence éventuelle de particules d'autres phases dans la microstructure n'est pas neutre et peut, soit ralentir, soit accélérer les mécanismes de recristallisation dynamique. Parmi les particules d'autres phases qui peuvent avoir un impact sur les mécanismes de recristallisation, il y a bien entendu les précipités $\gamma\prime$ mais aussi les carbures, nitrures, carbo-nitrures et borures mentionnés au Chapitre 1.

### 4.2.1 Impact sur l'énergie stockée

Lorsque le matériau est déformé en présence de particules, plusieurs mécanismes de déformation spécifiques ont été observés (Figure 4.13). Si les particules sont déformables, alors la déformation peut être accommodée par le cisaillement (Figure 4.13/b) ou le micro-maclage des particules [82]. Dans ce cas, les dislocations vont avoir tendance à se concentrer dans des plans de glissements (Figure 4.14/d), créant des hétérogénéités d'énergie stockée. En revanche,

si les particules ne sont pas déformables, les dislocations vont s'accumuler autour des particules. Il en ressort alors une structure de déformation plus homogène (Figure 4.14/e) mais une énergie stockée augmentée par rapport à un état sans particule car les particules gênent l'annihilation des dislocations. Les dislocations peuvent s'accumuler autour des précipités selon différents motifs. Les motifs de dislocation dépendent de la taille des particules et du niveau de déformation appliqué (Figure 4.13/c). Pour des particules de petite taille et/ou des déformations appliquées faibles, des boucles de dislocation d'Orowan (Figure 4.13/a) et des boucles de dislocation prismatiques ont été rapportées. Lorsque les particules sont grosses (plusieurs microns), non déformables, et que les déformations appliquées sont plus élevées, les particules sont à l'origine de contraintes locales telles que le réseau cristallin subit une rotation dans leur voisinage (Figure 4.13/c).

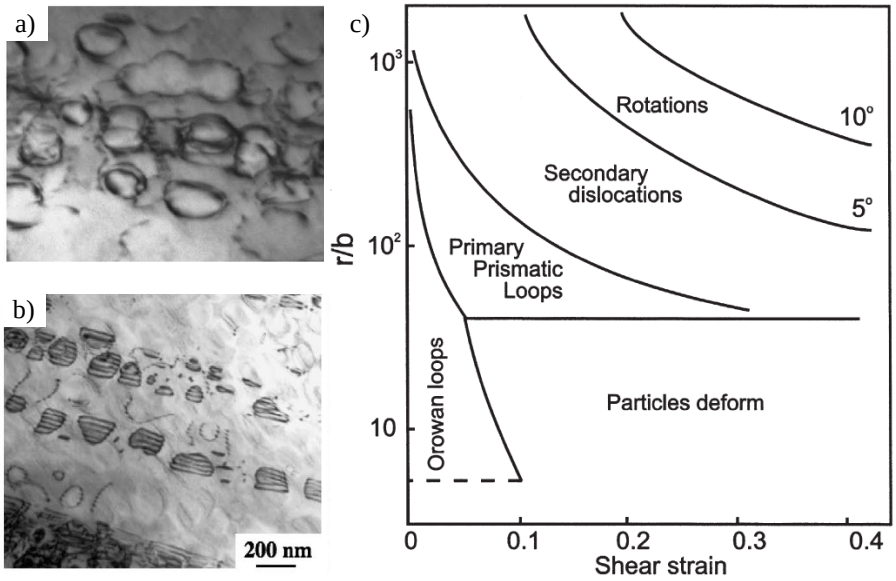



**Figure** ***4.13*** *– Différents mécanismes de déformation en présence de particules. a) Image MET, superalliage base Nickel René88DT après essais de fluage à 650 ° C/838 MPa. Des boucles de dislocation d'Orowan sont visibles autour des précipités*[1]*. Figure tirée de [82]. b) Image MET, superalliage base Nickel René88DT après essais de fluage à 650 ° C/976 MPa. Les précipités $\gamma\prime$ sont cisaillées par des dislocations partielles donnant lieu à des fautes d'empilement extrinsèques de surstructure. Figure tirée de [82]. c) Mécanismes de déformation aux niveaux de particules en fonction de leur rayon normalisé et de la déformation. Figure tirée de [23], données obtenues pour un alliage Al-Si contenant des particules de silicium.*

1. La figure d'origine ne comporte pas d'échelle.

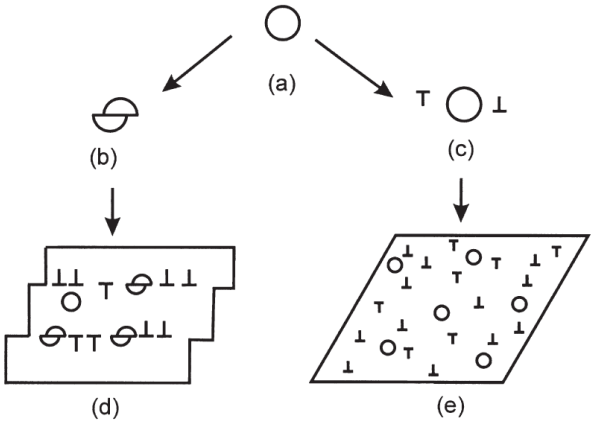



**Figure** ***4.14*** – *Représentation schématique de la distribution des dislocations en présence de particules. b) et d) Cas de particules déformables. c) et e) cas de particules indéformables. Figure tirée de [23].*

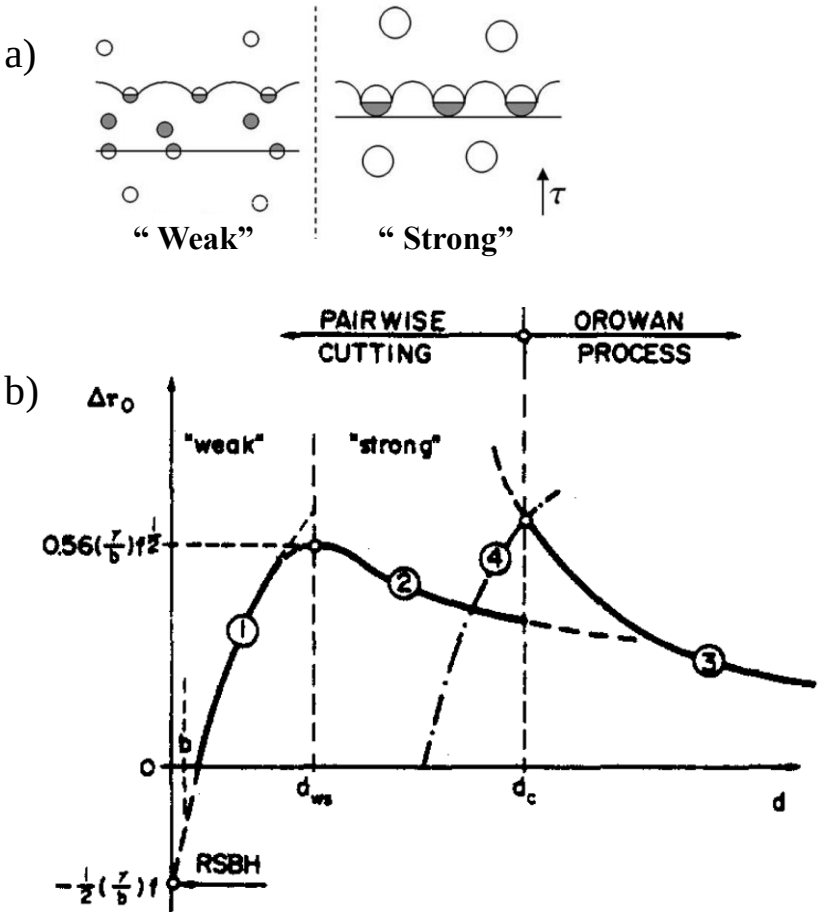



**Figure** ***4.15*** – *Organisation des dislocations en présence de précipités $\gamma\prime$ et évolution de contrainte associée. a) Représentations schématiques du couplage "faible" et du couplage "fort" des dislocations à la traversée des précipités $\gamma\prime$. Les domaines d'anti-phase, situés dans les précipités, sont colorés en gris. $\tau$ est la contrainte de cisaillement. Figure tirée de [83]. b) Évolution de la contrainte de cisaillement résolue critique en fonction du diamètre de la particule. Courbe 1 : couplage "faible", Courbe 2 : couplage "fort", Courbe 3 : boucles d'Orowan. Les boucles d'Orowan se forment quand la contrainte nécessaire à leur formation devient inférieure à celle qui serait nécessaire à la première dislocation du couplage "fort" pour pénétrer dans le précipité (contrainte représentée par la courbe 4). Figure tirée de [84].*

Les précipités $\gamma\prime$ sont des particules particulières car la phase $\gamma\prime$ est une phase ordonnée. Ceci implique qu'ils ne peuvent pas être cisaillés aussi simplement qu'une particule de phase désordonnée. En effet, pour que l'ordre de la phase soit respecté, un précipité doit être traversé par une paire de dislocations [83]. Entre les deux dislocations se trouve un domaine d'anti-phase dans lequel l'ordre d'empilement des plans atomiques est modifié. Ainsi, dans les superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$, les modes de déformations vont aussi dépendre de l'énergie du joint d'anti-phase et de la température [83, 85] (Figure 4.15/a). A relativement faible température, trois modes de déformation sont possibles : le couplage faible, le couplage fort et les boucles d'Orowan. Ces modes de déformations impliquent des dislocations parfaites $\frac{a}{2}$<110>. Le couplage faible de la paire de dislocations concerne les plus petits précipités (typiquement les précipités tertiaires) : les deux dislocations de la paire peuvent ne pas se situer dans le même précipité. Dans le cas du couplage faible, la contrainte de cisaillement est proportionnelle à $(f.d)^{1/2}$, où $d$ et $f$ sont le diamètre et la fraction volumique des précipités [83, 84]. Pour les précipités plus gros (typiquement les précipités secondaires), le couplage fort se produit : la deuxième dislocation doit entrer dans le précipité avant que la première n'en sorte. Lors du couplage fort, la contrainte de cisaillement est proportionnelle à $(f/d)^{1/2}$ [83, 84]. En revanche, la contrainte nécessaire à la pénétration de la première dislocation dans le précipité augmente continument avec le diamètre du précipité. Lorsqu'elle devient supérieure à celle nécessaire pour créer une boucle d'Orowan alors les précipités ne sont plus cisaillés et des boucles d'Orowan apparaissent [84] (Figure 4.15/a). La contrainte associée à la formation de boucles d'Orowan est proportionnelle à $1/L$, où $L$ est la distance séparant deux précipités. $L$ vaut $(\sqrt{\frac{8}{3.\pi.f}} - 1).d$ [83]. Reppich et al. [86] ont estimé expérimentalement les diamètres de transition entre couplage faible et fort ($d_{WS}$) et entre couplage fort et boucles d'Orowan ($d_C$) pour du Nimonic PE 16 et du Nimonic 105 à température ambiante (sollicitation de type compression). Les valeurs sont résumées dans le Tableau 4.1. Aux températures de déformation intermédiaires, il a été reporté que les dislocations parfaites traversant le précipité se dissocient en deux dislocations partielles $\frac{a}{6} < 112 >$ à l'intérieur du précipité (Figure 4.13/b) [82]. Cette dissociation forme des fautes d'empilement extrinsèques ou intrinsèques de surstructure (*Superlattice Extrinsic/Intrinsic Stacking Fault*). Du micro-maclage traversant à la fois la phase $\gamma$ et la phase $\gamma\prime$ a aussi été décrit sur ces plages de température [82]. Enfin, à température élevée, les précipités ont plutôt tendance à être contournés par des dislocations parfaites individuelles donnant des boucles de dislocations dans la matrice et à l'interface $\gamma/\gamma\prime$ [82, 85]. Concernant les températures de transition entre les différents modes de déformation, pour des sollicitations de type fluage appliquées à des superalliages polycristallins $\gamma/\gamma\prime$, il a été rapporté que le cisaillement des précipités par des dislocations parfaites se produit jusqu'à 600 °C environ, que les températures intermédiaires auxquelles se dissocient les dislocations parfaites sont comprises entre 600 °C et 800 °C et qu'à partir de 800 °C le contournement des précipités est dominant [82]. Néanmoins, il est à noter que ces températures de transition dépendent grandement de la vitesse de déformation [82, 85] : une augmentation de la vitesse de déformation fait augmenter ces températures de transitions.

| Microstructure | $d_{WS}$ (nm) | $d_C$ (nm) |
|---|---|---|
| Nimonic PE 16 ($4,2\% \leq f \leq 12,9\%$) | 26-30 | 55-65 |
| Nimonic 105 - f=22 % | 55 | 120 |
| Nimonic 105 - f=51 % | 85 | 270 |

***Tableau 4.1*** *– Diamètres critiques $d_{WS}$ et $d_C$ obtenus pour du Nimonic PE 16 et du Nimonic 105 déformés à température ambiante. $f$ correspond à la fraction volumique de précipités $\gamma\prime$. Données tirées de [86]*

### 4.2.2 Recristallisation dynamique stimulée par les particules (PSDRX)

Dans la section précédente, il a été vu que les grosses particules non déformables peuvent générer des déformations importantes dans leur voisinage et notamment une rotation du réseau cristallin (Figure 4.16/a). Ces zones de déformation peuvent constituer des sites de germination dynamique : c'est la recristallisation dynamique stimulée par les particules (*Particule-Stimulated Dynamic Recrystallization* - PSDRX). Figure 4.16/b montre des exemples de PSDRX où plusieurs grains ont germé autour de carbures lors de la déformation d'un lingot d'alliage Waspaloy.

Le mécanisme de germination proposé pour la PSDRX repose sur la migration rapide de sous-joints présents dans la zone de déformation [23]. Le ou les germes obtenus vont croître jusqu'à ce que la zone de déformation soit consommée. Les orientations des grains recristallisés ne sont pas aléatoires mais plus ou moins proches de l'orientation du grain initial [23].

Une particule isolée peut déclencher de la PSDRX si son diamètre est supérieur à 1 micron [23]. En revanche, dans le cas où les particules sont regroupées, la superposition de leurs champs de déformation abaisse la taille critique de PSDRX sous le micron.

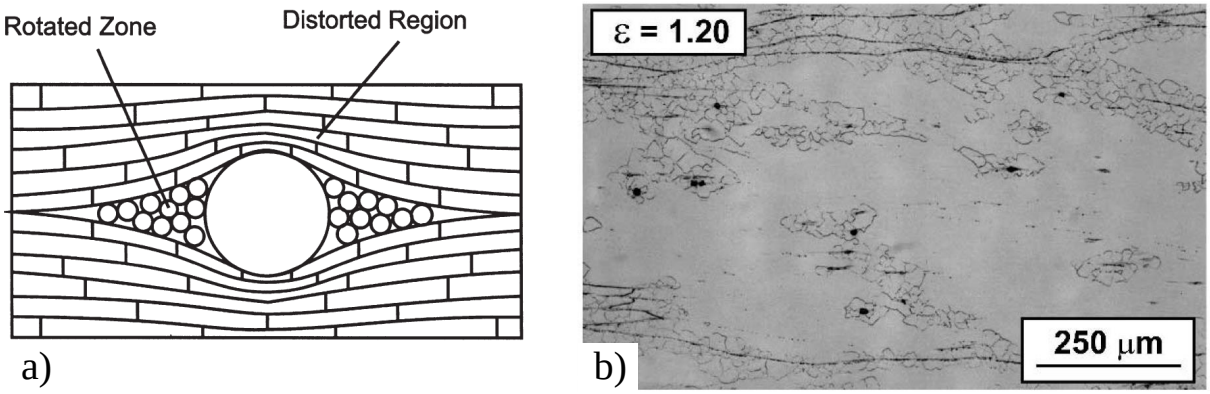



**Figure *4.16*** – *Mécanisme de la recristallisation dynamique stimulée par les particules. a) Représentation schématique de la zone de déformation obtenue près d'une grosse particule après laminage. Figure tirée de [23]. b) Exemple de recristallisation dynamique stimulée par la présence de carbures (particules noires) dans un lingot d'alliage Waspaloy écrasé à 1066 °C/*$0.1s^{-1}$*. Figure tirée de [87].*

### 4.2.3 Ancrage des *LAGBs* et *HAGBs*

Les particules de seconde phase peuvent également retarder la recristallisation en exerçant une force d'ancrage de Smith-Zener sur les germes DDRX et sur les sous-joints de CDRX [23].

Dans le cas de la CDRX, les particules affectent la taille des sous-grains puisqu'elle est alors bornée par le diamètre limite $D_{SZ}$. Le diamètre limite $D_{SZ}$ est défini par l'équilibre des forces de capillarité et de l'ancrage de Smith-Zener agisssant sur les sous-joints. Il dépend de la distribution des particules et d'après le modèle original de Smith-Zener il s'exprime ainsi [23] :

$$D_{SZ} = \frac{4.r}{3.f} \tag{4.2}$$

où $r$ est le rayon de la particule et $f$ est la fraction volumique de particules. Ainsi, si le gradient d'orientation dans le grain est assez élevé pour que sur la distance $D_{SZ}$ la désorientation soit au moins égale à $\theta_{HAGB}$ (généralement $\theta_{HAGB} \approx 15\,^{\circ}$), alors pendant la croissance du sous-grain ses joints peuvent devenir des *HAGBs* et ainsi le grain devient un grain recristallisé

indépendant [23]. Sinon, si le gradient d'orientation de permet pas d'atteindre la désorientation $\theta_{HAGB}$ sur la distance $D_{SZ}$, alors la recristallisation est inhibée (Figure 4.17).

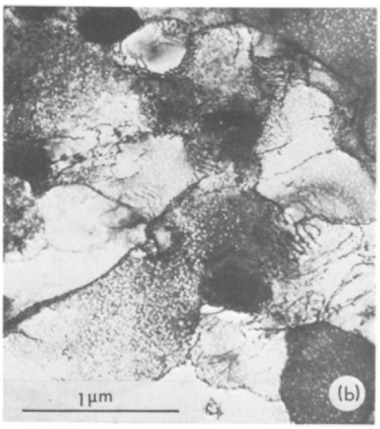



**Figure *4.17*** – *Sous-structures intragranulaires contrôlées par la distribution des précipités $\gamma\prime$. Observation MET, alliage expérimental issu de la métallurgie des poudres forgé à 1050 °C. Figure tirée de [88].*

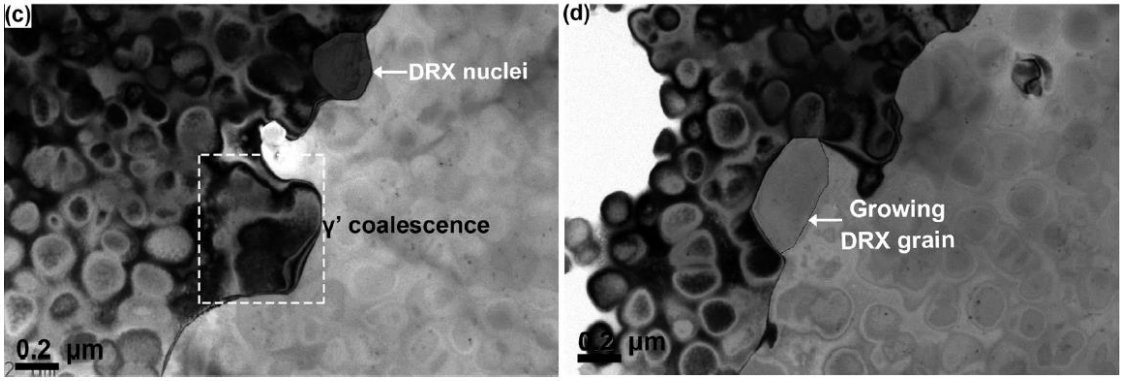



**Figure *4.18*** – *Interaction précipitation/recristallisation dynamique au niveau d'un joint de grains. Images MET, superalliage base nickel issu de la métallurgie des poudres écrasé à 1100 °C/0.001$s^{-1}$. Figure tirée de [89].*

Lors de la phase de croissance des germes DDRX, les précipités exercent une pression d'ancrage $P_{SZ}$. La pression d'ancrage est d'autant plus forte que les particules sont petites et proches les unes des autres ($P_{SZ} \sim f/r$, Chapitre 1). Cette pression va à l'encontre de la migration du joint de grains alors que la pression de courbure $P_C$ tend déjà à faire rétrécir le grain DDRX parce qu'il est très petit (i.e. courbure élevée) [23] :

$$\sum \vec{P_i} = (P_E + P_C - P_{SZ}).\vec{n} \tag{4.3}$$

Où $P_E$ est la force motrice de migration liée à l'énergie stockée et $\vec{n}$ la normale du joint. Figure 4.18 montre la germination de grains DDRX sur un joint de grains entouré de précipités $\gamma\prime$ secondaires. La densité de précipités est telle que, pour pouvoir se former, le germe a dissout les précipités situés autour. En effet, un joint de grains peut dissoudre les précipités situés sur son passage si la dissolution est thermodynamiquement (et cinétiquement) plus favorable que le contournement des précipités [31]. L'énergie à fournir pour dissoudre les précipités peut aussi se traduire comme une pression $P_{Diss}$ exercée par les précipités sur le joint de grains [31] :

$$P_{Diss} = \frac{4.\pi.r^3}{3}.\frac{A.k.n_V}{V_{\gamma\prime}}.T.\ln(\frac{C_0}{C_{eq}}) - 4.\pi.r^2.\Gamma_{\gamma/\gamma\prime}.n_V \tag{4.4}$$

Où $A$ est le nombre d'Avogadro, $k$ est la constante de Boltzmann, $n_v$ est le nombre de précipités par unité de volume, $V_{\gamma\prime}$ est le volume molaire des précipités, $C_{eq}$ est la concentration à l'équilibre, $C_0$ est la concentration effective en solutés et $\Gamma_{\gamma/\gamma\prime}$ l'énergie d'interface $\gamma/\gamma\prime$.

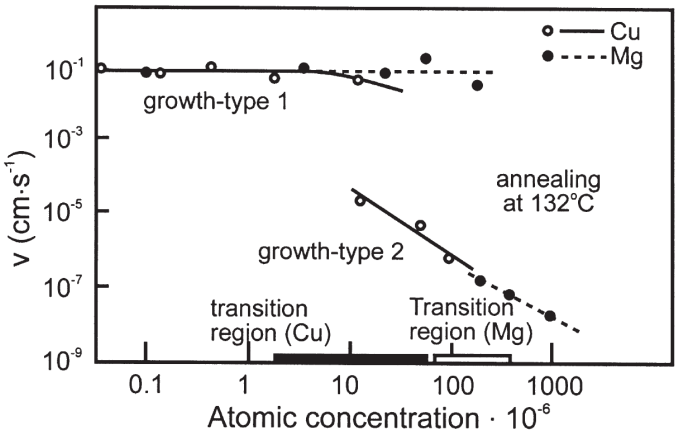



**Figure *4.19*** – *Influence de la teneur en soluté (Cu et Mg) sur la vitesse de migration des joints de grains recristallisés dans de l'aluminium déformé. Figure tirée de [23].*

Néanmoins, la mise en solution de solutés (ici éléments $\gamma\prime$-gènes) n'est pas sans conséquence sur la migration des joints de grains. En effet, il a pu être constaté expérimentalement qu'il existe deux régimes d'influence de la teneur en soluté sur la vitesse de migration des joints de grains [23] (Figure 4.19). Pour des teneurs en soluté faibles, il n'y a pas d'effet notable sur la vitesse de migration des joints de grains. En revanche, à partir d'une certaine teneur en soluté, la vitesse de migration devient inversement proportionnelle à la teneur en soluté. Par ailleurs, le seuil de transition entre les deux régimes ainsi que la réduction de vitesse du joint de grains dans le second régime dépendent de l'élément mis en solution : un élément qui diffuse lentement retarde davantage la progression du joint de grains [23]. Le phénomène a été interprété comme une pression exercée par les atomes de solutés sur le joint de grains (*Solute drag*). Cette pression a été modélisée par le modèle de Cahn-Lücke-Stüwe (CLS). Dans le modèle, elle dépend de la vitesse de migration du joint $v$ et s'exprime ainsi :

$$P_{SD} = \frac{v}{M} + \frac{\alpha.C_{eq}.v}{1 + \alpha.\alpha\prime.v^2} \tag{4.5}$$

Où $M$ est la mobilité du joint de grains en l'absence de soluté, $C_{eq}$ la concentration en soluté à l'équilibre, $\alpha$ et $\alpha\prime$ sont des coefficients du modèle. De ce fait, en cas de dissolution des précipités par le joint de grains, la pression qui s'exerce sur le joint de grains est la somme de quatre contributions :

$$\sum \vec{P_i} = (P_E + P_C - P_{Diss} - P_{SD}).\vec{n} \tag{4.6}$$

En effet, lorsque la dissolution des précipités se produit, il peut être considéré que $P_{SZ} = 0$. Ceci repose sur l'hypothèse que la dissolution du précipité par le joint de grains en migration s'effectue sans modification de la courbure de ce dernier au niveau du précipité (i.e. le joint de grains progresse aussi vite qu'il dissout le précipité).

### 4.2.4 Recristallisation en hétéroépitaxie (HERX)

Il a récemment été mis en évidence par Charpagne et al. [90–92] que les précipités $\gamma\prime$ primaires peuvent générer de la recristallisation dynamique via le mécanisme de recristallisation en hétéroépitaxie (HERX). La recristallisation en hétéroépitaxie consiste en la croissance d'une

enveloppe de phase $\gamma$ située autour d'un précipité de phase $\gamma\prime$ de même orientation cristallographique : l'enveloppe est cohérente avec le précipité qu'elle entoure. Un tel motif avait déjà été remarqué un peu plus tôt par Child et al. [93] (Figure 4.20/c).

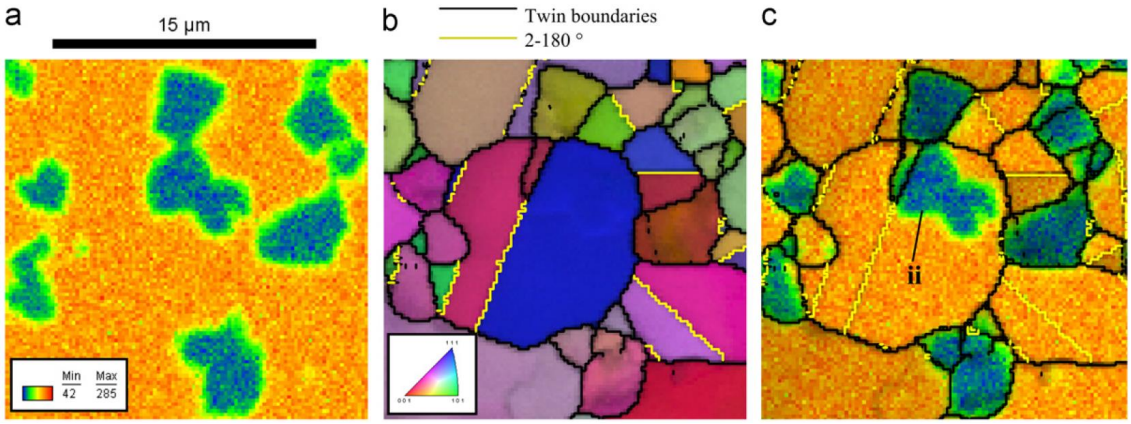



**Figure 4.20** – *Mise en évidence d'un grain hétéroépitaxié dans une billette d'alliage 720Li par combinaison des données EDS et EBSD. a) Contraste de phase obtenue par analyse EDS : la phase $\gamma$ apparaît en orange, la phase $\gamma\prime$ apparaît en bleu. b) Cartographie d'orientation EBSD. c) Superposition des joints de grains de la cartographie EBSD avec le contraste de phase EDS. "ii" identifie un précipité $\gamma\prime$ situé dans un grain de phase $\gamma$ de même orientation : il s'agit d'un grain hétéroépitaxié. Figure tirée de [93].*

La croissance de l'enveloppe de phase $\gamma$ est contrôlée par la différence d'énergie stockée entre l'enveloppe et la matrice située autour, qui s'est écrouie suite à l'application de la déformation (Figure 4.21/c). Cependant, la particularité de la recristallisation en hétéroépitaxie est que l'embryon de phase $\gamma$ qui va donner par croissance cette enveloppe ne se forme pas pendant la déformation mais avant la déformation. En effet, l'embryon de phase $\gamma$ résulte d'une transformation de phase s'opérant lors d'un refroidissement lent ($\leq 50$ °C/min) depuis une température élevée (typiquement 50 à 60 °C sous la température de solvus $\gamma\prime$). Un exemple d'embryon obtenu après un refroidissement à 5 °C/min est visible Figure 4.21/b (flèches jaunes). Les macles traversantes $\gamma/\gamma\prime$ prouvent que l'embryon de phase $\gamma$ est cohérent avec le précipité autour duquel il s'est formé. Figure 4.21/a montre qu'un tel embryon de phase $\gamma$ n'est pas visible (par microscopie électronique à balayage) à haute température avant le refroidissement.

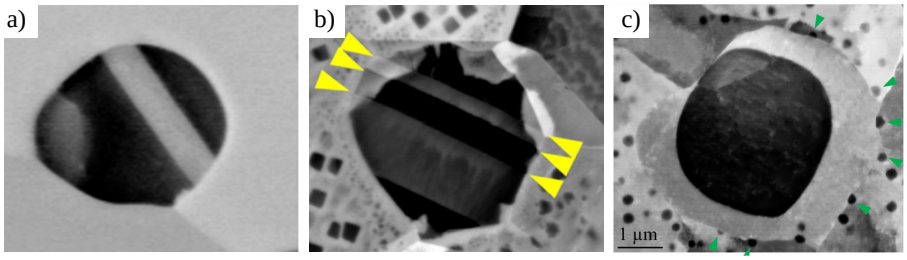



**Figure 4.21** – *Processus de la recristallisation en hétéroépitaxie. a) Précipité $\gamma\prime$ primaire après deux heures de traitement à 1050 °C suivi d'une trempe à l'eau. b) Précipité $\gamma\prime$ primaire après deux heures de traitement à 1050 °C suivi d'un refroidissement à 5 °C/min. Un germe de phase $\gamma$ s'est formé autour du précipité. Les flèches jaunes signalent des macles traversantes $\gamma/\gamma\prime$. c) Grain hétéroépitaxié observé à 1040 °C /0,01 $s^{-1}$ ($\epsilon = 0,2$). L'enveloppe de phase $\gamma$ a grandi en dissolvant les précipités secondaires autour (flèches vertes). Figures tirées de [70].*

La composition d'équilibre de la phase $\gamma\prime$ évolue avec la température (Figure 4.22/a). Lors

d'un refroidissement lent depuis une température élevée, la composition du précipité évolue donc pour se rapprocher de sa composition d'équilibre : les éléments $\gamma$-gène tels que le chrome et le cobalt sont évacués vers la périphérie du précipité via le réseau de dislocations à l'interface $\gamma/\gamma\prime$ (Figure 4.22/b). Cependant, les raisons pour lesquelles les éléments $\gamma$-gène évacués forment un embryon de phase $\gamma$ cohérent avec le précipité au lieu de diffuser dans la matrice environnante ne pas sont pas encore comprises. L'hypothèse pour le moment avancée est qu'il y aurait une ségrégation chimique à l'interface embryon/matrice qui empêcherait les éléments $\gamma$-gène de diffuser dans la matrice.

La recristallisation en hétéroépitaxie peut entrer en interaction avec les autres types de recristallisation mentionnés dans les paragraphes précédents. Il a notamment été vu par Charpagne et al. que les grains hétéroépitaxiés sont bien visibles jusqu'à 0,60 de déformation et qu'au delà ils se font consommer par des grains DDRX moins écrouis que les grains hétéroépitaxiés car nouvellement germés. En effet, à la différence des grains DDRX qui se renouvellent de façon cyclique, aucun germe de recristallisation en hétéroépitaxie n'est formé pendant la déformation.

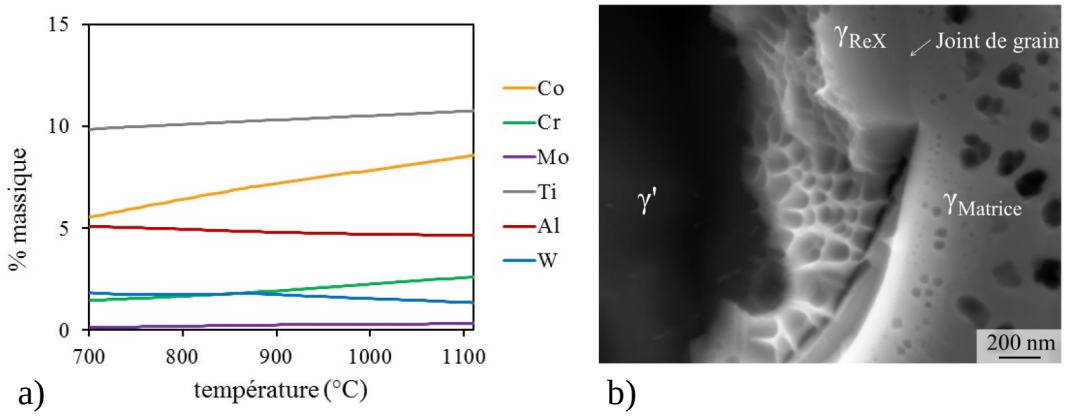



**Figure 4.22** – *Échange entre les phases $\gamma$ et $\gamma\prime$. a) Évolution de la composition de la phase $\gamma\prime$ de l'alliage René65 en fonction de la température. Calcul Thermocalc. b) Réseau de dislocations à l'interface entre un précipité primaire et son enveloppe de phase $\gamma$ cohérente. Observations faite dans l'alliage René65, échantillon attaqué à l'eau Régale. Figures tirées de [70].*

L'élément important qui rend la recristallisation en hétéroépitaxie possible est le très faible écart entre le paramètre de maille des phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ [12]. C'est ce très faible écart de paramètre de maille qui permet à l'enveloppe de phase $\gamma$ de pousser en parfaite cohérence avec le précipité qu'elle entoure, alors même que ce précipité mesure plusieurs microns de large. Ainsi, la recristallisation en hétéroépitaxie a déjà été mise en évidence dans plusieurs superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ de faible écart de paramètre de maille : René65, Udimet720, Udimet720Li, RR1000 et AD730$^{TM}$ [70]. Ceci pousse à penser que ce type de recristallisation est généralisable à toute la classe des superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ de faible écart de paramètre de maille.

## 4.3 Conclusion

Trois types de recristallisation dynamique sont attendus lors des essais de compression subsolvus définis au Chapitre 3 :

— La recristallisation dynamique discontinue (DDRX)
— La recristallisation dynamique continue (CDRX)
— La recristallisation en hétéroépitaxie (HERX)

En effet, la recristallisation dynamique discontinue est le mécanisme de recristallisation dynamique le plus souvent rapporté dans la littérature pour les superalliages base nickel déformés à haute température. Par ailleurs, l'observation de l'état billette montre que les mécanismes de recristallisation (dynamique) continue et de recristallisation en hétéroépitaxie peuvent se produire dans l'alliage AD730$^{TM}$ (Figure 4.23). D'une part, le découpage des grains sous-structurés en petites cristallites faiblement désorientées entre elles (Chapitre 2 et Figure 4.23/b) et l'observation de sous-grains en périphérie des grains restaurés (Figure 4.24) évoquent de la recristallisation continue. Le fait que la désorientation des cristallites des grains sous-structurés soit à peu près uniforme sur tout le grain laisse aussi penser que toutes les cristallites sont apparues en même temps, comme pour le premier mécanisme de CDRX décrit Section 4.1.3. D'autre part, des enveloppes de phase $\gamma$ peuvent être identifiées autour des précipités des grains restaurés et des grains sous-structurés, attestant donc de recristallisation en hétéroépitaxie (flèches vertes sur la Figure 4.23). En effet, les vitesses de refroidissement obtenues lors de refroidissements industriels à l'air sont typiquement comprises entre 20 et 40 $^{\circ}$C/min, ce qui est tout à fait compatible avec les conditions de formation de l'embryon de phase $\gamma$ nécessaire à la recristallisation en hétéroépitaxie [70].

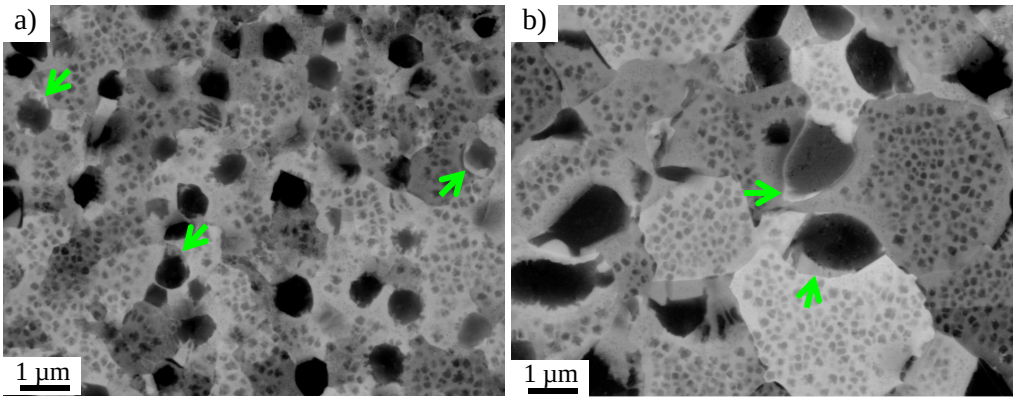



**Figure 4.23** – *CDRX et HERX observées à la périphérie de la billette 8 pouces. a) Précipitation dans un grain restauré. b) Précipitation dans un grain sous-structuré. Les flèches vertes mettent en évidence des enveloppes autour des précipités qui s'apparentent à de la recristallisation en hétéroépitaxie.*

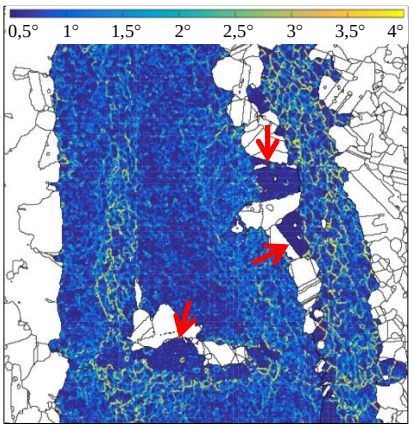



**Figure 4.24** – *KAM calculé aux 1$^{ers}$ voisins dans des grains restaurés de C12 (Pas de mesure : 0,3 µm). C12 après 20 minutes de traitement thermique à 1070 $^{\circ}$C. Les flèches rouges mettent en évidence des sous-grains situés en périphérie des grains restaurés. Ces sous-grains ne se sont pas formés pendant le traitement thermique de 20 minutes à 1070 $^{\circ}$C mais étaient déjà présents dans la billette à l'état reçu.*

# Chapitre 5

# Évolutions des grains équiaxes pendant/suivant la déformation

Les conditions d'essais ont été présentées au Chapitre 3. La réalisation d'une trempe à l'eau rapide après déformation permet de figer la microstructure et ainsi d'analyser les évolutions dynamiques de microstructure. Dans ce chapitre, seules les évolutions dynamiques et post-dynamiques des zones équiaxes sont présentées, celles des grains restaurés font l'objet d'un autre chapitre (Chapitre 6).

## 5.1 Mécanismes de recristallisation dynamique des grains équiaxes

Dans les zones équiaxes, des bandes de grains dynamiquement recristallisés apparaissent aux niveaux des joints de grains initiaux (Figure 5.1/c). Ces grains dynamiquement recristallisés sont bien plus petits que les grains initiaux ce qui conduit à la formation d'une structure en collier dont l'épaisseur est un peu plus large que celle des zones de déplétion observées dans l'état initial (Figure 5.1/a). Par ailleurs, contrairement aux grains initiaux, les grains dynamiquement recristallisés ne comportent pas de précipités secondaires. La recristallisation dynamique s'accompagne donc de la dissolution d'une partie de la précipitation des grains initiaux mais sans re-précipitation dans les grains nouvellement recristallisés. Ne reprécipitant pas, les éléments $\gamma\prime$-gène dissouts (notamment Ni, Al, Ti) doivent ségréger aux joints de grains [94–96], ou peut-être sur les dislocations [97, 98].

Les grains dynamiquement recristallisés qui forment la structure en collier sont issus de trois types de recristallisation. Tout d'abord, l'observation de grains recristallisés maclés aux joints des grains initiaux (Figure 5.1/e) est un indice de recristallisation dynamique discontinue (DDRX - Chapitre 4). Ces grains DDRX mesurent environ 2 microns de diamètre. D'autre part, la cartographie de désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain Figure 5.1/e met en évidence, à l'intérieur de grains équiaxes initiaux, des sous-grains qui ont restauré et qui sont dépourvus de précipités secondaires (flèches noires). Ces sous-grains sont situés proches d'un joint de grains ou d'un sous-joint généré par la déformation. Ceci montre qu'il se produit aussi un peu de recristallisation dynamique continue (CDRX) à $1070\,^{\circ}\,\mathrm{C}/10^{-2}s^{-1}$ dans les grains équiaxes. Et dans le cas présent, la restauration nécessaire à la formation des sous-grains CDRX s'accompagne d'une dissolution locale des précipités secondaires. Enfin, de la recristallisation en hétéroépitaxie est également visible autour des précipités primaires après déformation. Les macles traversantes $\gamma/\gamma\prime$ sont des indices de la cohérence des deux phases (Figure 5.1/d,f).

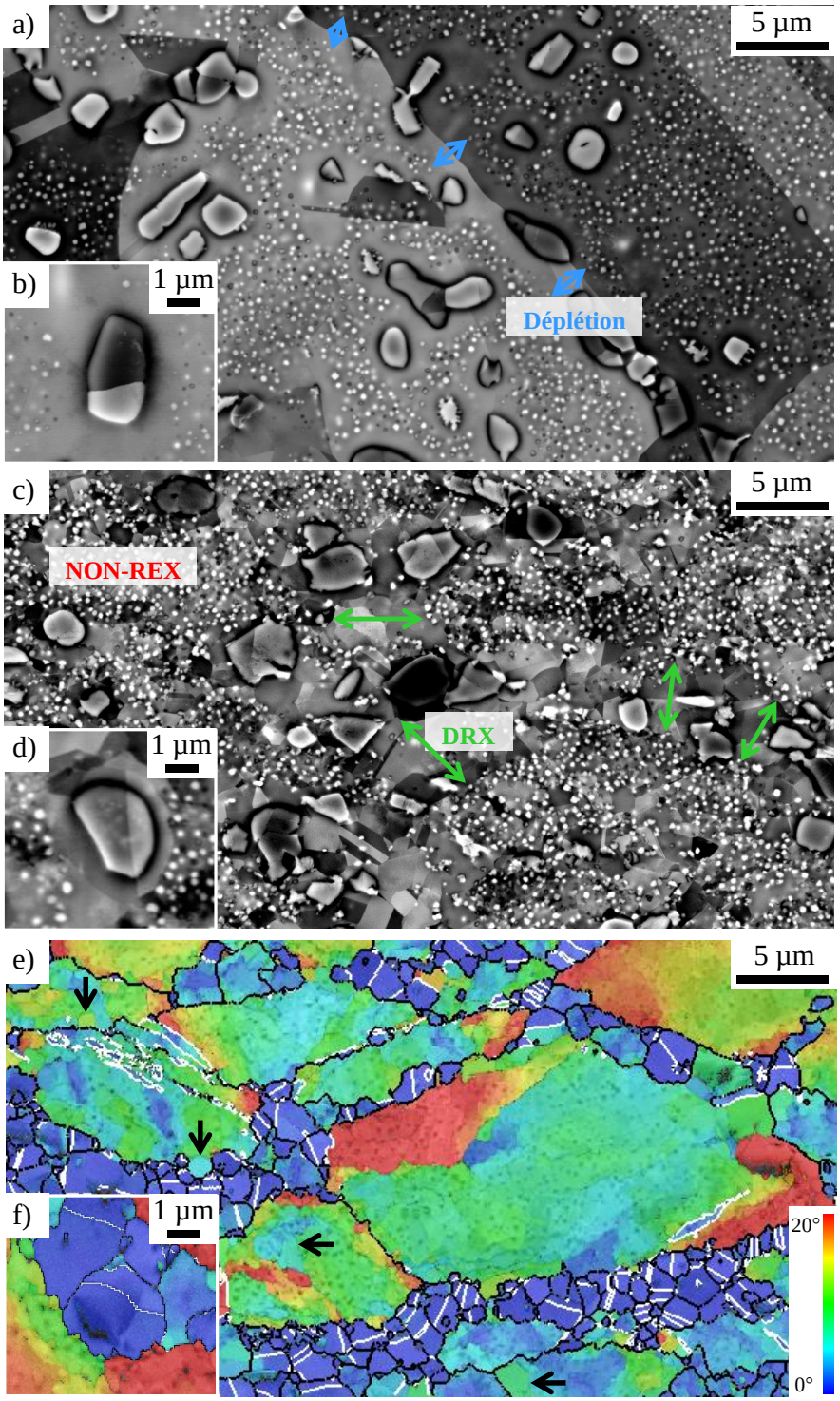



**Figure *5.1*** – *Mécanismes de recristallisation dynamique des grains équiaxes. a) C12 avant déformation (20 minutes à 1070 ˚C). Les flèches bleues mettent en évidence des zones dépourvues de précipités γ′ secondaires au niveau des joints de grains (zones de "déplétion"). b) C8 avant déformation (20 minutes à 1070 ˚C). Zoom sur un précipité γ′ primaire. c) C12 après déformation (Def-1070, R1 - $\epsilon \approx 1,70$). Les flèches vertes mettent en évidence des zones dynamiquement recristallisées au niveau d'anciens joints de grains. d) C8 après déformation (Def-1070, R0,25). Zoom sur un grain hétéroépitaxié. e) et f) C12 après déformation (Def-1070, R1 - $\epsilon \approx 1,70$). EBSD - désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, joints de grains en noir, joint de macles en blanc (tolérance 8,66 ˚). Les flèches noires mettent en évidence des sous-grains qui ont restauré (car d'orientation uniforme) et qui sont dépourvus de précipités secondaires.*

Des grains hétéroépitaxiés ont été observés après déformation pour toutes les conditions d'essais, même celles qui impliquent un traitement thermique à 1070 ° C avec trempe à l'eau avant déformation (Figure 5.2). Or, d'après la littérature [70], les embryons de HERX "disparaissent" aux températures élevées (par exemple 1050 ° C dans le cas de l'alliage René 65) et se re-forment par transformation de phase lors d'un refroidissement lent. Ainsi, après une trempe à l'eau depuis un traitement de deux heures à 1070 ° C, aucun embryon de HERX n'est attendu dans la microstructure. La première raison qui peut être avancée pour expliquer la croissance de grains hétéroépitaxiés après une trempe à l'eau est que les embryons de HERX qui se sont développés en dynamique se sont formés pendant la chauffe du pion dans le four de compression. En effet, suite à l'ouverture du four nécessaire à l'introduction du pion, la remontée à 1070 ° C des outils grand diamètre (et donc du pion de compression) se fait à une vitesse d'environ 6 ° C/min. Lors de cette montée lente en température, la composition des précipités n'est pas à l'équilibre (car figée à 1070 ° C par la trempe à l'eau) et de la diffusion d'éléments $\gamma$-gène des précipités vers leur périphérie pourrait se produire conduisant alors à des embryons de HERX. La deuxième raison qui peut être avancée est que le traitement de deux heures à 1070 ° C n'est pas suffisant pour faire totalement disparaître les embryons de phase $\gamma$ autour des précipités primaires. En effet, s'il est certain que, d'après les travaux de Charpagne et al. [70], l'épaisseur de l'enveloppe de phase $\gamma$ diminue avec la montée en température, il est en revanche difficile de statuer à partir de quelle température et de quel temps de maintien l'enveloppe n'existe vraiment plus. Car les observations faites jusqu'à maintenant [70] sont tributaires de la résolution de la microscopie électronique à balayage (Figure 5.3).

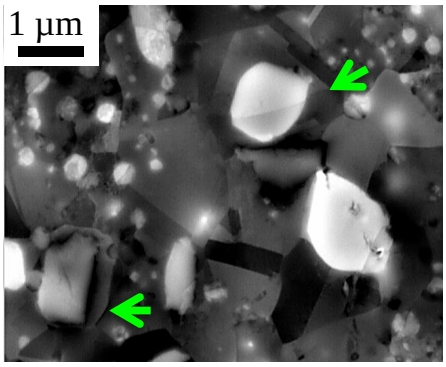



**Figure *5.2*** – *Grains hétéroépitaxiés mis en évidence par des flèches vertes et observés pour la condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 (R1).*

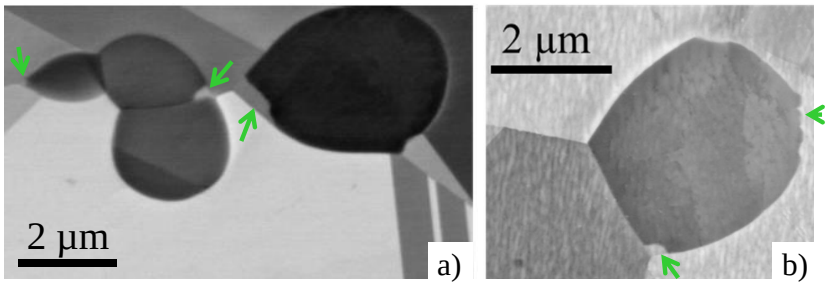



**Figure *5.3*** – *Précipités primaires à haute température. Observations faites dans l'alliage René65. a) Précipité primaire après un traitement d'une heure à 1070 ° C suivi d'une trempe eau. b) Précipité primaire après un traitement d'une heure à 1060 ° C suivi d'une trempe à eau. Les flèches vertes mettent en évidence ce qui pourrait être des embryons de phase $\gamma$ autour des précipités primaires. Figures tirées de [70].*

Afin de quantifier l'avancement de la recristallisation dynamique, les grains dynamiquement recristallisés sont identifiés sur une cartographie EBSD de champ $388,7 \times 303,3\ \mu m^2$ avec un pas de mesure de 0,3 $\mu$m (Figure 5.4). Le champ et le pas de mesure sont le résultat d'un compromis entre un temps d'acquisition raisonnable, une donnée statistique malgré les hétérogénéités de taille de grains initiales, et une description correcte des grains DRX qui ne mesurent que quelques microns seulement. La méthode consiste à calculer le *GAM* des grains de la cartographie (Figure 5.4/a). Ensuite, les grains restaurés ou sous-structurés sont manuellement [1] isolés des grains équiaxes et la représentation du *GAM* des grains équiaxes en fonction de la fraction surfacique correspondante (Figure 5.4/b) permet de dégager deux populations de grains équiaxes. Ces deux populations sont séparées par une valeur de GAM seuil et correspondent aux grains DRX et aux grains équiaxes non recristallisés. La fraction de grains dynamiquement recristallisés $F_{DRX}$ est alors définie par :

$$F_{DRX} = \frac{A_{DRX}}{A_{DRX} + A_{NonRex}} \tag{5.1}$$

où $A_{DRX}$ est l'aire des grains dynamiquement recristallisés et $A_{NonRex}$ l'aire des grains équiaxes non recristallisés. Parfois, certains grains équiaxes isolés ne sont pas pris en compte dans le calcul de la fraction dynamiquement recristallisée car leur écrouissage n'est pas représentatif de celui des grains environnants (grains équiaxes blancs Figure 5.4/c). Par ailleurs, cette méthode pour discriminer les grains DRX est efficace seulement si les distributions de *GAM* des grains DRX et des grains non recristallisés sont suffisamment distinctes. Cette condition a été vérifiée dans le cas de la compression en une passe, de sorte que l'intervalle de confiance qui peut être attribué à la fraction dynamiquement recristallisée est de l'ordre de 5% (i.e. $f \pm 0,05$). En revanche, pour la compression double-passe aux déformations élevées (R0,75 et R1), la superposition des distributions de *GAM* rend la méthode moins efficace (ceci sera illustré Section 5.5).

1. Une fois la microstructure déformée il n'est plus possible d'isoler les grains restaurés et sous-structurés seulement sur la base de leur *GAM* puisque des grains équiaxes déformés peuvent aussi avoir un *GAM* élevé. Pour les différencier il faut regarder la précipitation intragranulaire qui transparaît sur le contraste de bande des cartographies EBSD puisque les précipités $\gamma\prime$ sont légèrement en relief à la surface de l'échantillon.

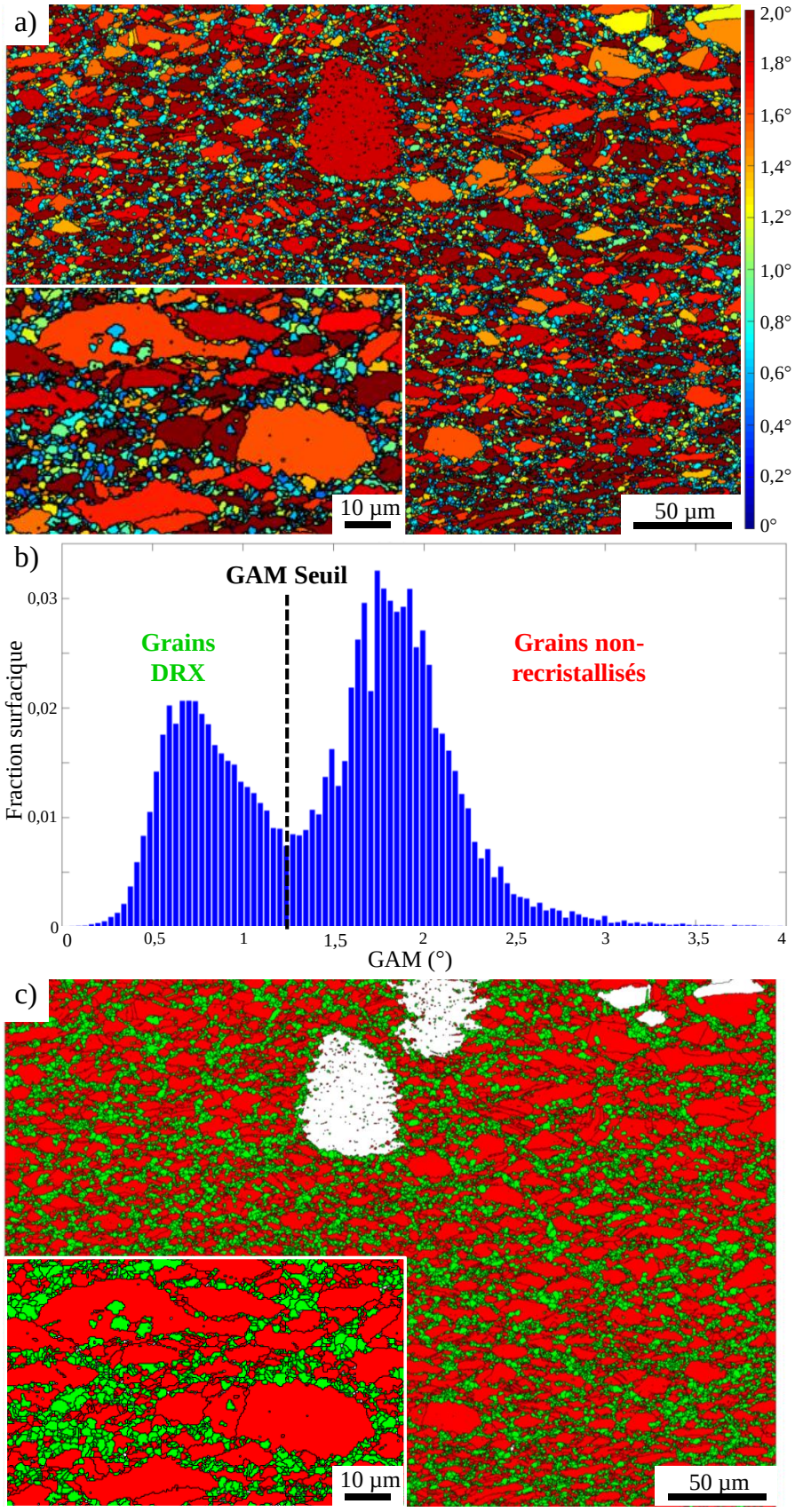



**Figure 5.4** – *Méthode pour séparer les grains DRX des grains équiaxes non recristallisés. Cartographie EBSD réalisée après déformation appliquée à C12 (TTh-1070-2h/Def-1070, R1 - $\epsilon \approx 1,70$). Champ : $388,7 \times 303,3$ $\mu m^2$, pas de mesure : 0,3 $\mu$m. a) Cartographie de GAM. b) Distribution surfacique du GAM. Une valeur de GAM seuil permet de séparer les grains DRX des grains non recristallisés. c) Les grains DRX définis par le GAM seuil sont représentés en vert, les grains équiaxes non recristallisés sont représentés en rouge. Les grains non pris en compte dans le calcul de la fraction recristallisée (dont grains restaurés et sous-structurés) sont représentés en blanc.*

## 5.2 Compression en une passe : lien entre rhéologie et précipitation

La rhéologie des microstructures C12 et C8 est étudiée via la compression de pions droits. Du fait de la rigidité du montage de la machine de compression (Chapitre 3), la hauteur finale du pion écrasé est un peu plus grande que la hauteur théorique, c'est-à-dire la hauteur qui résulterait purement du déplacement de l'outil entré en consigne. Cet écart à la hauteur théorique peut un peu varier selon les essais. Afin de pouvoir comparer au mieux les efforts enregistrés pour les différents essais, une variation de hauteur effective du pion $\mid \Delta h_{pion} \mid$ est calculée via la formule suivante :

$$\mid \Delta h_{pion}(t) \mid = \mid \Delta h_{total}(t) \mid - \frac{\mid F(t) \mid}{k} \tag{5.2}$$

où *F(t)* est l'effort mesuré à l'instant $t$ et $k$ est la rigidité de la machine pour l'essai considéré. $k$ est estimée à partir de l'écart entre la hauteur finale théorique et la hauteur finale effective du pion. La déformation vraie $\epsilon_{macro}$ et la contrainte vraie (ou contrainte d'écoulement) $\sigma_{macro}$ sont ensuite calculées de façon classique à partir de $\mid \Delta h_{pion} \mid$ :

$$\epsilon_{macro}(t) = -\ln(\frac{h_0 - \mid \Delta h_{pion}(t) \mid}{h_0}) \tag{5.3}$$

$$\sigma_{macro}(t) = \frac{1}{\pi.r_0^2}.\frac{h_0 - \mid \Delta h_{pion}(t) \mid}{h_0}.\mid F(t) \mid \tag{5.4}$$

où $h_0$ et $r_0$ sont la hauteur et le rayon du pion à l'état initial.

Les essais de compression sur la microstructure C12 n'ont été réalisés qu'avec les outils de grand diamètre [1] (diamètre 80mm, Chapitre 3). Les courbes contrainte vraie / déformation vraie obtenues pour différentes conditions d'essais sur C12 sont représentées Figure 5.5. Ces courbes sont également comparées à la contrainte vraie donnée par la modélisation FORGE® de la compression du pion à 1070 °C/$10^{-2}s^{-1}$. Il ressort que les contraintes obtenues expérimentalement ont une forme très proche de celle de la modélisation FORGE®. La modélisation FORGE® retranscrit donc bien les phénomènes d'adoucissement qui se produisent dans l'alliage. Néanmoins, pour la microsctructure C12 les contraintes obtenues expérimentalement sont plus élevées de 75 MPa que celle donnée par la modélisation FORGE®. Figure 5.6 montre qu'une telle différence de contrainte ne peut venir d'une mauvaise estimation du coefficient de frottement $m$ (Chapitre 3). Cela dit, les essais thermomécaniques qui ont permis de calibrer la loi de comportement de type Hansel et Spittel du modèle FORGE® (Chapitre 3) ont été réalisés sur des échantillons d'une billette similaire à la billette 8 pouces de la présente étude. C'est pourquoi, la différence de contrainte observée entre C12 et la modélisation est attribuée à des paramètres microstructuraux différents, entre C12 et la microstructure utilisée pour calibrer le modèle.

D'autre part, il existe de petits écarts de contrainte entre les différentes conditions d'essais réalisées sur C12 : par rapport aux conditions Def-1070 et TTh-1070-2h-Ref_ 5 °/Def-1070, le pic de contrainte est en moyenne plus élevé de 15 MPa pour la condition TTh-1070-2h/Def-1070. Cette augmentation de contrainte ne peut être expliquée par une différence de taille de grains. En effet, il a été vu au Chapitre 3 que la taille de grains évolue peu au cours d'un maintien de deux heures à 1070 °C et que, si elle évolue, elle a plutôt tendance à augmenter. Or, une augmentation de la taille de grains devrait contribuer à diminuer la contrainte d'écoulement

1. Les outils de petit diamètre ont été mis en place à la fin du travail de thèse. De ce fait, toutes les conditions n'ont pu être réalisées avec ces outils.

d'après l'effet de *Hall-Petch*. L'effet de *Hall-Petch* relie en effet la limite d'élasticité $\sigma_y$ au diamètre moyen des grains $D$ par la formule suivante [83] :

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y.D^{-\frac{1}{2}} \tag{5.5}$$

Où $k_y$ est le coefficient de Hall-Petch et $\sigma_0$ une constante du matériau. Ainsi, un autre facteur que la taille de grains doit être envisagé pour expliquer la différence de 15 MPa. L'observation de la microstructure C12 ayant subi la condition TTh-1070-2h/Def-1070 (Figure 5.5/e) montre, dans les grains équiaxes non recristallisés, une population de précipités fins au milieu des précipités secondaires. Ces précipités fins mesurent environ 100 nanomètres de diamètre. Étant donné qu'ils ne sont pas visibles dans les grains dynamiquement recristallisés, les précipités fins sont nécessairement apparus pendant la chauffe du pion sur les outils de grand diamètre. En effet, la trempe à l'eau réalisée en fin de traitement thermique pré-déformation a figé la microstructure dans son état à 1070 ˚C, et c'est pourquoi la matrice se retrouve sursaturée en éléments $\gamma\prime$-gène lors de la lente remontée en température des outils de grand diamètre (remontée à 1070 ˚C depuis 1040 ˚C à une vitesse de 6 ˚C/min). Cette sursaturation se traduit par la formation de précipités fins dans la matrice.

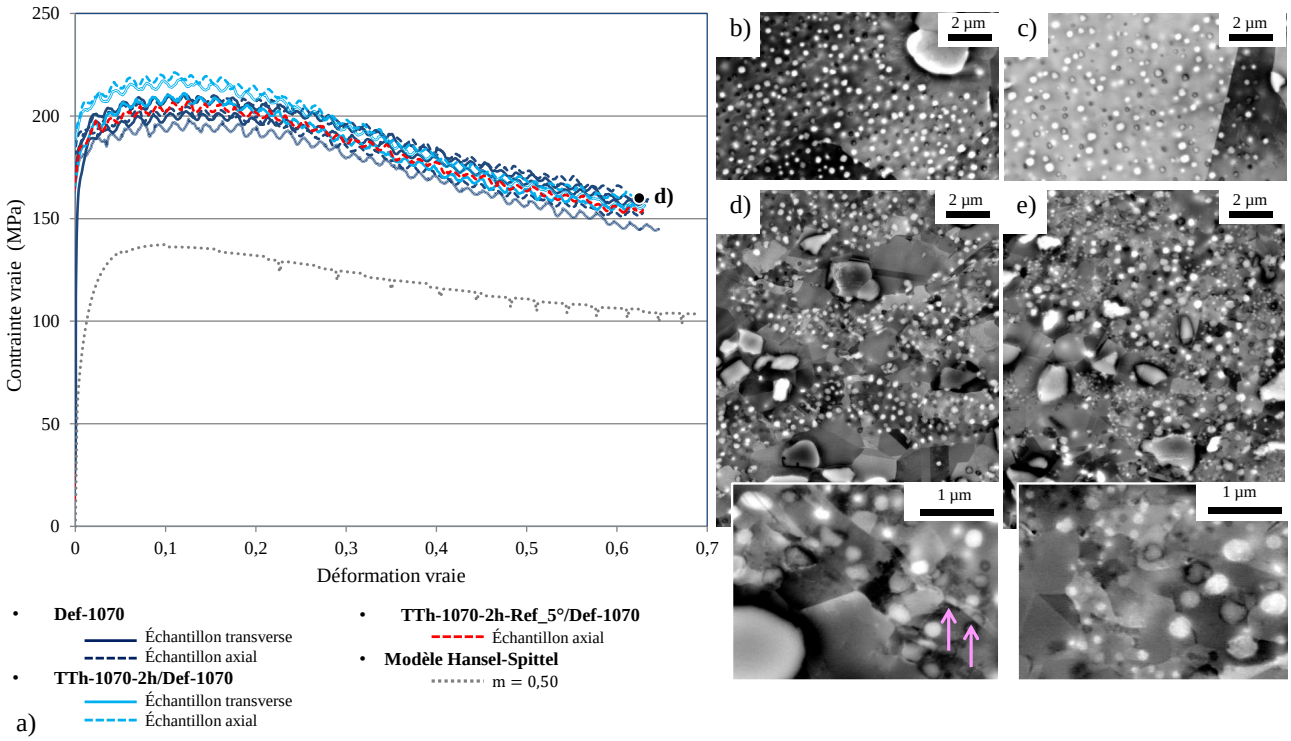



**Figure 5.5** – *Rhéologie de la microstructure C12 à 1070 ˚C. a) Courbes contrainte vraie / déformation vraie obtenues pour différentes conditions d'essais appliquées à C12. Tous les essais ont été réalisés avec les outils de compression de grand diamètre. b) C12 après un traitement thermique de 20 minutes à 1070 ˚C. c) C12 après un traitement thermique de 2 heures à 1070 ˚C. d) C12 condition Def-1070, observation de la microstructure au centre du pion droit. L'essai correspondant est signalé par "d)" sur la Figure a). Les flèches roses mettent en évidence des précipités secondaires cisaillés. e) C12 condition TTh-1070-2h/Def-1070.*

L'interaction des dislocations avec les précipités $\gamma\prime$ à un impact sur la limite d'élasticité d'un superalliage $\gamma$-$\gamma\prime$ [83] et donc sur la valeur de la contrainte d'écoulement. Figure 5.5/d montre du cisaillement de précipités secondaires induit par la compression. Or, étant donné la taille des précipités considérés, il peut être supposé que le cisaillement des précipités se fait selon un couplage fort des dislocations (Chapitre 4) et que dans ce cas la contribution du cisaillement à

la limite d'élasticité est proportionnelle à $(f/d)^{1/2}$, où $f$ et $d$ sont la fraction volumique et le diamètre des précipités. La contrainte associée à la formation des boucles d'Orowan est quand à elle inversement proportionnelle à l'espacement des précipités $L$. Ainsi, en faisant augmenter les quantités $(f/d)^{1/2}$ et $1/L$, l'apparition des précipités fins pour la condition TTh-1070-2h/Def-1070 augmente la résistance au cisaillement et au contournement des précipités, ce qui induit une augmentation de la contrainte d'écoulement de 15 MPa.

Une précipitation fine et dense est également observée pour la condition TTh-1090-8h/Def-1070 (Figure 5.7), car la microstructure figée par une trempe à l'eau depuis 1090 °C a ensuite été portée à 1070 °C pour la compression ce qui s'est traduit pas une sursaturation de la matrice. Et de la même façon que pour la condition TTh-1070-2h/Def-1070, il a été enregistré une augmentation de la contrainte d'écoulement avec cette microstructure.

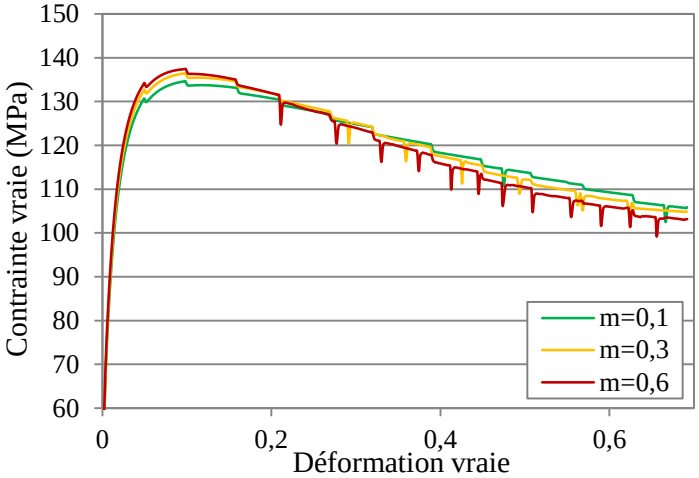



**Figure 5.6** – *Effet du coefficient de frottement sur la contrainte vraie. Courbe contrainte vraie / déformation vraie obtenues à partir de la simulation FORGE® pour trois coefficients de frottement différents.*

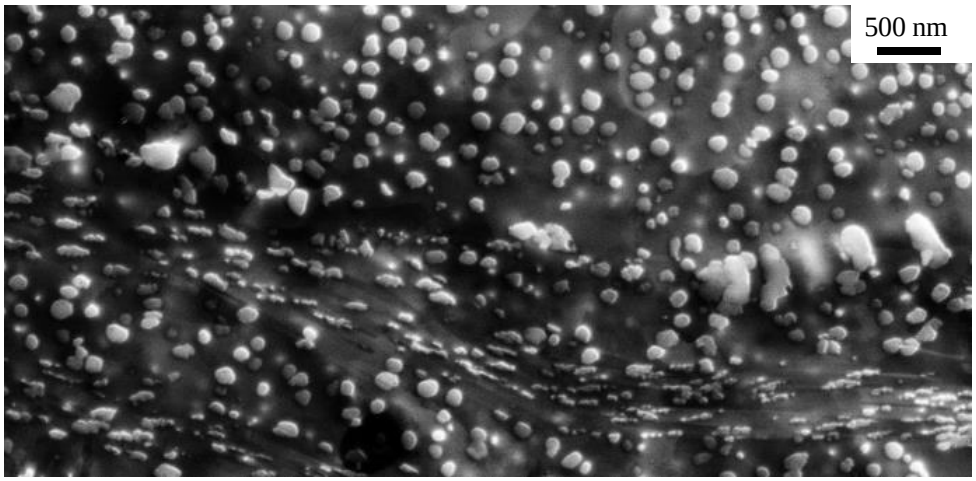



**Figure 5.7** – *Cisaillement de la précipitation intragranulaire fine. Image en électrons secondaires, C12 condition TTh-1090-8h/Def-1070 (R1 - $\epsilon \approx 1,70$).*

Les conditions d'essais appliquées à la microstructure C12 ont aussi été appliquées à la microstructure C8 mais cette fois sur les deux jeux d'outils de compression : les outils de grand

diamètre (80 mm) et les outils de petit diamètre (40 mm). Représentées Figure 5.8, les courbes contrainte vraie / déformation vraie obtenues pour C8 sont également comparées à la contrainte vraie issue de la modélisation FORGE®. Ces courbes ont toutes des formes très proches de celle observée pour la microstructure C12. Néanmoins, les niveaux de contrainte obtenus pour C8 varient grandement selon le jeu d'outils utilisé.

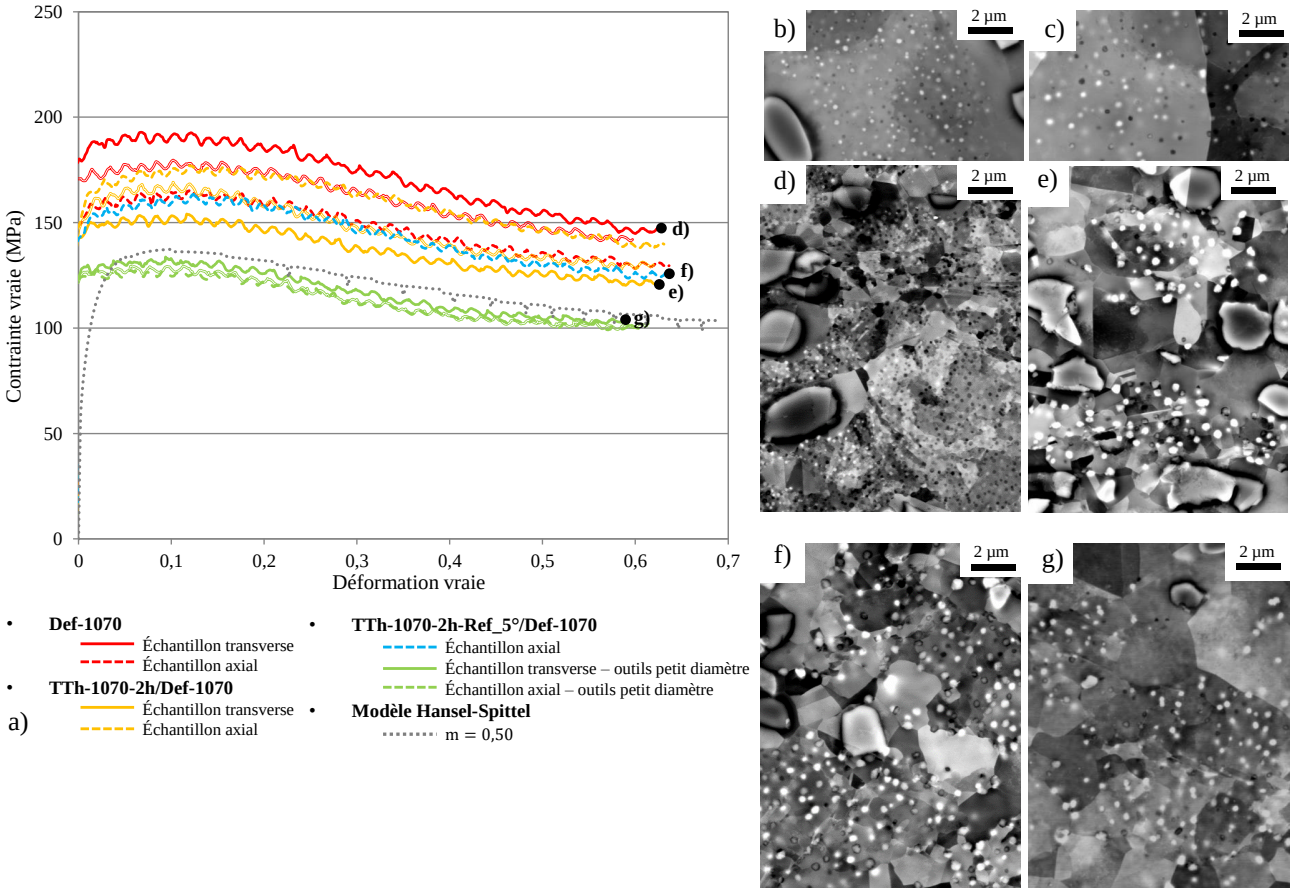



**Figure *5.8*** – *Rhéologie de la microstructure C8 à 1070 ° C. a) Courbes contrainte vraie / déformation vraie obtenues pour différentes conditions d'essais sur C8. Les courbes des essais réalisés avec les outils de compression de petit diamètre sont représentées en vert, les autres correspondent à des essais réalisés avec les outils de compression de grand diamètre. b) C8 après un traitement thermique de 20 minutes à 1070 °. c) C8 après un traitement thermique de 2 heures à 1070 °. d) C8 condition Def-1070. e) C8 condition TTh-1070-2h-Ref_5 °/Def-1070. f) C8 condition TTh-1070-2h/Def-1070. g) C8 condition TTh-1070-2h-Ref_5 °/Def-1070 avec les outils de petit diamètre. Les microstructures ont été observées au centre des pions droits. Les essais correspondants sont signalés par les lettres sur la Figure a).*

Pour les essais réalisés avec les outils de grand diamètre, les contraintes sont toujours plus élevées (d'environ 30 MPa) que celle prédite par la modélisation FORGE®. Toutefois, les contraintes sont moins élevées que celles obtenues pour C12 : il existe environ un facteur 1,25 entre les pics de contrainte des deux microstructures. A nouveau, la taille de grains ne peut pas justifier les écarts de contrainte observés entre C12 et C8 car la microstructure C12 a des grains équiaxes plus gros que ceux de la microstructure C8 (Chapitre 3). Par ailleurs, si la condition TTh-1070-2h/Def-1070 donne en moyenne des contraintes moins élevées que celles obtenues pour la condition Def-1070, une dispersion importante (d'environ 30 MPa) est visible pour une même condition d'essai. Une telle dispersion de contrainte pour une même condition n'avait pas été relevée pour C12 (Figure 5.5).

Considérant les précipités secondaires des microstructures C12 et C8 observés après traitement thermique à 1070 ° C (Chapitre 3), les quantités $(f/d)^{1/2}$ et $1/L$ ont été calculées (Tableau 5.1). Il ressort qu'après 20 minutes de traitement à 1070 ° C la quantité $(f/d)^{1/2}$ est plus élevée d'un facteur 1,19 pour la microctructure C12. Par conséquent, si les distributions de précipités secondaires après traitement à 1070 ° C sont considérées, il est logique que la résistance au cisaillement soit plus forte pour C12 que pour C8, et donc que les niveaux de contraintes atteints lors des essais sur C12 soient plus élevés.

Néanmoins, comme montré Figure 5.8/b-e, la précipitation secondaire observée après déformation de la microstructure C8 peut être bien différente de celle observée après simple traitement thermique. Ainsi, il apparaît qu'avec les outils de grand diamètre, la précipitation secondaire de C8 réagit à l'étape de chauffe pré-déformation (i.e. chauffe dans le four de compression) de façon variable selon les essais. Or, d'après la Figure 5.8, la précipitation obtenue à l'issue de la chauffe pré-déformation est directement corrélée à la contrainte d'écoulement mesurée : plus les précipités intragranulaires sont nombreux et proches les uns des autres (i.e. ratios $f/d$ et $1/L$ grands), plus la contrainte d'écoulement est élevée. Ce sont donc ces variations de précipitation intragranualaire qui sont responsables de la dispersion de 30 MPa observée pour une même condition d'essai appliquée à C8. Ces variations de précipitation s'expliquent par le fait que, malgré les précautions prises, les chauffes pré-déformation ne sont pas exactement répétables d'un essai à l'autre. Tout d'abord car le temps d'ouverture du four nécessaire à l'introduction du pion n'est pas exactement identique d'un essai à l'autre (l'écart de temps est de l'ordre de quelques dizaines de secondes). Ceci affecte la température de l'outil à la fermeture du four ainsi que sa remontée en température. Deuxièmement, comme évoqué au Chapitre 3, les essais sont réalisés pour un gradient de température entre l'outil du haut et l'outil du bas inférieur ou égal à 10 ° C. Ainsi, entre différents essais il existe des petites variations de la température effective de compression, comprise entre 1065 et 1075 ° C. Enfin, le temps de chauffe peut également varier de quelques minutes notamment pour permettre la diminution du gradient de température entre les deux outils. Ces variations expérimentales qui sont difficilement contrôlables ont un grand impact sur la précipitation secondaire fine de C8 qui évolue très vite à une température aussi proche du solvus que 1070 ° C (Chapitre 3). En revanche, pour la précipitation secondaire de C12 qui est plus grossière, ces variations ont peu d'influence, d'où une dispersion de contrainte plus faible pour une même condition d'essai.

| Quantité | C12 équiaxe | C8 équiaxe | Ratio C12/C8 |
|---|---|---|---|
| $(f/d)^{1/2}$ $(\mu m^{-1/2})$ | 0,708 | 0,597 | 1,19 |
| $1/L$ $(\mu m^{-1})$ | 2,547 | 2,414 | 1,06 |

***Tableau 5.1*** *– Valeurs des quantités $(f/d)^{1/2}$ et $1/L$ calculées pour les précipités secondaires des grains équiaxes (C12 et C8) après traitement de 20 minutes à 1070 ° C.*

L'objectif de la condition d'essai Def-1070-2h-Ref_ 5 ° /Def-1070 était de rendre la précipitation secondaire plus stable aux petites variations expérimentales en la faisant grossir via un refroidissement lent de 5 ° C/min après traitement thermique à 1070 ° C. En obtenant des précipités secondaires plus gros mais également plus espacés, l'autre idée était de faire diminuer la contrainte d'écoulement en diminuant la résistance au cisaillement et au contournement des précipités, et ainsi de voir s'il est possible de s'approcher de la contrainte de la modélisation FORGE®. Or, l'application de cette condition d'essai à C8 a donné des contraintes d'écoulement beaucoup plus faibles avec les outils de petit diamètre qu'avec les outils de grand diamètre (Figure 5.8). En effet, la contrainte obtenue pour la condition Def-1070-2h-Ref_ 5 ° /Def-1070 avec les outils de grand diamètre est finalement similaire à celles obtenues pour la condition

TTh-170-2h-/Def-1070 avec les outils de grand diamètre. A l'inverse, les contraintes obtenues avec les outils de petit diamètre sont beaucoup plus proches de la contrainte donnée par la modélisation FORGE® (écart inférieur à 10 MPa) et même inférieures à celle-ci. De plus, les contraintes d'écoulement obtenues avec les outils de petit diamètre montrent aussi une dispersion très faible (de l'ordre de 6 MPa) pour cette condition d'essai. L'observation des microstructures déformées (Figure 5.8/f-g) semble montrer une précipitation un peu plus éparse et fine pour les essais réalisés avec les outils de petit diamètre que pour les essais réalisés avec les outils de grand diamètre. Cette différence de précipitation est attribuée aux vitesses de chauffe différentes des deux jeux d'outils. En effet, à cause de leur taille les outils de petit diamètre présentent moins d'inertie, ce qui fait qu'ils se refroidissent plus vite lors de l'ouverture du four mais aussi qu'ils remontent plus vite en température. Or, comme la vitesse de refroidissement, la vitesse de chauffe a un impact sur la distribution des précipités [14]. De plus, du fait de la remontée en température plus rapide, le temps de maintien effectif à 1070 ° C plus est aussi un plus long avec les outils de petit diamètre. Ceci affecte également la distribution de la précipitation intragranulaire et donc la contrainte d'écoulement.

Enfin, pour terminer les considérations rhéologiques, il peut être remarqué à partir des essais sur C12 (outils de grand diamètre) et sur C8 (outils de petit diamètre) qu'aucune différence significative de contrainte d'écoulement n'a été observée entre les échantillons transverses et axiaux (Figure 5.5/a et Figure 5.8/a). Ceci montre que le comportement rhéologique de l'alliage à l'état billette est isotrope, contrairement à ce qui peut être observé sur l'état lingot [87].

## 5.3 Compression en une passe : lien entre recristallisation et précipitation

La distribution de la précipitation secondaire des grains équiaxes influe non seulement sur la valeur de contrainte d'écoulement mais aussi sur le processus de recristallisation dynamique. En effet, la précipitation fine qui peut se former pour les conditions d'essai impliquant un traitement thermique avec trempe à l'eau avant la compression a une grande influence sur la microstructure déformée (Figure 5.9 et Figure 5.11). En présence de cette précipitation fine, le processus de recristallisation dynamique est retardé et le *GAM* des grains non recristallisés est augmenté (sauf dans le cas présenté Figure 5.11/d). Un *GAM* plus élevé signifie que les grains comportent davantage de sous-structures et/ou que les sous-structures sont davantage désorientées entre elles. La précipitation fine apparaît donc comme un obstacle à la restauration du matériau.

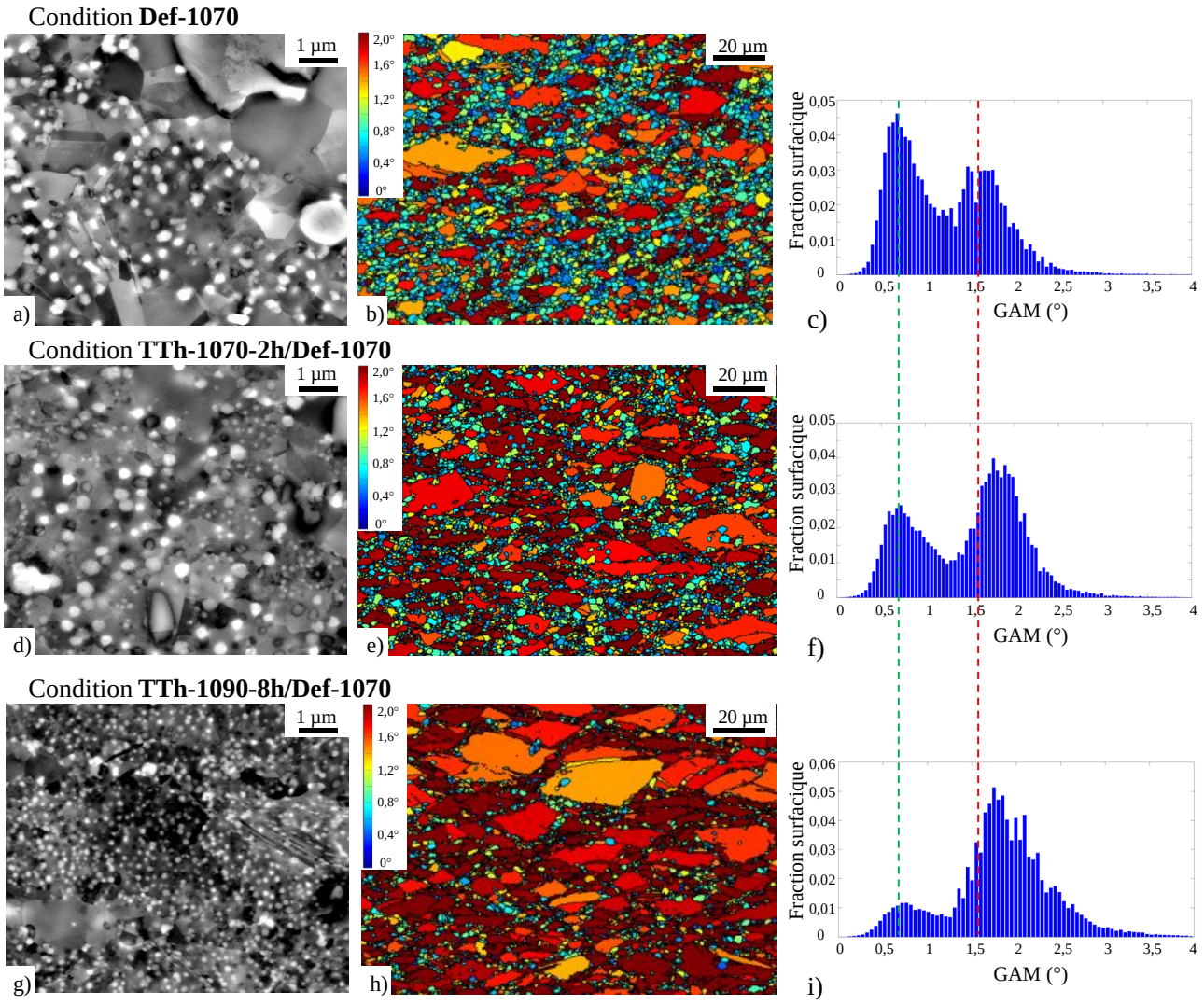



**Figure 5.9** – *Effet de la précipitation intragranulaire sur la microstructure déformée - Microstructure C12 (pion biconique, position R1 - $\epsilon \approx 1,70$). a), d) et g) Observations de la précipitation dans les grains équiaxes. b), e) et h) Cartographies de GAM. c), f) et i) Distribution surfacique du GAM.*

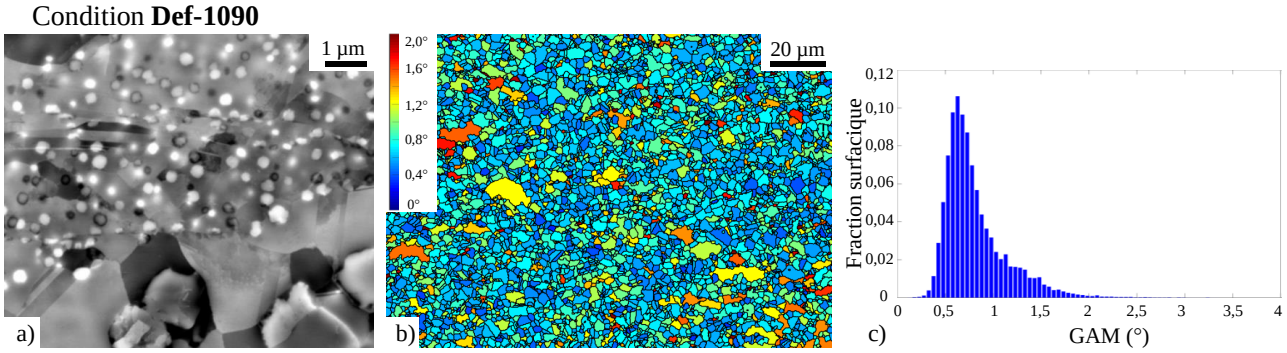



**Figure 5.10** – *Condition d'essai Def-1090 - Microstructure C12 (pion biconique, position R1 - $\epsilon \approx 1,70$). a) Observations de la précipitation dans les grains équiaxes*[1]*. b) Cartographie de GAM. c) Distribution surfacique du GAM.*

1. Du fait de la puissance du four, la remontée à 1090 °C est plus lente que celle à 1070 °C et la chauffe de 25 minutes n'a pas suffi à dissoudre tous les précipités secondaires (comme observé au Chapitre 3).

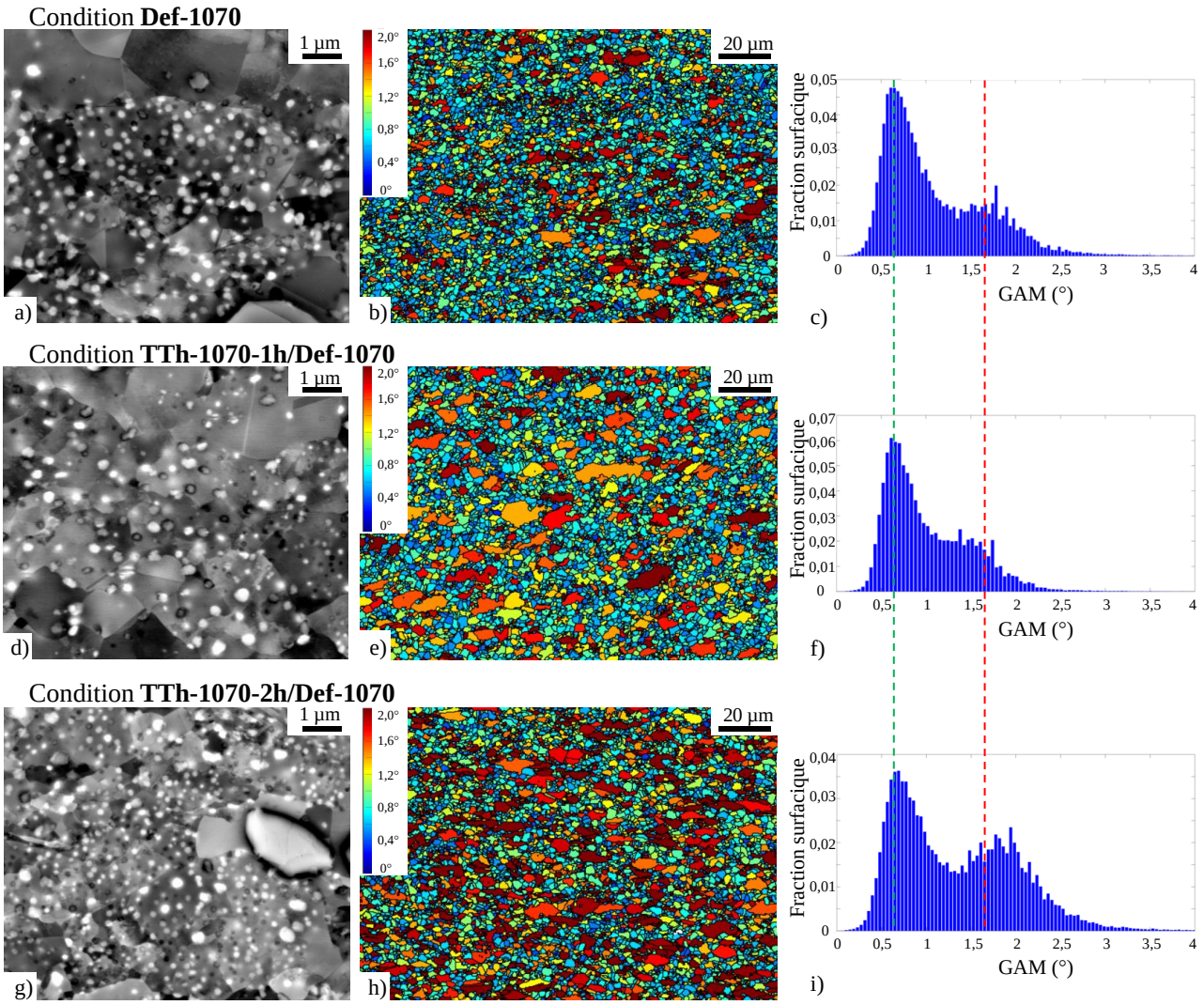



**Figure *5.11*** – *Effet de la précipitation intragranulaire sur la microstructure déformée - Microstructure C8 (pion biconique, position R1 - $\epsilon \approx 1,70$). a), d) et g) Observations de la précipitation dans les grains équiaxes. b), e) et h) Cartographies de GAM. c), f) et i) Distribution surfacique du GAM.*

Les tracés des fractions dynamiquement recristallisées en fonction de la déformation équivalente sont présentés Figure 5.12. Dans la littérature, ce type de tracé conduit classiquement à des courbes en "S" [73, 74, 99]. Cette courbe en "S" débute à partir d'une déformation critique qui est nécessaire à l'initiation de la recristallisation. La déformation critique dépend de la taille de grains et des conditions de déformation (vitesse et température) [73, 74]. La courbe en "S" traduit des vitesses de recristallisation dynamiques qui varient selon les niveaux de déformation : après une phase de progression lente aux faibles déformations, la fraction dynamiquement recristallisée s'accélère puis ralentit à nouveau dans une dernière phase où elle rejoint le plateau de l'état stationnaire (i.e. état où 100% de la microstructure est dynamiquement recristallisés). Ici, cependant, une forme un peu différente de la courbe en "S" classique est mise en évidence : l'amplitude gagnée pendant la phase d'accélération de la recristallisation est assez faible de sorte que, quand la fraction dynamiquement recristallisée ralentit, elle est encore très loin des 100% recristallisés. Ainsi, les 100% de recristallisation dynamique ne sont jamais atteints sur les niveaux de déformation des pions biconiques. Ce ralentissement précoce de la fraction dynamiquement recristallisée est attribué à la présence des précipités intragranulaires, qui gênent les mécanismes de recristallisation dynamique. En effet, en présence de

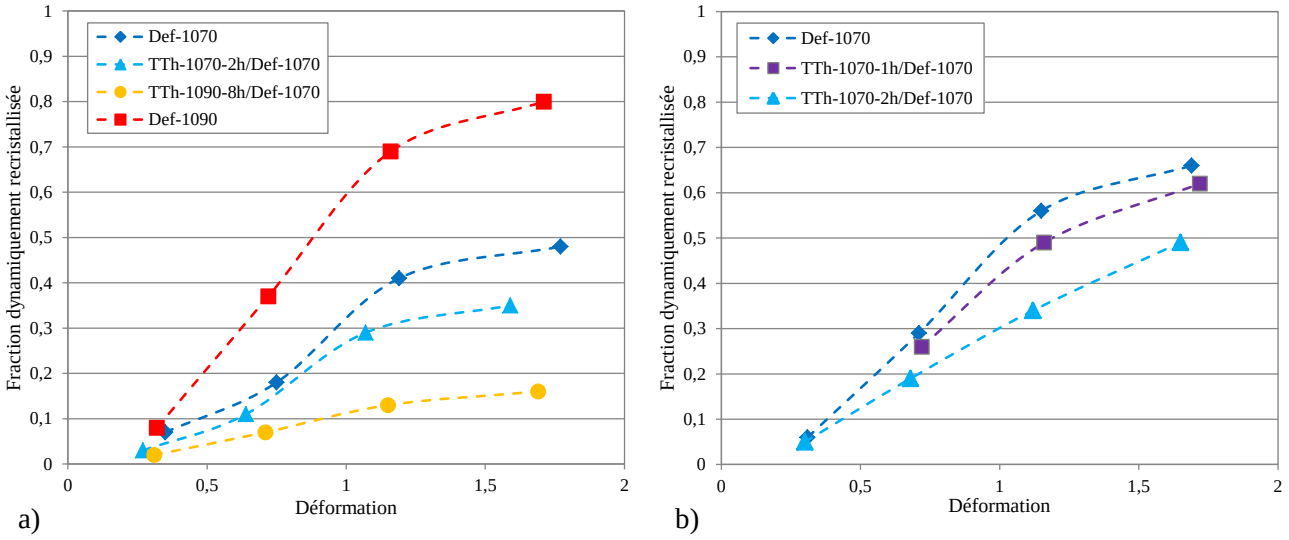



**Figure *5.12*** – *Fraction dynamiquement recristallisée en fonction de la déformation équivalente. a) Conditions d'essais appliquées à C12. b) Conditions d'essais appliquées à C8.*

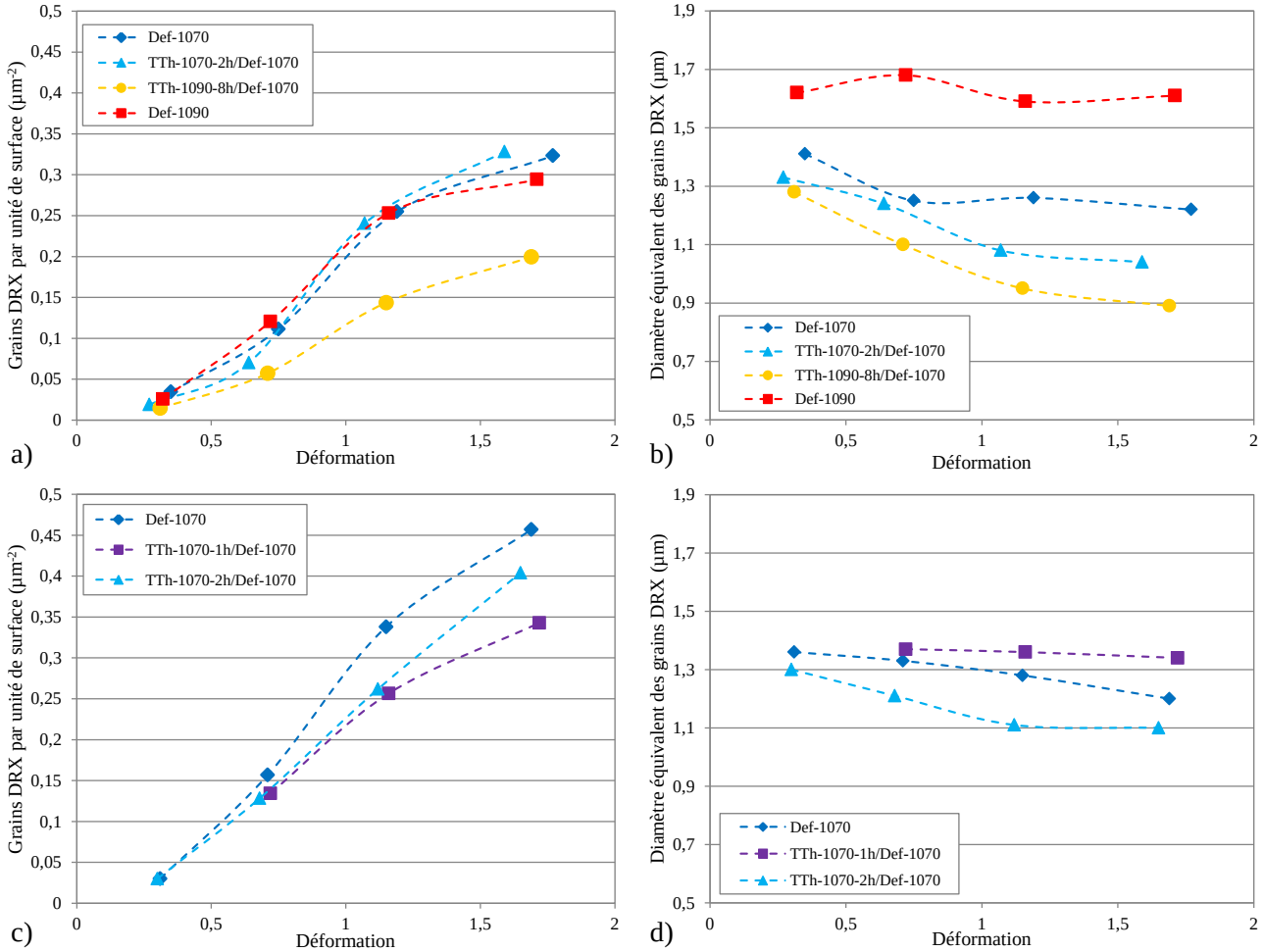



**Figure *5.13*** – *Caractéristiques des grains dynamiquement recristallisés en fonction de la déformation équivalente. Nombre de grains DRX par unité de surface et diamètre équivalent des grains DRX. a) et b) : conditions d'essais appliquées à C12. c) et d) : conditions d'essais appliquées à C8.*

précipitation fine liée à la sursaturation de la matrice pendant la chauffe (Figure 5.12 condi-

tions TTh-1070-1h/def-1070, TTh-1070-2h/def-1070 et TTh-1090-8h/def-1070), les cinétiques de recristallisation sont plus lentes. A l'inverse, la cinétique établie pour la condition Def-1090 appliquée à C12 (Figure 5.12/a) montre bien l'effet accélérateur de l'augmentation de la température de déformation sur la cinétique de recristallisation dynamique (Figure 5.10). Par ailleurs, pour une condition d'essai donnée, la fraction recristallisée est plus élevée pour C8 que pour C12.

L'analyse du nombre de grains DRX par unité de surface [1] et de la taille des grains DRX (prise comme le diamètre du disque équivalent sans fusion des macles [2]) permet de comprendre l'influence des différents paramètres sur le processus de recristallisation dynamique (Figure 5.13). Ainsi, la précipitation fine peut retarder de deux manières la recristallisation dynamique. Elle peut gêner la germination (TTh-1090-8h/Def-1070 C12, TTh-1070-1h/Def-1070 C8, TTh-1070-2h/Def-1070 C8) et/ou gêner la croissance des grains DRX (TTh-1090-8h/Def-1070 C12, TTh-1070-2h/Def-1070 C12 et C8). La gêne de la germination est attribuée au fait que la restauration (nécessaire aux mécanismes de germination - Chapitre 4) se produit plus difficilement en présence de précipités. La gêne de la croissance des grains DRX est attribuée aux forces de freinage qui s'exercent sur les joints du fait de la présence de précipités ($P_{SZ}$, $P_{Diss}$ et $P_{SD}$, Chapitre 4). D'autre part, plus la précipitation fine gêne la croissance des grains DRX, plus la taille des grains DRX se stabilise lentement avec l'augmentation de la déformation (Figure 5.13/b).

Il apparaît qu'ici la cinétique accélérée déterminée pour la condition Def-1090 appliquée à C12 n'est pas due à une augmentation de la densité de germes mais juste à une augmentation de la taille des grains DRX. En effet, il est intéressant de noter que pour les conditions Def-1070, TTh-1070-2h/Def-1070 et Def-1090 appliquées à C12 les densités de germes sont identiques (Figure 5.13/a). Pour savoir si l'égalité des densités de germes à 1070 °C et à 1090 °C est fortuite ou si elle a un réel sens physique il faudrait réaliser d'autres essais de compression à différentes températures. Néanmoins, ce qui peut d'ores et déjà être dit c'est qu'une température de déformation plus élevée diminue l'écrouissage des grains et donc la force motrice pour la germination mais qu'en même temps, une température de déformation plus élevée rend les dislocations/sous-joints plus mobiles et les précipités secondaires plus faciles à dissoudre pour les joints de grains, ce qui peut faciliter la germination.

Enfin, pour une condition d'essai donnée, la taille des grains DRX est similaire entre C12 et C8 mais le nombre de grains DRX est toujours plus élevée pour C8. Ceci est cohérent avec la différence de taille de grains initiale (Chapitre 3) : les grains équiaxes de C8 étant initialement plus petits, ils offrent plus de surface de joints de grains et donc plus de sites potentiels de germination que la microstructure C12 initiale (Figure 5.14).

1. Les grains restaurés et sous-structurés sont exclus de la surface totale.
2. Le seuil de *GAM* choisi pour identifier les grains DRX peut attribuer un cristal aux grains non recristallisés et sa macle aux grains DRX. C'est pourquoi les macles des grains DRX n'ont pu être fusionnées.

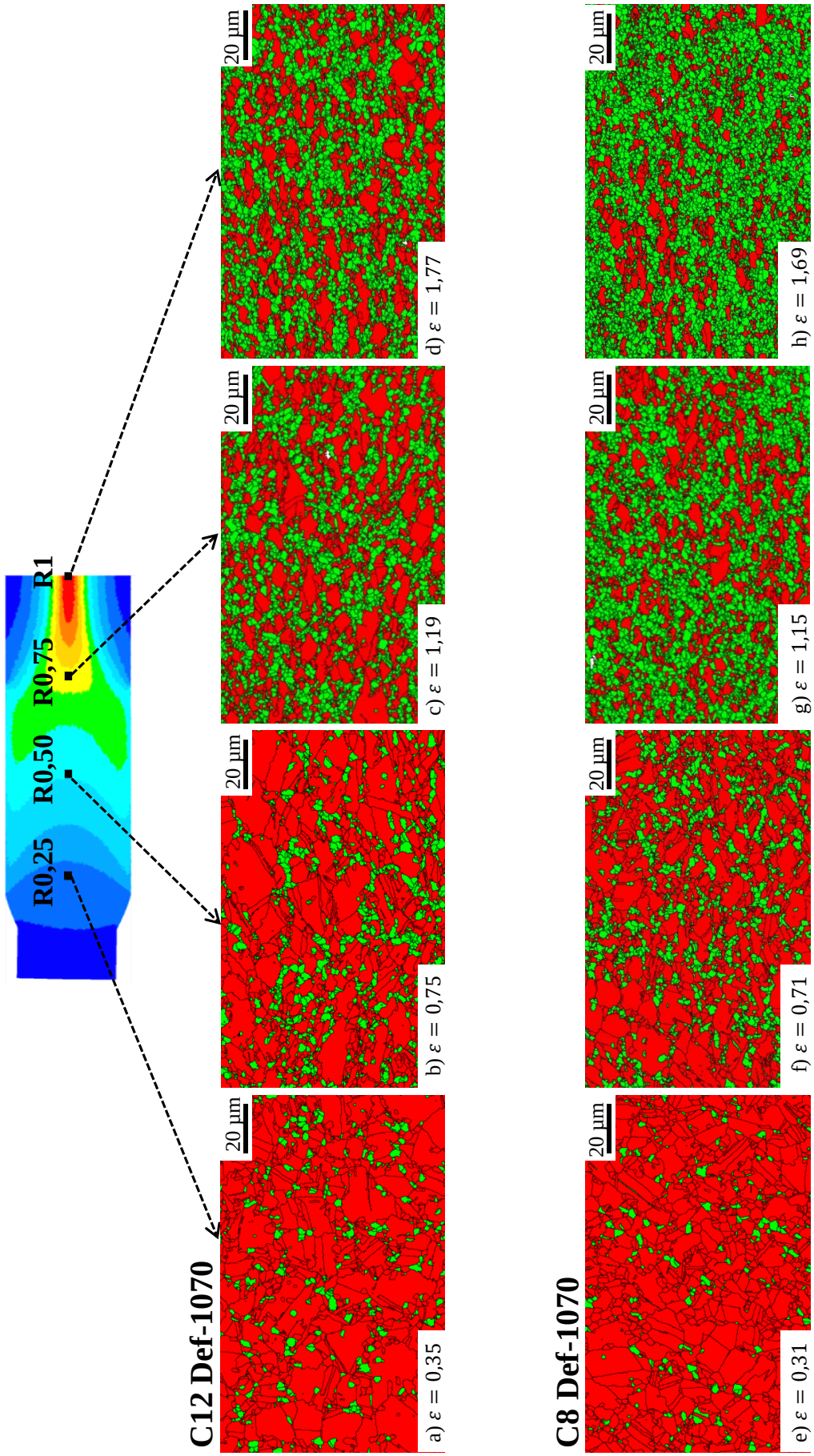



**Figure 5.14** – *Évolution de la microstructure en fonction de la déformation équivalente - états déformés et trempés à l'eau. De a) à d) : C12 condition Def-1070. De e) à h) : C8 condition Def-1070.*

## 5.4 Évolutions des grains équiaxes suivant la déformation

Pour mieux comprendre les évolutions de microstructure se produisant lors du refroidissement à l'air des pièces industrielles (évolutions post-dynamiques), la compression simple passe à 1070 ˚C/$10^{-2}$ $s^{-1}$ a également été suivie d'un refroidissement à 20 ˚C/min (procédé décrit au Chapitre 3). Cette condition d'essai est appelée Def-1070-Ref_20 ˚.

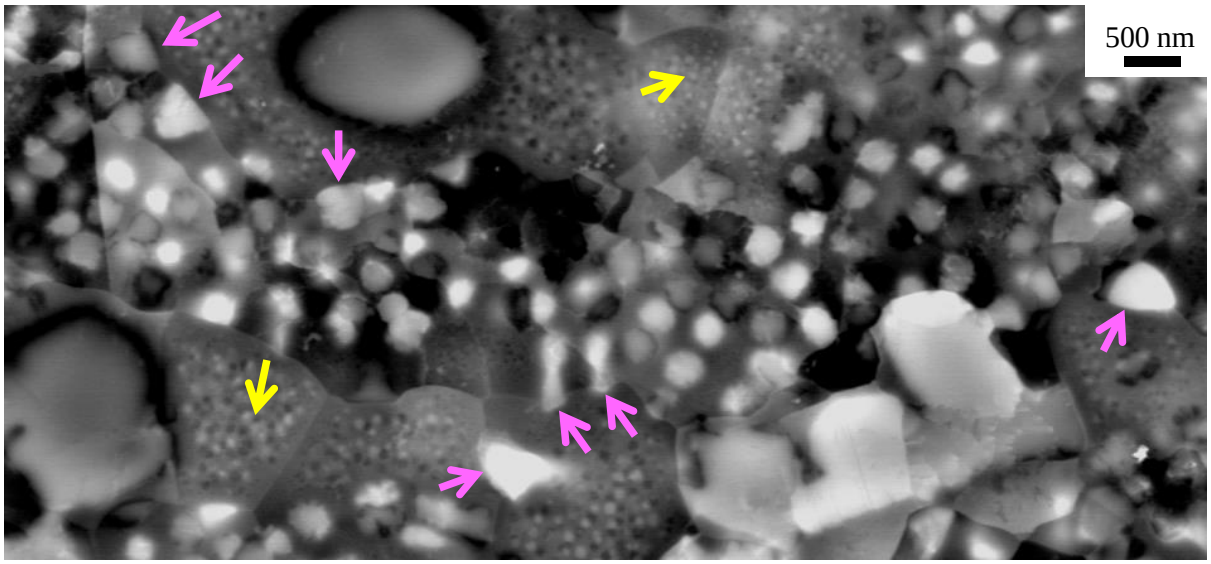



**Figure *5.15*** – *Observation de la précipitation dans les zones équiaxes après refroidissement à 20 ˚C/min. Condition Def-1070-Ref_20 ˚ appliquée à C12, R1 - $\epsilon \approx 1,70$. Les flèches roses mettent en évidence des précipités secondaires qui ont grossi plus que les autres car situées aux joints de grains, les flèches jaunes mettent en évidence la précipitation très fine formée dans les grains recristallisés.*

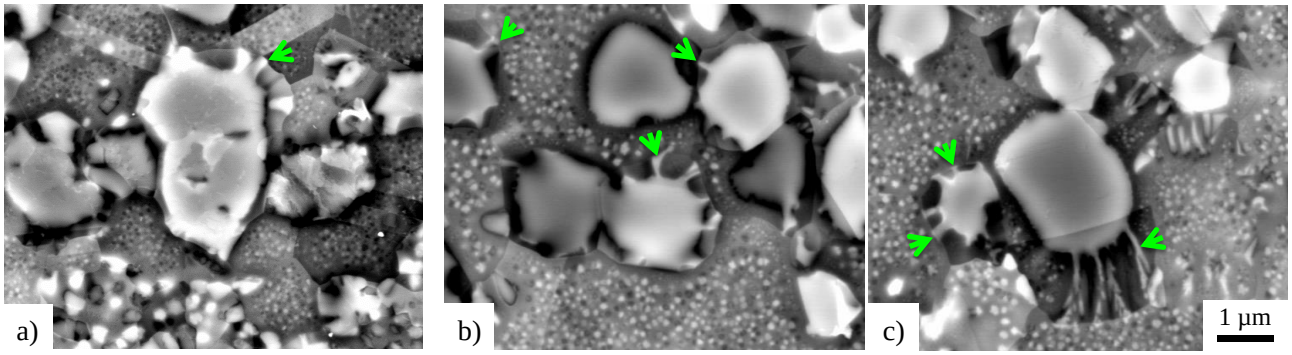



**Figure *5.16*** – *Évolution des grains hétéroépitaxiés lors d'un refroidissement lent. a) C12 condition Def-1070-Ref_20 ˚. b) et c) Observations faites dans un disque industriel matricé à 1050 ˚C puis refroidi à l'air. Les flèches vertes mettent en évidence des "branches" de phase $\gamma\prime$ reliant le joint du grain hétéroépitaxié au précipité qu'il contient.*

L'observation de la microstructure après refroidissement à 20 ˚C /min montre que dans les grains non recristallisés les précipités secondaires ont grossi et en particulier certains précipités situés sur des joints de grains (flèches roses Figure 5.15). La formation de gros précipités secondaires aux joints de grains soutient l'idée mentionnée à la Section 5.1 selon laquelle les éléments

$\gamma\prime$-gène ségrègent aux joints de grains suite à la dissolution de précipités par le front de recristallisation dynamique. D'autre part, dans les grains recristallisés une précipitation très fine (de l'ordre de 75 nanomètres de diamètre et en dessous) s'est formée (flèches jaunes Figure 5.15). Les grains hétéroépitaxiés font toutefois figure d'exception puisqu'un motif de précipitation bien particulier est observé dans ces grains après le refroidissement à 20 ° C/min. En effet, des "branches" de phase $\gamma\prime$ relient le joint du grain hétéroépitaxié au précipité à l'origine du grain hétéroépitaxié (flèches vertes Figure 5.16/a). Ce motif a aussi été observé dans des échantillons de pièces industrielles refroidies à l'air (flèches vertes Figure 5.16/b-c). Les "branches" de phase $\gamma\prime$ suggèrent qu'au cours du refroidissement à 20 ° C/min le précipité central a été alimenté en éléments $\gamma\prime$-gène ségrégés au joint du grain hétéroépitaxié. En effet, pour migrer lors de la déformation à 1070 ° C, le joint du grain hétéroépitaxié a dû dissoudre les précipités secondaires situés autour (Section 5.1). La communication du joint du grain hétéroépitaxié avec le précipité central est certainement rendue possible par le réseau de dislocations à l'interface du précipité (Chapitre 4).

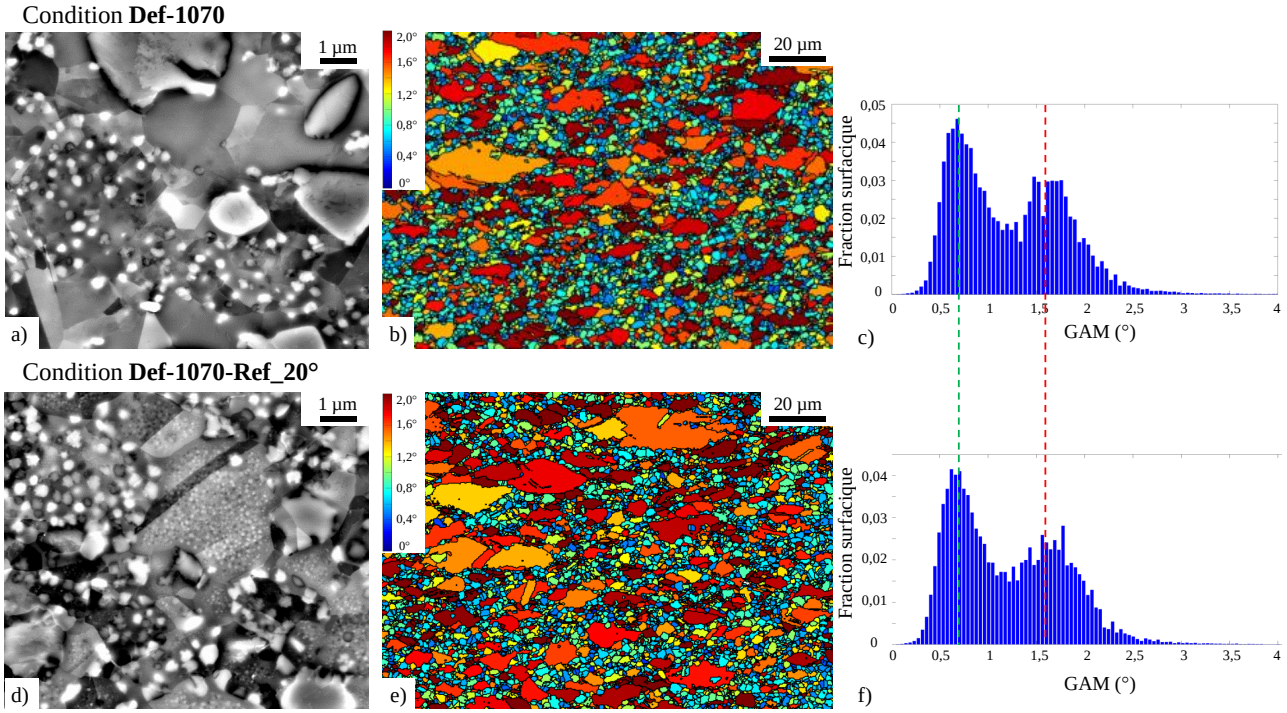



**Figure *5.17*** – *Effet du refroidissement à 20 ° C/min sur la microstructure déformée - Microstructure C12 (pion biconique, position R1 - $\epsilon \approx 1,70$). a) et d) Observations de la précipitation dans les grains équiaxes. b) et e) Cartographies de GAM. c) et f) Distribution surfacique du GAM.*

Après le refroidissement à 20 ° C/min, les niveaux de *GAM* des grains non recristallisés apparaissent quasiment identiques à ceux calculés pour l'état déformé avant le refroidissement (Figure 5.17/c,f). Il n'y aurait donc pas ou très peu de restauration des grains non recristallisés pendant le refroidissement à 20 ° C/min. Bien entendu ces résultats sont à considérer dans la limite de la résolution angulaire de la technique EBSD qui est de l'ordre de 0,75 ° , au mieux 0,50 ° C [49].

Les fractions recristallisées calculées après le refroidissement à 20 ° C/min sont très légèrement supérieures (+ 0,04 au maximum) à celles obtenues après trempe à l'eau (Figure 5.18). Cette augmentation étant dans l'incertitude de la méthode (Section 5.1), il est difficile de dire si elle correspond à une augmentation effective de fraction recristallisée. De même, les nombres

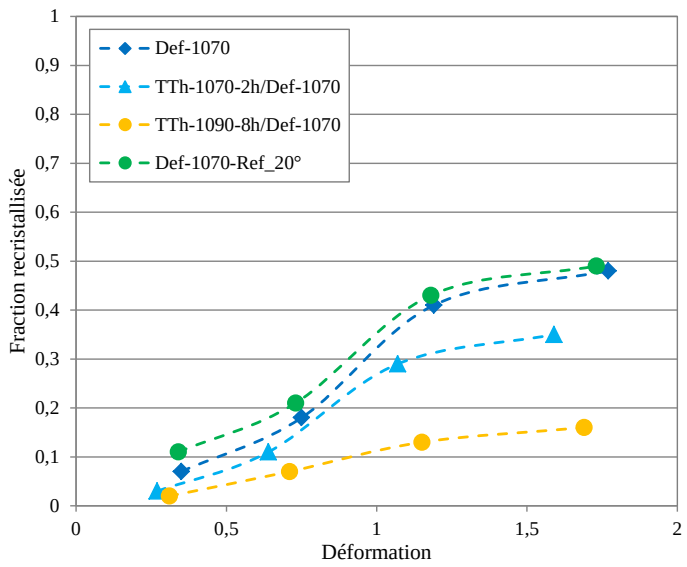



**Figure *5.18*** – *Fraction recristallisée après le refroidissement à 20 ˚C/min en fonction de la déformation équivalente. Conditions d'essais appliquées à C12.*

et tailles des grains recristallisés avant et après le refroidissement à 20 ˚C/min sont quasiment identiques (Figure 5.19). Il peut donc être conclu que, durant le refroidissement à 20 ˚C/min, la microstructure n'évolue que très peu. Ce peu d'évolution est attribué à la pression d'ancrage de Smith-Zener qu'exercent les précipités des grains non recristallisés sur les joints de grains.

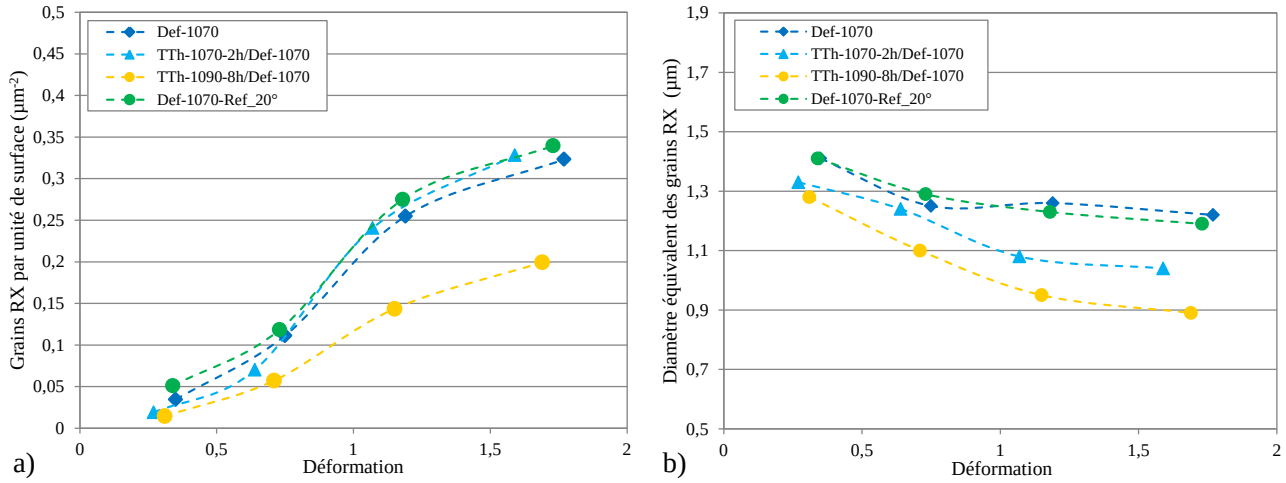



**Figure *5.19*** – *Caractéristiques des grains recristallisés avant et après le refroidissement à 20 ˚C/min en fonction de la déformation équivalente. Nombre de grains recristallisés par unité de surface et diamètre équivalent des grains recristallisés. Conditions d'essais appliquées à C12.*

## 5.5 Effet de la compression double-passe sur la recristallisation des grains équiaxes

L'objectif de la compression en deux passes est de vérifier si multiplier les passes de forgeage est intéressant pour diminuer les hétérogénéités de microstructure. Trois conditions de compression double-passe (Chapitre 3) ont été réalisées sur des pions biconiques.

Les efforts mesurés pour ces trois conditions sont comparés à ceux mesurés pour la compression simple passe Def-1070 (Figure 5.20). Un des intérêts du forgeage double-passe est de

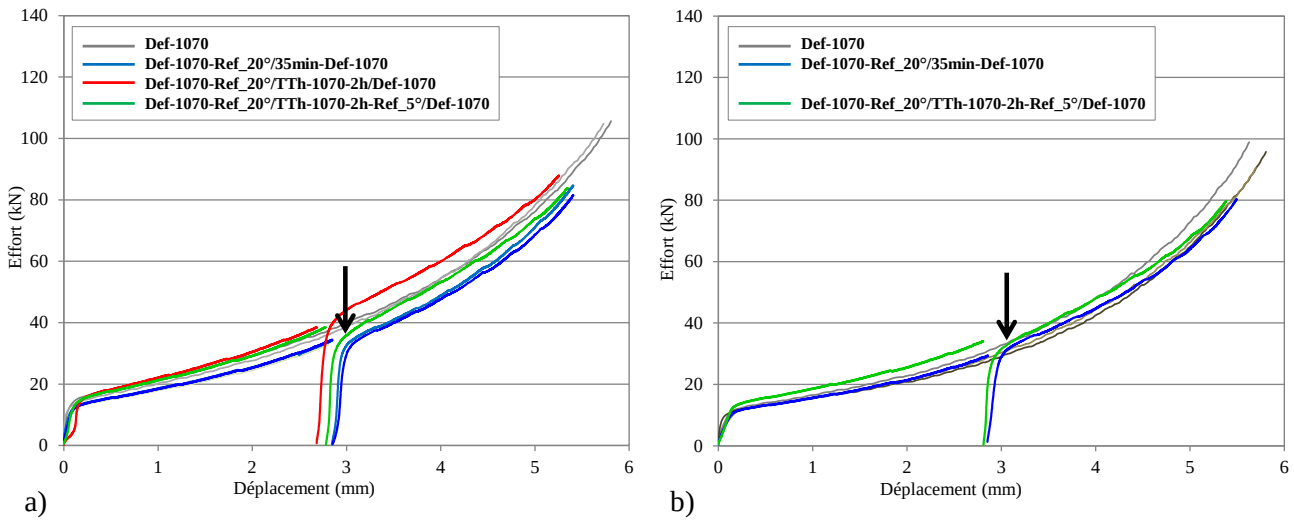



**Figure *5.20*** – *Efforts mesurés lors des compressions simple-passe et double-passe des pions biconiques - 1070 ° C/$10^{-2}s^{-1}$. a) Conditions d'essais appliquées à C12. b) Conditions d'essais appliquées à C8. Les flèches noires montrent pour la condition Def-1070-Ref_20 ° /TTh-1070-2h-Ref_5 ° /Def-1070 une diminution de l'effort associée à un adoucissement du matériau.*

pouvoir générer une recristallisation statique intermédiaire lors de la chauffe entre les deux passes. C'est cette recristallisation statique intermédiaire qui peut potentiellement aider à l'homogénéisation de la microstructure. Si cette recristallisation intermédiaire se produit, alors un adoucissement doit être visible sur la courbe d'effort entre la première et la deuxième passe. Or, pour la condition Def-1070-Ref_ 20 ° /35min-Def-1070, très peu d'adoucissement est observé entre la première et la deuxième passe de compression. Pour la condition Def-1070-Ref_ 20 ° /TTh-1070-2h/Def-1070, au contraire un durcissement entre la première et la deuxième passe est plutôt observé. Ce durcissement est attribué à la formation de précipitation fine au cours de la chauffe de la seconde passe dans le four de compression (Section 5.2) : en effet pour la condition Def-1070-Ref_ 20 ° /TTh-1070-2h/Def-1070 le traitement thermique à 1070 ° C réalisé entre les deux passes se termine par une trempe à l'eau. Enfin, la condition Def-1070-Ref_ 20 ° /TTh-1070-2h-Ref_ 5 ° /Def-1070 montre un adoucissement significatif entre la première et la deuxième passe. Le refroidissement de 5 ° C /min réalisé après le traitement thermique intermédiaire de 2 heures à 1070 ° C a permis de stabiliser la précipitation et ainsi d'empêcher l'apparition de la précipitation fine lors de la rechauffe. Par conséquent, seule la condition Def-1070-Ref_ 20 ° /TTh-1070-2h-Ref_ 5 ° /Def-1070 a été étudiée en détail et sera désignée comme la condition d'essai "double-passe" dans la suite. Le Tableau 5.2 donne les déformations vues par les points R0,25/R0,50/R0,75/R1 à l'issue de la première et de la deuxième passe de compression.

| Position finale | R0,25 | R0,50 | R0,75 | R1 |
|---|---|---|---|---|
| Déformation 1$^{ère}$ passe | 0,09 | 0,18 | 0,50 | 0,72 |
| Déformation 2$^{ème}$ passe | 0,27 | 0,64 | 1,07 | 1,59 |

***Tableau 5.2*** – *Déformations vues par les points R0,25/R0,50/R0,75/R1 à l'issue de la première passe puis de la seconde passe de compression. Calculs FORGE®.*

Les microstructures ayant subi la condition double-passe montrent trois types de grains équiaxes (Figure 5.21 et Figure 5.22). Chaque type est caractérisé par une distribution de

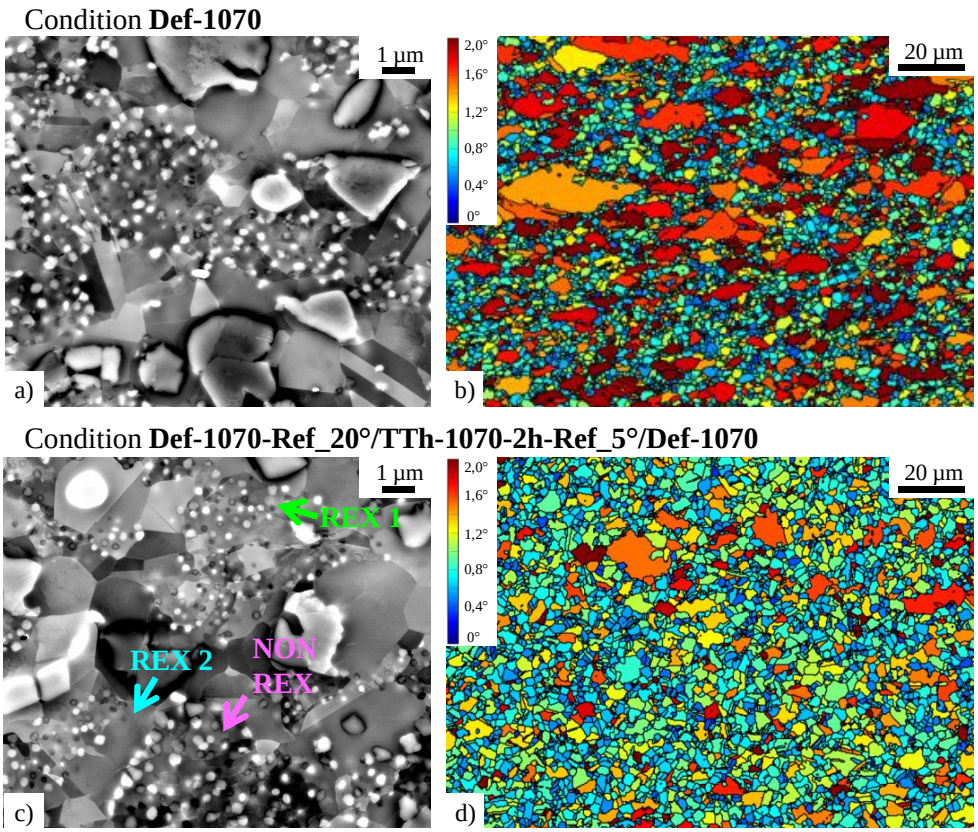



**Figure *5.21*** – *Effet de la compression double-passe sur la microstructure déformée - Microstructure C12 (pion biconique, position R1 - $\epsilon \approx 1,70$)). a) et c) Observations de la précipitation intragranulaire dans les grains équiaxes. b) et d) Cartographies de GAM.*

précipités intragranulaires spécifique. Ainsi, les grains équiaxes dépourvus de précipités correspondent aux grains recristallisés dynamiquement pendant la deuxième passe (grains *REX 2*). Les grains équiaxes montrant la précipitation la plus grossière correspondent aux grains non recristallisés issus des billettes initiales (grains *NON REX*). En effet, les précipités des grains non recristallisés n'ont pas été dissous durant tout le chemin thermomécanique réalisé à 1070 ° C. Ils ont même mûri une première fois pendant le refroidissement à 20 ° C /min qui suit la première passe de compression puis une deuxième fois pendant le refroidissement à 5 ° C/min qui termine le traitement thermique entre les deux passes. Le troisième type de grains équiaxes correspond à tous les grains qui ont recristallisé avant la deuxième passe de compression (grains *REX 1*) : les grains recristallisés dynamiquement pendant la première passe de forgeage, les grains qui auraient germé pendant le refroidissement à 20 ° C/min de la première passe et les grains qui auraient germé pendant le traitement thermique entre les deux passes. Les grains *REX 1* présentent des précipités plus petits que ceux des grains non recristallisés, ils sont apparus pendant le refroidissement de 5 ° C/min du traitement thermique intermédiaire.

Alors que les grains *NON REX* se sont écrouis pendant la première et la deuxième passe de compression, les grains *REX 1* se sont seulement écrouis pendant la deuxième passe. Par conséquent, trois distributions (en partie confondues) sont présentes sur les histogrammes de *GAM* dans le cas d'une compression double-passe : le *GAM* des grains *REX 1* est compris entre celui des grains *REX 2* et des grains *NON REX* (Figure 5.23). Néanmoins, il est intéressant de noter que les grains non recristallisés de la compression double-passe ne sont pas aussi écrouis que ceux de la compression en une passe. En effet, lors du traitement thermique entre les deux passes, les grains non recristallisés ont restauré et/ou leurs parties les plus écrouies ont été

consommées par les grains *REX 1*.

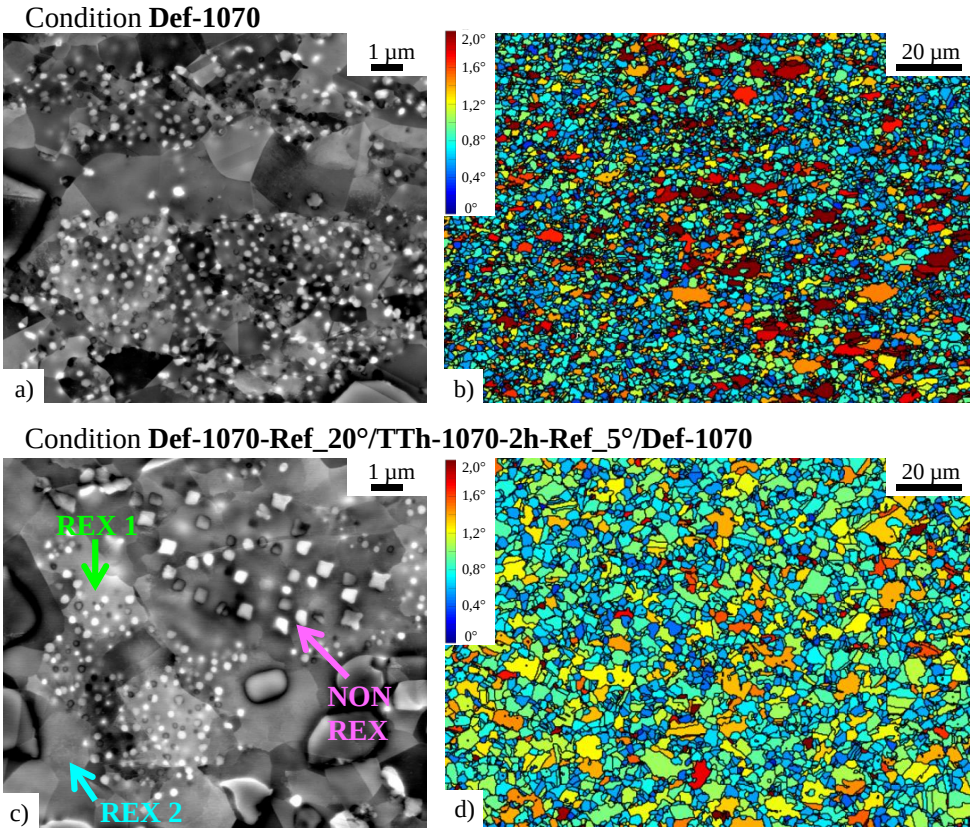



**Figure 5.22** – *Effet de la compression double-passe sur la microstructure déformée - Microstructure C8 (pion biconique, position R1 - $\epsilon \approx 1,70$). a) et c) Observations de la précipitation dans les grains équiaxes. b) et d) Cartographies de GAM.*

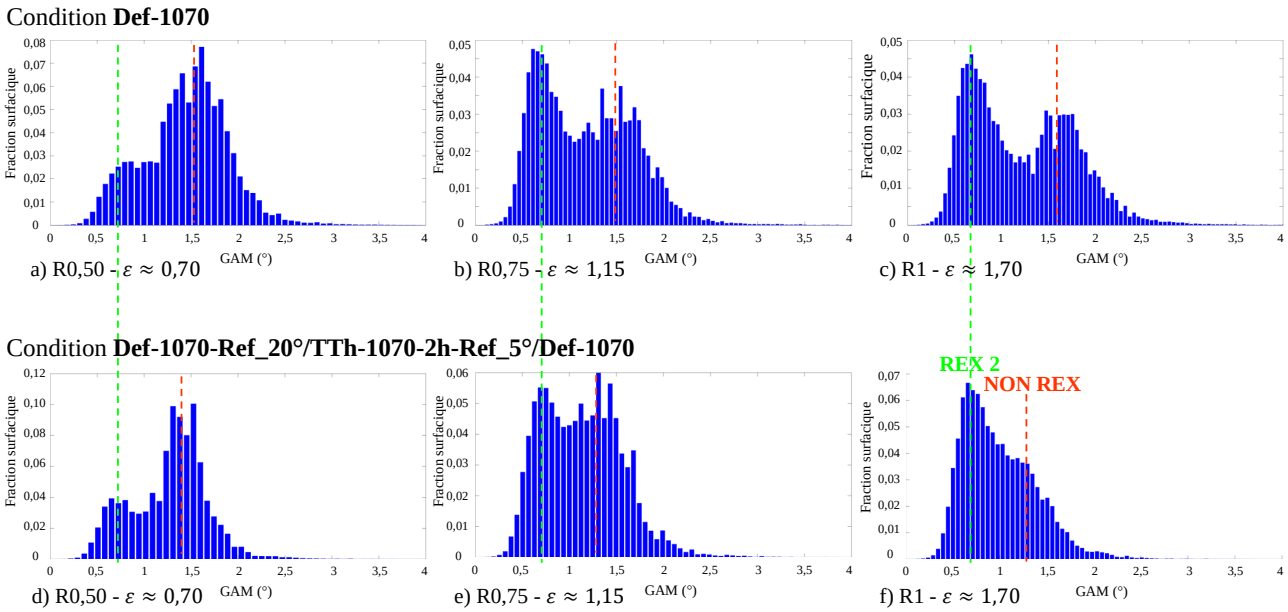



**Figure 5.23** – *Comparaison des histogrammes de GAM obtenus pour une compression simple-passe et pour une compression double-passe. Conditions d'essais appliquées à C12.*

Lorsque les distributions de *GAM* le permettaient (i.e. lorsque les distributions de *GAM* n'étaient pas trop confondues), les grains *REX 2* ont été seuillés. La fraction dynamiquement

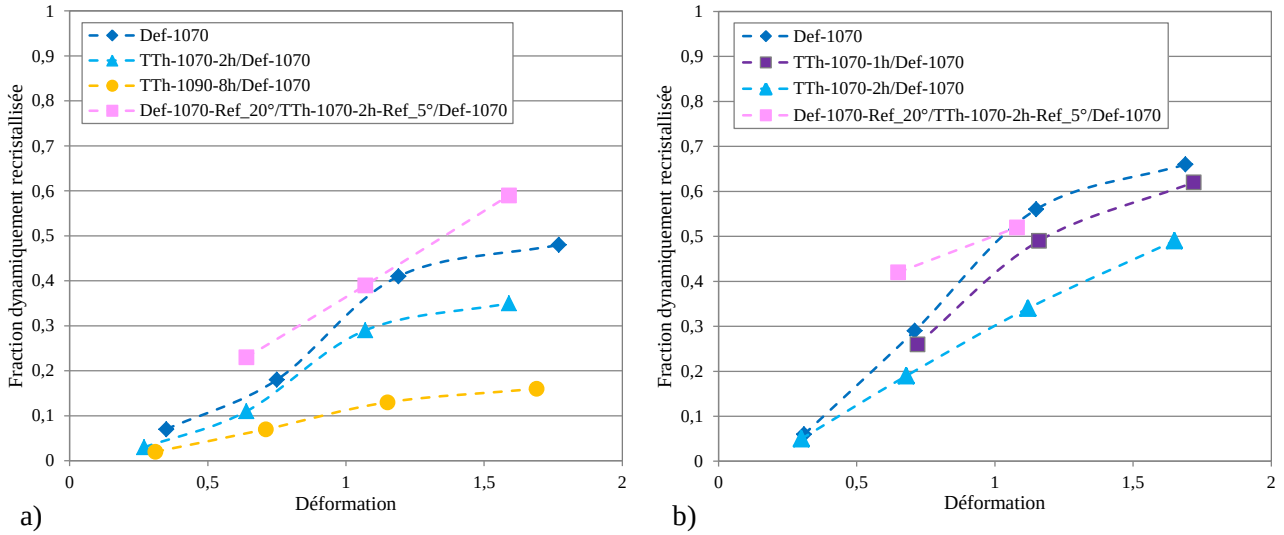



**Figure *5.24*** – *Fraction dynamiquement recristallisée lors de la deuxième passe de compression en fonction de la déformation équivalente (déformation totale cumulée), comparaison avec la compression simple-passe. a) Conditions d'essais appliquées à C12. b) Conditions d'essais appliquées à C8.*

recristallisée correspondante est représentée Figure 5.24 et est comparée aux fractions dynamiquement recristallisées obtenues avec les conditions de compression simple-passe. Pour C12, quel que soit le niveau de déformation, les grains *REX 2* occupent une fraction surfacique plus importante que celle qui serait occupée par les grains DRX issus d'une compression en une passe. Or les grains *REX 2* se sont formés sur une demi-compression seulement. Le même constat peut être fait pour C8 lorsque la déformation est inférieure à 1. La caractérisation des grains *REX 2* (Figure 5.25) permet de montrer que, aux déformations inférieures à 0,8, ils sont plus nombreux que les grains DRX apparus en une passe de compression. Autrement dit, aux faibles déformations, davantage de germes apparaissent pendant la deuxième passe de la compression double-passe que pendant la compression réalisée en une fois. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que la croissance de grains *REX 1* avant la seconde passe a introduit plus de surface de joint de grains dans la microstructure et donc davantage de sites de germination potentiels. De plus, quel que soit le niveau de déformation, les grains *REX 2* sont significativement plus gros que les grains DRX de la compression en une passe (Figure 5.26). Ce dernier aspect n'est pas encore bien compris, il pourrait être en partie lié à un ancrage de Smith-Zener diminué par les modifications de précipitation intragranulaire intervenues pendant le traitement thermique d'entre passes.

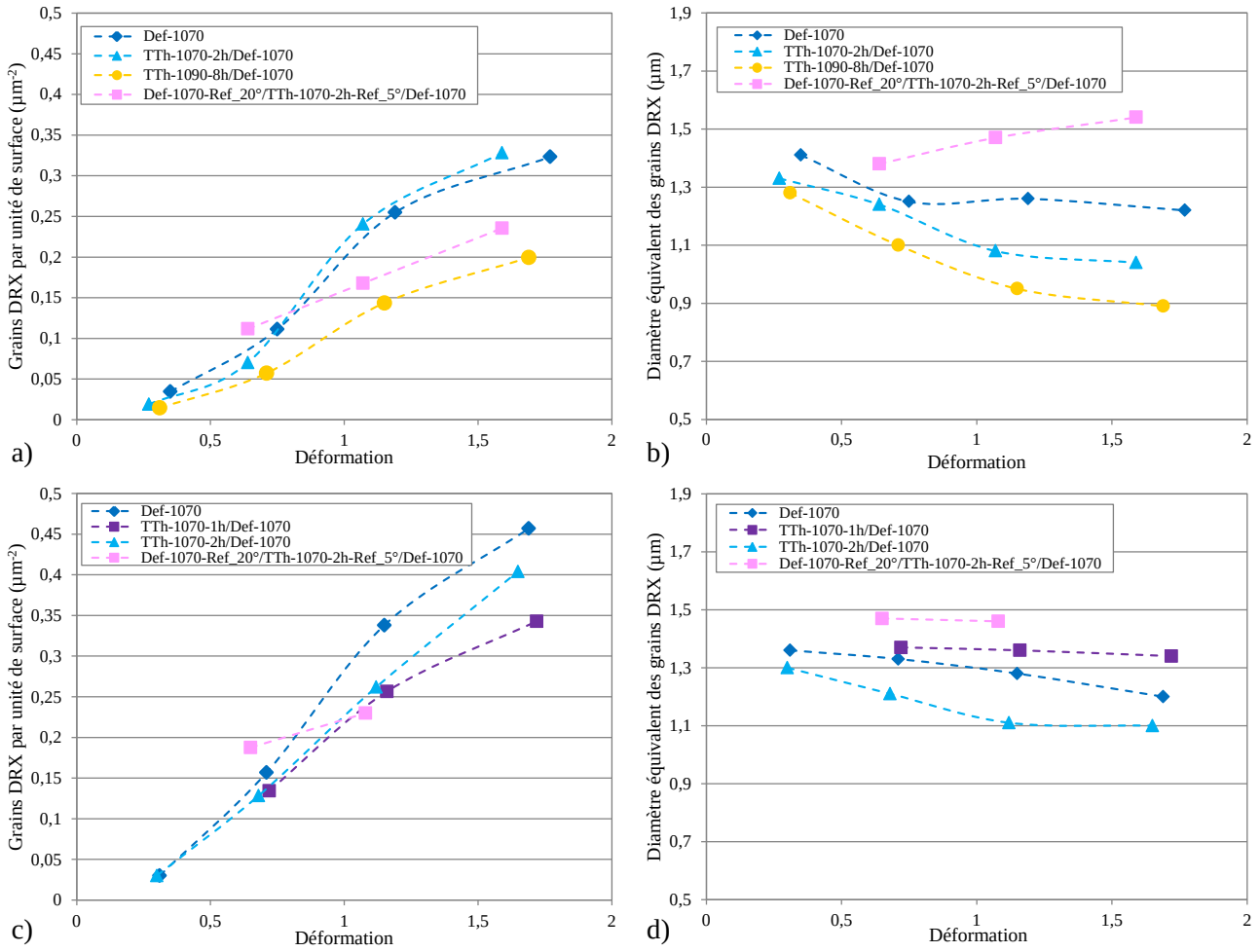



**Figure *5.25*** – *Caractéristiques des grains dynamiquement recristallisés pendant la deuxième passe de compression (REX 2) en fonction de la déformation équivalente, comparaison avec les conditions de compression en une passe. Nombre de grains DRX par unité de surface et diamètre équivalent des grains DRX. a) et b) : Conditions d'essais appliquées à C12. c) et d) : Conditions d'essais appliquées à C8.*

les cartographies de la Figure 5.26 permettent de confirmer que la compression double-passe est un peu plus efficace pour homogénéiser les zones équiaxes que la compression en une passe.

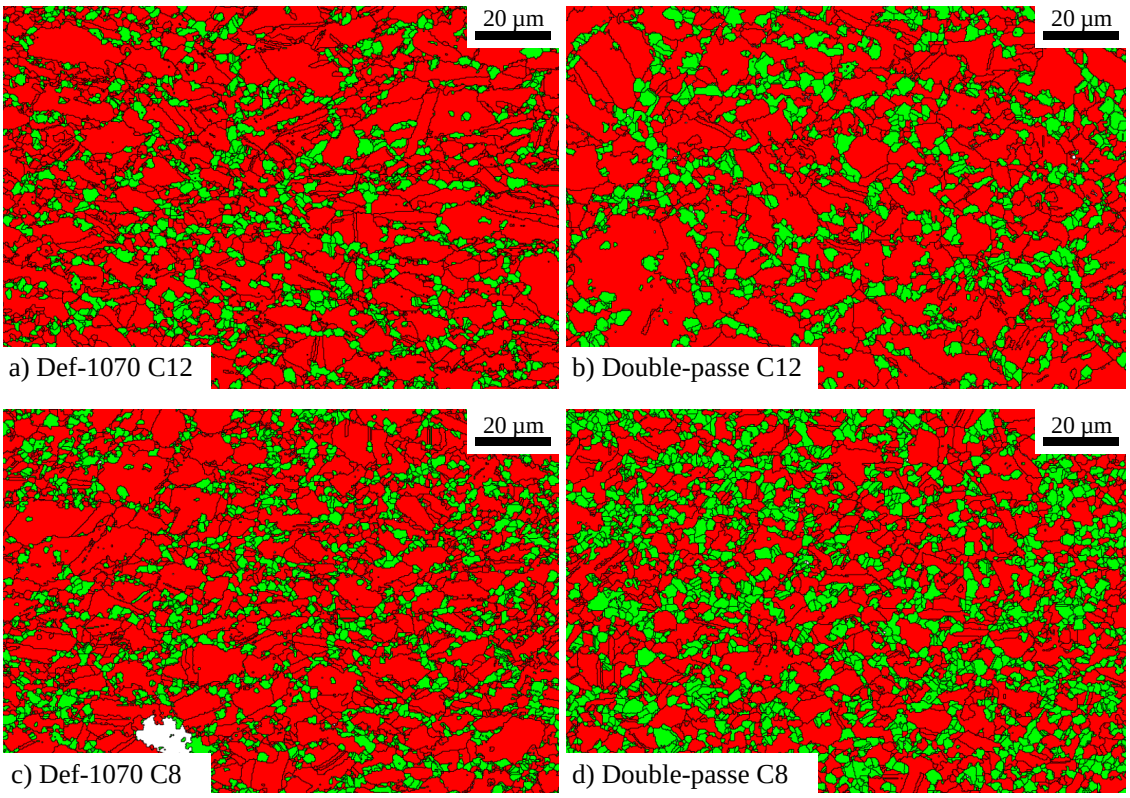



**Figure *5.26*** – *Comparaison des microstructures déformées après une compression en une passe et après une compression double-passe. R0,50 - $\epsilon \approx 0,70$. a) et c) Compression en une passe. Les grains DRX sont représentés en vert et les grains non recristallisés sont représentés en rouge. b) Compression double-passe. Les grains REX 2 sont représentés en vert et les autres grains équiaxes (REX 1 et NON REX) sont représentés en rouge.*

## 5.6 Conclusion

Les traitements thermiques pré-déformation de 1 et 2 heures à 1070 ° C avaient initialement été choisis pour simuler des temps de chauffe industrielle différents et ainsi constater l'effet de la variation du temps de chauffe sur le processus de recristallisation dynamique (20 minutes, 1 heure et 2 heures). Néanmoins, les traitements thermiques suivis d'une trempe à eau n'ont pas eu l'effet escompté puisque, pendant la chauffe ultérieure dans le four de compression, des précipités fins se sont formés entre les précipités secondaires, suite à la sursaturation de la matrice en éléments $\gamma\prime$-gène. Ces précipités fins freinent fortement les mécanismes de recristallisation dynamique, et cet effet n'était pas initialement souhaité.

Toutefois, la précipitation fine qui s'est formée pendant la chauffe a un intérêt académique. En effet, il a ainsi été possible de constater l'influence de la précipitation intragranulaire sur la contrainte d'écoulement et de conclure que, pour les alliages à précipitation durcissante tels que les superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins, une rhéologie correspond à une taille de grains donnée mais aussi et surtout à un état de précipitation intragranulaire donné. Car la précipitation intragranulaire peut augmenter la résistance au cisaillement et diminuer la mobilité des dislocations dans la matrice, ce qui conduit à une augmentation de la contrainte d'écoulement. De même, une cinétique de recristallisation dynamique correspond à une taille de grains mais également à un état de précipitation intragranulaire donné. Car la précipitation peut gêner la restauration (donc les mécanismes de germination) et peut aussi être à l'origine de pressions de freinage qui ralentissent ou empêchent la croissance des grains recristallisés dynamiquement

(ancrage de Smith-Zener, pression de dissolution, *Solute Drag*). Ainsi, la précipitation fine apparue pendant la chauffe dans le four de compression a permis de générer des microstructures déformées avec des énergies stockées, des fractions recristallisés, des nombres et des tailles de grains recristallisés différents. L'effet de ces différents paramètres sur les évolutions des zones équiaxes pendant la mise en solution sera analysé au Chapitre 8.

# Chapitre 6

# Évolutions des grains restaurés pendant/suivant la déformation

## 6.1 Mécanismes de recristallisation dynamique des grains restaurés

De la même façon que pour les grains équiaxes, les mécanismes de recristallisation dynamique des grains restaurés ont été analysés sur les échantillons trempés à l'eau après déformation. Ainsi, deux mécanismes de recristallisation dominants ont été identifiés (Figure 6.1). Le premier mécanisme est la recristallisation dynamique continue (CDRX). Si les grains restaurés comportent déjà des sous-joints dans l'état initial (Figure 6.1/a), sous l'effet de la déformation la quantité de sous-joints augmente fortement dans les grains restaurés formant de nombreuses cellules (Figure 6.1/c). Sur les images BSE, certaines cellules comportent beaucoup moins de dislocations que d'autres (flèches oranges Figure 6.1/c) : ces cellules ont restauré pour former des sous-grains, elles sont le résultat de recristallisation dynamique continue. Les sous-grains formés par CDRX sont observés plus fréquemment aux bords qu'au centre des grains restaurés (Figure 6.1/e). Deuxièmement, la croissance de phase $\gamma$ autour de certains précipités des grains restaurés (Figure 6.1/d) témoigne de recristallisation en hétéroépitaxie (HERX). Or, l'observation de recristallisation en hétéroépitaxie autour de précipités intragranulaires de moins d'un micron constitue un élément nouveau puisque, jusque là, ce mécanisme de recristallisation n'avait été rapporté que pour des précipités primaires de plusieurs microns (Chapitre 4). Ainsi, les grains hétéroépitaxiés constituent des foyers de recristallisation supplémentaires à l'intérieur des grains restaurés (Figure 6.1/f et Figure 6.3).

Par ailleurs, un mécanisme de déformation se produisant dans les grains restaurés attire l'attention : il s'agit du maclage mécanique. Le maclage mécanique consiste en une transformation uniforme d'une région du cristal sous l'effet de la déformation, de telle sorte que la structure cristallographique reste inchangée mais l'orientation est modifiée [100]. Dans une structure CFC, la transformation consiste en une translation des atomes du plan (111) selon la direction <112>. Ceci revient, comme pour les macles thermiques, à une rotation 60 ° autour d'un axe <111> du cristal. Néanmoins, les macles mécaniques ont des morphologies qui les distinguent des macles thermiques. Premièrement, les macles mécaniques sont très fines (i.e. facteur de forme élevé) car le mouvement des atomes se produit beaucoup plus vite dans la direction de cisaillement que dans la direction normale [100]. Deuxièmement, les observations expérimentales s'accordent sur des extrémités pointues, de sorte qu'en trois dimensions les macles mécaniques auraient des formes lenticulaires [100]. Ici, le maclage mécanique des grains restaurés est mis en évidence Figure 6.1 dans des pions déformés d'alliage AD730$^{TM}$ et Figure 6.2 dans une billette d'alliage

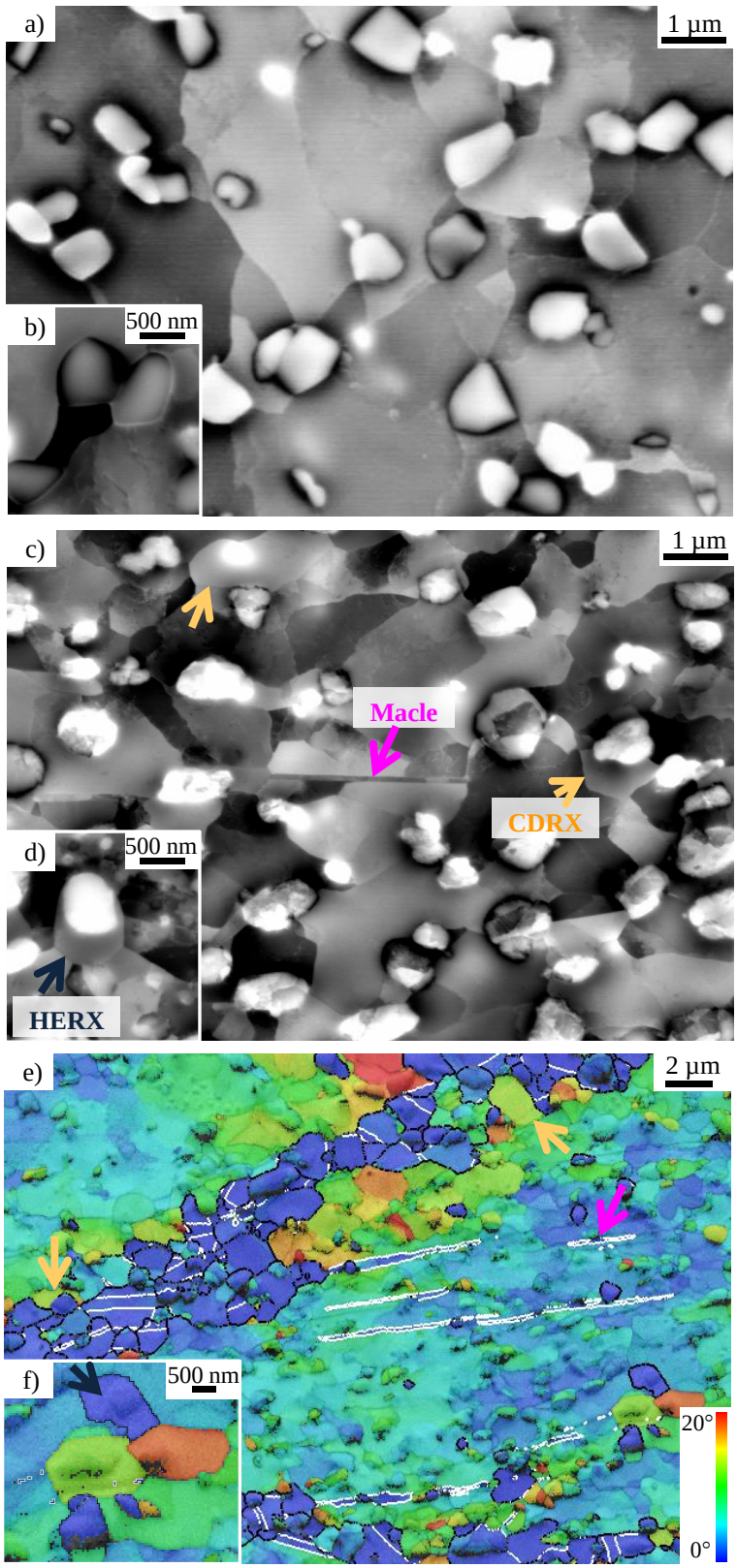



**Figure *6.1*** – *Mécanismes de recristallisation dynamique des grains restaurés. a) C12 avant déformation (2 heures à 1070 ° C). b) C8 avant déformation (2 heures à 1070 ° C). Zoom sur les précipités du grain restauré. c) C12 après déformation (TTh-1070-2h-Ref_5 ° /Def-1070, centre du pion droit - $\epsilon \approx 1,30$). d) C8 après déformation (TTh-1070-2h/Def-1070, R1 - $\epsilon \approx 1,70$). Zoom sur un grain hétéroépitaxié dans un grain restauré. e) et f) C12 après déformation (Def-1070, centre du pion droit - $\epsilon \approx 1,30$). EBSD - désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, joints de grains en noir, joints de macles en blanc (tolérance 8,66 ° ). Les flèches oranges, bleu foncé et roses mettent respectivement en évidence de la recristallisation dynamique continue, de la recristallisation en hétéroépitaxie et du maclage mécanique.*

René65. L'épaisseur des macles mécaniques observées varie beaucoup d'une macle à une autre, cette épaisseur apparente dépendant de l'orientation de la macle par rapport au plan de coupe : sur la Figure 6.1/c la macle mesure 75 nanomètres d'épaisseur alors que sur la Figure 6.1/e les macles mécaniques mesurent jusqu'à 350 nanomètres d'épaisseur. En formant des HAGBs à l'intérieur des grains restaurés, les macles mécaniques fournissent davantage de sites de germination : les flèches de la Figure 6.3/a mettent en évidence de la germination qui s'est produite au niveau de macles mécaniques.

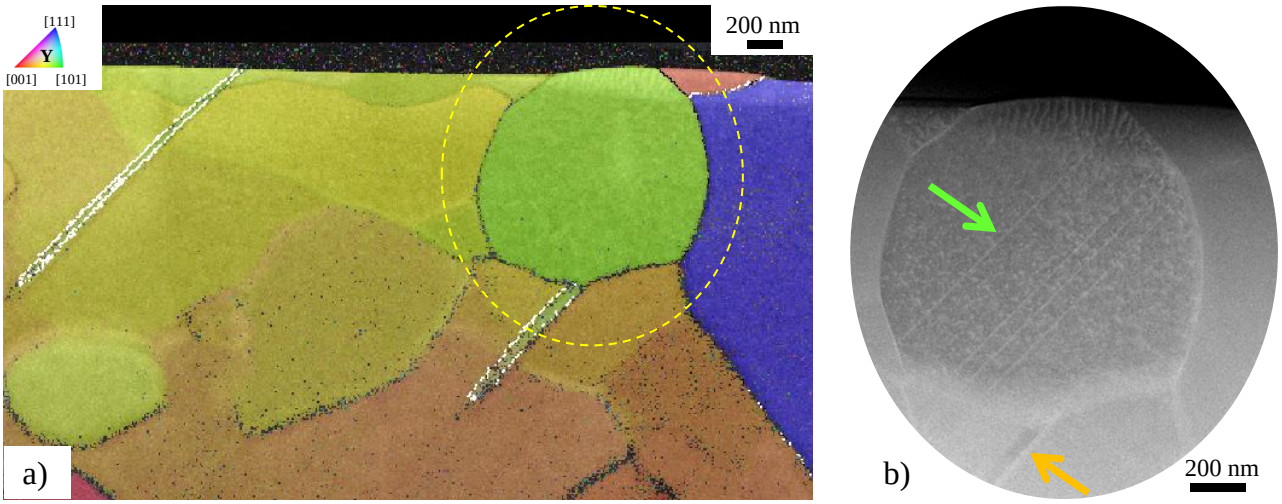



**Figure *6.2*** – *Micro-macles mécaniques observées dans les grains restaurés. Échantillon de billette de René65 traité deux heures à 1070 ° C. a) Cartographie d'orientation TKD, joints de grains représentés en noir et joints de macles représentés en blanc (tolérance 8,66 ° ). A gauche un grain restauré (grain jaune-orange) ; à droite un grain recristallisé (grain bleu). b) Image MET du précipité dans le cercle en pointillés jaunes sur la Figure a). Les flèches verte et orange mettent en évidence des macles mécaniques dans le précipité et dans la matrice qui ont l'air d'être parallèles.*

Pour la structure CFC, les macles mécaniques sont fréquemment rapportées dans des alliages de faible énergie de faute d'empilement ($\gamma_{SFE} < 25mJ/m^2$), ou dans des alliages d'énergie de faute d'empilement un peu plus élevée mais déformés à basse température ou vitesse de déformation élevée [23]. Les essais de compression réalisés à 1070 ° C/$10^{-2}s^{-1}$ sur un superalliage base nickel ne rentrent donc pas dans la fenêtre habituelle de maclage mécanique des alliages CFC. Nénamoins, une condition nécessaire à la formation d'une macle mécanique est que la cission résolue (*Resolved Shear Stress*) soit supérieure à la contrainte critique d'activation du système de maclage considéré [101]. Or, les nombreux précipités des grains restaurés empêchent les dislocations de se propager et de s'annihiler ce qui a pour conséquence de durcir le grain. Ce durcissement, combiné à une orientation cristallographique favorable par rapport à sollicitation mécanique, fait que la contrainte critique de maclage est parfois localement atteinte même à 1070 ° C. Bee et al. [102] ont reporté un maclage mécanique similaire lors du forgeage à chaud d'un superalliage $\gamma/\gamma\prime$ issu de la métallurgie des poudres (Figure 6.4). Comme pour les grains restaurés, les grains de cet alliage contenaient de gros précipités $\gamma\prime$ cohérents (supérieurs à 500 nanomètres de diamètre).

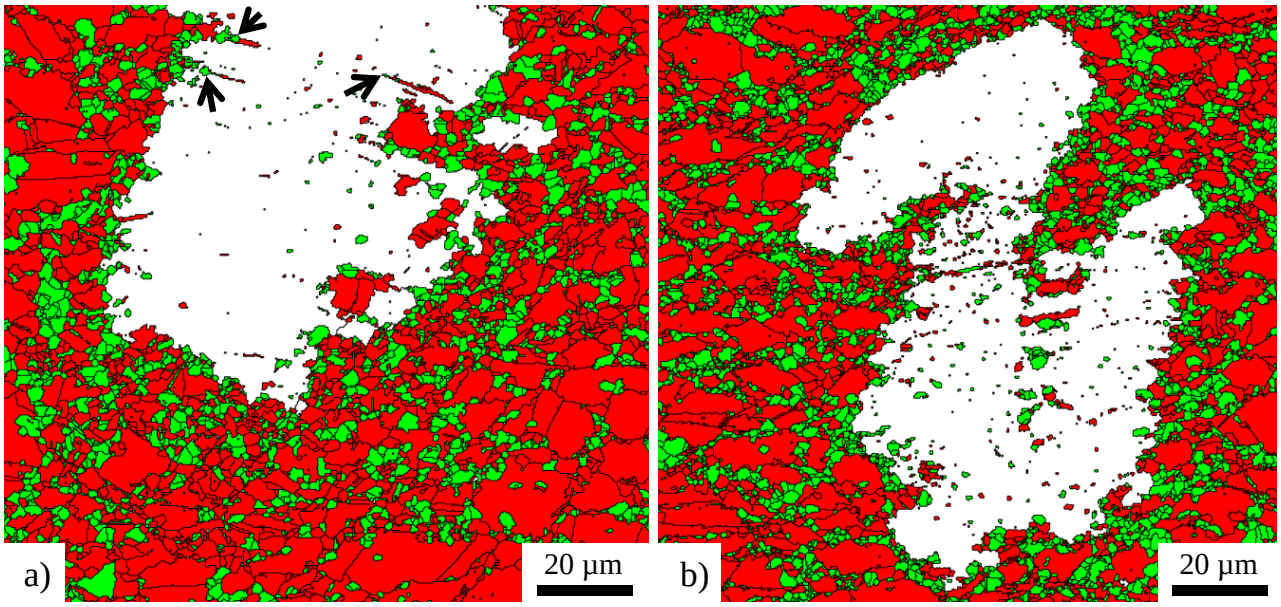



**Figure *6.3*** – *Recristallisation dynamique au niveau des grains restaurés. Les grains restaurés sont représentés en blanc, les grains DRX en vert et les grains non recristallisés en rouge. a) Condition Def-1070 appliquée à C8 (R0,50 - $\epsilon \approx 0,70$). Les flèches noires mettent en évidence de la germination au niveau de macles mécaniques. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 (R0,75 - $\epsilon \approx 1,15$).*

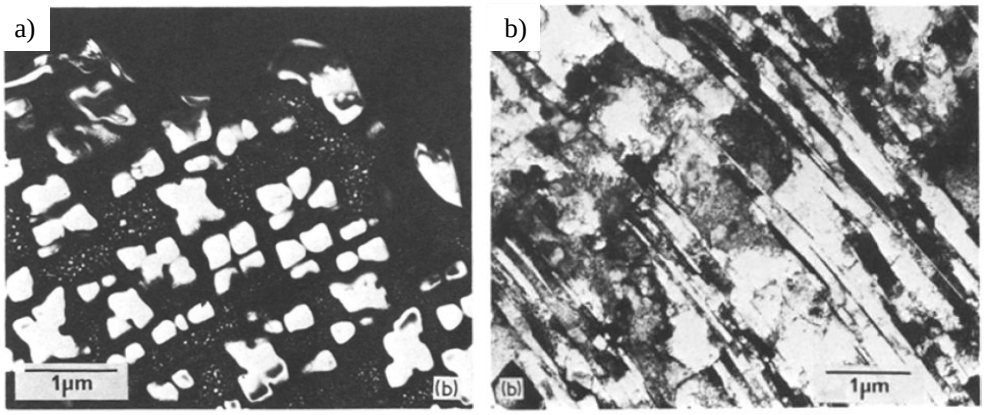



**Figure *6.4*** – *Macles mécaniques observées après forgeage à chaud d'un alliage $\gamma/\gamma'$ expérimental issu de la métallurgie des poudres. Observations MET. a) Microstructure avant forgeage, les précipités ressortent en blanc. b) Macles mécaniques observées après forgeage à 1050 ° C. Figures tirées de [102].*

## 6.2 Gradient d'orientation dans les grains restaurés

De la même façon que pour l'état avant déformation (Chapitre 3), le nombre et les désorientations des sous-structures/sous-joints des grains restaurés sont analysés via le *KAM* aux premiers voisins (Figure 6.5) puis via le gradient d'orientation moyen (Figure 6.6). Sur les cartographies de *KAM* (Figure 6.5), il ressort qu'après la déformation la désorientation des sous-structures n'est pas uniforme sur le grain mais qu'elle varie localement. En particulier, la désorientation des sous-structures est souvent plus élevée aux bords du grain restauré. Ceci est cohérent avec les observations du paragraphe précédent supportant que la CDRX est dans un stade plus avancé aux bords du grain. Le fait que la désorientation des sous-structures soit plus

élevée aux bords témoigne d'une déformation plus prononcée aux bords par rapport au centre du grain restauré. Cette déformation plus prononcée sur les bords traduit des différences de vitesse de déformation entre la zone équiaxe et le grain restauré : en moyenne la zone équiaxe se déforme plus rapidement que le grain restauré. Des sous-grains ayant restauré sont visibles sur les cartographies de *KAM* (flèches rouges). Ces sous-grains sont beaucoup plus visibles lorsque la déformation est réalisée à 1090 ° C qu'à 1070 ° C, certainement car les sous-grains CDRX sont plus nombreux et/ou plus gros à 1090 ° C.

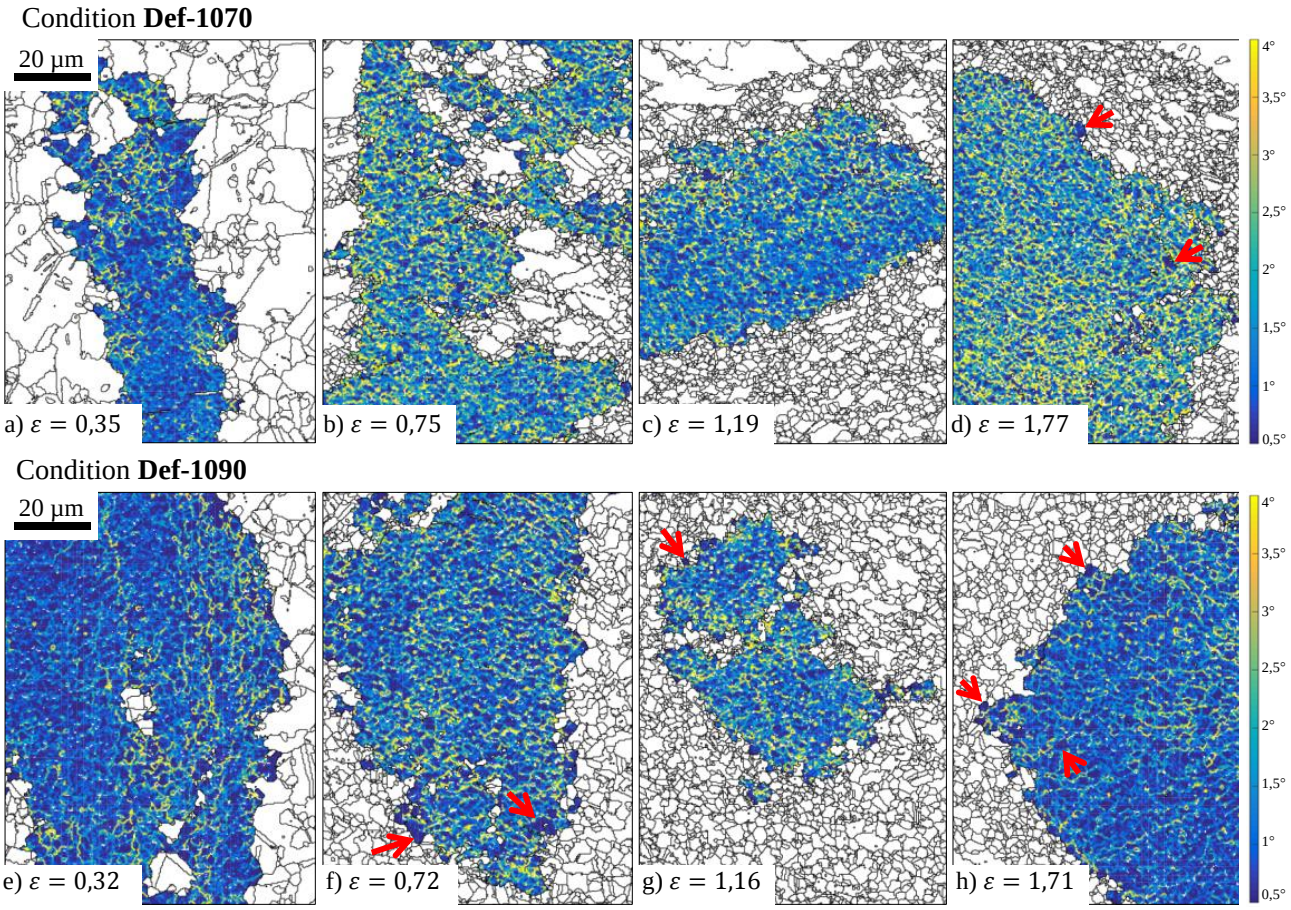



**Figure *6.5*** – *KAM aux 1$^{ers}$ voisins dans les grains restaurés après déformation. Conditions d'essais appliquées à C12. Cartographies réalisées aux quatre positions R0,25/R0,50/R0,75/R1, pas de mesure : 0,3 µm. Les flèches rouges mettent en évidence des cellules qui ont restaurés, formant des sous-grains.*

La quantification du gradient d'orientation moyen dans les grains restaurés (Figure 6.6) montre que, comme attendu, l'énergie stockée liée aux sous-structures augmente avec la déformation équivalente. Ainsi, le gradient d'orientation moyen est environ multiplié par deux entre un grain restauré avant déformation ($\sim 3\,^{\circ}/\mu m^{-1}$) et un grain restauré au centre d'un pion biconique déformé à 1070 ° C/$10^{-2}s^{-1}$ ($\sim 6\,^{\circ}/\mu m^{-1}$). De plus, les valeurs de gradient d'orientation moyen sont plus faibles pour les grains restaurés déformés à 1090 ° C (symboles rouges pleins) que pour les grains déformés à 1070 ° C. Une observation plus fine des grains restaurés déformés (Figure 6.7) met en évidence des cellules (et donc des sous-grains CDRX) plus grandes dans le cas d'une déformation à 1090 ° C/$10^{-2}s^{-1}$ que dans le cas d'une déformation à 1070 ° C/$10^{-2}s^{-1}$. En effet, alors qu'à 1070 ° C les joints des cellules sont arrêtés par les précipités les plus proches, à 1090 ° C les cellules peuvent englober plusieurs précipités. Le contournement des précipités par les dislocations et les sous-joints est donc plus facile à 1090 ° C qu'à 1070 ° C. Ceci s'explique par deux raisons. Premièrement, à 1090 ° C les mobilités des dislocations et des sous-joints sont

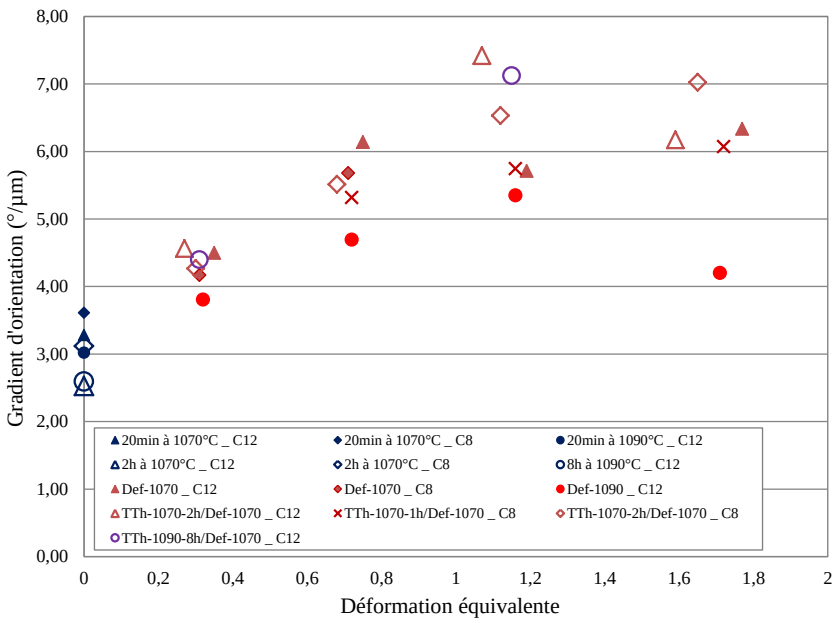



**Figure *6.6*** – *Gradient d'orientation moyen dans les grains restaurés en fonction de la déformation équivalente. Le gradient est calculé à partir du KAM aux 1$^{ers}$ voisins, pas de mesure : 0,3 µm. Les états avant déformation sont représentés en bleu foncé et les états après déformation (trempe à eau) sont représentés en rouge, bordeaux et violet.*

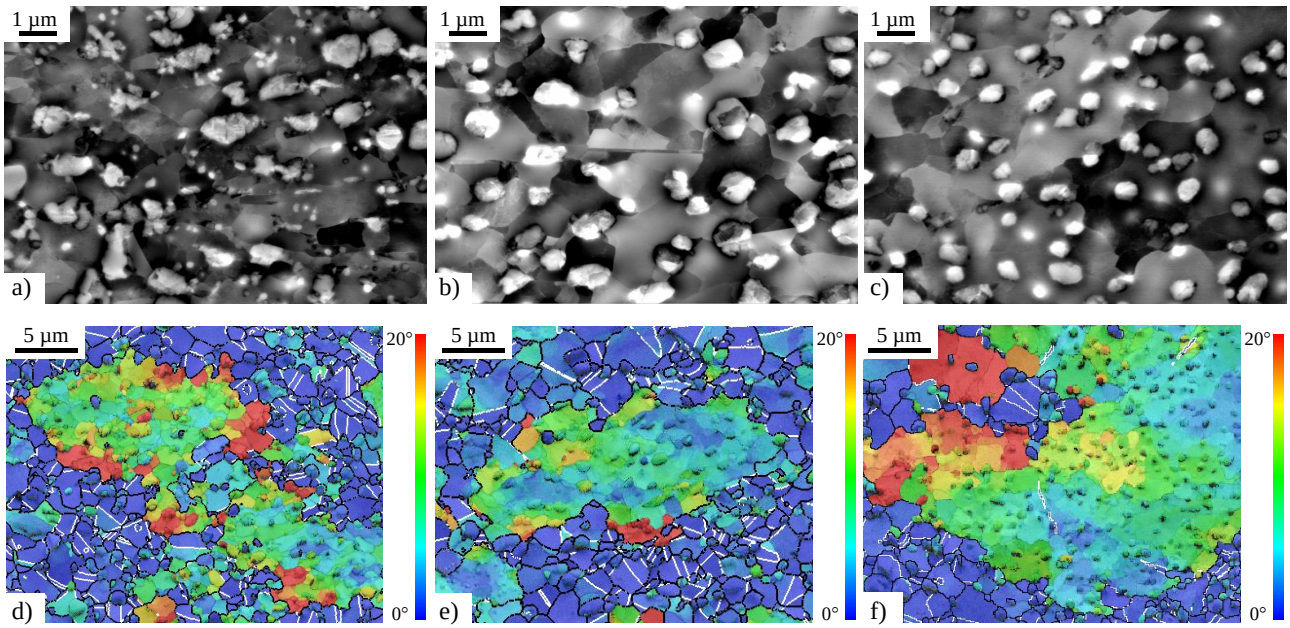



**Figure *6.7*** – *Effet de la température de déformation sur la taille des cellules formées. De a) à c) : Images BSE. De d) à f) : EBSD - désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, joints de grains en noir, joint de macles en blanc (tolérance 8,66 ° ). Conditions d'essais appliquées à C12. a) et d) Def-1070 (R1 - $\epsilon \approx 1,70$). b) et e) TTh-1070-2h-Ref_5 ° /Def-1070 (Centre du pion droit - $\epsilon \approx 1,30$). c) et f) Def-1090 (R1 - $\epsilon \approx 1,70$).*

plus élevés qu'à 1070 ° C [23]. Deuxièmement, à 1090 ° C la dissolution partielle des précipités des grains restaurés (Figure 6.7/c) les rend plus espacés et donc plus faciles à contourner (Chapitre 4). C'est ce contournement facilité qui est à l'origine de la meilleure restauration des grains restaurés à 1090 ° C (donc des valeurs de gradient d'orientation moyen plus faibles).

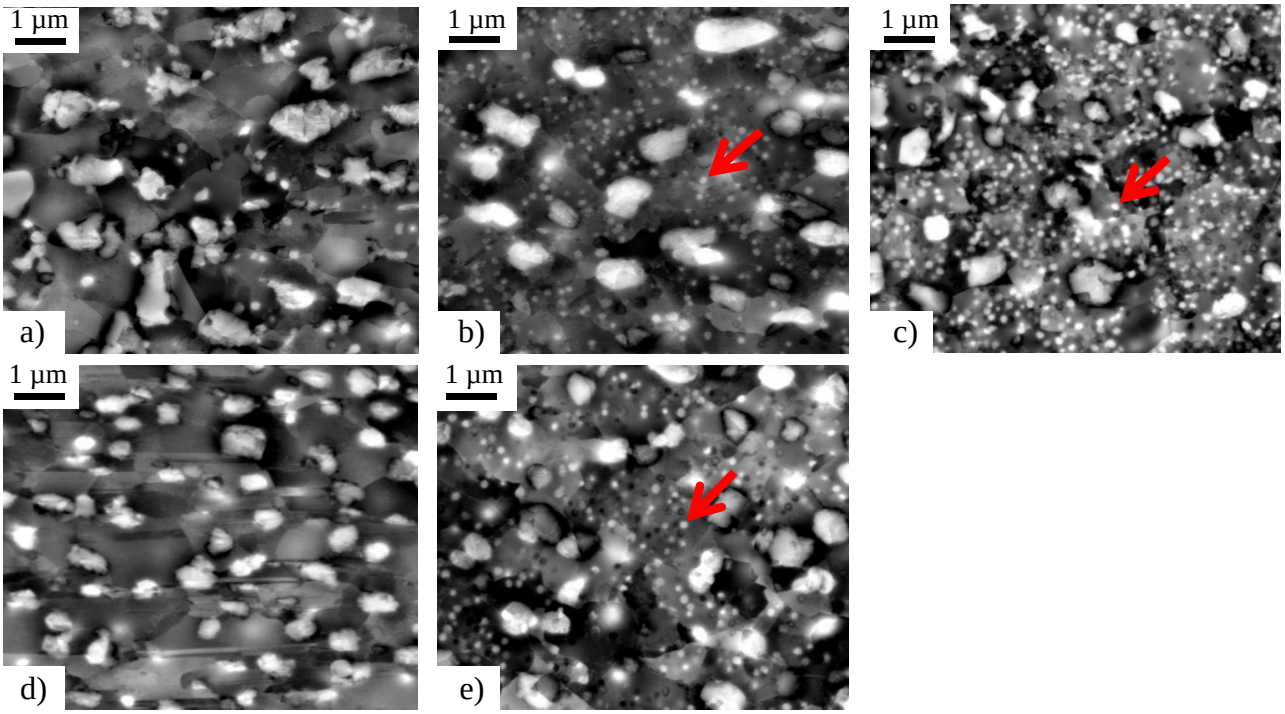



**Figure *6.8*** – *Précipitation dans les grains restaurés déformés à 1070 ° C. Observations faites à R1 - $\epsilon \approx 1,70$. a) Condition Def-1070 appliquée à C12. b) Condition double-passe appliquée à C12. c) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12. d) Condition TTh-8h-1090/Def-1070 appliquée à C12. e) Condition Def-1070 appliquée à C8. f) Condition double-passe appliquée à C8. g) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C8. Les flèches rouges mettent en évidence de la précipitation fine qui s'est formée au cours de la chauffe dans le four de compression.*

Comme pour les grains équiaxes (Chapitre 5), une précipitation fine est constatée dans les grains restaurés qui ont subi une condition d'essai impliquant un traitement thermique avec trempe à l'eau avant déformation (Figure 6.8). En revanche, contrairement aux grains équiaxes, la dispersion obtenue dans les valeurs de gradient d'orientation moyen ne permet pas de dire avec certitude que les grains restaurés avec précipitation fine (symboles vides de couleurs rouge, bordeaux et violet Figure 6.6) comportent davantage d'énergie stockée que les autres. Cette dispersion dans les valeurs de gradient, qui d'après la Figure 6.6 semble s'accentuer avec la déformation équivalente, est dûe à trois éléments. Le premier élément est que le gradient d'orientation moyen d'un grain restauré est dépendant de son ratio surface/volume. En effet, la CDRX étant généralement à un stade plus avancée aux bords du grain, un grain restauré avec un ratio surface/volume plus important aura généralement un gradient d'orientation moyen plus important. Aux différences géométriques s'ajoutent les différences d'orientation cristallographique : les incompatibilités de déformation (et donc l'accumulation des dislocations) seront plus ou moins fortes selon l'orientation du grain par rapport à la sollicitation mécanique. Le dernier élément est que les données sont impactées par la résolution angulaire de la technique EBSD qui est de l'ordre de 0,75 ° [49]. Ce dernier élément est peut-être moins important que les deux autres étant donné les valeurs de désorientation mesurées dans les grains restaurés. Cependant, même si les grains restaurés avec de la précipitation fine ne se détachent pas clairement des autres sur la Figure 6.6, il est raisonnable de penser que, à paramètres géométriques et cristallographiques fixés, un grain restauré avec de la précipitation fine aura une énergie stockée plus élevée qu'un grain restauré sans précipitation fine déformé au même taux, car la précipitation fine entrave la propagation des dislocations (Chapitre 5).

## 6.3 Évolutions des grains restaurés suivant la déformation et compression double-passe

De la même façon que pour les grains DRX des zones équiaxes (Chapitre 5), une précipitation très fine apparaît dans les cellules des grains restaurés lors d'un refroidissement à 20 °C/min (Figure 6.9). De plus, dans certains grains hétéroépitaxiés des grains restaurés, il est également observé le motif de précipitation déjà mis en évidence pour les grains hétéroépitaxiés des zones équiaxes (Chapitre 5), à savoir des branches de phase $\gamma$ reliant le joint du grain au précipité central (flèche rouge Figure 6.9/c).

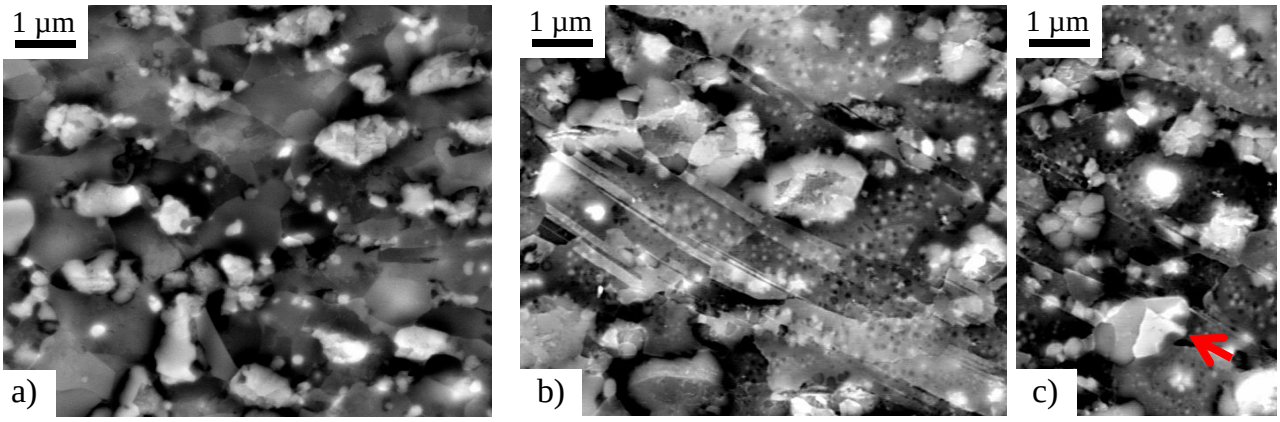



**Figure *6.9*** – *Précipitation dans les grains restaurés avant et après le refroidissement à 20 °C/min. Observations faites à R1 - $\epsilon \approx 1,70$. a) Condition Def-1070 appliquée à C12. b) et c) Condition Def-1070-Ref_20 °appliquée à C12. La flèche rouge met en évidence une branche de phase $\gamma$ dans un grain hétéroépitaxié du grain restauré.*

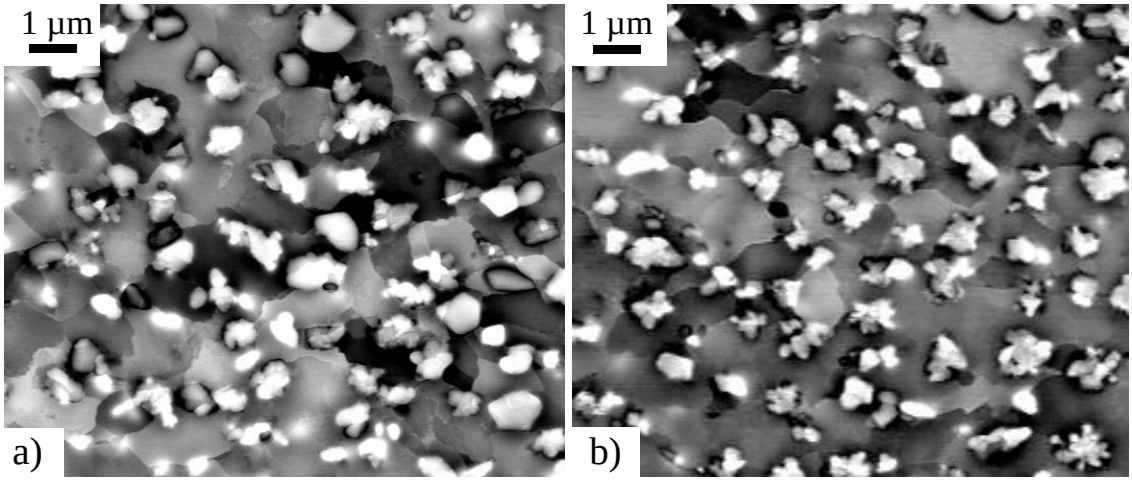



**Figure *6.10*** – *Précipitation dans les grains restaurés après la compression double-passe. Observations faites à R1 - $\epsilon \approx 1,70$. a) Condition double-passe appliquée à C12. b) Condition double-passe appliquée à C8.*

Les précipités des grains restaurés ayant subi la condition double-passe ont des formes un peu plus irrégulières que celles observées pour les autres conditions (Figure 6.10) : ces formes "étoilés" se sont formées pendant le refroidissement très lent (5 °C/min) du traitement thermique d'entre passes. Hormis cela, les grains restaurés montrent des cellules similaires à celles déjà constatées pour les compressions simple-passe à 1070 °C/$10^{-2}s^{-1}$.

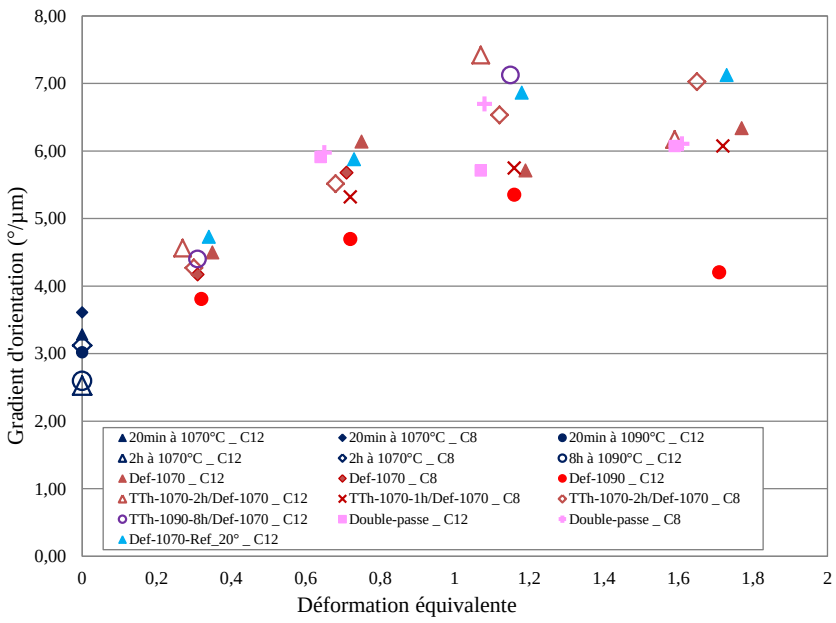



**Figure *6.11*** – *Gradient d'orientation moyen dans les grains restaurés en fonction de la déformation équivalente. Le gradient est calculé à partir du KAM aux 1$^{ers}$ voisins, pas de mesure : 0,3 µm. Les états post-dynamiques (i.e. refroidissement à 20 ˚ C/min) sont représentés en bleu clair et les états après compression double-passe (trempe à l'eau) sont représentés en rose.*

Les valeurs de gradient d'orientation moyen ne permettent pas de dire qu'une restauration plus importante s'opère dans les grains restaurés au cours des conditions Def-1070-ref_ 20 ˚ et double-passe : les valeurs de gradient sont toujours comprises dans la fourchette de celles des grains déformés à 1070 ˚ C/$10^{-2}s^{-1}$ en une passe avec trempe à l'eau. Cette absence de tendance s'explique une nouvelle fois par la dispersion des valeurs due aux trois éléments mentionnés précédemment.

## 6.4 Conclusion

Sous l'effet de la déformation, les grains restaurés recristallisent de façon partielle. Les mécanismes principaux de recristallisation sont la recristallisation dynamique continue et la recristallisation en hétéroépitaxie. De la recristallisation dynamique discontinue est également observée, elle peut par exemple se traduire par de la germination sur les macles mécaniques des grains restaurés. La fraction surfacique de grain restauré perdue du fait des mécanismes de recristallisation dynamique n'a pas été estimée car dans la microstructure déformée les grains restaurés ne pouvaient être identifiés que manuellement, ce qui rendait l'obtention d'une statistique difficile. Néanmoins, il a été observé que si le grain restauré emmagasine beaucoup de dislocations, alors le volume recristallisé peut être significatif : sur la Figure 6.12 la présence de nombreux petits précipités (i.e. plus petits que des précipités primaires mais plus gros que des précipités secondaires) au milieu de petits grains recristallisés montre que le grain restauré occupait initialement beaucoup plus de surface dans le plan d'observation (contour vert). Ces nombreux petits précipités sont en effet les précipités originaux du grain restauré et cet exemple montre donc que les précipités des grains restaurés ne sont pas ou peu dissous lors de la recristallisation dynamique.

L'application d'une compression parallèlement à l'axe de la billette, comme c'est le cas dans les opérations industrielles de forgeage/matriçage de billette, a aussi pour effet de faire changer

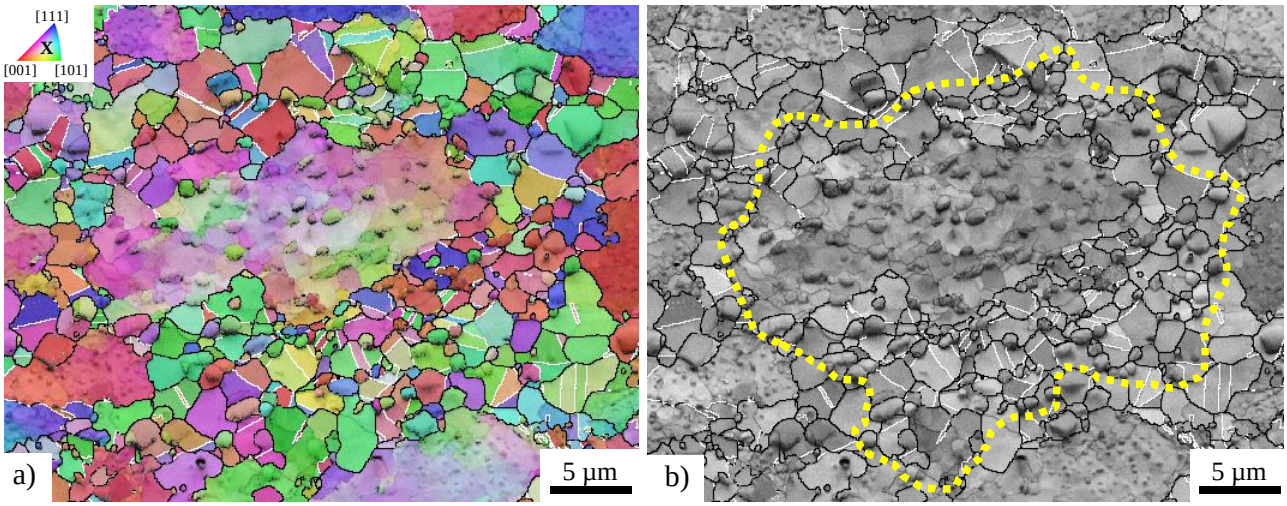



**Figure *6.12*** – *Grain restauré à un stade de recristallisation dynamique avancé. Condition TTh-1070-2h-Ref_ 5 °/Def-1070 appliquée à C12, centre du pion droit - $\epsilon \approx 1,30$. a) Cartographie d'orientation EBSD superposée au contraste de bande. b) Contraste de bande. Les joints de grains sont représentés en noir et les joints de macles sont représentés en blanc (tolérance : 8,66 °). Le contour jaune suggère la forme du grain restauré avant déformation en se basant sur l'observation de la précipitation.*

de forme les grains restaurés. Initialement parallèles à l'axe de la billette (Chapitre 2), les grains restaurés se morcèlent pour accommoder la déformation. Ainsi, au centre du pion biconique (R1 - $\epsilon \approx 1,70$), les grains restaurés ne sont plus allongés mais globulaires (Figure 6.13).

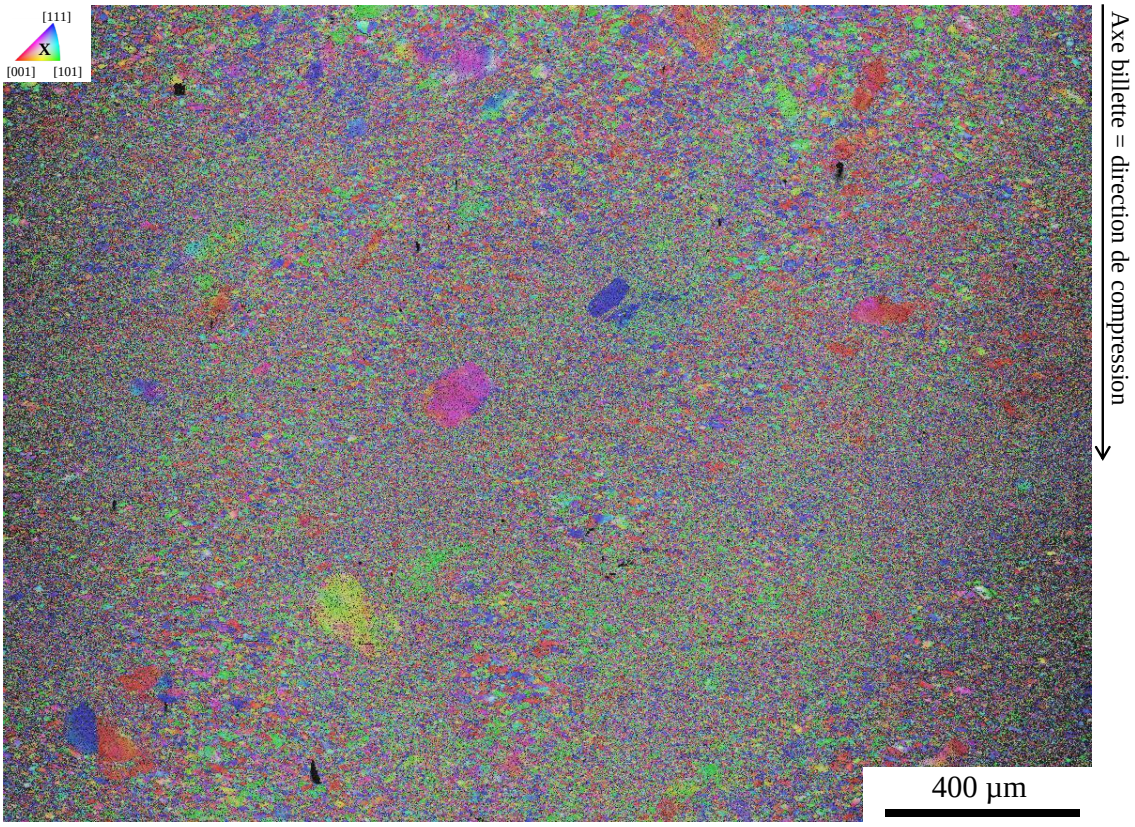



**Figure *6.13*** – *Hétérogénéité de la microstructure après déformation. Condition Def-1070 appliquée à C12, position R1 - $\epsilon \approx 1,70$. Cartographie d'orientation EBSD.*

# Troisième partie

# Évolutions de microstructure pendant la mise en solution

# Chapitre 7

# État de l'art : Mécanismes des évolutions statiques des microstructures polycristallines $\gamma$-$\gamma'$

## 7.1 Mécanismes des évolutions statiques des microstructures monophasées

Les évolutions post-dynamiques concernent les phénomènes se produisant juste après la déformation à chaud alors que le matériau n'est pas retourné à température ambiante, c'est-à-dire lorsqu'un temps de maintien à haute température est appliqué après la déformation ou lorsqu'un refroidissement lent est réalisé (Chapitre 5 - Section 5.4 et Chapitre 6 - Section 6.3). En revanche, les phénomènes se produisant pendant la mise en solution relèvent des évolutions statiques de microstructure puisque le matériau est retourné à température ambiante avant le traitement thermique de mise en solution.

### 7.1.1 Recristallisation et croissance de grains

Quatre mécanismes d'évolution statique de microstructure ont été reportés dans la littérature [103]. Premièrement, l'énergie stockée générée par la déformation est consommée via la "recristallisation métadynamique" (MDRX) [1], la recristallisation statique discontinue (DSRX) et/ou la recristallisation statique continue (CSRX). Ensuite, une fois l'énergie stockée entièrement consommée, la microstructure continue à évoluer par croissance de grains "pure", c'est-à-dire par la migration des joints de grains uniquement sous l'action de la force motrice de capillarité [23].

Après recristallisation dynamique discontinue (DDRX), la microstructure comporte des grains avec différents niveaux d'écrouissage. Ainsi, trois types de grains DDRX peuvent être identifiés (Figure 7.1) [103] :

— les grains DDRX fraichement germés et dépourvus d'écrouissage
— les grains DDRX qui étaient en croissance et qui présentent un gradient de densité de dislocations du centre vers leur périphérie du fait de la déformation qu'ils ont subie pendant leur croissance

1. Dépendant des travaux, le terme de "recristallisation métadynamique" peut être attribué uniquement aux évolutions post-dynamiques et non aux évolutions statiques de microstructure [104]. L'objectif ici n'est pas de trancher sur la terminologie mais de décrire un mécanisme se produisant pendant un traitement thermique appliqué à une microstructure qui a subi de la recristallisation dynamique.

— les grains DDRX les plus anciens qui avaient atteint leur taille finale et qui présentent un écrouissage plus uniforme avec des sous-structures.

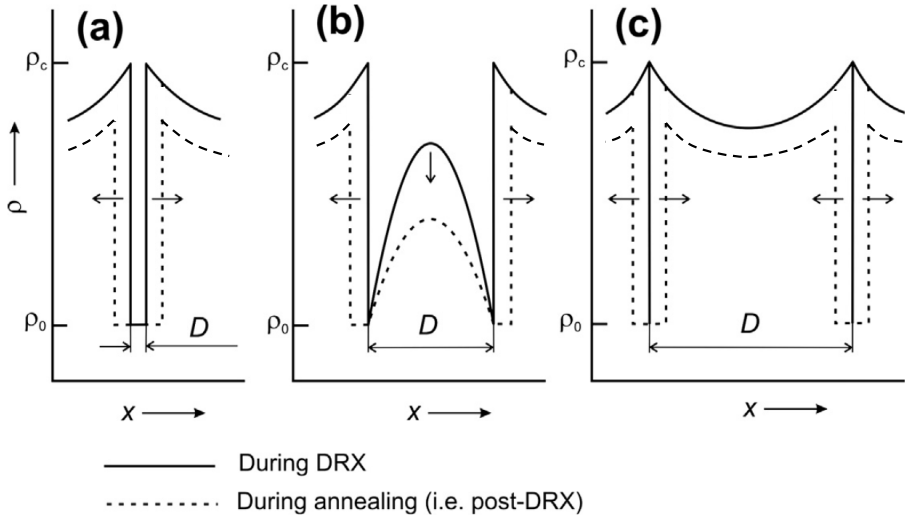



**Figure 7.1** – *Les trois types de grains obtenus par recristallisation dynamique discontinue (DDRX) et leurs évolutions statiques. Représentation schématique de la distribution de la densité de dislocations pendant la recristallisation dynamique discontinue (trait plein) et pendant le traitement thermique qui s'en suit (trait en pointillés). a) Grain DDRX fraichement germé. b) Grain DDRX présentant un gradient de densité de dislocations induit par la déformation simultanée à sa croissance. c) Grain DDRX de taille finale et plus uniformément écroui.* $\rho_0$ *est la densité de dislocations d'un grain fraîchement recristallisé, D est le diamètre du grain DDRX. Figure adaptée de [103].*

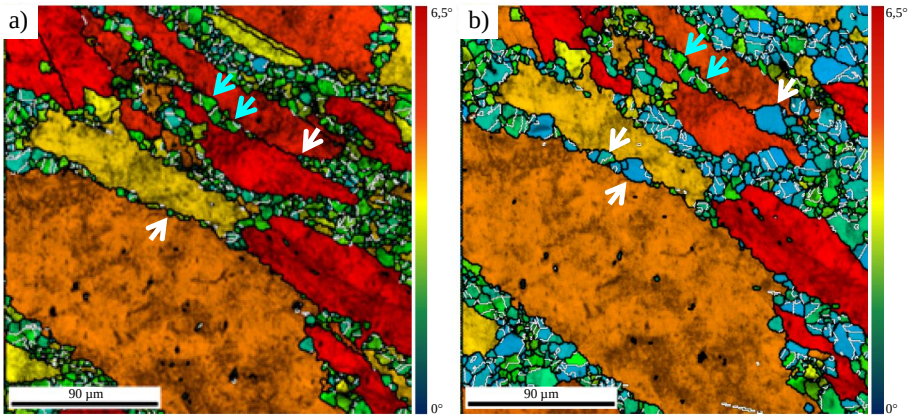



**Figure 7.2** – *Recristallisation métadynamique dans l'alliage 718. EBSD - Cartographies de Grain Orientation Spread superposées au contraste de bande, joints de grains (>15 ˚) représentés en noir et joints de macles représentés en blanc. Essai de torsion réalisé à 1020 ˚C/0,1s*$^{-1}$ *(*$\epsilon = 0,55$*). a) Microstructure recristallisée dynamiquement après trempe à l'eau. b) Même microstructure après un traitement thermique de 1 seconde à 1020 ˚C. Les flèches blanches mettent en évidence des grains DDRX qui ont significativement grossi dès la première seconde de traitement thermique. Les flèches bleues mettent évidence des grains DDRX qui n'ont pas grossi car plus écrouis. Figures adaptées de [105].*

Lors d'un traitement thermique post-déformation, les grains DDRX fraichement germés vont tout de suite (i.e. sans temps d'incubation) se mettre à grossir pour consommer les grains

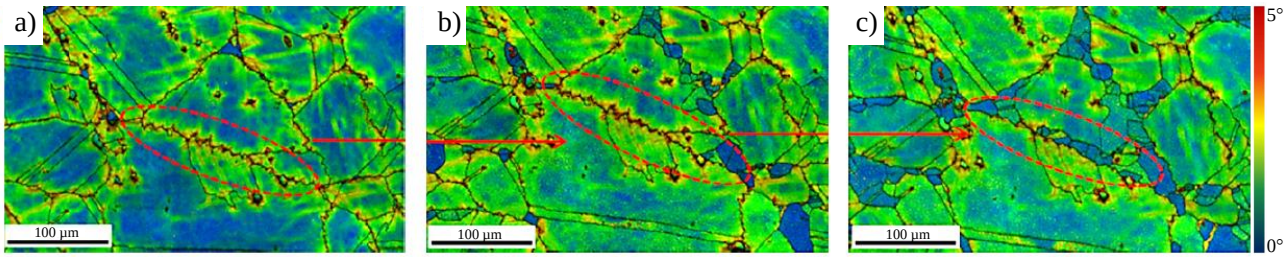



**Figure 7.3** – *Recristallisation statique discontinue dans l'alliage 718. EBSD - Cartographies de Kernel Average Misorientation superposées au contraste de bande, joints de grains (>15 ˚) représentés en noir. Essai de torsion réalisé à 1020 ˚C/0,1s$^{-1}$ ($\epsilon = 0,25$), trempé à l'eau puis suivi de traitements thermiques à 1020 ˚C. a) 3 secondes à 1020 ˚C. b) 40 secondes à 1020 ˚C. c) 60 secondes à 1020 ˚C. Les ellipses en pointillés rouges mettent en évidence de la germination le long d'un ancien joint de grains. Figure tirée de [105].*

écrouis autour du fait de leur très faible énergie stockée. Ce mécanisme est appelé ici "recristallisation metadynamique" [103]. Un exemple de recristallisation métadynamique dans l'alliage 718 déformé supersolvus $\delta$ est illustré Figure 7.2 : les grains DDRX les moins écrouis ont significativement grossi dès la première seconde de traitement thermique (flèches blanches). En revanche, les grains DDRX qui étaient en croissance pendant la déformation sont trop écrouis pour pouvoir grossir significativement (l'écart d'énergie stockée avec les grains autour est faible) et en même temps ils ne sont pas assez écrouis pour déclencher de la germination [103]. Ces grains DDRX vont donc juste restaurer statiquement pendant le traitement thermique. Enfin, les grains DDRX les plus anciens et les éventuels restes des grains originaux peuvent avoir emmagasiné suffisamment de dislocations pour générer de la germination [103]. Ce mécanisme de germination puis de croissance des germes est appelé recristallisation statique discontinue (DSRX). Contrairement à la recristallisation métadynamique, la recristallisation statique discontinue n'est pas immédiate car la germination demande un temps d'incubation. Figure 7.3 montre un exemple de recristallisation statique discontinue dans l'alliage 718 déformé supersolvus $\delta$, cet échantillon présentait initialement une fraction dynamiquement recristallisée très faible. Dans cet exemple, le temps d'incubation vaut entre 40 et 60 secondes. Pendant le temps d'incubation, les grains écrouis peuvent restaurer statiquement [103].

Les mécanismes décrits précédemment font que l'évolution statique d'une microstructure ayant subi de la recristallisation dynamique discontinue se caractérise par trois stades (Figure 7.4) [106]. Dans le premier stade, il se produit essentiellement de la restauration statique et de la recristallisation métadynamique. Dans le deuxième stade, le temps d'incubation de la recristallisation statique discontinue est terminé et la recristallisation s'accélère. Enfin, dans le troisième stade il se produit (principalement) de la croissance de grains sous l'effet des forces de capillarité, car l'énergie stockée a été (quasiment) entièrement consommée. Par ailleurs, il est à noter que si pendant le temps d'incubation de la recristallisation statique discontinue toute l'énergie stockée est consommée par la recristallisation métadynamique, alors la recristallisation statique discontinue n'a pas lieu [105].

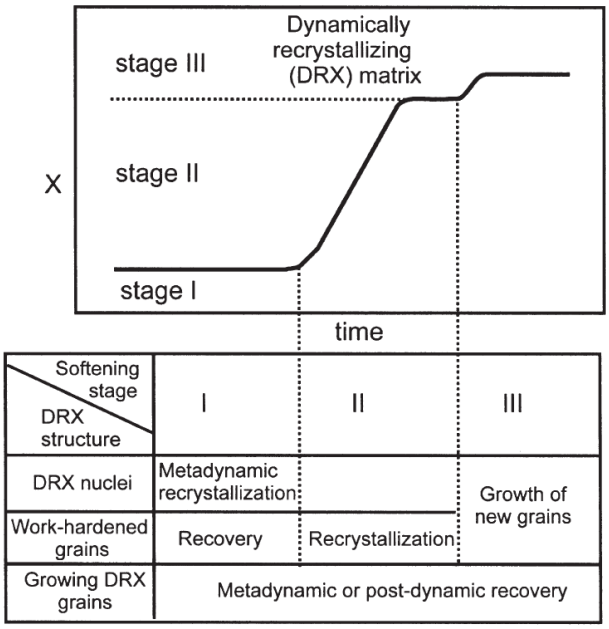



**Figure 7.4** – *Représentation schématique des trois stades des évolutions statiques d'une microstructure DDRX. "X" correspond à la fraction d'adoucissement du matériau. Figure tirée de [106].*

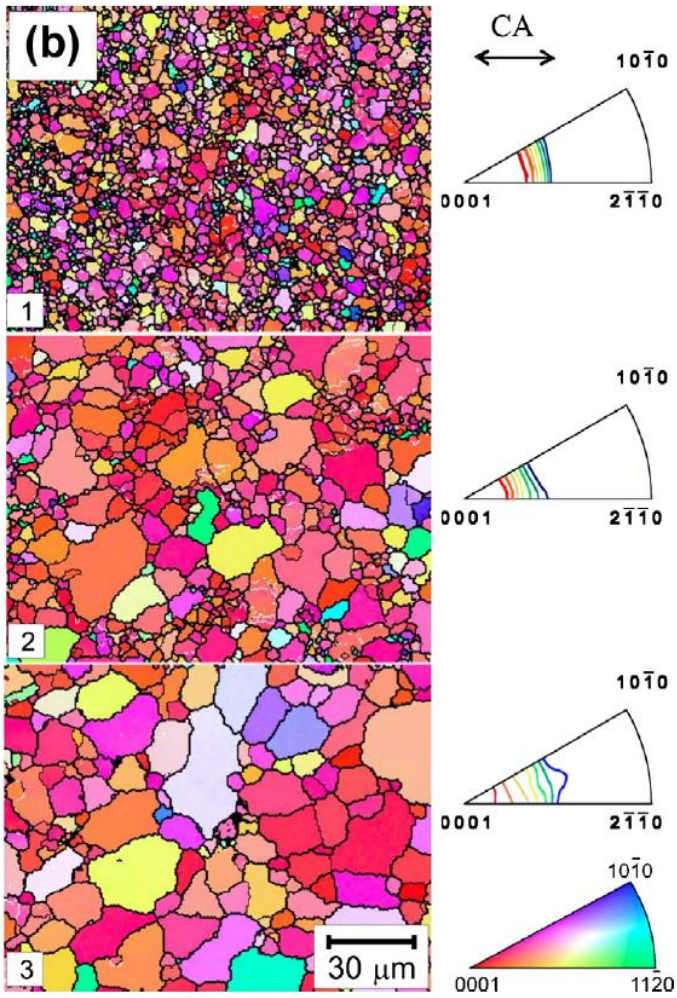



**Figure 7.5** – *Recristallisation statique continue dans l'alliage de magnésium AZ31. Cartographies d'orientation EBSD et figures de pôle inverses associées. Les sous-joints de désorientations comprises entre 2 ° et 4 ° sont représentés avec des traits blancs fins, les sous-joints de désorientations comprises entre 4 ° et 15 ° sont représentés avec des traits noirs fins et les joints de grains (désorientation supérieure à 15 °) sont représentés avec des traits noirs épais. a) Microstructure déformée à 300 ° C trempée à l'eau ($\epsilon = 1,2$). b) Microstructure après traitement thermique de 1000 secondes à 230 ° C. c) Microstructure après traitement thermique de 10000 secondes à 230 ° C. "CA" signifie "Compression Axis". Figure tirée de [103].*

La recristallisation statique conventionnelle désigne par défaut la recristallisation statique discontinue. Mais la recristallisation statique peut aussi être continue [103] (Figure 7.5). La recristallisation statique continue (CSRX) se produit par exemple dans des microstructures ayant subi de la recristallisation dynamique continue (CDRX), comme les microstructures aux grains "ultra-fins" produites par des déformations plastiques sévères [103]. La CSRX se caractérise par la restauration et/ou coalescence des sous-grains formés par CDRX puis par leur croissance sous l'effet de l'énergie de joint de grains (capillarité) et de l'écrouissage résiduel (énergie stockée). Par conséquent, après CSRX la texture est peu modifiée par rapport à celle qui avait été obtenue après CDRX [107] (Figure 7.5). Contrairement à la DSRX mais comme pour la CDRX, la CSRX n'implique pas de germination. Néanmoins, comme pour la DSRX, il a été reporté trois stades pour la CSRX [103, 108]. Le premier stade comprend principalement de la restauration statique. Puis, dans un deuxième stade, la croissance des grains s'accélère sous l'effet des forces motrices de capillarité et d'énergie stockée : c'est la recristallisation statique continue. Enfin, le troisième régime se caractérise par un ralentissement de la croissance des grains car l'énergie stockée a entièrement été consommée et les joints de grains ne migrent plus que sous l'effet de la force de capillarité.

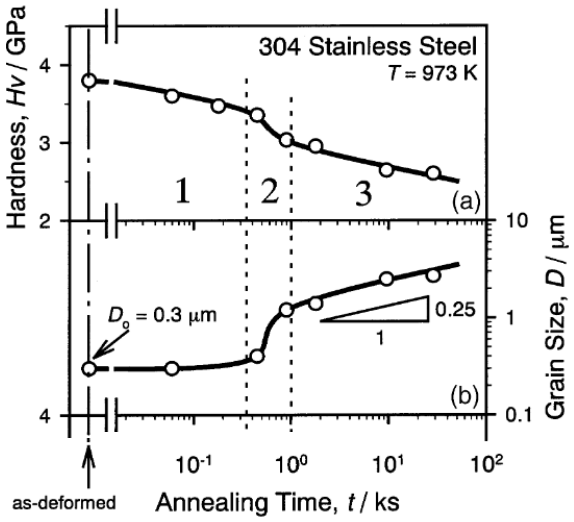



**Figure 7.6** – *Identification des trois stades de la recristallisation statique continue pour de l'acier inoxydable 304. Traitements thermiques réalisés à 700 ° C sur une microstructure initiale composée de grains "ultra-fins" obtenus par forgeage multi-directionnel jusqu'à une déformation cumulée de 6,4. a) Dureté Vickers à température ambiante. b) Diamètre des grains. Figures tirées de [108].*

Takayama et al. [109] ont mis en évidence une transition entre DSRX et CSRX lors du traitement thermique à 300 ° C du cuivre à grains ultra-fins obtenus par forgeage multi-directionnel. Ainsi, lorsque que la déformation cumulée est inférieure à 2, seulement de la recristallisation statique discontinue se produit. En revanche, pour des déformations cumulées supérieures à 3, seulement de la recristallisation statique continue se produit et la taille de grains résultante est beaucoup plus fine que celle obtenue par recristallisation statique discontinue (Figure 7.7) : la structure ultra-fine générée par les conditions de déformation sévères reste stable même après plusieurs heures de traitement thermique. Cette transition dans les mécanismes peut être attribuée à une évolution de la taille et de la distribution des sous-structures formées par la déformation : pour des déformations cumulées inférieures à 2 les sous-structures sont plus grossières (10-1000 $\mu$m) et distribuées est de façon hétérogène alors que pour les déformations cumulées supérieures à 3 les sous-structures sont très fines (moins de 1 $\mu$m) et distribuées de façon homogène.

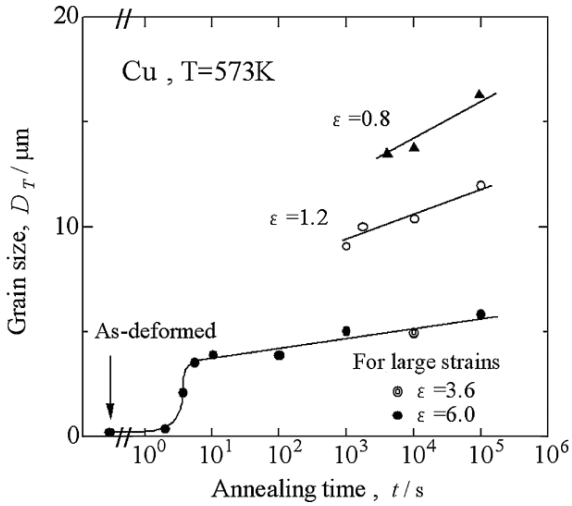



**Figure 7.7** – *Transition entre DSRX et CSRX dans le cuivre à grains ultra-fins obtenu par forgeage multi-directionnel. Évolution de la taille moyenne des grains en fonction du temps de traitement à 300 ˚C et en fonction de la déformation cumulée appliquée. Figure tirée de [109].*

### 7.1.2 Maclage thermique

Si expérimentalement il a pu être constaté la formation de macles thermiques lors de phases de restauration ou de croissance de grains, les macles thermiques se forment principalement pendant les phases de recristallisation et en particulier pendant les phases de recristallisation statique [23]. En effet, pendant la phase de recristallisation statique qui se caractérise par l'apparition et la croissance de nouveaux grains, la densité de macles (i.e. longueur de joint de macles par unité de surface) augmente avec la taille de grains moyenne [105, 110] (Figure 7.8). Puis, pendant la phase de croissance de grains qui suit la recristallisation statique, la densité de macles diminue du fait de la disparition d'un certain nombre de grains sous l'effet de la force motrice de capillarité.

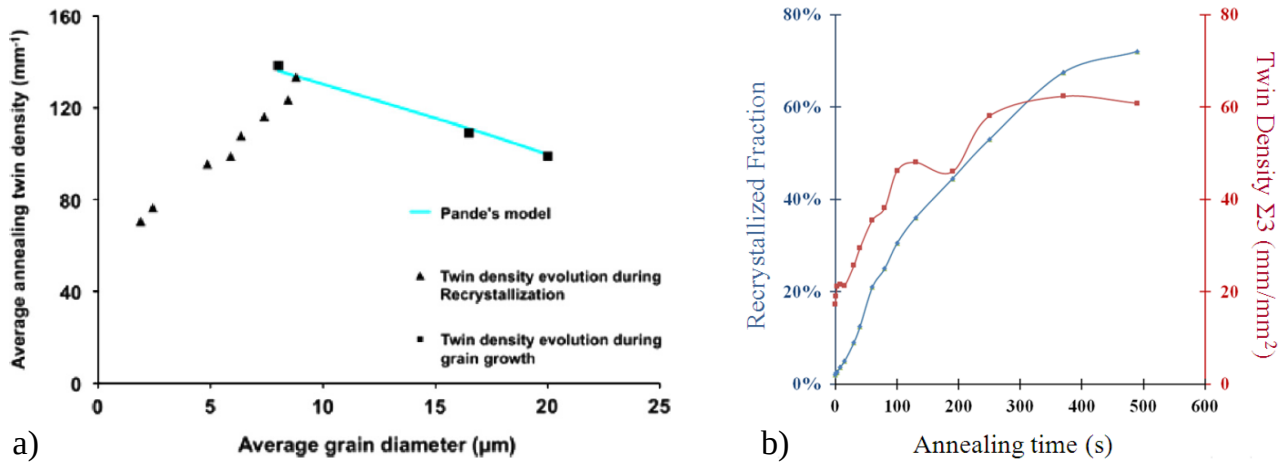



**Figure 7.8** – *Évolution de la densité de macles thermiques pendant les phases de recristallisation statique et de croissance de grains. a) Nickel pur à 99,995% traité à 400 ˚C après avoir été déformé à froid. Figure tirée de [110]. b) Alliage 718 déformé supersolvus δ puis traité à 1020 ˚C. Figure tirée de [105].*

Comme évoqué au Chapitre 4, pendant les phases de recristallisation les macles peuvent faire partie du processus de germination de la recristallisation discontinue [71, 72, 74] : des joints de macles peuvent se former à l'arrière des renflements des anciens joints de grains donnant ainsi

naissance à des germes de recristallisation statique (ou dynamique) discontinue (Figure 7.9). Lors des phases de croissance de grains, les macles ont plutôt tendance à se former au niveau des jonctions triples de façon à réduire l'énergie de joint de grains totale [23, 111] (Figure 7.10).

**Figure *7.9*** – *Germination par maclage thermique lors de la recristallisation dynamique discontinue d'un bicristal de cuivre sollicité en traction à 650 ° C/4, 2.10$^{-4}s^{-1}$. Le joint tilt* [001] *(de désorientation 64 ° ) est initialement parallèle à l'axe de traction, ce qui garantit l'absence de glissement au niveau du joint de grains. La flèche noire montre un germe DDRX isolé. Figure tirée de [72].*

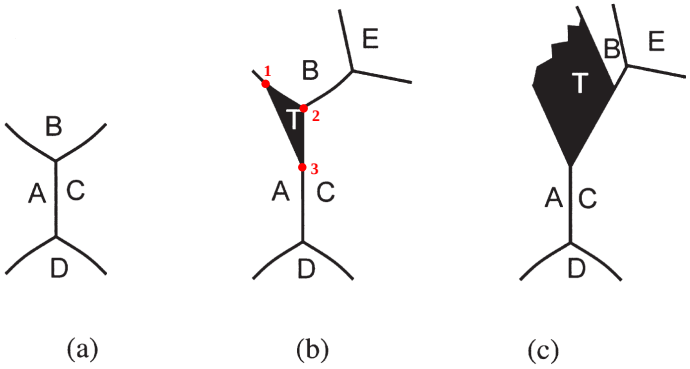



**Figure *7.10*** – *Représentation schématique de la formation d'une macle thermique à une jonction triple. Pour que la macle thermique T se forme la condition suivante doit être vérifiée :* $\Gamma_{AT}.L_{13} + \Gamma_{TC}.L_{23} + \Gamma_{TB}.L_{12} < \Gamma_{AC}.L_{23} + \Gamma_{AB}.L_{12}$, *où* $\Gamma_{ij}$ *est l'énergie du joint entre les grains i et j et* $L_{xy}$ *est la distance entre les points x et y. Figure tirée de [23].*

Deux directions de maclage sont reportées dans la littérature : le joint de macles cohérent est parallèle au front de recristallisation ou le joint de macles cohérent est perpendiculaire au front de recristallisation [23] (Figure 7.11). Néanmoins, concernant les mécanismes de formation des macles thermiques à l'échelle atomique, ils ne sont pas encore clairs car ils sont difficiles à valider expérimentalement [23]. Deux scenarii sont répandus dans la littérature (Figure 7.12) : le maclage par dissociation du joint de grains et le maclage par faute d'empilement sur le front de recristallisation en migration. Si le mécanisme de maclage par faute d'empilement convient très bien pour décrire la formation d'une macle dont le joint cohérent est parallèle au front, il ne semble en revanche pas adapté au cas où le joint de macles cohérent est perpendiculaire au front de recristallisation (Figure 7.11/b). Cependant, plusieurs mécanismes de formation de macle pourraient se produire dans une même microstructure dépendant de la force motrice de migration qui s'applique sur le joint de grains [113] : le mécanisme de maclage par faute d'empilement se produirait pour des forces motrices élevées (i.e. énergies stockées élevées et donc vitesses de migration du front élevées [110]) et le mécanisme de maclage par dissociation de joint de grains se produirait pour des forces motrices plus faibles (i.e. énergies stockées plus faibles). Dans tous les cas, il est certain que les macles thermiques n'apparaissent jamais au hasard dans la microstructure et en général leur apparition peut être reliée aux facteurs suivants [114] :

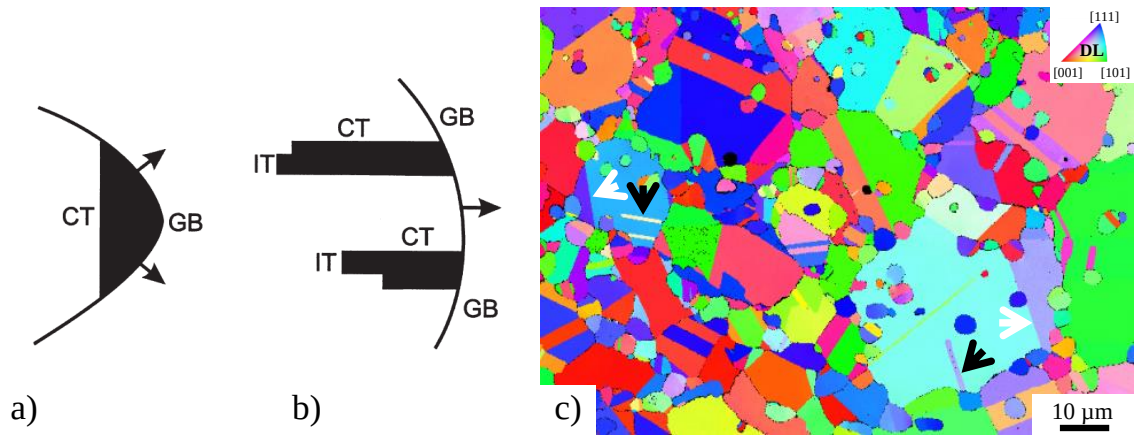



**Figure 7.11** – *Les deux orientations des macles par rapport au front de recristallisation. a) Le joint de macles cohérent (CT) est parallèle au front de recristallisation. b) Le joint de macles cohérent (CT) est perpendiculaire au front de recristallisation. Figures tirées de [23]. c) Cartographie d'orientation EBSD réalisée dans un échantillon de billette d'alliage René65. Figure tirée de [112]. Les flèches blanches mettent en évidence des joints de macles cohérents parallèles au joint du grain et les flèches noires mettent en évidence des joints de macles cohérents perpendiculaires au joint du grain.*

— une minimisation de l'énergie du joint de grains en migration
— une augmentation de la mobilité du joint de grains en migration
— une structure de dislocations favorable dans les grains non recristallisés.

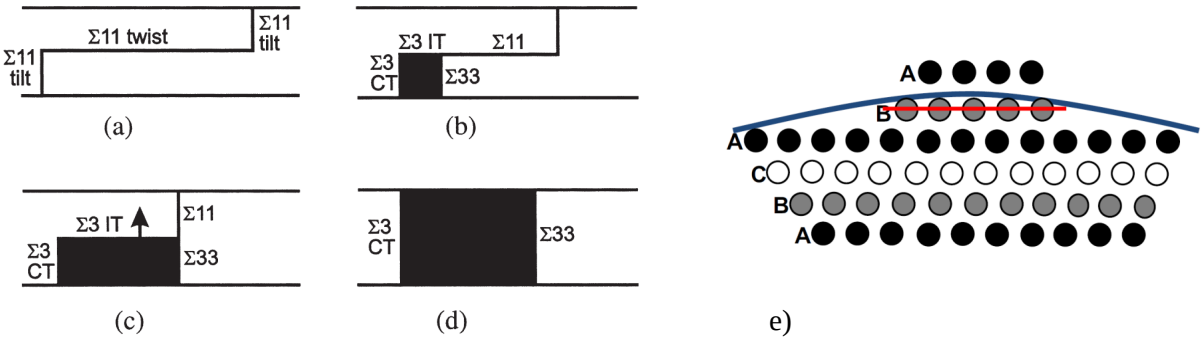



**Figure 7.12** – *Les deux mécanismes les plus répandus dans la littérature pour expliquer la formation des macles thermiques. De a) à d) Dissociation du joint de grains pendant sa migration. Exemple de la dissociation d'un joint tilt Σ11 en un joint Σ3 cohérent (CT) et un joint Σ33. Figures tirées de [23]. e) Faute d'empilement sur le front de recristallisation en migration. La séquence ABCABCABC d'empilement des plans {111} est modifiée en ABCA**B**ACBA suite à une faute d'empilement sur le front de recristallisation. La ligne rouge marque le plan du joint de macles cohérent. Figure tirée de [110].*

## 7.2 Interaction entre un front de recristallisation statique et des précipités cohérents

Comme lors de la recristallisation dynamique (Chapitre 4, Section 4.2), lors des phases de recristallisation statique et de croissance de grains, les joints de grains entrent en interaction avec les particules de seconde phase qui se trouvent sur leur passage. Ce paragraphe présente

les interactions entre front de recristallisation et précipité $\gamma\prime$ cohérents qui ont été reportées dans la littérature lors d'évolutions statiques de microstructure.

### 7.2.1 Force d'ancrage et contournement des précipités

Comme expliqué au chapitre 1, la force d'ancrage maximale que peut exercer un précipité sphérique cohérent sur un joint de grains est deux fois supérieure à celle que peut exercer un précipité sphérique de même taille mais incohérent. De façon plus générale, l'ancrage maximal que peut exercer une particule de forme quelconque à l'interface entre deux grains dépend des énergies des interfaces qu'elle génère avec les deux grains (Figure 7.13). Autrement dit, la force d'ancrage maximale dépend du ratio $D_{Coh}$ suivant [33] :

$$D_{Coh} = \frac{\Gamma_{1p} - \Gamma_{2p}}{\Gamma_{12}} \tag{7.1}$$

où $\Gamma_{1p}$ est l'énergie d'interface entre la particule $p$ et le grain 1, $\Gamma_{2p}$ est l'énergie d'interface entre la particule $p$ et le grain 2 et $\Gamma_{12}$ est l'énergie de joint de grains.

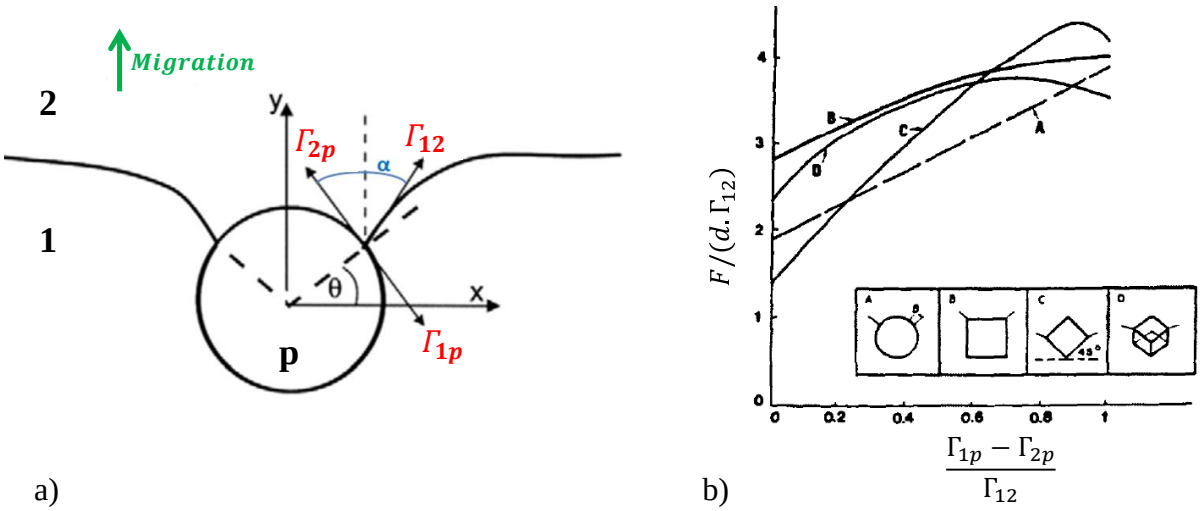



**Figure 7.13** – *Force d'ancrage exercée par un précipité en fonction des énergies interfaciales impliquées. a) Représentation schématique des interactions mises en jeu lorsqu'un précipité sphérique (inerte) se retrouve à l'interface entre deux grains. Figure adaptée de [23]. b) Force d'ancrage maximale que peut exercer un précipité sphérique ou cubique en fonction du ratio $D_{Coh} = (\Gamma_{1p} - \Gamma_{2p})/\Gamma_{12}$. Pour la géométrie cubique, différents angles d'incidence sont considérés pour le joint de grains. Figure adaptée de [33].*

Ainsi, la tendance générale est que, plus le ratio $D_{Coh}$ est élevé (i.e. plus $\Gamma_{1p}$ est grand devant $\Gamma_{2p}$), plus la force d'ancrage maximale que peut exercer une particule est élevée. Dans le cas d'une particule sphérique, la force maximale que peut exercer une particule est même une fonction affine du ratio $D_{Coh}$ [33] :

$$F = \pi r \Gamma_{12}.(1 + \cos\alpha) = \pi r \Gamma_{12}.(1 + \frac{\Gamma_{1p} - \Gamma_{2p}}{\Gamma_{12}}) \tag{7.2}$$

où $r$ est le rayon de la particule. En effet, comme vu au Chapitre 1, l'équilibre des énergies d'interfaces dans le cas d'une particule sphérique et inerte donne : $\cos\alpha = (\Gamma_{1p} - \Gamma_{2p})/\Gamma_{12}$.

De plus, si une fois contourné le précipité se retrouve avec une énergie d'interface plus élevée (i.e. $\Gamma_{1p} > \Gamma_{2p}$) alors la solubilité des éléments du précipité dans la matrice est augmentée par

l'effet de Gibbs-Thomson [115]. L'effet de Gibbs-Thomson traduit l'effet de la présence d'une interface (séparant deux phases) sur les solubilités des atomes à l'équilibre : les solubilités sont d'autant plus modifiées que la courbure de l'interface est élevée. Par exemple, dans le cas d'un alliage binaire Ni-Al, la présence d'un précipité $Ni_3Al$ (phase $\gamma\prime$) de rayon r dans la solution solide Ni-Al (phase $\gamma$) conduit à une modification locale de la solubilité des atomes d'aluminium dans la matrice selon l'équation [115] :

$$X_{eq\ r} = X_{eq\ \infty}.\exp\left(\frac{2\Gamma_{1p}.v_{at}^{\gamma\prime}}{X_p.r.k.T}\right) \tag{7.3}$$

où $X_{eq\ r}$ est la solubilité effective des atomes d'aluminium dans la matrice Ni-Al, $X_{eq\ \infty}$ est la solubilité des atomes d'aluminium à une distance infinie de l'interface $\gamma/\gamma\prime$ (donnée par le diagramme de phase), $v_{at}^{\gamma\prime}$ est le volume atomique moyen d'un atome de phase $\gamma\prime$ ($Ni_3Al$) et $X_p$ est la concentration molaire en aluminium dans la phase $\gamma\prime$ (i.e. 1/(1+3)). Ainsi, si $\Gamma_{1p}$ est plus élevée que $\Gamma_{2p}$ alors après contournement, $X_{eq\ r}$ est augmentée et il peut être observé une dissolution des plus petits précipités contournés [116].

Par ailleurs, Bee et al. [88] ont reporté un mécanisme de contournement de précipité peut-être peu répandu mais intéressant (Figure 7.14) : le contournement d'un précipité par maclage. Il a été interprété que, dans ce cas, le maclage se produit pour obtenir un front de plus grande mobilité, ce qui permet de surmonter l'ancrage exercé par le précipité.

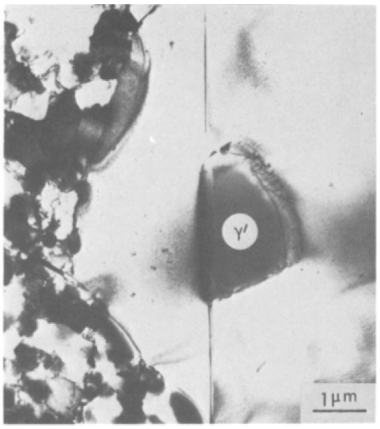



**Figure *7.14*** – *Précipité apparemment contourné par un mécanisme de maclage durant la recristallisation statique d'un alliage $\gamma/\gamma\prime$ issu de la métallurgie des poudres. Figure tirée de [88].*

### 7.2.2 Mécanismes de dissolution et reprécipitation

De la même façon que pendant la phase de recristallisation dynamique (Chapitre 4, Section 4.2), si la dissolution des précipités est moins coûteuse en énergie que leur contournement, alors le front de recristallisation peut dissoudre les précipités (Figure 7.15/a). Cette dissolution entraîne une sursaturation en éléments $\gamma\prime$-gène qui conduit à un moment donné à de la reprécipitation. Cette reprécipitation peut prendre deux formes : elle peut être continue (Figure 7.15) ou discontinue (Figure 7.16).

La reprécipitation continue consiste en la re-formation de précipités à l'arrière du front dans le volume recristallisé. Une fois re-formés, les précipités vont continuer à mûrir dans la matrice recristallisée, si bien qu'il est observé un gradient de taille des précipités du front vers l'intérieur du grain : plus les précipités sont loin du front, plus ils sont gros [117]. Les précipités formés par reprécipitation continue ont des formes plutôt sphériques. Ils ont la même orientation que la matrice recristallisée et sont cohérents avec cette dernière. La reprécipitation continue est

caractéristique d'une faible sursaturation en éléments $\gamma\prime$-gène [118]. Cette faible sursaturation se produit pour des alliages avec de faibles fractions volumiques de phase $\gamma\prime$ (typiquement 0,08-0,15 à température ambiante [117]). Néanmoins, une faible sursaturation est également observée lors des premiers instants de la recristallisation d'alliages avec des fractions volumiques de phase $\gamma\prime$ élevées [118]. En effet, les premiers grains recristallisés proviennent des zones déplétées en éléments $\gamma\prime$-gène situées le long des joints de grains et sont donc faiblement sursaturés en éléments $\gamma\prime$-gène.

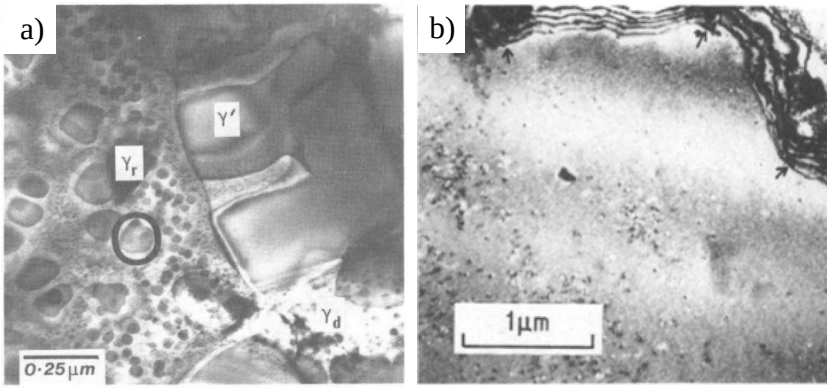



**Figure *7.15*** – *Reprécipitation continue lors de la recristallisation statique de superalliages $\gamma/\gamma\prime$. Observations MET. a) Alliage expérimental issu de la métallurgie des poudres, déformé à 1050 ° C puis traité à 1080 ° C. "$\gamma_r$" et "$\gamma_d$" signifient respectivement phase $\gamma$ recristallisée et phase $\gamma$ déformée. Le cercle noir met en évidence de la reprécipitation continue. Figure tirée de [118]. b) Alliage Nimonic 80A laminé à froid puis traité à 920 ° C pendant 600 secondes. Les petits points noirs dans la matrice recristallisée correspondent à de la reprécipitation continue. Figure tirée de [117].*

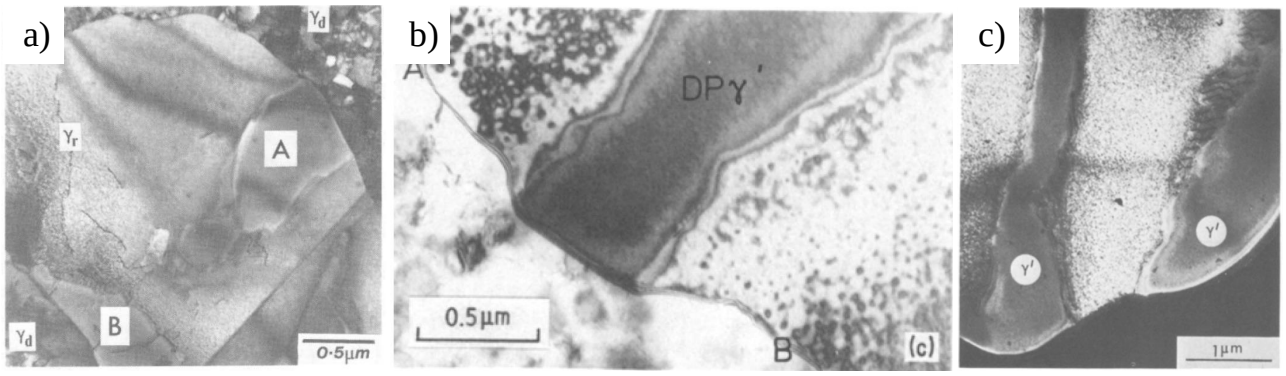



**Figure *7.16*** – *Reprécipitation discontinue lors de la recristallisation statique de superalliages $\gamma/\gamma\prime$. Observations MET. a) Alliage expérimental issu de la métallurgie des poudres, déformé à 1050 ° C puis traité à 1080 ° C. "$\gamma_r$" et "$\gamma_d$" signifient respectivement phase $\gamma$ recristallisée et phase $\gamma$ déformée. "A" et "B" signalent des précipités $\gamma\prime$ formés par reprécipitation discontinue. Figure tirée de [118]. b) Alliage Nimonic 115 laminé à froid puis traité à 1100 ° C pendant 600 secondes. Figure tirée de [117]. c) Alliage expérimental issu de la métallurgie des poudres, déformé à 1050 ° C puis traité à 1080 ° C. Figure tirée de [88].*

En revanche, quand la sursaturation en éléments $\gamma\prime$-gène devient élevée, la précipitation ré-apparaît immédiatement au niveau du front de recristallisation : c'est la reprécipitation discontinue. Les précipités de la reprécipitation discontinue sont directement nourris par les éléments $\gamma\prime$-gène situés dans le front de recristallisation [117]. Ainsi, alors que le front progresse, de large bandes (> 500 nm de large d'après la Figure 7.16) de phase $\gamma\prime$, parallèles à la direction

de migration du front, sont formées. De plus, comme dans le cas de la reprécipitation continue, la phase $\gamma\prime$ formée a la même orientation que la matrice recristallisée et est cohérente avec cette dernière. Figure 7.17 résume de façon schématique les motifs de précipitation obtenus dans le cas de reprécipitation continue et reprécipitation discontinue.

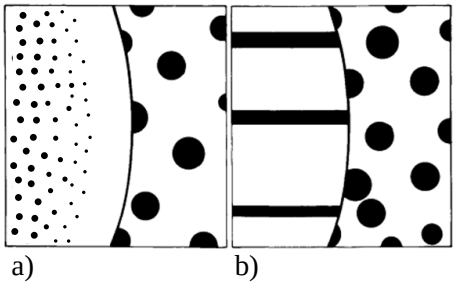



**Figure *7.17*** – *a) Reprécipitation continue. b) Reprécipitation discontinue. Figure adaptée de [119].*

Par ailleurs, Porter et al. [117] ainsi que Bee et al. [88] ont reporté un autre mécanisme d'interaction front de recristallisation/précipitation, plus marginal dans leurs études mais intéressant. En effet, ils ont tous deux observé quelques exemples de précipités semi-cohérents de grande taille à l'arrière du front (Figure 7.18). Pour ces précipités, Porter et al. ont relevé jusqu'à 4 ° de désorientation entre la matrice et les précipités. De plus, Porter et al. disent ne pas avoir remarqué de relation d'orientation particulière entre les précipités semi-cohérents et la matrice écrouie située de l'autre côté du front de recristallisation.

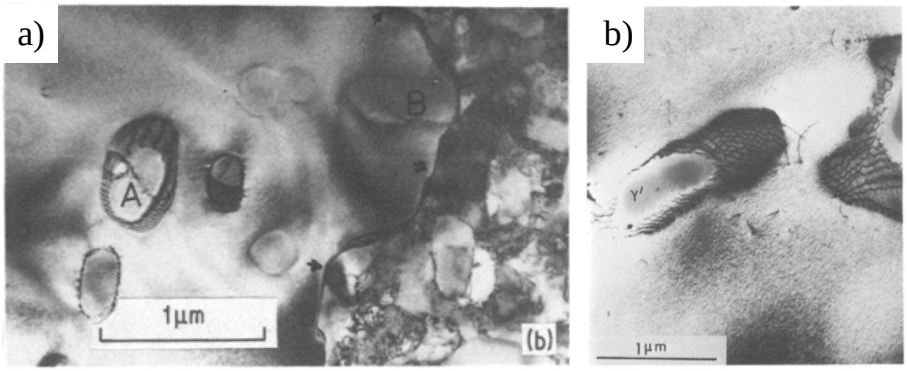



**Figure *7.18*** – *Larges précipités semi-cohérents à l'arrière du front de recristallisation statique. Observations MET. a) Alliage Udimet 720 laminé à froid puis traité à 1100 ° C pendant 600 secondes. "A" signale un précipité semi-cohérent désorienté de 2-3 ° par rapport à la matrice recristallisée et comportant un sous-joint. "B" signale de la reprécipitation discontinue. Figure tirée de [117]. b) Alliage expérimental issu de la métallurgie des poudres, déformé à 1050 ° C puis traité à 1080 ° C. Figure tirée de [88]. Des réseaux de dislocations entre la matrice et les précipités semi-cohérents apparaissent en noir.*

Alors que Bee et al. ont attribué ces précipités semi-cohérents à un phénomène de reprécipitation sans investiguer davantage, Porter et al. ont proposé un mécanisme pour expliquer leur existence (Figure 7.19). Parce que les précipités semi-cohérents présentent des formes et des tailles assez proches des précipités contenus dans les grains initiaux (précipités sphériques et cohérents allant jusqu'à 500 nm de diamètre et résultant d'un traitement de mise en solution), Porter et al. ont supposé que les précipités semi-cohérents sont des précipités de l'état initial qui à l'issue du laminage à froid se sont retrouvés au niveau des sous-joints formés par la déformation (Figure 7.19/a). Ensuite, lors du traitement thermique, les sous-grains ont tourné de

façon à tous se retrouver avec la même orientation puis ont fusionné (Figure 7.19/b). La fusion des sous-grains a alors formé un germe de recristallisation et le joint de grains initial, qui est mobile, s'est mis à migrer du fait de la différence d'énergie stockée. La migration du front s'est ensuite accompagnée de reprécipitation discontinue (Figure 7.19/c). Ainsi, les quelques degrés de désorientation des précipités semi-cohérents proviendraient du fait qu'ils auraient été englobés dans le grain résultant de la fusion des sous-grains, ce grain étant désorienté de quelques degrés par rapport au grain initial.

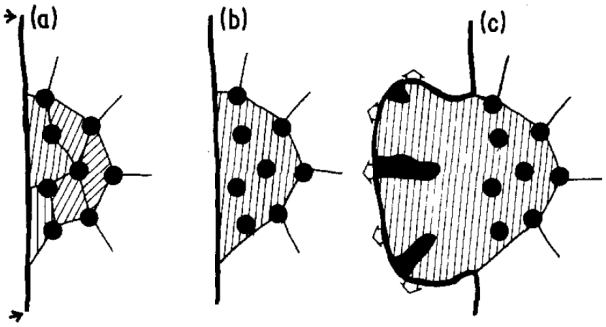



**Figure *7.19*** – *Représentation schématique du mécanisme proposé par Porter et al. pour expliquer l'existence de précipités semi-cohérents à l'arrière du front de recristallisation statique. Figure tirée de [117].*

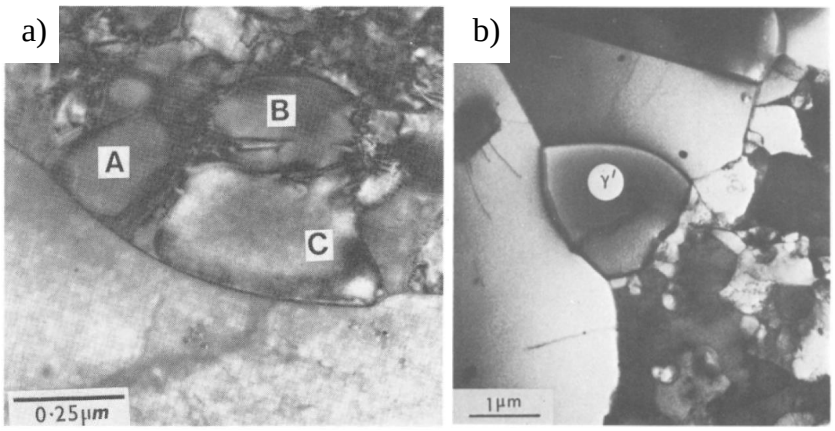



**Figure *7.20*** – *Coalescence de précipités proches du front de recristallisation lors de la recristallisation statique d'un alliage issu de la métallurgie des poudres traité à 1080 ° C après avoir été forgé à 1050 ° C. a) Coalescence de trois précipités "A", "B" et "C" sur le front de recristallisation. Figure tirée de [118]. b) Ancrage exercé par un large précité formé par coalescence de plus petits précipités sur le front de recristallisation. Figure tirée de [88].*

Pour finir, il a aussi été observé la coalescence de précipités à proximité du front de recristallisation, dans la matrice écrouie (Figure 7.20) [118]. Le précipité obtenu par coalescence a alors un rayon plus grand que les précipités initiaux. Ceci va avoir deux conséquences toutes deux contrôlées par l'effet de Gibbs-Thomson (Équation 7.3). Premièrement, l'augmentation de la taille du précipité fait que le précipité va pouvoir résister à la dissolution du front [118]. Deuxièmement, l'augmentation de la taille du précipité va aussi lui donner un avantage pour continuer à grossir en se nourrissant des éléments $\gamma\prime$-gène contenus dans le front de recristallisation mais aussi d'éléments $\gamma\prime$-gène diffusant dans le volume et provenant des plus petits précipités situés autour [118]. Après avoir grossi, le précipité exerce une force d'ancrage bien

plus élevée qu'un précipité de taille initiale. Ne pouvant le dissoudre, le front de recristallisation n'a pas d'autre choix que de le contourner pour continuer à avancer [118]. Il est important de préciser qu'il n'a pas été remarqué de relation d'orientation entre les précipités formés par coalescence et la matrice recristallisée de l'autre côté du front [88]. En revanche, ces précipités issus de la coalescence ont une orientation proche de la matrice non recristallisée dans laquelle ils se trouvaient initialement.

### 7.2.3 Traversée des précipités

Le mécanisme de franchissement de précipité présenté dans ce paragraphe est beaucoup plus rare : il s'agit de la traversée d'un précipité cohérent par un joint de grains (Figure 7.21). Dans ce cas, la migration du joint dans le précipité s'accompagne du changement de l'orientation du précipité de façon à ce qu'elle soit la même que celle de la matrice $\gamma$ située autour. Autrement dit, lors de la traversée du précipité, l'interface $\gamma/\gamma\prime$ reste toujours cohérente de part et d'autre du joint de grains.

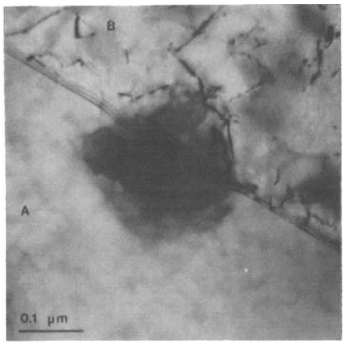



**Figure 7.21** – *Traversée d'un précipité par un joint de grains dans l'alliage Nimonic PE 16 après traitement thermique de 1000 heures à 810 °C ($T_{solvus\ \gamma\prime}$ = 880 °C). Observation MET. Figure tirée de [120].*

Ce mécanisme semble favorable d'un point de vue thermodynamique. En effet, la traversée du précipité ne crée pas d'interface de plus haute énergie par rapport à l'état initial, contrairement au contournement des précipités cohérents par exemple [116]. Néanmoins, le fait que ce mécanisme soit observé si rarement a été attribué à des barrières d'ordre cinétique [116]. En effet, la mobilité d'un joint de grains est plus basse dans une phase ordonnée (phase $\gamma\prime$) que dans une phase non ordonnée (phase $\gamma$). Mais le joint ne fait pas que se déplacer dans le précipité étant donné qu'il modifie son orientation. Ainsi, le mécanisme de traversée des précipités peut être compris comme un mécanisme au cours duquel la phase $\gamma\prime$ qui entre en contact avec le joint est dissoute puis les éléments $\gamma\prime$-gène obtenus traversent le joint pour reprécipiter en cohérence juste derrière lui [116]. La migration du joint dans le précipité se fait donc par un processus de dissolution-diffusion-reprécipitation qui est donc beaucoup plus lent que la vitesse de migration d'un front de recristallisation statique. La dissolution simple d'un précipité par un joint de grains est beaucoup plus rapide. Les quelques cas de traversée de précipités relevés par Randle et al. (Figure 7.21) ont été observés lors d'une phase de croissance de grains durant laquelle les joints de grains se sont peu déplacés [120]. Ceci confirme que ce mécanisme a plus de chance de se produire lorsque les joints de grains bougent très lentement dans la microstructure, c'est-à-dire lorsque les joints de grains ont une vitesse de migration compatible avec celle du processus de dissolution-diffusion-reprécipitation qui s'opère dans le précipité.

### 7.2.4 Arrêt du front par des précipités cohérents

Si la force motrice de migration du joint de grains n'est pas suffisante pour permettre de réaliser un des mécanismes décrits précédemment (contournement, dissolution-reprécipitation, traversée du précipité) alors le joint de grains reste bloqué par les précipités. Or, dans le cas de précipités cohérents, l'arrêt du joint induit un changement de morphologie des précipités qui se retrouvent le long du joint de grains [116]. En effet, pour les précipités le long du joint de grains, une partie de l'interface $\gamma/\gamma\prime$ est toujours en cohérence avec la matrice initiale mais l'autre partie de l'interface $\gamma/\gamma\prime$ se retrouve en incohérence avec le grain qui vient d'arrêter sa migration. L'équilibre des énergies interfaciales donne (Figure 7.22/a) [116] :

$$\frac{\sin\alpha_1}{\Gamma_{2p}} = \frac{\sin\alpha_2}{\Gamma_{1p}} = \frac{\sin\alpha_p}{\Gamma_{12}} \tag{7.4}$$

Si le précipité est cohérent avec le grain 2 et incohérent avec le grain 1 alors $\Gamma_{2p}$ peut être considérée comme négligeable devant $\Gamma_{1p}$ et $\Gamma_{12}$ qui elles-mêmes peuvent être considérées à peu près égales. Ceci aboutit donc à [116] :

$$\begin{cases} \alpha_2 & \approx & \frac{\pi}{2} \\ \alpha_p & \approx & \frac{\pi}{2} \\ \alpha_1 & \approx & \pi \end{cases}$$

Ce qui implique un précipité quasiment hémisphérique avec la partie bombée du côté cohérent. Si la transformation morphologique de la sphère à l'hémisphère se fait à volume constant, le rayon de l'hémisphère obtenu est alors 26% plus élevé que le rayon de la sphère initiale [116]. Par l'effet de Gibbs-Thomson (Équation 7.3), cette augmentation de rayon résulte en un grossissement des précipités hémisphériques au détriment des précipités sphériques cohérents situés à l'intérieur du grain (Figure 7.22/b et Figure 7.23). Dans le cas de l'alliage Nimonic PE 16 traité à 810 °C, Randle et al. [120] ont calculé que lors du grossissement des précipités hémisphériques au joint de grains la fraction en phase $\gamma\prime$ augmente deux fois plus que le rayon équivalent des précipités, si bien que l'ancrage de Smith-Zener après grossissement des précipités hémisphériques est doublé.

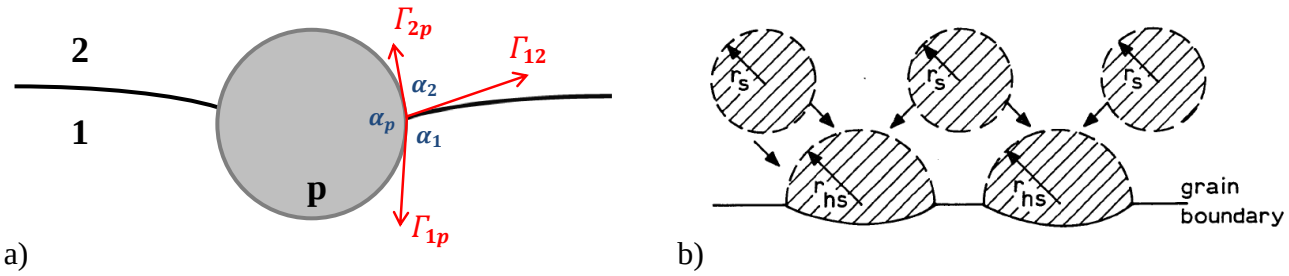



**Figure 7.22** – *Évolution de la forme des précipités partiellement cohérents le long d'un joint de grains immobile. a) Représentation schématique des interactions mises en jeu lorsqu'un précipité sphérique (soluble) se retrouve à l'interface de deux grains. b) Représentation schématique de la forme d'équilibre des précipités partiellement cohérents le long d'un joint de grains : de précipités sphériques de rayon $r_S$ ils se transforment en précipités hémisphériques de rayon $r_{hS}$ et sont nourris par les précipités sphériques environnants. Figure tirée de [116].*

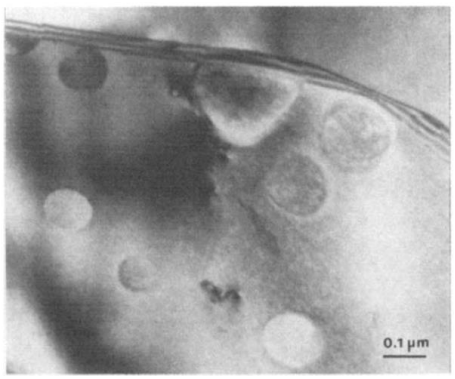



**Figure** ***7.23*** *– Grossissement d'un précipité partiellement cohérent situé sur un joint de grains. Alliage Nimonic PE 16 après traitement thermique de 1000 heures à 810 ° C ($T_{solvus\ \gamma\prime}$ = 880 ° C). Observation MET. Figure tirée de [120].*

## 7.3 Conclusion

Les paragraphes précédents constituent un résumé des très nombreuses informations qui peuvent être trouvées dans la littérature concernant les évolutions statiques des microstructures $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallines.

Les microstructures ayant montré de la recristallisation dynamique discontinue (DDRX) pendant les phases de déformation développent généralement de la recristallisation statique discontinue (DSRX) au cours de leur évolution post-dynamique. Inversement, les microstructures ayant montré de la recristallisation dynamique continue (CDRX) sous l'effet de la déformation ont plutôt tendance à développer de la recristallisation statique continue (CSRX).

Au cours de leur migration les fronts de recristallisation peuvent rencontrer des précipités $\gamma\prime$ et les interactions qui en découlent sont variés et complexes. Ces interactions sont difficiles à prévoir car elles dépendent de nombreux éléments et notamment de :

— la nature cohérente ou incohérente du précipité
— la température
— la taille du précipité
— la sursaturation en éléments $\gamma\prime$-gène
— la force motrice de migration du front
— la mobilité du front...

Ainsi, ayant montré de la recristallisation dynamique continue pendant la déformation, il est attendu que les grains restaurés recristallisent continument pendant la mise en solution. En revanche, à ce stade il est difficile de dire quelles interactions seront observées entre le front de recristallisation et les précipités quasiment cohérents des grains restaurés. Cette interaction sera donc analysée avec attention.

# Chapitre 8

# Évolutions des grains équiaxes pendant la mise en solution

Suite à l'étape de compression à chaud, le traitement de **mise en solution**, qui est un **traitement thermique de 4 heures à 1080 ° C**, a été appliqué aux échantillons. Le traitement de mise en solution a pour objectif de terminer la recristallisation, de relâcher les contraintes résiduelles générées par la déformation et aussi de dissoudre la précipitation secondaire et tertiaire. Ici le traitement de mise en solution a été suivi d'une trempe à l'eau pour permettre d'analyser les évolutions statiques de microstructure se produisant à 1080 ° C. Les phénomènes de précipitation qui se produisent lors du refroidissement suivant la mise en solution sont hors du cadre de cette thèse.

## 8.1 Évolutions statiques des grains équiaxes

La microstructure recristallise de façon importante pendant la mise en solution (Figure 8.1) : si des grains équiaxes non recristallisés sont encore visibles aux faibles déformations (R0,25 - $\epsilon \approx 0,30$), aux déformations élevées (R1 - $\epsilon \approx 1,70$) la microstructure est totalement recristallisée dans les plages équiaxes. Les grains recristallisés visibles après la mise en solution sont des grains issus des recristallisations métadynamique (MDRX) et statique discontinue (DSRX) (Chapitre 7). Comme les grains dynamiquement recristallisés (Chapitre 5), les grains recristallisés de la mise en solution sont dépourvus de précipités secondaires.

A condition d'essai identique, les observations des microstructures montrent que les grains non recristallisés sont plus rares pour la microstructure C8 que pour la microstructure C12 (Figure 8.2). De plus, étant donné leurs tailles, les grains équiaxes non recristallisés sont d'anciens grains équiaxes provenant de l'état billette. Ces grains ont certainement été moins écrouis que les autres grains équiaxes lors de la phase de déformation. Ce moindre écrouissage a fait que ni la germination dynamique, ni la germination statique pendant la mise en solution ne se sont déclenchées dans ces grains-là. Ces grains ont donc restauré (des cellules de restauration sont visibles Figure 8.3) et se sont faits consommer par les grains recristallisés situés autour, mais seulement de façon partielle à cause de leur faible énergie stockée.

A l'inverse des grains recristallisés, les grains équiaxes non recristallisés peuvent encore présenter de la précipitation secondaire héritée de l'état avant déformation et qui n'a pas été dissoute lors du traitement de mise en solution. C'est le cas des grains équiaxes non recristallisés de C12, qui comportent de la précipitation secondaire quelle que soit la condition d'essai appliquée (Figure 8.4/a-c), mais pas des grains équiaxes non recristallisés de C8 (Figure 8.4/d-e). Ceci s'explique par le fait que les précipités secondaires de C12 sont initialement bien plus gros que ceux de C8 (240 nm contre 140 nm de diamètre en moyenne après deux heures de

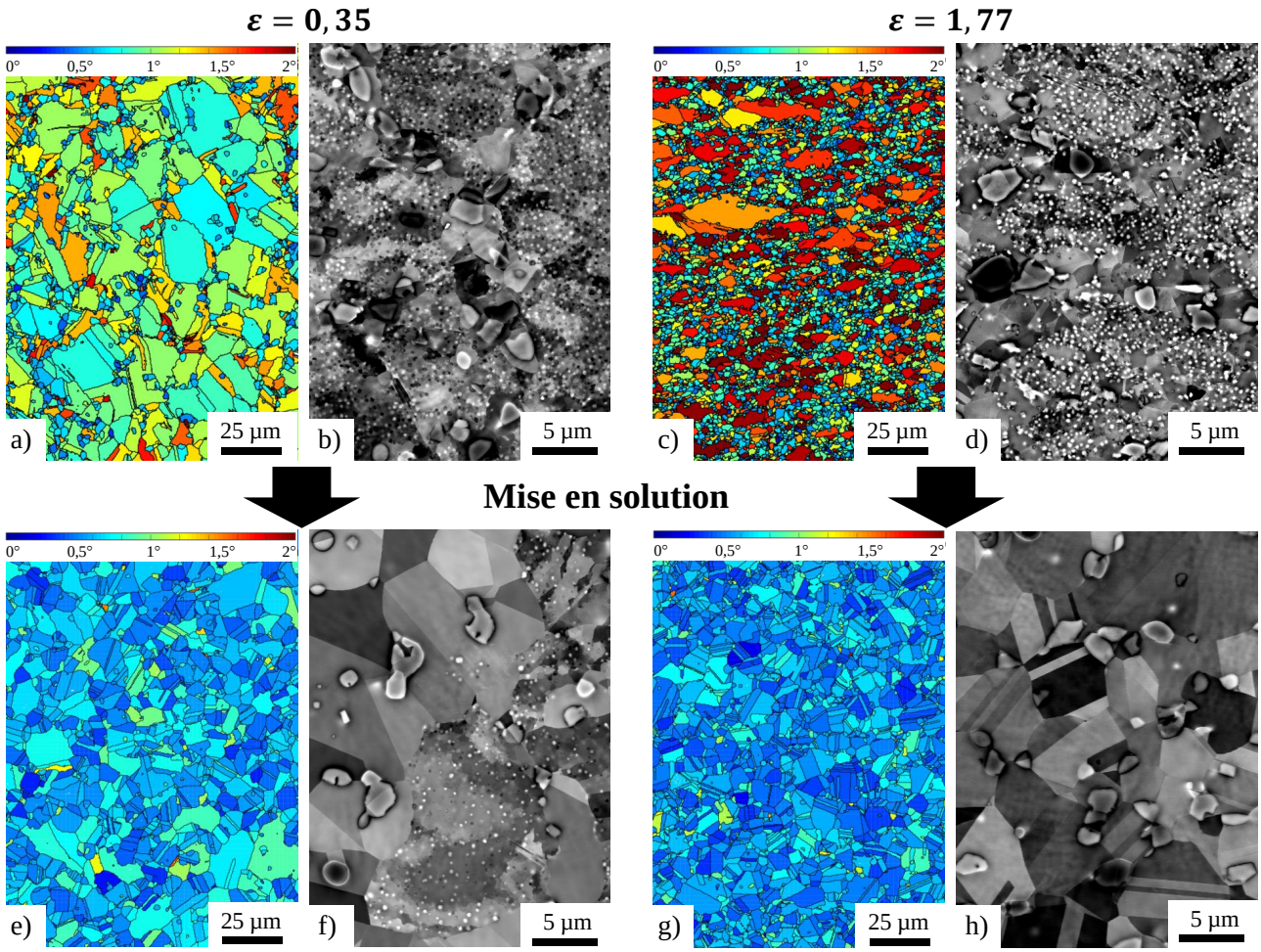



**Figure *8.1*** – *Évolutions des plages équiaxes entre l'état déformé et la fin de la mise en solution. Condition Def-1070 appliquée à C12, cartographies de GAM et images BSE. De a) à d) : état après compression à chaud. De e) à h) : état après mise en solution.*

traitement à 1070 ˚C - Chapitre 3) et donc plus résistants à la dissolution.

Ainsi, comme lors de la recristallisation dynamique (Chapitre 5), pendant la mise en solution la croissance des grains recristallisés de la microstructure C12 implique une dissolution des précipités secondaires situés sur le trajet du front de recristallisation. Cette dissolution doit très probablement engendrer, comme lors de la recristallisation dynamique (Chapitre 5), des micro-ségrégations en éléments $\gamma\prime$-gène, notamment aux joints de grains. Il est ainsi très probable que, dans le cas de C12, le front de recristallisation soit freiné via l'effet de *Solute Drag* (Chapitre 4). Le potentiel effet de *Solute Drag* et la grande taille de grains de la microstructure C12 initiale (Chapitre 3) sont deux éléments qui expliquent une plus grande fraction non recristallisée pour C12 par rapport à C8.

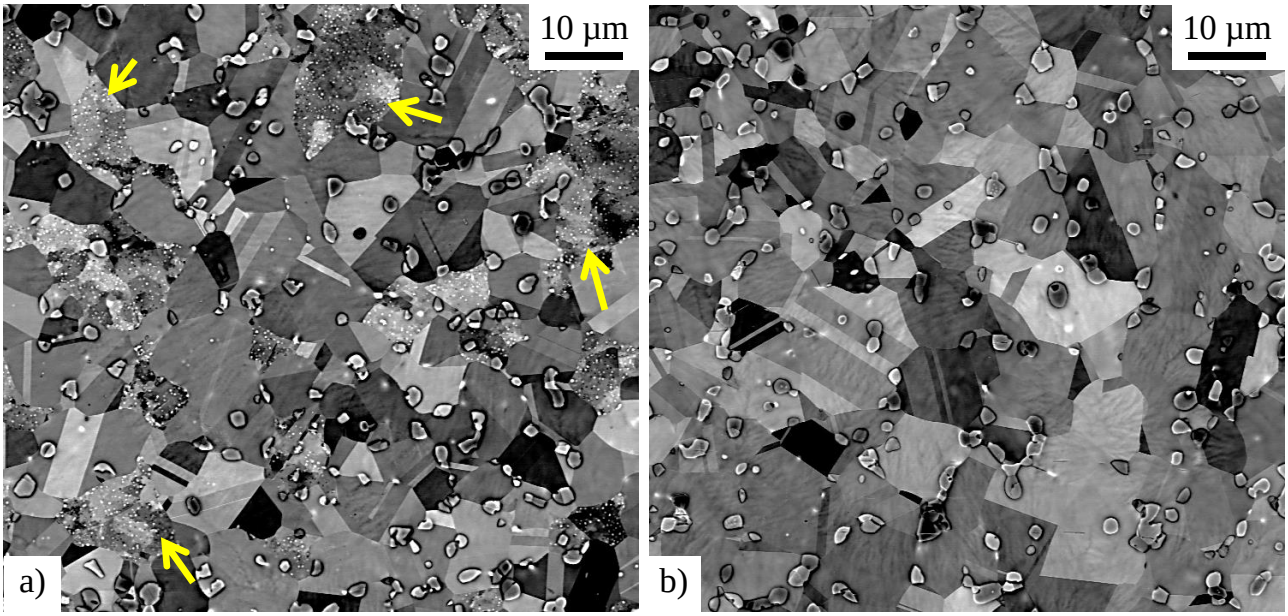



**Figure *8.2*** – *Comparaison qualitative des fractions non recristallisées dans C12 et dans C8 après mise en solution. Images BSE. Condition Def-1070, R0,25 - $\epsilon \approx 0,30$. a) C12. Les flèches jaunes mettent en évidence des grains équiaxes non recristallisés. b) C8*[1] *: sur cette exemple, aucun grain équiaxe non recristallisé n'est visible.*

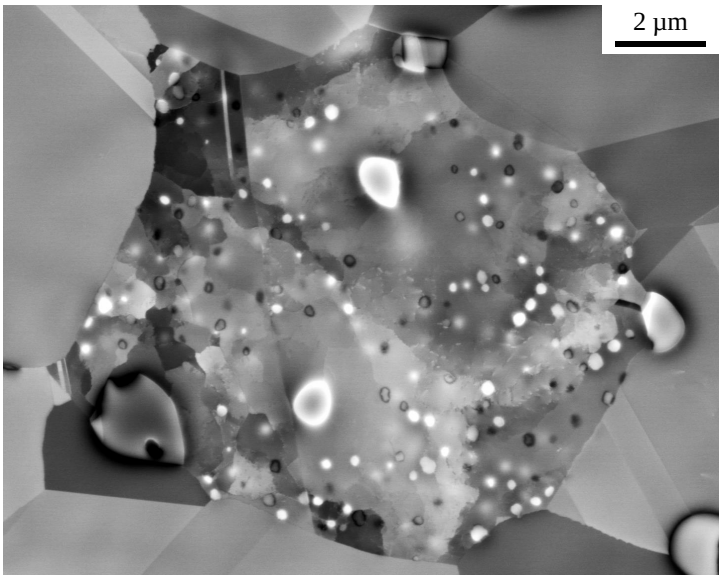



**Figure *8.3*** – *Cellules de restauration visibles dans un grain équiaxe non recristallisé après mise en solution. Image BSE. Condition Def-1070 appliquée à C12, R0,25 - $\epsilon \approx 0,30$.*

1. les "vaguelettes" visibles à la surface des grains correspondent à un artefact du polissage électrolytique et non à de l'écrouissage hérité de l'étape de déformation antérieure.

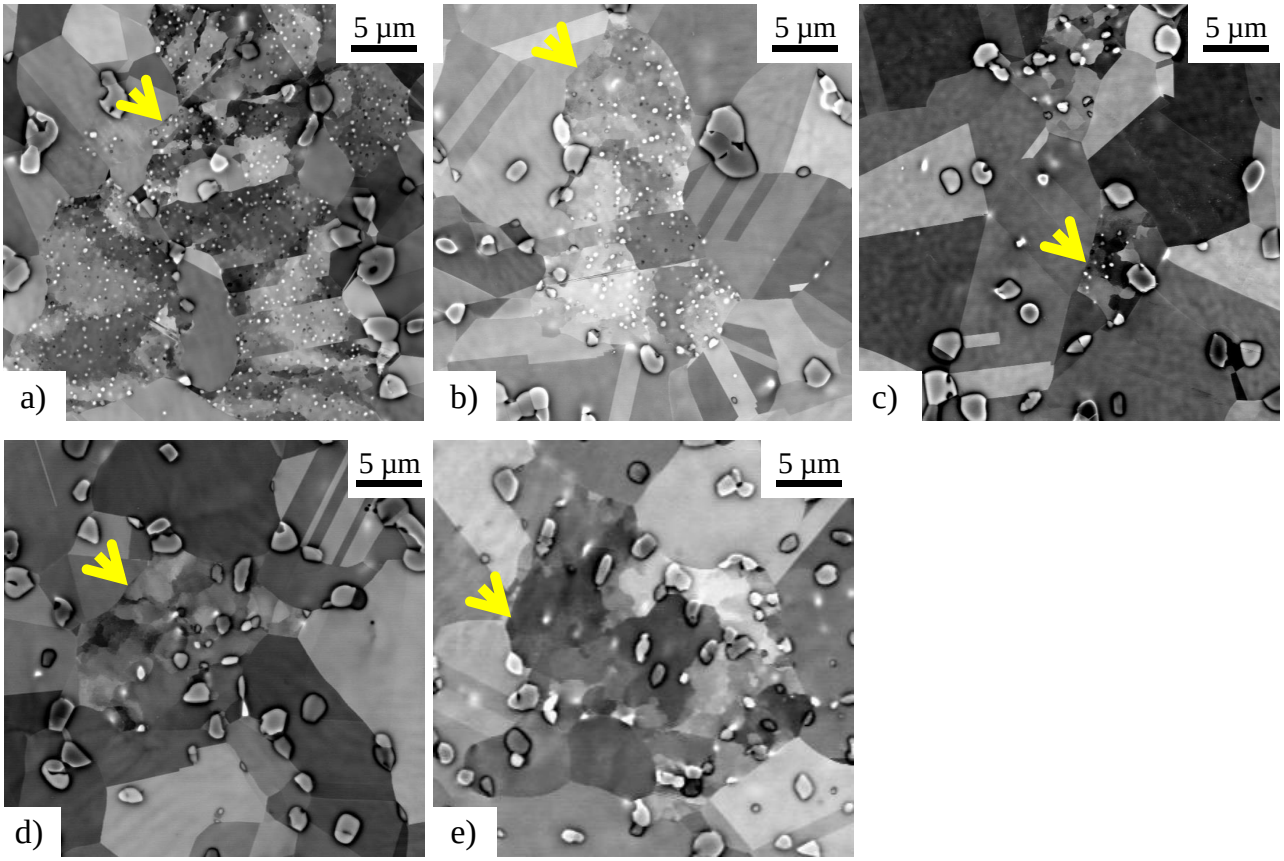



**Figure** ***8.4*** *– État de précipitation dans les grains équiaxes non recristallisés après mise en solution. Images BSE, R0,25 - $\epsilon \approx 0,30$. a) Def-1070 appliquée à C12. b) Double-passe appliquée à C12. c) Def-1090 appliquée à C12. d) TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C8. e) Double-passe appliquée à C8. Les flèches jaunes mettent évidence les grains équiaxes non recristallisés.*

## 8.2 Taille des grains équiaxes

### 8.2.1 Définition de la distribution cible

Lors d'une phase de croissance de grain pure, la distribution de taille de grains tend vers une distribution log-normale (i.e. le logarithme du rayon suit une loi de probabilité normale), même en présence de particules de seconde phase aléatoirement distribuées [23]. Pour les applications industrielles souhaitées, la taille de grains moyenne doit être fine, c'est-à-dire de l'ordre de 9 ASTM (i.e. 15,9 $\mu m$ de diamètre[1]). De plus, la dispersion de taille de grains doit être faible de sorte que l'essentiel de la distribution se trouve entre 10,5 et 7,5 ASTM (i.e. entre 9,4$\mu$m et 26,7$\mu$m). Ainsi, la distribution de taille de grains cible au terme de la mise en solution est typiquement celle présentée Figure 8.5.

Comme au Chapitre 3, les tailles des grains équiaxes après mise en solution ont calculées en prenant le diamètre du disque équivalent après fusion des macles (tolérance 2 ° ). Tous les grains de diamètre équivalent supérieur à 26,7 $\mu m$ sont hors de la distribution cible et sont appelés "gros grains". Les "petits grains" sont aussi des grains hors de la distribution cible mais cette fois à cause de leur trop petite taille. Bien que sur les cartographies il y a toujours des grains qui apparaissent artificiellement petits à cause de l'effet de coupe (la coupe d'un très gros grains 3D proche de ses extrémités donne un petit grain sur la cartographie 2D), il a été décidé de les quantifier car sur les cartographies ils apparaissent beaucoup trop nombreux pour

1. $Taille_{ASTM} = -32877 - 6,6439.log(D/1,123)$ où $D$ est le diamètre du grain 2D en millimètre. D'après [46].

pouvoir seulement provenir de l'effet de coupe. Les petits grains sont définis comme les grains de diamètre équivalent inférieur à 9,4 $\mu m$ mais supérieur à 4 $\mu m$. Le critère $D > 4\mu m$ permet d'écarter les précipités $\gamma\prime$. Sur les cartographies de taille de grains, les petits grains seront représentés en jaune, les grains en accord avec la distribution cible en vert et les "gros grains" en rouge. Enfin, les grains hors du critère $D > 4\mu m$ (dont les précipités $\gamma\prime$) seront représentés en blanc, de même pour les grains restaurés. Il est à noter que l'analyse des tailles de grains équiaxes faite dans cette Section concerne tous les grains équiaxes de la microstructure, c'est-à-dire les grains équiaxes issus de la recristallisation des zones équiaxes des billettes initiales et les grains équiaxes apparus suite à la recristallisation des autres microstructures locales (i.e. grains restaurés et grains sous-structurés).

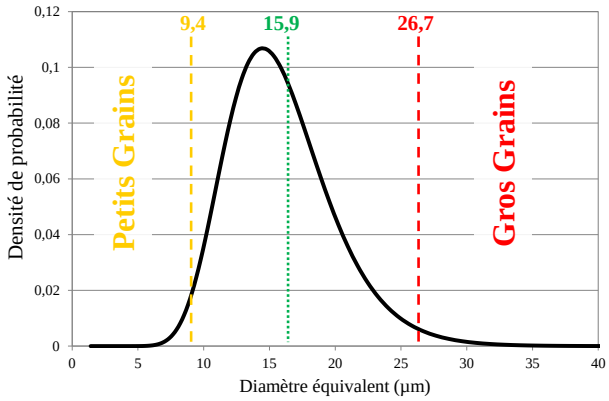



**Figure *8.5*** – *Distribution de taille de grains cible pour les zones équiaxes au terme de la mise en solution. Distribution log-normale d'espérance $\mu = 2,7351$ et de variance $\sigma^2 = 0,0625$. 15,9/9,4/26,7 correspondent respectivement aux moyennne, borne inférieure et borne supérieure de la distribution cible.*

Afin de mettre en évidence les évolutions de distribution de taille de grains entre l'état billette (état initial) et l'état mis en solution (état final), les tailles de grains des microstructures C12 et C8 juste avant déformation ont été ré-analysées à partir des critères définis ci-dessus (Figure 8.6 et Figure 8.7).

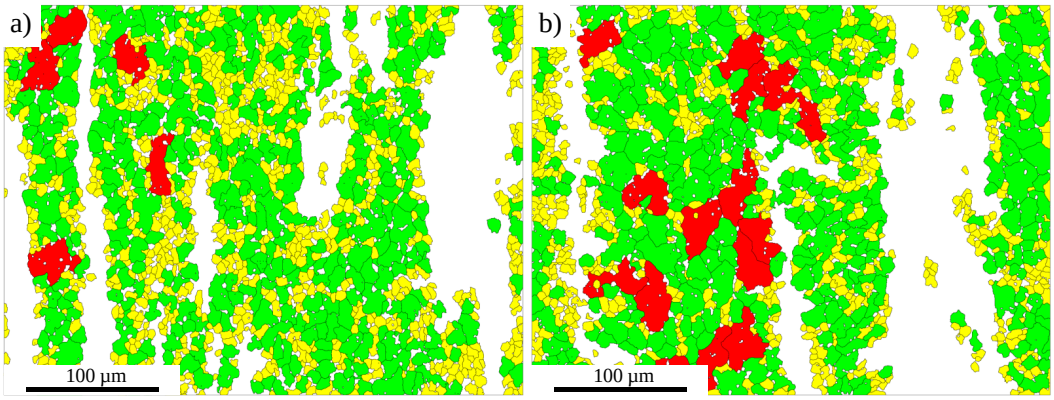



**Figure *8.7*** – *Cartographies de taille de grains avant déformation - Microstructure C8. a) C8 traitée 20 minutes à 1070 °C. b) C8 traitée 2 heures à 1070 °C. Les grains en accord avec la distribution cible (9 ASTM ± 1,5), les "petits grains" et les "gros grains" sont représentés en vert, jaune et rouge respectivement. Les blancs correspondent aux grains restaurés et aux éléments de la microstructure (majoritairement des précipités $\gamma\prime$) de diamètre équivalent inférieur ou égal à 4 $\mu m$.*

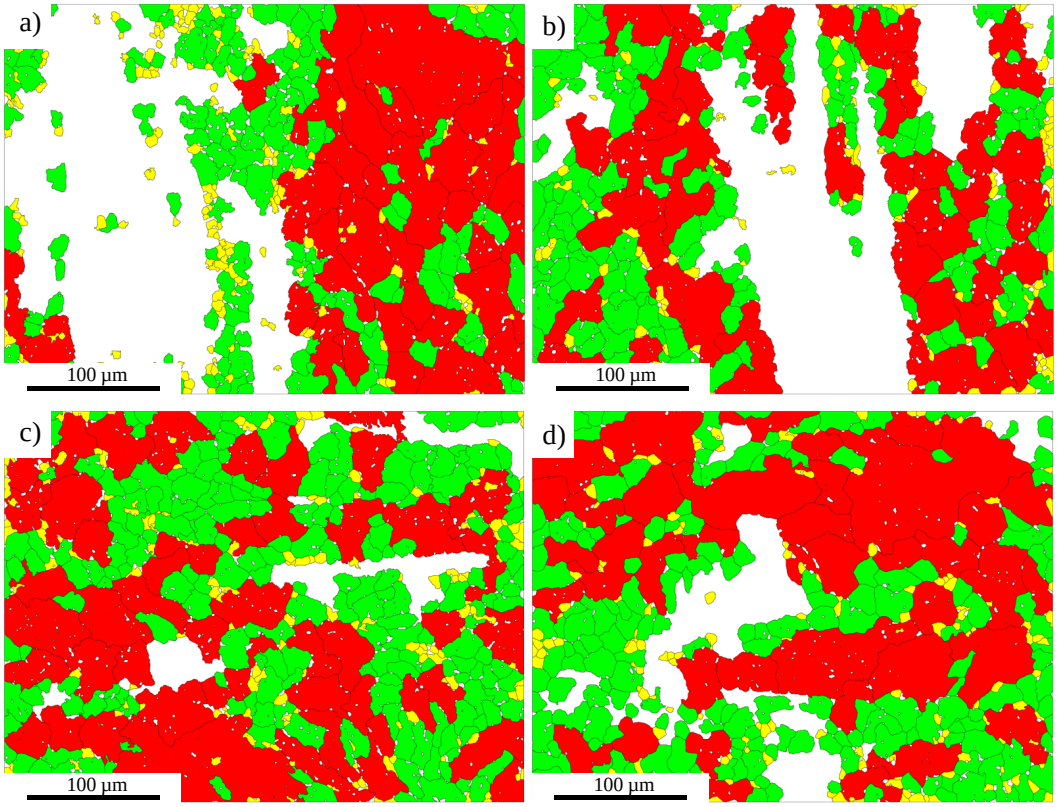



**Figure *8.6*** – *Cartographies de taille de grains avant déformation - Microstructure C12. a) C12 traitée 20 minutes à 1070 ° C. b) C12 traitée 2 heures à 1070 ° C. c) C12 traitée 20 min à 1090 ° C. d) C12 traitée 8 heures à 1090 ° C. Les grains en accord avec la distribution cible (9 ASTM ± 1,5), les "petits grains" et les "gros grains" sont représentés en vert, jaune et rouge respectivement. Les blancs correspondent aux grains restaurés et aux éléments de la microstructure (majoritairement des précipités $\gamma\prime$) de diamètre équivalent inférieur ou égal à 4 $\mu m$.*

Sans surprise, la microstructure C8 à l'état billette est déjà beaucoup plus proche de la distribution cible que la microstructure C12 à l'état billette. En effet, la microstructure C12 à l'état billette comportent de nombreux gros grains dans lesquels des précipités primaires sont visibles (Figure 8.6).

### 8.2.2 Quantification et origine des "petits" et "gros" grains après mise en solution

Figure 8.8 et Figure 8.9 montrent les cartographies de taille de grains obtenues à $\epsilon \approx 0,30$ (R0,25) après mise en solution de différentes conditions d'essais appliquées à C12 et C8. Il ressort que la microstructure C12 montre davantage de gros grains que la microstructure C8. Néanmoins, pour la microstructure C12, les gros grains occupent beaucoup moins de surface qu'avant déformation (au maximum 21% de la surface après mise en solution contre 50% en moyenne avant déformation) et sont moins gros qu'avant déformation (jusqu'à 60 $\mu m$ de diamètre après mise en solution contre jusqu'à 103 $\mu m$ de diamètre avant déformation). Par conséquent, après mise en solution, la microstructure C12 s'est nettement raffinée et cela dès 0,30 de déformation appliquée.

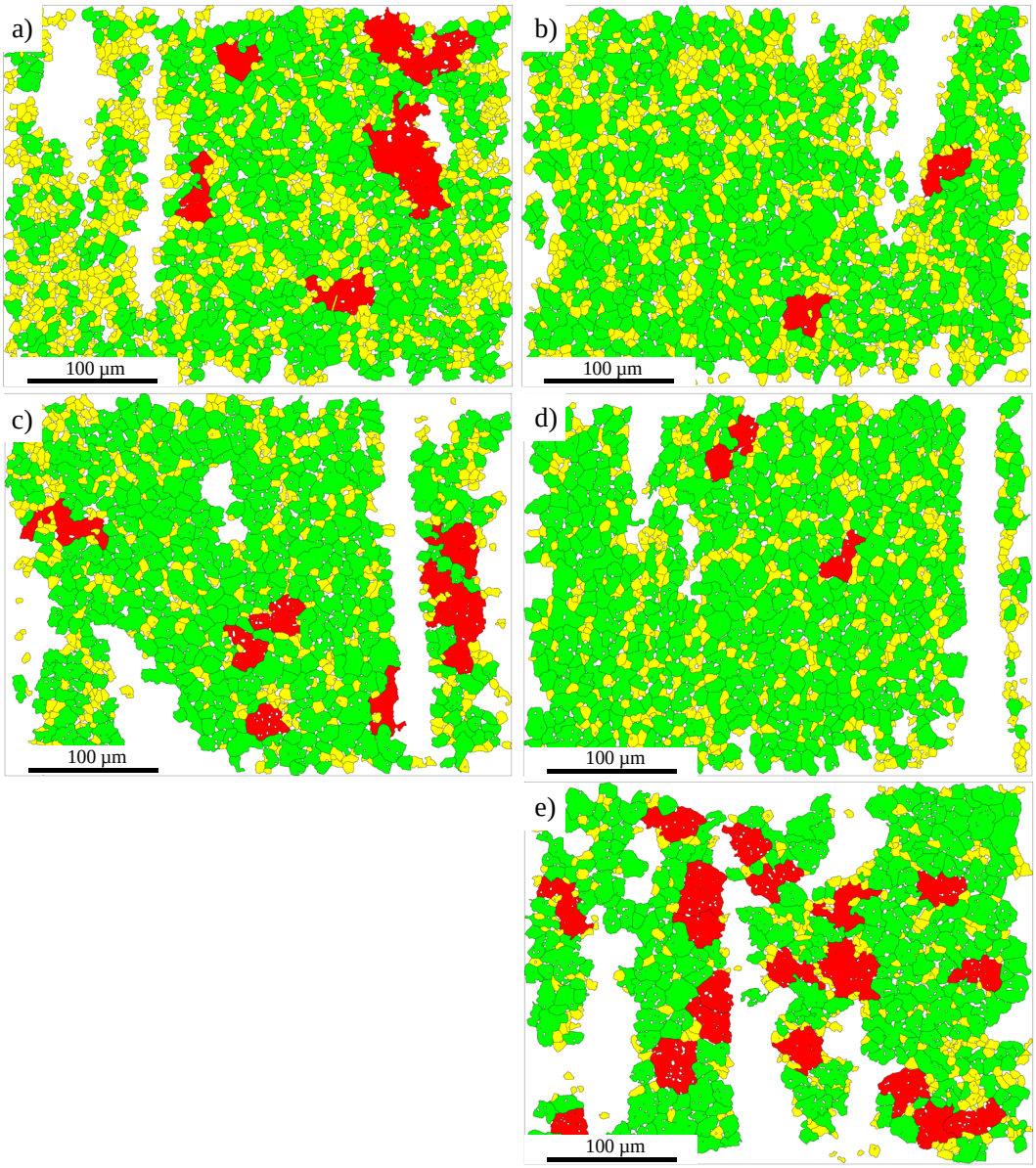



**Figure *8.8*** – *Cartographies de taille de grains à R0,25 ($\epsilon \approx 0,30$) après mise en solution - Microstructure C12. a) Condition Def-1070. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070. c) Condition Double-passe. d) Condition TTh-1090-8h/Def-1070. e) Condition Def-1090. Les grains en accord avec la distribution cible (9 ASTM ± 1,5), les "petits grains" et les "gros grains" sont représentés en vert, jaune et rouge respectivement. Les blancs correspondent aux grains restaurés et aux éléments de la microstructure (majoritairement des précipités $\gamma\prime$) de diamètre équivalent inférieur ou égal à 4 $\mu m$.*

Les gros grains observés après 0,30 de déformation peuvent généralement être classés en trois catégories (Figure 8.10 et Figure 8.11). La première catégorie correspond aux grains sous-structurés partiellement recristallisés. En effet, aux faibles niveaux de déformation il a été observé que les grains sous-structurés recristallisent par recristallisation continue. Ainsi, la croissance de nouveaux sous-grains peu désorientés ($< 10^\circ$) depuis l'ensemble de cristallites du grain sous-structuré conduit souvent à de gros grains hybrides sous-structuré/équiaxe (Grains "1" sur la Figure 8.10/a). La deuxième catégorie de gros grains correspond à des grains équiaxes non recristallisés hérités de l'état billette (Section 8.1 et Grain "2" sur la Figure 8.10/a). Enfin, la troisième catégorie de gros grains correspond à des grains équiaxes nouvellement recristallisés dont la grande taille résulte d'une force d'ancrage de Smith-Zener localement insuffisante :

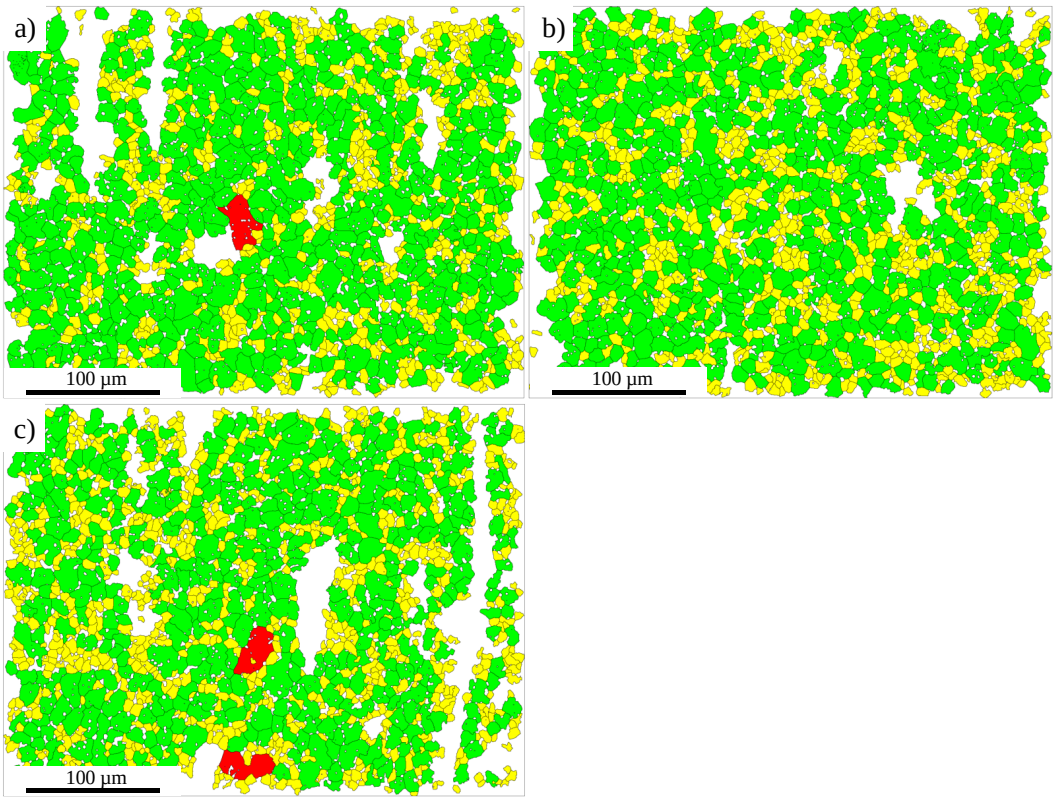



**Figure *8.9*** – *Cartographies de taille de grains à R0,25 ($\epsilon \approx 0,30$) après mise en solution - Microstructure C8. a) Condition Def-1070. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070. c) Condition Double-passe. Les grains en accord avec la distribution cible (9 ASTM ± 1,5), les "petits grains" et les "gros grains" sont représentés en vert, jaune et rouge respectivement. Les blancs correspondent aux grains restaurés et aux éléments de la microstructure (majoritairement des précipités $\gamma\prime$) de diamètre équivalent inférieur ou égal à 4 $\mu m$.*

des précipités primaires sont souvent visibles à l'intérieur de ces grains (Grain "3" sur la Figure 8.10/a). Si les gros grains de première et deuxième catégories sont quasiment exclusivement observés dans les échantillons de microstructure C12 mis en solution, les gros grains de troisième catégorie sont en revanche visibles à la fois dans les échantillons de la microstructure C12 mis en solution et les échantillons de la microstructure C8 mis en solution (Figure 8.11). En effet, la microstructure C8 initiale étant plus fine et homogène que la microstructure C12 initiale (Chapitre 2), la probabilité que les échantillons de la microstructure C8 présentent des gros grains de catégorie 1 et 2 après déformation puis mise en solution est logiquement beaucoup plus faible.

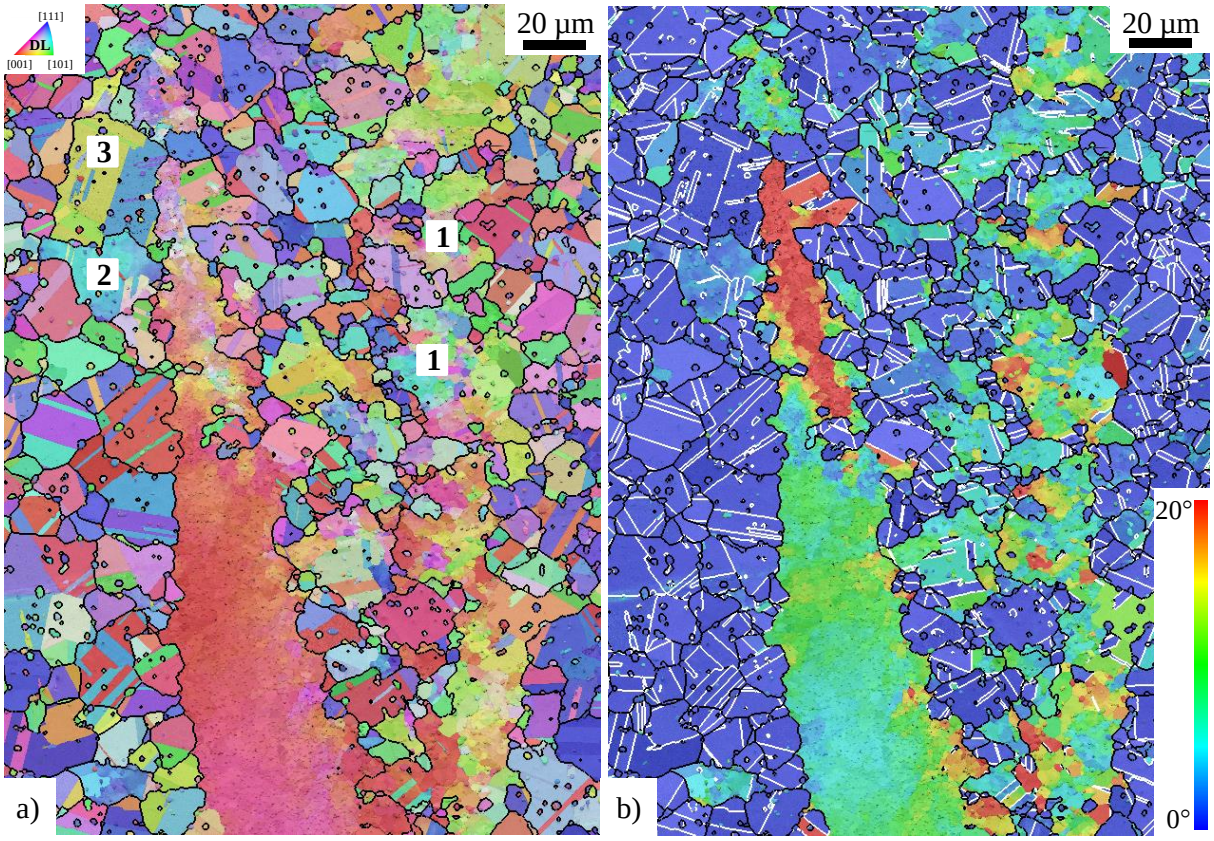



**Figure *8.10*** – *Les trois catégories de gros grains observées à R0,25 ($\epsilon \approx 0,30$) après mise en solution de la microstructure C12. Condition Def-1090 appliquée à C12. a) Cartographie d'orientation EBSD superposée au contraste de bande. Les joints de grains après fusion des macles (tolérance 2 ° ) sont représentés en noir. b) Cartographie de désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain superposée au contraste de bande. Les joints de grains sont représentés en noir et les joints de macles sont représentés en blanc (tolérance 8,66 ° ). "1", "2", et "3" désignent les trois catégories de gros grains.*

Pour des déformations de 0,70 et au-delà, après mise en solution les gros grains n'occupent qu'une part relativement peu importante de la microstructure puisqu'ils ne dépassent pas les 6% en fraction surfacique, et cela quelle que soit la microstructure initiale et la condition d'essai réalisée (Figure 8.12, Figure 8.13, Figure 8.14 et Figure 8.15). En effet, aux niveaux de déformation intermédiaires ($\epsilon \approx 0,70$) et au-delà, les grains sous-structurés en cours de recristallisation ne sont plus visibles. Il semble donc que l'application d'une déformation suffisante permette de casser la structure de ces grains : sous l'effet de la déformation les cristallites initiales se désorientent suffisamment pour former des grains indépendants (i.e. délimités par des joints désorientés de plus de 10 ° ) et la texture initiale du grain est ainsi perdue. De la même façon, aux déformations intermédiaires ($\epsilon \approx 0,70$) et au-delà, l'énergie stockée pendant la déformation est suffisante pour faire recristalliser la (quasi) totalité des grains équiaxes de l'état billette : il n'y a donc plus de gros grains associés à des grains équiaxes non recristallisés (deuxième catégorie).

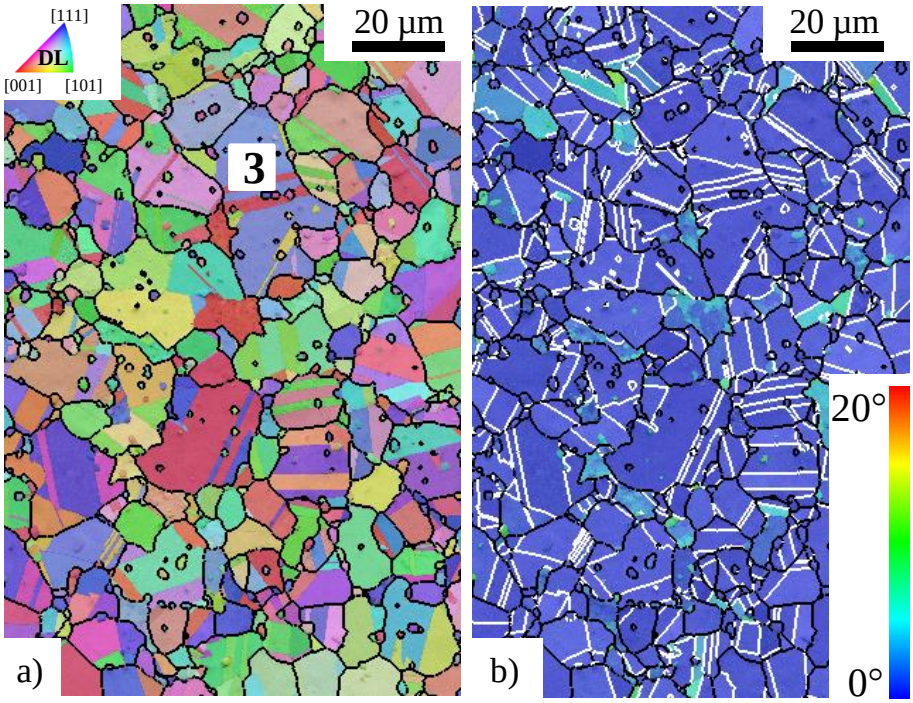



**Figure *8.11*** – *Catégorie de gros grains observées à R0,25 ($\epsilon \approx 0,30$) après mise en solution de la microstructure C8. Condition Def-1070 appliquée à C8. a) Cartographie d'orientation EBSD superposée au contraste de bande. Les joints de grains après fusion des macles (tolérance 2 ˚) sont représentés en noir. b) Cartographie de désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain superposée au contraste de bande. Les joints de grains sont représentés en noir et les joints de macles sont représentés en blanc (tolérance 8,66 ˚). "3" désigne la troisième catégorie de gros grains.*

Néanmoins, des gros grains de troisième catégorie peuvent toujours être constatés jusqu'au centre des pions biconiques (R1, soit $\epsilon \approx 1,70$). C'est le cas en particulier pour la condition Def-1090 appliquée à C12 et pour les conditions TTh-1070-2h/Def-1070 et Double-passe appliquées à C8. Concernant la condition Def-1090 appliquée à C12 (Figure 8.12/e et Figure 8.14/e), les nombreux précipités primaires visibles à l'intérieur des grains prouvent que le front de recristallisation a bénéficié de suffisamment de force motrice pour contourner les précipités primaires. Deux éléments peuvent expliquer cette force motrice suffisante. Premièrement, dans le cas de la condition Def-1090, la force d'ancrage exercée par les précipités lors de la mise en solution est probablement moindre que celles exercées lors de la mise en solution des conditions Def-1070, TTh-1070-2h/Def-1070 et Double-passe qui n'impliquent que des traitements thermiques et des déformations à 1070 ˚ C, soit 20 ˚ C en-dessous de la température de déformation de la condition Def-1090. En effet, même si la microstructure a seulement été déformée à 1090 ˚ C pendant moins de 2 minutes après une chauffe de 25 minutes (Chapitre 3), Masoumi et al. [18] ont mis en évidence que les tailles des précipités primaires de l'alliage AD730$^{TM}$ évoluent dès 1,5 minutes de traitement à 1080 ˚ C ou à 1100 ˚ C. De plus, les phénomènes de dissolution sont accélérés par l'application d'une déformation [121]. Néanmoins, des mesures de taille et de fraction de précipités primaires restent à faire pour valider cette hypothèse de force d'ancrage diminuée. Le deuxième élément pour expliquer un plus grand nombre de gros grains à l'issue de la mise en solution de la condition Def-1090 appliquée à C12 est qu'une microstructure déformée à 1090 ˚ C est bien moins écrouie qu'une microstructure déformée à 1070 ˚ C (Chapitre 5). De ce fait, la quantité de grains formés par recristallisation statique lors de la mise en solution est plus faible pour une microstructure déformée à 1090 ˚ C que pour pour une microstructure déformée à 1070 ˚ C. Or, un petit nombre de grains de très faible énergie stockée, donc de force motice de

croissance élevée, favorise l'hétérogénéité de taille de grains, puisque ce petit nombre de grains va pouvoir croître sans se gêner mutuellement et ainsi atteindre des tailles importantes [122].

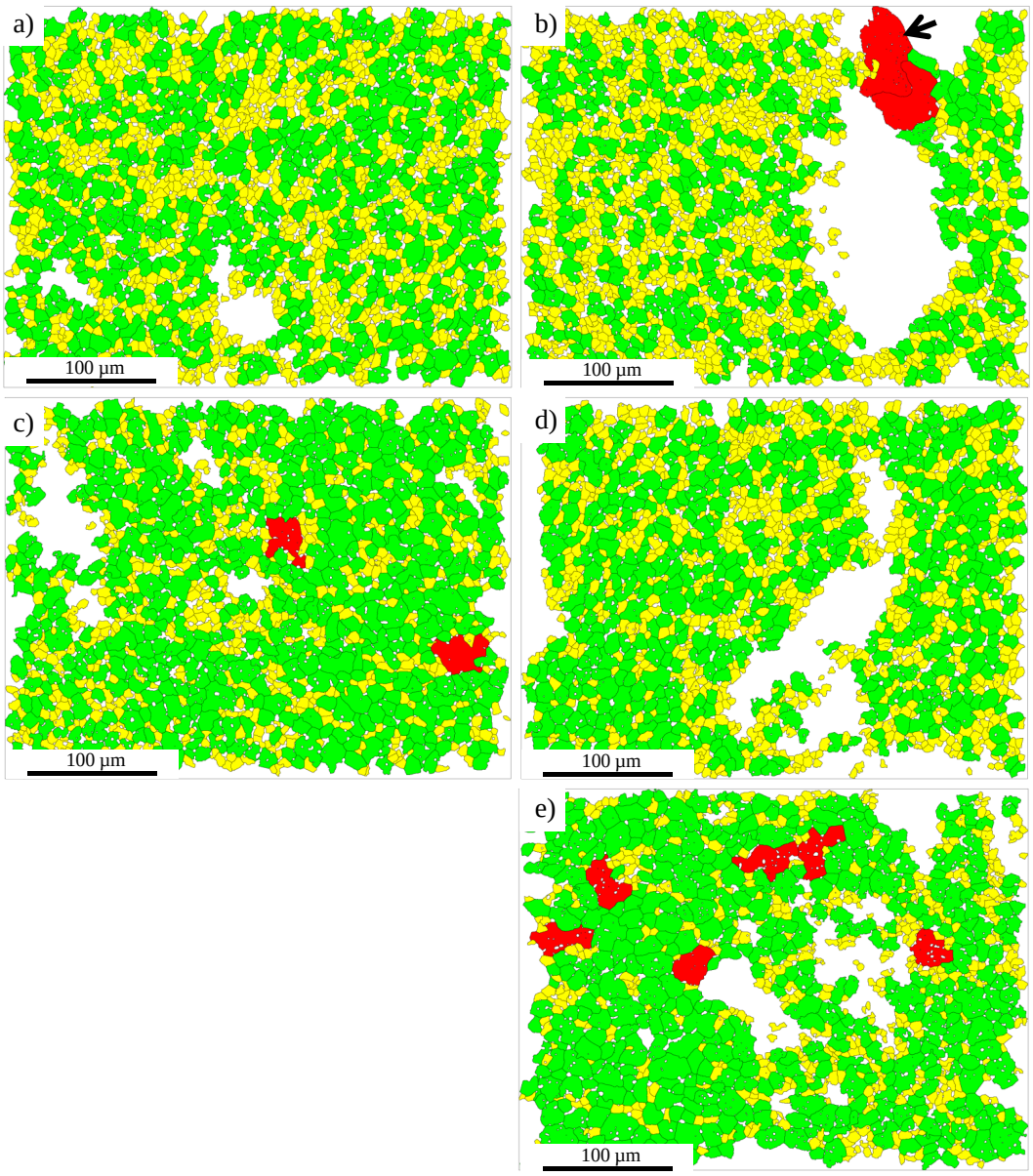



**Figure *8.12*** – *Cartographies de taille de grains à R0,50 ($\epsilon \approx 0,70$) après mise en solution - Microstructure C12. a) Condition Def-1070. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070. La flèche noire met en évidence des gros grains spéciaux dont les mécanismes de formation seront analysés au Chapitre 10. c) Condition Double-passe. d) Condition TTh-1090-8h/Def-1070. e) Condition Def-1090. Les grains en accord avec la distribution cible (9 ASTM ± 1,5), les "petits grains" et les "gros grains" sont représentés en vert, jaune et rouge respectivement. Les blancs correspondent aux grains restaurés et aux éléments de la microstructure (majoritairement des précipités $\gamma\prime$) de diamètre équivalent inférieur ou égal à 4 $\mu m$.*

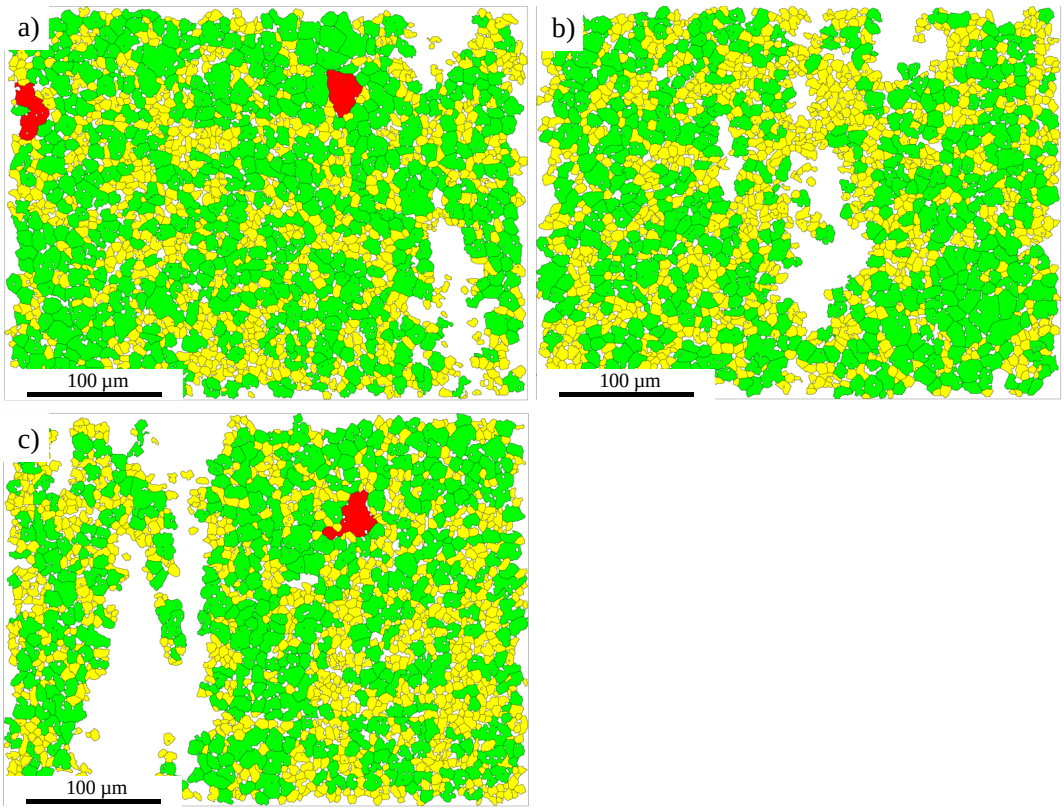



**Figure *8.13*** – *Cartographies de taille de grains à R0,50 ($\epsilon \approx 0,70$) après mise en solution - Microstructure C8. a) Condition Def-1070. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070. c) Condition Double-passe. Les grains en accord avec la distribution cible (9 ASTM ± 1,5), les "petits grains" et les "gros grains" sont représentés en vert, jaune et rouge respectivement. Les blancs correspondent aux grains restaurés et aux éléments de la microstructure (majoritairement des précipités $\gamma\prime$) de diamètre équivalent inférieur ou égal à 4 $\mu$m.*

Concernant les gros grains de troisième catégorie relevés à des déformations intermédiaires à élevées après mise en solution des conditions TTh-1070-2h/Def-1070 et Double-passe appliquées à C8, l'ancrage localement insuffisant semble avoir une autre origine. En effet, contrairement aux gros grains de la condition Def-1090 appliquée à C12, il n'est souvent observé que peu ou pas de précipités primaires dans les gros grains (Figure 8.13 et Figure 8.15). Or, l'observation de la microstructure à une échelle plus fine (Figure 8.16) permet de mettre en évidence des zones moins riches en précipités primaires. Dans ces zones, les précipités primaires sont suffisamment espacés pour laisser croître des grains de plusieurs dizaines de microns sans qu'ils ne rencontrent de force d'ancrage de Smith-Zener. Par ailleurs, si sur les cartographies de distribution de taille de grains seulement quelques gros grains isolés ont été observés, à plus grande échelle, des "îlots" de grains équiaxes localement plus gros sont clairement visibles après mise en solution des conditions TTh-1070-2h/Def-1070 et Double-passe appliquées à C8 (Figure 8.17). Ces îlots semblent se situer à des endroits spécifiques de la microstructure étant donné qu'ils se forment à espacement régulier (de l'ordre de plusieurs centaines de microns) et suivant les lignes d'écoulement de la matière. Ainsi, il semblerait que ces îlots soient liés à des hétérogénéites de microstructure, et notamment des hétérogénéités de précipitation primaire, héritées de la conversion de la billette. Les raisons pour lesquelles ces hétérogénéités ressortent plus pour les conditions TTh-1070-2h/Def-1070 et Double-passe appliquées à C8 que pour la condition Def-1070 appliquée à C8 pourraient être liées au fait que les échantillons des conditions TTh-1070-2h/Def-1070 et Double-passe ont passé davantage de temps à haute température, soit deux heures de plus à 1070 °C, ce qui peut avoir légèrement modifié la distribution des précipités primaires. Néanmoins, une fois encore des mesures doivent être réalisées pour confirmer cela.

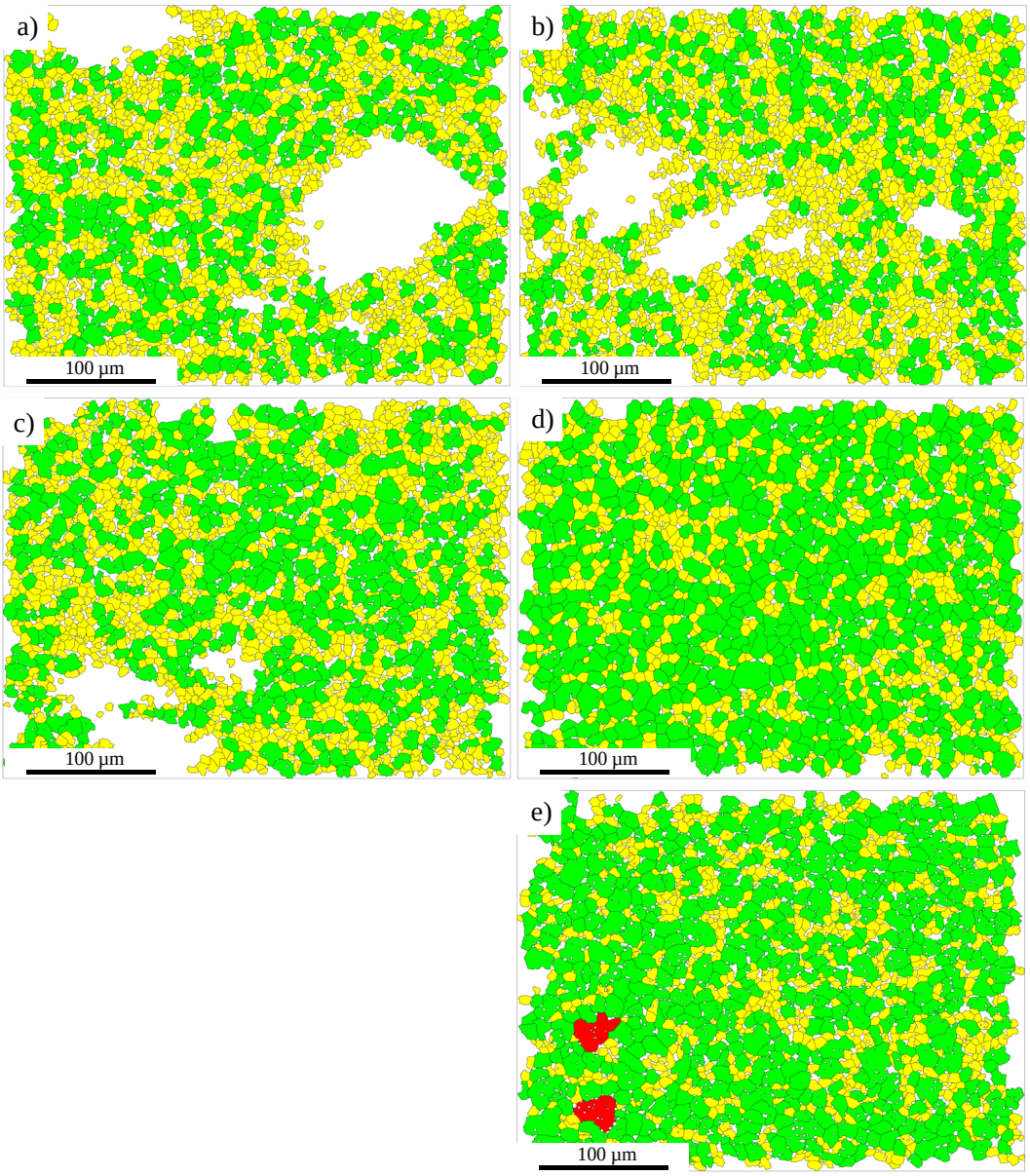



**Figure *8.14*** – *Cartographies de taille de grains à R1 ($\epsilon \approx 1,70$) après mise en solution - Microstructure C12. a) Condition Def-1070. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070. c) Condition Double-passe. d) Condition TTh-1090-8h/Def-1070. e) Condition Def-1090. Les grains en accord avec la distribution cible (9 ASTM ± 1,5), les "petits grains" et les "gros grains" sont représentés en vert, jaune et rouge respectivement. Les blancs correspondent aux grains restaurés et aux éléments de la microstructure (majoritairement des précipités $\gamma'$) de diamètre équivalent inférieur ou égal à 4 $\mu m$.*

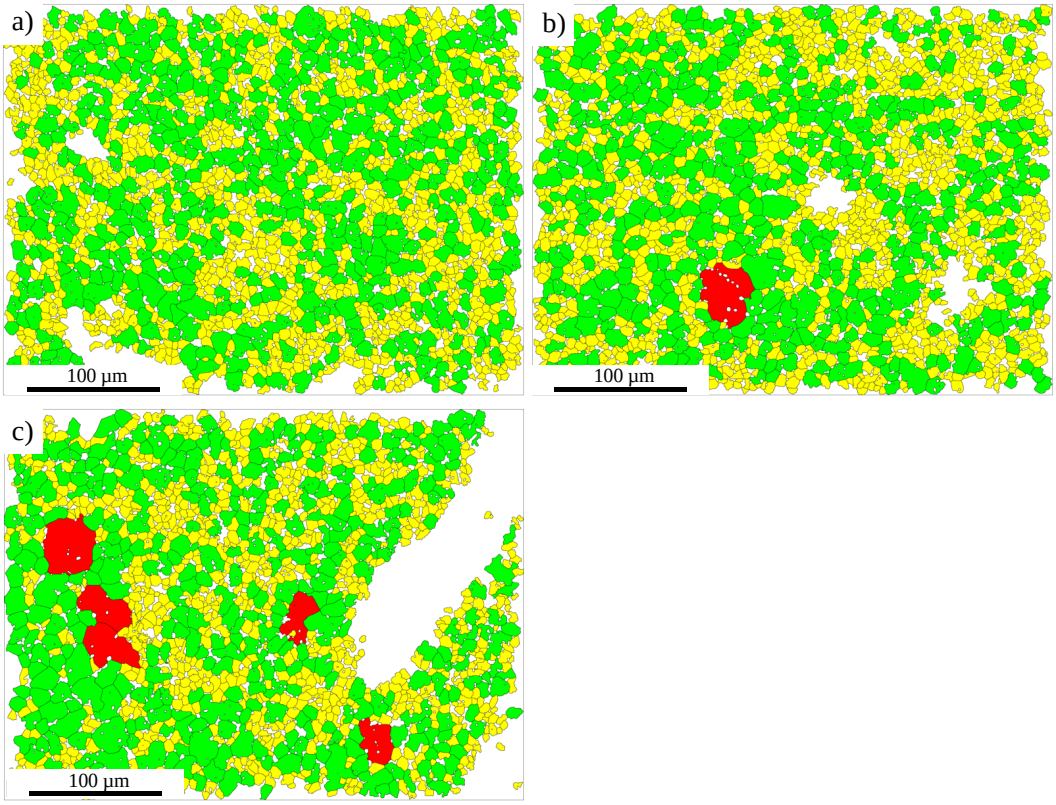



**Figure *8.15*** – *Cartographies de taille de grains à R1 ($\epsilon \approx 1,70$) après mise en solution - Microstructure C8. a) Condition Def-1070. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070. c) Condition Double-passe. Les grains en accord avec la distribution cible (9 ASTM ± 1,5), les "petits grains" et les "gros grains" sont représentés en vert, jaune et rouge respectivement. Les blancs correspondent aux grains restaurés et aux éléments de la microstructure (majoritairement des précipités $\gamma\prime$) de diamètre équivalent inférieur ou égal à 4 µm.*

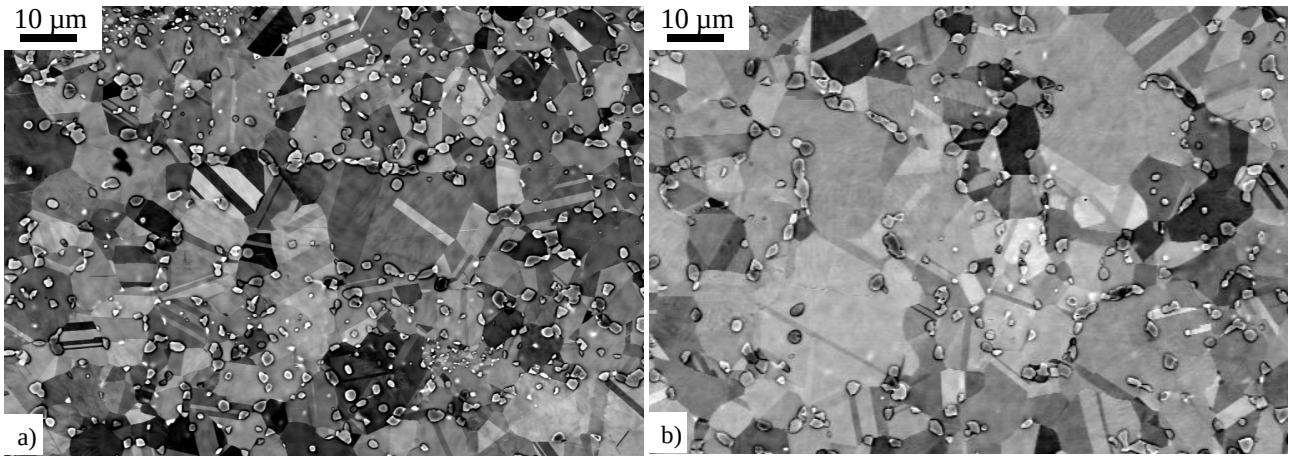



**Figure *8.16*** – *Distributions localement hétérogènes de précipités primaires observées après mise en solution d'échantillons de microstructure initiale C8. Images BSE. a) Condition Def-1070 appliquée à C8. b) Condition Double-passe appliquée à C8.*

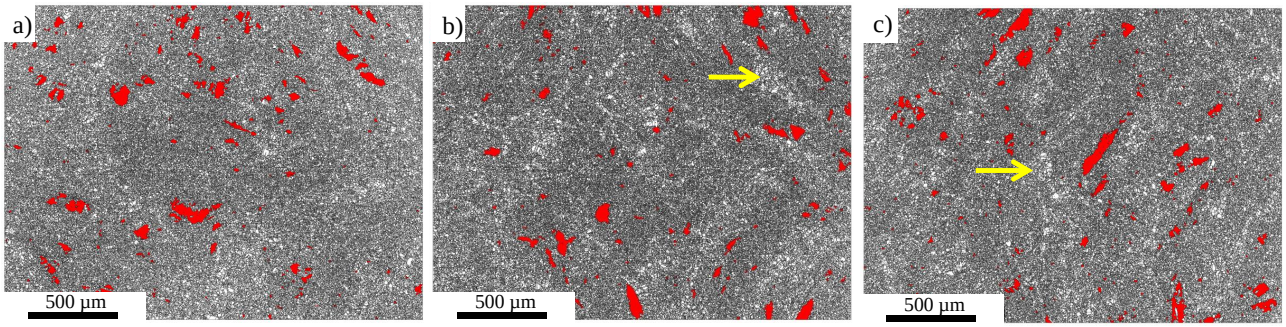



**Figure *8.17*** – *Hétérogénéité de taille de grains observée après mise en solution d'échantillons de microstructure initiale C8. Cartographies EBSD de champ* $2332 \times 1820\ \mu m^2$ *- tracé des joints de grains en noir (macles non fusionnées), grains restaurés colorés en rouge. a) Condition Def-1070 appliquée à C8. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C8. c) Condition Double-passe appliquée à C8. Les flèches jaunes mettent en évidence des "îlots" de grains équiaxes plus gros.*

Par ailleurs, la flèche noire représentée Figure 8.12 met en évidence des gros grains qui n'entrent dans aucune des trois catégories mentionnées jusque-là. Il s'agit de gros grains équiaxes résultant de la consommation d'une surface importante d'un grain restauré. Ces gros grains sont beaucoup plus rares que les gros grains liés à une force d'ancrage localement insuffisante, ils seront étudiés en détail dans le Chapitre 10. Néanmoins, il est important de noter ici que ce type grain équiaxe peut être beaucoup plus gros que les gros grains issus d'une force d'ancrage localement insuffisante (cercles en pointillés noirs sur la Figure 8.18/c,e et Chapitre 10).

Toutes les données quantitatives qui ont été obtenues pour les gros grains, c'est-à-dire les grains de plus de 26,7 microns de diamètre équivalent, sont résumées sur la Figure 8.18.

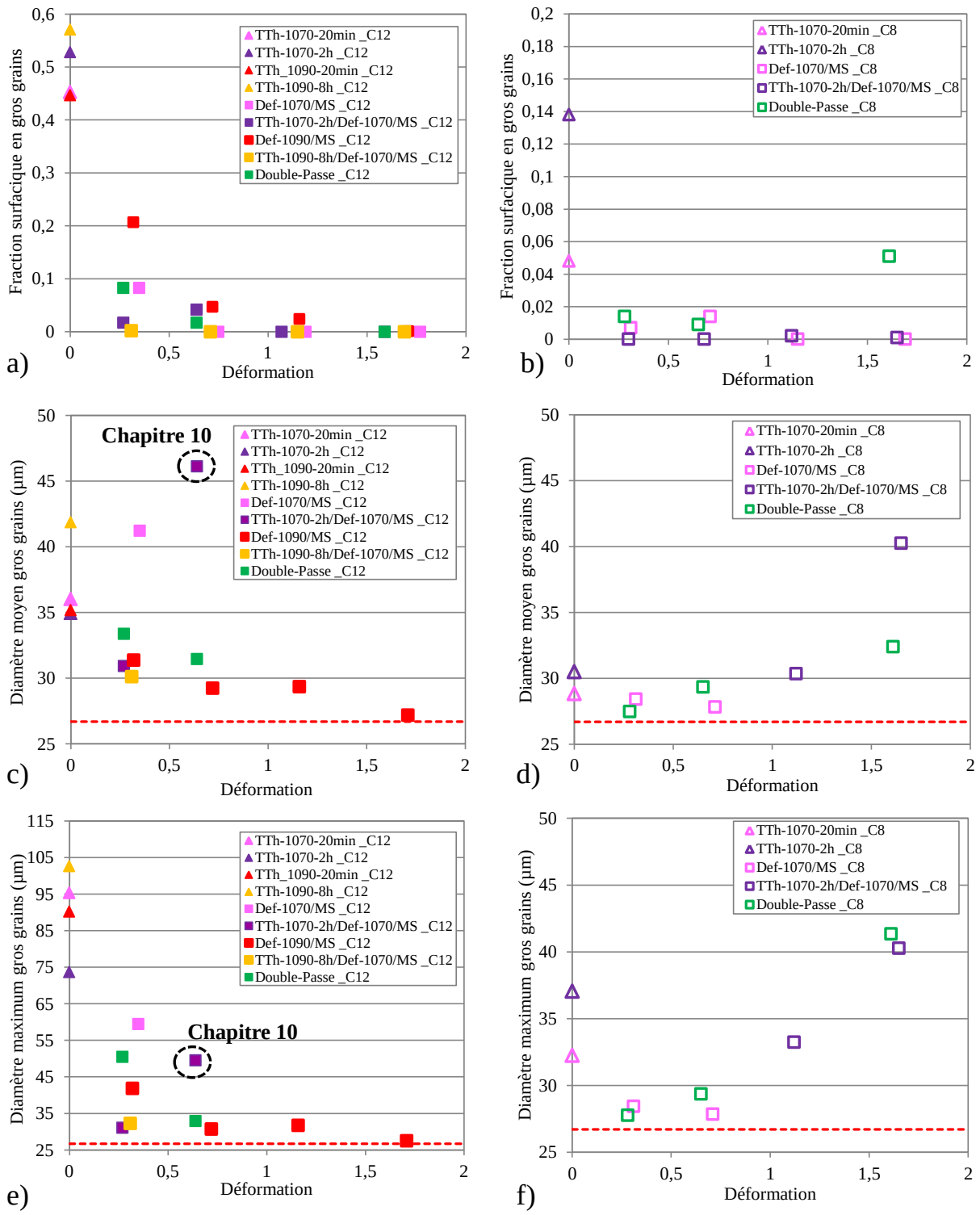



**Figure *8.18*** – *Données chiffrées concernant les gros grains obtenus après mise en solution en fonction de la déformation appliquée. Colonne de gauche : microstructure C12, colonne de droite : microstructure C8. a) et b) Fraction surfacique en gros grains. c) et d) Diamètre moyen des gros grains. e) et f) Diamètre maximum des gros grains. Les traits en pointillés rouges marquent la limite de taille de grains en accord avec la distribution cible (soit 7,5 ASTM). Les cercles en pointillés noirs mettent en évidence les valeurs liées aux gros grains qui seront étudiés au Chapitre 10.*

Concernant les petits grains, c'est-à-dire les grains dont le diamètre est compris entre 4 et 9,4 $\mu m$, ils se distribuent majoritairement par paquets de petits grains de tailles proches

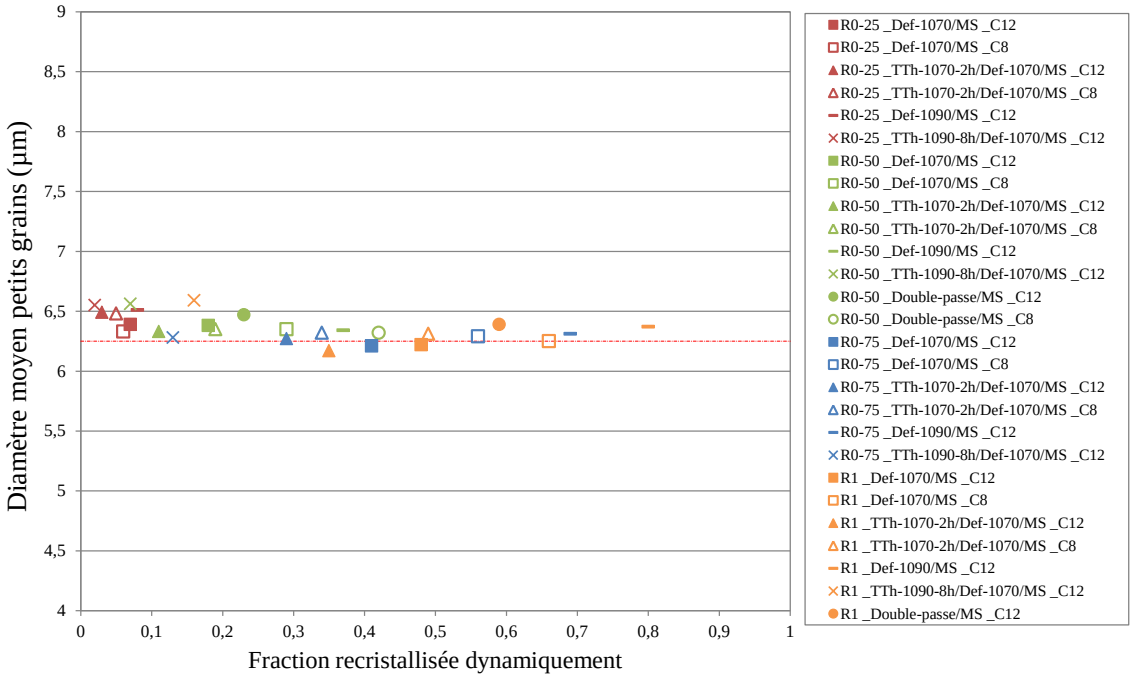



**Figure *8.19*** – *Évolution de la taille moyenne des petits grains obtenue après mise en solution en fonction de la fraction dynamiquement recristallisée et pour un niveau de déformation donné. Toutes les conditions d'essais appliquées à C12 et C8 (simple passe et double-passe) sont représentées. Pour les conditions Double-passe, la fraction dynamiquement recristallisée utilisée est celle obtenue lors de la deuxième passse de compression (soit REX2, Chapitre 5 - Section 5.5). R0,25/R0,50/R0,75/R1 correspondent respectivement à des déformations équivalentes d'environ 0,30/0,70/1,15/1,70. La ligne en pointillés rouges marque la valeur 6,25 µm à laquelle les tailles moyennes de petits grains semblent tendre.*

(Figure 8.14 et Figure 8.15). De plus, quelles que soient la condition d'essais et la déformation appliquée, la taille moyenne des petits grains est stable et vaut autour de 6,25 $\mu$m de diamètre (Figure 8.19). Par ailleurs, il est intéressant de remarquer que les paquets de petits grains sont distribués de façon à peu près homogène dans la microstructure, autrement dit que les environs des grains restaurés n'apparaissent pas spécialement plus riches en petits grains que le reste de la microstructure comme c'est le cas Figure 8.20. En effet, la cartographie d'orientation de la Figure 8.20 montre un grain restauré entouré de nombreux petits grains, beaucoup plus petits que les grains du reste de la microstructure. Dans ce cas-là, les petits grains proviennent incontestablement de la recristallisation (partielle) du grain restauré. La cartographie d'orientation de la Figure 8.20 a été réalisée dans le cadre des travaux de thèse de M.A. Charpagne sur l'alliage René65 [70]. Néanmoins, au cours de la présente thèse, il n'a pas été observé de tel mécanisme de recristallisation pour les grains restaurés de l'alliage AD730$^{TM}$. Il semble que les conditions thermomécaniques appliquées dans la présente thèse ne pouvaient pas mener à un tel mécanisme.

Dans un échantillon, la fraction surfacique en petits grains augmente avec le niveau de déformation puis semble atteindre un plateau vers 1,2 de déformation (Figure 8.21). D'autre part, excepté pour la condition TTh-1090-8h/Def-1070 appliquée à C12, pour toutes les conditions d'essai impliquant une compression en une passe, à déformation fixée (0,30/0,70/1,15/1,70) la fraction surfacique de petits grains diminue quand la fraction dynamiquement recristallisée augmente (Figure 8.22). La fraction surfacique de petits grains apparaît même dépendre linéairement de la fraction dynamiquement recristallisée. Ceci prouve donc que les petits grains observés sont des grains qui ont germé pendant la recristallisation statique et non d'anciens

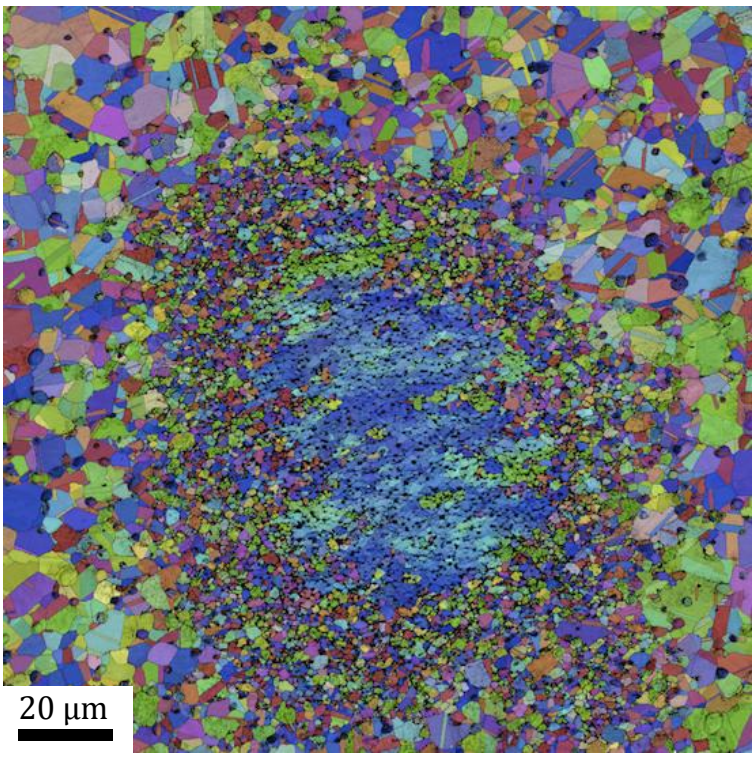



**Figure *8.20*** – *Recristallisation partielle d'un grain restauré dans une pièce forgée en alliage René65. Cartographie d'orientation EBSD superposée au contraste de bande. Image tirée des travaux de M.A. Charpagne [70].*

grains DRX dont les densités de dislocations seraient à la fois trop élevées pour les faire croître et trop faibles pour générer de la germination (Chapitre 7, Section 7.1). Et les paquets de petits grains observés résultent du fait que, une fois apparus par recristallisation statique, les petits grains se sont gênés dans leur croissance à cause de forces motrices de migration équivalentes.

Cependant, les raisons pour lesquelles les fractions de petits grains de la condition TTh-1090-8h/Def-1070 appliquée à C12 (symboles en forme de croix sur la Figure 8.22) ne sont pas en accord avec les tendances linéaires mises en évidence pour les autres conditions ne sont pas encore très claires. En effet, la condition TTh-1090-8h/Def-1070 appliquée à C12 ayant conduit, à l'issue de la déformation, à très peu de grains DRX et à des grains non recristallisés très écrouis (Chapitre 5, Section 5.3), de très nombreux petits grains étaient attendus après la mise en solution, conséquence de l'apparition d'un très grand nombre germes lors de la phase de recristallisation statique. Or, après la mise en solution, la condition TTh-1090-8h/Def-1070 appliquée à C12 montre systématiquement moins de petits grains que la condition Def-1070 appliquée à C12 qui a pourtant montré de plus grandes fractions dynamiquement recristallisées (Figure 8.22). L'explication pourrait venir des forces d'ancrage exercées par les précipités primaires pendant la mise en solution. Ces forces doivent être en effet moindres pour la condition TTh-1090-8h/Def-1070 étant donné que l'échantillon a été porté 8 heures à 1090 °C avant déformation. Des forces d'ancrage plus faibles pourraient permettre aux grains recristallisés statiquement de grossir davantage même s'ils sont très nombreux. Des mesures de tailles de précipités primaires restent à faire pour confirmer cette hypothèse.

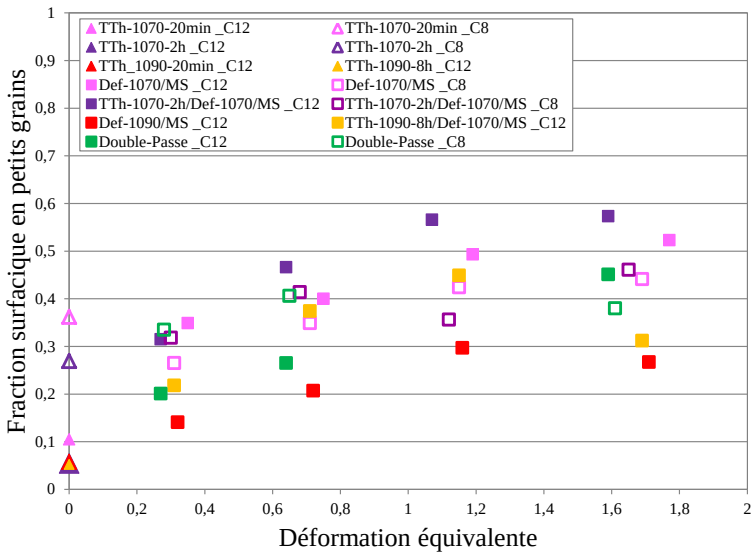



**Figure** ***8.21*** – *Évolution de la fraction surfacique de petits grains obtenue après mise en solution en fonction de la déformation équivalente et pour chaque échantillon réalisé.*

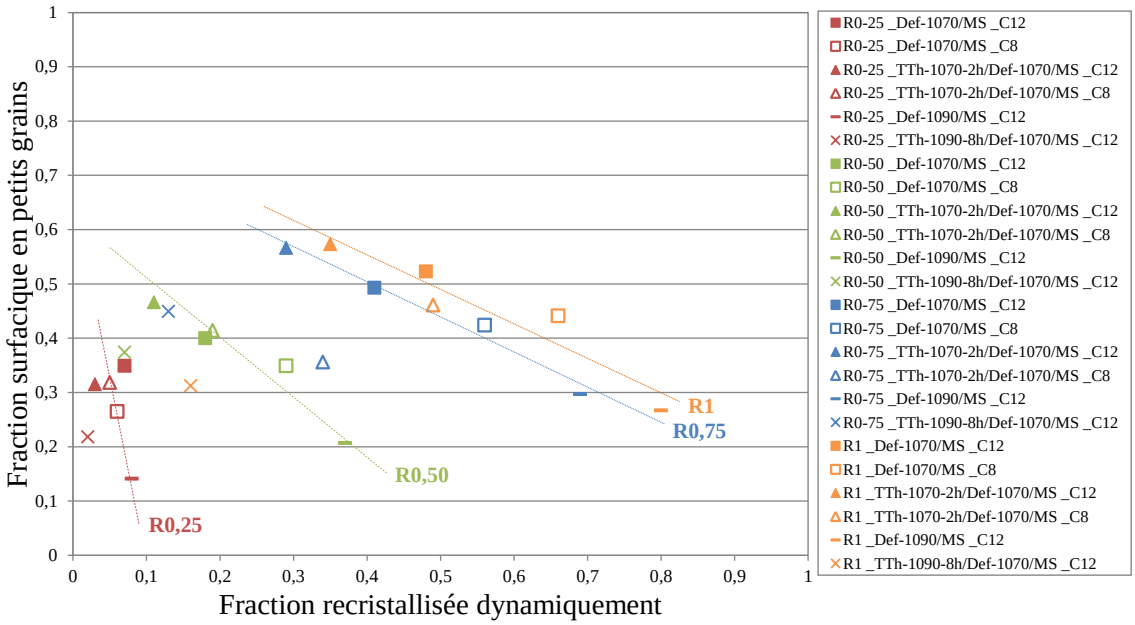



**Figure** ***8.22*** – *Évolution de la fraction surfacique de petits grains obtenue après mise en solution en fonction de la fraction dynamiquement recristallisée et pour un niveau de déformation donné. Conditions d'essais impliquant une compression simple. R0,25/R0,50/R0,75/R1 correspondent respectivement à des déformations équivalentes d'environ 0,30/0,70/1,15/1,70.*

## 8.3 Conclusion

Pendant la mise en solution, les zones de grains équiaxes recristallisent selon les mécanismes de recristallisation métadynamique et de recristallisation statique discontinue qui sont également couplés, dans le cas de la microstructure C12, à la dissolution des précipités secondaires à mesure que le front de recristallisation progresse. Ces mécanismes de recristallisation fixent la taille de grains dans la pièce finale étant donné qu'après la mise en solution seuls des traitements de précipitation sont mis en œuvre. Ainsi, recenser les éventuelles hétérogénéités de microstructures présentes à l'issue de la mise en solution permet d'apprécier les performances

du procédé de forgeage.

Après mise en solution, les hétérogénéités sont de deux types dans les zones équiaxes. Le premier type consiste en une hétérogénéité d'écrouissage du fait de la présence, aux faibles niveaux de déformation (typiquement à 0,30 et en-deçà), de grains équiaxes non recristallisés au milieu de grains équiaxes recristallisés. Le deuxième type d'hétérogénéité consiste en une hétérogénéité de taille de grains. Quatre causes de gros grains équiaxes ont ainsi été relevées :

— la recristallisation continue et partielle de grains sous-structurés
— la présence de grains équiaxes non recristallisés
— une force d'ancrage localement insuffisante qui, dans certains cas, est liée à une distribution hétérogène de précipités $\gamma\prime$ primaires
— la consommation importante de grains restaurés par quelques gros grains équiaxes (Chapitre 10).

Comme les hétérogénéités d'écrouissage, les hétérogénéités de taille de grains sont surtout visibles aux basses déformations (0,30). En effet, la microstructure équiaxe obtenue après mise en solution se raffine avec l'augmentation de la déformation appliquée.

Une autre cause reportée dans la littérature pour la formation de gros à très gros grains est la croissance sélective de grains, encore appelée recristallisation statique critique. Ce phénomène peut en effet être observé après la mise en solution de superalliages base nickel contenant des particules de seconde phase [122, 123]. La croissance sélective de grains consiste en la croissance exagérée de seulement quelques grains équiaxes de la microstructure qui deviennent typiquement 10 fois plus grands que la taille moyenne de grains (Figure 8.23). Ce phénomène est très surveillé dans les pièces industrielles car de tels très gros grains maclés peuvent notamment constituer des sites d'amorçage de fissures lors de sollicitations mécaniques de type fatigue [25–28].

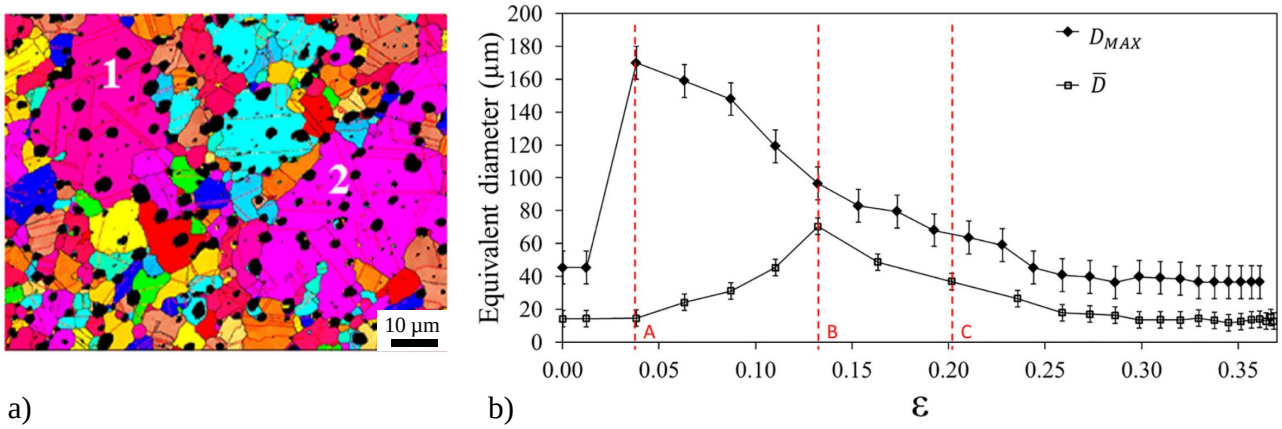



**Figure *8.23*** – *Croissance sélective observée dans l'alliage René65 après mise en solution d'un pion biconque déformé à 1040 ° C/$10^{-2}s^{-1}$. a) Cartographie EBSD réalisée après 30 minutes de mise en solution, une couleur par grain (macles fusionnées), précipités $\gamma\prime$ primaires identifiés par couplage EDS-EBSD représentés en noir. "1" et "2" signalent des grains qui ont exagérément grossi par rapport aux autres. b) Évolution de la taille moyenne de grains ($\bar{D}$) et de la taille maximale de grains ($D_{MAX}$) après une heure de mise en solution en fonction de la déformation équivalente appliquée. Au point "A" apparition du premier très gros grain, au point "B" microstructure homogène exclusivement composée de gros grains, au point "C" microstructure homogène exclusiment composée de grains équiaxes plus fins. Figures tirées de [123].*

La croissance sélective de grains est classiquement observée aux très faibles déformations ($\epsilon < 0,10$) mais à partir d'une déformation critique (Point A sur la Figure 8.23). Les mécanismes de croissance sélective de grains ne sont pas encore clairement élucidés mais des études réalisées

récemment [122, 123] montrent que la force motrice de croissance de ces très gros grains est l'énergie stockée qui est répartie de façon hétérogène aux très faibles niveaux de déformation. En effet, cette distribution hétérogène d'énergie stockée permettrait, pendant la mise en solution, la germination de seulement quelques grains qui auraient alors un grand avantage sur les autres grains pour croître du fait de leur très faible énergie stockée. Ce qui est certain c'est que la force motrice de croissance est telle qu'elle surpasse les forces d'ancrage exercées par les précipités primaires, et de ce fait la taille de ces grains explose.

Le phénomène de croissance sélective de grains n'a pas été mis en évidence après la mise en solution des échantillons d'alliage AD730$^{TM}$ de la présente étude. Cependant, étant donné que les deux éléments principaux qui régissent la croissance sélective de grains sont l'énergie stockée et les forces d'ancrage [123], le déclenchement du phénomène dépend de la distribution de précipités $\gamma\prime$, des conditions de déformation (température de déformation, vitesse de déformation et niveau de déformation) et des conditions de mise en solution (température et temps du traitement). Il convient donc de rester vigilant sur ce phénomène de croissance sélective de grains car il n'est pas impossible qu'il se produise dans l'alliage AD730$^{TM}$ dans d'autres conditions.

# Chapitre 9

# Évolutions des grains restaurés pendant la mise en solution

## 9.1 Mécanismes de recristallisation métadynamique et statique des grains restaurés

Pendant la mise en solution de 4 heures à 1080 ° C, les grains restaurés vont diminuer leur énergie stockée par différents mécanismes (Figure 9.1). Premièrement, une partie des cellules formées pendant la déformation va restaurer (Figure 9.1/c). Le maintien à 1080 ° C engendre une dissolution partielle des précipités des grains restaurés qui deviennent alors en moyenne plus petits que leur taille à 1070 ° C (Figure 9.1/a,c). Cette dissolution partielle facilite la restauration car les précipités sont ainsi plus espacés et donc les dislocations peuvent les contourner plus facilement (Chapitre 4). Une fois restaurées, les cellules deviennent des sous-grains qui peuvent ensuite grossir sous l'effet des forces motrices de capillarité et d'énergie stockée (Figure 9.2) : c'est le mécanisme de recristallisation statique continue (Chapitre 7, Section 7.1). La recristallisation statique continue (CSRX) est souvent observée en bordure des grains restaurés (flèches rouges sur la Figure 9.1/e).

Deuxièmement, pendant la mise en solution, les grains hétéroépitaxiés qui se sont développés pendant la déformation vont continuer à croître car ils ont une énergie stockée plus faible que la matrice autour (Figure 9.1/b,d,f). Ceci correspond donc à une forme de recristallisation métadynamique (Chapitre 7 Section 7.1) puisque pour les grains hétéroépitaxiés il n'y a pas de germination (statique ou dynamique) : l'embryon de phase $\gamma$ est formé par transformation de phase lors d'un refroidissement lent antérieur (Chapitre 4, Section 4.2.4).

Enfin, il apparaît que très peu des petits grains dynamiquement recristallisés observés dans les grains restaurés après déformation (Chapitre 6, Figure 6.3) se sont finalement développés au cours de la mise en solution. En revanche, les contours très dentelés des grains restaurés (Figure 9.1/e) montrent que les grains restaurés se sont fait consommer par des grains équiaxes recristallisés situés sur leurs bords. La consommation des grains restaurés par leurs bords s'accompagne de la dissolution des précipités du grain restauré que le front de recristallisation rencontre (Figure 9.3). Néanmoins, malgré l'énergie qui peut être encore stockée dans le grain restauré (dislocations visibles dans les cellules Figure 9.1/c), cette consommation par les bords reste souvent limitée en terme de surface (dans le plan de coupe).

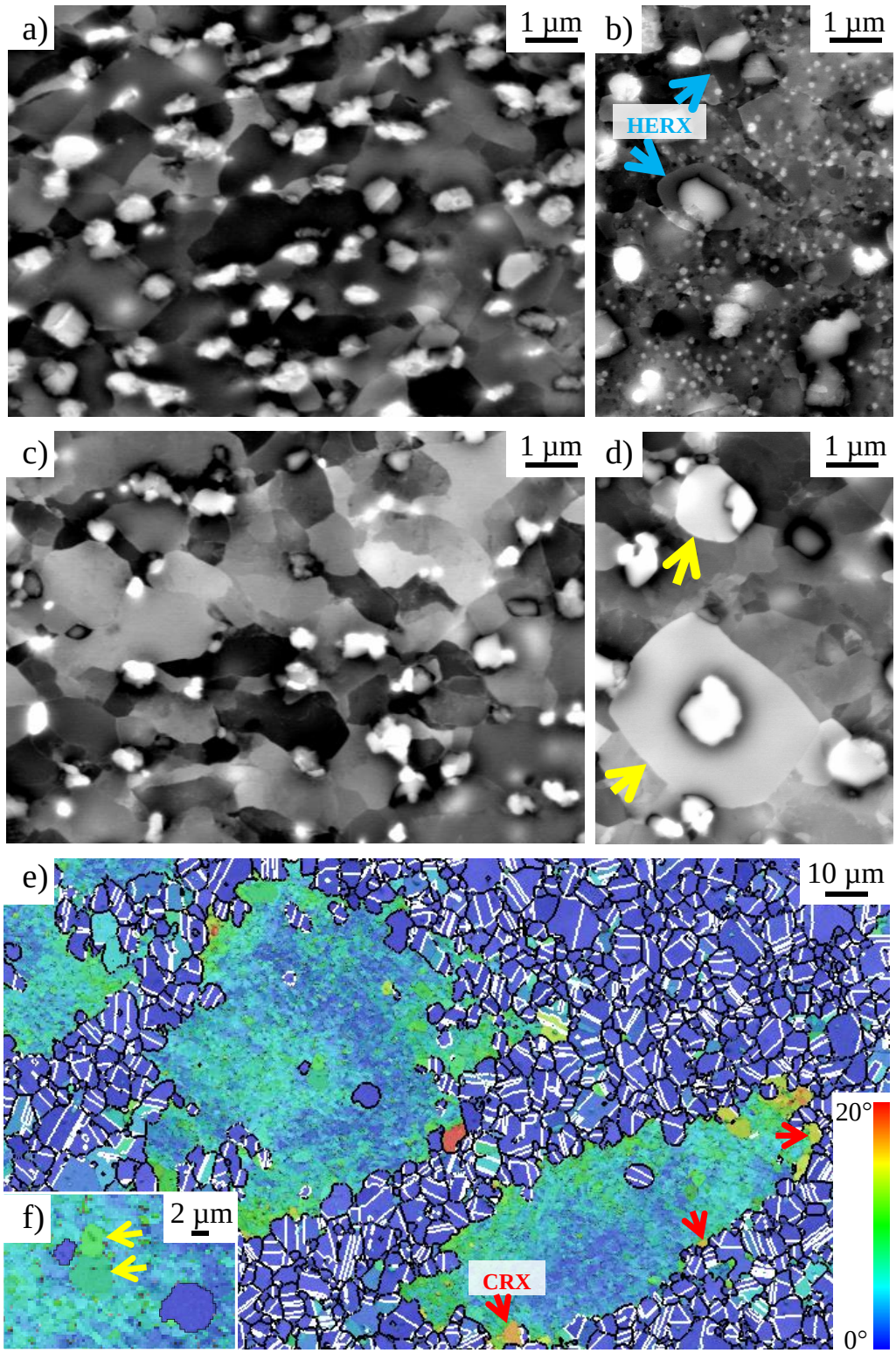



**Figure *9.1*** – *Mécanismes de recristallisation métadynamique et statique des grains restaurés. a) Condition Def-1070 appliquée à C8 (R1, $\epsilon \approx 1,70$), état déformé. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 (R1, $\epsilon \approx 1,70$), état déformé. Les flèches bleues montrent des grains hétéroépitaxiés qui ont commencé à se développer pendant la déformation. c) Condition Def-1070 appliquée à C8 (R1, $\epsilon \approx 1,70$), état mis en solution. d) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 (R1, $\epsilon \approx 1,70$), état mis en solution. e) et f) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 (R1, $\epsilon \approx 1,70$), état mis en solution. EBSD - désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, joints de grains en noir, joints de macles en blanc (tolérance 8,66 ˚ C). Les flèches jaunes montrent des grains hétéroépitaxiés qui ont grossi pendant la mise en solution et les flèches rouges montrent de la recristallisation statique continue.*

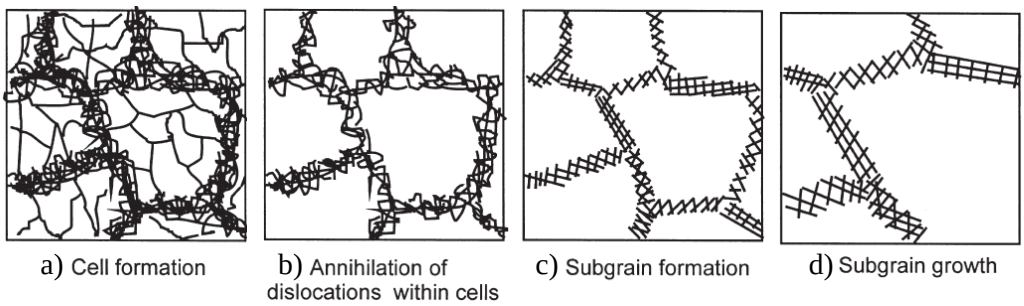



**Figure *9.2*** – *Représentation schématique du mécanisme de recristallisation statique continue (CSRX) dans les grains restaurés. Figures tirées de [23].*

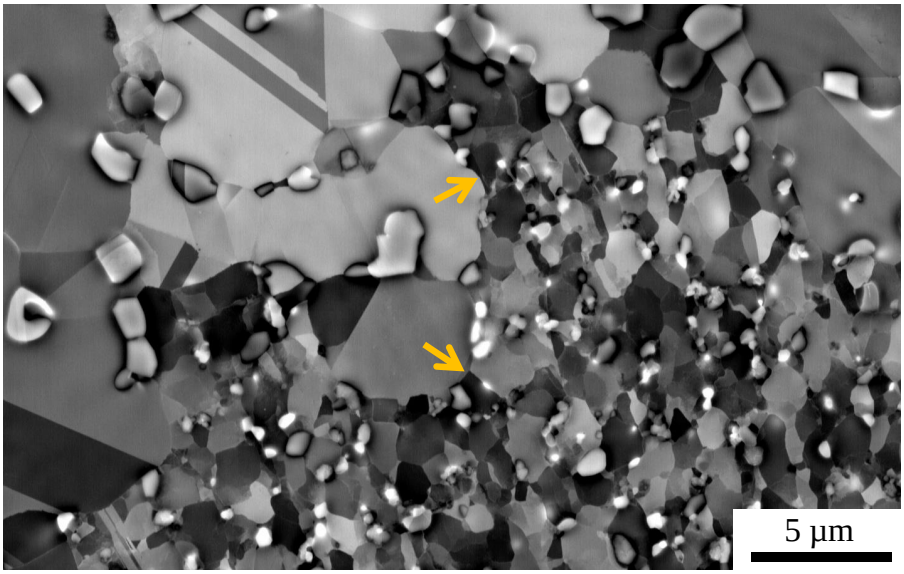



**Figure *9.3*** – *Consommation des bords d'un grain restauré par des grains équiaxes recristallisés. Image BSE. Condition Double-passe appliquée à C12, état mis en solution (R1, $\epsilon \approx 1,70$). Les flèches oranges mettent en évidence l'avancée du front de recristallisation dans le grain restauré.*

## 9.2 Gradient d'orientation dans les grains restaurés résiduels

Le tracé du *KAM* aux premiers voisins des grains restaurés permet de bien visualiser les sous-grains issus de la recristallisation statique continue (flèches rouges Figure 9.4). Ces sous-grains grossissent en périphérie du grain restauré. Leur croissance s'accompagne de maclage thermique ce qui leur fait perdre l'orientation initiale du grain restauré (flèches vertes Figure 9.4). Les sous-grains issus de la recristallisation statique continue sont visiblement plus gros à mesure que la déformation appliquée diminue et/ou que la température de déformation augmente. Ceci signifie que, moins il y a de germes de recristallisation statique dans les zones équiaxes, plus les sous-grains des grains restaurés se développent. Ainsi, en périphérie du grain restauré il apparaît une compétition entre la croissance des sous-grains issus de la CSRX du grain restauré et la croissance des grains issus de la DSRX des zones équiaxes.

Les valeurs de gradient d'orientation moyen dans les grains restaurés calculées après mise en solution ont été comparées à celles calculées avant déformation et juste après déformation

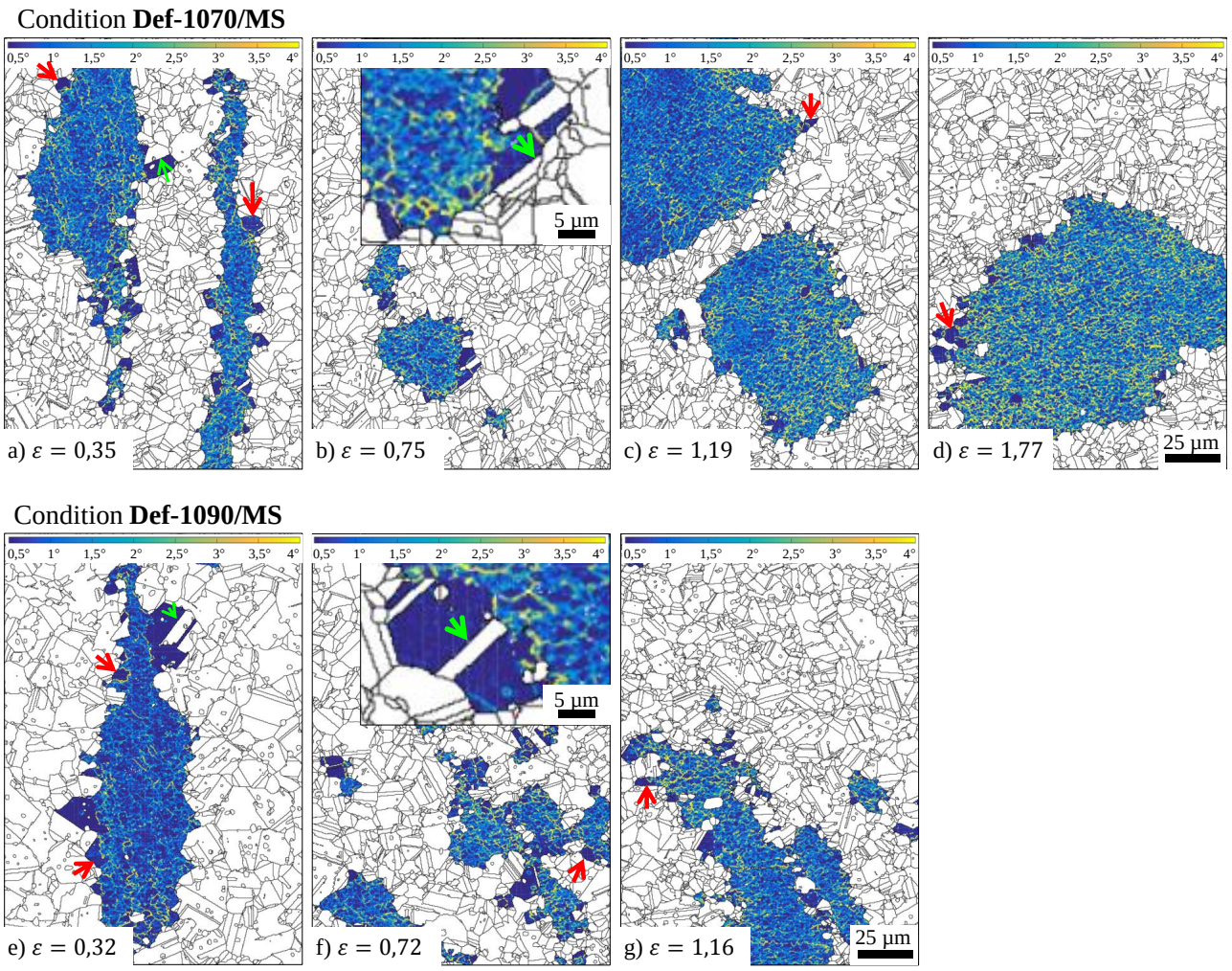



**Figure *9.4*** – *KAM aux 1$^{ers}$ voisins dans les grains restaurés après mise en solution. Conditions d'essais appliquées à C12. Cartographies réalisées aux quatre positions R0,25/R0,50/R0,75/R1, pas de mesure : 0,3 µm. Les flèches rouges mettent en évidence des sous-grains de recristallisation statique continue en bordure des grains restaurés et les flèches vertes mettent en évidence le maclage thermique des sous-grains au cours de leur croissance.*

(Figure 9.5). Il ressort qu'après mise en solution les valeurs de gradient sont moins élevées que juste après déformation. Ceci est la conséquence logique des évolutions mentionnées précédemment : restauration, recristallisation statique continue, croissance des grains hétéroépitaxiés et consommation des bords écrouis par les grains équiaxes situés autour. Après mise en solution le gradient d'orientation moyen est toujours une fonction croissante de la déformation appliquée, et pour les déformations supérieures à 0,40 les valeurs de gradient sont supérieures à celles calculées avant déformation. Ainsi, à l'issue du chemin thermomécanique réalisé en laboratoire, les grains restaurés déformés à 0,40 et plus comportent plus de sous-structures et/ou des sous-structures plus désorientées entre elles que les grains restaurés de l'état initial. De plus, après mise en solution, deux tendances distinctes peuvent être observées concernant les valeurs de gradient : celle des échantillons ayant subi un chemin thermomécanique entièrement à 1070 ° C avant mise en solution (i.e. traitement thermique éventuel et déformation à 1070 ° C, pointillés vert foncé) et celle des échantillons ayant subi un passage à 1090 ° C au cours du chemin thermomécanique (i.e. traitement thermique ou déformation à 1090 ° C, pointillés vert clair). En effet, après mise en solution, les grains restaurés ayant subi un passage à 1090 ° C présentent un gradient d'orientation moyen quasiment 1 ° /µm plus faible que les autres grains restaurés. L'observation de la précipitation montre que lors du passage à 1090 ° C les précipités des grains

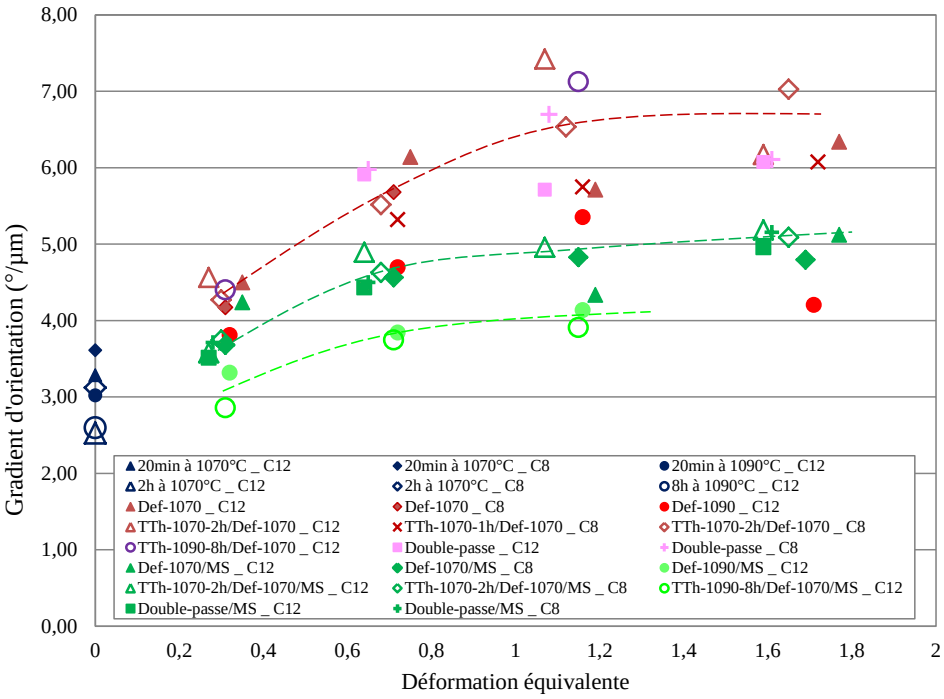



**Figure *9.5*** – *Gradient d'orientation moyen dans les grains restaurés en fonction de la déformation équivalente. Le gradient est calculé à partir du KAM aux 1$^{ers}$ voisins, pas de mesure : 0,3 µm. Les états avant déformation sont représentés en bleu foncé, les états après déformation (trempe à l'eau) sont représentés en rouge, bordeaux, violet et rose, les états après mise en solution sont représentés en vert clair et vert foncé. Les lignes en pointillées bordeaux, vert clair et vert foncé représentent les tendances observées pour les points expérimentaux de couleur associée.*

restaurés se sont partiellement dissous et que cette dissolution est encore bien visible après mise en solution à 1080 ˚C (Figure 9.6) : après mise en solution les conditions TTh-1090-8h/Def-1070 et Def-1090 montrent des précipités plus fins et plus espacés que la condition Def-1070. Cette plus faible densité en précipités facilite la restauration du grain restauré (car le contournement par les dislocations est plus facile), ce qui explique les valeurs de gradient d'orientation moins élevées pour les échantillons ayant eu un passage à 1090 ˚C.

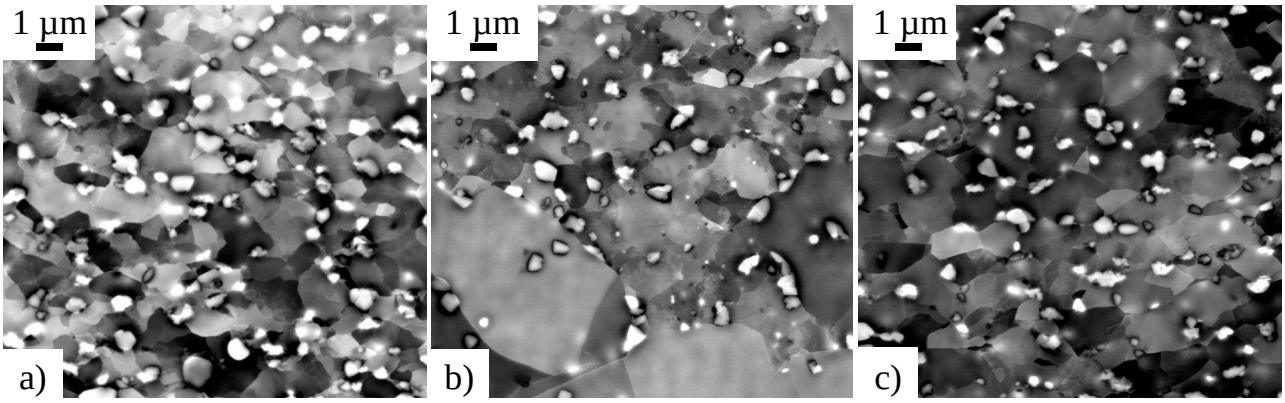



**Figure *9.6*** – *Effet d'un passage à 1090 ˚C (i.e. traitement thermique pré-déformation ou déformation à 1090 ˚C) sur la précipitation dans les grains restaurés après mise en solution. Observations faites à $\epsilon \approx 1,70$ (R1). a) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12. b) Condition TTh-1090-8h/Def-1070 appliquée à C12. c) Condition Def-1090 appliquée à C12.*

Pour finir, une grande dispersion dans les valeurs de gradient d'orientation avait été constatée dans l'état déformé (Chapitre 6). Cependant, après mise en solution, la dispersion des valeurs attribuées à chacune des tendances mises en évidence (pointillés vert foncé et vert clair Figure 9.5) est beaucoup plus faible. En effet, pour l'état déformé il avait été supposé que pendant la déformation des disparités d'écrouissage se produisaient entre grains restaurés du fait des différences de ratio surface/volume et des différences d'orientation cristallographique par rapport à la direction de compression. Or, pendant la mise en solution les parties les plus écrouies de chaque grain ont restauré et/ou recristallisé, et les disparités se sont finalement effacées.

## 9.3 Quantification des grains restaurés après mise en solution

Afin d'évaluer les différentes conditions d'essais dans leur efficacité à faire recristalliser les grains restaurés, les grains restaurés subsistant après mise en solution ont été identifiés par application d'un seuil sur le *GAM* à des cartographies EBSD de champ $1820 \times 2332\ \mu m^2$ (Figure 9.7 et Figure 9.8). Il convient de préciser que tous les résultats présentés dans ce paragraphe ont été obtenus après analyse de pions écrasés parallèlement à l'axe de la billette initiale (échantillon axial, Chapitre 3). Comme observé pour l'état déformé (Chapitre 6), une compression parallèle à l'axe de la billette initiale génère une fragmentation des grains restaurés qui perdent alors leurs formes allongées d'origine pour des formes plus globulaires (Figure 9.7 et Figure 9.8). De plus, il est à souligner que, si les zones cartographiées pour quantifier les grains restaurés résiduels ont subi un gradient de déformation prononcé selon l'axe vertical (déformation allant de 0,70 à 1,69 sur 910 $\mu$m), après mise en solution un gradient de distribution vertical des grains restaurés n'est en revanche pas franchement visible sur les cartographies. Cependant, il est difficile de statuer que la recristallisation des grains restaurés est peu affectée par le niveau de déformation sur la plage de déformation 0,70 à 1,70 étant donné les distributions irrégulières de grains restaurés dans les microstructures initiales.

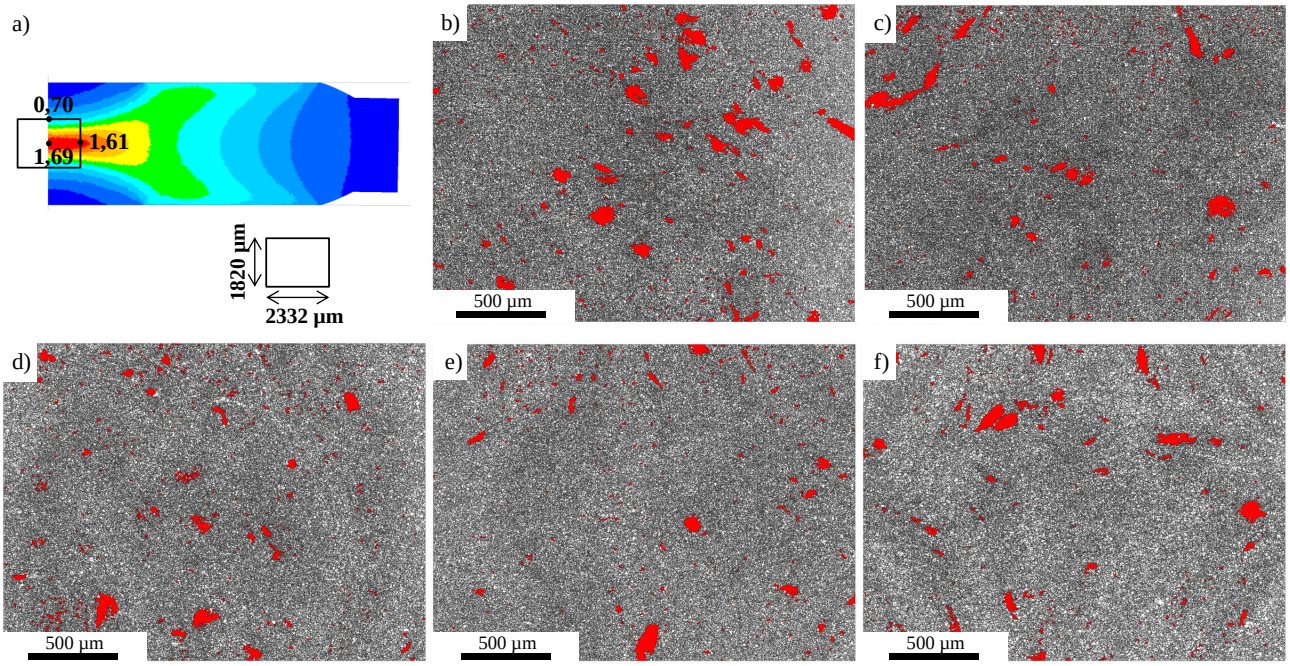



**Figure *9.7*** – *Distribution des grains restaurés dans la microstructure après mise en solution - Microstructure C12. a) Description de la zone cartographiée par EBSD dans les pions biconiques écrasés. Le champ de la carte vaut* $1820 \times 2332$ $\mu m^2$ *et le pas de mesure vaut 2,01* $\mu m$*. Les niveaux de déformation atteints au centre et aux bords de la cartographie sont écrits en noir sur l'image du pion écrasé, il est important de noter le gradient de déformation vertical sur la cartographie. b) Condition Def-1070. c) Condition TTh-1070-2h/Def-1070. d) Condition Double-passe. e) Condition TTh-1090-8h/Def-1070. f) Condition Def-1090.*

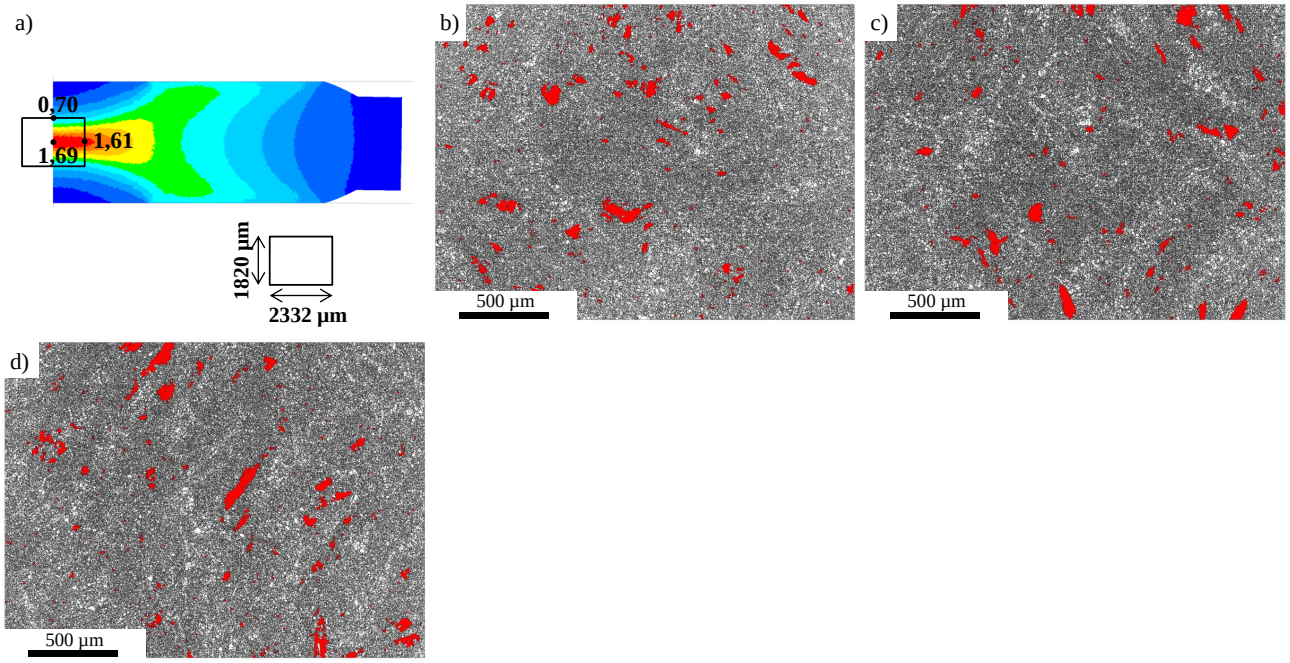



**Figure *9.8*** – *Distribution des grains restaurés dans la microstructure après mise en solution - Microstructure C8. a) Description de la zone cartographiée par EBSD dans les pions biconiques écrasés. Le champ de la carte vaut* $1820 \times 2332$ $\mu m^2$ *et le pas de mesure vaut 2,01* $\mu m$*. Les niveaux de déformation atteints au centre et aux bords de la cartographie sont écrits en noir sur l'image du pion écrasé, il est important de noter le gradient de déformation vertical sur la cartographie. b) Condition Def-1070. c) Condition TTh-1070-2h/Def-1070. d) Condition Double-passe.*

Figure 9.9 présente les fractions surfaciques de grains restaurés calculées après mise en solution à partir des cartographies de champ 1820 × 2332 $\mu m^2$. Avec un pas de mesure tel que 2,01 $\mu$m, seuls les grains restaurés d'au moins 10 $\mu$m de diamètre équivalent peuvent être raisonnablement identifiés. Par ailleurs, il peut être imaginé que les petits grains restaurés, c'est-à-dire les grains restaurés qui ont un diamètre compris entre 10 et 20 $\mu$m [1] et qui font donc la même taille que les grains équiaxes de la distribution cible (Chapitre 8), ne constituent pas de réelles hétérogénéités de microstructure. Ainsi, les barres hachurées sur la Figure 9.9 correspondent aux fractions surfaciques occupées par les grains restaurés de plus de 20 $\mu$m de diamètre équivalent. Il ressort que, quelle que soit la microstructure de départ (C12 ou C8) et la condition d'essai, après mise en solution les fractions surfaciques de grains restaurés supérieurs à 20 $\mu$m sont au moins divisées par deux par rapport à l'état initial. De plus, compte tenu de la dispersion des fractions surfaciques observée dans les états initiaux (de l'ordre de 1%), il est difficile de vraiment départager les différentes conditions d'essais quant à leur efficacité à faire recristalliser les grains restaurés. Il peut être quand même précisé que la condition Def-1070 est un peu en retrait par rapport aux autres. Ceci s'explique par le fait que cette condition ne bénéficie ni d'une recristallisation intermédiaire (condition Double-passe), ni d'une dissolution partielle des précipités du grain restauré plus prononcée à cause d'un passage à 1090 °C (conditions TTh-1090-8h/Def-1070 et Def-1090), ni d'un état déformé plus écroui du fait de l'apparition d'une précipitation fine dans les grains pendant la chauffe (conditions TTh-1070-2h/Def-1070 et TTh-1090-8h/Def-1070). Ces trois facteurs pouvant en effet être bénéfiques à la recristallisation des grains restaurés.

Par ailleurs, pour une condition d'essai donnée, le taux de recristallisation des grains restaurés (i.e. fraction surfacique initiale / fraction surfacique finale) est plus élevé pour la microstructure C12 que pour la microstructure C8. Ainsi, si avant déformation la microstructure C12 comporte une fraction de grains restaurés supérieure à celle de la microstructure C8, après mise en solution les fractions de grains restaurés sont similaires. Ceci est attribué aux différences de facteur de forme (i.e. ratio longueur/largeur) entre les grains restaurés de C12 et les grains restaurés de C8 des états billette, et aux différences de morcellement qui pourraient en résulter pendant la déformation. En effet, dans l'état billette les grains restaurés de la microstructure C8 sont en moyenne moins larges que ceux de C12 (Chapitre 2). Pour cette raison, l'hypothèse est que les grains restaurés de C8 pourraient mieux accommoder la déformation et donc moins se fragmenter que les grains restaurés de C12 sous l'effet de la déformation. Or la fragmentation apporte davantage de surface de recristallisation puisque les grains restaurés recristallisent principalement par leurs bords, d'où des fractions de grains restaurés similaires pour C12 et C8 dans l'état final. La même tendance est constatée en analysant les diamètres équivalents maximum des grains restaurés (Figure 9.10) : si dans l'état initial les plus gros grains restaurés de C12 ont un diamètre supérieur de 100 $\mu$m à ceux de C8, après mise en solution cet écart est effacé et les diamètres maximum sont finalement similaires entre C12 et C8.

Minisandram et al. [8] ont étudié l'impact des conditions thermomécaniques (vitesse de déformation et niveau de déformation) sur la recristallisation des grains restaurés d'une billette d'alliage René65. Des échantillons de billette ont été traités 5 heures à 1052 °C, écrasés à 1052 °C avec différentes vitesses de déformation puis mis en solution 1 heure à 1066 °C. Les grains restaurés résiduels de diamètre supérieur ou égal à 63,5 $\mu$m (i.e. 5 ASTM) ont ensuite été quantifiés par microscopie optique. Les résultats de cette étude sont résumés Figure 9.11. Il apparaît que, pour des vitesses de déformation supérieures ou égale à 0,01 $s^{-1}$, la fraction volumique de grains restaurés diminue avec l'augmentation de la déformation appliquée. De

1. Pour plus de cohérence avec la définition des gros grains du Chapitre 8, il aurait été préférable de quantifier les grains restaurés de diamètre supérieur à 26,7 $\mu$m. Or 26,7 $\mu$m et 20 $\mu$m sont des valeurs très proches et le choix 26,7 $\mu$m comme borne inférieure aurait peu changé les résultats.

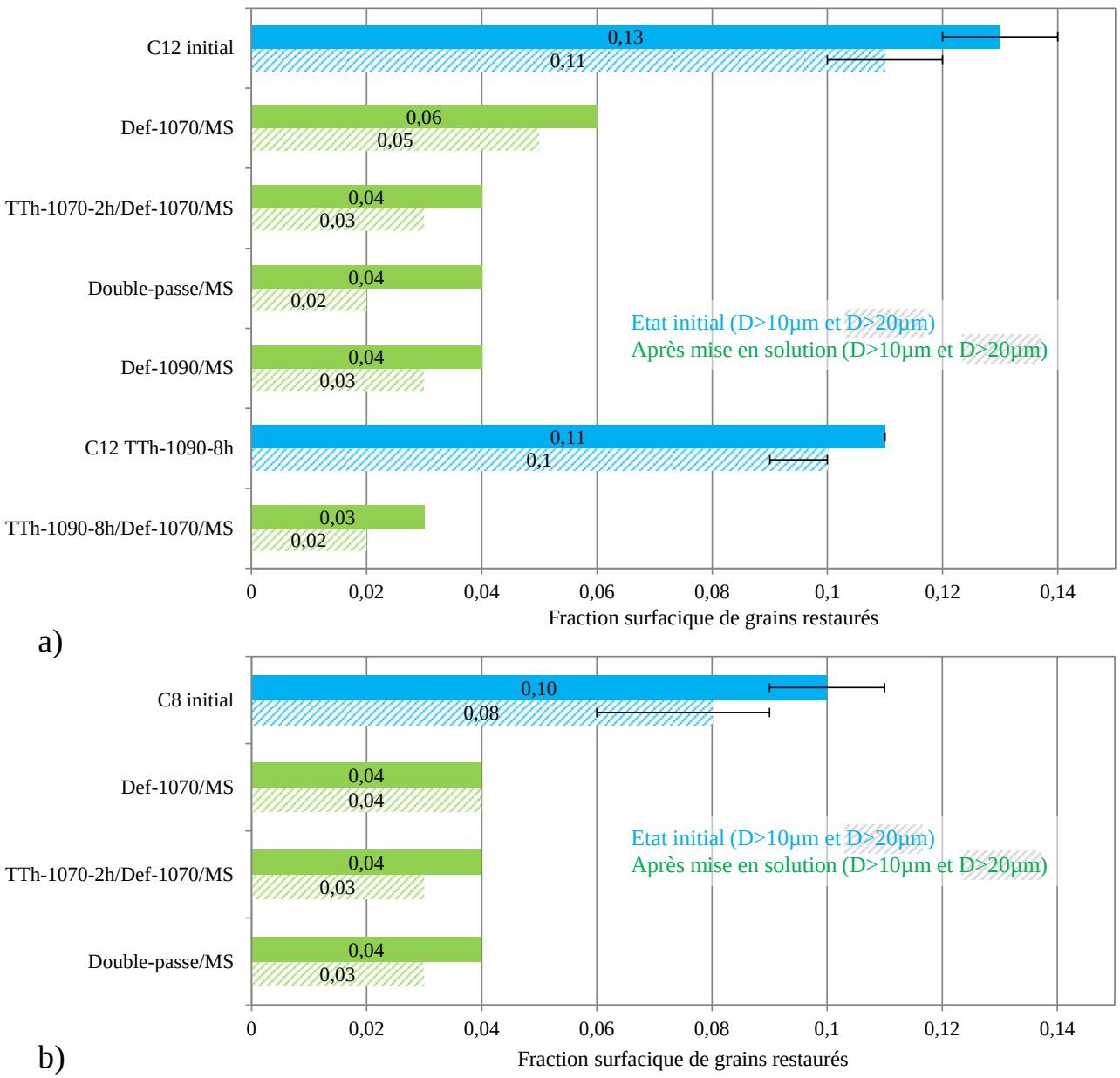



**Figure *9.9*** – *Fractions surfaciques de grains restaurés avant déformation (état initial) et après mise en solution (état final). Les fractions surfaciques des grains restaurés de diamètre équivalent supérieur à 10 µm et à 20 µm (hachures) sont représentées. Les états initiaux et finaux sont représentés en bleu et vert respectivement. a) Microstructure C12. b) Microstructure C8.*

plus, à déformation fixée, la fraction volumique de grains restaurés diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Dans l'article de Minisandram et al., ce dernier élément est attribué à l'auto-échauffement de la matière qui se produit lorsque les vitesses de déformation sont élevées : les grains restaurés étant exposés à des températures croissantes avec la vitesse de déformation, ils recristallisent davantage. Or, l'auto-échauffement n'est significatif qu'à partir de 0,1 $s^{-1}$ [8] et ne peut donc pas expliquer les écarts obtenus entre les vitesses 0,001 $s^{-1}$ et 0,01 $s^{-1}$. L'explication qui peut être alors être avancée est que, à 0,001 $s^{-1}$, la vitesse de déformation est suffisamment lente pour que le grain puisse significativement restaurer en dynamique et ainsi emmagasiner peu de dislocations dans le volume. En effet, les faibles vitesses de déformation et/ou hautes températures sont favorables à la restauration dynamique [23]. Par conséquent, la plus faible densité de dislocations emmagasinées en dynamique à 0,001 $s^{-1}$ fait que pendant la

mise en solution la force motrice liée à l'énergie stockée est moins élevée que pour les vitesses de déformation de 0,01 $s^{-1}$ et plus, et ainsi que les grains restaurés recristallisent moins.

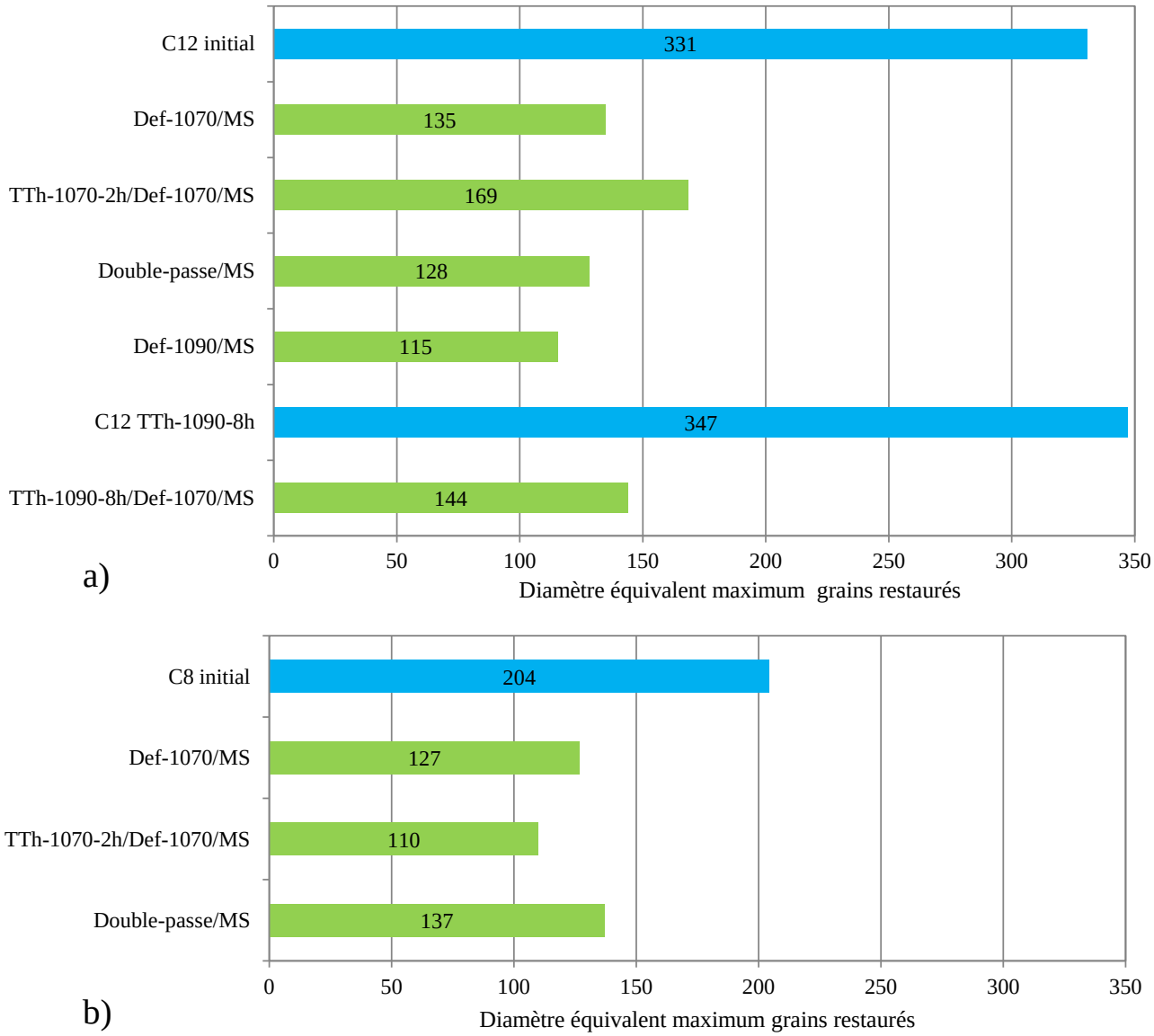



**Figure *9.10*** – *Tailles maximales des grains restaurés avant déformation (état initial) et après mise en solution (état final). Les états initiaux et finaux sont représentés en bleu et vert respectivement. a) Microstructure C12. b) Microstructure C8.*

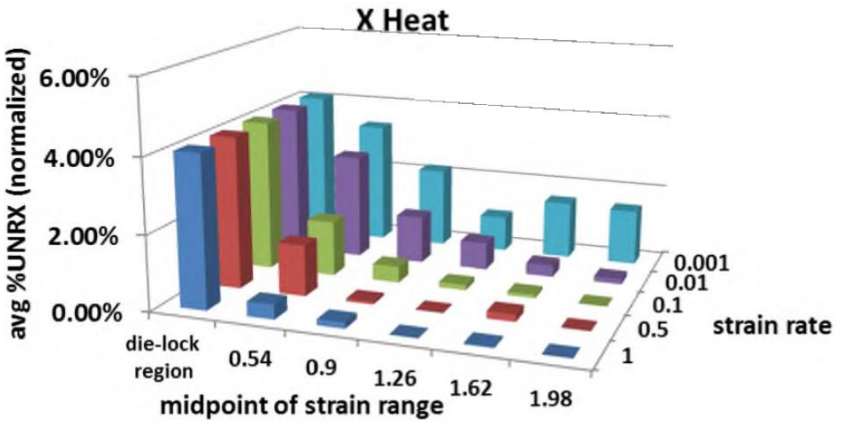
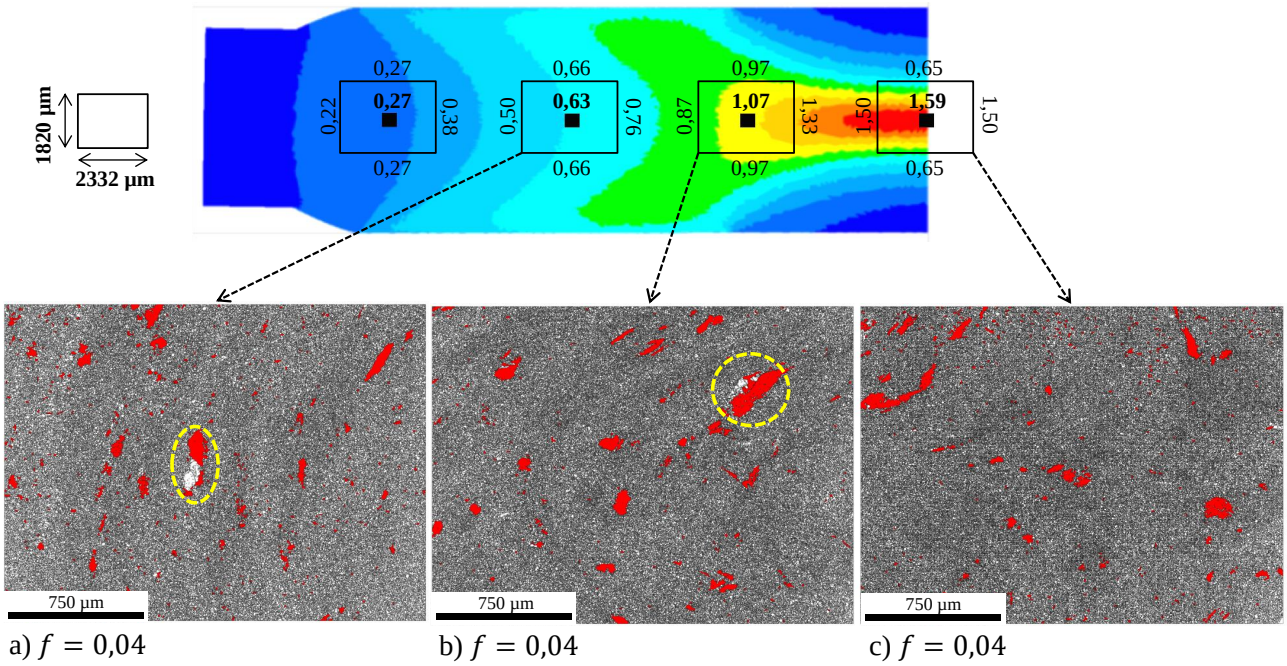



**Figure *9.11*** – *Évolution de la fraction volumique de grains restaurés de diamètre supérieur ou égal à 63,5 µm en fonction des conditions thermomécaniques appliquées (vitesse et niveau de déformation) - alliage René65. Les fractions volumiques ont été normalisées de façon à ce que les fractions à 0 de déformation ("Die-lock region") soient identiques pour toutes les conditions. Figure tirée de [8].*

## 9.4 Conclusion

Dans la plupart des cas, la recristallisation des grains restaurés pendant la mise en solution se fait de façon progressive, c'est-à-dire par le cumul de petites surfaces recristallisées (de l'ordre de la dizaine de microns). Cette recristallisation progressive se fait par trois mécanismes que sont : la recristallisation statique continue des grains restaurés, la croissance "métadynamique" des grains hétéroépitaxiés contenus dans les grains restaurés et la consommation des grains restaurés par les grains équiaxes situés autour et principalement issus de la recristallisation statique discontinue des zones équiaxes. La restauration des grains restaurés est favorisée par une dissolution même partielle des précipités du grain (par exemple par un passage à 1090 ° C dans le chemin thermomécanique). La consommation du grain restauré par les grains équiaxes situés autour s'accompagne de la dissolution des précipités du grain restauré par le front de recristallisation.

Néanmoins, il peut être constaté de rares cas où la recristallisation du grain restauré est beaucoup plus brutale (cercles en pointillés jaunes Figure 9.12). Dans ces cas-là, seulement quelques grains équiaxes consomment sur plusieurs dizaines de microns le grain restauré ce qui aboutit à la formation de très gros grains équiaxes recristallisés au niveau du grain restauré. Ce phénomène ne correspond pas à de la croissance sélective de grains au sens classique (Chapitre 8) étant donné que dans le cas présent les grains formés sont associés à la recristallisation de zones spécifiques (et non équiaxes) que sont les grains restaurés, et que l'aire qu'occupent ces grains ne peut être beaucoup plus grande que celle du grain restauré initial. Néanmoins, comme pour la croissance sélective de grains, la formation de tels gros grains est susceptible de dégrader les propriétés en fatigue du matériau. Le Chapitre suivant est entièrement dédié à l'étude de ce phénomène qui n'avait été reporté qu'une fois dans la littérature mais pas pour les grains restaurés.




a) $f = 0{,}04$ b) $f = 0{,}04$ c) $f = 0{,}04$

**Figure *9.12*** – *Exemples de croissance de grain importante au niveau de grains restaurés. Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 après mise en solution. Les niveaux de déformation atteints au centre et aux bords des cartographies EBSD sont écrits en noir sur l'image du pion écrasé. Pour chaque cartographie la fraction surfacique de grains restaurés correspondante $f$ est précisée. Les cercles en pointillés jaunes mettent en évidence de très gros grains équiaxes qui ont "poussé" sur des grains restaurés (grains restaurés colorés en rouge).*

# Chapitre 10

# Précipités de type T et C

## 10.1 État de l'art : Morphologies/relations d'orientations "classiques" des précipités $\gamma\prime$

### 10.1.1 Précipités secondaires

La phase $\gamma\prime$ est dissoute (partiellement ou entièrement) lors de traitements de mise en solution (subsolvus ou supersolvus). Si depuis la température de mise en solution l'alliage est porté à une température plus basse et subsolvus, des germes de précipitation apparaissent dans les grains. Lorsque les germes de phase $\gamma\prime$ apparaissent dans la phase $\gamma$, l'énergie du système est modifiée par trois contributions [14,15] : la variation d'enthalpie libre liée à la transformation de phase $\gamma$ en un mélange $\gamma+\gamma\prime$, le surplus d'énergie liée à l'interface $\gamma/\gamma\prime$ nouvellement formée et le surplus d'énergie liée à la distorsion élastique du réseau cristallin du fait de l'écart de paramètre de maille entre les deux phases. Or, l'énergie associée à la distorsion élastique est négligeable pour des très petits précipités car, contrairement à l'énergie d'interface qui est proportionnelle à la surface, l'énergie de distorsion élastique est proportionnelle au volume du précipité. Ainsi, lors de la germination des précipités, la minimisation de l'énergie du système se traduit par une minimisation de l'énergie d'interface $\gamma/\gamma\prime$, et les précipités vont se former en cohérence avec la matrice (et donc avec la même orientation que cette dernière) puisqu'une interface $\gamma/\gamma\prime$ cohérente est de moindre énergie [15, 120, 124]. Tant que les précipités sont suffisamment petits leur forme est entièrement contrôlée par la minimisation de l'énergie d'interface, et c'est pourquoi les précipités adoptent des formes sphériques qui minimisent le ratio surface/volume. Cependant, à mesure que le précipité prend du volume, l'énergie de distorsion élastique va finir par devenir bien plus élevée que l'énergie d'interface, et des changements de morphologies vont s'opérer pour minimiser l'énergie de distorsion élastique.

Les évolutions morphologiques qui se produisent avec l'augmentation du volume des précipités dépend de la densité de germes de précipités formés. La densité de germes dépend elle-même de la vitesse de refroidissement depuis la température de mise en solution ainsi que de la température atteinte après refroidissement [14] : plus la vitesse de refroidissement est élevée et/ou plus la température atteinte est basse, plus la densité de germes est élevée. Si la densité de germes de précipitation est faible, alors les précipités pourront évoluer indépendamment les uns des autres. En revanche, si la densité de germes est élevée, alors la croissance d'un précipité va être influencée par celle des autres [125].

Lorsque les précipités évoluent indépendamment les uns des autres, ils suivent la séquence de morphologies suivante : sphère $\rightarrow$ cube $\rightarrow$ octocube $\rightarrow$ octodendrite $\rightarrow$ dendrite (Figure 10.1). Les cubes sont exclusivement composés de faces $\{100\}$. Ces faces $\{100\}$ se forment à partir des précipités sphériques car l'énergie de distorsion élastique du réseau est plus faible le long des

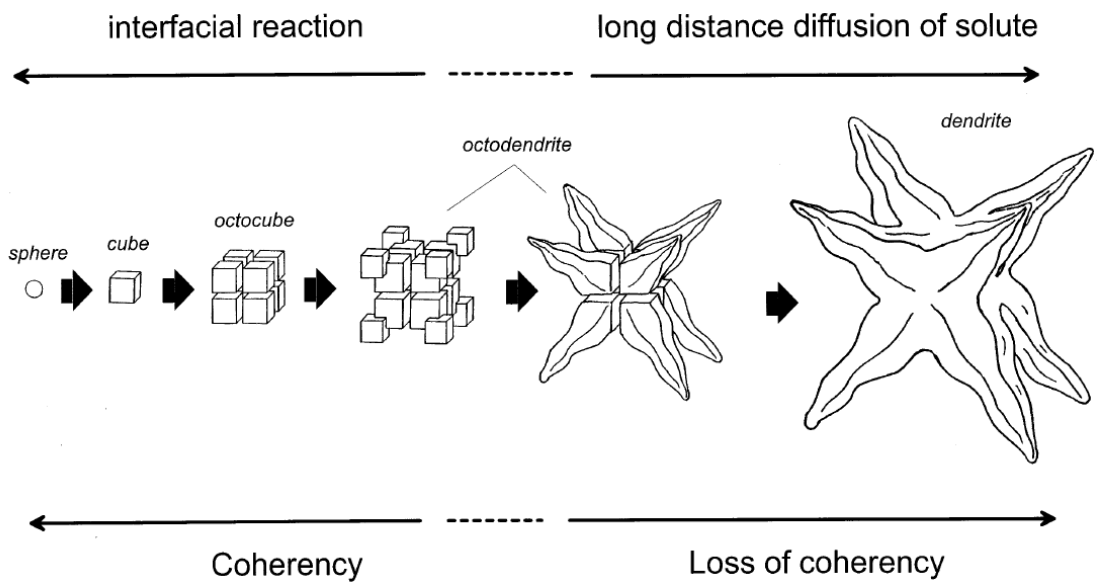



**Figure *10.1*** – *Représentation schématique de l'évolution libre (i.e indépendante des autres précipités) d'un précipité $\gamma\prime$ initialement cohérent avec la matrice $\gamma$. Figure tirée de [14].*

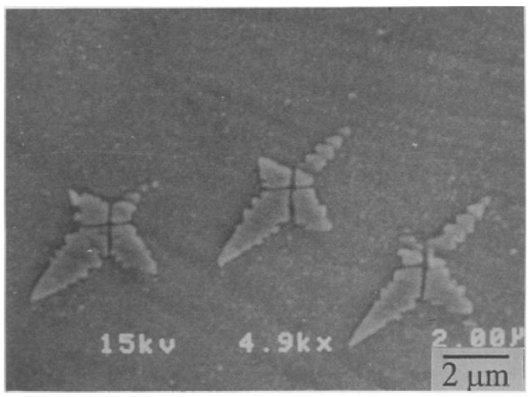
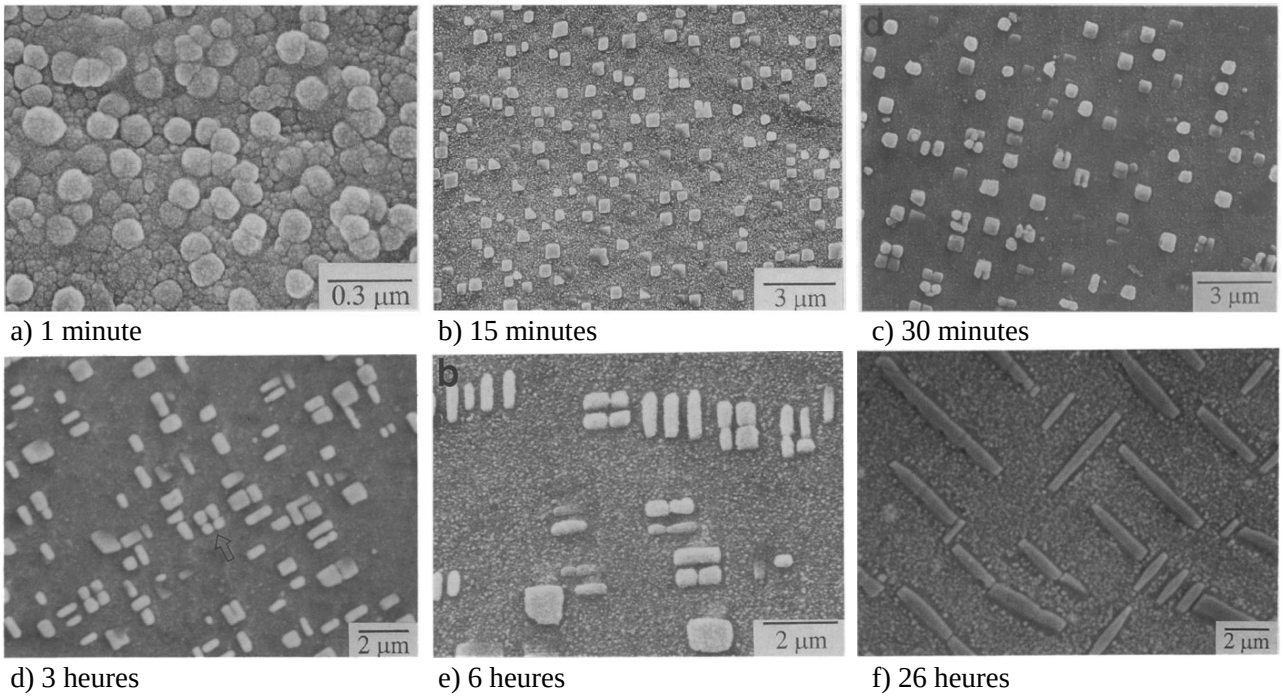



**Figure *10.2*** – *Octodendrites facettées par des plans {100} dans l'alliage binaire Ni-8%Al. Observation réalisée après à un traitement de 30 minutes à 1035 ˚C suivant une mise en solution de deux heures à 1200 ˚C ($T_{solvus\ \gamma\prime} = 1050$ ˚C). Figure tirée de [125].*

plans {100}. Alors que la taille des précipités continue d'augmenter, pour minimiser l'énergie de distorsion élastique il devient plus intéressant que les cubes se découpent en cubes plus petits et forment des octocubes, c'est-à-dire des groupes de huit cubes facettés {100} [12, 14]. Plus la valeur absolue de l'écart de paramètre de maille est grande, plus les transitions vers le cube et l'octocube se produisent pour des précipités petits. Du fait du champ de contrainte liée à la distorsion élastique, les cubes de l'octocube grandissent par leurs coins orientés selon les axes <111>. De plus, la croissance du précipité, qui était au début contrôlée exclusivement par des réactions d'interface, devient contrôlée par de la diffusion d'atomes sur de longues distances, ce qui ralentit la croissance du précipité [14]. Ainsi, l'octocube se transforme progressivement en octodendrite avec des bras orientés <111>. L'octodendrite comporte toujours des faces {100} qui minimisent l'énergie de distorsion élastique du réseau (Figure 10.2). Néanmoins, à partir d'une certaine taille de précipité, la distorsion élastique est telle qu'elle est accommodée par des dislocations piégées à l'interface $\gamma/\gamma\prime$ : l'interface $\gamma/\gamma\prime$ devient semi-cohérente. Ces dislocations permettent de relâcher les contraintes liées à la cohérence, et il n'y a alors plus d'énergie associée à la distorsion élastique du réseau. Par conséquent, l'octodendrite perd ses facettes {100} pour une interface plus lisse et les huit branches principales fusionnent pour minimiser l'énergie interfaciale car c'est désormais la seule énergie qui peut être minimisée [14].

La perte de cohérence peut se produire avant l'état octodendrite, par exemple à l'état cube comme mis en évidence dans les travaux de Ricks et al. [12]. Une fois la cohérence perdue, les précipités prennent alors directement des formes dendritiques lisses sans passer par les étapes intermédiaires.

Lorsque la densité de germes est élevée, les précipités suivent la séquence de morphologies suivante : sphère → cube → octocube et/ou doublet de plaquettes → plaquettes (Figure 10.3). Alors que Yeom et al. [125] associent la formation de doublets de plaquettes à la ré-organisation des 8 cubes de l'octocube (rétrécissement de certains cubes et croissance d'autres), Miyasaki et al. [126, 127] ont directement observé la scission du cube en doublets de plaquettes. Dans les deux cas, les plaquettes comportent deux grandes faces {100} à peu près carrées qui sont le résultat de la minimisation de l'énergie de distorsion élastique. Car, en cas de précipités rapprochés, les champs de déformation autour de chaque précipité se superposent et le champ de déformation aux abords d'un précipité est un champ anisotrope, donc différent du champ isotrope qui serait obtenu avec un seul précipité, ce qui donne lieu à la formation de plaquettes au lieu de cubes. L'anisotropie du champ fait également que les plaquettes facettées {100} ont tendance s'aligner les unes par rapport aux autres (Figure10.3/e-f).




a) 1 minute b) 15 minutes c) 30 minutes

d) 3 heures e) 6 heures f) 26 heures

**Figure *10.3*** – *Morphologies des précipités en cas d'un grand nombre de germes cohérents dans l'alliage binaire Ni-%8Al. Observations réalisées après traitements à 1020 ˚C suivant une mise en solution de deux heures à 1200 ˚C ($T_{solvus\ \gamma'} = 1050$ ˚C). Figures tirées de [125].*

### 10.1.2 Précipités primaires

Les précipités primaires sont issus des premières séquences de forgeage supersolvus du lingot mais les mécanismes exacts de leur formation sont peu connus. Même s'il est très probable que les précipités primaires aient initialement germé en cohérence avec la matrice de façon à minimiser l'énergie d'interface, cette potentielle cohérence aurait de toute façon été perdue du fait de la grande taille qu'ils ont acquise et et du fait des vagues de recristallisation successives se produisant au cours des transformations subsolvus industrielles. Ainsi, une fois le lingot converti en billette, les précipités primaires n'ont généralement aucune relation d'orientation avec la matrice autour et sont donc incohérents avec cette dernière. Toutefois, il est possible de trouver

des précipités primaires cohérents, par exemple en cas de recristallisation en hétéroépitaxie. En effet, Charpagne et al. ont montré la cohérence (a minima par zone) de l'enveloppe de phase $\gamma$ avec le précipité qu'elle entoure (Figure 10.4) [90].

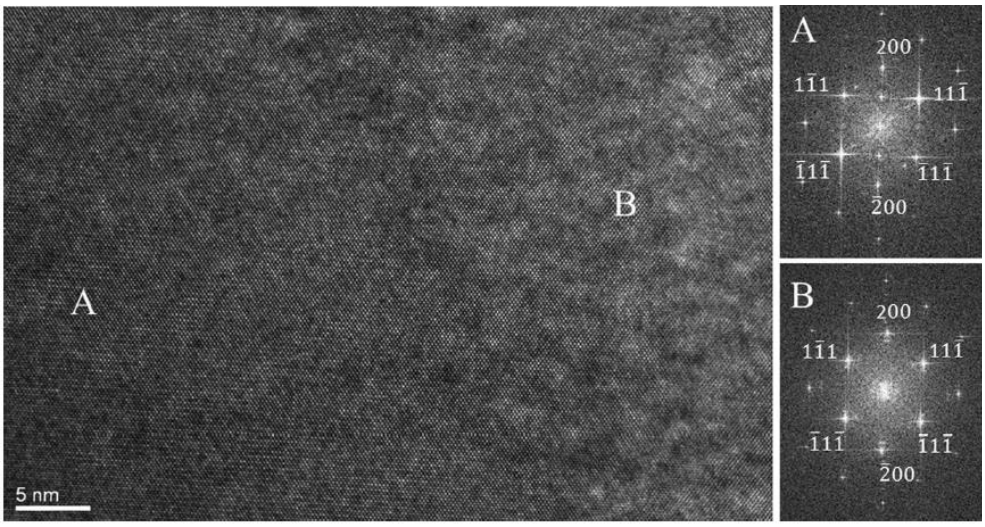



**Figure *10.4*** – *Microscopie électronique en transmission haute résolution sur un précipité primaire $\gamma\prime$ (A) et son enveloppe de phase $\gamma$ (B) issue de recristallisation en hétéroépitaxie. Image de l'interface A/B et tâches de diffraction correspondantes (tâches simulées par la méthode de transformation de Fourrier rapide - FFT).*

Les précipités primaires ont généralement des formes globulaires. Leurs surfaces sont lisses à haute température et deviennent plus irrégulières après un refroidissement lent (Figure 4.21) [70]. Néanmoins, aucune facette sur des plans cristallographiques caractéristiques n'a jusque là été relevée pour les précipités primaires.

## 10.2 Précipités de type T et C

### 10.2.1 Observations

Comme mentionné au Chapitre 9, après mise en solution des échantillons déformés il est possible d'observer des hétérogénéités de recristallisation au niveau des grains restaurés. En effet, il apparaît parfois que quelques grains équiaxes ont largement consommé un grain restauré (Figure 10.5). Ces gros grains recristallisés comportent de nombreux précipités. Certains de ces précipités sont en relation de macle avec la matrice autour (cercle bleu Figure 10.5) alors que d'autres sont désorientés de seulement quelques degrés par rapport à la matrice autour (cercle jaune Figure 10.5). Ces relations d'orientation sont donc originales par rapport à celles classiquement reportées dans la littérature (Section10.1). Dans la suite, les précipités en relation de macle avec la matrice seront appelés précipités de type T (pour "*Twin orientation relationship*") et ceux désorientés de quelques degrés par rapport à la matrice seront appelés précipités de type C (pour "*nearly Cube-cube orientation relationship*").

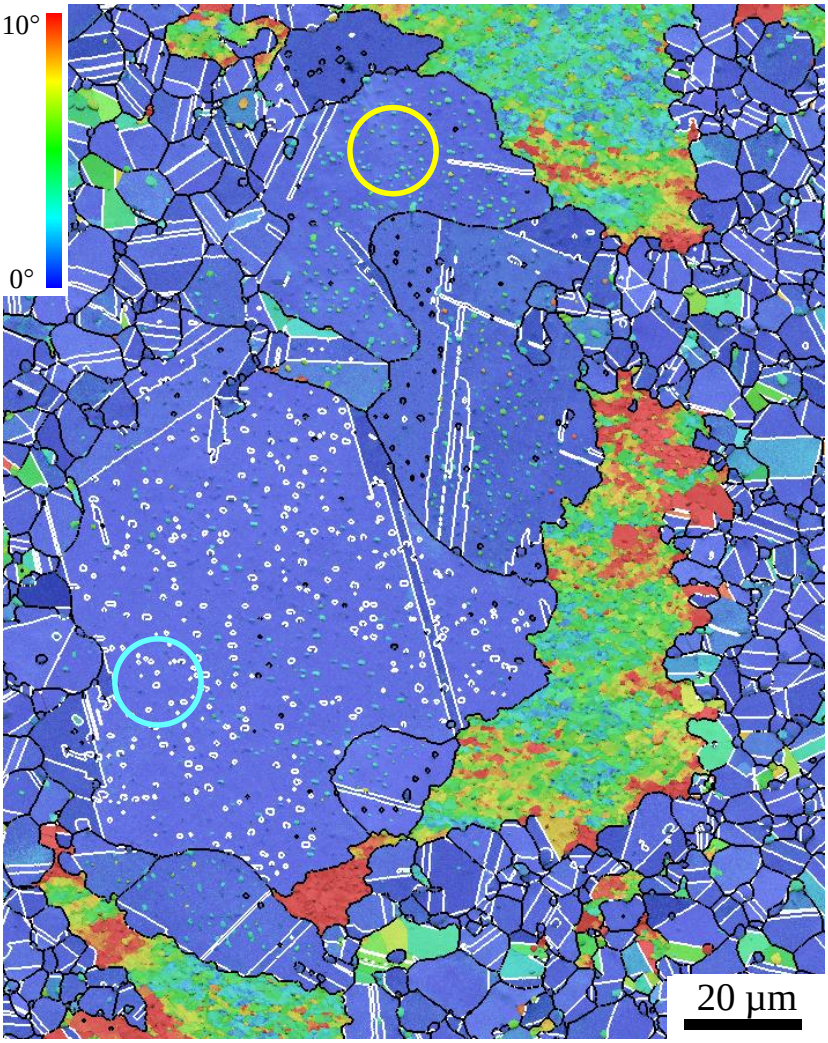



**Figure *10.5*** – *Observation de précipités avec des relations d'orientation inhabituelles après recristallisation statique d'un grain restauré. Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 puis mise en solution, R0,50 - $\epsilon \approx 0,70$. EBSD - désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont représentés en noirs, les joints de macles sont représentés en blanc (tolérance : 8,66 ° ). Le cercle bleu clair met en évidence des précipités en relation de macle avec la matrice (précipités de type T). Le cercle jaune met en évidence des précipités désorientés de quelques degrés par rapport à la matrice autour (précipités de type C).*

### 10.2.2 Caractéristiques des précipités de type T et C

Le gros grain recristallisé de la Figure 10.6 montre à la fois des précipités de type T et des précipités de type C. Dans cet exemple, la plupart des précipités de type T et C ont des formes quasiment rectangulaires et parallèles entre elles dans le plan de coupe (flèches vertes et noires Figure 10.6/b). Ces formes rectangulaires peuvent dépasser le micron en longueur et un certain nombre de précipités de type T et C apparaissent plus gros que les précipités situés dans les grains restaurés. Ces différences de forme et de taille avec les précipités des grains restaurés prouvent que les précipités de type T et C ne sont pas d'anciens précipités du grain restauré qui auraient été simplement contournés par le front de recristallisation : les précipités de type T et C résultent d'un mécanisme spécifique. Par ailleurs, l'analyse des orientations cristallographiques (Figure 10.6/d) montre que l'axe <111> de la relation de macle des précipités de type T avec la matrice est un axe <111> commun au grain restauré et au grain recristallisé. L'axe <111> en question est donc commun au grain restauré, au grain recristallisé et aux précipités de type

T et C. De plus, les formes rectangulaires des précipités de type T et C sont parallèles à la trace du plan {111} commun.

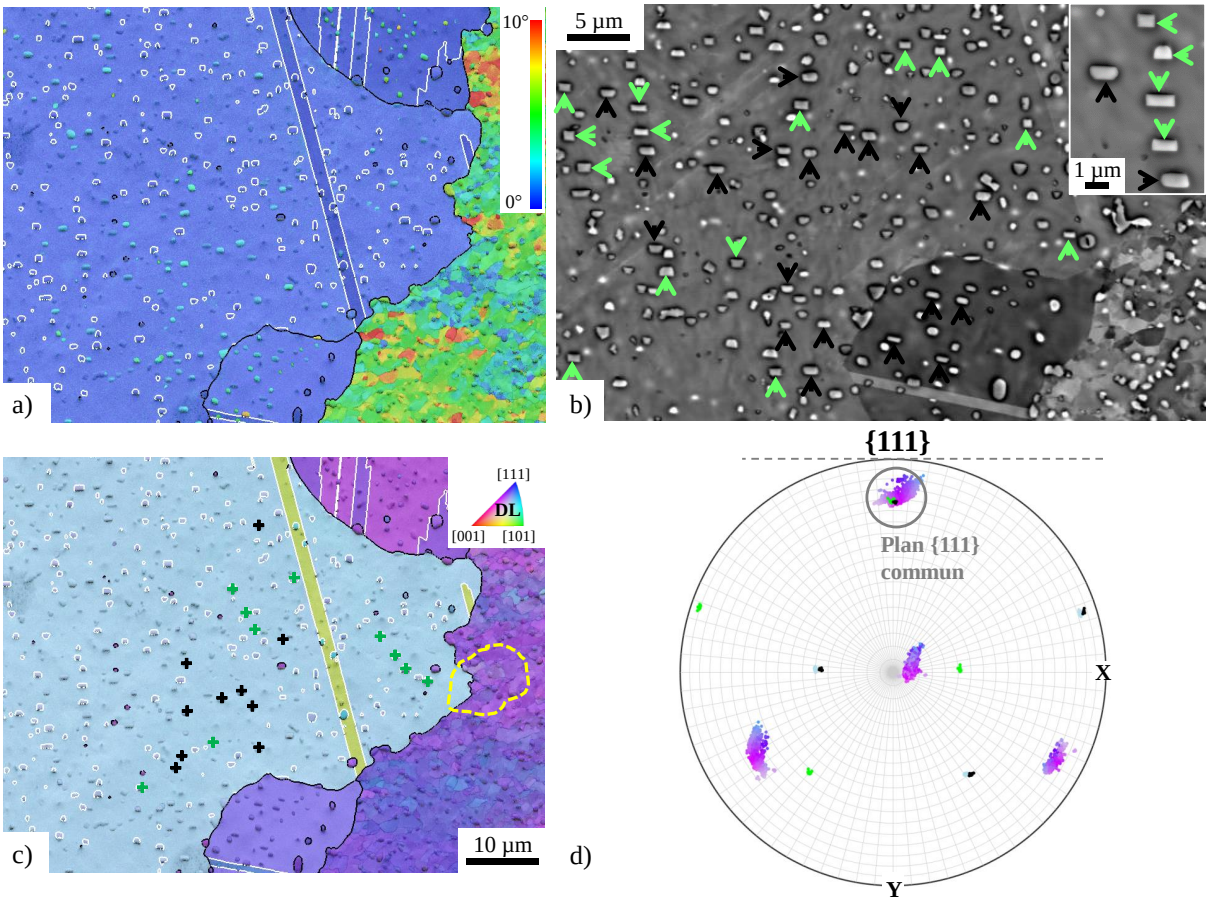



**Figure *10.6*** – *Précipités de type T et C dans un même grain. Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 puis mise en solution, R0,50 - $\epsilon \approx 0,70$. a) EBSD - désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir et les joints de macles (tolérance : 8,66 ˚) sont en blanc. b) Images BSE. Les précipités de type T sont mis en évidence par des flèches vertes, les précipités de type C sont mis en évidence par des flèches noires. c) Cartographie d'orientation EBSD superposée au contraste de bande, les joints de grains sont en noir et les joints de macles (tolérance : 8,66 ˚) sont en blanc. d) Figure de pôle {111} sur une grille sphérique d'espacement 5 ˚. Les orientations du grain recristallisé et du grain restauré (sélection jaune Figure c)) sont représentées de la même couleur que sur la Figure c). Les orientations des précipités de type T (sélectionnés en vert Figure c)) et des précipités de type C (sélectionnés en noir Figure c)) sont représentées en vert et noir respectivement. Le trait en pointillés correspond à la trace du plan {111} que le grain restauré, le grain recristallisé et les précipités de type T et C ont en commun.*

Il est important de remarquer que la relation de macle des précipités de type T avec la matrice n'est pas parfaite (Figure 10.7). Dans toute l'étude, le critère de Brandon [22] (tel que proposé dans le logiciel ESPRIT® de la société Bruker) a été utilisé pour identifier les précipités de type T. Le modèle de Brandon [22] stipule qu'un joint de grains conserve la même structure qu'un joint de coïncidence (et donc les mêmes propriétés), si la rotation qui lie les cristaux de part et d'autre du joint de grains ne s'éloigne pas trop de la rotation associée à la relation de coïncidence. Brandon propose donc une déviation maximale à la rotation de coïncidence au-delà de laquelle la structure du joint de coïncidence n'est plus conservée. La déviation maximale implique une déviation maximale à l'angle de la rotation de coïncidence

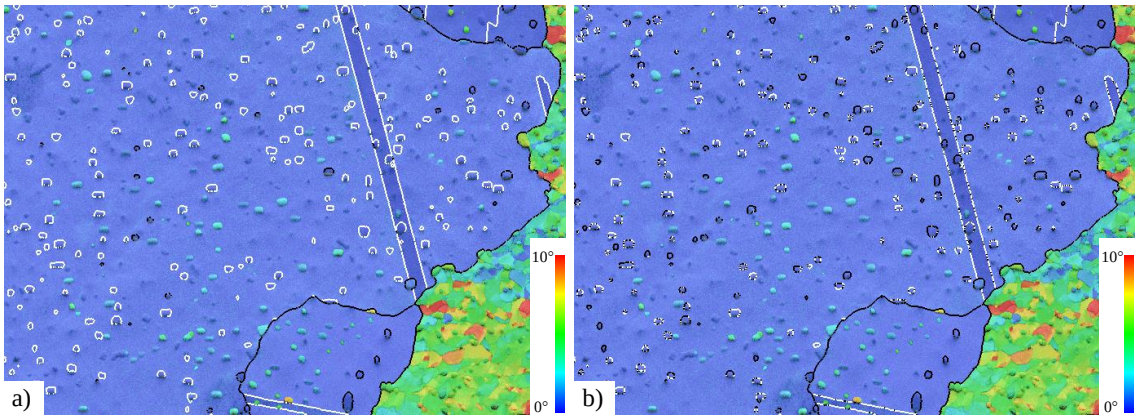



**Figure *10.7*** – *La relation de macle imparfaite des précipités de type T. Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 puis mise en solution. EBSD - désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir et les joints de macles sont en blanc. a) Tolérance pour la définition des joints de macle : 8,66 °. b) Tolérance pour la définition des joints de macle : 1 °.*

($\theta_{Angle}$) et une déviation maximale à l'axe de la rotation de coïncidence ($\theta_{Axe}$) :

$$\begin{cases} \theta_{Angle} = \theta_0.\Sigma^{-\frac{1}{2}} & (10.1) \\ \theta_{Axe} = 4\pi[1 - \cos(\theta_0.\Sigma^{-\frac{1}{2}})] & (10.2) \end{cases}$$

où $\theta_0$ est le seuil de désorientation à partir duquel les joints ne sont plus considérés comme des joints de faible désorientation (LAGBs) mais comme des joints de forte désorientation (HAGBs). $\theta_0$ est habituellement pris égal à 15 °. Le critère de Brandon stipule donc que la structure du joint de macles (qui est un joint de coïncidence avec $\Sigma = 3$) est conservée tant que l'angle de la rotation qui lie les deux cristaux ne s'éloigne pas de plus de 8,66 ° de 60 ° et tant que l'axe de la rotation ne s'éloigne pas de plus de 8,20 ° d'un axe <111>. En pratique, le logiciel ESPRIT® de la société Bruker utilise une tolérance de 8,66 ° à la fois pour l'angle et l'axe de rotation, ce qui revient quasiment au même que le critère de Brandon original étant donné la résolution angulaire de la technique EBSD [49]. Néanmoins, dans la présente étude, le critère de Brandon n'a pas été choisi dans le but d'identifier des joints de même structure que celle des joints de macles. En effet, ce critère a été choisi parce qu'il permettait de regrouper un grand nombre de précipités présentant des caractéristiques communes (morphologies et orientations cristallographiques proches). Car actuellement, l'écart maximal à la relation de macle que peut générer le mécanisme de formation des précipités de type T n'est pas connu. Autrement dit, le choix du critère de Brandon est tout à fait arbitraire et il est très probable que le critère de Brandon ne permette pas de regrouper tous les précipités issus du mécanisme considéré. Enfin, le fait que les précipités de type T ne soient pas en relation de macle parfaite avec la matrice autour laisse à penser que l'interface $\gamma/\gamma\prime$ formée n'est pas cohérente.

Concernant les précipités de type C qui sont désorientés de quelques degrés par rapport à la matrice, le critère adopté pour les identifier est que l'angle de désorientation entre les phases $\gamma$ et $\gamma\prime$ ne doit pas être supérieur à 10 °, soit le seuil de désorientation adopté pour définir un joint de grains sur les cartographies EBSD. De la même façon que les précipités de type T, les quelques degrés d'écart à l'orientation de la matrice laissent à penser que les précipités de type C sont au mieux semi-cohérents avec la matrice autour.

Il a été observé plusieurs cas de grains avec des précipités de type T et C de forme rectangulaire (Figure 10.6, Figure 10.8 et Figure 10.9/a-c). A chaque fois, il est observé que les précipités sont alignés avec la trace du plan {111} commun au grain restauré et au grain recristallisé et

que l'axe <111> commun correspondant est parallèle ou quasiment parallèle au plan d'observation. En revanche, lorsque l'axe commun est plutôt perpendiculaire au plan d'observation, les précipités de type T et C apparaissent globulaires (Figure 10.9/d-e et Figure 10.10). Ceci suggère fortement que les précipités de type T et C sont des particules plates, facettées par deux plans {111} que partagent le grain restauré et le grain recristallisé. De plus, les morphologies similaires des précipités de type T et C suggèrent fortement que leurs mécanismes de formation sont identiques.

Les réseaux cubiques de la matrice et d'un précipité de type T/C sont liés par une rotation autour d'un axe <111> qu'ils partagent. Le fait que le précipité de type T/C comporte en plus deux facettes selon ce plan {111} commun fait donc que le précipité de type T/C est délimité par deux joints twist <111> $\gamma/\gamma\prime$ [1]. Or, dans la structure cubique à faces centrées, les joints twist <111> sont des joints de moindre énergie avec deux minima atteints en 0 ° <111> (i.e. cohérence parfaite) et en 60 ° <111> (i.e. joint de macles cohérent) [128]. Par conséquent, étant donné que les joints twist des précipités de type T et C sont proches des joints twist 60 ° <111> et 0 ° <111>, il peut être conclu que les précipités de type T et C sont facettés par deux interfaces de faible énergie.

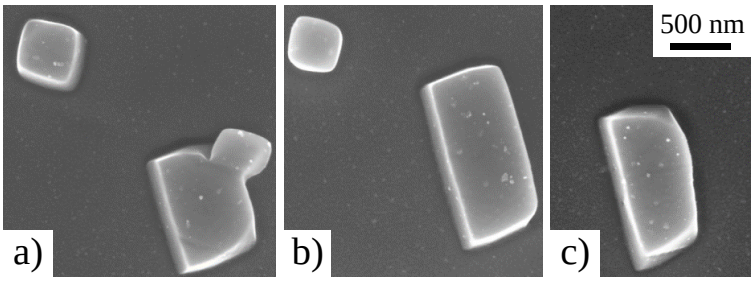



**Figure *10.8*** – *Forme rectangulaire des précipités de type T et C. Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 puis mise en solution. Attaque électrolytique, images en électrons secondaires.*

1. Par définition, pour les joints twist (ou joints de torsion) l'axe de rotation entre les deux cristaux adjacents est perpendiculaire au joint.

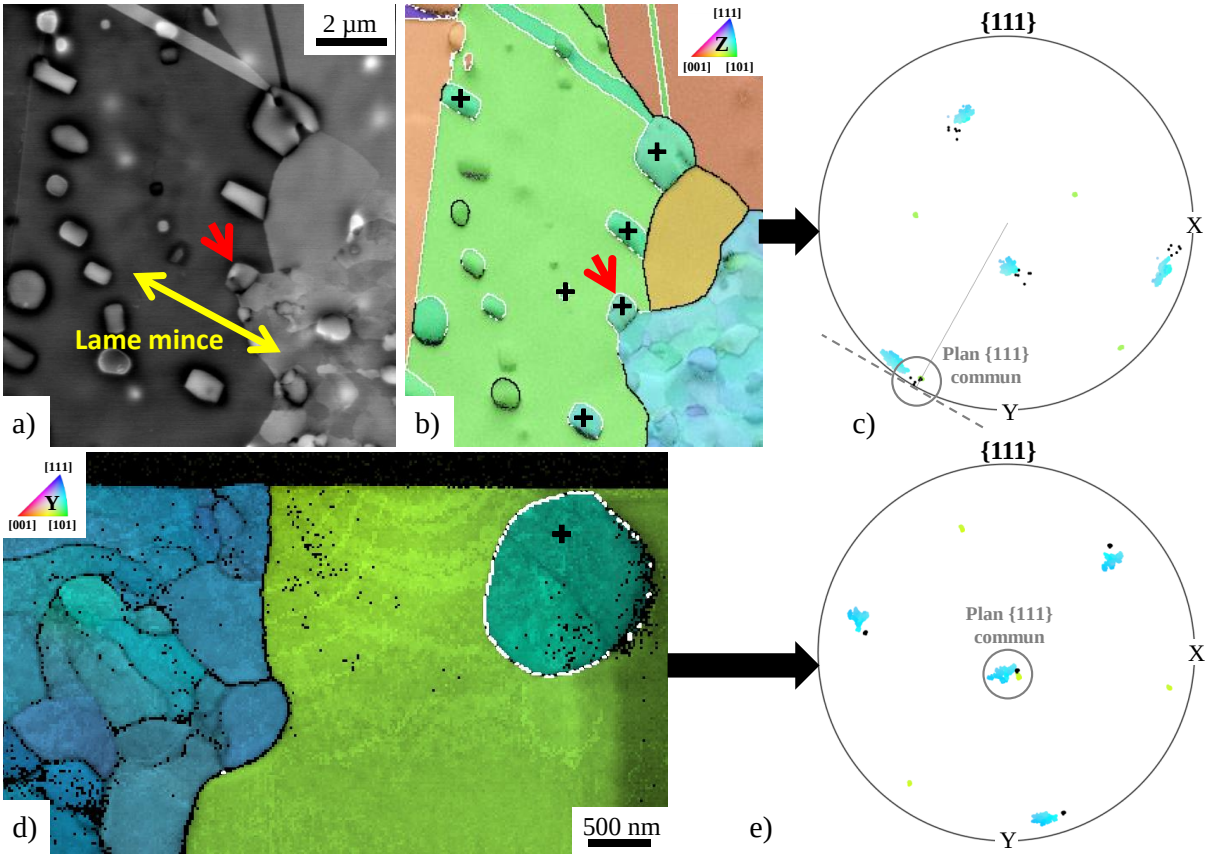



**Figure *10.9*** – *Morphologie des précipités de type T et C en 3 dimensions. Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 puis mise en solution. De a) à c) : axe commun <111> dans le plan d'observation. De d) à e) : lame mince prélevée par FIB perpendiculairement au plan de a) et b), axe commun <111> perpendiculaire au plan d'observation. a) Image BSE. La flèche rouge met en évidence un précipité de type T sur le front de recristallisation. b) et d) Cartographies d'orientation EBSD et TKD superposées au contraste de bande, les joints de grains sont en noir et les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). c) et e) Figures de pôle {111}. Les orientations des grains recristallisé et restauré sont représentées de la même couleur que sur les Figures b) et d), les orientations des précipités de type T sélectionnés en noir Figures b) et d) sont représentées en noir. Le trait en pointillés correspond à la trace du plan commun {111}.*

Enfin, étant donné qu'à notre connaissance de telles morphologies facettées {111} n'avaient jusque-là pas été mises en évidence dans la littérature pour des précipités $\gamma\prime$ (Section 10.1), il a fallu prouver en toute rigueur que les précipités de type T et C étaient bien composés de phase $\gamma\prime$ "classique". L'analyse en microscopie électronique en transmission du précipité de type T sur la lame mince représentée Figure 10.9/d montre bien une structure cubique de paramètre de maille proche de celui de la matrice autour (Figure 10.11). De plus, des tâches de surstructures confirment que la phase est ordonnée $L1_2$. Une analyse EDS montre également que les précipités de type T contenus dans le gros grain recristallisé de la Figure 10.6 ont une composition chimique typique de celle de la phase $\gamma\prime$, autrement dit que les précipités sont riches en nickel, titane et aluminium (Tableau 10.1). Leur composition est même assez proche de celle des précipités primaires et très proche de celle des précipités des grains restaurés. Le petit écart à la composition des précipités primaires peut être expliqué par deux points. Le premier point est que les précipités primaires ne se sont pas formés aux mêmes températures que les précipités de type T. Le deuxième point est que les compositions mesurées par EDS

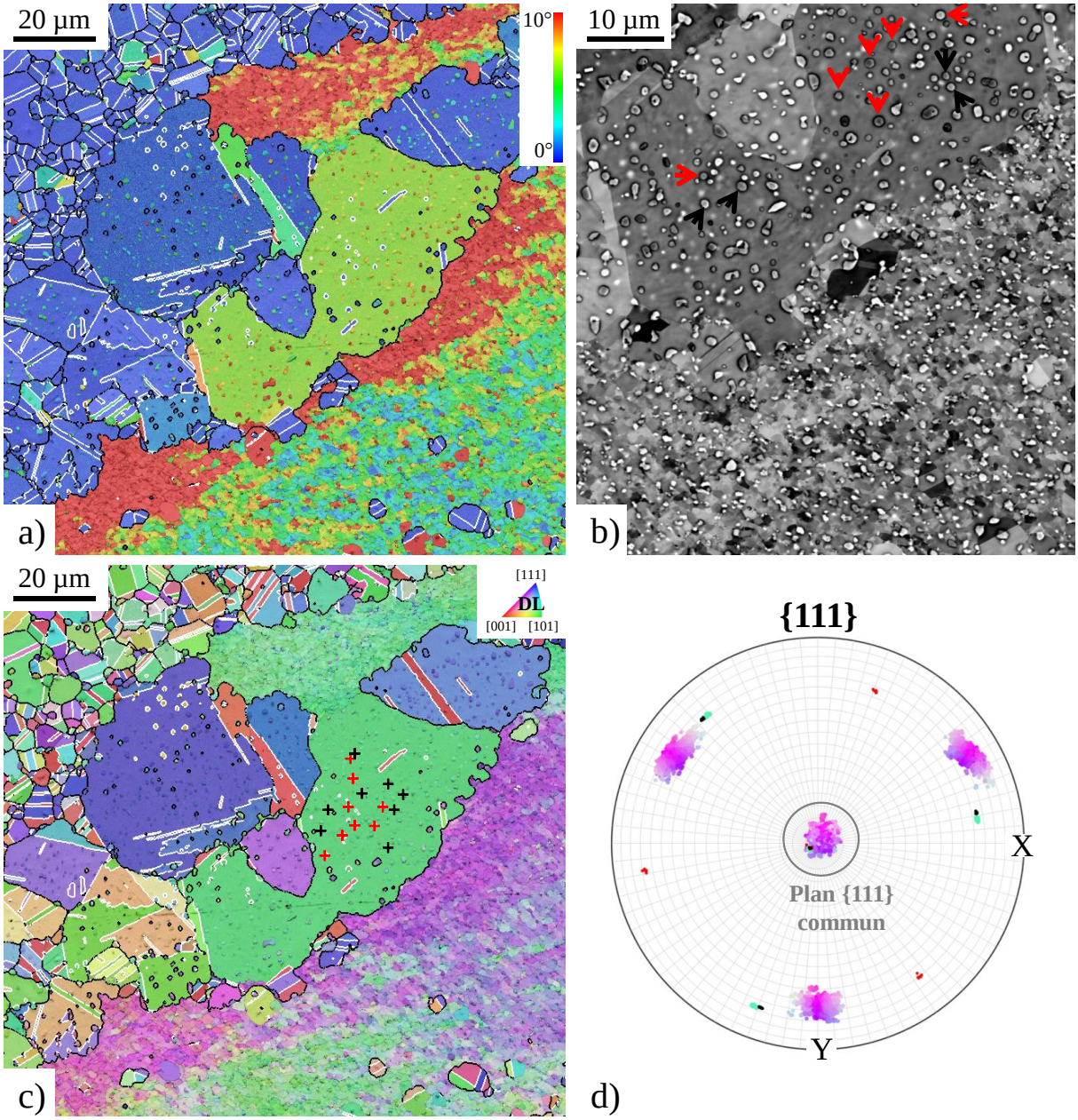



**Figure *10.10*** – *Exemple de précipités de type T et C globulaires dans le plan d'observation. Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 puis mise en solution. a) EBSD - Désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). b) Image BSE. Les flèches rouges et noires mettent respectivement en évidence des précipités de type T et des précipités de type C globulaires. c) Cartographie d'orientation EBSD, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). d) Figure de pôle {111} sur une grille sphérique d'espacement 5 ˚. Les orientations des grains recristallisé et restauré sont représentées de la même couleur que sur la Figure c). Les orientations des précipités de type T (sélectionnés en rouge Figure c)) et des précipités de type C (sélectionnés en noir Figure c)) sont représentées en rouge et en noir.*

pour les précipités de type T et les précipités des grains restaurés subissent davantage "l'effet de matrice" que celle des précipités primaires, du fait de la moindre taille des précipités de type T et des précipités des grains restaurés. L'effet de matrice signifie que la composition d'un précipité de petite taille est affectée par la composition de la matrice située dessous à cause de la profondeur et du diamètre du volume d'où proviennent les rayons X qui est typiquement de

l'ordre de 0,5-0,8 $\mu$m à 15 kV dans un superalliage base nickel [49].

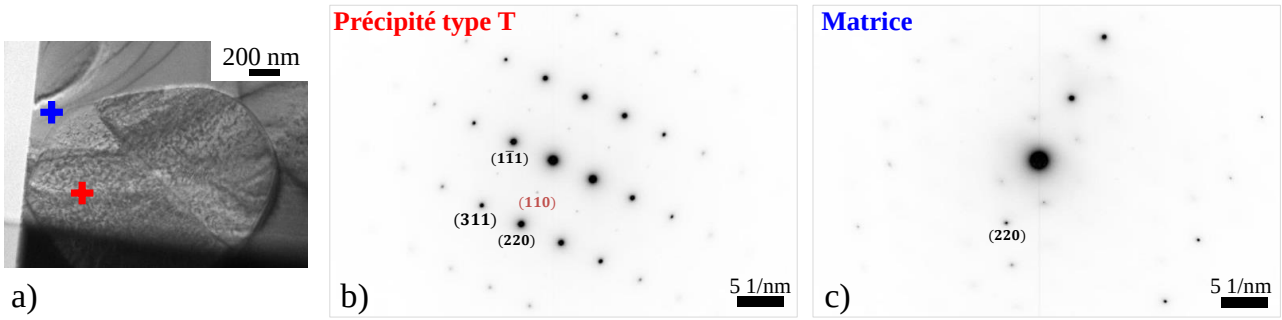



**Figure *10.11*** – *Structure des précipités de type T analysée en microscopie électronique à transmission. Précipité de type T sur la lame mince présentée Figure 10.9/d. a) Image multi-faisceaux. b) Tâches de diffraction obtenues pour le précipité de type T (croix rouge Figure a)), axe de zone [$\bar{1}$12], méthode DEAS (Selected Area Electron Diffraction). Des tâches de surstructure telles que (110) sont visibles. c) Tâches de diffraction de la matrice (croix bleue Figure a)).*

| Type de précipité | Ni | Fe | Co | Cr | Mo | W | Al | Ti | Nb |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Type T | 70,9 | 1,8 | 5,6 | 5,5 | 0,8 | 0,7 | 4,2 | 9,2 | 1,3 |
| $\gamma\prime$ grain restauré | 70,4 | 2,0 | 5,7 | 6,1 | 0,9 | 0,6 | 4,1 | 8,9 | 1,3 |
| $\gamma\prime$ primaire | 73,0 | 1,5 | 5,0 | 3,3 | 0,4 | 0,4 | 4,6 | 10,3 | 1,5 |

***Tableau 10.1*** – *Composition chimique de différents types de précipités dans la zone présentée Figure10.6 (% massique). Valeurs moyennes calculées à partir d'une dizaine de pointés EDS (15 kV) pour chaque type de précipité. Microstructure trempée à l'eau depuis un traitement thermique à 1080 ˚C.*

## 10.3 Occurrence des précipités de type T et C

### 10.3.1 Dans l'alliage AD730$^{TM}$

Le tableau 10.2 résume dans quelle mesure les précipités de type T et C ont été observés après mise en solution en fonction des conditions d'essais réalisées. Globalement, il ressort deux cas. Dans le premier cas, seulement quelques précipités de type T et C ont été observés dans des grains équiaxes de taille "normale" (Figure 10.12). Dans le deuxième cas, de nombreux précipités de type T et C ont été observés dans des gros grains, définis ici comme les grains de diamètre équivalent supérieur à 35 microns après fusion des macles (Figure 10.13). Des précautions doivent toutefois être prises par rapport à ces résultats : le fait de n'avoir recensé pour certaines conditions que des cas de précipités de type T/C isolés ne veut pas dire que la formation de gros grains remplis de précipités de type T/C est impossible (seulement une section de pion biconique a été observée par condition). Néanmoins, il peut quand même être conclu qu'il y a deux conditions d'essais pour lesquelles la formation de gros grains remplis de précipités de type T et C est favorisée : la condition TTh-1070-2h/Def-1070 et la condition double-passe. Ces deux conditions ont pour point commun de présenter un traitement thermique de deux heures à 1070 ˚C avant déformation (traitement avant la seconde passe de déformation pour la condition double-passe). Or, comme vu au Chapitre 3, le traitement thermique de deux heures

à 1070 °C s'accompagne d'un léger mûrissement des précipités des grains restaurés au cours duquel les précipités les plus gros vont grossir et les précipités les plus fins vont se dissoudre. L'augmentation de taille des précipités est encore plus prononcée lorsque le traitement de deux heures est ensuite suivi d'un refroidissement lent comme c'est le cas pour la condition double-passe (refroidissement à 5 °C/min). De même, les gros grains avec des précipités de type T et C ont plus souvent été observés avec la microstructure C12 qu'avec la microstructure C8 (Tableau 10.2). Or, comme vu au Chapitre 3, les précipités des grains restaurés sont plus gros pour C12 que pour C8. Il apparaît donc clairement que l'augmentation de la taille des précipités des grains restaurés favorise l'apparition de gros grains remplis de précipités de type T/C. Les raisons pour lesquelles le phénomène est favorisé avec des plus gros précipités ne sont pas encore bien comprises, de plus gros précipités induisant localement une plus forte sursaturation en éléments $\gamma\prime$-gène s'ils sont dissous.

| Microstructure | Condition d'essai | Précipités type de T/C ? |
|---|---|---|
| C12 | Def-1070 | Très très peu |
| C8 | Def-1070 | Très très peu |
| C12 | TTh-1090-8h/Def-1070 | Très très peu |
| C8 | TTh-1070-2h/Def-1070 | Très très peu |
| C12 | Def-1090 | Très peu |
| C12 | TTh-1070-2h/Def-1070 | Oui |
| C8 | Double-passe | Oui |
| C12 | Double-passe | Oui |

***Tableau 10.2*** *– Recensement des précipités de type T et C après mise en solution en fonction des conditions d'essai. "Très très peu" et "très peu" signifie que seulement quelques précipités de type T/C isolés ont été trouvés dans des grains équiaxes de taille "normale" (Figure 10.12). "Oui" signifie que des précipités de type T et C ont été trouvés en grand nombre dans des gros grains équiaxes au voisinage des grains restaurés (Figure 10.13).*

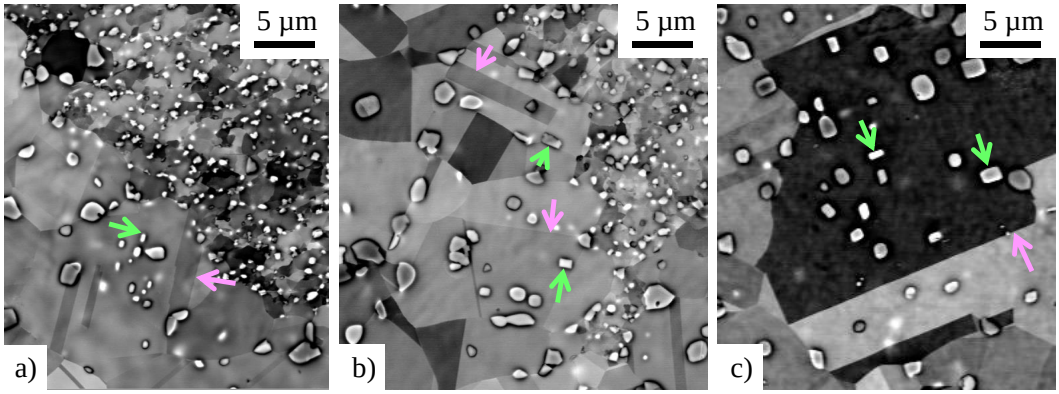



**Figure** ***10.12*** *– Précipités de type T et C isolés dans des grains équiaxes recristallisés de tailles "normales". Images BSE. a) Condition Def-1070 appliquée à C8 puis mise en solution. b) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C8 puis mise en solution. c) Condition Def-1090 appliquée à C12 puis mise en solution. Les flèches vertes mettent en évidence des précipités rectangulaires dans des grains recristallisés. Les flèches roses mettent en évidence des joints de macles cohérents parallèles aux faces des précipités rectangulaires identifiés, ce qui laisse à penser que les précipités rectangulaires sont facettés par des plans {111}.*

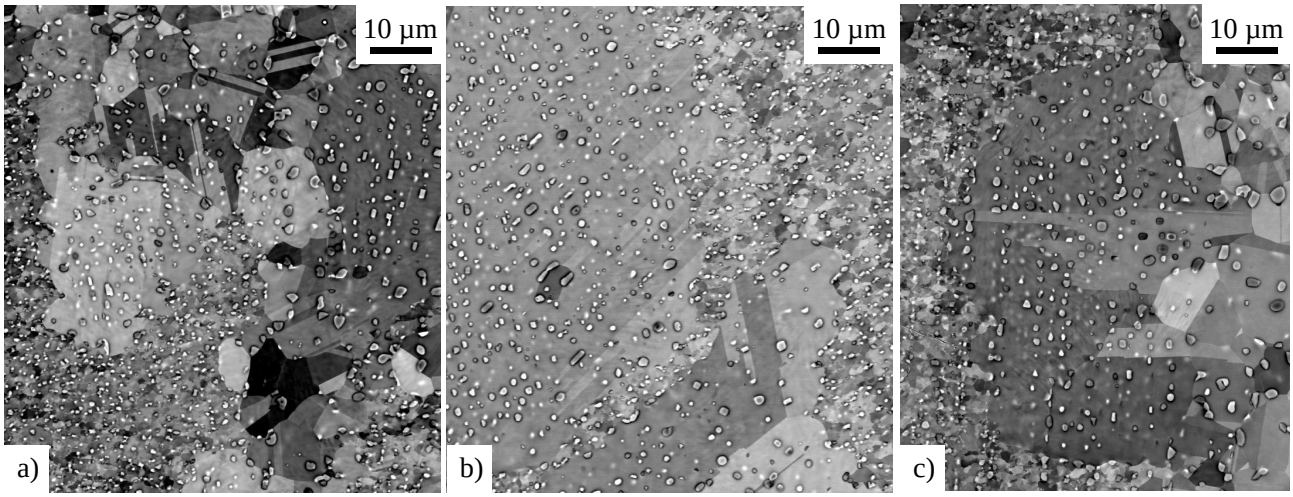



**Figure *10.13*** – *Nombreux précipités de type T et C dans de "gros" grains équiaxes recristallisés (i.e. grains recristallisés de diamètre équivalent supérieur à 35 microns après fusion des macles). Images BSE. a) Condition TTh-1070-2h/Def-1070 appliquée à C12 puis mise en solution. b) Condition double-passe appliquée à C12 puis mise en solution. c) Condition double-passe appliquée à C8 puis mise en solution.*

Les valeurs de déformation équivalente ont été relevées aux endroits des pions biconiques où de gros grains équiaxes avec des précipités de type T et C ont été trouvés (Figure 10.14). Il ressort que ces gros grains n'apparaissent pas à un niveau de déformation bien précis mais sur une large plage de déformation allant de 0,23 à 1,14. L'énergie stockée critique nécessaire à l'initiation du phénomène apparaît donc assez basse. Par ailleurs, ces gros grains n'ont jamais été aperçus au centre des pions biconiques soit à environ 1,60-1,70 de déformation, ce qui suggère qu'aux très fortes déformations le phénomène a moins de probabilité de se produire. Ceci semble cohérent avec le fait qu'aux très grandes déformations le nombre de germes de recristallisation statique est plus élevé (Chapitre 8) et donc que la probabilité pour qu'un seul germe prenne l'ascendant sur tous les autres est diminuée [122]. Par ailleurs, il a été remarqué que dans les pions biconiques la taille des précipités des grains restaurés évolue avec la déformation appliquée (Figure 10.15) : les précipités sont en moyenne plus fins et de formes plus irrégulières aux déformations très élevées. En effet, aux déformations très élevées les précipités des grains restaurés sont déformés plastiquement (Figure 6.9). Cette déformation plastique a un effet sur la taille et la forme des précipités après mise en solution. Ainsi, le fait que les gros grains remplis de précipités de type T/C n'aient jamais été observés aux déformations très élevées, là-même où les précipités des grains restaurés sont plus fins, est en accord avec l'idée que le phénomène est favorisé par la présence de gros précipités dans les grains restaurés.

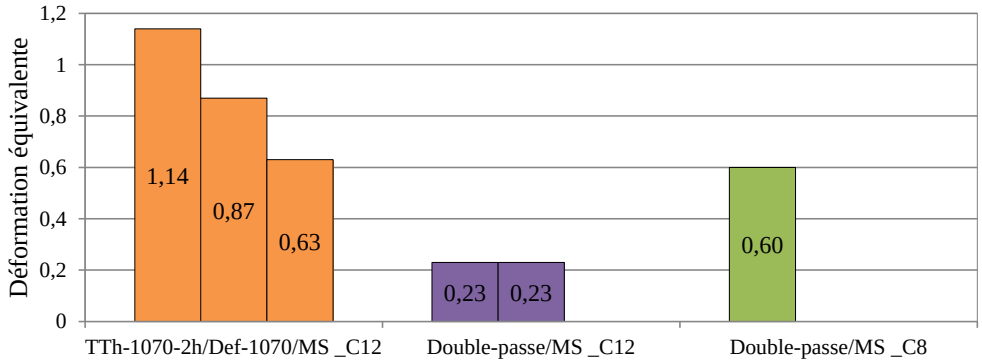



**Figure *10.14*** – *Déformations équivalentes auxquelles ont été observés des "gros" grains avec de nombreux précipités de type T et C (pions biconiques, échantillons axiaux).*

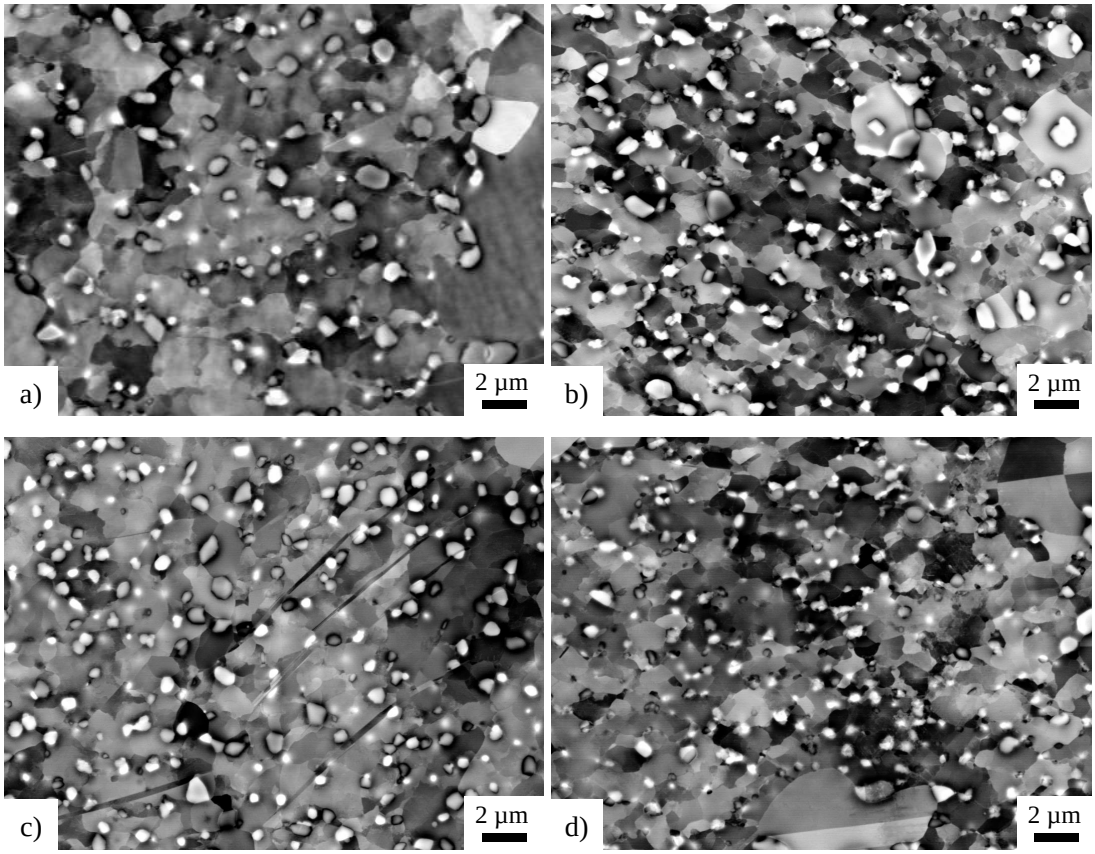



**Figure *10.15*** – *Effet de la déformation sur les précipités des grains restaurés. Images BSE, condition TTh-1070-2h/Def-1070 puis mise en solution. a) C12/R0,25 ($\epsilon \approx 0,30$). b) C12/R1 ($\epsilon \approx 1,70$). c) C8/R0,25 ($\epsilon \approx 0,30$). d) C8/R1 ($\epsilon \approx 1,70$).*

Mais les précipités de type T et C n'ont pas été trouvés uniquement dans les échantillons d'AD730$^{TM}$ déformés et mis en solution en laboratoire. En effet, plusieurs cas de gros grains avec de nombreux précipités de type T et C ont été mis en évidence dans les billettes d'alliage AD730$^{TM}$ à l'état reçu (Figure 10.16 et Figure 10.17). Figure 10.16 montre un exemple de gros grain trouvé au centre de la billette 12 pouces : le cristal principal ne contient que des précipités de type C alors que le cristal macle ne contient que des précipités de type T. Dans chaque cristal, les précipités ont des formes rectangulaires parallèles les unes aux autres mais les directions différent entre les deux cristaux. En effet, le cristal principal a ses quatre axes <111> très proches de ceux du grain restauré qu'il consomme, et ses précipités de type C sont

facettés par un de ses quatre plans {111}. En revanche, après maclage, le cristal macle n'a plus qu'un seul axe <111> en commun avec ceux du grain restauré et c'est selon ce plan {111}, différent de celui des précipités de type C, que les précipités de type T sont facettés. Ainsi, ce dernier axe <111> (commun au cristal macle et au grain restauré) est à la fois l'axe de la relation de macle entre les deux cristaux et l'axe de la relation de macle entre les précipités de type T et leur matrice. Figure 10.17 montre un autre exemple de gros grain avec de nombreux précipités de type C en périphérie de la billette 8 pouces. Encore une fois, les précipités de type C sont facettés par un plan {111} commun au grain recristallisé et au grain hybride restauré/sous-structuré qui est consommé.

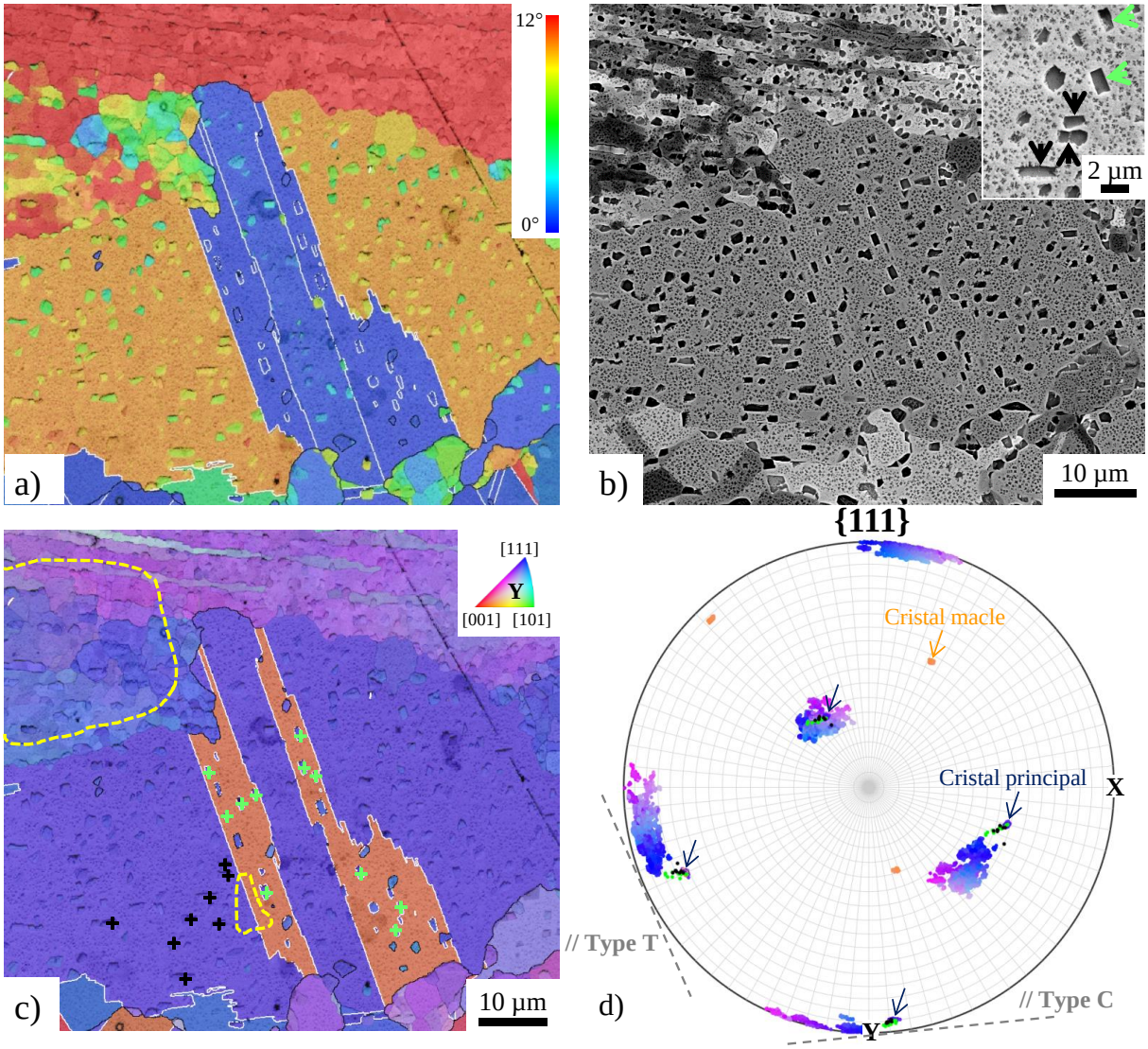



**Figure *10.16*** – *Précipités de type T et C au centre de la billette 12 pouces d'alliage AD730$^{TM}$. a) EBSD - Désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). b) Images BSE et SE (encart). Les flèches vertes et noires mettent respectivement en évidence des précipités de type T et C. c) Cartographie d'orientation EBSD, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). d) Figure de pôle {111} sur une grille sphérique d'espacement 5 ˚. Les orientations des grains recristallisé et restauré (sélections jaunes Figure c)) sont représentées de la même couleur que sur la Figure c). Les orientations des précipités de type T (sélectionnés en vert Figure c)) et des précipités de type C (sélectionnés en noir Figure c)) sont représentées en vert et en noir. Les traits en pointillés correspondent aux traces de plans {111} communs au grain restauré et au grain recristallisé.*

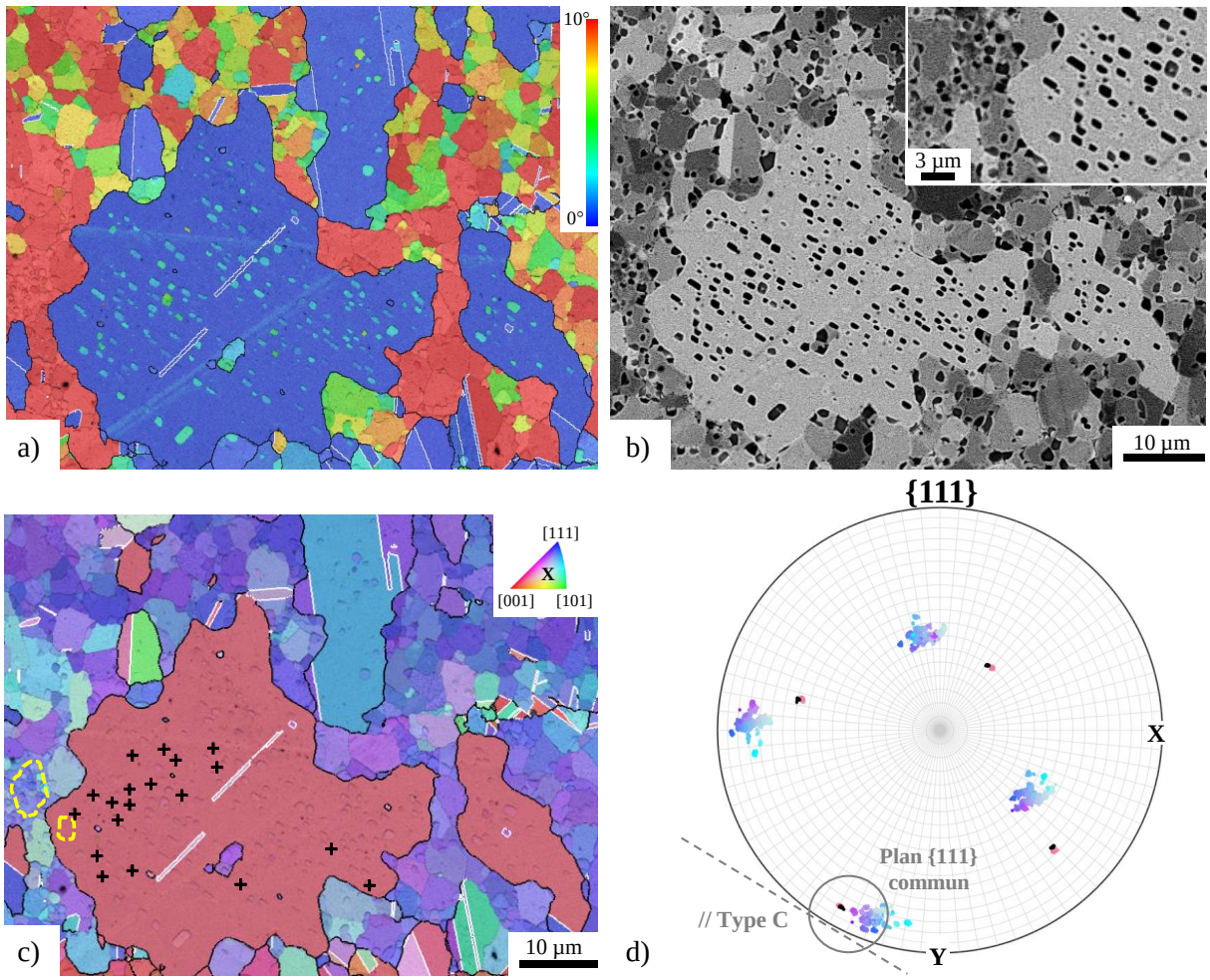



**Figure *10.17*** – *Précipités de type C en périphérie de la billette 8 pouces d'alliage AD730$^{TM}$. a) EBSD - Désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). b) Images BSE. c) Cartographie d'orientation EBSD, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). d) Figure de pôle {111} sur une grille sphérique d'espacement 5 ˚. Les orientations des grains recristallisé et restauré (sélections jaunes Figure c)) sont représentées de la même couleur que sur la Figure c). Les orientations des précipités de type C (sélectionnés en noir Figure c)) sont représentées en noir. Le trait en pointillés correspond à la trace du plan {111} commun au grain restauré et au grain recristallisé.*

Des gros grains avec très probablement [1] des précipités de type T et C à l'intérieur ont également été relevés dans une pièce en alliage AD730$^{TM}$ forgée industriellement (Figure 10.18). Comme les échantillons de laboratoire, la pièce avait subi une mise en solution de 4 heures à 1080 ˚C après forgeage.

1. La vérification au MEB n'a pas pu être faite.

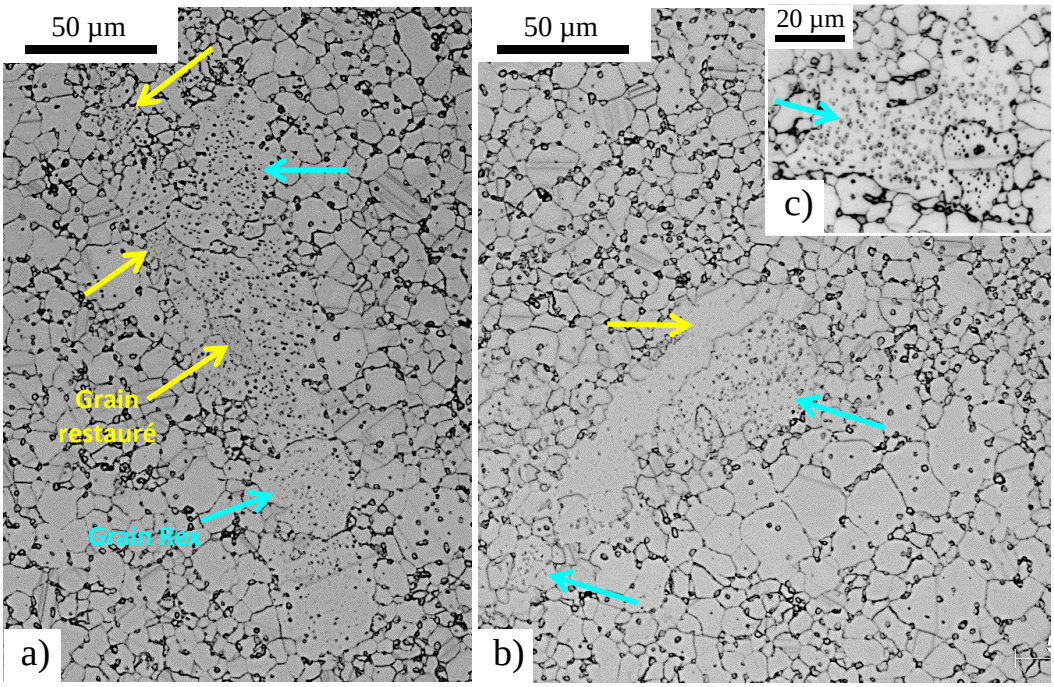



**Figure *10.18*** – *Précipités de type T et/ou C dans une pièce en alliage AD730$^{TM}$ forgée industriellement (test de gamme de forgeage). Microscopie optique. Les flèches jaunes mettent en évidence des grains restaurés ou résidus de grains restaurés. Les flèches bleues mettent en évidence, à proximité des grains restaurés, des grains recristallisés contenant de nombreux précipités plus petits que des précipités primaires mais bien plus gros que des précipités secondaires, et qui sont très probablement des précipités de type T ou C.*

### 10.3.2 Dans d'autres superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins

Figure 10.19 montre un exemple de gros grain recristallisé avec des précipités de type T et C dans une billette de diamètre 254 mm d'alliage René65 après 2 heures de traitement à 1070 ° C. Ce gros grain a consommé de façon importante un grain restauré. L'analyse du cristal violet du gros grain (Figure 10.19/b-e) montre des précipités de type T et C rectangulaires et parallèles, facettés par un même plan {111} commun au cristal violet et au grain restauré. Il s'agit donc bien du même mécanisme que celui décrit pour l'alliage AD730$^{TM}$ dans les paragraphes précédents. Par ailleurs, la présence de petits précipités secondaires dans la matrice du grain recristallisé ainsi que l'observation d'excroissances sur les précipités de type T et C suggèrent très fortement que la recristallisation du grain restauré ne s'est pas produite pendant le traitement de 2 heures à 1070 ° C mais pendant les étapes de conversion de la billette. En effet, les précipités secondaires et les excroissances sur les précipités apparaissent lors d'un refroidissement lent, or l'échantillon a été trempé à l'eau après le traitement de 2 heures à 1070 ° C.

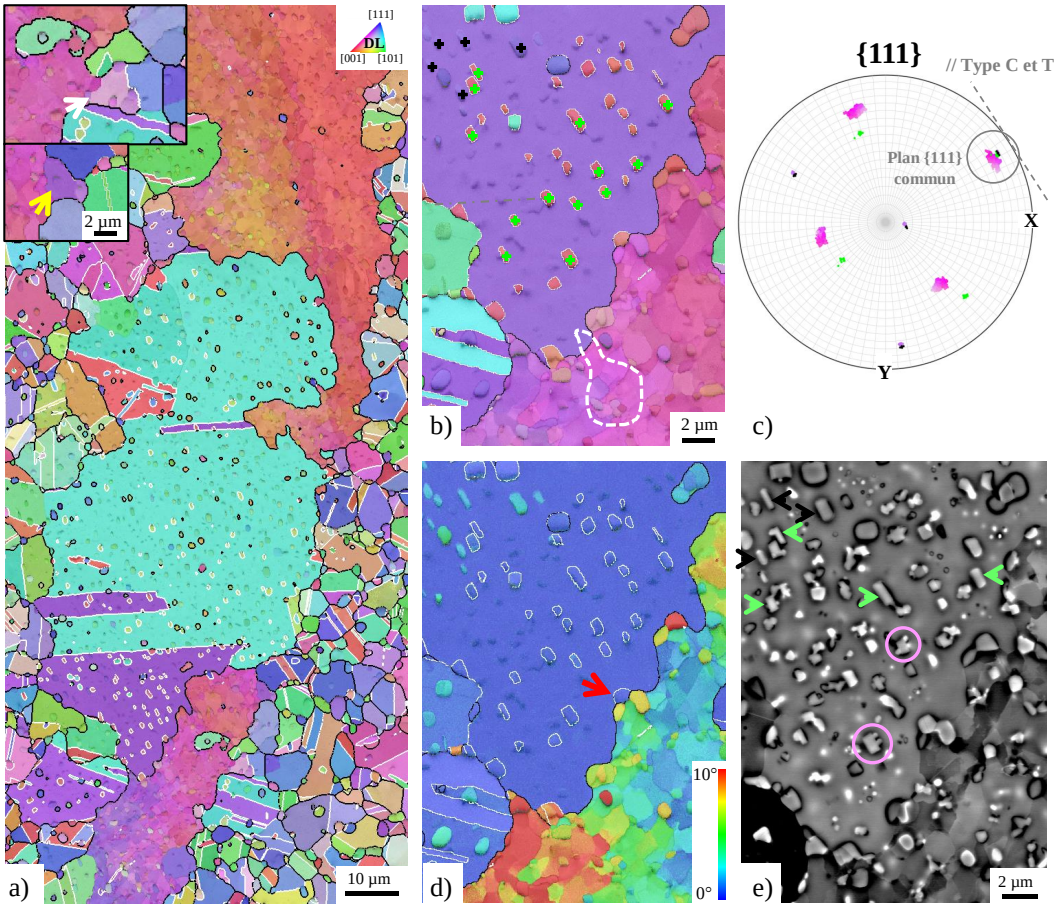



**Figure *10.19*** – *Précipités de type T et C observés au centre d'une billette de diamètre 254 mm d'alliage René65 après 2 heures de traitement thermique à 1070 ˚C. a) et b) Cartographie d'orientation EBSD, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). Les flèches blanche et jaune montrent respectivement de la recristallisation continue et de la recristallisation en hétéroépitaxie. c) Figure de pôle {111} sur une grille sphérique d'espacement 5 ˚. Les orientations des grains recristallisé et restauré (sélection blanche Figure b)) sont représentées de la même couleur que sur la Figure b). Les orientations des précipités de type T (sélectionnés en vert Figure b)) et des précipités de type C (sélectionnés en noir Figure b)) sont représentées en vert et noir. Le trait en pointillés correspond à la trace du plan {111} commun au grain restauré et au grain recristallisé. d) EBSD - Désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). La flèche rouge met en évidence un précipité de type T sur le front de recristallisation. e) Image BSE. Les flèches vertes et noires mettent en évidence des précipités de type T et de type C. Les cercles roses mettent en évidence des précipités de type T montrant des excroissances cohérentes avec la matrice.*

Des précipités de type T et C isolés ont aussi été identifiés dans une billette de diamètre 175 mm d'alliage PER72 après un traitement de 2 heures à 1110 ˚C terminé par une trempe à l'eau (Figure 10.20). Une nouvelle fois, la présence de précipités secondaires dans les grains recristallisés suggère que les précipités de type T et C étaient déjà dans la billette avant le traitement thermique.

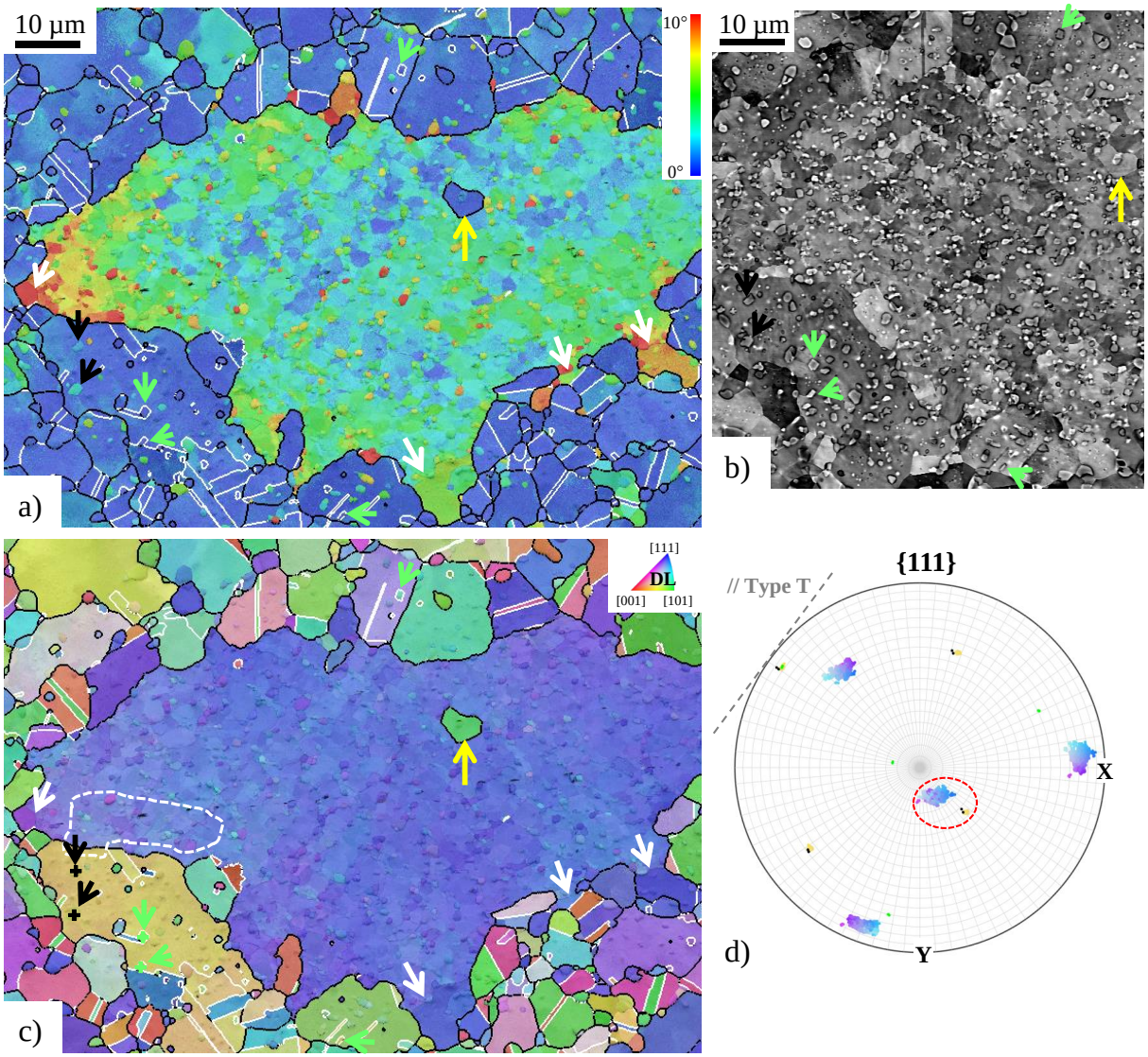



**Figure *10.20*** – *Précipités de type T et C isolés observés au centre d'une billette de diamètre 175 mm d'alliage PER72 après 2 heures de traitement thermique à 1110 ˚C. a) EBSD - Désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). b) Image BSE. c) Cartographie d'orientation EBSD, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). Les flèches vertes et noires mettent en évidence des précipités de type T et C. Les flèches blanches et jaunes mettent respectivement en évidence de la recristallisation continue et de la recristallisation en hétéroépitaxie. d) Figure de pôle {111} sur une grille sphérique d'espacement 5 ˚. Les orientations des grains recristallisé et restauré (sélection blanche Figure c)) sont représentées de la même couleur que sur la Figure c). Les orientations des précipités de type T (sélectionnés en vert Figure c)) et des précipités de type C (sélectionnés en noir Figure c)) sont représentées en vert et noir. Le trait en pointillés correspond à la trace du plan {111} commun au grain recristallisé et aux précipités de type T. Le cercle en pointillés rouges montre un plan {111} du grain restauré proche d'un plan {111} du grain recristallisé.*

## 10.4 Formation des précipités de type T et C

### 10.4.1 Origine de l'axe <111> commun

Deux cristaux choisis de façon aléatoire peuvent tout à fait être liés par une rotation autour d'un axe <111> commun [129]. Par ailleurs, les grains issus de la recristallisation du grain

restauré ont naturellement tendance à partager un ou des axes <111> avec le grain restauré. En effet, ces grains sont issus de recristallisation continue et de recristallisation en hétéroépitaxie qui forment toutes deux des grains recristallisés d'orientations très proches de celle de la matrice écrouie autour (Chapitre 6 et 9). De plus, si un cristal qui a initialement ses quatre axes <111> proches de ceux du grain restauré macle, alors le cristal macle obtenu partage toujours un axe <111> avec le grain restauré (Figure 10.16). Les flèches blanches et jaunes sur la Figure 10.19 et sur la Figure 10.20 prouvent que la recristallisation continue et la recristallisation en hétéroépitaxie se produisent également dans les grains restaurés des alliages René65 et PER72.

### 10.4.2 Effet de la désorientation du front de recristallisation

Pour différents cas (alliages AD730$^{TM}$ et René65), la désorientation du front de recristallisation $\Theta$ a été calculée et mise en regard du type de précipités (T et/ou C) observé dans le grain recristallisé (Tableau 10.3). Trois domaines de désorientation du front peuvent être alors identifiés. Pour les fronts de recristallisation peu désorientés par rapport au grain restauré (i.e. $\Theta <\sim 37^\circ$), uniquement des précipités de type C sont observés. A l'inverse, pour les fronts de recristallisation les plus désorientés (i.e. $\Theta >\sim 50^\circ$), uniquement des précipités de type T sont observés. Entre ces deux domaines, c'est-à-dire pour les fronts de désorientation intermédiaire, les deux types de précipités sont observés dans les grains recristallisés. En d'autres termes, il ressort que l'orientation du précipité est à chaque fois la plus proche possible de l'orientation du grain restauré tout en étant proche de la relation de macle avec le grain recristallisé ou proche de l'orientation du grain recristallisé. Ainsi, l'orientation du précipité de type T/C apparaît être un compromis entre les orientations de grain recristallisé et du grain restauré. Et les fluctuations d'orientations à l'intérieur du grain restauré font que, pour les fronts de désorientation intermédiaire, le compromis peut tantôt basculer en faveur d'un précipité de type T, tantôt en en faveur d'un précipité de type C.

| Désorientation au front ( $^\circ$ ) | Type de précipité |
|---|---|
| 23,2 | C |
| 24,2 | C |
| 25,2 | C + 1 seul T |
| 29,7 | C |
| 31,8 | C |
| 32,4 | C |
| 36,3 | C |
| 37,7 | C + T |
| 47,9 | C + T |
| 53,2 | T |
| 53,8 | T |

***Tableau 10.3*** *– Lien entre désorientation du front de recristallisation et type de précipité dans le grain recristallisé. Les valeurs de désorientation au front correspondent à des moyennes de l'angle de désorientation calculées sur des portions de front de plusieurs microns de long.*

### 10.4.3 Précipitation sur le front de recristallisation

Les flèches rouges Figure 10.9 (alliage AD730$^{TM}$), Figure 10.19 (alliage René65) et Figure 10.21 (alliage René65) mettent en évidence des précipités de type T situés sur le front

de recristallisation. Il a également été trouvé dans un échantillon de billette 12 pouces d'alliage AD730$^{TM}$ un précipité de type C sur le front de recristallisation (Figure 10.22), confirmant que les deux types de précipités apparaissent bien sur le front de recristallisation. Par ailleurs, il n'a pas été observé de gradient de taille de précipité du front de recristallisation vers l'intérieur du grain. Ceci prouve que les précipités de type T et C ne murissent pas progressivement à l'arrière du front de recristallisation après être apparus mais qu'ils acquièrent directement leur taille finale sur le front de recristallisation.

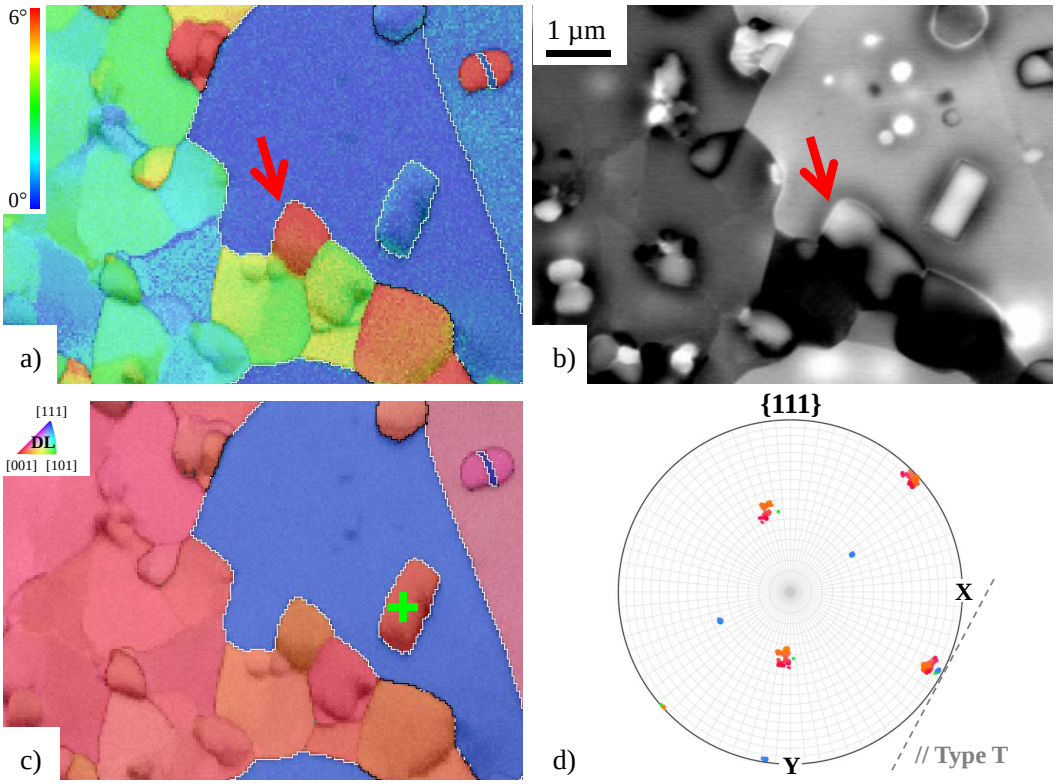



**Figure *10.21*** – *Précipité de type T sur le front de recristallisation - billette de diamètre 175 mm d'alliage René65. a) EBSD - Désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). b) Image BSE. Les flèches rouges mettent en évidence un précipité de type T situé sur le front de recristallisation. c) Cartographie d'orientation EBSD, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ˚). d) Figure de pôle {111} sur une grille sphérique d'espacement 5 ˚. Les orientations des grains recristallisé et restauré sont représentées de la même couleur que sur la Figure c). L'orientation du précipité de type T dans le grain recristallisé (sélectionné en vert Figure c)) est représentée en vert. Le trait en pointillés correspond à la trace du plan {111} commun au grain recristallisé et au grain restauré.*

Par ailleurs, l'observation de la billette 12 pouces d'alliage AD730$^{TM}$ a permis de mettre en évidence des facettes {111} sur des fronts de recristallisation séparant grain restauré et grain recristallisé (Figure 10.23). Ces facettes sont parallèles aux plans {111} que les grains recristallisé et restauré partagent. Dans les grains recristallisés, des précipités de type C sont visibles et ils sont également facettés par le plan {111} des facettes du front. Sur les facettes du front, d'autres précités sont visibles. Ces précipités n'ont pas les orientations et les formes rectangulaires des précipités de type C observés dans les grains recristallisés. A l'inverse, ils ont des orientations quasiment identiques à celles des grains restaurés et des formes arrondies sur les portions d'interface $\gamma/\gamma\prime$ qui ne sont pas en contact avec les facettes du front. Néanmoins, comme les précipités de type T/C, les précipités observés sur les facettes sont en moyenne plus

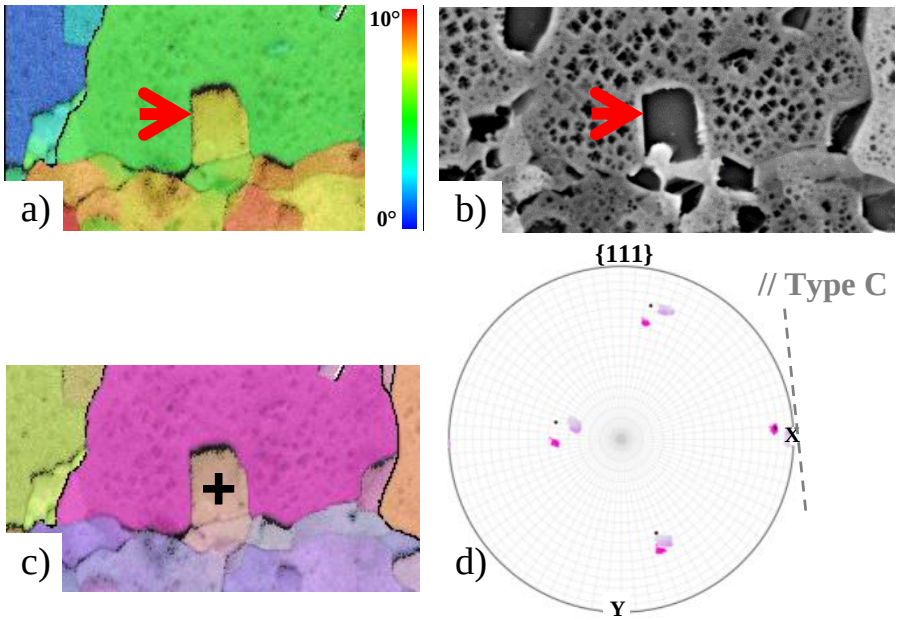



**Figure *10.22*** – *Précipité de type C sur le front de recristallisation - billette 12 pouces d'alliage AD730$^{TM}$. a) EBSD - Désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ° ). b) Image BSE. Les flèches rouges mettent en évidence un précipité de type C situé sur le front de recristallisation. c) Cartographie d'orientation EBSD, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ° ). d) Figure de pôle {111} sur une grille sphérique d'espacement 5 ° . Les orientations des grains recristallisé et restauré sont représentées de la même couleur que sur Figure c). L'orientation du précipité de type C (sélectionné en noir Figure c)) est représentée en noir. Le trait en pointillés correspond à la trace d'un plan {111} commun au grain recristallisé et au grain restauré.*

gros que les précipités à l'intérieur des grains restaurés. Deux hypothèses peuvent alors être avancées pour expliquer la présence de ces précipités sur des facettes du front de recristallisation. Dans la première hypothèse, le front de recristallisation se facette selon le plan {111} commun au grain restauré et au grain recristallisé lors de sa migration à haute température. Puis, lors du refroidissement, les précipités apparaissent sur les facettes par précipitation des éléments $\gamma\prime$-gène stockés dans le front de recristallisation. Mais, la diminution de la force motrice associée à la baisse de température fait que les éléments $\gamma\prime$-gène précipitent avec des orientations très proches de celle du grain restauré et des morphologies irrégulières, au lieu de former des précipités de type C/T. Dans la deuxième hypothèse, le front se facette pour pouvoir contourner des précipités déjà existants, il est épinglé par les précipités et les éléments $\gamma\prime$-gène stockés dans le front de recristallisation viennent alimenter les précipités situés sur le front, d'où leur plus grande taille que les précipités au centre du grain restauré.

Quelle que soit l'hypothèse envisagée, il reste à expliquer pourquoi le front de recristallisation se facetterait selon des plans {111} commun aux grains restauré et recristallisé. Du fait de leur structure particulière, les joints de coïncidence ont naturellement tendance à se facetter et ils se facettent préférentiellement selon les plans denses de la superstructure CSL [130, 131]. Dans la structure CFC, de nombreuses relations de coïncidence correspondent à des rotations autour d'un axe <111> (Tableau 10.4). Pour ces relations de coïncidence, les plans denses CSL correspondent aux plans {111} communs aux deux réseaux. Ainsi, tous les joints associés à ces relations de coïncidence ont naturellement tendance à se facetter selon des plans {111} communs aux deux grains impliqués. Or, ces relations de coïncidence balayent une large gamme d'angles de désorientation : de 15,18 ° à 60,00 ° (Tableau 10.4). Ainsi, les grains recristallisé et restauré

étant désorientés l'un par rapport à l'autre par une rotation autour d'un axe <111>, il est très probable qu'ils soient liés, du moins par intermittence, par l'une de ces relations de coïncidence équivalentes à une rotation <111> et que, par conséquent, le front de recristallisation ait (par intermittence) naturellement tendance à se facetter selon les plans {111} communs aux deux grains.

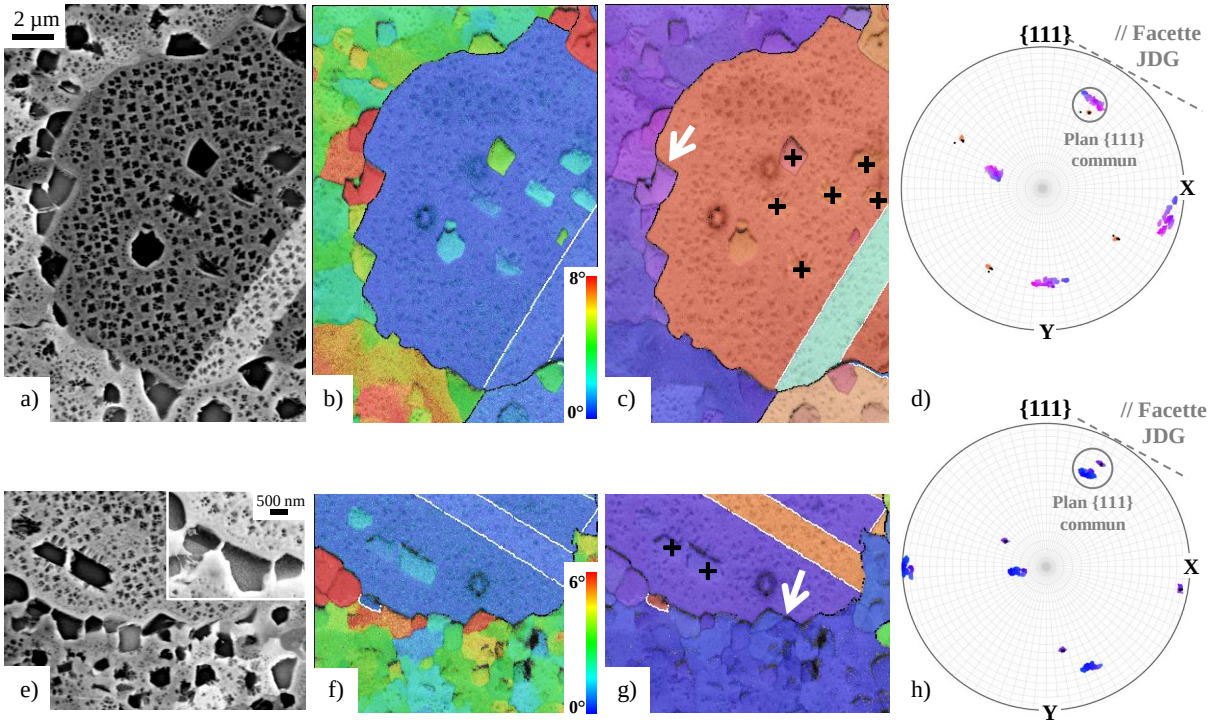



**Figure *10.23*** – *Facettes {111} observées au front de recristallisation - billette 12 pouces d'alliage AD730$^{TM}$. a) et e) Images BSE et SE (encart). b) et f) EBSD - Désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ° ). c) et g) Cartographies d'orientation EBSD, les joints de grains sont en noir, les joints de macles sont en blanc (tolérance : 8,66 ° ). Les flèches blanches mettent en évidence des facettes sur le front de recristallisation, parallèles aux traces des plans {111} que les grains restaurés et recristallisés partagent. d) et h) Figures de pôle {111} sur une grille sphérique d'espacement 5 ° . Les orientations des grains recristallisés et restaurés sont représentées de la même couleur que sur les Figures c) et g). Les orientations des précipités de type C (sélectionnés en noir Figures c) et g)) sont représentées en noir. Les traits en pointillés correspondent aux traces de plans {111} communs aux grains recristallisés et aux grains restaurés.*

| Axe de rotation | Angle de rotation ( ° ) | Relation de coïncidence |
|---|---|---|
| <111> | 15,18 | $\Sigma 43a$ |
| <111> | 17,90 | $\Sigma 31a$ |
| <111> | 21,78 | $\Sigma 21a$ |
| <111> | 27,79 | $\Sigma 13b$ |
| <111> | 32,20 | $\Sigma 39a$ |
| <111> | 38,21 | $\Sigma 7$ |
| <111> | 43,57 | $\Sigma 49a$ |
| <111> | 46,82 | $\Sigma 19b$ |
| <111> | 50,57 | $\Sigma 37c$ |
| <111> | 60,00 | $\Sigma 3$ |

***Tableau 10.4*** *– Relations de coïncidence équivalentes à des rotations autour d'un axe <111> dans la structure CFC. Données tirées de [132].*

### 10.4.4 Mécanisme proposé

A partir des résultats précédents, un mécanisme peut être proposé pour la formation des précipités de type T et C.

Sous l'effet de la déformation, les grains restaurés recristallisent partiellement par recristallisation en hétéroépitaxie et recristallisation dynamique continue. Pendant la mise en solution, les grains issus de la recristallisation en hétéroépitaxie et de la recristallisation continue du grain restauré ainsi que les grains issus de la recristallisation statique discontinue des zones équiaxes autour vont consommer le grain restauré du fait de son énergie stockée (Chapitre 9). La croissance des grains recristallisés dans le grain restauré s'accompagne de la dissolution des précipités du grain restauré que le front de recristallisation rencontre. La dissolution des précipités des grains restaurés apparaît ainsi plus intéressante à la fois énergétiquement et cinétiquement que leur contournement (Chapitre 7). Ceci est en accord avec le fait que des précipités cohérents ou quasiment cohérents tel que c'est le cas pour les précipités des grains restaurés peuvent exercer une pression d'ancrage jusqu'à deux fois plus élevée que celle que pourraient exercer les mêmes précipités mais incohérents (Chapitres 1 et 7).

Une fois dissous, les éléments $\gamma\prime$-gène restent stockés dans le front de recristallisation. *À* partir d'une certaine concentration, ces éléments $\gamma\prime$-gène vont ralentir la progression du front de recristallisation par la pression de *Solute Drag* (Chapitre 3, Section 4.2.3). Dans le cas où le grain recristallisé n'a pas de relation d'orientation avec le grain restauré, soit la pression de *Solute Drag* est suffisante pour arrêter complètement la migration du front de recristallisation, soit le front continue à progresser mais à un certain point les éléments $\gamma\prime$-gène vont re-précipiter du fait de la sursaturation. Les éléments $\gamma\prime$-gène reprécipitent au front de recristallisation (nouveau germe ou enrichissement de précipités existants) et du côté du grain restauré. Les orientations des précipités obtenus sont alors très proches de celles du grain restauré du fait qu'il n'y ait pas de relation d'orientation entre le grain recristallisé et le grain restauré. Cette précipitation termine de bloquer le front de recristallisation car les gros précipités formés exercent une forte pression d'ancrage sur le front de recristallisation du fait de leur quasi-cohérence avec le grain restauré. En revanche, dans le cas où le grain recristallisé partage un axe <111> avec le grain restauré, la reprécipitation au front de recristallisation se produit différemment. En effet, dans ce cas il est possible de trouver pour le précipité une morphologie et une orientation cristallographique donnant à la fois une énergie $\gamma\prime$/restauré faible et une énergie $\gamma\prime$/recristallisé faible. Cette configuration minimise l'énergie interfaciale totale du précipité situé à l'interface restauré/recristallisé. Les joints twist <111> étant de moindre énergie dans la structure CFC,

une partie de l'interface $\gamma/\gamma\prime$ consiste donc en des joints twist <111> dont les plans {111} sont ceux communs au grain restauré et au grain recristallisé (les joints twist <111> obtenus sont donc à la fois twist <111> pour la matrice restaurée et pour la matrice recristallisée). Ensuite, l'angle de rotation du joint twist $\gamma\prime$/recristallisé résulte d'un compromis entre l'orientation du grain restauré et celle du grain recristallisé : l'orientation du précipité est aussi proche que possible de l'orientation du grain restauré tout en étant proche de la rotation 0 ° <111> ou 60 ° <111> avec la matrice recristallisée. Car l'énergie des joints twist <111> comporte deux minima atteints en 0 ° <111> (cohérence parfaite) et 60 ° <111> (joint de macles cohérent). Enfin, comme les interfaces $\gamma\prime$/restauré et $\gamma\prime$/recristallisé sont toutes deux de faible énergie, le contournement des précipités par le front de recristallisation est peu coûteux en énergie (Chapitre 7, Section 7.2). Le contournement donne lieu à des précipités quasiment en relation de macle avec la matrice recristallisée (précipités de type T) ou quasiment de même orientation que la matrice recristallisée (précipités de type C). Le front de recristallisation est alors libéré des éléments $\gamma\prime$-gène, il retrouve sa mobilité et peut continuer à progresser dans le grain restauré.

Deux hypothèses peuvent être formulées concernant la façon dont se forment les facettes {111} des précipités de type T et C (Figure 10.24). Dans la première hypothèse (Figure 10.24/a-c), le front de recristallisation a tendance à se facetter car il est un joint de coïncidence associé à une rotation autour d'un axe <111> commun. Ces facettes suivent les plans denses du réseau de coïncidence et sont donc parallèles aux plans {111} communs aux grains restauré et recristallisé. Ensuite, les éléments $\gamma\prime$-gène reprécipitent sur ces facettes {111} avec une orientation qui est un compromis entre l'orientation du grain recristallisé et celle du grain restauré pour minimiser l'énergie interfaciale totale du précipité. Dans la seconde hypothèse (Figure 10.24/d-f), le précipité se forme directement, avec ses facettes {111} et son orientation qui minimisent son énergie interfaciale totale, sur un front de recristallisation lisse. Ensuite le précipité est contourné par le front.

Il reste néanmoins des points d'ombre sur le mécanisme de formation des précipités de type T/C. Premièrement, les raisons pour lesquelles tous les grains issus de la recristallisation en hétéroépitaxie et de la recristallisation continue du grain restauré ne grossissent pas en formant des précipités de type T/C ne sont pas encore bien comprises. Une condition sur la taille des précipités restaurés a été mise en évidence Section 10.3 : le phénomène de gros grains avec des précipités de type T/C se produit à partir d'une certaine taille de précipité dans les grains restaurés. Par ailleurs, il peut être imaginé que dans certains cas les pressions de dissolution et de *Solute Drag* sont supérieures à la force motrice liée à l'énergie stockée et que le front s'arrête alors de migrer avant même que des précipités de type T/C n'aient pu se former. Enfin, le fait que les grains restauré et recristallisé doivent partager un axe <111> pour permettre aux précipités de type T/C de se former implique que le grain restauré doit garder ses axes <111> à peu près constants au fur et à mesure que le front de recristallisation progresse. Or, les grains restaurés pouvant être très déformés lors de la compression, il semble logique que cette condition ne soit pas vérifiée dans tous les grains restaurés.

Deuxièmement, il a été vu que la recristallisation statique des grains restaurés s'accompagne d'une précipitation au front de recristallisation du fait de la sursaturation en éléments $\gamma\prime$-gène dans le front de recristallisation. Néanmoins, les raisons pour lesquelles cette précipitation se forme côté grain restauré et non côté grain recristallisé comme cela a été souvent reporté dans la littérature (Chapitre 7) ne sont pas comprises. En effet, il aurait pu être imaginé que les éléments $\gamma\prime$-gène dissous re-précipitent tout simplement en cohérence dans la matrice recristallisée, de façon continue ou discontinue (Chapitre 7). La première possibilité est que les éléments $\gamma\prime$-gène reprécipitent autour d'un reste de précipité situé dans le grain restauré. Ceci impliquerait donc une différence d'orientation entre le reste de précipité qui a une orientation quasiment identique à celle du grain restauré, et les éléments $\gamma\prime$-gène nouvellement précipités autour et

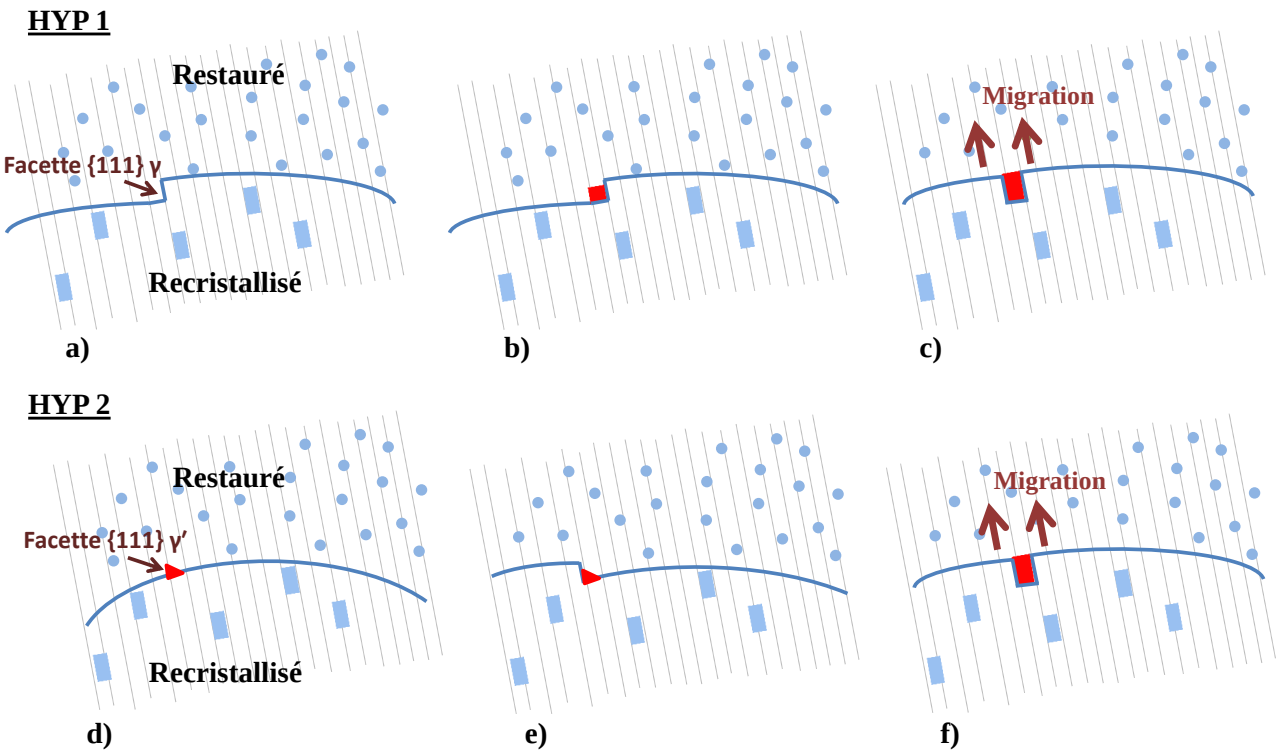



**Figure *10.24*** – *Les deux hypothèses proposées pour expliquer la formation des facettes {111} des précipités de type T/C. Représentation schématique. De a) à c) Hypothèse 1 : le front de recristallisation se facette selon un plan {111} commun aux grains recristallisé et restauré avant que le précipité ne se forme. De d) à f) Hypothèse 2 : le précipité facetté par des plans {111} communs aux grains recristallisé et restauré apparaît directement sur un front de recristallisation lisse avant que le front ne se facette pour le contourner.*

dont l'orientation satisfait le compromis qui minimise l'énergie d'interface du précipité. En d'autres termes, si les éléments $\gamma\prime$-gène reprécipitent autour d'un reste de précipité situé dans le grain restauré, il doit exister un sous-joint dans les précipités de type T et C délimitant le contour du précipité initial. Or aucun sous-joint de ce genre n'a pu être observé dans les précipités de type T et C. La deuxième possibilité est que les éléments $\gamma\prime$-gène reprécipitent à partir de rien mais préférentiellement dans la matrice restaurée car elle est riche en éléments $\gamma\prime$-gène. En effet, il pourrait être imaginé que, parce que le grain restauré comporte un réseau de dislocations très développé, les éléments $\gamma\prime$-gène diffusent dans ces dislocations.

## 10.5 Conclusion

Les précipités de type T et C sont facettés par des plans cristallographiques {111}. Néanmoins, contrairement à ce qui est classiquement reporté dans la littérature (Section 10.1), la formation de ces facettes n'est pas contrôlée par la minimisation de l'énergie de distorsion élastique du réseau (qui est nulle dans le cas des précipités de type T et C car l'interface $\gamma/\gamma\prime$ est n'est pas cohérente) mais par la minimisation de l'énergie interfaciale. De plus, les relations d'orientation des précipités de type T et C avec leur matrice (quasiment relation de macle ou quasiment même orientation que la matrice) sont également originales par rapport à ce qui est fréquemment reporté dans la littérature (Section 10.1).

À notre connaissance, la relation de macle entre un précipité $\gamma\prime$ et sa matrice $\gamma$ n'avait jusque-là été mise en évidence que dans les travaux de Lindsley et Pierron [133], dans leur étude sur la recristallisation subsolvus de l'alliage UDIMET® 720Li. Dans l'étude de Lindsley et Pierron

les précipités en relation de macle avaient été aperçus suite à la recristallisation statique d'une microstructure composée de très gros grains équiaxes (3 mm de large en moyenne) avec des gros précipités $\gamma\prime$ cohérents à l'intérieur (environ 0,95 $\mu$m de diamètre) et préalablement déformée sous le solvus de la phase $\gamma\prime$ (Figure 10.25). Lindsley et Pierron avaient supposé que les précipités en relation de macle se formaient par la reprécipitation d'éléments $\gamma\prime$-gène dissous sur le front de recristallisation et que la relation de macle était le résultat de la minimisation de l'énergie totale du joint $\gamma/\gamma\prime$, c'est-à-dire la somme des énergies $\gamma\prime$/recristallisé et $\gamma\prime$/non-recristallisé. Cependant, n'ayant pas trouvé de relation d'orientation entre les précipités en relation de macle et le grain non-recristallisé, ils en ont déduit que l'hypothèse n'était pas viable. Lindsley et Pierron ont alors formulé une seconde hypothèse selon laquelle les précipités en relation de macle se formeraient par la reprécipitation d'éléments $\gamma\prime$-gène mais à l'arrière du front, sur un défaut de la matrice (de type micro-macle thermique) qui les ferait pousser en relation de macle avec la matrice recristallisée plutôt qu'en cohérence avec cette dernière. En effet, l'interface $\gamma/\gamma\prime$ cohérent étant l'interface $\gamma/\gamma\prime$ de plus faible énergie, il n'est normalement pas intéressant d'un point de vue thermodynamique que les précipités poussent en relation de macle avec la matrice, sauf peut-être si cette matrice comporte des défauts lui conférant déjà une énergie supplémentaire. Même si d'après les travaux de Lindsley et Pierron il est impossible de savoir si les grains recristallisé et non-recristallisé partagent un axe <111> commun (l'orientation du grain non-recristallisé n'ayant pas été reportée dans l'article), les précipités en relation de macle qu'ils ont observés suggèrent un mécanisme identique au mécanisme de formation des précipités de type T/C analysés dans le présent chapitre. Premièrement, de la même manière que pour les précipités de type T/C, leurs précipités en relation de macle résultent de l'interaction d'un front de recristallisation avec des précipités qui de part leur cohérence, leur nombre et leur taille exercent une forte pression d'ancrage sur le front de recristallisation. Deuxièmement, dans les travaux de Lindsley et Pierron [133] d'autres microstructures que celle avec des précipités cohérents de 0,95 $\mu$m de diamètre ont été analysées et notamment une microstructure de même taille de grains mais avec des précipités cohérents de 0,70 $\mu$m de diamètre. Le fait que dans l'article les précipités en relation de macle n'aient été reportés que pour la microstructure avec des précipités de 0,95 $\mu$m de diamètre semble encore une fois montrer que le phénomène est favorisé par de plus gros précipités.

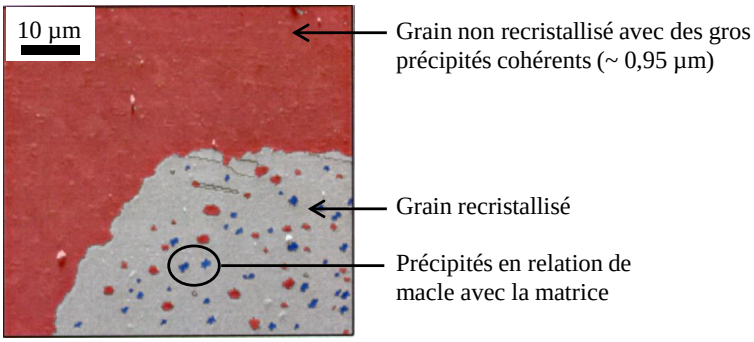



**Figure *10.25*** – *Précipités en relation de macle mis en évidence par Lindsley et Pierron [133] après recristallisation statique de l'alliage UDIMET® 720LI. La microstructure de départ est entièrement composée de très gros grains équiaxes (3mm) contenant des gros précipités cohérents ($\sim 0,95$ $\mu m$). Figure réalisée d'après [133].*

Par ailleurs, dans les travaux de Porter et al. [117] ainsi que de Bee et al. [88] (Chapitre 7), les précipités $\gamma\prime$ semi-cohérents, désorientés de quelques degrés avec la matrice et qui ont été observés à l'arrière du front de recristallisation font fortement penser à des précipités de type C. Il serait intéressant de réaliser des observations en microscopie électronique en transmission pour confirmer ou non la semi-cohérence des précipités de type C.

Par conséquent, il apparaît que l'interaction front de recristallisation/précipités exposée dans ce chapitre n'est pas spécifique à un alliage mais peut se produire de façon plus générale pour n'importe quel superalliage base nickel $\gamma/\gamma\prime$ dans lequel un front de recristallisation doit surmonter de nombreux précipités proches du micron et cohérents (ou semi-cohérent) pour progresser.

# Conclusions et perspectives

## Conclusions

### Microstructure des billettes

Le superalliage AD730$^{TM}$ est un superalliage base nickel $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallin, récemment mis au point par la société Aubert & Duval. Comme les autres superalliages base nickel polycristallins de nouvelle génération, l'alliage AD730$^{TM}$ est élaboré par la voie conventionnelle coulé-forgé. Cependant, pour de tels alliages fortement alliés, il est classique que l'étape de conversion du lingot en billette ne soit pas suffisante pour complètement homogénéiser la microstructure. En effet, les microstructures de billettes de superalliage AD730$^{TM}$ de diamètres 12 et 8 pouces (elles-mêmes issues de deux lingots de tailles différentes) mettent en évidence trois types de microstructures locales : les grains restaurés, les grains sous-structurés et les grains équiaxes. Les grains restaurés sont les gros grains non recristallisés caractéristiques des billettes de nombreux superalliages base nickel polycristallins de nouvelle génération (AD730$^{TM}$, René 65, 720...). Ces grains sont allongés parallèlement à l'axe longitudinal des billettes et montrent une texture de fibre caractéristique d'un étirement contraint. Parmi leur précipitation intragranulaire trimodale, des précipités cohérents à semi-cohérents de plus de 500 nanomètres de diamètre équivalent sont visibles. Ainsi, les grains restaurés tels qu'ils sont observés dans l'état billette apparaissent comme les grains non recristallisés d'une étape de déformation supersolvus de type filage. Les grains sous-structurés se composent de cristallites de moins de 5 microns de diamètre, désorientées entre elles de moins de 10 $^\circ$. Des précipités cohérents à semi-cohérents de l'ordre de 1 micron de diamètre se trouvent aux joints des cristallites. Une texture de fibre est constatée pour les grains sous-structurés situés en peau de la billette 8 pouces. De ce fait, les grains sous-structurés de l'état billette apparaissent comme des grains qui ont recristallisé de manière continue lors du refroidissement suivant une étape de déformation supersolvus de type filage. Les grains équiaxes se définissent par leurs formes compactes. Dans l'état billette, ces grains contiennent peu d'énergie stockée et présentent des orientations cristallographiques aléatoires. Au centre de la billette 12 pouces, les bandes de petits grains équiaxes et de gros grains équiaxes sont l'héritage des anciennes zones interdendritiques et dendritiques du lingot.

### Évolutions dynamiques de microstructure

Des essais de compression isothermes (1070 $^\circ$C et 1090 $^\circ$C) à une vitesse de déformation représentative du forgeage en presse hydraulique ($10^{-2}s^{-1}$) ont été réalisés sur des échantillons prélevés au centre des billettes 8 pouces (C8) et 12 pouces (C12) d'alliage AD730$^{TM}$. Initialement définis pour simuler des temps de chauffe industriels, des traitements thermiques suivis d'une trempe à l'eau ont été réalisés avant les essais de compression. Finalement, d'une part les grains restaurés et sous-structurés ne se résorbent que très peu pendant ces traitements à 1070 $^\circ$C ou à 1090 $^\circ$C, d'autre part la trempe à eau depuis 1070 $^\circ$C ou 1090 $^\circ$C conduit à une sursaturation de la matrice durant la chauffe ultérieure dans le four compression. Cette sursaturation se traduit par la formation d'une fine précipitation intragranulaire. Lors de la

compression, cette précipitation fine augmente la résistance au cisaillement et réduit la mobilité des dislocations dans la matrice, ce qui a pour conséquence d'augmenter l'écrouissage des grains non recristallisés ainsi que la contrainte d'écoulement.

Dans les zones équiaxes, cette précipitation fine gêne également les mécanismes de recristallisation dynamique (DRX) puisque le nombre de grains DRX par unité de surface et/ou la taille des grains DRX sont diminués en cas de précipitation fine. Ce "ralentissement" de la recristallisation est attribué aux pressions d'ancrage de Smith-Zener, de dissolution et de *Solute Drag* qui s'exercent sur les joints ou les sous-joints DRX. En effet, contrairement aux grains équiaxes non recristallisés qui montrent des précipités secondaires, les grains DRX sont dépourvus de précipités, prouvant que leur croissance s'accompagne de la dissolution des précipités secondaires. Aux grandes déformations ($\epsilon \approx 1,70$), les grains DRX des zones équiaxes sont principalement générés par de la recristallisation dynamique discontinue (DDRX), même si par endroits de la recristallisation dynamique continue (CDRX) est visible aux bords des anciens grains. Aux très faibles à faibles déformations ($\epsilon \leq 0,30$), le mécanisme de recristallisation en hétéroépitaxie (HERX) est dominant.

Sous l'effet d'une compression appliquée parallèlement à l'axe longitudinal de la billette, les grains restaurés se morcèlent et parfois forment des macles mécaniques pour accommoder la déformation. Ainsi, aux déformations intermédiaires à élevées ($\epsilon \geq 0,70$), les grains restaurés perdent leurs formes allongées d'origine pour des formes plus globulaires. Dans les grains restaurés, la déformation entraîne la formation de cellules, la désorientation moyenne de ces cellules augmentant avec la déformation. Certaines de ces cellules restaurent pour former des sous-grains de recristallisation dynamique continue (CDRX). Alors que pour une déformation à 1070 ° C les cellules se bornent aux précipités les plus proches, pour une déformation à 1090 ° C les cellules peuvent englober plusieurs précipités intragranulaires car à 1090 ° C les dislocations (et les sous-joints) sont plus mobiles et la dissolution plus prononcée des précipités les rend plus facilement contournables. De la recristallisation en hétéroépitaxie (HERX) est également visible autour des précipités des grains restaurés, de tels exemples de recristallisation en hétéroépitaxie autour de précipités intragranulaires n'avaient jusque-là pas été mis en évidence.

## Évolutions post-dynamiques de microstructure

Les évolutions post-dynamiques analysées se produisent pendant un refroidissement à 20 ° C /min suivant la compression à 1070 ° C/$10^{-2}s^{-1}$. Une telle vitesse de refroidissement correspond à peu près à celle que verrait la matière située au cœur d'une pièce industrielle massive lors d'un refroidissement à l'air. Pour les essais réalisés, les évolutions post-dynamiques se limitent essentiellement à des évolutions de précipitation du fait de la sursaturation de la matrice en éléments $\gamma\prime$-gène lors du refroidissement. En effet, la fraction recristallisée n'augmente pas de façon sensible lors du refroidissement à 20 ° C/min. Par ailleurs, si les grains équiaxes non recristallisés et les grains restaurés restaurent pendant le refroidissement, cette restauration est si faible qu'elle ne peut être détectée avec la résolution angulaire de la technique EBSD conventionnelle. Ces très faibles évolutions d'écrouissage et de fraction recristallisée pendant le refroidissement sont principalement attribuées aux forces d'ancrage de Smith-Zener qui s'exercent sur les joints et les sous-joints dont la mobilité décroît à mesure que la température diminue.

Dans les grains équiaxes non recristallisés, les précipités secondaires s'étoffent et certains, qui sont significativement plus gros, semblent avoir été alimentés par des éléments $\gamma\prime$-gène contenus dans le joint de grains voisin. Un tel transfert d'éléments $\gamma\prime$-gène du joint de grains vers la matrice semble également être à l'origine de la formation de "branches" de phase $\gamma\prime$ à

l'intérieur des grains hétéroépitaxiés : ces "branches" relient le joint du grain hétéroépitaxié au précipité central.

## Évolutions statiques de microstructure pendant la mise en solution

La mise en solution consiste en un traitement thermique de 4 heures à 1080 ° C, soit 30 ° C sous la valeur du solvus $\gamma\prime$, ce qui permet aux évolutions de microstructure et notamment aux mécanismes de recristallisation de se produire (contrairement à ce qui a été observé lors du refroidissement à 20 ° C/min après compression à 1070 ° C). Les grains équiaxes recristallisent par de la recristallisation métadynamique (MDRX), c'est-à-dire la croissance sans temps d'incubation de grains recristallisés dynamiquement lors de la compression, et par de la recristallisation statique discontinue (DSRX), c'est-à-dire la germination statique de nouveaux grains à l'issue d'un temps d'incubation. Pour la microstructure C12, la recristallisation des zones équiaxes s'accompagne d'une dissolution des précipités secondaires contenus dans les grains équiaxes non recristallisés. Si après la mise en solution il n'a pas été constaté de cas de croissance sélective de grains dans les zones équiaxes, quelques "gros grains" ont été identifiés. Pour l'application visée, les gros grains équiaxes sont définis comme les grains de diamètre équivalent supérieur à 26,7 $\mu$m (soit inférieur à 7,5 ASTM). Ces gros grains sont majoritairement trouvés aux faibles niveaux de déformation ($\epsilon \leq 0,30$). Trois causes de "gros grains" équiaxes ont été identifiées dans les plages équiaxes : la recristallisation continue et partielle des grains sous-structurés, la présence de gros grains équiaxes non recristallisés (restes de grains équiaxes de l'état billette), et une force d'ancrage de Smith-Zener localement insuffisante. *À* condition d'essai fixée, la microstructure C8 est plus encline que la microstructure C12 a montrer un ancrage de Smith-Zener localement insuffisant. Ceci paraît provenir d'une distribution de précipités $\gamma\prime$ primaires plus hétérogène dans le cas de C8, distribution héritée de l'état billette.

Par rapport à l'état billette, après la mise en solution la fraction surfacique de grains restaurés est divisée par 2 à 4 sur les plages de déformation $0,70 - 1,70$. Pendant la mise en solution, la fraction de grains restaurés diminue par : restauration puis recristallisation statique continue (CSRX), croissance des grains hétéroépitaxiés contenus à l'intérieur des grains (qui s'apparente à une forme de recristallisation métadynamique étant donné qu'il n'y a pas germination) et consommation des bords écrouis par les grains équiaxes situés autour. Dans la plupart des cas, cette diminution de surface se fait de façon progressive sauf dans quelques rares cas où une grande partie de la surface du grain restauré est consommée par seulement quelques gros grains équiaxes. Ce phénomène n'est pas un cas de croissance sélective de grains au sens classique du terme, et n'avait pas été reporté dans la littérature jusque-là pour les grains restaurés.

## Précipités de type T et C

Lorsque le grain restauré est consommé par seulement quelques gros grains équiaxes, les gros grains équiaxes en question comportent de nombreux précipités issus de l'interaction du front de recristallisation avec les précipités cohérents à semi-cohérents du grain restauré. Les précipités de ces gros grains sont facettés par des plans $\{111\}$ que le grain recristallisé et le grain restauré ont en commun. Ces précipités ne sont pas cohérents et sont soit en quasi orientation de macle avec la matrice recristallisée (précipités de type T), soit désorientés de quelques degrés par rapport à la matrice recristallisée (précipités de type C). Ces précipités apparaissent sur le front de recristallisation à cause d'une sursaturation en éléments $\gamma\prime$-gène qui fait suite à la dissolution des précipités rencontrés par le front de recristallisation. Les morphologies et les orientations de ces précipités résultent d'une minimisation de l'énergie d'interface des précipités. Cette minimisation de l'énergie d'interface doit prendre en compte à la fois l'orientation du

grain restauré et l'orientation de la matrice recristallisée étant donné que le précipité apparaît au joint de grains. Ce phénomène est original puisque que dans la littérature les facettes des précipités $\gamma\prime$ sont très généralement attribuées à une minimisation de l'énergie de distorsion élastique du réseau (qui résulte de la cohérence des précipités) et non à une minimisation de l'énergie d'interface $\gamma/\gamma\prime$. Les conditions de déclenchement du phénomène se sont pas encore complètement élucidées. Si l'axe <111> commun au grain restauré et au grain recristallisé est un élément nécessaire, la taille des précipités contenus dans le grain restauré apparaît avoir une importance : le phénomène est favorisé par la présence de gros précipités dans les grains restaurés, c'est-à-dire pour des précipités approchant le micron. En revanche, le phénomène est peu sensible au niveau de déformation appliqué. Les précipités de type T et C ont été mis en évidence dans les alliages AD730$^{TM}$, René65, 720 et UDIMET® 720LI, ce qui prouve qu'il ne s'agit pas d'un phénomène spécifique à un alliage mais d'un phénomène qui peut se produire dans n'importe quel superalliage base nickel $\gamma$-$\gamma\prime$ si un front de recristallisation rencontre de nombreux et gros précipités cohérents (ou semi-cohérents).

## Paramètres qui améliorent la résorption des hétérogénéités de microstructure

A l'issue de la mise en solution, les grains restaurés sont d'autant mieux résorbés :
— qu'ils ont été morcelés par la déformation
— que l'écrouissage qu'ils ont emmagasiné pendant la déformation est élevé
— que leurs précipités ont été (partiellement) dissous (en statique ou en dynamique).

En effet, le morcèlement des grains restaurés ou tout phénomène qui fait augmenter le ratio surface/volume est bénéfique pour la recristallisation des grains restaurés puisqu'ils recristallisent principalement par leurs bords. Une augmentation de l'écrouissage (i.e. dislocations emmagasinées dans le volume) correspond à une augmentation de l'énergie stockée dans le grain et donc à une augmentation de la force motrice de recristallisation. L'écrouissage des grains restaurés augmente avec la vitesse de déformation. C'est pourquoi les grains restaurés se résorbent d'autant mieux que la vitesse de déformation est élevée [8]. De plus, les travaux de Minisandram et al. [8] montrent qu'aux vitesses de déformation faibles ($10^{-3}s^{-1}$) les grains restaurés restaurent beaucoup en dynamique ce qui conduit à un taux de recristallisation bien plus faible après traitement thermique. L'écrouissage des grains restaurés est aussi augmenté lorsque le niveau de déformation appliqué augmente. De ce fait le taux de recristallisation augmente avec la déformation appliquée, même si une déformation de 0,6 est déjà suffisante pour constater une diminution significative de la fraction de grains restaurés après mise en solution. Par ailleurs, dans cette étude, après mise en solution aucun grain sous-structuré n'a été identifié pour des déformations appliquées supérieures ou égales 0,70. Il apparaît donc que l'application d'une déformation suffisante permet de casser la structure de ces grains-là. Enfin, l'écrouissage des grains restaurés est augmenté par la présence de précipitation intragranulaire fine qui se forme pendant la chauffe dans le four de compression étant donné que cette précipitation fine gêne le mouvement des dislocations qui s'annihilent alors plus difficilement. La dissolution (partielle) des précipités du grain restauré peut faciliter la recristallisation continue du grain restauré, car les précipités sont ainsi plus facilement contournables pour les sous-joints et les dislocations. Mais surtout la dissolution (partielle) des précipités facilite la consommation du grain restauré par les grains équiaxes situés autour, car cette dissolution réduit les forces de freinage associées aux précipités des grains restaurés (ancrage de Smith-Zener, pression de dissolution et de *Solute Drag*). Une dissolution partielle mais conséquente des précipités des grains restaurés est obtenue lorsque les températures de déformation ou de traitement thermique atteignent 1080 ° C-1090 ° C.

Néanmoins, ces raisonnements en terme de niveau de déformation appliqué et de température (traitement thermique ou déformation) comportent des limitations. Premièrement, aux températures aussi proches du solvus $\gamma\prime$ que celles qui sont nécessaires pour dissoudre significativement les précipités des grains restaurés, les précipités primaires se dissolvent aussi sensiblement ce qui peut très probablement conduire à des forces d'ancrage insuffisantes dans les zones équiaxes et donc à une taille de grains finale difficilement contrôlable. Par ailleurs, la géométrie d'une pièce industrielle fait que, comme dans un pion de compression de laboratoire, toute la matière ne voit pas au minimum 0,6 de déformation. Dans les zones de la pièce qui reçoivent des déformations faibles la recristallisation des grains restaurés est donc limitée. Ainsi, la vitesse de déformation reste le seul paramètre qui peut être un peu ajusté encore que la vitesse de déformation est limitée par les équipements de forgeage à disposition (vitesses de déformation de l'ordre de $10^{-2}s^{-1}$ pour une presse à hydraulique, de l'ordre de $1s^{-1}$ pour une presse à vis) et par l'auto-échauffement qui se produit aux vitesses de déformation élevées et qui peut induire une dissolution partielle des $\gamma\prime$ primaires et donc une perte de contrôle de la taille de grains. Ainsi, la solution à long terme consiste à améliorer l'homogénéisation de la microstructure lors des gammes de conversion du lingot. D'autant que les gros grains remplis de précipités T/C qui peuvent parfois se former pendant la mise en solution du fait de la recristallisation des grains restaurés constituent une nouvelle motivation pour réduire la fraction de grains restaurés dans les billettes. En effet, les macles de tels gros grains sont susceptibles d'abaisser les propriétés en fatigue du matériau.

# Perspectives

## Étude et optimisation du procédé de conversion

La société Aubert & Duval a décidé de commencer une étude sur les évolutions de microstructure se produisant au cours du procédé de conversion du lingot. L'objectif de cette étude est de déterminer les causes de la formation des grains restaurés ainsi que les paramètres du procédé qui permettent de réduire leur fraction au minimum dans les billettes. Cette étude promet d'être riche en informations car les microstructures générées lors de la conversion du lingot (Figure 10.26) sont très différentes de celles obtenues lors du forgeage subsolvus de la billette, et à l'heure actuelle très peu d'études ont été réalisées sur ces évolutions de microstructure pour des superalliages base nickel $\gamma$-$\gamma\prime$.

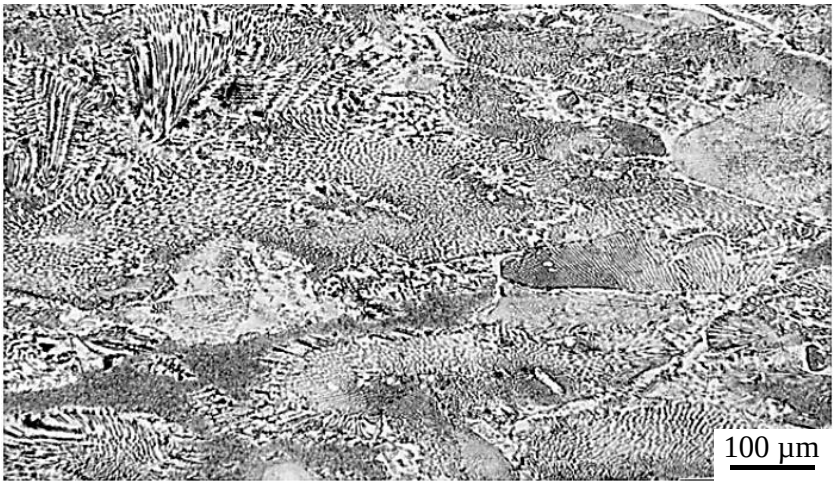



**Figure *10.26*** – *Microstructure d'un lingot d'alliage 720 (diamètre initial 500 mm) en cours de conversion. Des eutectiques lamellaires $\gamma$-$\gamma\prime$ sont visibles. Figure tirée de [6].*

## Étude des ségrégations chimiques à très fine échelle

Les phénomènes de dissolution, de reprécipitation ou de *Solute Drag* évoqués dans cette étude mettent en jeu des ségrégations chimiques à l'échelle du joint de grains ou de la dislocation. Néanmoins, à l'heure actuelle très peu de données sont disponibles concernant les ségrégations à ces échelles-là dans les superalliages base nickel. Or, pour obtenir des données chimiques à une échelle aussi fine, des techniques comme la sonde atomique tomographique [97,98] ou l'EDS en transmission sont nécessaires [134]. Figure 10.27 montre que la technique de sonde atomique tomographique convient bien aux problématiques des superalliages base nickel étant donnée qu'elle permet de mesurer des ségrégations chimiques au niveau des interfaces et des dislocations, et aussi de mesurer la composition chimique de particules de phase $\gamma$ ou $\gamma\prime$ de l'ordre de la dizaine de nanomètres. Ainsi, dans le cadre de la chaire industrielle ANR-SAFRAN OPALE, un post-doctorat en partenariat avec l'Institut Max Planck de Düsseldorf (S. Katnagallu, 2018-2019) a pour but de réaliser des analyses de sonde atomique tomographique dans des superalliages base nickel et en particulier dans le superalliage AD730$^{TM}$. Parmi les problématiques abordées, il y aura celle des micro-ségrégations impliquées dans la formation et la croissance des grains hétéroépitaxiés (étude réalisée sur le superalliage AD730$^{TM}$). En effet, il n'est toujours pas compris pourquoi lors d'un refroidissement le rejet d'éléments $\gamma$-gène depuis le précipité vers la matrice entraîne la formation d'une enveloppe $\gamma$, alors que ces éléments pourraient tout simplement diffuser dans la matrice environnante. L'hypothèse est qu'une microségrégation à l'interface précipité/matrice empêcherait les éléments de diffuser.

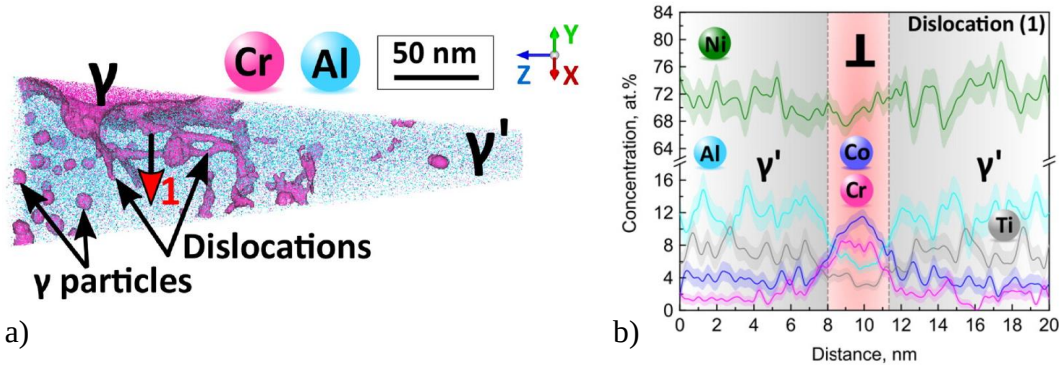



**Figure *10.27*** – *Analyse d'un échantillon de superalliage $\gamma$-$\gamma\prime$ monogranulaire réalisée par sonde atomique tomographique. Superalliage IN792. a) Reconstruction de l'échantillon. Les dislocations et les interfaces $\gamma/\gamma\prime$ sont mises en évidence par des surfaces d'isocomposition en chrome (4,6% atomique). b) Profil de concentration au travers d'une dislocation situeé dans la phase $\gamma\prime$ (flèche rouge représentée en a)). Figures tirées de [97].*

## Modélisation des évolutions des microstructures $\gamma$-$\gamma\prime$

Les modèles numériques d'évolution de microstructure sont des outils de compréhension et de prédiction importants pour les acteurs industriels. Si à l'heure actuelle, un certains nombre de modèles numériques (par exemple des modèles en champ moyen [74]) sont disponibles pour décrire les évolutions de microstructure de l'alliage 718, ce n'est en revanche pas le cas pour les alliages $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins. En effet, les modèles développés pour l'alliage 718 peuvent difficilement s'appliquer aux superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins. Premièrement, les paramètres matériaux des modèles doivent être recalibrés car les fractions volumiques de particules de seconde phase impliquées pendant les étapes de recristallisation de l'alliage 718 sont très faibles (au plus quelques pourcents) comparées à celles des superalliages $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallins (de l'ordre de 15% pour les alliages AD730$^{TM}$ et René65, davantage pour l'alliage 720). Deuxièmement, comme

vu dans la présente étude, la nature multimodale et potentiellement cohérente de la précipitation $\gamma\prime$ rend les interactions front de recristallisation-précipitation beaucoup plus complexes que dans l'alliage 718. Ainsi, la chaire industrielle ANR DIGIMU (2016-2021) a pour objectif de proposer des solutions en terme de modélisation d'évolutions complexes de microstructure, grâce à une approche éléments finis en champ complet (Figure 10.28). Parmi les études lancées dans le cadre de cette chaire, une thèse est spécifiquement dédiée à la prédiction des évolutions des microstructures $\gamma$-$\gamma\prime$ polycristallines : "Influence de l'ancrage de Smith-Zener sur la taille des grains recristallisés, prise en compte des phénomènes de dissolution", K. Alvarado (2018-2021). Cette thèse pourra se baser sur les résultats de la présente étude tout en les complétant par des expériences complémentaires.

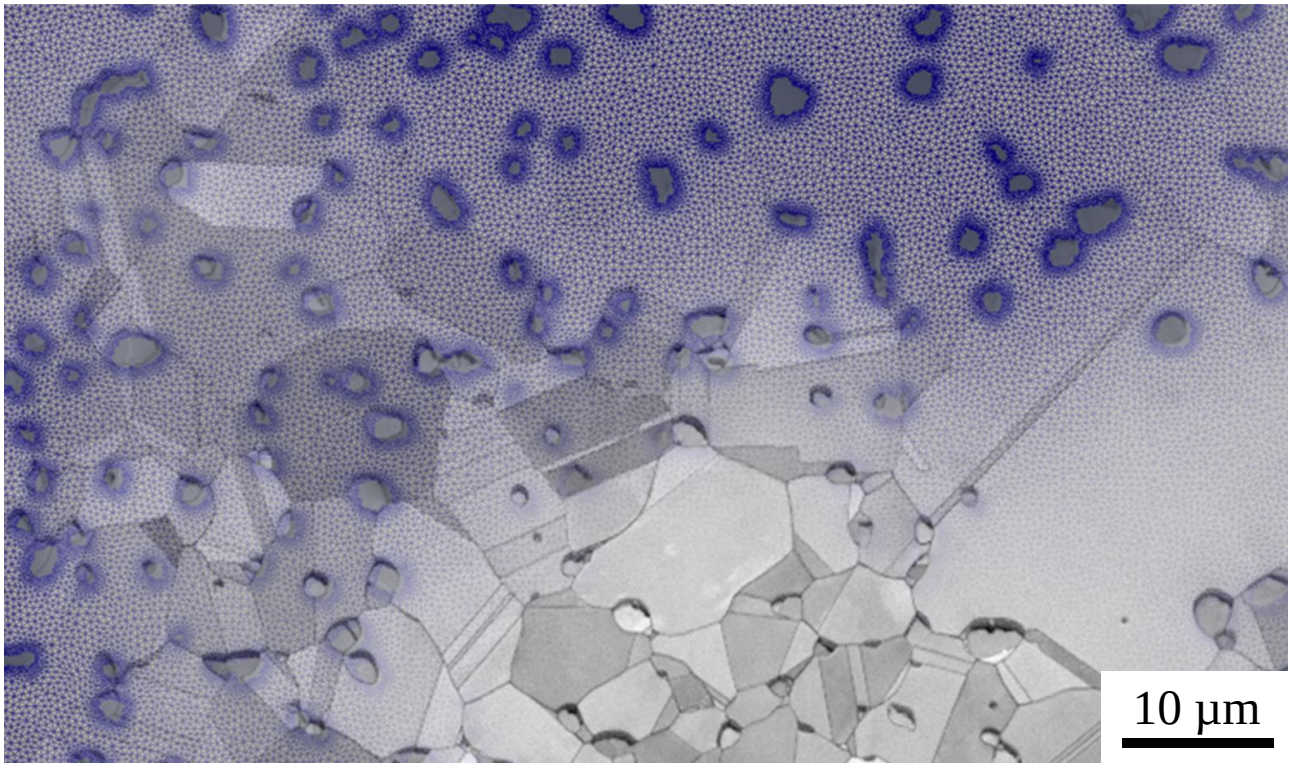



**Figure *10.28*** – *Immersion d'une microstructure $\gamma$-$\gamma\prime$ expérimentale (alliage AD730$^{TM}$) dans un maillage éléments finis. R. Quéré (2017-2020).*

# Communications orales et écrites

## Participation à des conférences :

— S. Vernier, J.M. Franchet, A.L. Rouffié, C. Dumont, N. Bozzolo, *Analyse quantitative des hétérogénéités de microstructure dans des billettes de superalliage base nickel AD730$^{TM}$*, La Métallurgie : Quel avenir ! , conférence organisée par la SF2M, Saint Etienne, France, 27 juin – 1 juillet 2016. Poster

— S. Vernier, J.M. Franchet, A.L. Rouffié, C. Dumont, N. Bozzolo, *Évolution des plages non recristallisées des billettes de superalliage base nickel AD730$^{TM}$ pendant une séquence de forgeage industriel*, Journées annuelles de la SF2M, Villeurbanne, France, 23 octobre – 27 octobre 2017. Oral

— S. Vernier, J.M. Franchet, C. Dumont, N. Bozzolo, *A mechanism leading to $\gamma\prime$ precipitates with {111} facets and unusual orientation relationships to the matrix in $\gamma$-$\gamma\prime$ nickel-based superalloys*, Eurosuperalloys 2018, Oxford, Royaume-Uni, 9 septembre – 13 septembre 2018. Oral

## Articles dans des journaux avec comité de lecture :

— S. Vernier, J.M. Franchet, M. Lesne, T. Douillard, J. Silvent, C. Langlois, N. Bozzolo, *iCHORD-SI combination as an alternative to EDS-EBSD coupling for the characterization of $\gamma$-$\gamma\prime$ nickel-based superalloy microstructures*, Materials Characterization, vol. 142, pp 492-503, August 2018.

— S. Vernier, J.M. Franchet, C. Dumont, P. Vennéguès, N. Bozzolo, *$\gamma\prime$ precipitates with a twin orientation relationship to their hosting grain in a $\gamma$-$\gamma\prime$ nickel-based superalloy*, Scripta Materialia, vol. 153, pp 10-13, August 2018.

— S. Vernier, J.M. Franchet, C. Dumont, N. Bozzolo, *A mechanism leading to $\gamma\prime$ precipitates with {111} facets and unusual orientation relationships to the matrix in $\gamma$-$\gamma\prime$ nickel-based superalloys*, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 49A, issue 9, pp 4308-4323, September 2018.

# Références bibliographiques


[1] T. M. Pollock and S. Tin, "Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines : Chemistry, Microstructure and Properties," *Journal of Propulsion and Power*, vol. 22, no. 2, pp. 361–374, 2006.

[2] L. Thébaud, *Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730$^{TM}$*. PhD thesis, Institut Pprime, 2017.

[3] R. E. Schafrik, D. D. Ward, and J. R. Groh, "Application of Alloy 718 in GE Aircraft Engines : Past, Present and Next Five Years," in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives (2001)*, pp. 1–11, TMS, 2001.

[4] "University of Cambridge, Department of Engineering."

[5] A. Devaux, B. Picqué, M. F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, and P. Héritier, "AD730$^{TM}$ - A New Nickel-Based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts," in *Superalloys 2012*, pp. 911–919, Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons, Inc., oct 2012.

[6] R. M. Forbes Jones and L. A. Jackman, "The structural evolution of superalloy ingots during hot working," *JOM*, vol. 51, pp. 27–31, jan 1999.

[7] C. Crozet, A. Devaux, R. Forestier, S. Charmond, M. Hueller, D. Helm, and W. Buchmann, "Effect of Ingot Size on Microstructure and Properties of the New Advanced AD730$^{TM}$ Superalloy," in *Superalloys 2016*, (Hoboken, NJ, USA), pp. 437–446, John Wiley & Sons, Inc., oct 2016.

[8] R. S. Minisandram, L. A. Jackman, J. L. Russell, M. L. Lasonde, J. A. Heaney, and A. M. Powell, "Recrystallization Response during Thermo-Mechanical Processing of Alloy Rene 65 Billet," in *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pp. 95–105, TMS (The minerals, Metals, & Materials Society), 2014.

[9] L. Thébaud, P. Villechaise, C. Crozet, A. Devaux, D. Béchet, J.-M. Franchet, A.-L. Rouffié, M. Mills, and J. Cormier, "Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys ?," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 716, pp. 274–283, feb 2018.

[10] 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 *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pp. 107–118, Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons, Inc., dec 2014.

[11] P. Le Baillif, P. Lamesle, D. Delagnes, V. Velay, C. Dumont, and F. Rézaï-Aria, "Influence of the quenching rate and step-wise cooling temperatures on microstructural and tensile properties of PER72® Ni-based superalloy," *MATEC Web of Conferences*, vol. 14, p. 21002, aug 2014.

[12] R. A. Ricks, A. J. Porter, and R. C. Ecob, "The growth of $\gamma$' precipitates in nickel-base superalloys," *Acta Metallurgica*, vol. 31, no. 1, pp. 43–53, 1983.

[13] R. Sowa, S. Arabasz, and M. Parlinska-Wojtan, "Classification and microstructural stability of high generation single crystal Nickel-based superalloys," *Zastita materijala*, vol. 57, no. 2, pp. 274–281, 2016.

[14] T. Grosdidier, A. Hazotte, and A. Simon, "Precipitation and dissolution processes in $\gamma/\gamma$' single crystal nickel-based superalloys," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 256, no. 1, pp. 183–196, 1998.

[15] X. Li, N. Saunders, and A. Miodownik, "The coasening kinetics of $\gamma$' particles in Nickel-based alloys," 2002.

[16] D. L. Olmsted, S. M. Foiles, and E. A. Holm, "Survey of computed grain boundary properties in face-centered cubic metals : I. Grain boundary energy," *Acta Materialia*, vol. 57, pp. 3694–3703, aug 2009.

[17] F. C. Campbell, *Elements of Metallurgy and Engineering alloys.* ASM International, 2008.

[18] F. Masoumi, M. Jahazi, D. Shahriari, and J. Cormier, "Coarsening and dissolution of $\gamma$' precipitates during solution treatment of AD730$^{TM}$ Ni-based superalloy : Mechanisms and kinetics models," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 658, pp. 981–995, 2016.

[19] M. J. Donachie and S. J. Donachie, *Superalloys : A Technical Guide.* ASM International, second ed., 2002.

[20] L. Priester, *Grain Boundaries and Crystalline Plasticity.* John Wiley & Sons, Inc., 2011.

[21] H. Tézenas Du Montcel, *Ingénierie des joints de grains dans les superalliages à base de nickel.* PhD thesis, MINES ParisTech - PSL, 2012.

[22] D. G. Brandon, "The structure of high-angle grain boundaries," *Acta Metallurgica*, vol. 14, pp. 1479–1484, nov 1966.

[23] J. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 3rd Edition.* Elsevier Ltd, 2017.

[24] D. A. Porter and K. E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys.* CRC Press, 1992.

[25] J. Genée, L. Signor, and P. Villechaise, "Slip transfer across grain/twin boundaries in polycrystalline Ni-based superalloys," *Materials Science and Engineering A*, vol. 701, pp. 24–33, 2017.

[26] J. Miao, T. M. Pollock, and J. Wayne Jones, "Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature," *Acta Materialia*, vol. 57, no. 20, pp. 5964–5974, 2009.

[27] J. C. Stinville, N. Vanderesse, F. Bridier, P. Bocher, and T. M. Pollock, "High resolution mapping of strain localization near twin boundaries in a nickel-based superalloy," *Acta Materialia*, vol. 98, pp. 29–42, oct 2015.

[28] J. C. Stinville, W. C. Lenthe, J. Miao, and T. M. Pollock, "A combined grain scale elastic–plastic criterion for identification of fatigue crack initiation sites in a twin containing polycrystalline nickel-base superalloy," *Acta Materialia*, vol. 103, pp. 461–473, jan 2016.

[29] U. Krupp, "Improving the resistance to intergranular cracking and corrosion at elevated temperatures by grain-boundary-engineering-type processing," *Journal of Materials Science*, vol. 43, no. 11, pp. 3908–3916, 2008.

[30] M. Kumar, A. J. Schwartz, and W. E. King, "Microstructural evolution during grain boundary engineering of low to medium stacking fault energy fcc materials," *Acta Materialia*, vol. 50, pp. 2599–2612, jun 2002.

[31] E. Nes, N. Ryum, and O. Hunderi, "On the Zener drag," *Acta Metallurgica*, vol. 33, pp. 11–22, jan 1985.

[32] P. A. Manohar, M. Ferry, and T. Chandra, "Five Decades of the Zener Equation.," *ISIJ International*, vol. 38, no. 9, pp. 913–924, 1998.

[33] S. P. Ringer, W. B. Li, and K. E. Easterling, "On the interaction and pinning of grain boundaries by cubic shaped precipitate particles," *Acta Metallurgica*, vol. 37, no. 3, pp. 831–841, 1989.

[34] Y. Huang, F. J. Humphreys, and M. Ferry, "The annealing behaviour of deformed cube-oriented aluminium single crystals," *Acta Materialia*, vol. 48, pp. 2543–2556, jun 2000.

[35] Y. Huang and F. J. Humphreys, "Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminium crystals of orientation {110}<001>," *Acta Materialia*, vol. 48, pp. 2017–2030, may 2000.

[36] G. E. Lloyd, "Atomic number and crystallographic contrast images with the SEM : a review of backscattered electron techniques," *Mineralogical Magazine*, vol. 51, pp. 3–19, mar 1987.

[37] F. J. Humphreys, "Review : Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction," *Journal of Materials Science*, vol. 36, no. 16, pp. 3833–3854, 2001.

[38] P. W. Trimby, "Orientation mapping of nanostructured materials using transmission Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope," *Ultramicroscopy*, vol. 120, pp. 16–24, sep 2012.

[39] E. Brodu and E. Bouzy, "Depth Resolution Dependence on Sample Thickness and Incident Energy in On-Axis Transmission Kikuchi Diffraction in Scanning Electron Microscope (SEM)," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 23, pp. 1096–1106, dec 2017.

[40] R. R. Keller and R. H. Geiss, "Transmission EBSD from 10 nm domains in a scanning electron microscope," *Journal of Microscopy*, vol. 245, no. 3, pp. 245–251, 2012.

[41] F. Bachmann, R. Hielscher, and H. Schaeben, "Grain detection from 2d and 3d EBSD data—Specification of the MTEX algorithm," *Ultramicroscopy*, vol. 111, pp. 1720–1733, dec 2011.

[42] G. Nolze and R. Hielscher, "Orientations - Perfectly colored," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 49, no. 5, pp. 1786–1802, 2016.

[43] M. F. Ashby, "The deformation of plastically non-homogeneous materials," *Philosophical Magazine*, pp. 399–424, 1970.

[44] L. P. Kubin and A. Mortensen, "Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity : a few critical issues," *Scripta Materialia*, vol. 48, pp. 119–125, 2003.

[45] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, and D. Raabe, "Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD," *Materials Science & Engineering A*, vol. 527, pp. 2738–2746, 2010.

[46] A. International, "ASTM E112-12, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size," 2012.

[47] C. A. Anderson and M. F. Hashler, "Extension of electron microprobe techniques to biocemistry by the use of long wavelenght X-rays," in *Proceedings of the Fourth International Conference on X-ray Optics and Microanalysis* (R. Castaing, P. Deschamps, and J. Philibert, eds.), (Paris), pp. 310–327, 1966.

[48] I. Barkshire, P. Karduck, W. P. Rehbach, and S. Richter, "High-Spatial-Resolution Low-Energy Electron Beam X-Ray Microanalysis," *Mikrochimica Acta*, vol. 132, pp. 0113–0128, apr 2000.

[49] S. Vernier, J.-M. Franchet, M. Lesne, T. Douillard, J. Silvent, C. Langlois, and N. Bozzolo, "iCHORD-SI combination as an alternative to EDS-EBSD coupling for the characterization of $\gamma$-$\gamma$' nickel-based superalloy microstructures," *Materials Characterization*, vol. 142, pp. 492–503, aug 2018.

[50] C. Langlois, T. Douillard, H. Yuan, N. P. Blanchard, A. Descamps-Mandine, B. Van de Moortèle, C. Rigotti, and T. Epicier, "Crystal orientation mapping via ion channeling : An alternative to EBSD," *Ultramicroscopy*, vol. 157, pp. 65–72, oct 2015.

[51] A. K. Singh, N. Louat, and K. Sadananda, "Dislocation network formation and coherency loss around gamma- prime precipitates in a nickel- base superalloy," *Metallurgical Transactions A*, vol. 19, no. 12, pp. 2965–2973, 1988.

[52] H. Hu, "Texture of Metals," *Texture*, vol. 1, no. 4, pp. 233–258, 1974.

[53] R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner, P. Pölt, and E. Kozeschnik, "Multimodal size distributions of $\gamma$' precipitates during continuous cooling of UDIMET 720 Li," *Acta Materialia*, vol. 57, no. 19, pp. 5739–5747, 2009.

[54] M. Ganesan, D. Dye, and P. D. Lee, "A technique for characterizing microsegregation in multicomponent alloys and its application to single-crystal superalloy castings," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 36, pp. 2191–2204, aug 2005.

[55] A. Seret, C. Moussa, M. Bernacki, and N. Bozzolo, "On the Coupling between Recrystallization and Precipitation Following Hot Deformation in a $\gamma$-$\gamma$' Nickel-Based Superalloy," *Metallurgical and Materials Transactions A : Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 49, no. 9, pp. 4199–4213, 2018.

[56] Transvalor, "Documentation FORGE® NxT."

[57] H. S. Valberg, *Applied Metal Forming including FEM Analysis.* Cambridge University Press, 2010.

[58] M. Jackson, R. J. Dashwood, L. Christodoulou, and H. M. Flower, "Application of novel technique to examine thermomechanical processing of near beta alloy Ti-10V-2Fe-3Al," *Materials Science and Technology*, vol. 16, no. 11-12, pp. 1437–1444, 2000.

[59] T. Altan, *Cold And Hot Forging : Fundamentals And Applications.* ASM International, 2005.

[60] D. Shahriari, M. H. Sadeghi, G. R. Ebrahimi, and K. T. Kim, "Effects of lubricant and temperature on friction coefficient during hot forging of Nimonic 115 superalloy," *Kovove Materialy*, vol. 49, no. 5, pp. 375–383, 2011.

[61] A. Baldan, "Progress in Ostwald ripening theories and their applications to nickel-base superalloys. Part I : Ostwald ripening theories," *Journal of Materials Science*, vol. 37, no. 11, pp. 2171–2202, 2002.

[62] K. Huang and R. E. Logé, "A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials," *Materials and Design*, vol. 111, pp. 548–574, 2016.

[63] W. Cai and W. D. Nix, *Imperfections in Crystalline Solids.* Cambridge University Press, 2016.

[64] D. Hull and D. J. Bacon, *Indroduction to Dislocations, 4rth Edition.* Butterworth-Heinemann, 2001.

[65] D. K. Chaudhuri, D. Xie, and A. N. Lakshmanan, "The influence of stacking fault energy on the wear resistance of nickel base alloys," *Wear*, vol. 209, no. 1-2, pp. 140–152, 1997.

[66] P. C. J. Gallagher, "The influence of alloying, temperature, and related effects on the stacking fault energy," *Metallurgical Transactions*, vol. 1, no. 9, pp. 2429–2461, 1970.

[67] C. B. Carter and S. M. Holmes, "The stacking-fault energy of nickel," *Philosophical Magazine*, vol. 35, pp. 1161–1172, may 1977.

[68] L. E. Murr, *Interfacial phenomena in metals and alloys.* Addison-Wesley Pub. Co., Advanced Book Program, 1975.

[69] R. E. Schramm and R. P. Reed, "Stacking fault energies of fcc fe-Ni alloys by x-ray diffraction line profile analysis," *Metallurgical Transactions A*, vol. 7, no. 2, pp. 359–363, 1976.

[70] M.-A. Charpagne, *Evolutions de microstructure au cours du forgeage de l'alliage RENE 65.* PhD thesis, Cemef, MINES ParisTech - PSL Research University, 2016.

[71] A. M. Wusatowska-Sarnek, H. Miura, and T. Sakai, "Nucleation and microtexture development under dynamic recrystallization of copper," *Materials Science and Engineering A*, vol. 323, no. 1-2, pp. 177–186, 2002.

[72] H. Miura, T. Sakai, R. Mogawa, and J. J. Jonas, "Nucleation of dynamic recrystallization and variant selection in copper bicrystals," *Philosophical Magazine*, vol. 87, pp. 4197–4209, sep 2007.

[73] J. P. Sah, G. J. Richardson, and C. M. Sellars, "Grain-Size Effects during Dynamic Recrystallization of Nickel," *Metal Science*, vol. 8, no. 1, pp. 325–331, 1974.

[74] M. Zouari, N. Bozzolo, and R. 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*, vol. 655, pp. 408–424, 2016.

[75] D. Li, Q. Guo, S. Guo, H. Peng, and Z. Wu, "The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy," *Materials and Design*, vol. 32, no. 2, pp. 696–705, 2011.

[76] Y. Lin, X.-Y. Wu, X.-M. Chen, J. Chen, D.-X. Wen, J.-L. Zhang, and L.-T. Li, "EBSD study of a hot deformed nickel-based superalloy," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 640, pp. 101–113, aug 2015.

[77] T. Sakai, A. Belyakov, and H. Miura, "Ultrafine grain formation in ferritic stainless steel during severe plastic deformation," *Metallurgical and Materials Transactions A : Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 39, no. 9, pp. 2206–2214, 2008.

[78] F. Musin, A. Belyakov, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh, and K. Tsuzaki, "Microstructure evolution in a cast 1421Al alloy during hot equal-channel angular extrusion," *Reviews on Advanced Materials Science*, vol. 25, no. 2, pp. 107–112, 2010.

[79] 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*, vol. 58, no. 10, pp. 3624–3632, 2010.

[80] K. Chen, J. Wu, H. Shi, X. Chen, Z. Shen, M. Zhang, L. Zhang, and A. Shan, "Transition of deformation behavior and its related microstructure evolution in Nimonic 80A under hot-to-warm working," *Materials Characterization*, vol. 106, pp. 175–184, 2015.

[81] H. Saka, T. Iwata, and T. Imura, "Temperature dependence of the stacking-fault energy in pure silver," *Philosophical Magazine A : Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties*, vol. 37, no. 2, pp. 291–296, 1978.

[82] L. Kovarik, R. R. Unocic, J. Li, P. Sarosi, C. Shen, Y. Wang, and M. J. Mills, "Microtwinning and other shearing mechanisms at intermediate temperatures in Ni-based superalloys," *Progress in Materials Science*, vol. 54, no. 6, pp. 839–873, 2009.

[83] R. W. Kozar, A. Suzuki, W. W. Milligan, J. J. Schirra, M. F. Savage, and T. M. Pollock, "Strengthening mechanisms in polycrystalline multimodal nickel-base superalloys," *Metallurgical and Materials Transactions A : Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 40, no. 7, pp. 1588–1603, 2009.

[84] B. Reppich, "Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in $\gamma$' precipitating Ni-base alloys-I. Theoretical concept," *Acta Metallurgica*, vol. 30, no. 1, pp. 87–94, 1982.

[85] A. Pineau and S. D. Antolovich, "High temperature fatigue of nickel-base superalloys - A review with special emphasis on deformation modes and oxidation," *Engineering Failure Analysis*, vol. 16, no. 8, pp. 2668–2697, 2009.

[86] B. Reppich, P. Schepp, and G. Wehner, "Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in $\gamma$' precipitating nickel-base alloys-II. Experiments," *Acta Metallurgica*, vol. 30, no. 1, pp. 95–104, 1982.

[87] S. L. Semiatin, D. S. Weaver, R. C. Kramb, P. N. Fagin, M. G. Glavicic, R. L. Goetz, N. D. Frey, and M. M. Antony, "Deformation and recrystallization behavior during hot working of a coarse-grain, nickel-base superalloy ingot material," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, no. 2, pp. 679–693, 2004.

[88] J. V. Bee, A. R. Jones, and P. R. Howell, "The interaction of recrystallizing interfaces with intragranular precipitate dispersions in a nickel-base superalloy," *Journal of Materials Science*, vol. 16, no. 6, pp. 1471–1476, 1981.

[89] G. He, F. Liu, L. Huang, Z. Huang, and L. Jiang, "Microstructure evolutions and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization of a powder metallurgy Ni-based superalloy during hot compression," *Materials Science and Engineering A*, vol. 677, pp. 496–504, 2016.

[90] M. A. Charpagne, P. Vennéguès, T. Billot, J. M. Franchet, and N. Bozzolo, "Evidence of multimicrometric coherent $\gamma$' precipitates in a hot-forged $\gamma$–$\gamma$' nickel-based superalloy," *Journal of Microscopy*, vol. 263, no. 1, pp. 106–112, 2016.

[91] M. A. Charpagne, T. Billot, J. M. Franchet, and N. Bozzolo, "Heteroepitaxial recrystallization : A new mechanism discovered in a polycrystalline $\gamma$-$\gamma$' nickel based superalloy," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 688, pp. 685–694, 2016.

[92] M. Charpagne, T. Billot, J.-M. Franchet, and N. Bozzolo, "Heteroepitaxial Recrystallization Observed in René 65$^{TM}$ and Udimet 720$^{TM}$ : a New Recrystallization Mechanism Possibly Occurring in All Low Lattice Mismatch $\gamma$-$\gamma$' superalloys ?," *Superalloys 2016*, pp. 417–426, 2016.

[93] D. J. Child, G. D. West, and R. C. Thomson, "The use of combined three-dimensional electron backscatter diffraction and energy dispersive X-ray analysis to assess the characteristics of the gamma/gamma-prime microstructure in alloy 720Li$^{TM}$," *Ultramicroscopy*, vol. 114, pp. 1–10, 2012.

[94] S. Floreen and J. H. Westbrook, "Grain boundary segregation and the grain size dependence of strengh of nickel-sulfur alloys," *Acta Metallurgica*, vol. 17, no. September, pp. 1175–1181, 1969.

[95] C. T. Liu, C. L. White, and A. Horton, "Effect of boron on grain-boundaries in Ni3Al," *Acta Metallurgica*, vol. 33, no. 2, pp. 213–229, 1985.

[96] D. Tytko, P.-P. Choi, J. Klöwer, A. Kostka, G. Inden, and D. Raabe, "Microstructural evolution of a Ni-based superalloy (617B) at 700 degrees studied by electron microscopy and atom probe tomography," *Acta Materialia*, vol. 60, pp. 1731–1740, feb 2012.

[97] P. Kontis, Z. Li, D. M. Collins, J. Cormier, D. Raabe, and B. Gault, "The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys," *Scripta Materialia*, vol. 145, pp. 76–80, 2018.

[98] P. Kontis, D. M. Collins, A. J. Wilkinson, R. C. Reed, D. Raabe, and B. Gault, "Microstructural degradation of polycrystalline superalloys from oxidized carbides and implications on crack initiation," *Scripta Materialia*, vol. 147, pp. 59–63, 2018.

[99] M. J. Luton and C. M. Sellars, "Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation," *Acta Metallurgica*, vol. 17, no. 8, pp. 1033–1043, 1969.

[100] S. Mahajan and D. F. Williams, "Deformation Twinning in Metals and Alloys," *International Metallurgical Reviews*, vol. 18, no. 2, pp. 43–61, 1973.

[101] M. S. Szczerba, T. Bajor, and T. Tokarski, "Is there a critical resolved shear stress for twinning in face-centred cubic crystals ?," *Philosophical Magazine*, vol. 84, no. 3-5, pp. 481–502, 2004.

[102] J. V. Bee, A. R. Jones, and P. R. Howell, "The development of the "necklace" structure in a powder-produced nickel-base superalloy," *Journal of Materials Science*, vol. 15, no. 2, pp. 337–344, 1980.

[103] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, and J. J. Jonas, "Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions," *Progress in Materials Science*, vol. 60, no. 1, pp. 130–207, 2014.

[104] T. M. Maccagno and J. J. Jonas, "Correcting for the Effects of Static and Metadynamic Recrystallization during the Laboratory Simulation of Rod Rolling," *ISI*, vol. 34, no. 7, pp. 607–614, 1994.

[105] M. Zouari, R. Logé, and N. Bozzolo, "In Situ Characterization of Inconel 718 Post-Dynamic Recrystallization within a Scanning Electron Microscope," *Metals*, vol. 7, no. 11, p. 476, 2017.

[106] Z. Xu, G. Zhang, and T. Sakai, "Effect of carbon on static restoration of hot worked plain carbon steels," *ISIJ International*, vol. 35, no. 2, pp. 210–216, 1995.

[107] X. Yang, H. Miura, and T. Sakai, "Isochronal Annealing Behavior of Magnesium Alloy AZ31 after Hot Deformation," *Materials Transactions*, vol. 46, no. 12, pp. 2981–2987, 2005.

[108] A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, R. Kaibyshev, and K. Tsuzaki, "Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation," *Acta Materialia*, vol. 50, no. 6, pp. 1547–1557, 2002.

[109] A. Takayama, X. Yang, H. Miura, and T. Sakai, "Continuous static recrystallization in ultrafine-grained copper processed by multi-directional forging," *Materials Science and Engineering A*, vol. 478, no. 1-2, pp. 221–228, 2008.

[110] 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*, vol. 597, pp. 295–303, 2014.

[111] B. Lin, Y. Jin, C. M. Hefferan, S. F. Li, J. Lind, R. M. Suter, M. Bernacki, N. Bozzolo, A. D. Rollett, and G. S. Rohrer, "Observation of annealing twin nucleation at triple lines in nickel during grain growth," *Acta Materialia*, vol. 99, pp. 63–68, 2015.

[112] A. Gibot, "Rapport de stage : Evolutions microstructurales au cours du forgeage du René65," 2013.

[113] A. C. Leff and M. L. Taheri, “Quantitative assessment of the driving force for twin formation utilizing Nye tensor dislocation density mapping,” *Scripta Materialia*, vol. 121, pp. 14–17, 2016.

[114] G. Gottstein, “Annealing texture development by multiple twinning in f.c.c. crystals,” *Acta Metallurgica*, vol. 32, no. 7, pp. 1117–1138, 1984.

[115] M. Perez, “Gibbs-Thomson effects in phase transformations,” *Scripta Materialia*, vol. 52, pp. 709–712, apr 2005.

[116] R. D. Doherty, “Role of interfaces in kinetics of internal shape changes,” *Metal Science*, vol. 16, pp. 1–13, 1982.

[117] A. Porter and B. Ralph, “The recrystallization of nickel-base superalloys,” *Journal of Materials Science*, vol. 16, no. 3, pp. 707–713, 1981.

[118] P. R. Howell and J. V. Bee, “The interaction of recrystallising interfaces with a dispersion of $\gamma$’ in low carbon Astroloy,” in *First Risø International Symposium on Metallurgy and Materials Science*, pp. 171–176, 1980.

[119] R. W. Cahn and P. Haasen, *Physical Metallurgy, Volume I.* North Holland, 1996.

[120] V. Randle and B. Ralph, “Interactions of grain boundaries with coherent precipitates during grain growth,” *Acta Metallurgica*, vol. 34, no. 5, pp. 891–898, 1986.

[121] D. Shahriari, M. H. Sadeghi, A. Akbarzadeh, and M. Cheraghzadeh, “The influence of heat treatment and hot deformation conditions on $\gamma$’ precipitate dissolution of Nimonic 115 superalloy,” *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 45, pp. 841–850, dec 2009.

[122] A. Agnoli, M. Bernacki, R. Logé, J. M. Franchet, J. Laigo, and N. Bozzolo, “Selective Growth of Low Stored Energy Grains During $\delta$ Sub-solvus Annealing in the Inconel 718 Nickel-Based Superalloy,” *Metallurgical and Materials Transactions A : Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 46, no. 9, pp. 4405–4421, 2015.

[123] M. A. Charpagne, J. M. Franchet, and N. Bozzolo, “Overgrown grains appearing during sub-solvus heat treatment in a polycrystalline $\gamma$-$\gamma$’ Nickel-based superalloy,” *Materials and Design*, vol. 144, pp. 353–360, 2018.

[124] A. J. Ardell, “Interfacial free energies and solute diffusivities from data on Ostwald ripening,” *Interface Science*, vol. 3, no. 2, pp. 119–125, 1995.

[125] S. J. Yeom, D. Y. Yoon, and M. F. Henry, “The Morphological Changes of $\gamma$’ Precipitates in a Ni-8Al (Wt Pct) Alloy during Their Coarsening,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 24A, no. September, pp. 1975–1981, 1993.

[126] T. Miyazaki, H. Imamura, and T. Kozakai, “The formation of "$\gamma$’ precipitate doublets" in NiAl alloys and their energetic stability,” *Materials Science and Engineering*, vol. 54, no. 1, pp. 9–15, 1982.

[127] M. Doi, T. Miyazaki, and T. Wakatsuki, “The effect of elastic interaction energy on the morphology of $\gamma$’ precipitates in nickel-based alloys,” *Materials Science and Engineering*, vol. 67, no. 2, pp. 247–253, 1984.

[128] G. S. Rohrer, “Grain boundary energy anisotropy : a review,” *Journal of Materials Science*, vol. 46, pp. 5881–5895, sep 2011.

[129] A. Morawiec, “Misorientation Angle and Axis Distributions,” in *Orientations and Rotations*, pp. 115–127, Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2004.

[130] B. B. Straumal, S. A. Polyakov, E. Bischoff, W. Gust, and E. J. Mittemeijer, “Faceting of $\Sigma 3$ and $\Sigma 9$ Grain Boundaries in Copper,” *Interface Science*, vol. 9, pp. 287–292, nov 2001.

[131] B. B. Straumal, O. A. Kogtenkova, A. S. Gornakova, V. G. Sursaeva, and B. Baretzky, “Review : grain boundary faceting–roughening phenomena,” *Journal of Materials Science*, vol. 51, no. 1, pp. 382–404, 2015.

[132] H. Grimmer, W. Bollmann, and D. H. Warrington, “Coincidence-site lattices and complete pattern-shift in cubic crystals,” *Acta Crystallographica Section A*, vol. 30, pp. 197–207, mar 1974.

[133] B. Lindsley and X. Pierron, “Sub-solvus recrystallization mechanisms in UDIMET® alloy 720LI,” in *Superalloys 2000*, pp. 59–68, 2000.

[134] D. Barba, T. M. Smith, J. Miao, M. J. Mills, and R. C. Reed, “Segregation-Assisted Plasticity in Ni-Based Superalloys,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, pp. 4173–4185, sep 2018.

## Résumé

Du fait de leurs très bonnes propriétés mécaniques jusqu'à des températures approchant les 700°C, les superalliages base nickel polycristallins sont utilisés pour la fabrication de disques de turbine (ou compresseur) de moteur d'avion. La voie conventionnelle pour l'élaboration et la mise en forme de ces alliages est la voie dite «coulé-forgé». Ainsi, une première série de forgeages, appelée conversion, est appliquée au lingot coulé afin d'homogénéiser et de raffiner la microstructure. Elle aboutit à un demi-produit appelé billette qui est ensuite forgé/matricé à son tour pour obtenir l'ébauche de la pièce finale. Pour les superalliages γ-γ' avec de hautes teneurs en éléments d'alliage, il est courant que l'étape de conversion ne soit pas suffisamment efficace pour complètement homogénéiser la microstructure. C'est le cas pour l'alliage AD730$^{TM}$ récemment mis au point par la société Aubert&Duval, dont les billettes présentent des zones de grains équiaxes recristallisés et des plages restaurées caractéristiques. L'objectif de cette thèse est de comprendre comment les hétérogénéités de microstructure peuvent se résorber pendant les dernières étapes de forgeage menant à la microstructure finale. Après avoir caractérisé les hétérogénéités de microstructure présentes dans les billettes d'alliage AD730$^{TM}$, des essais thermomécaniques simulant un procédé de forgeage ont été appliqués à la billette afin de suivre l'évolution des différentes microstructures locales. Les mécanismes d'évolutions statiques (pendant les traitements thermiques) et dynamiques (pendant la déformation) des zones équiaxes et des plages restaurées ont été caractérisés par microscopie électronique à balayage, EBSD et EDS. Une attention toute particulière est portée à l'influence des précipités γ' sur ces évolutions. Notamment, une interaction front de recristallisation-précipités jusque-là très peu reportée dans la littérature et générant des précipités γ' en quasi relation de macle ou de quasi même orientation que la matrice a été étudiée en détail.



## Mots Clés

Superalliage base nickel, forgeage, microstructure, recristallisation, précipitation.



## Abstract

Due to their excellent mechanical properties at temperatures up to 700°C, polycrystalline nickel-based superalloys are widely used in aero-engine turbine (or compressor) disk manufacturing. These alloys are usually processed following the conventional "cast-and-wrought" route. During this route, the cast ingot goes through a first series of forging operations which is named "conversion". The goals of the conversion are to homogenize and refine the microstructure. It leads to a semi-finished product called billet. Then, the billet is forged again to obtain a draft of the final part. Yet, for the γ-γ' nickel-based superalloys with high contents in alloying elements, it is common that the conversion process does not succeed in fully homogenizing the microstructure. Such is the case of the alloy AD730$^{TM}$ which has been recently developed by the Aubert&Duval Company. Indeed, the AD730$^{TM}$ billets show both recrystallized equiaxed areas and characteristic recovered areas. The objective of the current PhD thesis is to understand how such microstructural heterogeneities can disappear during the last forging operations which lead to the final microstructure. First, the microstructural heterogeneities found in the AD730$^{TM}$ billets have been characterized. Then, thermomechanical tests which aimed at simulating a forging process have been performed on billet samples in order to follow the evolutions of each local microstructure. The static (during thermal treatments) and dynamic (during deformation) evolutions of both equiaxed and recovered areas have been characterized using scanning electron microscopy, EBSD and EDS. A special attention has been paid to the influence of the γ' precipitates on those evolutions. In particular, a specific interaction between the recrystallization front and γ' precipitates have been studied in detail. This interaction, which has been weakly reported in literature so far, produces γ' precipitates with either an imperfect twin orientation relationship to the matrix or an imperfect cube-cube orientation relationship to the matrix.



## Keywords

Nickel-based superalloy, forging, microstructure, recrystallization, precipitation.