



HAL
open science

Microstructure et propriétés de l'Inconel 718 DA forgé en presse à vis dans le domaine subsolvus δ

Alexis Nicolay

► **To cite this version:**

Alexis Nicolay. Microstructure et propriétés de l'Inconel 718 DA forgé en presse à vis dans le domaine subsolvus δ . Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2019. Français. NNT : 2019PSLEM067 . tel-02859830

HAL Id: tel-02859830

<https://pastel.hal.science/tel-02859830>

Submitted on 8 Jun 2020

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 PSL

Préparée à MINES ParisTech

**Microstructure et propriétés de l'Inconel 718 DA forgé
en presse à vis dans le domaine subsolvus δ**

Soutenue par

Alexis NICOLAÏ

Le 21 novembre 2019

Ecole doctorale n° 364

**Sciences Fondamentales et
Appliquées**

Spécialité

**Mécanique Numérique et
Matériaux**

Composition du jury :

Roland, LOGÉ Professeur, EPFL	<i>Président</i>
Brigitte, BACROIX Professeur, Université Paris 13	<i>Rapporteur</i>
Denis, DELAGNES Professeur, IMT Mines Albi	<i>Rapporteur</i>
Jonathan, CORMIER Docteur, ISAE-ENSMA	<i>Examineur</i>
Nathalie, BOZZOLO Professeur, MINES ParisTech	<i>Directeur de thèse</i>
Jean-Michel, FRANCHET Ingénieur, SafranTech	<i>Invité</i>

Remerciements

Tout d'abord je souhaiterais exprimer toute ma reconnaissance envers le groupe Safran, dans son ensemble, qui m'a accordé une pleine confiance pour mener à bien ce projet d'envergure.

J'aimerais également formuler toute ma gratitude aux différents laboratoires de recherche qui m'ont accueilli tout au long de ces trois années de thèse et en premier lieu à mon laboratoire d'accueil, le CEMEF (Mines ParisTech), qui a mis en œuvre tous les moyens humains et matériels nécessaires à la mise en place d'excellentes conditions de travail. Je voudrais aussi exprimer mes remerciements les plus profonds à deux autres laboratoires, l'institut P' (ISEA-ENSMA) et le LMTM (EPFL), dans lesquels j'ai eu l'opportunité de me rendre à plusieurs reprises. A chacune de mes visites, un accueil de très grande qualité, doublé d'une convivialité non feinte, m'ont toujours été accordés.

Bien entendu, je tiens aussi à manifester ma plus sincère et chaleureuse reconnaissance, envers mes encadrants académiques Nathalie BOZZOLO et Jonathan CORMIER, ainsi qu'envers mon encadrant industriel Jean-Michel FRANCHET. Merci à vous trois pour votre disponibilité sans faille, pour vos précieux conseils, pour m'avoir fait profiter de votre expertise, mais surtout un immense merci pour m'avoir transmis votre passion.

Les résultats qui sont présentés dans ce manuscrit sont exclusivement le fruit de travaux de nature expérimentale ; ils n'auraient pu être obtenus sans un soutien technique de qualité. Pour cette raison, je remercie sincèrement Suzanne JACOMET (CEMEF), Gilbert FIORUCCI (CEMEF), Cyrille Collin (CEMEF), ainsi que Mathijs VAN DER MEER (LMTM). Vous m'avez été d'une aide précieuse et évoluer à vos côtés à été un réel plaisir.

J'adresse également un grand merci à mes collègues doctorants et post-doctorants les plus proches, qui ont rendu ces trois années de thèse encore plus belles et donc plus faciles à vivre : Julien, Romane, Suzanne, Malik, Inès, Sébastien, Karen, Brayan, Baptiste, Juhi, Anthony et Jules. Avant tout merci pour votre soutien inconditionnel, mais aussi pour tous les moments de franche rigolade et de détente que nous avons pu connaître au fil du temps. J'en profite également pour remercier les doctorants de l'institut P' aussi impliqués dans la chaire OPALE : Adèle, François, Nicolas, Marco. Ce fût toujours un plaisir de vous retrouver, que ce soit lors des diverses réunions OPALE ou lors de mes séjours à l'institut P'.

Je remercie également le club de roller hockey « Les Nounours » dans son intégralité pour les innombrables et merveilleux moments passés au sein de cette association sportive. J'adresse toutefois une mention spéciale à Bertrand, Henri, Joan, Ludovic et Milan. Grâce à vous j'ai pu m' évader un peu et me changer les idées au cours de ces trois années très soutenues. Vous avez totalement contribué à embellir celles-ci.

Je remercie également ma famille qui m'a continuellement soutenu durant cette thèse, et tout particulièrement mes parents, pour leur inconditionnelle confiance dans les différents choix que j'ai eu à faire tout au long de mon parcours scolaire. Merci de m'avoir laissé décider librement du chemin que je voulais emprunter et de vos encouragements à chaque étape de cette longue

route.

Enfin, je terminerais cette série de remerciements en adressant ceux qui me tiennent le plus à coeur à Léa, ma compagne et future épouse. Elle qui a vécu tout aussi intensément que moi ces trois années de thèse. Je la remercie pour sa patience, son écoute, mais également pour avoir accepté mes absences à répétition au cours de mes séjours à l'institut P' et à l'EPFL.

Ces trois années de thèse s'étant en majeure partie déroulées au CEMEF sur le site de Sophia Antipolis à Antibes, je conclurais en citant cet écrivain et poète Antibois qu'était Jacques AUDIBERTI : « Seuls ceux qui osent s'accordent le droit de réussir »

Table des matières

Introduction	1
1 Contexte et objectifs	3
1.1 Contexte industriel	3
1.1.1 Généralités	3
1.1.2 Propriétés mécaniques recherchées sur les disques de turbine	4
1.1.3 L'alliage Inconel 718	5
1.1.4 Procédé d'obtention des disques	7
1.2 Évolutions microstructurales au cours des étapes de forgeage	12
1.2.1 Recristallisation dynamique et post-dynamique	12
1.2.2 Forces thermodynamiques mises en jeu pour la croissance des grains recristallisés	16
1.2.3 Le forgeage en presse à vis	18
1.3 Objectifs de la thèse et plan du manuscrit	21
I Aspects expérimentaux et méthodologies	23
2 Méthodes d'analyses microstructurales	25
2.1 Microscopie électronique à balayage	25
2.1.1 Préparation des échantillons	25
2.1.2 Analyses EBSD : « Electron BackScatter Diffraction »	26
2.1.3 Quantification de la phase δ	32
2.1.4 Caractérisation de la précipitation fine	33
2.1.5 Imagerie par contraste de canalisation d'électrons (ECCI : « Electron Channeling Contrast Imaging »)	37
2.2 Discrimination des grains DRX et PDRX sur base des données EBSD	40
2.2.1 Stratégie adoptée	40
2.2.2 Approche qualitative	44
2.2.3 Approche quantitative	53
2.2.4 Évaluation des fractions DRX et PDRX dans le cas des microstructures trempées rapidement après déformation	57
3 Essais thermomécaniques	59
3.1 Échantillonnage et microstructure initiale pour les essais de compression	60
3.1.1 Billette industrielle et zone de prélèvement	60
3.1.2 Microstructure initiale	62
3.2 Mise en œuvre des essais de compression	63
3.2.1 Historique thermomécanique	63
3.2.2 Moyens techniques	64
3.2.3 Paramétrage et simulation des essais	70

3.2.4	Auto-échauffement	74
3.3	Approche double passe pour le régime post-dynamique	77
3.3.1	Principe	77
3.3.2	Exemple d'application à haute vitesse ($\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$)	81
3.4	Mise en œuvre des essais de traction et de fluage	85
3.4.1	Essais de traction	86
3.4.2	Essais de fluage	88
Conclusion		89
 II Évolutions microstructurales en mise en forme		 93
4	Influence de la vitesse de déformation sur les évolutions microstructurales	95
4.1	Recristallisation en régime dynamique (DRX)	95
4.1.1	Cinétique DRX obtenue à partir des échantillons trempés directement après déformation	95
4.1.2	Analyse des courbes contrainte - déformation	100
4.2	Recristallisation en régime post-dynamique (PDRX)	103
4.2.1	Cinétiques PDRX obtenues à partir des échantillons maintenus en température après déformation	103
4.2.2	Force motrice pour la PDRX	107
4.2.3	Recristallisation statique (SRX) et métadynamique (MDRX)	108
4.3	Particules de phase δ	109
4.3.1	Interactions possibles entre recristallisation et particules δ	109
4.3.2	Évolutions de la phase δ en fonction de la vitesse de déformation	111
4.3.3	Pouvoir d'ancrage des particules δ	114
4.4	Évolutions microstructurales pour des vitesses plus représentatives du forgeage en presse à vis	117
4.4.1	Essais Gleeble 3800 jusque $\dot{\epsilon} = 50 \text{ s}^{-1}$	117
4.4.2	Microstructures industrielles	121
5	Influence du mode de chauffage sur les évolutions microstructurales	129
5.1	Mise en évidence de l'influence du chauffage par effet Joule sur les phénomènes de recristallisation dans l'Inconel 718	130
5.1.1	Sur la recristallisation statique	130
5.1.2	Sur les cinétiques de recristallisation dynamique	136
5.2	Origine de l'influence du chauffage par effet Joule sur les cinétiques de recristallisation : discussion	149
5.2.1	H1 : Différentes microstructures initiales ?	149
5.2.2	H2 : Gradient de température radial ?	152
5.2.3	H3 : Interactions entre les électrons et les éléments de la microstructure ?	161
Conclusion		163
 III Relations microstructure - propriétés		 167
6	Propriétés mécaniques des pièces industrielles	169
6.1	Vue d'ensemble des propriétés obtenues sur les pièces forgées en Inconel 718 traitées DA	169

6.1.1	Propriétés en traction	169
6.1.2	Propriétés en fluage	176
6.1.3	Comparaison entre le forgeage en presse à vis et le forgeage conventionnel en presse hydraulique	184
6.2	Influence des caractéristiques microstructurales	185
6.2.1	Caractéristiques microstructurales et mécaniques des éprouvettes d'intérêt	185
6.2.2	Influence de la taille de grains	192
6.2.3	Influence de la précipitation δ	196
6.2.4	Influence de l'écroissage résiduel de forgeage	204
6.3	Durcissement structural γ''	209
6.3.1	Éléments de bibliographie	209
6.3.2	Influence de la précipitation δ et de l'écroissage résiduel sur le pouvoir durcissant du γ''	213
6.4	L'effet du traitement Direct Ageing (DA)	221
6.4.1	Impact d'une mise en solution avant le vieillissement sur les propriétés en traction et en fluage	221
6.4.2	Évolutions microstructurales au cours de l'étape de mise en solution et relations avec les propriétés mécaniques	223
Conclusion		227
Synthèse, perspectives, et conclusion générale		229
Communications scientifiques		235
A Modélisation du profil de température radial dans les éprouvettes cylindriques chauffées sur la Gleeble 3800		237
A.1	Système et hypothèses considérés	237
A.2	Établissement de l'équation $T(r)$ en régime stationnaire	238

Introduction

Cette thèse s'inscrit dans le cadre de la chaire industrielle ANR-SAFRAN OPALE qui est dédiée à l'optimisation des propriétés d'emplois des superalliages à base nickel polycristallins par le contrôle de la microstructure issue de la mise en forme. Elle a, de plus, bénéficié d'un financement CIFRE.

Plus particulièrement, les travaux présentés dans la suite de ce manuscrit s'intéressent au forgeage en presse à vis des disques en Inconel 718 qui composent les moteurs d'avion. Ces travaux ont pour vocation d'évaluer ce mode de forgeage vis à vis de celui qui est conventionnellement employé pour la fabrication de telles pièces : le forgeage en presse hydraulique. Contrairement au forgeage conventionnel, le forgeage en presse à vis est réalisé à des vitesses bien plus élevées (au minimum 10 à 100 fois supérieures à celles du forgeage en presse hydraulique).

Pour évaluer la viabilité d'employer ce mode de forgeage pour la fabrication des pièces industrielles aéronautiques, les propriétés mécaniques qui en découlent sont incontestablement à considérer avec la plus grande importance. Il s'agit donc d'identifier dans quelles mesures l'obtention des disques par ce type de forgeage peut impacter les propriétés mécaniques des pièces forgées, et si possible, d'en expliquer les origines. Puisque propriétés mécaniques et microstructures sont intimement liées, la compréhension de la sensibilité des propriétés mécaniques au mode de forgeage (autrement dit, à la vitesse de forgeage), passe obligatoirement par une bonne compréhension des évolutions de microstructure qui interviennent pendant cette opération.

En d'autres termes, l'objectif général de cette thèse est donc d'identifier l'influence du mode de forgeage (i.e. de la vitesse de déformation) sur les évolutions de microstructure et les conséquences qu'elles ont sur les propriétés mécaniques des pièces résultantes.

Après une présentation beaucoup plus détaillée du contexte et des objectifs de ces travaux de thèse au chapitre 1, ce manuscrit se structure en 3 parties :

- La première partie est entièrement dédiée aux aspects expérimentaux et aux différentes méthodes employées pour répondre à la problématique générale de cette thèse (chapitres 2 et 3).
- La seconde partie traite des relations procédés - microstructure. Il s'agit dans cette partie d'identifier les évolutions de microstructure qui interviennent au cours de la mise en forme en fonction du type de forgeage opéré, autrement dit, en fonction de la vitesse de déformation (chapitres 4 et 5).
- Enfin, la dernière partie s'intéresse aux relations microstructure - propriétés. L'influence des caractéristiques de la microstructure sur les propriétés mécaniques est évaluée au travers d'essais sur des pièces industrielles forgées en presse à vis et en presse hydraulique (chapitre 6).

Sur base des résultats présentés tout au long de ce manuscrit, l'alternative au forgeage conventionnel que représente le forgeage en presse à vis sera discutée dans la conclusion générale de ce manuscrit.

Chapitre 1

Contexte et objectifs

1.1 Contexte industriel

1.1.1 Généralités

Dans l'industrie aéronautique, les motoristes tels que Safran, cherchent constamment à améliorer la tenue en service de leurs composants. En effet, ces améliorations permettent, d'une part, d'augmenter la durée de vie de ces composants, donc de diminuer la fréquence des opérations de maintenance, et, d'autre part, de réduire la consommation énergétique des moteurs en élevant leur température de fonctionnement, ce qui contribue à réduire l'impact écologique du transport aérien.

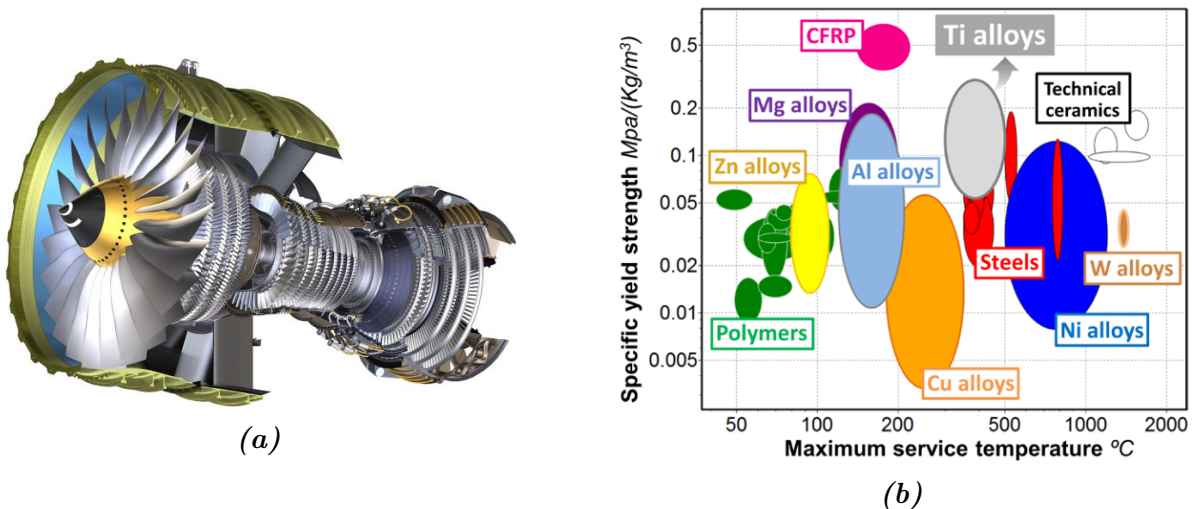


Figure 1.1 – a) Moteur d'avion civil. Il s'agit ici du modèle Leap-1B qui a été développé conjointement par Safran et General Electric (GE) pour équiper l'avion Boeing 737 MAX. b) Répartition de différentes familles de matériaux dans un digramme prenant en compte la température maximale d'utilisation et la limite d'élasticité spécifique (limite d'élasticité divisée par la densité). Ce diagramme est tiré de [1].

Les conditions de sollicitation des pièces à l'intérieur des moteurs d'avion tel que celui illustré en **Figure 1.1a** sont extrêmement sévères. Celles-ci sont sollicitées de manière cyclique pendant des temps prolongés, et ce, à des températures élevées. D'un point de vue mécanique, il est donc nécessaire pour les matériaux utilisés d'être dotés de bonnes propriétés à la fois en fluage, mais aussi en traction et fatigue à haute température. D'autre part, il est primordial que ces matériaux puissent résister à l'environnement agressif dans lequel ils évoluent, et doivent pouvoir résister à l'oxydation et la corrosion. Comme le confirme la **Figure 1.1b**, les superalliages à

base nickel sont des matériaux répondant très bien à ce cahier des charges. Ils sont d'ailleurs largement utilisés pour la fabrication des pièces situées dans les parties les plus chaudes des turboréacteurs (notamment les disques de turbine) où la température peut atteindre jusque 650°C ¹ (voir **Figure 1.2**). Parmi eux, l'alliage Inconel 718 est, actuellement, le plus employé pour la fabrication des disques de moteurs civils puisqu'il représente, à lui seul, environ un tiers de la masse d'un moteur [2]. Il s'agit du matériau sur lequel les travaux de thèse qui sont rapportés par la suite s'appliquent.

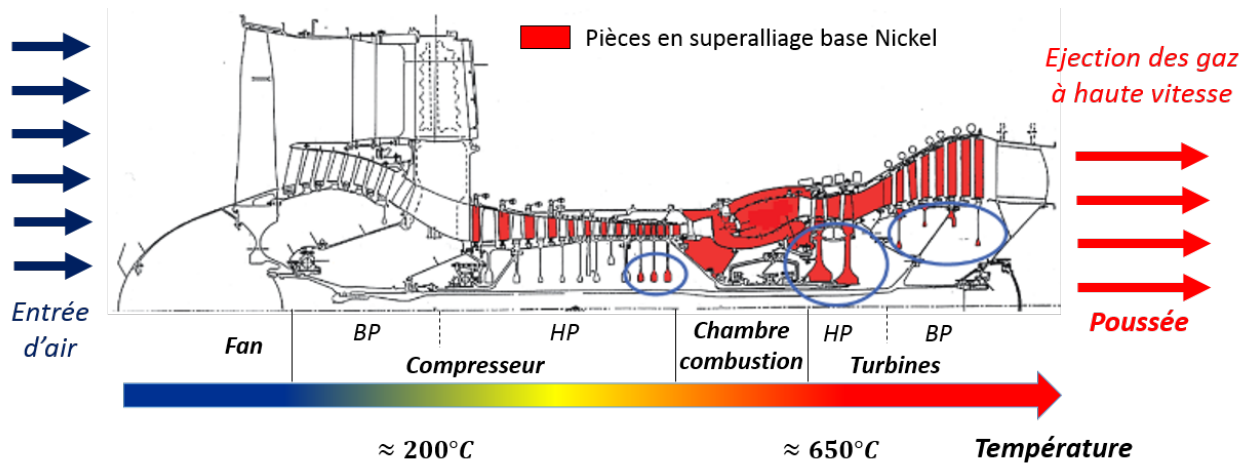


Figure 1.2 – Vue en coupe simplifiée d'un moteur d'avion adaptée des travaux de Locq et al. [3]. Sur cette coupe, les pièces en superalliage à base nickel, dont les disques ont été entourés, sont représentées en rouge. Les différentes parties du moteur auxquelles il est fait référence dans le texte sont aussi identifiées. On note ici que l'axe de température des pièces est donné à titre indicatif et n'est pas adapté aux températures atteintes dans la chambre de combustion ou pour les aubages.

Les disques, en périphérie desquels sont fixées les aubes, font partie des pièces tournantes qui composent un moteur d'avion. En fonction de la partie du moteur dans laquelle ils se situent (voir **Figure 1.2**), ces disques ont des fonctions différentes. Les disques du compresseur ont pour rôle d'amener l'air aspiré dans des conditions optimales de pression et de température à l'entrée de la chambre de combustion, au-delà de laquelle l'expulsion des gaz à haute vitesse génère la poussée. A la sortie de la chambre de combustion, une partie des gaz éjectés va entraîner en rotation les disques de turbine haute pression et basse pression (HP et BP) qui vont, en partie, permettre d'entretenir la rotation de la soufflante (ou Fan) et des disques du compresseur.

1.1.2 Propriétés mécaniques recherchées sur les disques de turbine

Les disques de turbine sont sujets à des chargements mécaniques complexes, notamment en raison de leur géométrie (elle-même complexe), de la combinaison des sollicitations qui s'appliquent dans certaines zones, mais également du gradient de température qui existe en fonctionnement entre le centre (alésage) et la périphérie (jante ou couronne extérieure). Industriellement, de nombreuses exigences vis à vis des propriétés mécaniques en service de ces disques guident donc leur conception. On distingue trois modes de sollicitation majeurs, qui sont dimensionnant ou non en fonction de la zone du disque considérée (**Figure 1.3**) :

1. Une telle température est atteinte pour les disques mais pas pour les aubages ou l'anneau labyrinthe qui sont eux aussi en base nickel.

- **La traction** : elle est dimensionnante dans les zones centrales des disques, au niveau de l'alésage, là où la température est relativement basse (typiquement entre 300 °C et 500 °C) par rapport à la celle maximale (≈ 650 °C) atteinte au niveau de la couronne extérieure (ou jante). Une des principales contraintes (si ce n'est la principale) fixée par le cahier des charges concerne la résistance à l'éclatement des disques. L'éclatement d'un disque, qui pourrait avoir des conséquences dramatiques s'il intervenait en plein vol, est effectivement strictement interdit. Puisque la résistance à l'éclatement est directement reliée à la résistance ultime du matériau (ou résistance mécanique), de bonnes propriétés en traction sont donc recherchées.
- **Le fluage** : il est dimensionnant dans les zones où la température est la plus élevée, c'est-à-dire en périphérie. De bonnes propriétés en fluage sont effectivement requises afin de garantir le maintien dimensionnel des disques et éviter ainsi tout problème géométrique (frottement des aubes sur le carter dû au « gonflement » des disques par exemple...).
- **La fatigue** : elle est liée aux sollicitations cycliques imposées par les vibrations où encore par l'enchaînement des cycles de vol. Ce mode de sollicitation est dimensionnant dans toutes les zones des disques.

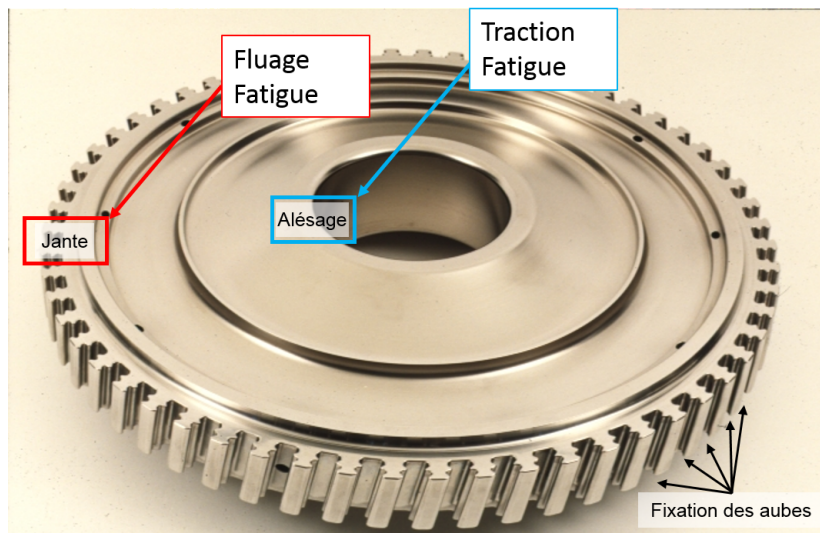


Figure 1.3 – *Disque de turbine haute pression avec identification des sollicitations dimensionnantes dans certaines zones (alésage et jante).*

Afin de garantir le respect du cahier des charges, de bonnes propriétés en traction, en fatigue, mais également en fluage sont donc recherchées, et ce sur une plage de température qui s'étend de l'ambiante à la température maximale d'utilisation (650 °C). Pour un alliage donné, l'ensemble de ces propriétés mécaniques sont très sensibles à sa microstructure qui va elle-même dépendre du ou des procédé(s) mis en œuvre pour sa fabrication. L'enjeu scientifique de l'étude des relations microstructures-propriétés est donc de la plus grande importance. La bonne compréhension des liens existants entre les caractéristiques d'une microstructure et ses propriétés mécaniques permet notamment de pouvoir adapter le procédé de fabrication des pièces pour obtenir les caractéristiques microstructurales qui permettent d'atteindre les nombreuses spécifications du cahier des charges.

1.1.3 L'alliage Inconel 718

L'Inconel 718 est un superalliage base nickel largement utilisé depuis maintenant plusieurs dizaines d'années, notamment pour des applications hautes températures dans le domaine aéronautique. Élaboré en 1962 par Herb Eiselstein pour la société Huntington Alloy [4], sa première

utilisation pour des pièces de moteur d'avion a suivi de peu. La métallurgie de cet alliage est, de ce fait, désormais bien connue. Un exemple typique de la microstructure de l'Inconel 718 à température d'utilisation est donné en **Figure 1.4**. A température d'utilisation, l'alliage est composé de plusieurs phases :

- La matrice austénitique γ (de structure cubique à faces centrées) constitue la structure granulaire de l'alliage.
- Des précipités de phase intermétallique δ (de structure orthorhombique DO_a et de chimie Ni_3Nb) semi-cohérents avec la matrice selon les relations d'épitaxie $(010)_\delta // \{111\}_\gamma$ et $[100]_\delta // \langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma$ [5] sont généralement situés le long des joints de grains sous forme de plaquettes comme illustré sur la **Figure 1.4a**, mais peuvent également se présenter sous forme globulaire en fonction de l'historique thermomécanique de l'alliage [6, 7].
- Des précipités de phase γ'' (de structure quadratique centrée DO_{22} et de chimie Ni_3Nb) assurent en grande partie le durcissement par précipitation (ou durcissement structural) de l'alliage. Cette phase précipite de manière cohérente dans la matrice γ selon les relations d'épitaxie suivantes $\{100\}_{\gamma''} // \{100\}_\gamma$ et $[001]_{\gamma''} // \langle 001 \rangle_\gamma$. La phase γ'' est métastable et tend à évoluer vers sa forme stable pour des temps d'exposition prolongés à température d'utilisation ($\approx 650^\circ C$), la phase δ [8, 9]. C'est essentiellement cette transformation de phase qui limite la température d'utilisation de l'alliage à $650^\circ C$ au maximum.
- Des précipités de phase γ' (de structure cubique simple $L1_2$ et de chimie $Ni_3(Ti, Al)$) sont présents sous forme d'une dispersion fine de particules intragranulaires sphériques (voir **Figure 1.4b**), mais ne contribuent que faiblement au durcissement de l'alliage par rapport à la phase γ'' [10].
- Des carbures primaires de type MC (carbure de niobium ou de titane) issus de la solidification et de carbures secondaires de type M_6C précipités au cours des traitements thermiques ultérieurs sont présents en faibles quantités et de manière isolée dans la microstructure. Ils n'ont donc pas d'influence significative sur les évolutions microstructurales intervenant durant les étapes de forgeage. Cependant, ils ont un impact non négligeable sur les propriétés mécaniques de l'alliage, notamment sur sa durabilité en fatigue [11, 12].

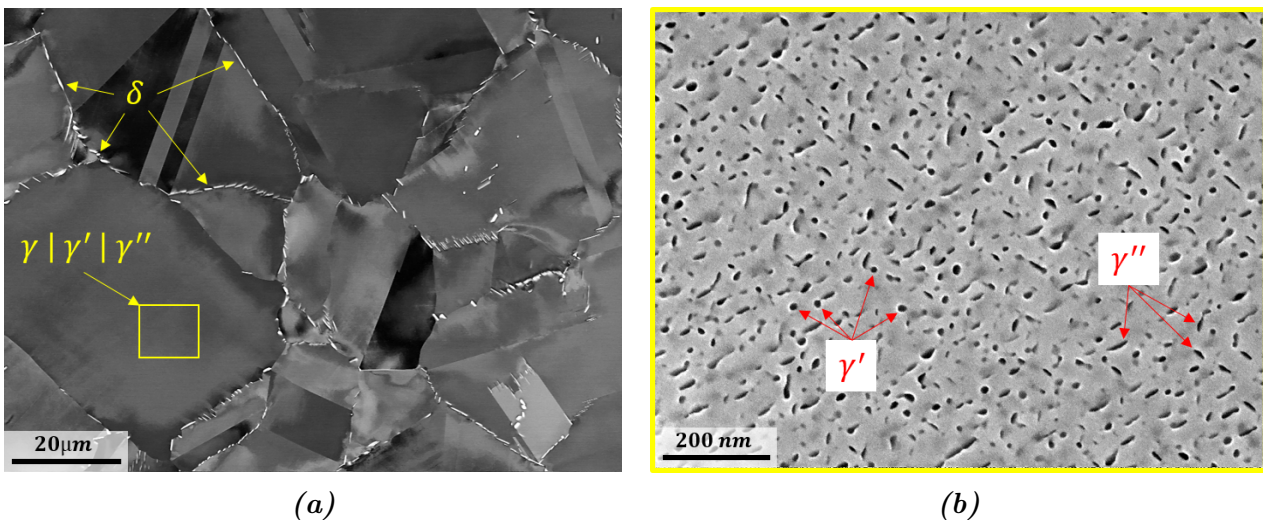


Figure 1.4 – a) Microstructure de l'Inconel 718 à température d'utilisation (jusqu'à $650^\circ C$) avec identification et répartition des phases γ , δ , γ' , γ'' . b) Mise en évidence de la précipitation fine intragranulaire γ'/γ'' dans une zone telle que celle identifiée par le rectangle jaune sur a).

1.1.4 Procédé d'obtention des disques

Les principales étapes d'obtention d'un disque en Inconel 718, du semi-produit initial (la billette) à la pièce finie, sont schématisées sur la **Figure 1.5**. Parmi elles, l'étape de forgeage consiste à mettre en forme, par le biais de plusieurs déformations successives, un lopin (morceau de billette) ayant été préalablement chauffé (étapes 1 et 2 sur la **Figure 1.5**).

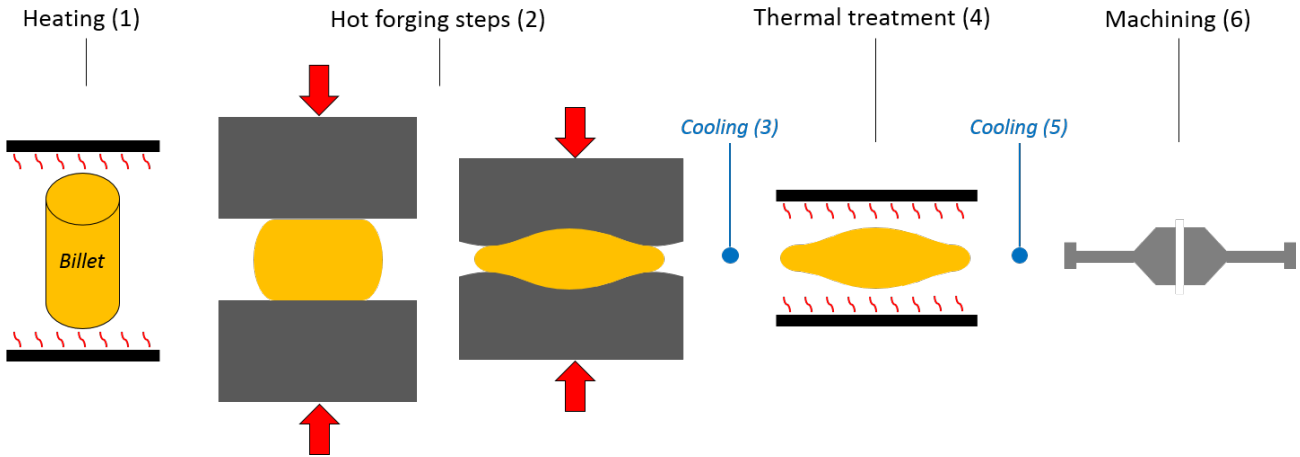


Figure 1.5 – Schéma regroupant les différentes étapes d'obtention d'un disque en Inconel 718 (et en superalliage base nickel de manière générale).

Pour mettre en forme l'Inconel 718, il est nécessaire que les phases durcissantes de l'alliage soient dissoutes de façon à ne pas atteindre des efforts excessifs. Celui-ci doit donc être amené à une température supérieure au solvus γ'' (et donc supérieure au solvus γ'). Cependant, la fenêtre de température de forgeage de cet alliage, illustrée sur la **Figure 1.6**, reste relativement large. Elle s'étend de la température du solvus γ'' à la température de fusion commençante de l'alliage ($T = 1150^\circ\text{C}$ selon Lewandowski et al. [13]) et les deux seules phases pouvant être présentes sont les phases γ et δ , plus quelques carbures. On différencie alors deux gammes de températures de forgeage pour l'Inconel 718 :

- la gamme de températures [940°C ; $\approx 1025^\circ\text{C}$], pour laquelle les particules δ sont présentes dans la microstructure. On parle alors de **forgeage subsolvus**². Dans le cadre de ces travaux de thèse, c'est principalement ce type de forgeage qui a été investigué.
- la gamme de températures [$\approx 1025^\circ\text{C}$; 1150°C], pour laquelle il n'y a pas de particules δ présentes dans la microstructure. On parle alors de **forgeage supersolvus**¹.

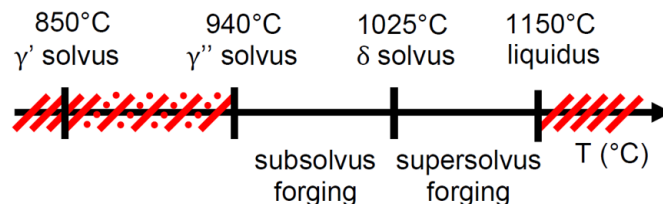


Figure 1.6 – Fenêtres de températures de forgeage de l'Inconel 718 proposée par De Jaeger et al. [14].

2. Par abus de langage. Plus rigoureusement, on devrait parler de forgeage subsolvus δ ou supersolvus δ .

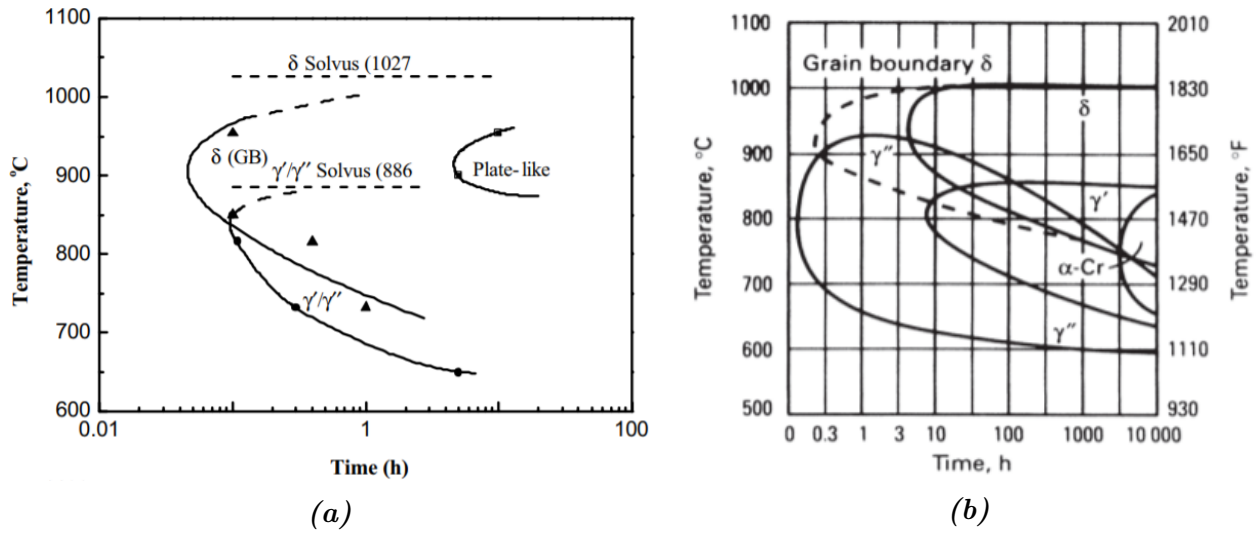


Figure 1.7 – Diagramme TTT de l’Inconel 718 a) selon Xie et al. [15] pour une teneur massique en niobium de 5,1%, b) rapporté par Brooks dans [16] (teneur en niobium non communiquée). Il est noté que la position des domaines représentés sur ces diagrammes est également fonction de l’historique thermomécanique de la matière comme l’ont par exemple montré Suave et al. dans le cas de l’Inconel 625 [17].

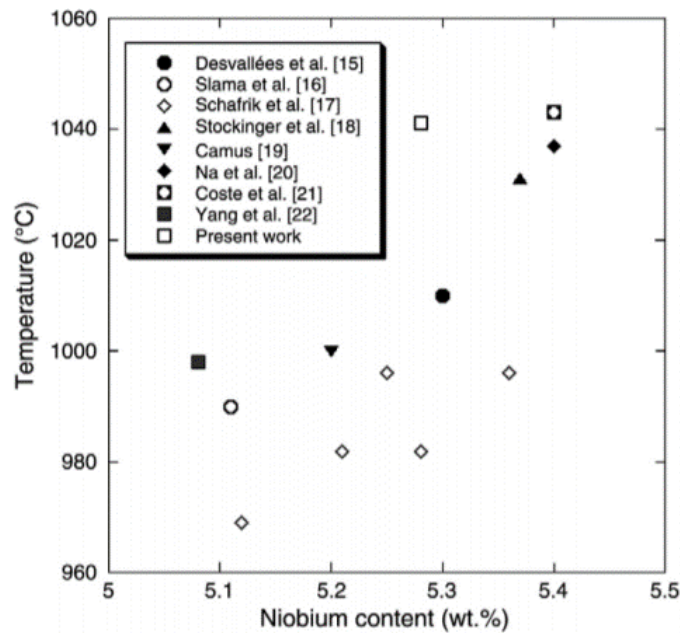


Figure 1.8 – Diagramme rapporté par Niang et al. [18] représentant l’évolution de la température du solvus δ en fonction de la teneur en niobium (%massique) obtenu en intégrant les résultats de plusieurs travaux issus de la littérature. La numérotation des références affichées en légende de ce graphe est celle de l’article original [18]. Il n’existe aucun lien avec la numérotation des références dans ce manuscrit.

Il est important de noter que les températures de solvus des différentes phases estimées dans la littérature peuvent varier sensiblement, comme en témoignent les diagrammes Temps-Température-Transformation (diagrammes TTT) de la **Figure 1.7** obtenus pour l’Inconel 718 dans différentes études. Ces différences observées trouvent probablement leur origine dans la composition chimique des nuances d’Inconel 718 utilisées pour ces études, notamment leur teneur en niobium. Niang et al. [18] ont en effet montré que la température de solvus δ est

directement liée à la teneur en niobium de l’alliage comme illustré sur la **Figure 1.8**. Même si cette figure qui synthétise un bon nombre de résultats de la littérature traduit bien le fait que la température du solvus de la phase δ T_{solvus}^{δ} augmente avec la teneur en niobium de l’alliage, il faut souligner qu’elle fait aussi ressortir une dispersion importante de T_{solvus}^{δ} en fonction de cette teneur en niobium. Dans ses travaux de thèse, Niang [19] rapporte que l’évolution de T_{solvus}^{δ} (en °C) en fonction de la teneur en niobium %Nb peut être décrite par l’équation **1.1**, établie plus tôt par Coste [7] pour un pourcentage massique de niobium %Nb $\in [4, 19; 5, 41]$.

$$T_{solvus}^{\delta} = \frac{-55000}{R \ln \left(\frac{\%Nb}{822} \right)} - 273 \quad (1.1)$$

avec :

R : la constante universelle des gaz parfaits, $R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$

Les bornes des domaines de forgeage définies par De Jaeger et al. [14] en **Figure 1.6** sont donc à relativiser et sont ici présentées uniquement dans le but d’illustrer les deux domaines de forgeage.

Sous l’influence des phénomènes de recristallisation intervenant au cours de cette étape (voir section 1.2.1), le forgeage conditionne la microstructure finale de la pièce, en particulier la taille de grains. Il s’agit donc d’une étape cruciale du procédé d’obtention des disques. Puisque propriétés mécaniques et microstructures sont intimement liées, le contrôle des propriétés mécaniques passe donc par la maîtrise des évolutions microstructurales se produisant au cours de la mise en forme, et notamment par la maîtrise de la taille de grains finale.

La taille de grains est en effet connue pour impacter fortement les propriétés mécaniques. C’est notamment ce que transcrit, pour les propriétés en traction, la relation de Hall-Petch [20, 21] selon laquelle une microstructure de taille de grains moyenne $\overline{\phi_{eq}}$ plus fine engendrera une limite d’élasticité σ_y plus élevée (**équation 1.2**).

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{\overline{\phi_{eq}}}} \quad (1.2)$$

avec :

σ_0 et k : des constantes

Puisque les propriétés en fatigue sont directement liées à celles en traction [22], une taille de grains plus petite leur est également plus favorable, comme rapporté par Pieraggi et al. [23] pour l’Inconel 718. Cette tendance n’est cependant plus vraie pour les propriétés en fluage pour lesquelles une microstructure plus grossière devient généralement plus avantageuse ; les travaux cités précédemment [23] l’ont d’ailleurs mis en évidence dans le cas de l’Inconel 718. Le schéma présenté sur la **Figure 1.9** illustre très bien la dépendance à la taille de grains des propriétés mécaniques discutées ici, et met en évidence un des dilemmes auquel il faut faire face pour respecter le cahier des charges vis-à-vis des trois modes principaux de sollicitation des disques (traction, fatigue, fluage). Le bon compromis sur la taille de grains est généralement ce qui fixe le critère à respecter pour l’acceptation des pièces industrielles³, de façon à atteindre les différentes propriétés visées.

3. La taille de grains est contrôlée dans différentes zones sur les pièces forgées pour décider si le disque peut poursuivre le process ou s’il est rebuté.

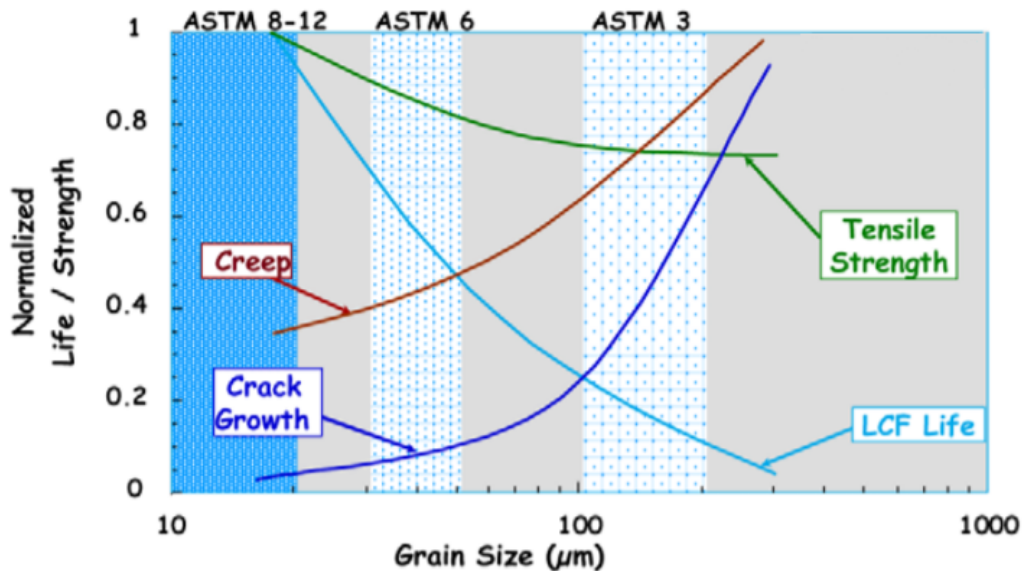


Figure 1.9 – Impact de la taille de grains sur les propriétés mécaniques d'un superalliage à base nickel. Ce schéma extrait de la littérature [24] s'appuie sur des données réelles. L'ASTM est un indice de taille de grains défini par une norme utilisée en industrie (voir chapitre 2 section 2.1.2).

À ce stade du procédé d'obtention d'un disque, la structure granulaire de la microstructure, autrement dit la taille de grains, est fixée⁴. La préforme obtenue à l'issue du forgeage (aussi appelée « brut de forge ») subit ensuite des traitements thermiques permettant notamment la précipitation de phases durcissantes, γ' et γ'' dans l'Inconel 718. Cette précipitation fine, dont les propriétés ont été présentées plus en détails en section 1.1.3, apporte un effet durcissant supplémentaire à l'alliage par rapport au simple durcissement par effet Hall-Petch, lui-même fixé par la taille de grains lors du forgeage. On distingue deux séquences différentes de traitements thermiques appliquées aux disques en Inconel 718 (voir **Figure 1.10**) :

- Une séquence classique (traitement standard noté SA), constituée d'un premier traitement de mise en solution (MES) partielle de la phase δ à 955 °C pendant 1 heure suivi du traitement de vieillissement de 18 heures (un premier palier de 8 heures à 720 °C, une diminution progressive de la température jusque 620 °C en 2 heures, puis un second palier de 8 heures à 620 °C). Ce traitement thermique de vieillissement est aussi connu sous le nom de « traitement aéronautique » et optimise la précipitation des phases durcissantes γ' et γ'' .
- Une séquence dite « Direct Ageing » pour laquelle le traitement aéronautique est réalisé directement à la suite du forgeage, sans passer par un traitement de MES. Dans ce cas, on parlera d'Inconel 718 DA. En s'épargnant de l'étape de MES, l'objectif affiché du traitement DA est de conserver de l'érouissage résiduel provenant des étapes de forgeage (notamment du fait de la recristallisation dynamique, présentée en section 1.2.1). Plusieurs études ont notamment montré l'intérêt de passer par ce traitement du point de vue des propriétés mécaniques, en particuliers pour la traction et la fatigue [2, 25–29]. Notons également que le recours à une telle séquence pour le traitement des pièces présente un avantage économique par rapport à la séquence classique.

4. Elle peut en réalité encore évoluer légèrement lors des étapes de traitements thermiques ultérieures, mais cela reste négligeable par rapport à l'évolution de la taille de grains due aux phénomènes de recristallisation intervenant au cours du forgeage.

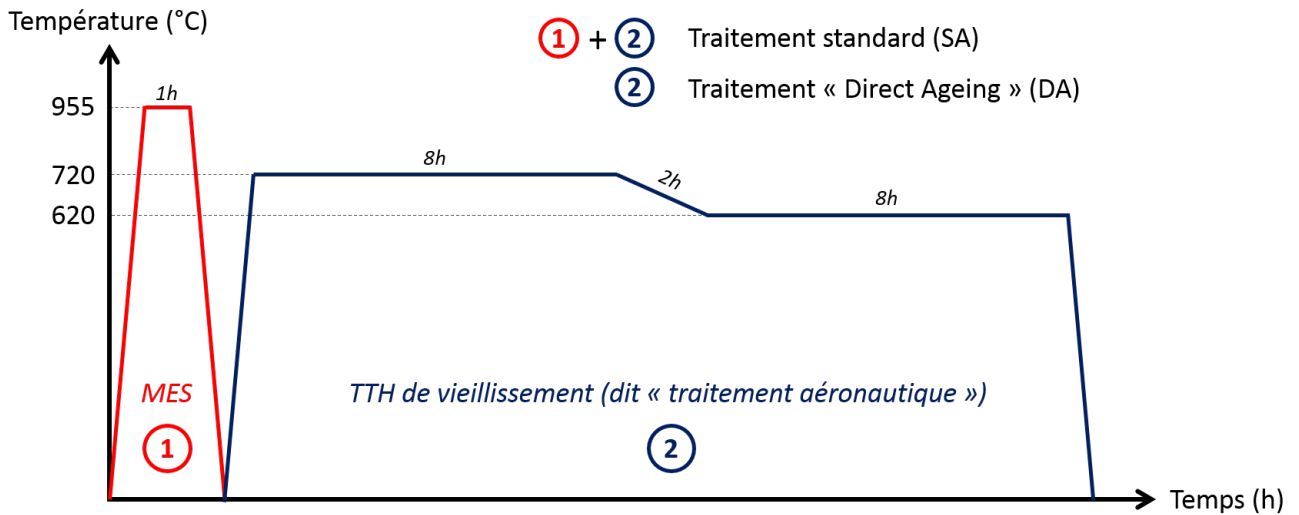


Figure 1.10 – Historique thermique pour les deux types de traitement appliqués aux disques en Inconel 718 à l'issue du forgeage : SA et DA.

Enfin, des étapes d'usinage sont nécessaires pour donner la forme finale aux disques (étape 4 de la **Figure 1.5**). Cette dernière étape du procédé, qui peut parfois s'avérer délicate en raison des contraintes résiduelles engendrées au cours des étapes précédentes, n'est pas considérée dans ces travaux de thèse.

1.2 Évolutions microstructurales au cours des étapes de forgeage

1.2.1 Recristallisation dynamique et post-dynamique

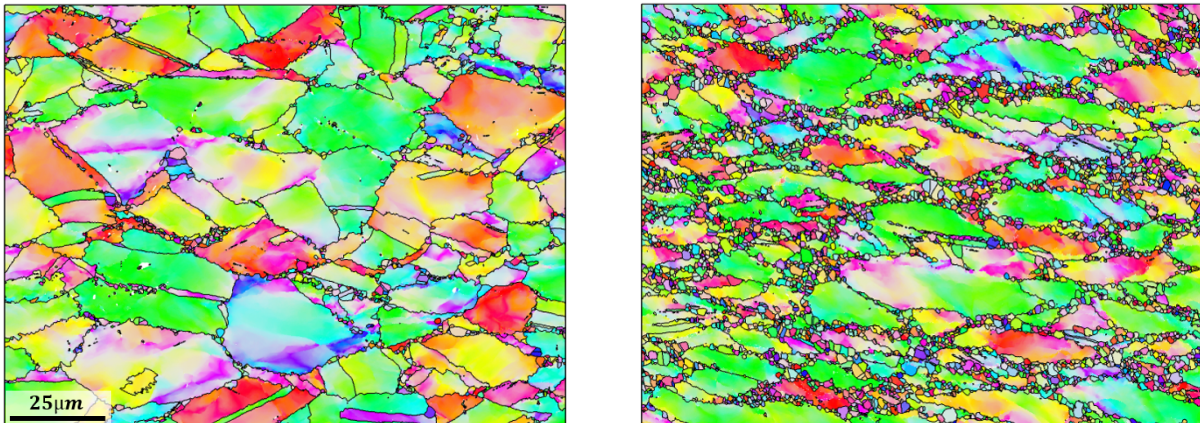
Recristallisation dynamique

Au cours d'une étape de forgeage à chaud, la microstructure de l'Inconel 718 évolue sous l'action de deux phénomènes majeurs qui sont l'écroutissage et la recristallisation dynamique (DRX) et dont les cinétiques respectives sont régies par les conditions thermomécaniques opérées : le niveau de déformation ε , la température T , et la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$. Dans les premiers instants de la déformation de l'alliage, la densité de dislocations ρ , et donc l'énergie stockée E_S (voir **équation 1.6**), augmentent rapidement dans la microstructure menant à son écroutissage. Lorsque que la densité de dislocations atteint un niveau suffisamment élevé, la recristallisation dynamique est déclenchée et se développe dans la microstructure. L'effet du niveau de déformation ε sur la progression de la recristallisation dynamique est, par exemple, illustré sur la **Figure 1.11** pour un couple $T - \dot{\varepsilon}$ identique. Dans la littérature [30–33], l'effet respectif de la température T et de la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ sur l'écroutissage et/ou sur la cinétique DRX est souvent couplé via un unique paramètre connu sous le nom de paramètre de Zener-Hollomon Z [34]. Ce paramètre, défini dans l'**équation 1.3**, traduit le fait que deux couples $(\dot{\varepsilon}, T)$ distincts peuvent fournir un écroutissage (et donc une force motrice pour la recristallisation) similaire lors de la déformation. L'augmentation de $\dot{\varepsilon}$ et la diminution de T ont en effet la même tendance à augmenter l'écroutissage du matériau pour un niveau de déformation donné, et inversement.

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.3)$$

avec :

Q : une énergie d'activation



(a)

(b)

Figure 1.11 – Cartographie d'orientation obtenue par EBSD (les conventions pour la représentation seront données au chapitre 2) des microstructures d'échantillons en Inconel 718 déformés à $T = 980\text{ °C}$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$ jusque a) $\varepsilon = 0,35$ et b) $\varepsilon = 0,7$. Les grains recristallisés sont identifiables par leur petite taille et sont situés aux abords des joints des grains initiaux déformés.

Comme c'est en général le cas pour les alliages de faible voire moyenne énergie de faute d'empilement (γ_{SFE}) [30, 33, 35–39], la DRX intervient de manière discontinue (DDRX) dans l'Inconel 718 et les autres superalliages base nickel⁵. Les grains DDRX apparaissent d'abord au niveau des joints des grains déformés (**figure 1.12a**) puis envahissent progressivement les grains initiaux qui continuent de s'écroûir en formant des couches successives (**figure 1.12b-d**), ce qui donne lieu à des microstructures dites « recrystallisées en collier » comme celle illustrée sur la **Figure 1.11b**. Les grains DDRX formés s'écroûissent eux-aussi avec la déformation qui se poursuit et sont à leur tour remplacés par de nouveaux grains DDRX et ainsi de suite. Ce phénomène cyclique conduit à un état stationnaire (écrouissage - recrystallisation) qui est souvent atteint pour les grandes déformations et pour lequel la taille des grains dépend uniquement du paramètre Z [30, 32, 33]. Lorsque la microstructure initiale est relativement grossière (cas des billettes industrielles) la DDRX mène à un affinage de la taille de grains [30, 32].

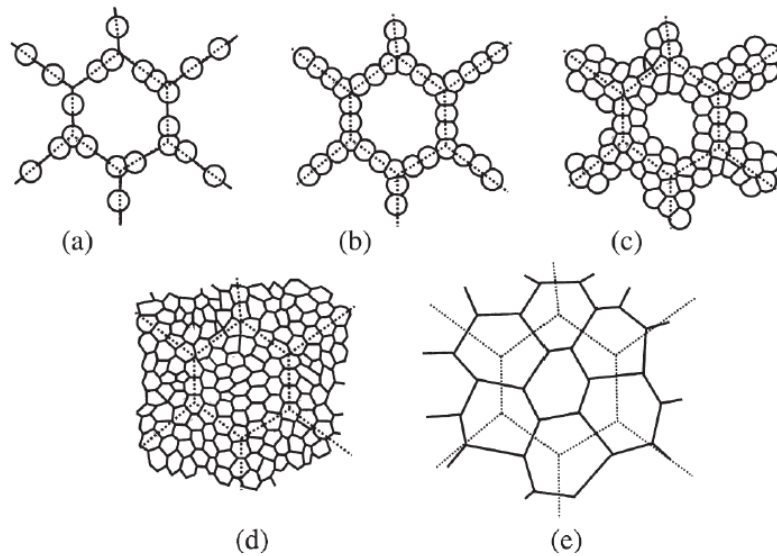


Figure 1.12 – Représentation schématique du processus de recrystallisation dynamique discontinue (DDRX) tirée de [30]. Les figures a)-d) illustrent le cas où la taille des grains DDRX est très inférieure à celle des grains initiaux (microstructure initiale grossière, la DDRX mène à un affinement de la taille de grains). La figure e) illustre le cas où la taille des grains DDRX est du même ordre de grandeur que celle des grains initiaux (microstructure initiale relativement fine).

La germination des grains DDRX est très souvent attribuée au mécanisme d'ondulation des joints de grains. En effet, lors de la déformation, la densité de dislocations augmente considérablement, notamment au voisinage des joints de grains, et de manière hétérogène. Cette hétérogénéité de densité de dislocations au niveau des joints de grains provoque leur ondulation (migration de certaines parties du joint) sous l'influence du champ de déformation généré localement. La partie ondulée du grain donne ensuite naissance à un germe en se séparant du joint initial par formation d'une paroi de dislocations (ou sous-joint de grains, **Figure 1.13a**) ou encore par la formation d'un joint de macle (perdant son caractère « joint de macle » lors de la croissance du grain DRX, **Figure 1.13b**). Une fois un germe formé, il peut grossir, principalement sous l'effet de la différence d'énergie stockée avec son voisinage (voir section 1.2.2), pour former un nouveau grain DRX.

⁵. Même si le mécanisme continu (CDRX), caractérisé par une rotation progressive de différentes zones du cristal, a été rapporté quelques fois dans la littérature pour certaines conditions de déformation, tous les auteurs en questions sont d'accords sur le fait que la CDRX n'intervient qu'en complément de la DDRX et dans une bien moindre proportion [40–42]

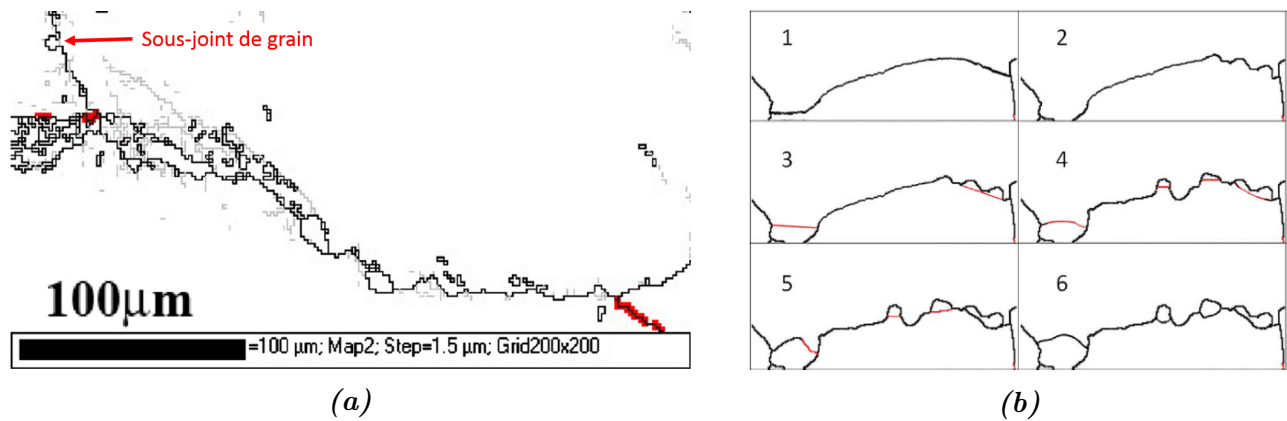


Figure 1.13 – Recrystallisation dynamique discontinue dans l’Inconel 718 par ondulation du joint de grains (en noir) et a) formation d’un sous-joint (représenté en gris) [41], b) formation d’un joint de macles (représenté en rouge) [40].

Recrystallisation post-dynamique

Si le matériau est maintenu à température élevée après la déformation, comme c’est le cas par exemple entre deux étapes de forgeage ou encore lors du refroidissement relativement lent qui est inévitable sur les pièces massives industrielles, sa microstructure continue d’évoluer. La recrystallisation post-dynamique (PDRX) peut alors se manifester et sa cinétique dépend elle aussi des conditions thermomécaniques ayant été opérées lors de la déformation antérieure [43–48]. En effet, ces conditions thermomécaniques sont d’une part déterminantes pour la fraction DRX dont l’importance sur la cinétique PDRX a été rapportée par Zouari et al. [44] (voir **Figure 1.14**), et d’autre part, elles conditionnent aussi le niveau d’écroissage respectif des grains DRX et des grains initiaux qui n’auraient pas recrystallisé. En d’autres termes, ces conditions thermomécaniques définissent l’énergie stockée dans la microstructure qui sera disponible en régime post-dynamique pour la PDRX.

La recrystallisation statique (SRX) et la recrystallisation métadynamique (MDRX) sont deux mécanismes pouvant contribuer à la recrystallisation post-dynamique. D’une part, la SRX consiste à la fois en la germination et la croissance de nouveaux grains après la fin de la déformation. En raison du processus de germination qu’elle implique, elle nécessite un temps d’incubation avant de se manifester qui peut être plus ou moins grand en fonction de l’énergie stockée dans la microstructure. D’autre part, il existe parfois dans la littérature quelques malentendus autour de la définition de la MDRX. Par définition, la MDRX consiste uniquement en la croissance de germes de grains formés en régime dynamique. Comme c’est couramment fait dans la littérature, cette définition de la MDRX sera étendue de façon à ce qu’elle couvre plus généralement la croissance des grains DRX et non la croissance des germes DRX uniquement. Contrairement à la SRX, la MDRX ne nécessite pas de temps d’incubation avant de se manifester. Comme on peut le constater sur la **Figure 1.14** extraite des travaux de Zouari et al. [44], l’activation de la SRX et/ou de la MDRX pour contribuer à la PDRX (et donc la cinétique PDRX) semble être fortement dépendante de la fraction DRX initiale, elle-même déterminée par les conditions thermomécaniques opérées lors de la déformation antérieure.

Contrairement aux grains PDRX grossissant après la déformation, les grains DRX apparaissent et grossissent pendant la déformation. Par conséquent, les grains DRX sont plus écrois que les grains PDRX. Ainsi, différentes proportions de grains DRX et PDRX composant la microstructure sont susceptibles d’aboutir à des propriétés mécaniques différentes. C’est pourquoi, il est de la plus grande importance de décrire précisément les cinétiques DRX et PDRX ainsi que leur dépendance aux conditions thermomécaniques.

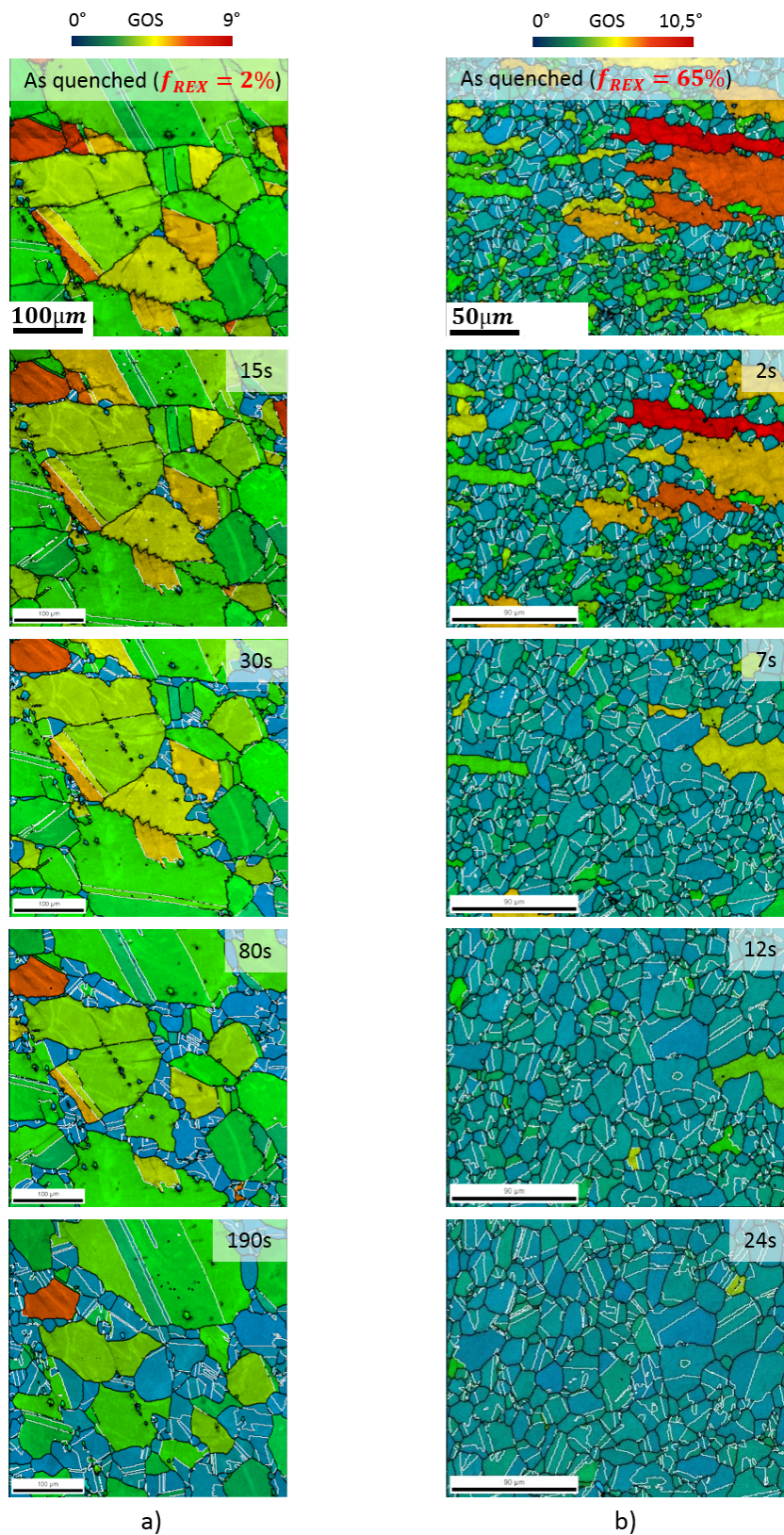


Figure 1.14 – Microstructure d’Inconel 718 déformée à $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ et $T = 1020 \text{ °C}$ jusque a) $\epsilon = 2,0$ et b) $\epsilon = 0,25$. Dans ces travaux réalisés par Zouari et al. [44], la première cartographie du GOS de chaque colonne représente l’état trempé directement après déformation (i.e. état initial pour la PDRX). Les cartographies suivantes sont obtenues après traitements thermiques *in-situ* de la première cartographie à $T = 1020 \text{ °C}$ pour des durées totales croissantes. Les grains recristallisés peuvent être identifiés par leurs plus faibles valeurs de GOS (paramètre mesurant la désorientation intragranulaire qui varie comme la densité de dislocations, voir la définition en section 2.1.2 du chapitre 2) ainsi que leurs plus petites tailles par rapport aux grains initiaux déformés.

1.2.2 Forces thermodynamiques mises en jeu pour la croissance des grains recristallisés

La migration d'un joint de grains est un phénomène thermiquement activé. On décrit généralement la migration d'un joint de grains par sa vitesse v , définie comme le produit de sa mobilité M par la somme des pressions P_i s'exerçant sur ce joint (**équation 1.4**) [30, 31, 49].

$$v = M \sum P_i \quad (1.4)$$

La mobilité M dépend de la température T et est généralement exprimée par une loi de type Arrhenius modifiée (**équation 1.5**) [30, 49]. C'est ce paramètre qui traduit le caractère thermiquement activé de la migration d'un joint de grains.

$$M = M_0(T) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.5)$$

avec :

M_0 : un facteur pré-exponentiel pouvant être fonction de la température T

Les pressions P_i pouvant s'appliquer sur un joint de grains et régir sa migration sont liées à des forces de différentes natures. On distingue des forces de trois natures différentes susceptibles d'impacter la migration des joints de grains, et donc notamment la croissance des grains recristallisés :

- La force motrice liée à la différence d'énergie stockée
- La force motrice de capillarité
- La force de freinage exercée par des particules de seconde phase

Energie stockée

Comme déjà évoqué précédemment (section 1.2.1), lorsqu'ils sont formés, la croissance de chacun des grains recristallisés (qu'ils soient DRX ou bien PDRX) est principalement pilotée par la différence d'énergie stockée ΔE_S (i.e. la densité de dislocations) qui existe entre les grains recristallisés et la matrice déformée environnante. Une force (ou pression si exprimée par unité d'aire de joint) motrice conséquente s'applique en effet sur le joint de grains qui sépare un grain recristallisé d'un grain non-recristallisé. Cette force (ou pression P_E) est d'autant plus grande que la différence de densité de dislocations ($\Delta\rho$) entre les deux grains voisins est élevée (**équation 1.6**) [30, 49] et tend à faire migrer le joint de grains du côté contenant une plus faible densité de dislocations (grain recristallisé) vers le côté en contenant une densité plus importante (le grain déformé). Sous l'effet de cette force, les zones écrouies sont donc consommées au profit des zones moins écrouies, et le niveau global d'énergie stockée dans la microstructure tend à diminuer. L'énergie stockée est la force motrice d'ordre un à considérer pour la migration des joints de grains en présence d'énergie stockée dans la microstructure, c'est-à-dire en régime de recristallisation. L'ordre de grandeur pour P_E est ~ 10 MPa d'après [30, 35, 49].

$$P_E = \Delta E_S = 0,5Gb^2(\Delta\rho) \quad (1.6)$$

avec :

b : la norme du vecteur de Burgers

G : le module de cisaillement du matériau

Capillarité

Lorsque la microstructure est complètement recristallisée, les différences d'énergie stockée entre grains voisins sont devenues bien moins importantes, voire inexistantes. On passe alors dans un régime dit de croissance de grains. Le mouvement des joints de grains devient principalement piloté par la force de capillarité qui s'exprime par le produit de l'énergie de joint de grains Γ (propriété intrinsèque à l'interface) par la courbure du joint κ (**équation 1.7**) [30,49]. Cette force, qui a tendance à réduire la courbure des joints de grains existe aussi en régime de recristallisation mais elle est souvent négligeable (l'ordre de grandeur donné dans [30,35,49] pour P_C est $\sim 10^{-2}$ MPa) devant celle liée à la différence d'énergie stockée.

$$P_C = \Gamma\kappa \quad (1.7)$$

Ancrage aux particules

En présence de particules de seconde phase, celles-ci peuvent exercer une pression de freinage sur les joints de grains, connue sous le nom de pression d'ancrage de Smith-Zener. Pour une fraction volumique f_v de particules de rayon moyen r , la pression d'ancrage de Smith-Zener P_{SZ} peut être calculée via l'**équation 1.8** [30]. Ce phénomène d'ancrage est d'ailleurs souvent considéré d'un point de vue industriel pour limiter la croissance des grains recristallisés et donc contrôler la taille de grains.

$$P_{SZ} = \frac{3f_v\Gamma}{2r} \quad (1.8)$$

Dans le cas du forgeage subsolvus de l'Inconel 718, les particules de phase δ , comme exprimé dans l'**équation 1.8**, exercent une force de freinage sur les joints de grains mobile. Elles sont donc, en fonction de leurs caractéristiques, en mesure de limiter la croissance des grains recristallisés pendant le régime dynamique et/ou post-dynamique. Cependant, la force d'ancrage précédemment proposée repose sur l'hypothèse forte de particules sphériques, ce qui est souvent loin d'être le cas pour les particules δ , plutôt allongées (voir **Figure 1.4a** par exemple). Cela soulève donc la question de la validité de cette expression pour l'estimation de la force d'ancrage exercée par ces précipités, qui semble ainsi simpliste dans le cas de l'Inconel 718.

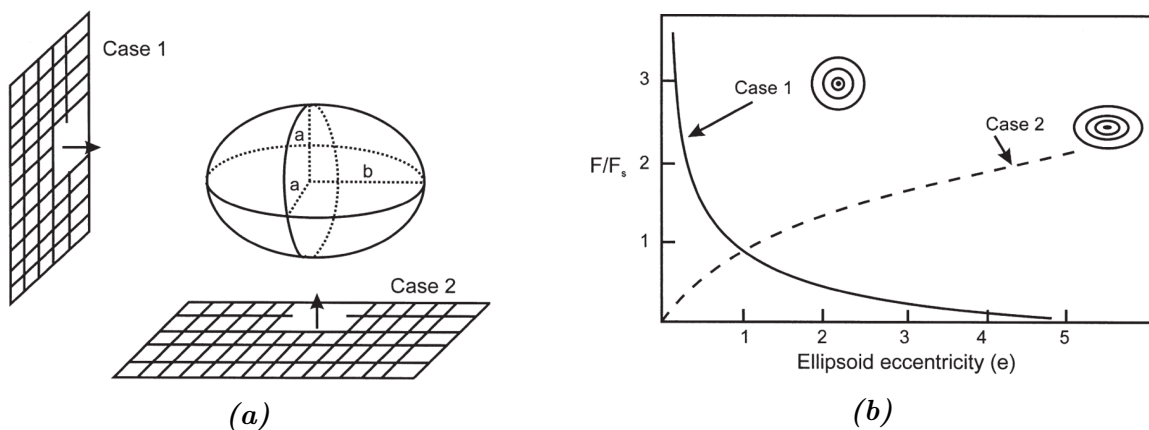


Figure 1.15 – Influence de la forme d'une particule de volume constant sur la force d'ancrage F fournie par rapport à celle fournie dans le cas d'une particule sphérique F_S [50].

En effet, Nes et al. [50], dont les travaux ont été rapportés par Humphreys et al. [30], mettent en évidence que l'estimation de la pression d'ancrage exercée par des particules, présentée dans l'**équation 1.8**, peut être de plus en plus surestimée (dans le cas d'un joint de grains mobile

perpendiculaire à la direction principale du précipité) ou sous-estimée (dans le cas d'un joint de grain mobile parallèle à la direction principale du précipité) lorsque la forme des particules s'éloigne d'une forme sphérique (**Figure 1.15**).

Il est aussi important de garder en tête que l'expression de l'ancrage de Zener est établie pour une distribution homogène des particules dans la microstructure. Cependant, dans le cas de l'Inconel 718, cette hypothèse n'est sans doute pas vérifiée puisque les précipités δ sont généralement situés aux joints de grains (**Figure 1.4a**). Il est tout de même possible de considérer une telle répartition comme le rapportent Humphreys et al. [30], ce qui implique une considération de la taille de grains moyenne équivalente $\overline{\phi_{eq}}$ dans le calcul de la pression d'ancrage P_A (**équation 1.9**).

$$P_A = \frac{\Gamma f_v \overline{\phi_{eq}}}{4r^2} \quad (1.9)$$

1.2.3 Le forgeage en presse à vis

Dans le domaine aéronautique, les pièces telles que les disques en superalliage base nickel sont généralement mises en forme par forgeage en presse hydraulique, qui sera aussi appelé forgeage conventionnel par la suite, procédé pour lequel les vitesses de déformation sont typiquement comprises entre $0,001$ et $0,1 \text{ s}^{-1}$ (**Figure 1.16**). Dans cette gamme de vitesse de déformation, les mécanismes et cinétiques de recristallisation en fonction des conditions thermomécaniques de déformation sont relativement bien connus. Cette maîtrise et cette connaissance des évolutions microstructurales pour ce type de forgeage sont très largement utilisées industriellement pour la définition des gammes de forgeage.

Pour des raisons économiques, mais aussi dans un contexte de montée en charge de la production, Safran souhaite étudier la possibilité de forger des disques en presse à vis afin d'élargir le panel des forgerons sous-traitants potentiels. Pour ce type de forgeage, les vitesses de déformation sont plus élevées que celles du forgeage conventionnel en presse hydraulique (**Figure 1.16**), typiquement de 1 à un peu moins de 100 s^{-1} . Les mécanismes et cinétiques de recristallisation en fonction des conditions thermomécaniques de déformation sont beaucoup moins connues pour cette gamme de vitesse de déformation.

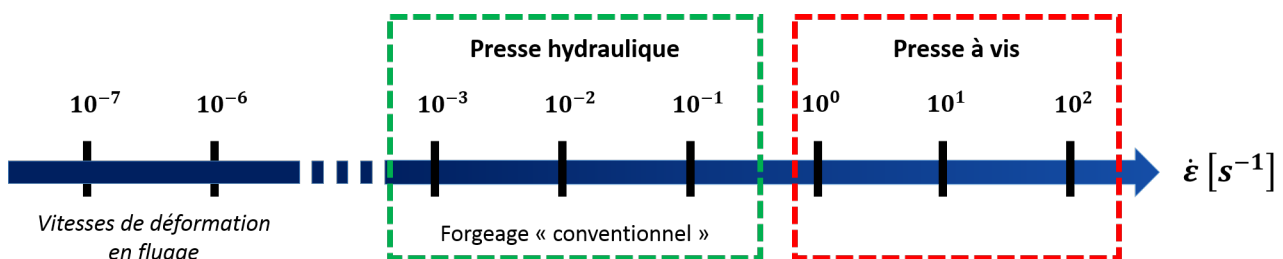


Figure 1.16 – Plage des vitesses de déformation associées aux forgeages en presse hydraulique et en presse à vis, comparées à l'ordre de grandeur de celles de fluage.

De nombreuses études se sont intéressées à l'influence des paramètres thermomécaniques sur les phénomènes de recristallisation intervenant lors de la déformation à chaud de l'Inconel 718 pour des vitesses de déformation comprises entre $0,001$ et 1 s^{-1} [40,41,43–48,51–59], c'est-à-dire pour des vitesses plutôt comprises dans le domaine du forgeage conventionnel. Cependant, peu se sont concentrées sur les mêmes problématiques pour des vitesses de déformation au-delà de 1 s^{-1} , on trouve dans la littérature seulement quelques études pour lesquelles la vitesse a été élevée jusque 10 s^{-1} [46,60,61]. On trouve aussi quelques travaux dans lesquels les vitesses de

déformation étudiées sont celles atteintes lors de procédés de découpe [62] ou d'impact [63], nettement supérieures à celles couvertes par le forgeage en presse à vis.

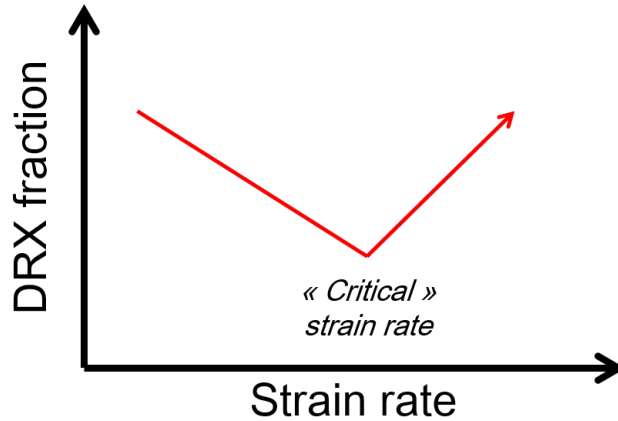


Figure 1.17 – Schéma représentant la tendance qui est massivement rapportée dans la littérature [42, 56, 59–61, 64–71] pour l'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques DRX. Pour la construction de ce schéma, on considère l'évolution de la fraction DRX en fonction de la vitesse de déformation pour une température et un niveau de déformation donnés.

Bien que la recristallisation dynamique de l'Inconel 718 ait été largement étudiée dans la littérature [40, 41, 45, 47, 48, 52, 53, 55–61], peu de travaux ont été spécifiquement dédiés à l'influence de la vitesse de déformation, en particulier pour les hautes vitesses (celles qui couvrent la gamme de vitesse du forgeage en presse à vis, typiquement $1 \text{ s}^{-1} \leq \dot{\epsilon} \leq 100 \text{ s}^{-1}$). Étant donné que les paramètres thermomécaniques opérés par les auteurs sont souvent différents, les résultats rapportés dans la littérature sont difficilement comparables entre-eux. Cependant, une tendance générale ressort de la plupart des études reportant des cinétiques DRX en fonction de la vitesse de déformation. Cette tendance massivement rapportée est schématisée sur la **Figure 1.17** pour un niveau de déformation et une température donnés. Elle consiste en une diminution progressive de la fraction DRX lorsque la vitesse de déformation augmente jusqu'à une vitesse dite « critique » au-delà de laquelle la fraction DRX commence à ré-augmenter. Un tel comportement en fonction de la vitesse de déformation a été rapporté non seulement pour l'Inconel 718 [56, 59–61] mais aussi pour d'autres superalliages base nickel [42, 64–67] ainsi que d'autres types d'alliages [68–71]. La diminution de la fraction DRX avec l'augmentation de la vitesse de déformation dans le domaine des faibles vitesses (celles inférieures à la vitesse « critique ») est attribuée à un temps disponible pour que les grains DRX germent puis grossissent qui est de plus en plus court. En effet une vitesse de déformation plus élevée implique un temps de déformation plus court pour un niveau de déformation donné. L'augmentation de la fraction DRX au-delà de la vitesse "critique" est, quant à elle, justifiée dans la littérature par un effet couplé de l'augmentation de température (due à l'auto-échauffement) et de l'augmentation du niveau d'énergie stockée (dû à l'augmentation de vitesse de déformation) qui accroît la force motrice pour la recristallisation dynamique. En opposition à la cinétique typiquement rapportée de la **Figure 1.17**, quelques papiers rapportent néanmoins que la fraction DRX diminue de manière monotone lorsque la vitesse de déformation augmente, qui plus est pour des études sur l'Inconel 718 [45, 52]. En particulier, dans [52], Wang et al. n'ont pas observé une augmentation de la fraction DRX en ayant augmenté la vitesse de déformation jusqu'à $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ à $T = 1000 \text{ °C}$ et pour un niveau de déformation final $\epsilon = 0,5$. De plus, dans [45], Guest et al. rapportent une tendance similaire à celle de Wang et al. [52] pour des essais de compression menés à $T = 980 \text{ °C}$ et une vitesse de déformation élevée jusqu'à $\dot{\epsilon} = 1,1 \text{ s}^{-1}$. Cependant, ils

obtiennent dans cette même étude une cinétique DRX similaire à celle schématisée en **Figure 1.17** lorsque la température de déformation est augmentée à $T = 1040\text{ °C}$. Mais une fois de plus, il est important de garder en tête que la comparaison entre toutes ces études n'est vraiment pas évidente, notamment à cause des nombreux éléments variant d'une étude à l'autre et qui sont déterminants pour les évolutions microstructurales tels que :

- les microstructures initiales
- les paramètres thermomécaniques appliqués (T, ε)
- les modes de déformation utilisés

La littérature traitant de l'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques PDRX reste quant à elle moins fournie, et la même remarque que pour les cinétiques DRX peut être faite concernant les domaines de vitesses de déformation investigués. Le domaine des vitesses atteintes en presse à vis n'a été que peu voire pas étudié. Cependant un certain nombre d'auteurs s'y sont tout de même intéressés pour des vitesses couvrant essentiellement celles du forgeage conventionnel [43,44,46,48,72], et certaines tendances semblent émerger. Pour les études traitant de l'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques PDRX, toutes rapportent que celles-ci sont d'autant plus rapides que la vitesse de déformation opérée au cours du régime dynamique est élevée. C'est, à titre d'exemple, ce que montre la **Figure 1.18** tirée des travaux de He et al. [72].

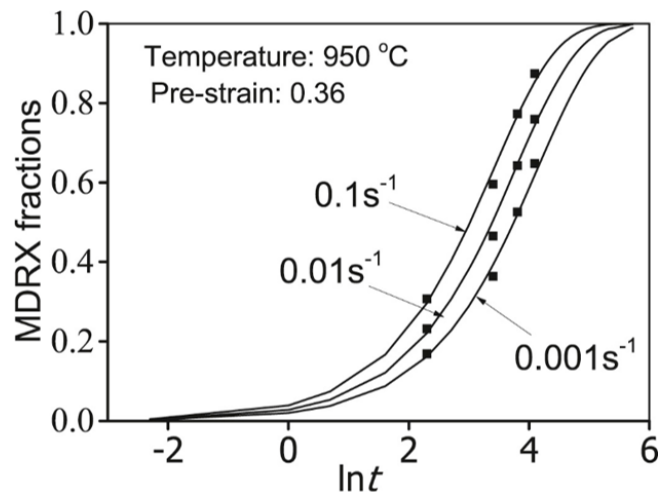


Figure 1.18 – Cinétiques PDRX pour trois vitesses de déformation différentes rapportées dans les travaux de He et al. [72] portant sur un superalliage base nickel γ/γ' déformé en compression.

1.3 Objectifs de la thèse et plan du manuscrit

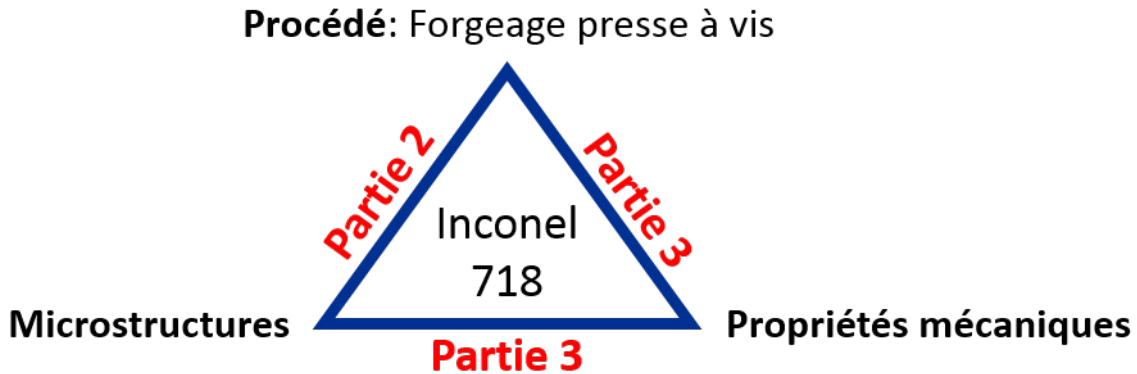


Figure 1.19 – Triangle illustrant la relation entre la microstructure, le procédé et les propriétés mécaniques, utilisé ici pour situer les objectifs des parties 2 et 3 de cette thèse.

Ces travaux de thèse visent à établir le lien entre le procédé de forgeage en presse à vis de l'Inconel 718 dans le domaine subsolvus δ , les microstructures produites, et les propriétés mécaniques qu'elles engendrent en conditions d'utilisation. En d'autres termes, il s'agit dans ces travaux d'établir l'influence de la vitesse de déformation, d'une part sur les évolutions microstructurales au cours des étapes de forgeage, et d'autre part sur les propriétés mécaniques déterminées par les microstructures résultantes. Un intérêt particulier sera accordé au domaine des hautes vitesses typiques du forgeage en presse à vis qui, jusqu'alors, a été relativement peu étudié. Ce sujet de thèse est une application typique du triangle d'interdépendance Procédé - Microstructure - Propriétés illustré sur la **Figure 1.19** qui est généralement considéré lors du choix d'un couple matériau - procédé pour une application donnée.

Ce manuscrit est divisé en trois parties :

- La première partie est dédiée à la définition des protocoles expérimentaux adoptés ainsi que des techniques de caractérisation employées pour l'obtention des résultats qui sont présentés dans les deux autres parties. Cette partie présente également les développements expérimentaux qui ont été réalisés. La stratégie employée pour caractériser la précipitation fine ($\gamma' + \gamma''$) de manière contrôlée est notamment présentée. Différentes façons de discerner expérimentalement la recristallisation dynamique de la recristallisation post-dynamique sont discutées et testées. Un choix est fait concernant l'approche la plus pertinente à adopter pour établir les cinétiques DRX et PDRX dans la gamme de vitesse de déformation d'intérêt.
- La seconde partie est consacrée à l'investigation des relations procédé - microstructure. En particulier, dans cette partie, les cinétiques de recristallisation en fonction de la vitesse de déformation sont établies et discutées. Le domaine des hautes vitesses impliquant l'utilisation d'un dispositif pour lequel le chauffage des éprouvettes se fait par effet Joule, un chapitre sera consacré à l'influence de ce mode de chauffage sur les évolutions microstructurales.
- La troisième et dernière partie de ce manuscrit est entièrement dédiée aux relations microstructures - propriétés. Le comportement en traction et en fluage est caractérisé sur des pièces industrielles forgées pour une part en presse hydraulique et pour l'autre part en presse à vis. Au-delà de la comparaison presse hydraulique - presse à vis, la discussion sera orientée sur la relation entre les caractéristiques microstructurales et les propriétés

mécaniques. Il est précisé ici que les propriétés en fatigue ne seront pas investiguées dans le cadre de cette étude, bien que ce mode de sollicitation soit à considérer avec importance pour la conception des disques de turbine.

Première partie

Aspects expérimentaux et
méthodologies



Chapitre 2

Méthodes d'analyses microstructurales

L'étude des évolutions microstructurales intervenant lors des étapes de mise en forme et l'investigation des relations entre microstructures et propriétés mécaniques nécessitent de pouvoir caractériser finement les microstructures. Dans ce chapitre sont ainsi introduits tous les éléments fondamentaux pour la compréhension des analyses microstructurales présentées dans les parties II et III. Cela comprend la description des moyens et des techniques de caractérisation employés, la définition des outils utilisés pour la caractérisation (qualitative et quantitative) des microstructures, mais aussi la présentation des stratégies d'analyse qui ont été développées pour des besoins spécifiques liés à l'étude (caractérisation contrôlée de la précipitation fine, distinction entre les grains DRX et les grains PDRX).

2.1 Microscopie électronique à balayage

Dans ces travaux, le microscope électronique à balayage (MEB) est un instrument qui a été largement utilisé pour l'analyse des microstructures. Sauf cas exceptionnels (précisés en temps voulu), la majeure partie des analyses microstructurales ont été conduites sur un microscope ZEISS Supra40 muni d'un canon à émission de champ (FEG-SEM : « Field Emission Gun Scanning Electron Microscope »).

2.1.1 Préparation des échantillons

L'observation et l'analyse des microstructures, en microscopie électronique à balayage, nécessitent une préparation soignée des surfaces. En fonction du type d'analyse réalisée, la préparation des surfaces est amenée à varier, notamment pour les étapes de finitions. Pour les besoins de cette étude, après avoir procédé aux étapes de pré-polissage (papiers SiC) et de polissage (feutre et suspensions diamantées) précisées dans le tableau **Tableau 2.1**, un polissage électrolytique de finition est réalisé. Les paramètres de celui-ci diffèrent en fonction des analyses à effectuer :

- Analyse de la précipitation fine (γ' + γ'') : polissage électrolytique à 45 V pendant 8 s avec une solution (90% CH_3OH + 10% $HClO_4$) à $-5^\circ C$
- Autres types d'analyses (analyse EBSD, analyse de la précipitation δ , ECCI,...) : polissage électrolytique à 35 V pendant 5 s avec une solution (90% CH_3OH + 10% $HClO_4$) à $-5^\circ C$

Support abrasif et lubrification	Force [daN]	Vitesse plateau [tr/min]	Vitesse porte-éch. [tr/min]	Temps [s]
Papier SiC 600 + eau	1.5	80	150	30
Papier SiC 1200 + eau	1.5	80	150	45
Papier SiC 2400 + eau	1.5	80	150	60
RAM 6 μm + lubrifiant	1.2	80	150	400
HSV 3 μm + lubrifiant	1.2	80	150	300
HSB 1 μm + lubrifiant	1.2	80	150	300

Tableau 2.1 – Étapes de pré-polissage et de polissage communes pour toutes les analyses effectuées. Les supports indiqués pour les étapes de polissage correspondent aux références Struers des feutres utilisés. Les temps indiqués pour chaque étape sont donnés à titre indicatif et peuvent être adaptés en fonction du nombre d'échantillons sur le porte échantillon, notamment pour les étapes de pré-polissage. Dans ce tableau, les forces sont données pour un enrobage de 30 mm de diamètre, ce qui représente une surface environ deux fois supérieure à celle de l'échantillon à polir.

A l'issue des essais mécaniques réalisés dans le cadre de cette thèse, les faciès de rupture des éprouvettes rompues ont été observés. Ce type d'analyse peut parfois renseigner sur la nature des mécanismes microstructuraux ayant mené à la rupture. Ces observations de faciès ne nécessitent pas de préparation particulière, les éprouvettes ont simplement été nettoyées aux ultrasons pendant 5 minutes dans un bain d'éthanol, puis séchées.

2.1.2 Analyses EBSD : « Electron BackScatter Diffraction »

Principe

L'analyse EBSD exploite une des interactions électrons-matière se produisant sous l'impact du faisceau d'électrons sur la surface de l'échantillon : la rétrodiffusion d'électrons du faisceau incident (BSE : « BackScattered Electrons »). Comme l'illustre la configuration d'une analyse EBSD sur la **Figure 2.1a**, la surface analysée est inclinée à 70° par rapport à l'horizontale. Pour de multiples raisons¹, c'est en effet cette configuration qui est optimale [73]. Les électrons du faisceau incident qui sont rétrodiffusés constituent une source multidirectionnelle sous la surface de l'échantillon et sont, pour un certain nombre d'entre-eux, diffractés par les plans du réseau cristallin. L'intensité des électrons diffractés dépend cependant de la famille de plans réticulaires. Les électrons diffractés par une famille de plans forment deux cônes de diffraction dont les intersections avec l'écran du détecteur délimitent une bande dite « de Kikuchi » (voir la **Figure 2.1b**). Une telle bande n'est donc autre que la trace sur l'écran du détecteur d'une famille de plans diffractant, et est donc plus ou moins intense en fonction de la famille de plans en question. L'ensemble des bandes (i.e. des traces de familles de plans diffractant) recueillies sur l'écran du détecteur EBSD forment un cliché de diffraction (appelé diagramme de Kikuchi) dont un exemple est donné en **Figure 2.1b**. L'analyse d'un tel cliché de diffraction permet alors de remonter à l'orientation cristalline du point analysé. La position des bandes formées sur le cliché est détectée via la transformée de Hough qui consiste à transformer une droite de l'espace (x, y) du cliché en un point dans l'espace (ρ, θ) de Hough (**Figure 2.1c**). Sur base des bandes détectées et des phases déclarées, il est ensuite possible d'indexer le cliché, c'est-à-dire de déterminer la phase du point analysé ainsi que son orientation, d'abord dans un repère lié à l'écran du détecteur, puis, par rapport aux directions de l'échantillon. On notera cependant que la stratégie d'indexation des clichés diffère souvent d'un système d'analyse à un autre. Ainsi,

1. liées à la qualité de clichés de diffraction à analyser, notamment l'intensité et la netteté des bandes.

en chaque point de mesure indexé d'une analyse EBSD est affectée une orientation décrite par 3 angles d'Euler définis selon la convention de Bunge.

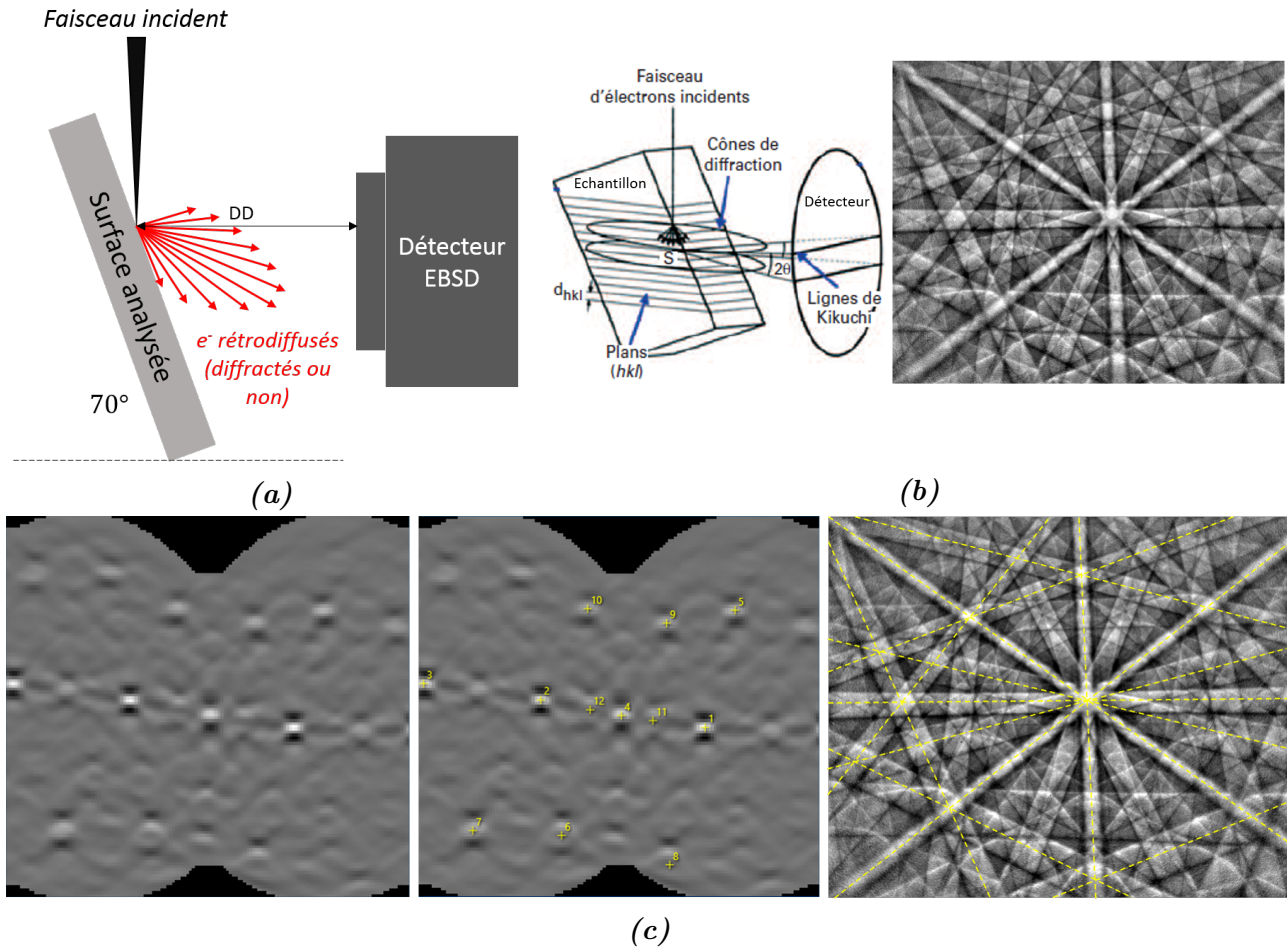


Figure 2.1 – a) Schéma de la configuration géométrique standard pour l'EBSD, b) Formation d'un cliché de diffraction (ou diagramme de Kikuchi). Le cliché présenté est un cliché traité (cliché brut auquel le fond a été soustrait), obtenu sur un échantillon d'Inconel 718. c) Transformée de Hough du cliché montré en b) et identification de la position des pics, et donc, des droites (bandes) sur le cliché de diffraction. Les bandes détectées seront ensuite indexées.

Comme pour toute mesure, la détermination de l'orientation cristalline par analyse EBSD est réalisée avec une certaine précision. Il existe donc un certain bruit de mesure inhérent à une telle technique d'analyse qui est classiquement de l'ordre de $0,5^\circ$, et qui est dû à plusieurs facteurs. Parmi eux, la qualité des clichés de diffraction est d'une grande importance puisqu'elle va, avec la résolution de la transformée de Hough (qui représente donc un autre facteur), conditionner la précision avec laquelle les bandes vont être détectées. Elle dépend d'un certain nombre de paramètres tels que la résolution des clichés, le temps d'exposition, le nombre de clichés moyennés par point de mesure, l'orientation cristalline elle-même, la présence ou non de défauts cristallins, le matériau...

Dans cette étude, sauf cas exceptionnels pour lesquels les systèmes utilisés seront précisés au moment opportun (section 2.2, partie III), l'acquisition des données EBSD a été réalisée avec le système Quantax de Bruker monté sur le microscope Supra 40 et qui comprend un détecteur e^-Flash^{HR} et le logiciel de pilotage Esprit 2.1.

Traitement des données et conventions

Les données EBSD acquises ont été post-traitées sur Matlab à l'aide de la librairie MTEX [74]. Ce post-traitement a été réalisé en respectant certaines conventions, aussi bien pour la définition des éléments de microstructure que pour les modes de représentation. Pour l'intégralité de ce manuscrit, en l'absence de précisions particulières, toutes les données EBSD sont représentées selon les conventions suivantes :

- **Joints de grains** : Un joint de grains est défini lorsque la désorientation entre deux points de mesure voisins excède 10° . Ils sont représentés en noir, comme présenté sur l'exemple de la **Figure 2.2**.
- **Joints de macles** : Un joint de macles est un joint particulier séparant deux cristaux théoriquement désorientés de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ commun. Ce type de joint est souvent présent dans les métaux de structure cubique à faces centrées (CFC) ayant une énergie de faute d'empilement moyenne voire faible comme c'est le cas pour les superalliages base nickel [30]. Ce type de joint de grains sera représenté en rouge sur les cartographies d'orientations (voir l'exemple de la **Figure 2.2a**) et sera défini avec une tolérance de 2° sur la valeur de l'angle.
- **Taille de grains** : La taille de grains $\overline{\phi_{eq}}$ est calculée comme la moyenne arithmétique des diamètres des cercles de même aire que les grains détectés. Pour ce calcul, les joints de macles sont ignorés (dans le cas contraire on parlera de taille de cristaux) tout comme les grains constitués de moins de quatre points de mesure. La taille de grains $\overline{\phi_{eq}}$ peut être convertie via l'**équation 2.1** en un indice à partir de la norme ASTM utilisée en industrie pour coter la taille de grains. Ce type de cotation sera notamment utilisé en partie III pour la mesure de taille de grains sur les matières industrielles testées.
- **Cartographies** : Toutes les cartographies seront représentées dans le repère macroscopique identifié sur la **Figure 2.2a**. La direction verticale correspondra systématiquement à la direction de sollicitation \overrightarrow{DS} (direction de compression pour les essais thermomécaniques et direction de traction pour les essais mécaniques) et la direction horizontale à la direction radiale \overrightarrow{DR} des éprouvettes.
- **Orientations** : C'est l'axe \overrightarrow{DS} (direction de compression pour les essais thermomécaniques et de traction pour les essais mécaniques) du repère macroscopique qui sera systématiquement projeté dans le triangle standard (repère du cristal réduit en raison des symétries associées à une maille cubique).
- **Particules de phase δ** : Les particules de phase δ sont présentes en plus ou moins grande quantité dans les microstructures analysées. Sauf cas exceptionnels (analyses à fort grossissement et faible pas de mesure notamment), ces particules ne sont pas résolues car trop petites par rapport au pas de mesure.

$$Indice\ ASTM = \frac{\ln\left(\frac{1}{\overline{\phi_{eq}}^2}\right)}{\ln(2)} - 2,9544 \quad (2.1)$$

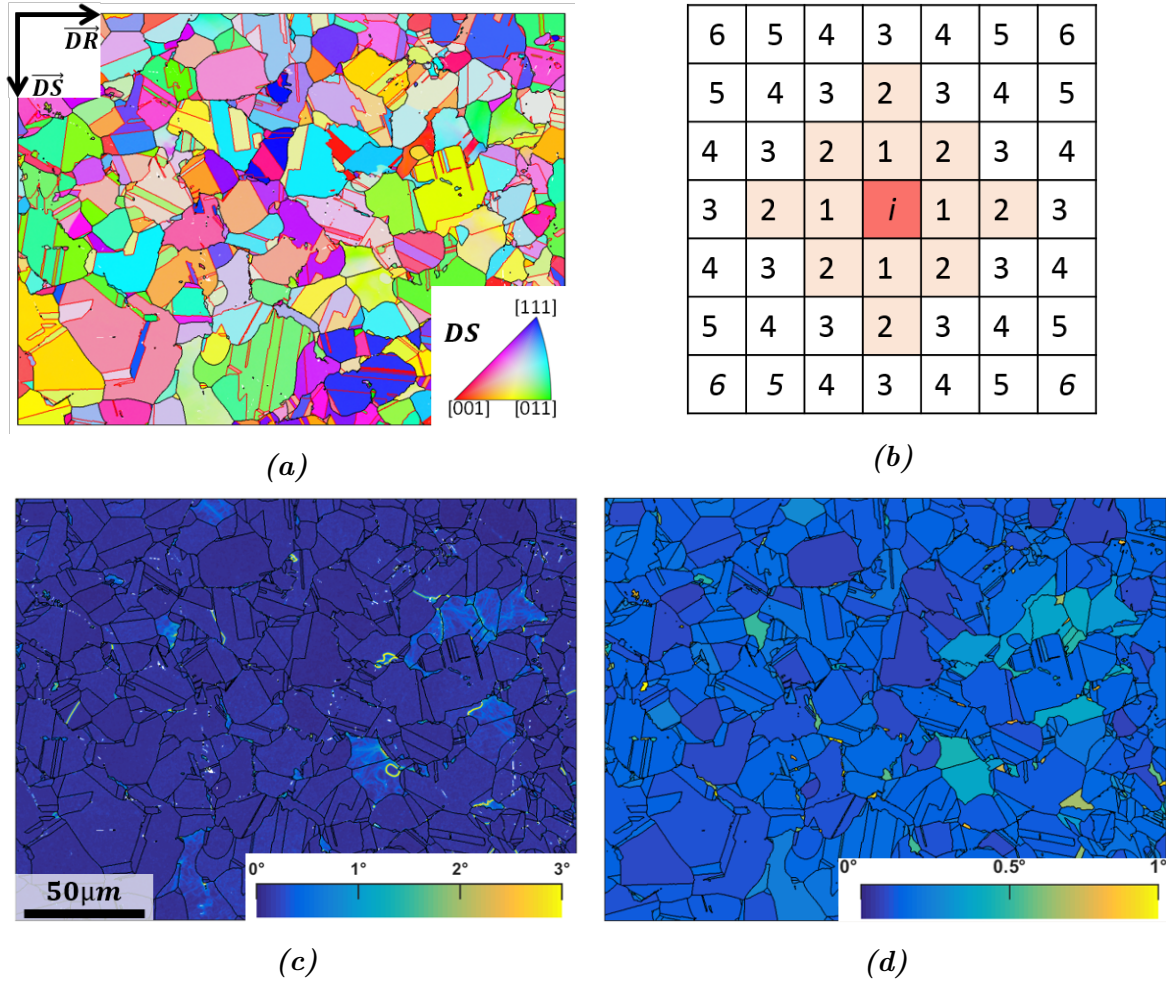


Figure 2.2 – Conventions utilisées pour la représentation des données EBSD a) Cartographie d'orientation avec joints de macles en rouge et autres joints de grains en noir, b) Points de mesure considérés pour le calcul du KAM au point i , c) Cartographie du KAM avec joints de grains en noir (y compris les joints macles), d) Cartographie du GAKAM avec joints de grains en noir (y compris les joints de macles).

Les variations de l'orientation cristalline à l'intérieur d'un grain, ou désorientations intragranulaires, sont la conséquence de la présence de dislocations. La désorientation intragranulaire est donc un indicateur pertinent pour l'évaluation de la densité de dislocations géométriquement nécessaires, et est largement utilisée à cet effet [75–77]. Il existe un certain nombre de paramètres pour mesurer les désorientations intragranulaires. Dans cette étude, deux paramètres mesurant les désorientations intragranulaires ont été retenus et utilisés :

- **KAM (Kernel Average Misorientation)** : Le KAM d'un point i est calculé comme la moyenne des angles de désorientation θ_{ij} entre ce point i et ses n voisins j (**équation 2.2**). Ce paramètre possède une valeur par point de mesure et permet d'accéder à une description locale des désorientations intragranulaires. Dans ces travaux, comme schématisé sur la **Figure 2.2b**, les premiers et deuxièmes voisins (tels que définis dans MTEX) sont considérés pour le calcul du KAM en un point i . On notera que toute valeur de désorientation θ_{ij} entre un pixel et un de ses voisins considérés excédant 10° n'est pas prise en compte pour le calcul du KAM puisque dans ce cas le point voisin appartient à un autre grain. Les cartographies du KAM seront toujours représentées selon l'échelle $[0; 3]^\circ$ affichée sur la cartographie du KAM donnée en exemple sur la **Figure 2.2c**.

- **GAKAM (Grain Average KAM)** : Il est calculé comme la moyenne des valeurs de KAM des N points i composant un même grain K (équation 2.3). L'information portée par ce paramètre est moins riche que celle portée par le KAM puisque les désorientations sont moyennées sur le grain. Cependant, ce type de paramètre à une valeur par grain est très pratique pour l'étude statistique de la recristallisation (voir la section suivante). On peut aussi retrouver ce même paramètre sous le nom de GAM dans la littérature. Les cartographies du GAKAM seront toujours représentées selon l'échelle $[0; 1]^\circ$ affichée sur la cartographie du GAKAM donnée en exemple **Figure 2.2d**.

$$KAM_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \theta_{ij} \quad (2.2)$$

$$GAKAM_K = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \theta_{ij} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N KAM_i \quad (2.3)$$

Par rapport à d'autres paramètres mesurant les désorientations intragranulaires souvent utilisés dans la littérature comme le GOS² (« Grain Orientation Spread ») par exemple, les paramètres KAM et GAKAM ont l'avantage d'être insensibles à la taille de grains. C'est d'ailleurs la raison principale pour laquelle le choix de travailler avec ces paramètres a été fait. Cependant, ils sont dépendants du pas de mesure. Ainsi, pour les microstructures amenées à être comparées, les analyses EBSD sont réalisées avec un pas de mesure identique de façon à ce que les valeurs de KAM et de GAKAM soient comparables entre-elles. Sauf cas exceptionnels pour lesquels les pas de mesure seront indiqués au moment opportun, le pas de mesure a été fixé constant à :

- 0,2 μm pour les analyses EBSD sur les microstructures produites à la suite d'essais thermomécaniques de compression employés pour simuler les opérations de forgeage (section 2.2 et partie II).
- 0,3 μm pour les analyses EBSD sur les microstructures industrielles (section 4.4.2 et partie III).

Détermination de la fraction recristallisée

Une des applications principales des analyses EBSD est, dans ces travaux, l'étude des cinétiques de recristallisation, et notamment la façon dont elles sont impactées par les conditions de mise en forme (ici la vitesse de déformation). La détermination rigoureuse des fractions recristallisées est donc un point central.

Les grains recristallisés contenant, par définition, des densités de dislocations bien inférieures par rapport aux grains déformés n'ayant pas recristallisé, on peut aisément les différencier à partir des paramètres KAM et GAKAM définis précédemment. Pour l'exemple, une microstructure partiellement recristallisée est montrée **Figure 2.3**. Qualitativement, on peut facilement identifier les grains recristallisés de cette microstructure sur la cartographie du KAM **Figure 2.3a**. Contrairement aux grains non-recristallisés, les valeurs de KAM des points de mesure qui les composent sont plus faibles. De plus, comme c'est généralement le cas lorsque la microstructure initiale est assez grossière, la recristallisation mène, dans cet exemple, à un affinement de la taille de grains. Les grains recristallisés ont une taille bien inférieure aux grains déformés, ce qui facilite encore plus leur distinction.

2. Le GOS d'un grain K est calculé comme la moyenne des angles de désorientation θ_i^{moy} entre chaque point de mesure i qui le compose et son orientation moyenne : $GOS_K = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \theta_i^{moy}$.

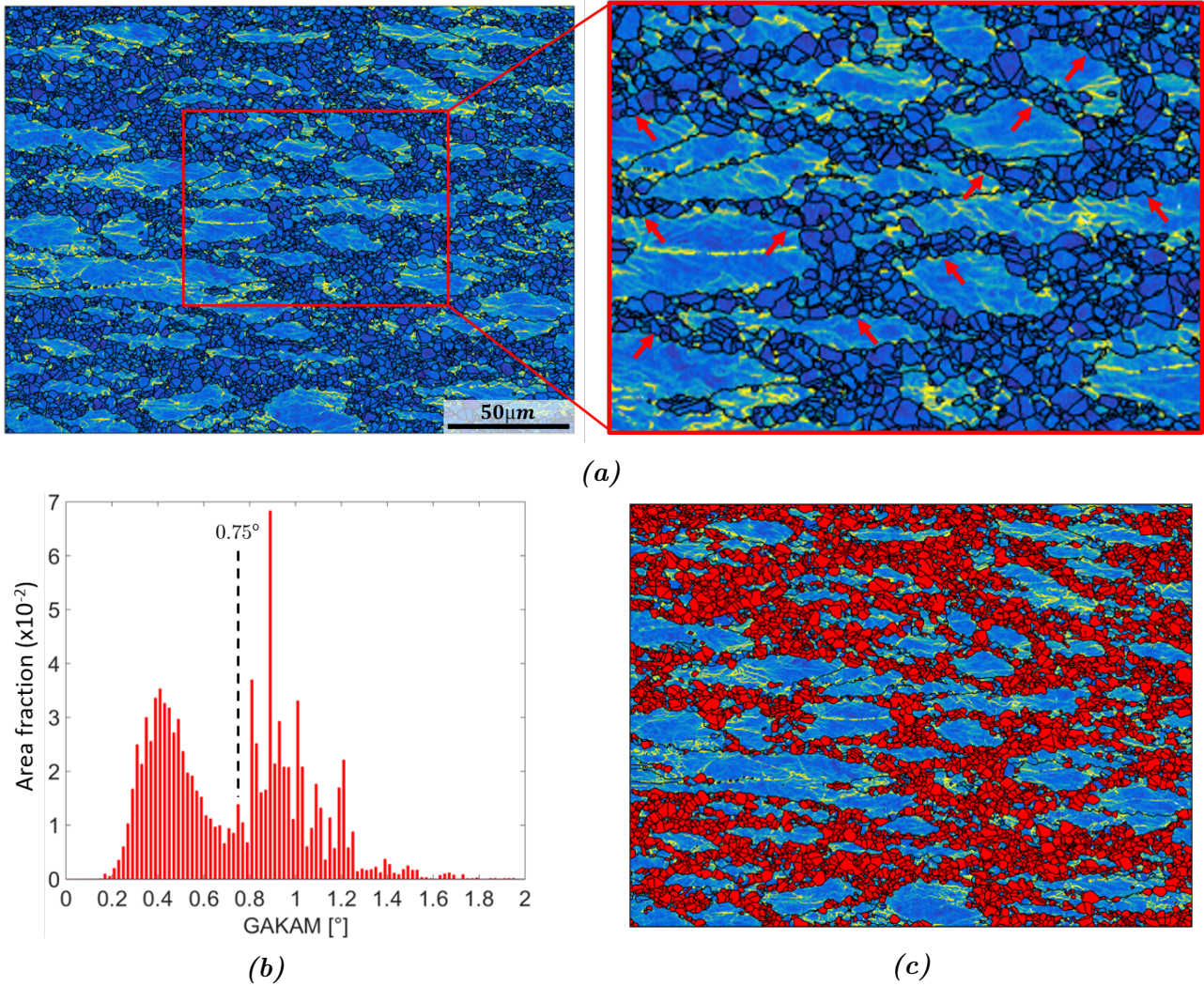


Figure 2.3 – a) Cartographie du KAM pour une microstructure partiellement recristallisée. Les grains recristallisés sont repérés de manière qualitative par des flèches rouges. b) Distribution du GAKAM pour le même jeu de données EBSD. Le seuil GAKAM indiqué est le seuil final (après ajustement) retenu pour la séparation des grains recristallisés et non-recristallisés. c) Cartographie du KAM du a) sur laquelle ont été colorés en rouge les grains recristallisés identifiés après application du seuil indiqué sur b) couplé à un critère de taille de grains (dans ce cas $10,4\mu\text{m}$).

Afin d'estimer la fraction de grains recristallisés de manière quantitative, les populations de grains recristallisés et non-recristallisés sont séparées en adoptant la stratégie (itérative) suivante :

1. En se basant sur la distribution du GAKAM, une première valeur seuil est fixée, menant à une première classification des grains dans une des deux catégories (recristallisé ou non-recristallisé). Compte tenu de la distribution du GAKAM présentée en **Figure 2.3b**, il est clair que ce premier seuil peut être fixé dans un certain intervalle de GAKAM.
2. La cohérence de cette première séparation est jugée à partir de la cartographie du KAM sur laquelle chacune de ces populations est superposée à tour de rôle. La plupart du temps, il existe certains grains dont le classement n'est pas en accord avec les observations qualitatives faites via la cartographie du KAM. La première valeur seuil fixée au préalable est alors ajustée en se basant sur la cartographie du KAM de façon à ce que la séparation des grains recristallisés et non-recristallisés soit davantage fidèle aux observations qualitatives.

- Il arrive parfois à ce stade que certains grains non-recristallisés soient classés dans la population de grains recristallisés car leur GAKAM est inférieur au seuil fixé. Lorsque c'est le cas, ce sont généralement les plus gros grains non-recristallisés qui sont concernés. En effet, l'écroissage à l'intérieur des grains non-recristallisés n'est pas homogène. Lorsqu'ils sont plus gros, une proportion non négligeable des points de mesure les composant ont des valeurs de KAM plus faibles, ce qui a tendance à faire chuter la moyenne du KAM dans ces grains, c'est-à-dire la valeur du GAKAM. Dans ce cas, un critère de taille de grains est couplé au critère du GAKAM pour aboutir à une classification finale des grains la plus fidèle possible (voir **Figure 2.3c**).

Il est tout de même important de souligner que, pour un même protocole bien défini sur un jeu de données EBSD identique, la détermination d'une fraction recristallisée reste sensible à la personne qui traite les données.

2.1.3 Quantification de la phase δ

Les précipités de phase δ sont facilement identifiables à partir d'images d'électrons rétrodiffusés (BSE) sur lesquels ils ressortent plus clairs que la matrice (**Figure 2.4a**). Cette différence d'intensité entre précipités et matrice est due à la différence chimique qui existe entre ces deux phases. Les électrons rétrodiffusés sont des électrons du faisceau incident qui ressortent de l'échantillon après avoir été déviés lors de leur passage au voisinage du noyau sous l'influence des forces électro-statiques. Par conséquent, plus un élément est lourd (i.e. plus le nombre de protons de l'atome est élevé), plus il renverra un nombre élevé d'électrons du faisceau incident. La phase δ est composée pour 25% (atomique) de niobium qui est un élément plus lourd ($Z = 41$) que ceux qui composent la matrice (majoritairement le nickel $Z = 28$, le chrome $Z = 24$, et le fer $Z = 26$). Le signal BSE associé à la phase δ est donc plus important que celui renvoyé par la matrice.

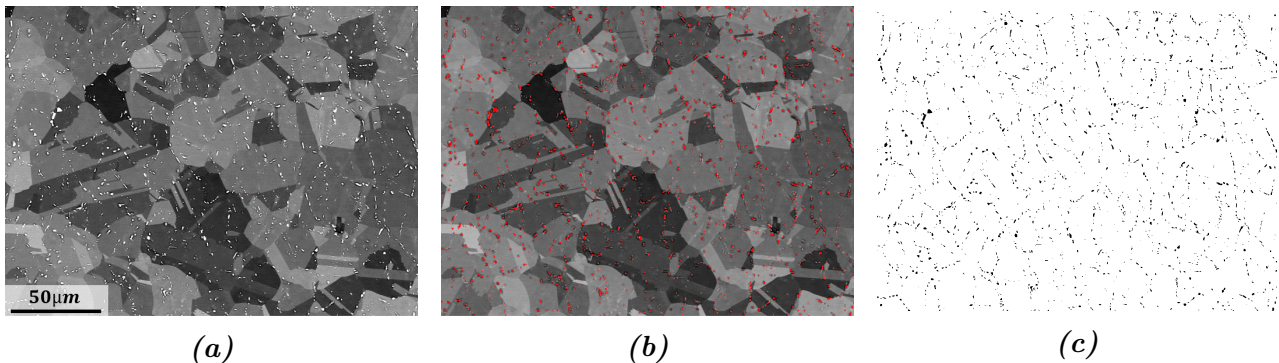


Figure 2.4 – *Processus de segmentation pour quantifier la phase δ a) Image BSE d'entrée, b) image seuillée, c) image binaire résultant du seuillage utilisée pour la quantification.*

L'analyse quantitative de la phase δ dont le processus est illustré sur la **Figure 2.4**, se fait via le logiciel de traitement d'images FIJI. Sur une image BSE, une valeur seuil de niveaux de gris est d'abord choisie de façon à ce que les pixels sélectionnés (en rouge sur la **Figure 2.4b**) soient superposés aux particules δ conformément à l'image initiale **Figure 2.4a**. Une image binaire est alors produite (**Figure 2.4c**) où les pixels sélectionnés à l'étape précédente apparaissent en noir sur un fond blanc. Il est ensuite possible, à partir de cette image binaire, d'extraire la fraction de phase δ , ainsi que d'autres caractéristiques classiquement utilisées en analyse des particules (nombre, diamètre équivalent, longueur du plus grand axe...). Il est précisé ici que les particules non entièrement définies (celles en bordure d'image) ne sont pas prises en compte pour les analyses quantitatives de leurs dimensions.

2.1.4 Caractérisation de la précipitation fine

Les propriétés mécaniques des disques en Inconel 718 sont en grande partie assurées par la précipitation intragranulaire (γ' + γ'') obtenue lors du traitement thermique de vieillissement de l'alliage. L'analyse des caractéristiques de cette précipitation fine sera menée au chapitre 6 dans le but de la mettre en relation avec les propriétés mécaniques, en portant une attention particulière à la phase γ'' puisque c'est elle qui est connue pour assurer la majeure partie du durcissement structural de l'alliage.

La phase γ'' précipite dans la matrice γ selon les relations d'épitaxie précisées au chapitre 1 ($\{100\}_{\gamma''} // \{100\}_{\gamma}$ et $[001]_{\gamma''} // \langle 001 \rangle_{\gamma}$ pour rappel) sous forme de disques dont l'agencement dans la matrice gamma est schématisé sur la **Figure 2.5**. En effet, l'écart de paramètre de maille entre la matrice et γ'' est d'environ 3% selon l'axe \vec{c} alors qu'il n'est que d'environ 0.5% selon les axes \vec{a} et \vec{b} . Il est donc énergétiquement moins coûteux pour ces précipités de croître sous forme de disques dans les plans $\{100\}$ de la phase γ que sous forme sphérique comme c'est le cas pour la phase γ' de structure cubique.

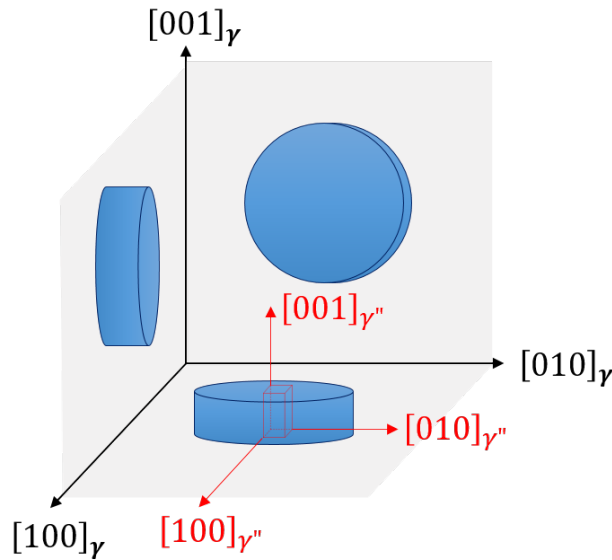


Figure 2.5 – Arrangement des précipités γ'' dans la maille γ (3 variants).

Compte tenu de l'agencement des précipités γ'' dans la matrice γ schématisée sur la **Figure 2.5**, il est évident que l'orientation des grains dans lesquels les observations seront faites aura un impact sur le motif de précipitation observé en microscopie, et donc sur les analyses qualitatives et quantitatives qui en découlent. Ce point est d'ailleurs illustré sur les **Figures 2.6 et 2.7**.

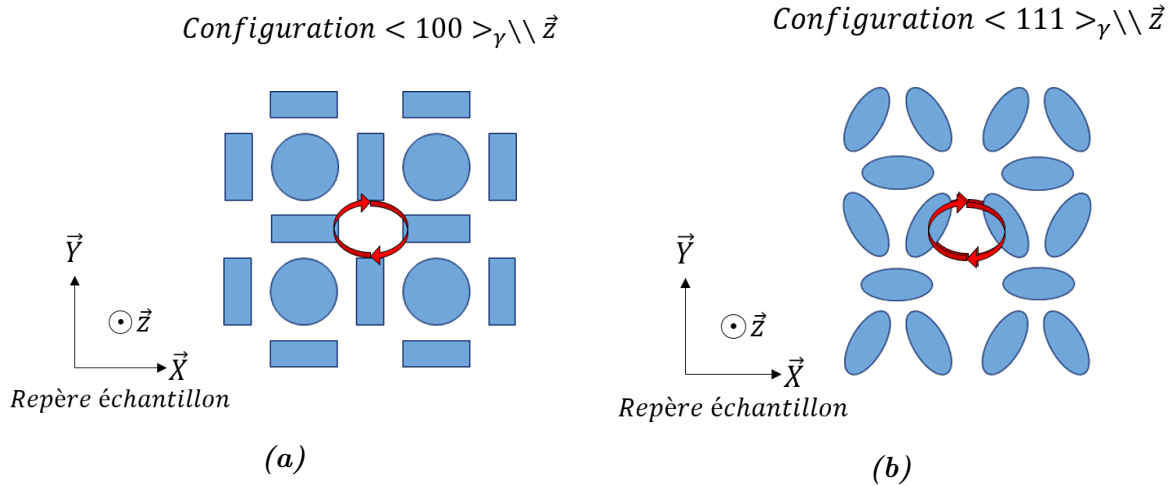


Figure 2.6 – Configuration des précipités γ'' en coupe 2D (\vec{Z} la normale au plan de coupe) pour deux différentes conditions d'orientation de la phase γ a) Configuration $\langle 100 \rangle \parallel \vec{Z}$, b) Configuration $\langle 111 \rangle \parallel \vec{Z}$.

Pour simuler une analyse 2D au MEB, on schématise sur la **Figure 2.6** le motif γ'' obtenu si on observe en coupe le système schématisé sur la **Figure 2.5** pour deux orientations particulières. La première, **Figure 2.6a**, considère un grain tel qu'une des directions de la famille $\langle 100 \rangle$ serait normale à la surface observée. Dans ce cas, un des trois variants γ'' serait dans le plan d'observation et aurait une forme de circulaire en 2D, ce qui pourrait prêter à confusion pour sa distinction avec les précipités γ' qui apparaissent eux aussi sous forme circulaire (coupe d'un précipité sphérique). Les deux autres variants apparaîtraient sous forme d'ellipses fines (les formes cylindriques **Figure 2.5** et rectangulaires **Figure 2.6a** utilisées pour schématiser les précipités γ'' sont simplistes par rapport à la réalité). La seconde, **Figure 2.6b**, considère un grain tel qu'une des directions de la famille $\langle 111 \rangle$ serait normale à la surface observée. Dans ce cas, les trois variants sont dans la même configuration et apparaissent en coupe sous forme d'ellipses (plus larges que celles de la configuration précédente). Il n'y a donc pas (ou peu) de confusion possible avec les précipités γ' . La **Figure 2.7** propose une illustration expérimentale des éléments théoriques discutés précédemment. La précipitation fine est imagée dans deux grains orientés dans les mêmes conditions que les deux cas traités sur la **Figure 2.6**. La configuration des précipités γ'' mise en évidence dans chacun des deux grains est cohérente avec les éléments théoriques présentés.

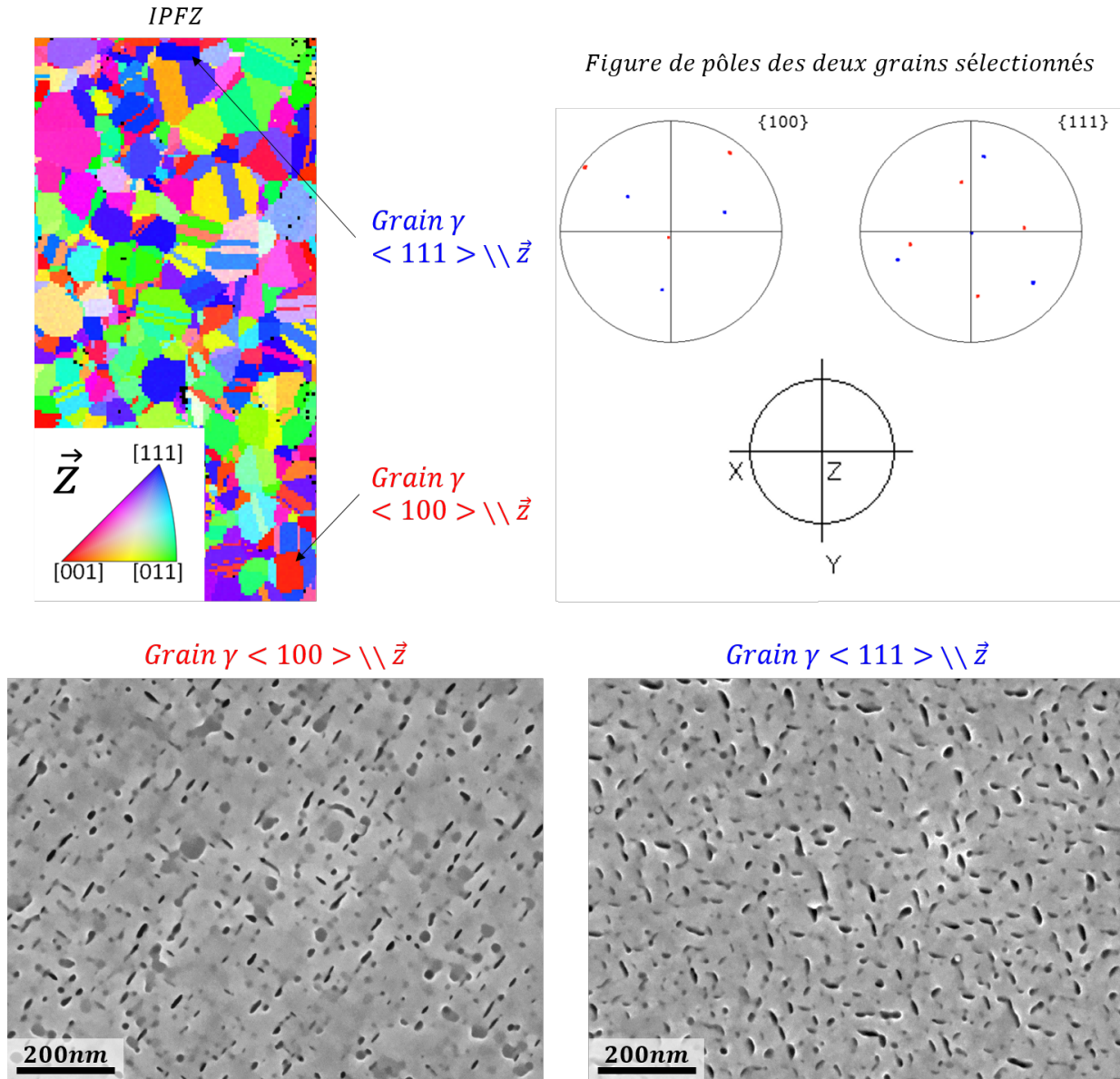


Figure 2.7 – Mise en évidence expérimentale de l'influence de l'orientation du grain dans lequel la précipitation fine est caractérisée (en lien avec les configurations schématisées sur la **Figure 2.6**).

Dans le but de s'épargner une répercussion sur les analyses quantitatives, il existe ainsi un réel intérêt à caractériser la précipitation fine dans des grains d'orientation équivalente, et non dans des grains sélectionnés de manière aléatoire. La stratégie retenue et appliquée pour la caractérisation de la précipitation fine est donc la suivante :

1. Analyse EBSD d'une zone pour laquelle la précipitation fine est révélée. Pour les conditions de polissage électrolytique précisées en 2.1.1, cette zone se situe en périphérie de la zone polie (formation d'un liseret blanc aux abords duquel les précipités sont creusés sous l'effet de conditions de polissage particulières en bordure de masque). Pour l'analyse EBSD, l'objectif est de laisser le faisceau d'électrons le moins longtemps possible en chaque point de la zone balayée de façon à limiter au maximum les phénomènes de contamination et préserver ainsi la surface pour les futures analyses de la précipitation fine. Par conséquent le pas de mesure est choisi assez grand (en s'assurant tout de même une définition correcte des grains) et le temps d'intégration en chaque point est choisi relativement faible.

2. A partir des données EBSD, identification des grains bien orientés pour la caractérisation de la précipitation fine : ceux orientés tels que $\langle 111 \rangle // \vec{Z}$ (\vec{Z} la normale à la surface de l'échantillon). Dans ces grains, les 3 variants sont dans la même configuration (voir **Figures 2.6b et 2.7**).
3. Imagerie en électrons secondaires (détecteur in-lens) à fort grandissement ($\times 100000$) dans les grains identifiés. Pour une bonne résolution spatiale, les conditions retenues sur le microscope supra 40 sont : une tension d'accélération de 10 kV pour un diaphragme de 30 μm , ainsi qu'une distance de travail faible ($\approx 2 \text{ mm}$).
4. Séparation des précipités de la matrice par segmentation sur base d'un seuil en niveaux de gris comme illustré sur la **Figure 2.8**. Le choix du seuil se fait de manière à sélectionner les précipités les mieux définis (voir **Figure 2.8b**). Il existe effectivement certains précipités non pris en compte car moins bien révélés que les autres (voir par exemple les précipités identifiés par des flèches jaunes sur la **Figure 2.8b**), probablement parce qu'ils ne sont intersectés qu'en périphérie par la surface analysée. La prise en compte de tels précipités est impossible car ils ont des niveaux de gris trop proches de ceux atteints pour certaines zones de la matrice.
5. Identification des précipités γ'' parmi l'ensemble des précipités détectés lors de l'étape précédente. La séparation des précipités γ' et γ'' se fait sur un critère de forme, les précipités γ' étant repérés par leur forme circulaire (voir le passage de la **Figure 2.8b** à la **Figure 2.8c**). La forme respective des précipités γ' et γ'' reste en effet un bon indicateur pour les distinguer [78].
6. Analyses quantitatives (ou plutôt semi-quantitatives) de la précipitation γ'' . La fraction volumique ainsi que les dimensions (diamètre et épaisseur) des précipités γ'' sont extraites à partir de l'image binaire qui résulte des étapes précédentes. Il est ici précisé que les précipités non entièrement définis (ceux en bordure d'image) ne seront pas considérés pour les analyses quantitatives relatives à leurs dimensions. Compte tenu du fait qu'un certain nombre de précipités ne peuvent être identifiés (voir le point précédent), il est important de souligner que ces analyses sont en fait plutôt semi-quantitatives. Les caractéristiques de la précipitation γ'' issues de ce type d'analyse ne doivent donc pas être considérées comme exactes, mais plutôt être utilisées à titre indicatif pour comparer deux microstructures entre-elles comme c'est par exemple fait au chapitre 6.

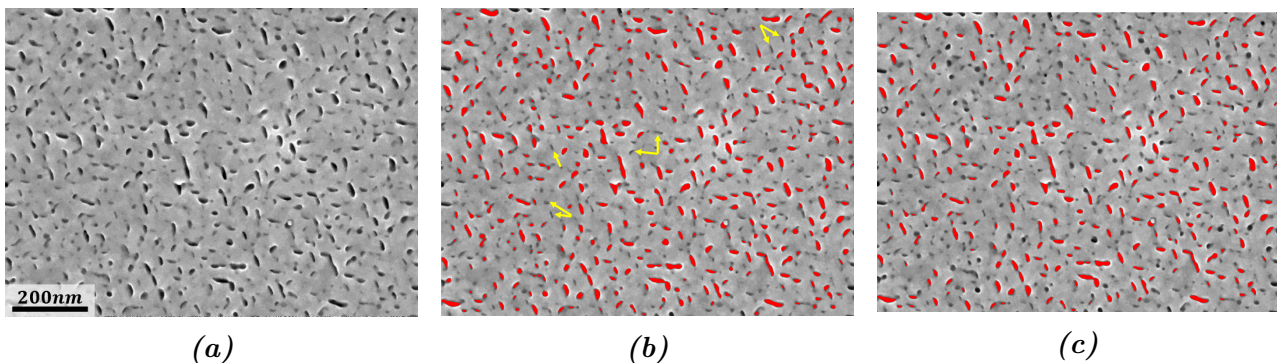


Figure 2.8 – *Processus de segmentation pour quantifier la précipitation fine a) Image initiale (pour l'exemple, celle du grain orienté $\langle 111 \rangle // \vec{Z}$ sur la **Figure 2.7**), b) seuillage en niveaux de gris pour isoler la précipitation fine de la matrice (seuls les précipités les mieux définis sont considérés), c) isolement des précipités γ'' sur base d'un critère de forme (les précipités les plus circulaires sont considérés comme des précipités γ').*

2.1.5 Imagerie par contraste de canalisation d'électrons (ECCI : « Electron Channeling Contrast Imaging »)

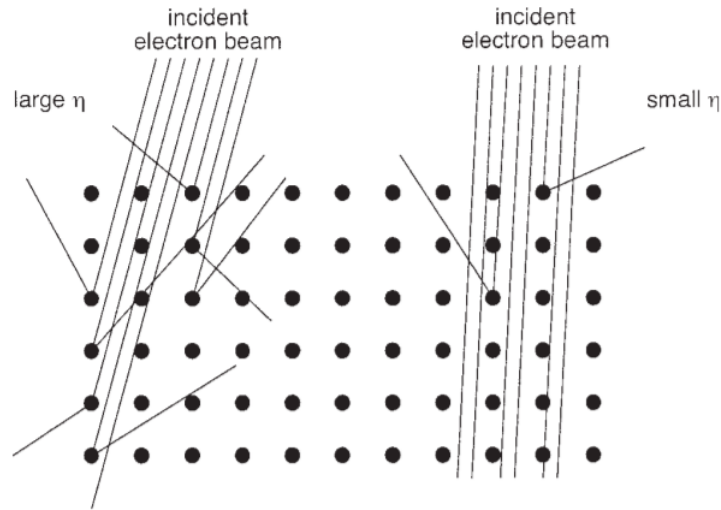


Figure 2.9 – Phénomène de canalisation des électrons tel que schématisé par Joye et al. [79], mettant notamment en évidence l'influence de l'orientation du cristal par rapport au faisceau d'électrons incident sur la canalisation des électrons et, par voie de conséquence, sur l'émission d'électrons rétrodiffusés (représentée par η sur cette figure).

L'imagerie par contraste de canalisation d'électrons, plus connue sous le nom d'ECCI (pour « Electron Channeling Contrast Imaging » en anglais), est une technique permettant de révéler des défauts cristallins tels que des dislocations, ou encore des fautes d'empilement par exemple [80]. Comme son nom l'indique, cette technique exploite le phénomène de canalisation des électrons dans un cristal, c'est-à-dire, le fait que les électrons du faisceau incident puissent pénétrer profondément dans un cristal sans en ressortir, diminuant ainsi l'intensité d'électrons rétrodiffusés. Comme illustré sur la **Figure 2.9**, ce phénomène de canalisation est très sensible à l'orientation du cristal par rapport au faisceau d'électrons incident. En fonction de l'orientation du faisceau, les électrons incidents peuvent pénétrer plus ou moins profondément, et donc la canalisation des électrons est plus ou moins prononcée. Il s'agit ici de la raison pour laquelle on observe des contrastes différents d'un grain à l'autre en imagerie BSE. En se basant sur l'interprétation de la canalisation des électrons par la théorie des ondes de Bloch telle que proposée plus tôt par Hirsch et al. [81], et rapportée dans [82], Zaefferer et Elhami [80] montrent qu'il existe des conditions optimales (aussi connues sous le nom de « two-beam diffraction conditions ») pour la canalisation d'électrons et pour l'amélioration du contraste produit par les défauts en fonction de l'orientation locale par rapport au faisceau d'électrons incident.

Dans ces travaux, la technique ECCI a été utilisée pour la mise en évidence de dislocations, dans le but notamment d'apprécier les densités de dislocations présentes dans différents types de grains recristallisés (DRX et PDRX, voir la section 2.2). La présence d'une dislocation dans un cristal implique une perturbation locale du réseau cristallin. Celle-ci peut être vue comme un changement local de l'orientation du cristal par rapport au faisceau incident. Par conséquent, la présence d'une dislocation engendre une modification locale des conditions de canalisation des électrons, et donc, un changement local de l'intensité du signal d'électrons rétrodiffusés, ce qui permet de mettre en évidence les dislocations comme illustré sur la **Figure 2.10**.

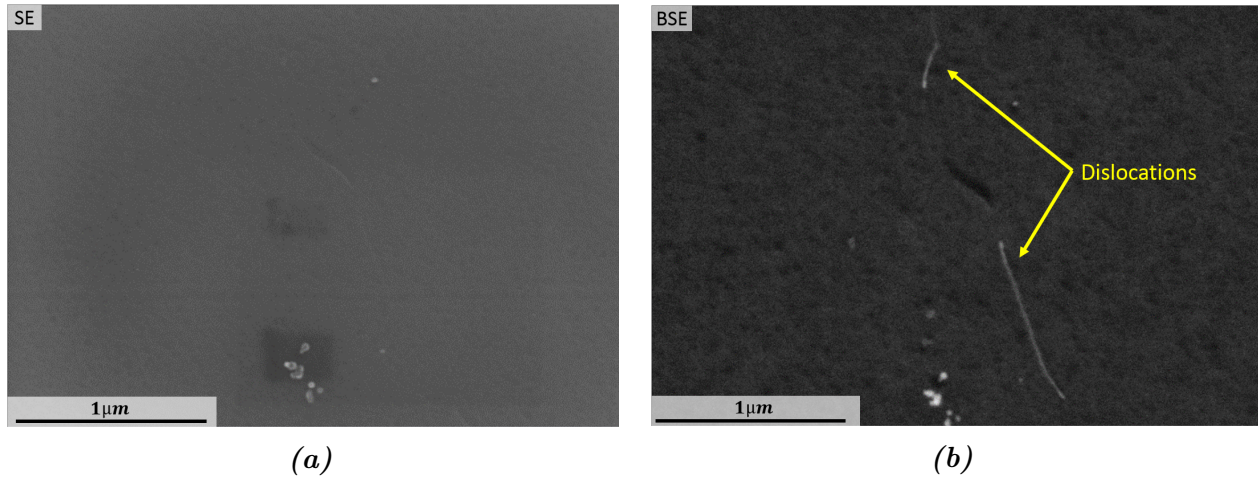


Figure 2.10 – Comparaison d’une image a) d’électrons secondaires, et b) d’électrons rétro-diffusés de la même zone mettant en évidence des dislocations dans un échantillon en acier IF. Cet exemple est extrait des travaux de thèse de H. Mansour [83].

Lorsque des dislocations sont contenues dans un cristal, celles-ci peuvent être révélées ou non selon l’orientation du cristal par rapport au faisceau d’électrons incident. Il a été en effet confirmé à plusieurs reprises dans la littérature [84–86] que la mise en évidence d’une dislocation donnée en ECCI obéit également aux critères d’invisibilité bien connus en microscopie électronique en transmission (MET) $g \cdot b = 0$ (pour les dislocations vis, coins, et mixtes) et $g \cdot b \times u = 0$ (pour les dislocations coins et mixtes), avec g le vecteur de diffraction actif pour un plan cristallographique (hkl), b le vecteur de Burger, et u la direction de la ligne de dislocation.

Enfin, il est important de noter que, dans le cadre de ces travaux, l’ECCI n’a pas été menée de manière parfaitement contrôlée comme introduit par Zaefferer et Elhami [80], mais simplement en vérifiant le contraste pour différents angles de tilt autour de la position initiale. Dans cette étude, une telle approche rigoureuse (i.e. contrôler les conditions de canalisation) serait fastidieuse à mener puisqu’on travaille à l’échelle d’une microstructure polycristalline. D’une part, cela impliquerait une condition ECCI optimale pour chaque grain, et d’autre part, les désorientations potentielles à l’intérieur d’un grain donné mèneraient à différentes conditions ECCI optimales à l’intérieur de ce grain. Être en dehors des conditions de contraste optimales n’empêche cependant pas la visualisation de dislocations, excepté pour des orientations cristallines spécifiques (conditions d’extinctions). Par conséquent, pour déterminer si un grain contient ou non des dislocations, plusieurs images BSE de la même zone ont été acquises à différents angles de tilt (variant de quelques degrés autour de la position initiale) comme illustré sur la **Figure 2.11**. Il y a ainsi très peu de chance pour que toutes les dislocations dans un grain donné soient dans leur stricte condition d’extinction pour l’ensemble des images de la série de tilts. Il sera donc conclu qu’il n’y a pas de dislocations dans une zone donnée si aucune des images BSE prises ne met en évidence la présence de dislocations (voir la zone du grain B qui est entourée en bleue sur la **Figure 2.11**).

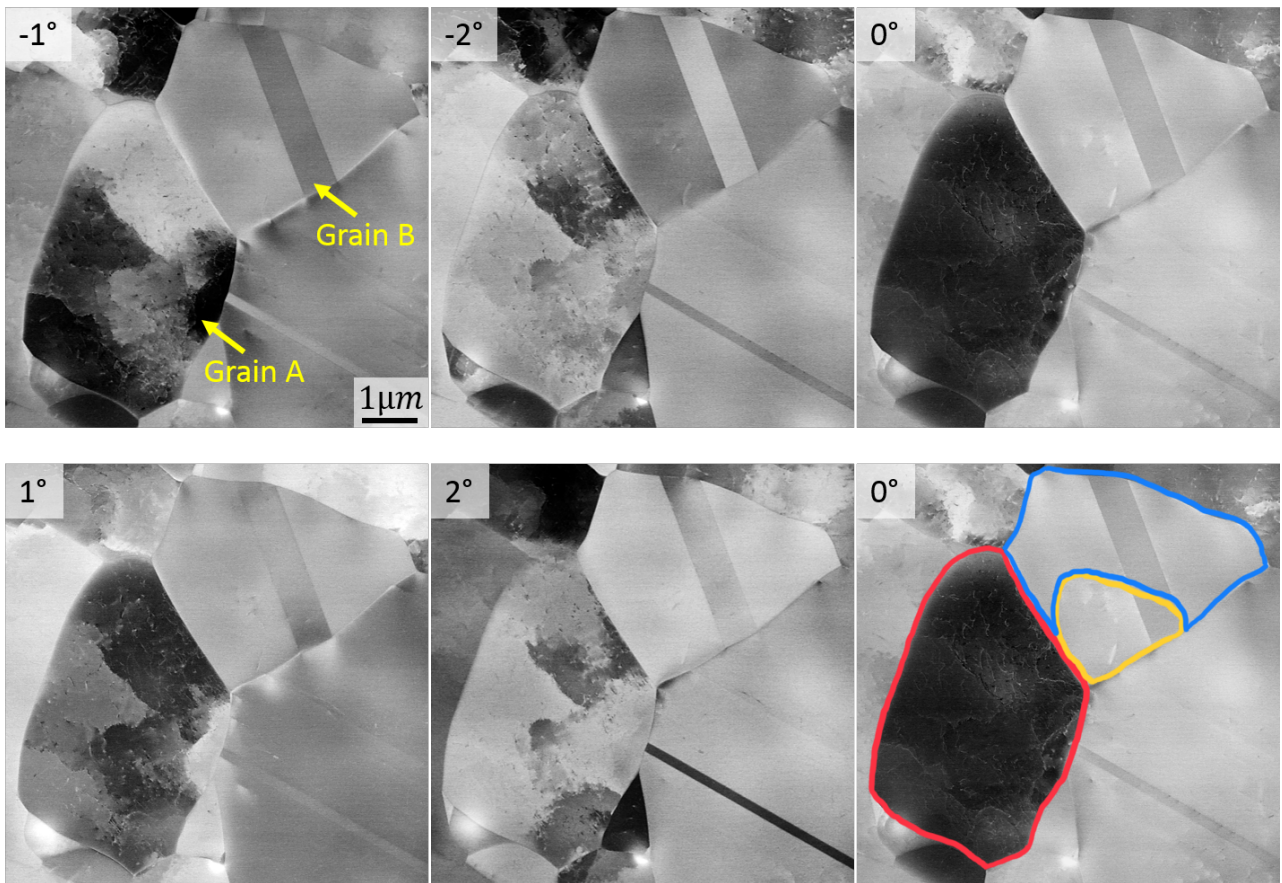


Figure 2.11 – Série d’images ECCI d’une même zone prises à différents angles de tilt autour de la position initiale (0°). Pour les deux grains A et B entièrement définis dans la zone analysée, la série d’images ne révèle pas la présence de dislocations dans une partie du grain B (zone entourée en bleue), et seulement quelques-unes dans le reste de ce grain (zone entourée en orange). Au contraire, un grand nombre de dislocations sont révélées dans l’ensemble du grain A (entouré en rouge).

2.2 Discrimination des grains DRX et PDRX sur base des données EBSD

La séparation des populations de grains recristallisés dynamiquement et post-dynamiquement est un point central dans le but de déterminer leurs cinétiques respectives. Classiquement, la distinction de ces deux régimes de recristallisation (i.e dynamique et post-dynamique) est basée sur un critère de délai de trempe. La fraction DRX est alors assimilée à la fraction recristallisée (déterminée de manière semblable à ce qui a été décrit plus tôt dans la section 2.1.2) pour un échantillon trempé rapidement à l'issue de la déformation. La fraction PDRX, quant à elle, correspond à l'augmentation de fraction recristallisée estimée sur des échantillons maintenus à température pendant des temps supérieurs avant trempe. Elle a pour point de départ la fraction DRX.

Cette approche conventionnelle jusqu'alors systématiquement utilisée pour accéder à l'influence des paramètres thermomécaniques sur les cinétiques DRX et PDRX possède deux inconvénients majeurs :

- D'une part, elle repose sur l'hypothèse forte que les évolutions post-dynamiques ne se manifestent pas (ou peu) le temps du délai de trempe. Ceci est loin d'être trivial au vu des cinétiques PDRX rapportées dans la littérature et présentées en introduction (**Figure 1.18**).
- D'autre part, le caractère rapide de la trempe est très subjectif. Il dépend des moyens d'essais, des utilisateurs, et peut difficilement être réduit en dessous de quelques secondes pour des raisons techniques. Sa répétabilité d'un essai à l'autre est, de plus, très difficile à obtenir.

Il existe donc un réel besoin de pouvoir distinguer les grains DRX et PDRX sur un autre critère que ce délai de trempe. Dans cette section, la possibilité de distinguer ces deux familles de grains recristallisés en se fiant à un critère plus physique est investiguée, l'objectif étant de se baser sur ce qui différencie les grains DRX et PDRX par nature : leurs densités de dislocations. L'ensemble de la démarche entreprise pour répondre à cet objectif ainsi que les résultats obtenus sont présentés dans la suite de cette section.

2.2.1 Stratégie adoptée

Comme vu précédemment dans l'exemple de la section 2.1.2, la discrimination des grains recristallisés et des grains non-recristallisés est possible à partir de données EBSD conventionnelles. En effet, les différences de densités de dislocations entre ces deux populations sont telles, qu'un bruit de mesure standard (de l'ordre de $0,5^\circ$ en général) est déjà largement suffisant pour les séparer quantitativement (voir l'exemple donnée en section 2.1.2). Dans ce cas, même si l'écrouissage des grains recristallisés implique des désorientations intragranulaires du même ordre de grandeur que le bruit de mesure, le fait que les grains non-recristallisés soient très écrouis permet d'identifier ces deux populations assez facilement. En revanche, la différence de densité de dislocations entre les grains DRX et PDRX reste plus faible comparée à celle entre ces familles de grains recristallisés et les grains non-recristallisés. Comme démontré par la suite, dans ce cas, un bruit de mesure standard aux alentours de $0,5^\circ$ est trop élevé pour faire ressortir les différences d'écrouissage entre les populations de grains recristallisés. La mise en œuvre d'analyses EBSD avec une meilleure précision angulaire présente donc un intérêt pour ce type d'application. Trois approches différentes seront testées et l'observation directe de dislocations en utilisant la technique ECCI telle que décrite plus tôt (section 2.1.5) sera utilisée afin de valider les résultats obtenus via les approches EBSD. Ce travail a été par ailleurs synthétisé sous la forme d'un article paru dans *Journal Of Microscopy* paru en 2019 [87].

Afin de produire une microstructure susceptible de contenir à la fois des grains DRX et des grains PDRX, un essai de compression à chaud a été réalisé sur un échantillon cylindrique prélevé à mi-rayon de billette. L'état initial de cet échantillon est présenté sur les **Figures 2.12a, 2.12c, et 2.12e**. La taille de grains identifiée pour cet état est d'environ $18\ \mu\text{m}$ et la fraction volumique de phase δ est relativement faible puisqu'elle est estimée aux alentours de 0,2%. Les conditions nominales de déformation pour cet échantillon sont synthétisées dans le **tableau 2.2**. Les paramètres thermomécaniques ont été choisis de façon à obtenir une microstructure partiellement recristallisée dynamiquement en fin de déformation [41, 56]. Le délai de trempe a, quant à lui, été choisi suffisamment grand pour permettre les évolutions post-dynamiques (5s de maintien devraient être suffisantes pour obtenir des évolutions post-dynamiques significatives [44, 46]), mais pas trop pour éviter que le développement de la PDRX ne se fasse au détriment des grains DRX (lorsque tous les grains déformés sont consommés par la DRX et/ou la PDRX, la PDRX peut consommer les grains DRX sous l'influence de la différence d'énergie stockée entre ces deux types de grains).

Température [°C]	Déformation macroscopique	Vitesse de déformation [s^{-1}]	Délai de trempe [s]
980	0,7	0,01	> 5

Tableau 2.2 – Conditions de déformation nominales retenues pour favoriser la coexistence de grains DRX et PDRX dans la microstructure de l'échantillon utilisé dans cette section.

Il est important de préciser que l'on donne, ici, uniquement les informations nécessaires pour la bonne compréhension de la façon dont a été obtenue la microstructure sur laquelle l'investigation est menée. Il est évident que la description des essais de compression nécessite beaucoup plus de précisions. Un chapitre entier y est d'ailleurs dédié (chapitre 3).

La microstructure déformée est donnée sur les **Figures 2.12b et 2.12d** et peut être directement comparée à la microstructure initiale (juste avant déformation) présentée sur les **Figures 2.12a et 2.12c**. Cette comparaison illustre le fait que la microstructure initiale a recristallisée dans sa quasi totalité suite à cet essai. A l'issue de cette déformation, la taille de grains a significativement été affinée du fait de la recristallisation et seulement quelques grains non-recristallisés sont encore présents dans la microstructure. Ces derniers ont été séparés des grains recristallisés sur base de données EBSD conventionnelles comme décrit dans la section 2.1.2 et sont identifiés par des flèches rouges et des joints de grains tracés plus épais sur la **Figure 2.12d**. Une zone d'intérêt contenant uniquement des grains recristallisés a alors pu être identifiée pour ensuite tenter d'identifier les deux familles de grains susceptibles d'y coexister. Cette zone est repérée par un rectangle rouge sur la **Figure 2.12d**.

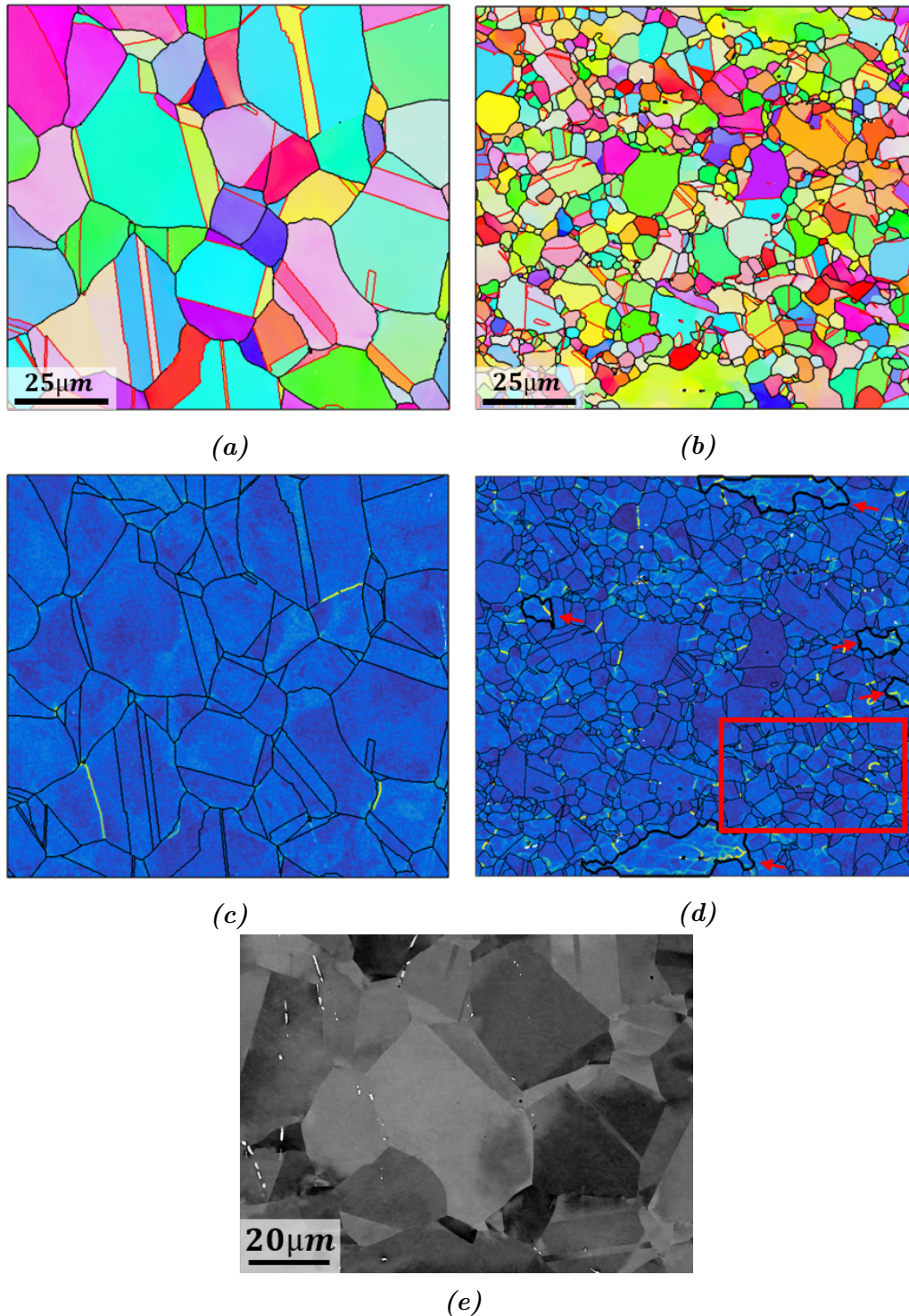


Figure 2.12 – La microstructure initiale juste avant compression est présentée en a) cartographie d'orientation obtenue par analyse EBSD conventionnelle avec un taux d'indexation brut de 99% et représentée selon les modalités définies dans la section 2.1.2, c) la cartographie du KAM correspondante, et e) une image BSE mettant en évidence la précipitation de phase δ . La microstructure au centre de l'échantillon déformé est présentée en b) dont la cartographie d'orientation peut être directement comparée à la **Figure 2.12a** puisque les échelles sont identiques, et d) la cartographie du KAM correspondante sur laquelle le rectangle rouge montre la zone (entièrement recristallisée) étudiée plus en détails dans la suite de la section.

Des cartographies de 200×150 points pour un pas de mesure constant pris à $0,2 \mu\text{m}$ ont été acquises sur cette même zone en utilisant trois systèmes d'acquisition différents :

- Un microscope Zeiss Supra 40 largement utilisé dans cette étude et qui est équipé du système Bruker Quantax (détecteur e^-Flash^{HR} et logiciel Esprit 2.1) présenté précédemment. La méthode d'indexation décrite dans la section 2.1.2 basée sur la transformée de Hough utilisée avec ce système est classiquement employée dans la plupart des systèmes commerciaux. En utilisant cette méthode dite **conventionnelle**, les orientations sont déterminées avec une précision de l'ordre de $0,5^\circ$ ³ pour les systèmes les plus performants.
- Un microscope Zeiss Supra 55 équipé d'un détecteur EBSD Symmetry couplé au logiciel Aztec de la société Oxford. Le détecteur Symmetry d'Oxford est un détecteur EBSD de nouvelle génération muni d'un capteur CMOS fournissant une sensibilité supérieure comparé aux détecteurs EBSD plus anciens classiquement équipés d'un capteur CCD [88]. De plus, les clichés acquis avec ce détecteur sont indexés en utilisant un algorithme différent. Après une première détection de bandes réalisée en utilisant une variante optimisée de l'approche classique de la transformée de Hough (identification avec une résolution inférieure au pixel dans l'espace de Hough), les clichés sont indexés avec un nombre de bandes défini (typiquement 7 ou 8, jusque 11 ou 12) et une première orientation est alors estimée. A cette étape, l'orientation est ainsi déterminée de manière classique et avec une précision comprise entre $0,2^\circ$ et $0,5^\circ$. Ensuite, une étape supplémentaire (« Refined Accuracy ») est réalisée pour raffiner la première solution obtenue. En considérant l'approche cinématique de la diffraction, la solution initiale proposée est utilisée pour simuler la position attendue des bords des bandes de Kikuchi en appliquant la théorie de Bragg qui prend en compte leur nature hyperbolique. Une analyse d'image détaillée le long des bords de bandes sur le cliché de diffraction original permet ensuite de raffiner la solution initiale en maximisant le fit entre la solution et le cliché initial (pour plus de détails voir U.S. patent No. 9,671,354B2 (2017)). La résolution angulaire, en utilisant une telle méthode, peut être améliorée jusqu'à atteindre $0,05^\circ$ ² voire moins avec des clichés de très bonne qualité. Dans la suite, pour faire référence à cette méthode, on parlera de la **méthode à résolution angulaire améliorée**.
- Les clichés acquis avec le système Bruker qui équipe le microscope Zeiss Supra 40 ont été enregistrés puis ré-analysés en utilisant la méthode d'indexation « dictionary » développée par Marc De Graef à CMU (« Carnegie Mellon University ») et décrite dans [89]. Dans cette approche, un modèle basé sur la physique est utilisé pour calculer les intensités de diffusion dynamique sous forme d'un cliché de Kikuchi maître [90] duquel les clichés individuels sont extraits à l'aide d'une interpolation bilinéaire. La simulation prend en compte à la fois la distribution d'énergie des électrons rétrodiffusés sur la surface du détecteur et celle en profondeur dans l'échantillon. Des clichés sont ensuite simulés pour des orientations réparties uniformément dans l'espace des orientations [91]. La base de données contenant les clichés ainsi créée (« dictionary ») est utilisée pour déterminer l'orientation la plus probable pour chaque cliché expérimental en utilisant une métrique de similarité de pattern. L'orientation pour laquelle la correspondance avec le cliché expérimental est la meilleure est ensuite raffinée en utilisant une approche d'optimisation liée par approximation quadratique (BOBYQA pour « Bound Optimisation BY Quadratic Approximation » en anglais) [92]. Typiquement, en utilisant cette approche, l'orientation est déterminée avec une résolution angulaire de l'ordre de $0,05^\circ$ ² pour des clichés non bruités. On fera référence à cette méthode sous le nom de **méthode « dictionary »**.

3. Il s'agit d'un ordre de grandeur. Pour une même méthode d'indexation, les précisions angulaires dépendent du matériau, de la qualité des clichés, de la présence ou non de défauts, ou encore, de l'orientation elle-même.

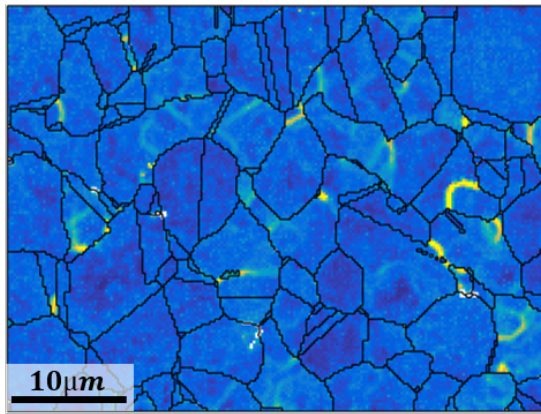
Sur la zone d'intérêt identifiée, ces trois systèmes ont respectivement aboutis à des taux d'indexation de 99,8%, 98,7%, et 100%. Les trois jeux de données ainsi obtenus ont de plus été filtrés en utilisant un filtre récemment développé par Anthony Seret, un autre doctorant de la chaire OPALÉ [77], qui est capable de réduire le bruit sur les mesures d'orientation tout en préservant les sous-structures de dislocations. Ce filtre, qui sera nommé LLASS dans la suite (pour Local Linear Automatic Smoothing Splines), est appliqué aux données EBSD brutes en utilisant la librairie MTEX. Son principe découle de la méthode de lissage des splines avec une calibration automatique rendue possible par la réécriture du terme de lissage classique.

Les données EBSD brutes et filtrées provenant des trois systèmes d'acquisition considérés ont donc été analysées dans le but de différencier les grains DRX et PDRX dont la coexistence dans la zone d'intérêt est attendue. Puisqu'ils varient comme la densité de dislocations (caractéristique discriminante entre les grains DRX et PDRX), les résultats présentés s'appuient largement sur les paramètres de désorientations intragranulaires KAM et GAKAM définis dans la section 2.1.2.

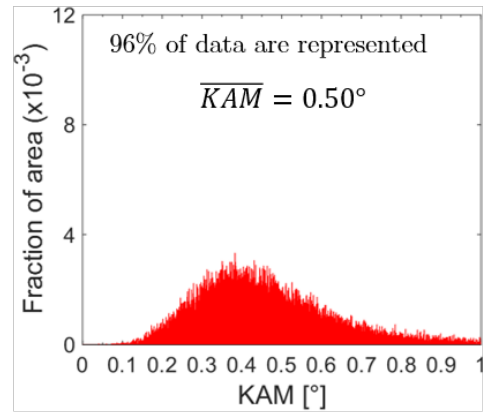
2.2.2 Approche qualitative

La **Figure 2.13** montre les cartographies du KAM ainsi que les distributions correspondantes obtenues pour différents jeux de données EBSD de la même zone contenant uniquement des grains recristallisés et repérée sur la **Figure 2.12d**. Les cartographies présentées sur les **Figures 2.13a, 2.13c, et 2.13e** correspondent aux données EBSD brutes obtenues via la méthode conventionnelle, la méthode à résolution angulaire améliorée, et la méthode « dictionary » respectivement. Les cartographies du KAM des **Figures 2.13b, 2.13d, et 2.13f** correspondent respectivement aux mêmes jeux de données que ceux utilisés pour les **Figures 2.13a, 2.13c, et 2.13e** mais après réduction du bruit de mesure au moyen du filtre LLASS.

Données conventionnelles
brutes

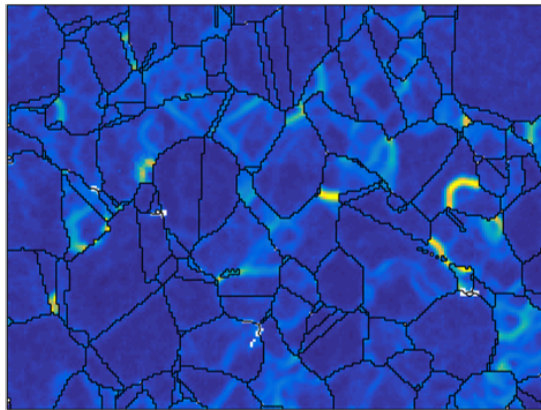


(a)

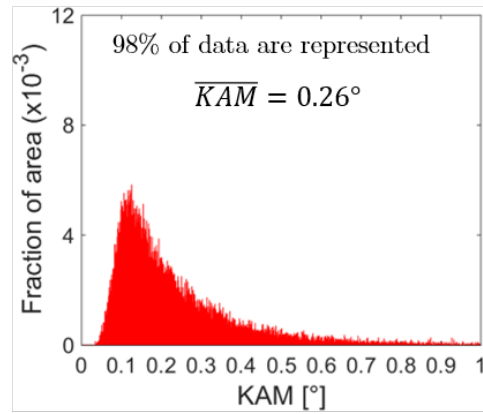


(g)

Données conventionnelles
filtrées LLASS

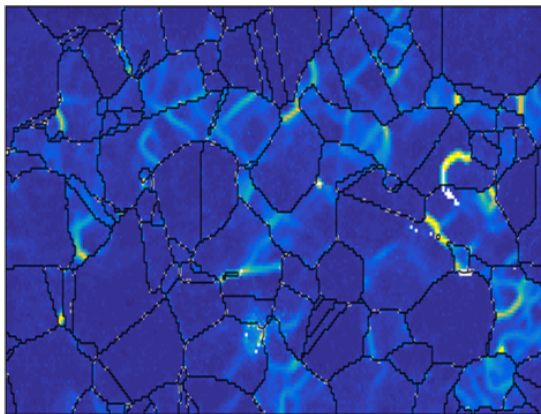


(b)

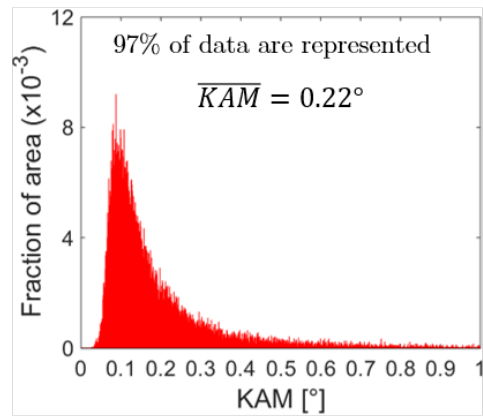


(h)

Résolution ang. améliorée,
données brutes

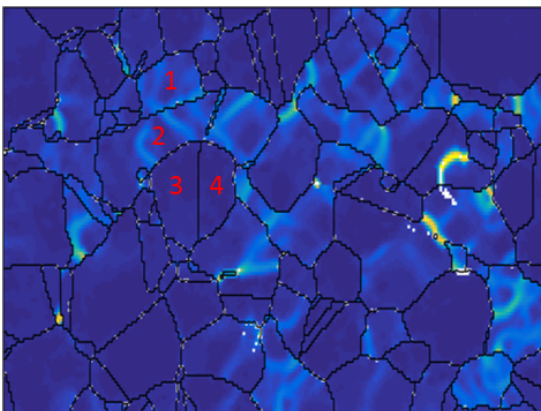


(c)

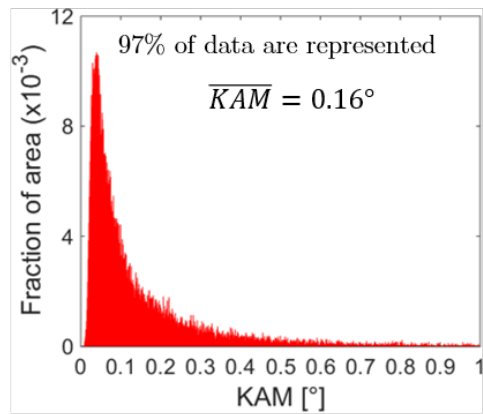


(i)

Résolution ang. améliorée,
données filtrées LLASS



(d)



(j)

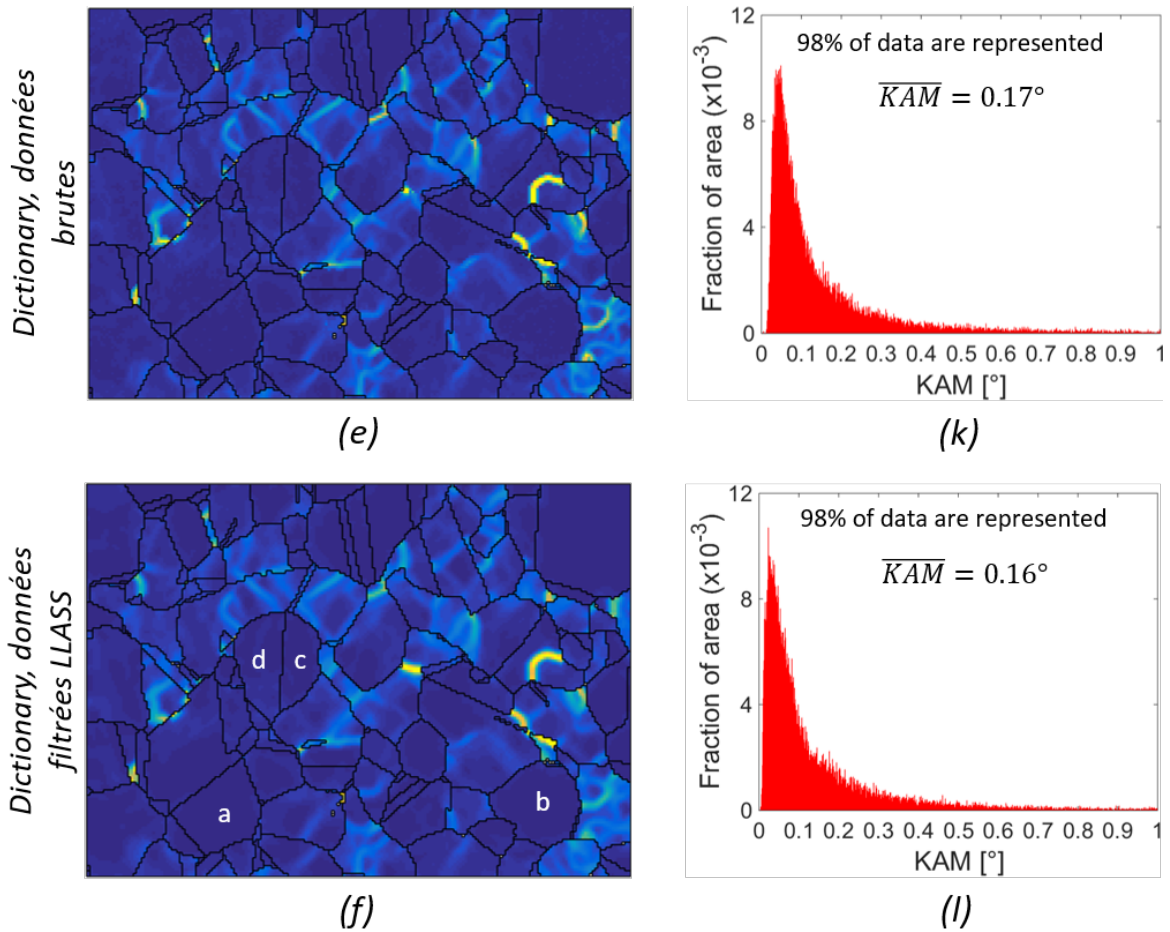


Figure 2.13 – Cartographie et distribution du KAM pour a), g) données EBSD brutes acquises avec une résolution angulaire standard, b), h) données EBSD acquises avec une résolution angulaire standard et filtrées avec le filtre LLASS, c), i) données EBSD brutes acquises avec la méthode résolution angulaire améliorée, d), j) données EBSD brutes acquises avec la méthode résolution angulaire améliorée et filtrées avec le filtre LLASS, e), k) données EBSD brutes acquises avec la méthode « dictionary », f), l) données EBSD acquises avec la méthode « dictionary » et filtrées avec le filtre LLASS.

La diminution progressive du bruit de mesure de la **Figure 2.13b** à la **Figure 2.13f** permet de mettre en évidence qualitativement deux types de grains recristallisés en se basant sur leurs niveaux de désorientations intragranulaires (i.e. densités de dislocations). Ces deux types de grains pourraient correspondre aux populations de grains DRX et PDRX. Étant donnée la définition des grains DRX et PDRX, les grains ayant des valeurs de KAM plus élevées et plus hétérogènes pourraient être considérés comme étant des grains DRX (par exemple les grains 1 et 2 sur la **Figure 2.13d**) alors que les grains ayant des valeurs de KAM plus faibles et plus homogènes pourraient être considérés comme étant des grains PDRX (par exemple les grains 3 et 4 sur la **Figure 2.13d**).

Comme le montre la **Figure 2.13a**, il est définitivement impossible de distinguer chacune de ces deux populations de grains avec certitude en se basant sur des données EBSD conventionnelles à cause du bruit de mesure standard (ici environ $0,4^\circ$) associé à cette méthode. L'application du filtre LLASS sur le jeu de données EBSD conventionnelles brutes mène qualitativement à des résultats similaires de ceux obtenus avec les données EBSD brutes issues de l'analyse avec la méthode résolution angulaire améliorée. L'application de ce même filtre sur les données EBSD brutes acquises avec la méthode résolution angulaire améliorée permet encore

une petite amélioration de la précision comme le montre la distribution sur la **Figure 2.13j** pour laquelle la partie des faibles valeurs est légèrement décalée vers la gauche.

Les données EBSD brutes obtenues via la méthode « dictionary » donnent des résultats très proches de ceux qui résultent des données brutes issues de la méthode résolution angulaire améliorée après application du filtre LLASS. D'une part, il peut-être noté que l'indexation des données EBSD basée sur des simulations dynamiques (méthode « dictionary ») permet d'atteindre une meilleure précision angulaire que l'indexation des données EBSD basée sur des simulations cinématiques (méthode à résolution angulaire améliorée), bien que cette dernière améliore déjà considérablement la résolution angulaire par rapport aux données EBSD conventionnelles. D'autre part, ces résultats confirment une fois de plus l'efficacité du filtre LLASS pour la réduction du bruit de mesure. Par rapport aux deux autres méthodes présentées, celui-ci a, en plus, l'avantage de pouvoir être utilisé avec des données EBSD conventionnelles. L'application de ce filtre aux données EBSD brutes de la méthode « dictionary » ne change rien à la cartographie du KAM ni à la distribution correspondante, le bruit de mesure atteint avec cette méthode étant déjà très faible.

Puisque l'analyse des désorientations intragranulaires est une méthode indirecte pour révéler la présence de dislocations et en apprécier la densité, la technique ECCI a aussi été exploitée pour confirmer définitivement que les deux populations de grains recristallisés avec des valeurs faibles/élevées de KAM mises en évidence précédemment (voir **Figure 2.13**) correspondent bien à des grains DRX et PDRX. Dans ce but, une série d'images ECCI a été acquise (voir **Figures 2.14b-2.14f**) en adoptant l'approche présentée dans la section 2.1.5 sur une zone préalablement caractérisée par analyse EBSD conventionnelle et dont les données ont ensuite été filtrées avec le filtre LLASS (**Figure 2.14a**). Bien que les méthodes à précision angulaire améliorée et « dictionary » permettent d'obtenir de meilleurs résultats (avec ou sans filtre), l'application du filtre LLASS sur des données EBSD conventionnelles permet déjà d'identifier les deux mêmes populations de grains. L'analyse EBSD conventionnelle reste, de plus, l'approche la plus répandue actuellement. C'est une des raisons pour laquelle la série d'images ECCI de la **Figure 2.14** est directement comparée à des données EBSD conventionnelles filtrées. Dans tous les cas, l'utilisation d'une des deux autres méthodes présentées précédemment, et pour lesquelles le niveau de bruit est inférieur, mènerait aux mêmes conclusions quant à la classification des grains. Il est aussi précisé ici, que, pour s'épargner des effets de contamination, la zone d'intérêt pour l'acquisition des images ECCI diffère de celle sur laquelle ont été réalisées les comparaisons des acquisitions et post-traitements EBSD de la **Figure 2.13**. En effet, la contamination au carbone produite lors des analyses EBSD successives sur la même zone ne permet pas l'acquisition ultérieure d'images ECCI de bonne qualité.

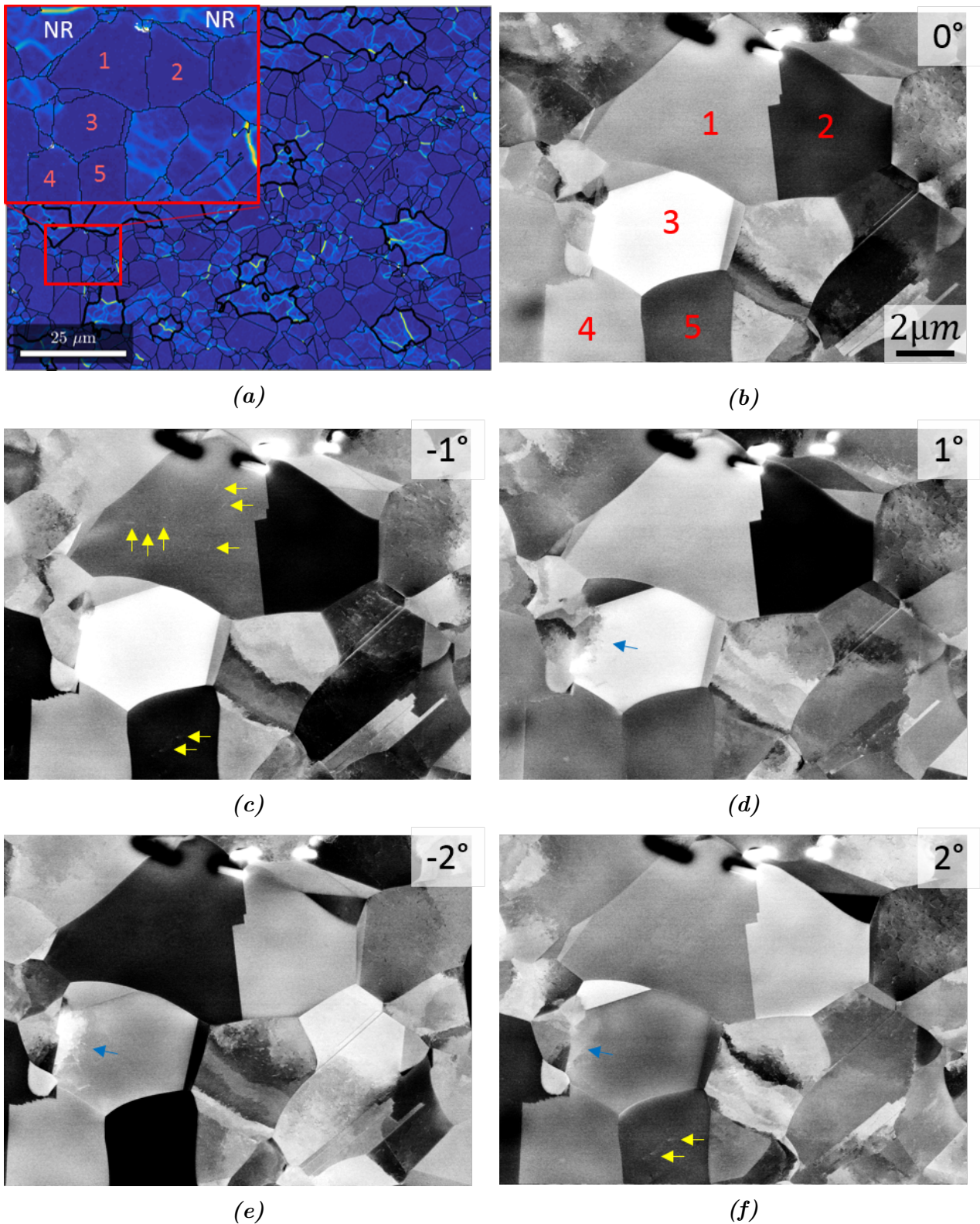


Figure 2.14 – a) Cartographie du KAM obtenue à partir de données EBSD conventionnelles traitées avec le filtre de débruitage LLASS. b) - f) Images ECCI d'une zone contenant à la fois des grains DRX et PDRX identifiés sur a) prises à différents angles de tilt (indiqués sur chaque image) autour de la position initiale.

Les grains numérotés de 1 à 5 sur la **Figure 2.14b** ont été identifiés comme des grains PDRX en se basant sur les données EBSD de la **Figure 2.14a**. La série d'images ECCI de ces grains ainsi que des grains DRX environnant mène aux mêmes conclusions concernant les densités de dislocations contenues par ces deux populations de grains. La densité de dislocations présente dans les grains DRX est en effet qualitativement plus élevée que celle présente dans les grains PDRX. Il peut également être observé que la mise en évidence de dislocations dans les grains DRX n'est pas sensible à l'angle de tilt. Dans ces grains, des dislocations restent effectivement visibles pour tous les angles de tilt, et ce sous l'effet du gradient d'orientation induit par les dislocations elles-mêmes. Du fait du gradient d'orientation, les conditions de canalisation dans un grain DRX ne peuvent pas être uniformes sur l'ensemble du grain, ce qui explique le fait que les dislocations mises en évidence sur les images ECCI puissent varier d'un angle de tilt à un autre. Une autre conséquence directe de ce phénomène est le fait qu'on puisse observer un gradient d'intensité du signal BSE à l'intérieur de ces grains, témoignant du gradient d'orientation. Au contraire, dans les grains PDRX l'intensité des électrons rétrodiffusés est très homogène pour chaque angle de tilt, ce qui est cohérent avec leur orientation uniforme. On peut cependant noter que quelques rares dislocations peuvent tout de même être mises en évidence dans ces grains pour certains angles de tilt (voir **Figure 2.14**) :

- Dislocations individuelles identifiées à l'aide des flèches jaunes dans le grain 1 pour un angle de tilt de -1° et dans le grain 5 pour des angles de tilt de -1° et 2° .
- Région de dislocations dans le grain 3 identifiée par une flèche bleue pour des angles de tilt de -1° , 1° , et 2° .

La présence de dislocations dans les grains identifiés comme PDRX peut être due au fait que l'échantillon analysé ait été trempé à l'eau à la fin de l'essai thermomécanique ayant servi à produire cette microstructure. Afin de vérifier cette hypothèse, deux autres échantillons du même matériau ont été déformés à température ambiante avant de subir un traitement thermique dans le but de les faire recristalliser statiquement. A l'issue du traitement thermique, un de ces deux échantillons a été trempé à l'eau alors que l'autre a été refroidi lentement de manière à ce que le possible effet de la trempé puisse être caractérisé. Les micrographies ECCI de grains SRX soit trempés à l'eau (colonne de droite), soit refroidis lentement (colonne de gauche) sont présentées en **Figure 2.15**. Les cartographies du KAM ainsi que les distributions correspondantes obtenues à partir de données EBSD conventionnelles filtrées après analyse des échantillons recristallisés statiquement utilisés pour la **Figure 2.15** sont données sur la **Figure 2.16**.

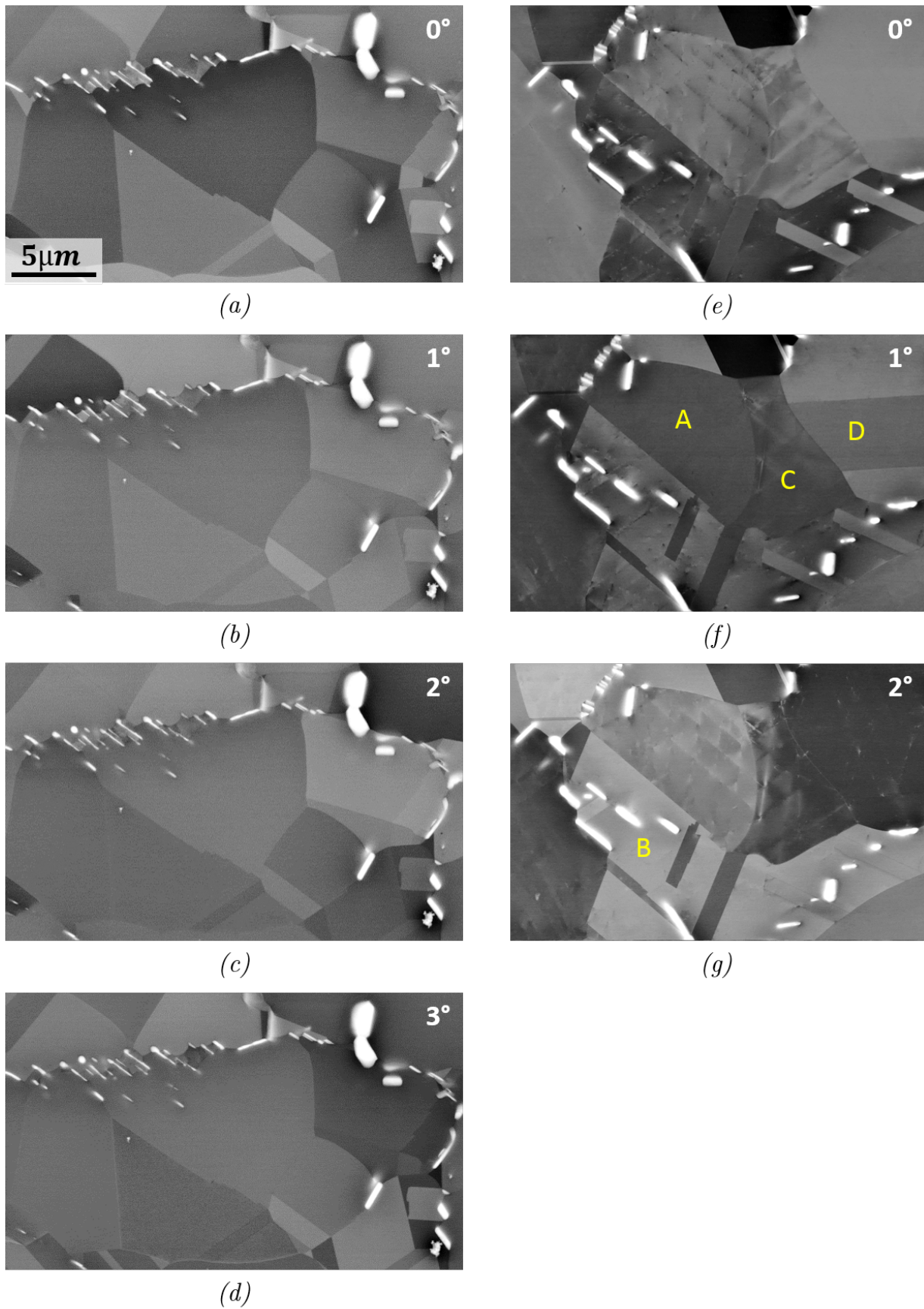


Figure 2.15 – Micrographie ECCI de grains SRX produits par une déformation à froid suivie d'un traitement thermique. Sur la colonne de gauche, (a)-d)), à l'issue du traitement thermique, l'échantillon a été refroidi lentement jusqu'à température ambiante dans le four. Sur la colonne de droite (e)-g)), l'échantillon a directement été trempé à l'eau à la fin du traitement thermique.

Alors qu'aucune dislocation n'est mise en évidence dans les grains SRX refroidis lentement (**Figures 2.15a-2.15d**), des dislocations apparaissent dans les grains SRX trempés après traitement thermique (**Figures 2.15e-2.15g**). En tenant compte de la **Figure 2.15**, il est ainsi évident que la trempe introduit des dislocations dans les grains recristallisés. Il s'agit en réalité d'une conséquence de l'écoulement plastique engendré par les contraintes thermiques pouvant être élevées au moment de la trempe. Cependant cela n'a pas d'impact mesurable sur les désorientations intragranulaires obtenues avec des données EBSD conventionnelles filtrées (**Figure 2.16**). Il est intéressant de noter que la configuration des dislocations qui résultent de la déformation plastique pendant la trempe et celle résultant de la déformation à chaud dans les grains DRX sont assez différentes. D'une part, la répartition des dislocations dans les grains DRX ne semble pas suivre un motif particulier. D'autre part, dans certains grains SRX ayant subi une trempe à l'eau (exemple : grains A, B, C et D sur la **Figure 2.15**) et pour certaines conditions de tilt rendant visibles les dislocations en ECCI, les dislocations visibles sont alignées (probablement le long de plans de glissement).

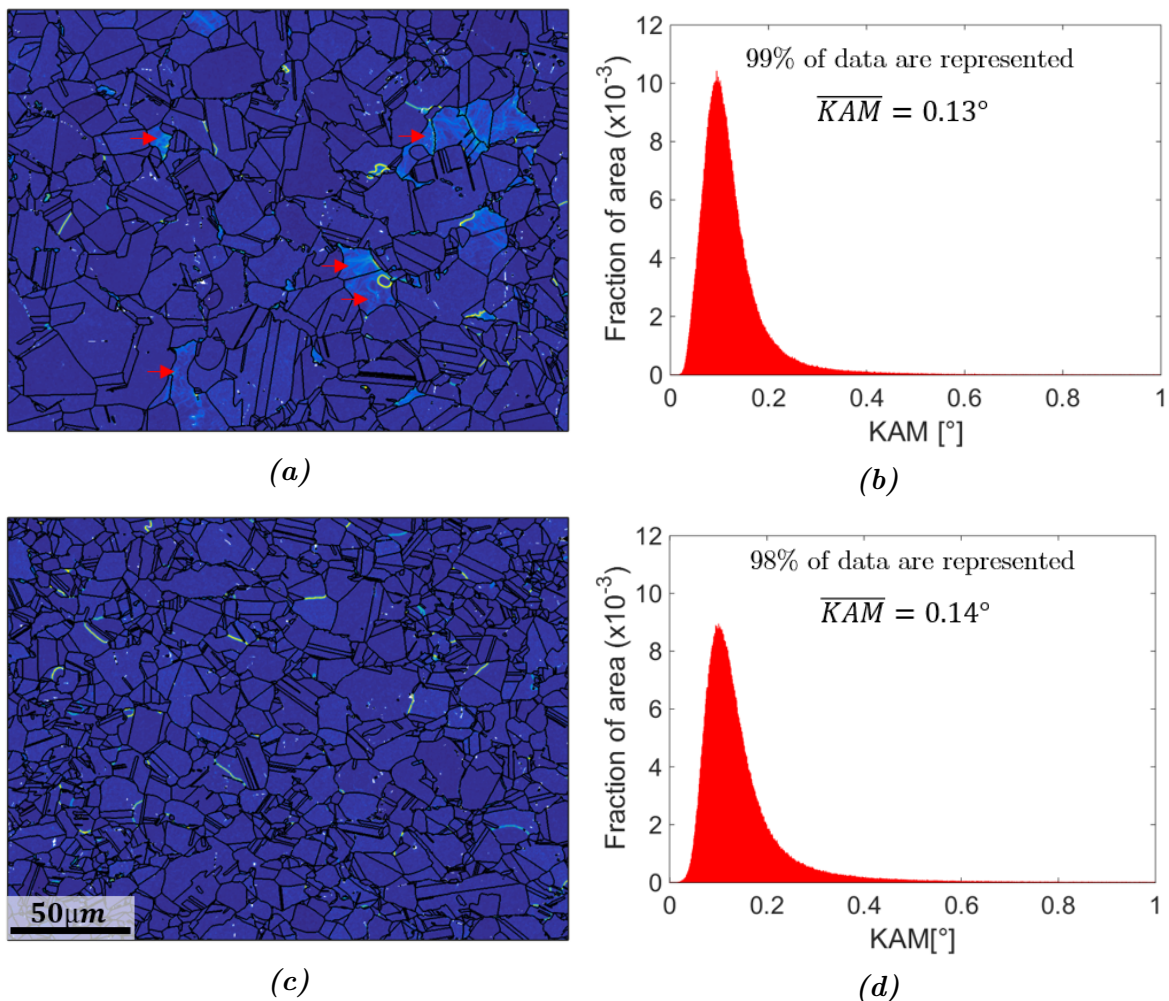


Figure 2.16 – Cartographies du KAM et distributions correspondantes (données EBSD conventionnelles filtrées avec le filtre LLASS) des échantillons contenant des grains SRX utilisés pour la **Figure 2.15**. a), b) Les données correspondantes aux grains SRX trempés à l'eau après le traitement thermique et c), d) les données correspondantes aux grains SRX qui ont subi un refroidissement lent. Les données provenant des grains non-recristallisés restants (voir les flèches rouges sur la figure a) par exemple) et des grains composés de moins de 4 points de mesure ne sont pas considérées pour les distributions montrées en b) et c) ni pour le calcul des moyennes associées.

Les quelques dislocations révélées en ECCI dans les grains PDRX sur la **Figure 2.14** pourraient ainsi résulter de la trempe. Par exemple les dislocations dans le grain 5 sont alignées (voir **Figure 2.14** pour des angles de tilt de -1° et 2°) et décrivent un motif assez similaire à celui vu dans les grains SRX trempés de la colonne droite de la **Figure 2.15**. Une autre explication possible à la présence de dislocations dans les grains PDRX pourrait être que ces grains soient en fait des grains MDRX (grains DRX qui ont continué de grossir au cours du maintien en température après déformation). Cette option semble être effectivement le cas pour le grain 3 de la **Figure 2.14** étant donné qu'une partie de celui-ci dispose des mêmes caractéristiques qu'un grain DRX et que l'autre partie dispose des mêmes caractéristiques qu'un grain PDRX. En effet, la partie droite du grain 3 montre des contrastes dus à des variations d'orientation ainsi qu'une densité de dislocations non structurées dont la mise en évidence n'est que faiblement sensible à l'angle de tilt. De plus, les dislocations révélées dans la partie gauche de ce grain ont un impact sur la désorientation intragranulaire locale mesurée (voir **Figure 2.14a**). Cela signifie que les dislocations présentes dans la zone gauche du grain 3 ne sont pas uniquement dues aux contraintes thermiques imposées par la trempe, elles proviennent également de la déformation à chaud.

Même si toutes les caractéristiques sont réunies en ECCI et en EBSD pour nous conforter dans l'idée que le grain 3 de la **Figure 2.14** est un grain MDRX, il n'est pas si simple de définir si les autres grains PDRX présents dans cette zone sont des grains SRX ou MDRX. Même si ces autres grains PDRX semblent avoir les caractéristiques de grains SRX, il ne serait pour autant pas judicieux de les considérer comme tels de manière tranchée. En effet, concernant les grains PDRX pour lesquels aucune zone DRX n'est révélée, il n'est pas impossible qu'une telle zone soit, en réalité, en dehors de la section 2D analysée. Cet artéfact potentiel qui est simplement dû au fait que l'on accède qu'à une description 2D de la microstructure est schématisé sur la **Figure 2.17**.

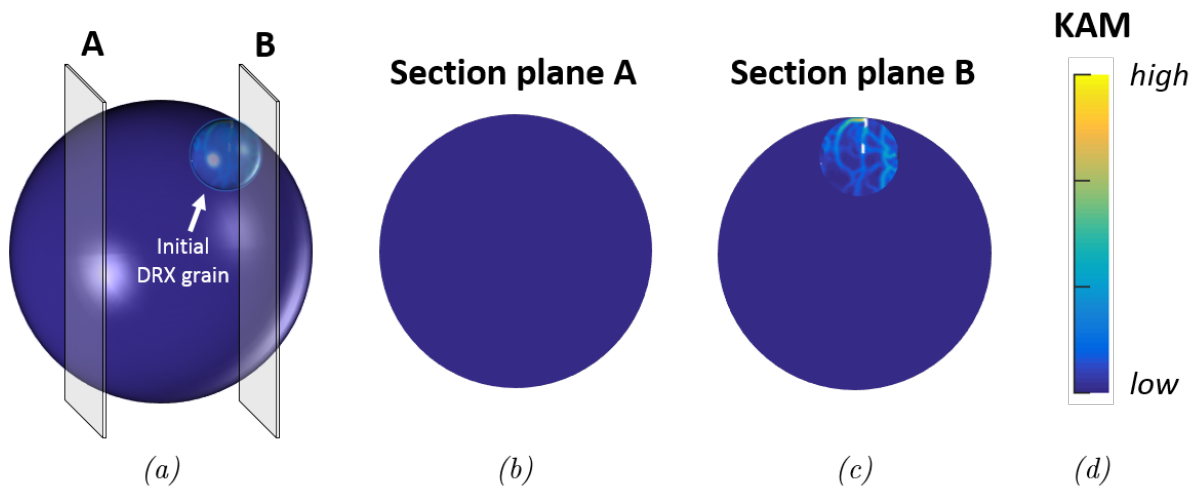
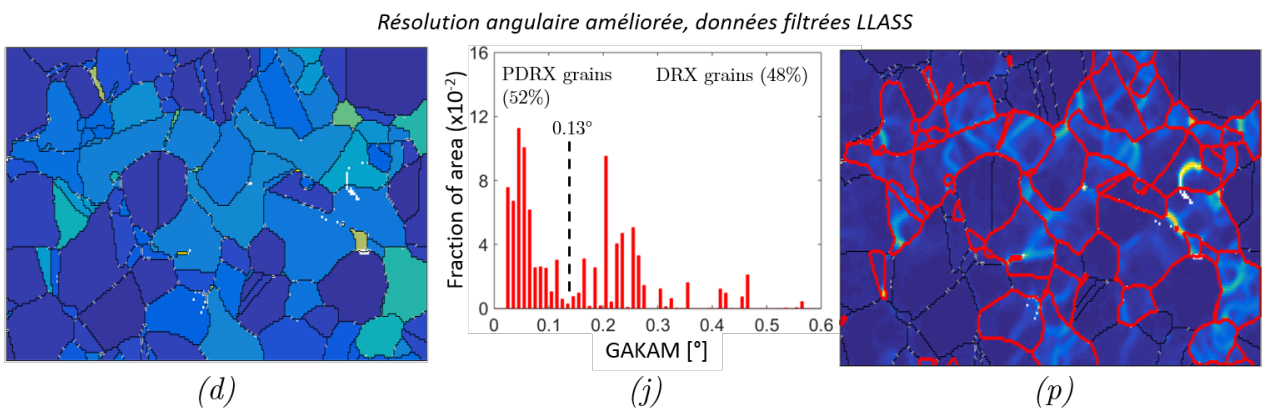
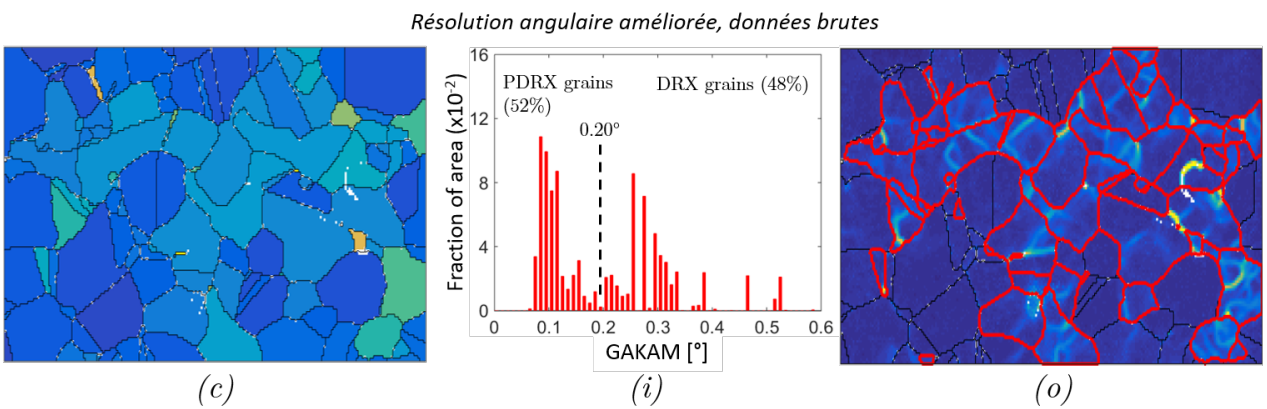
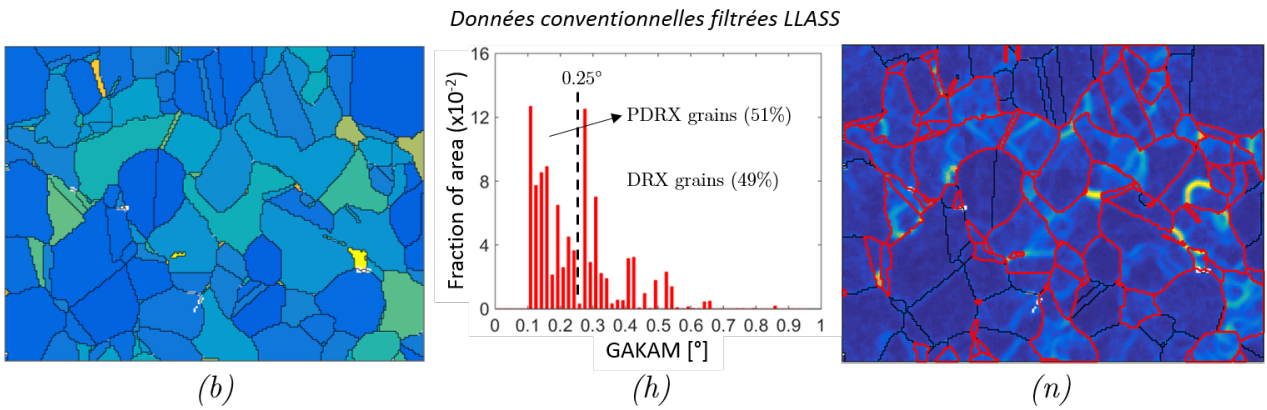
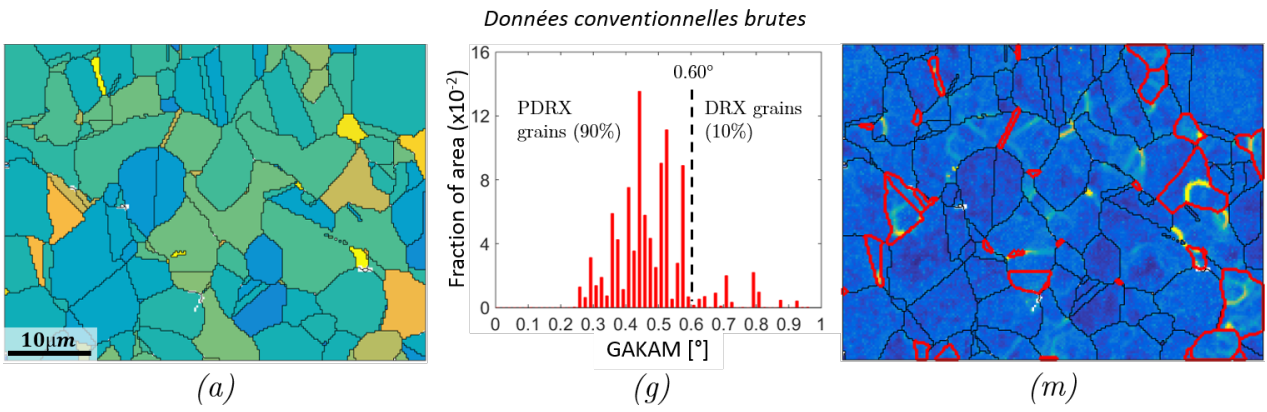


Figure 2.17 – Schéma mettant en évidence la difficulté à identifier les grains SRX et MDRX parmi les grains PDRX dans une coupe 2D. a) Un grain MDRX sphérique est schématisé en 3D. Celui-ci consiste en un grain DRX (valeurs élevées de KAM, bleu clair) ayant grossi post-dynamiquement (le volume balayé par le joint mobile a une densité de dislocations plus faible, bleu foncé). b) et c) Les coupes 2D du grain a) le long des plans A et B respectivement. La coupe A n'intersecte pas le grain DRX initial et montre ainsi une densité de dislocation faible et homogène. Un grain MDRX dont la coupe 2D serait réalisée dans cette configuration serait interprété comme un grain SRX. En revanche la coupe B comprend le grain DRX initial et il peut ainsi être identifié en tant que grain MDRX. d) Le code couleur fait référence au niveau de densité de dislocations ou des valeurs de KAM résultantes.

Sur cette figure, un grain MDRX est considéré (schématiquement sous forme sphérique). Le plan de coupe A (**Figure 2.17b**) intersecte le volume dans une zone qui a été balayée par le front de recristallisation pendant le maintien post-dynamique. La section de ce grain ne contient donc pas de dislocations (ou seulement celles qui auraient été induites par la trempe). Le plan de coupe noté B (**Figure 2.17c**) passe au travers du grain DRX qui est à l'origine du gros grain MDRX et comprend donc une zone avec des valeurs de KAM typiques de celles que l'on retrouve dans un grain DRX. En d'autres termes, les grains PDRX dont la section 2D observée est de type A (exemple : grains 1, 2, 4, ou 5 sur la **Figure 2.14**) ne peuvent pas être identifiés comme étant des grains SRX ou MDRX. Au contraire, les grains PDRX dont la section 2D observée est de type B (exemple : grain 3 sur la **Figure 2.14**) peuvent, eux, être identifiés comme grains MDRX. On met ici en évidence une des limitations des analyses microstructurales en 2D. Pour aller plus loin dans la discussion des mécanismes de formation des grains PDRX, une des alternatives serait de réaliser des coupes successives avec un faisceau d'ions (FIB) et de caractériser la microstructure en EBSD 3D (une cartographie EBSD par coupe). Sous condition que le bruit de mesure des données EBSD acquises soit assez faible, cela offrirait la possibilité de distinguer les grains SRX des grains MDRX, à minima qualitativement.

2.2.3 Approche quantitative

Bien que le paramètre KAM soit le paramètre le plus pertinent lorsqu'il s'agit de révéler les sous-structures et d'apprécier les densités de dislocations locales à partir de données EBSD, travailler avec un paramètre constant par grain tel que le GAKAM reste plus pertinent pour traiter quantitativement des fractions DRX et PDRX. Puisque la coexistence des grains DRX et PDRX dans la zone étudiée sur la **Figure 2.13** a été prouvée (notamment grâce à la réduction du bruit de mesure dans les jeux de données EBSD), les cartographies du GAKAM et les distributions des valeurs de GAKAM correspondantes provenant des mêmes jeux de données EBSD sont présentées sur la **Figure 2.18** dans le même ordre. Contrairement à la discrimination entre les grains recristallisés et non-recristallisés, le couplage du paramètre GAKAM avec un critère de taille de grains n'est plus pertinent ici étant donné que les grains DRX et les grains PDRX ont des tailles similaires. Par conséquent, uniquement le paramètre GAKAM sera considéré pour la séparation quantitative de ces deux populations de grains recristallisés.



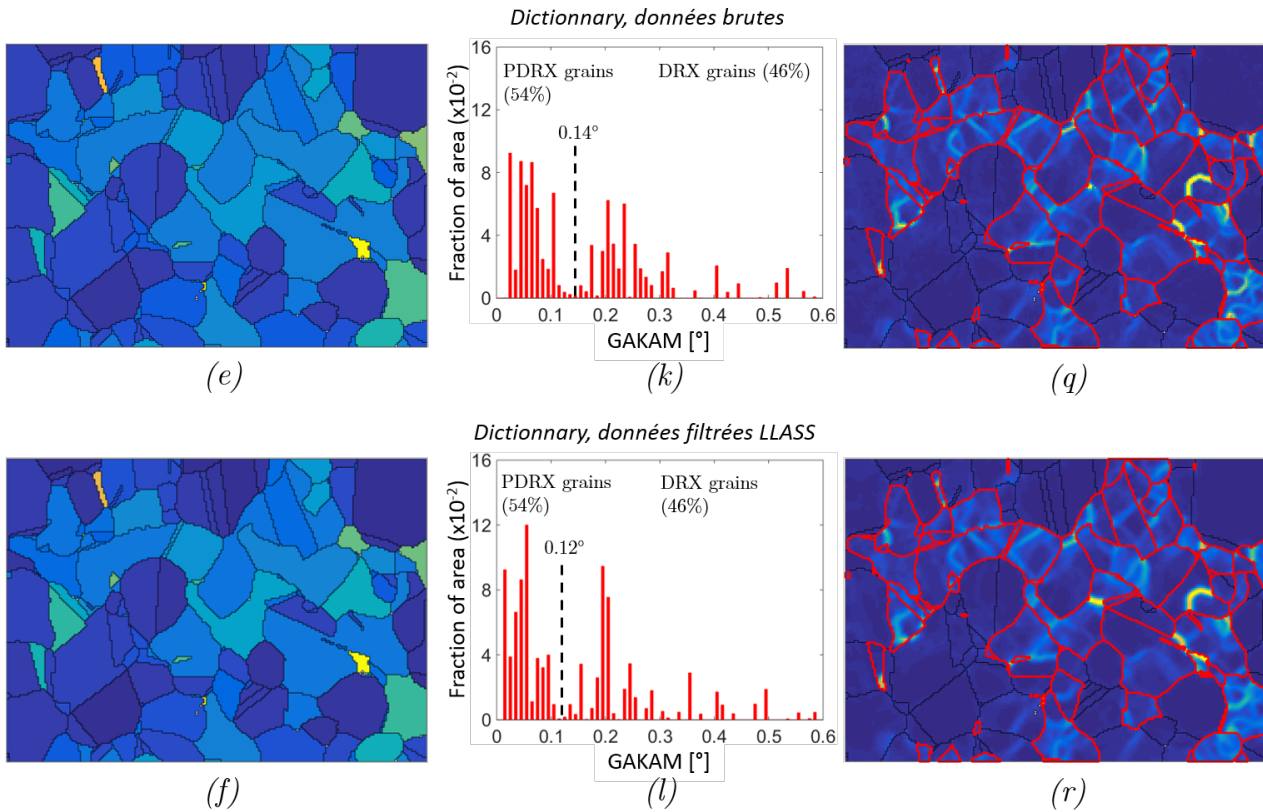


Figure 2.18 – Tentative de séparation des grains DRX et PDRX. La première, troisième et cinquième lignes correspondent, respectivement, aux données brutes acquises avec les méthodes conventionnelle, résolution angulaire améliorée, et « dictionnaire ». La deuxième, quatrième et sixième lignes correspondent, respectivement, aux mêmes données que les lignes une, trois et cinq mais post-traitées après application du filtre LLASS. (a) - (f) Cartographies du GAKAM. (g) - (l) Distributions du GAKAM avec le choix du seuil pour la séparation DRX - PDRX et les proportions DRX - PDRX estimées correspondantes. (m) - (r) Les populations sélectionnées pour les grains DRX (joints de grains affichés en rouge) et PDRX sont montrées sur la cartographie du KAM après seuillage en GAKAM.

Une fois de plus, comme en témoigne la **Figure 2.18**, la diminution progressive du bruit de mesure permet de révéler les deux populations de grains recristallisés sur la base des valeurs de GAKAM. La cartographie du GAKAM acquise avec une résolution angulaire standard ne montre pas une différence marquée entre les valeurs de GAKAM des grains DRX et celles des grains PDRX (**Figures 2.18a et 2.18g**). En effet, les grains PDRX peuvent avoir des valeurs de GAKAM similaires à celles des grains DRX du fait qu'ils sont composés de points de mesures bruités. Il est alors, dans ce cas, très difficile de distinguer ces deux populations à partir de la distribution en GAKAM associée (**Figure 2.18g**), celle-ci ne mettant pas en évidence de seuil évident entre nos deux populations. Choisir un seuil non arbitraire pour séparer quantitativement les grains DRX et PDRX est ainsi très difficile, ce qui engendre une classification des grains qui est loin d'être en phase avec celle pouvant être faite qualitativement à partir des cartographies du KAM obtenues pour des résolutions angulaires meilleures (**Figure 2.13**).

Au contraire, la cartographie du GAKAM et la distribution correspondante pour des données EBSD acquises avec la méthode à résolution angulaire améliorée mettent clairement en évidence les populations de grains DRX et PDRX. La séparation de ces deux populations de grains recristallisés devient évidente et est en phase avec les différences de densités de dislocations entre grains DRX et PDRX observées sur la cartographie du KAM associée. En accord avec ce qui a été montré dans la section 2.2.2, l'application du filtre LLASS sur les données EBSD acquises avec la méthode à résolution angulaire améliorée facilite encore plus la définition d'une valeur seuil de GAKAM pour séparer les deux populations. Filtrer les données EBSD provenant de la méthode « dictionary » n'améliore plus les résultats qui sont déjà très bons, la séparation des grains DRX et PDRX est tout aussi évidente pour les données brutes comme pour celles filtrées. Ceci est en accord avec les résultats présentés dans la partie précédente, le bruit de mesure étant déjà très bas pour les données brutes, l'application du filtre LLASS n'a que peu d'impact.

Même si le choix d'une valeur seuil de GAKAM n'est pas aussi évident que pour les données issues de la méthode à résolution angulaire améliorée, l'application du filtre LLASS sur le jeu de données EBSD conventionnelles permet déjà d'identifier quantitativement les grains DRX et PDRX de manière fiable. Évidemment, il est clair que le seuil retenu pour la séparation des deux populations sur la **Figure 2.18** pourrait être pris dans un certain intervalle de valeurs de GAKAM. En pratique, pour une estimation quantitative des populations de grains recristallisés aussi précise que possible à partir des données EBSD conventionnelles filtrées, une première valeur seuil de GAKAM est d'abord choisie à partir de la distribution de ce paramètre. Ensuite, ce premier seuil peut-être affiné de façon à ce que les populations DRX et PDRX qui en découlent soient le plus en accord possible avec les différences de densités de dislocations traduites par les cartographies du KAM. Compte tenu des résultats présentés dans cette section, les fractions DRX et PDRX pour la zone analysée sont évaluées ici à hauteur de 50% - 50% à $\pm 5\%$ près.

La nécessité de limiter le bruit de mesure dans le but de pouvoir distinguer les grains DRX des grains PDRX a été démontrée tout au long de cette section. Au-delà de la discussion autour des différentes méthodes, il existe donc une certaine valeur limite du bruit de mesure au-delà de laquelle il n'est plus possible de discerner grains DRX et PDRX fiablement. Afin d'évaluer approximativement cette limite, un ordre de grandeur du niveau de bruit de mesure propre à chaque méthode a été estimé. Pour chacune des six méthodes considérées, les distributions du KAM présentées sur la partie droite de la **Figure 2.13** ne peuvent pas être utilisées pour quantifier précisément le bruit de mesure puisque des régions écrouies (grains DRX) sont présentes dans la zone analysée, ce qui engendre des désorientations locales bien plus élevées. Par conséquent, dans le but de quantifier le niveau de bruit de mesure inhérent à chaque méthode plus précisément, les valeurs de GAKAM obtenues avec les différentes méthodes pour quatre grains non écrouis identifiés sur la **Figure 2.13f** sont reportées dans la **Tableau 2.3**.

Grain identifié sur la Figure 2.13	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>d</i>
Résolution angulaire standard - données brutes	0,53°	0,36°	0,39°	0,41°
Résolution angulaire standard - données filtrées (LLASS)	0,16°	0,13°	0,15°	0,17°
Méthode à résolution ang. améliorée - données brutes	0,09°	0,10°	0,12°	0,11°
Méthode à résolution ang. améliorée - données filtrées (LLASS)	0,04°	0,04°	0,06°	0,06°
Méthode « dictionary »- données brutes	0,04°	0,05°	0,05°	0,07°
Méthode « dictionary »- données filtrées (LLASS)	0,03°	0,04°	0,04°	0,06°

Tableau 2.3 – Valeurs de GAKAM obtenues pour les différents systèmes d'acquisition des données EBSD (données brutes et filtrées) pour quatre grains non écrouis différents identifiés sur la **Figure 2.13**.

Pour les données EBSD à résolution angulaire standard, le bruit de mesure est significativement impacté par l'orientation cristallographique du grain. En revanche, ce bruit de mesure semble bien moins dépendant de l'orientation cristallographique pour les autres méthodes comme le montrent les résultats reportés dans le **Tableau 2.3**. Le bruit de mesure standard précédemment estimé aux alentours de $0,4^\circ$ est confirmé avec ces valeurs par grain, celui-ci varie en réalité entre $0,3^\circ$ et $0,5^\circ$ selon le grain d'intérêt parmi les quatre sélectionnés. Les trois dernières méthodes listées dans le **Tableau 2.3** mènent à des bruits de mesure d'orientation similaires d'environ $0,05^\circ$, ce qui correspond au plus bas bruit de mesure atteignable pour les six méthodes présentées. Il peut finalement être noté que la résolution angulaire ultime pouvant être atteinte après avoir filtré les données EBSD conventionnelles avec le filtre LLASS est inférieure à $0,2^\circ$ dans les conditions d'analyse opérées. On peut ainsi conclure qu'une réduction du bruit de mesure en dessous de $0,2^\circ$ permet la distinction entre grains DRX et grains PDRX en se basant sur une valeur seuil objective de GAKAM.

2.2.4 Évaluation des fractions DRX et PDRX dans le cas des microstructures trempées rapidement après déformation

Il a été démontré dans les sections 2.2.2 et 2.2.3 que la réduction du bruit de mesure associé aux données EBSD conventionnelles (en les filtrant avec le filtre LLASS par exemple) permettait de pouvoir séparer fiablement les grains DRX et PDRX dans une microstructure totalement recristallisée. Cependant, contrairement au cas plus simple des microstructures totalement recristallisées utilisées précédemment, les microstructures déformées et trempées rapidement après déformation ne sont généralement que partiellement recristallisées : elles peuvent également être constituées de grains non-recristallisés. Trois populations de grains qu'il faut séparer peuvent donc co-exister dans les microstructures déformées et trempées rapidement après déformation analysées au chapitre 4 dans le but de caractériser les évolutions dynamiques : les grains DRX, les grains PDRX, et les grains non-recristallisés.

Un exemple de séparation des populations de grains DRX, PDRX, et non-recristallisés qui co-existent dans la microstructure d'un échantillon déformé à $T = 980^\circ\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$ jusque $\epsilon_{macro} = 0,7$ puis trempé rapidement après déformation est présenté sur la **Figure 2.19**. Sur cette figure, la distribution du GAKAM issue des données EBSD conventionnelles brutes (**Figure 2.19a**) est comparée à celle issue du même jeu de données ayant été filtré avec le filtre LLASS (**Figure 2.19b**) qui sert à l'identification des différentes populations de grains. Les populations de grains recristallisés et non-recristallisés sont d'abord identifiées à partir de la distribution du GAKAM. Lorsqu'un seul critère sur la valeur de GAKAM des grains ne suffit pas à séparer convenablement les grains recristallisés des grains non recristallisés (évaluation qualitative à partir des cartographies du KAM), celui-ci peut être couplé à un critère de taille de grains puisque la recristallisation mène à un affinement de la taille de grains dans notre cas (microstructure initiale assez grossière). La fraction recristallisée est alors calculée comme étant la fraction d'aire occupée par les grains recristallisés ayant été détectés. Cette première séparation entre grains recristallisés et non-recristallisés à partir des données EBSD filtrées est, en fait, semblable à ce qui est classiquement fait pour l'identification d'une fraction recristallisée à partir de données conventionnelles telle que présentée en section 2.1.2 et sur la **Figure 2.19a**. Ensuite, la contribution respective de la DRX et de la PDRX sur la fraction recristallisée peut être estimée après avoir séparé ces deux populations de grains en se basant uniquement sur la distribution du GAKAM. Un seuil est alors fixé puis affiné pour obtenir une classification des grains DRX et PDRX la plus fidèle possible avec la classification qualitative qui peut être faite à partir des cartographies du KAM.

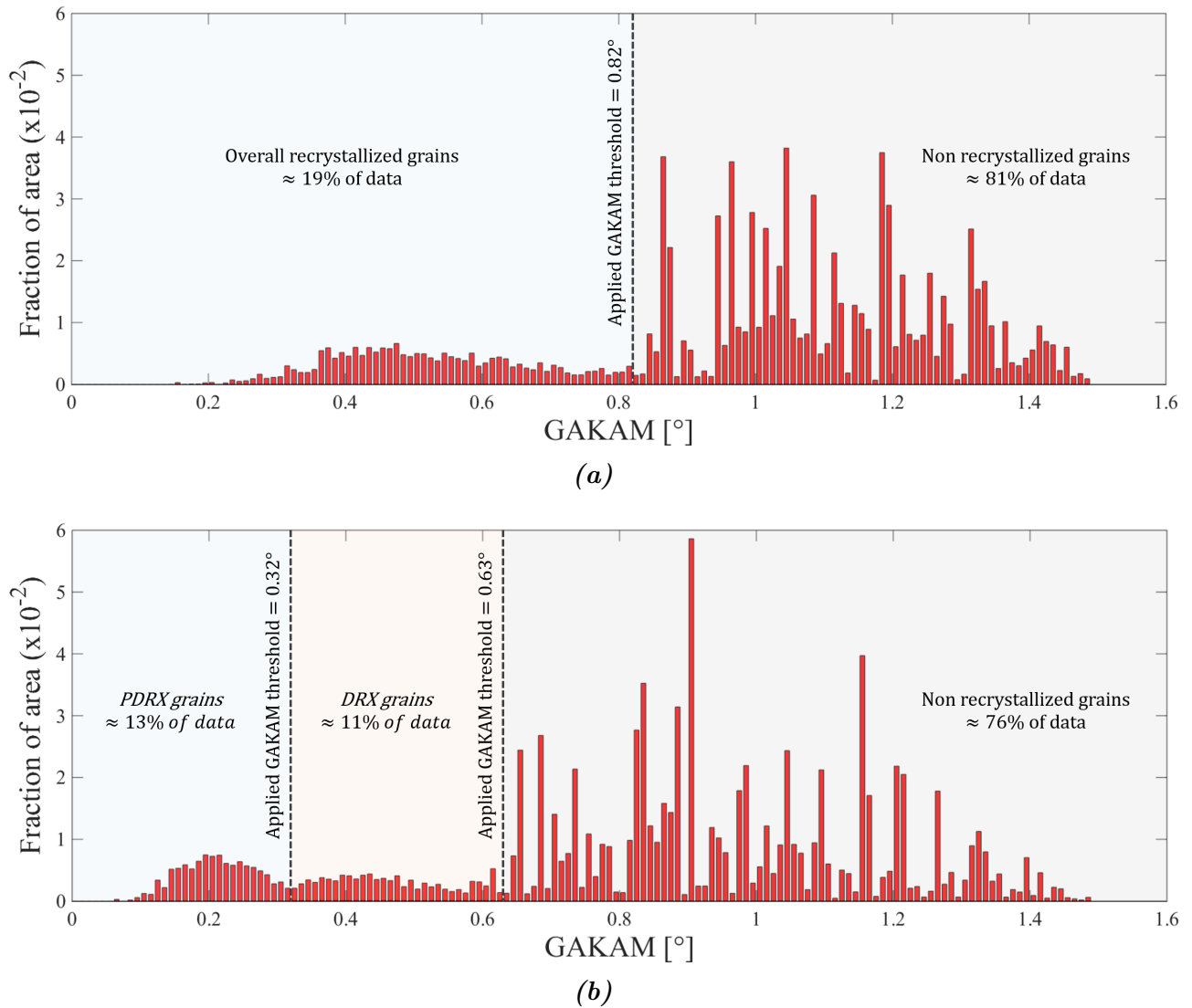


Figure 2.19 – Distribution du GAKAM obtenue suite à une acquisition EBSD au centre d'un échantillon déformé à $T = 980^\circ\text{C}$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$ jusque $\varepsilon_{\text{macro}} = 0,7$, puis trempé rapidement après déformation. Les valeurs seuils de GAKAM pour la séparation des différentes populations de grains sont indiquées. a) Distribution associée aux données EBSD conventionnelles, b) Distribution associée au même jeu de données EBSD conventionnelles après réduction du bruit de mesure par application du filtre LLASS [77]. Ce graphique illustre la séparation des différentes populations de grains pour la microstructure dont la cartographie du KAM est présentée sur la **Figure 4.1e** du chapitre 4, à partir de laquelle les fractions de grains DRX, PDRX et non-recristallisées sont estimées.

Il est rappelé ici que, dans le cas des échantillons ayant subi des temps de maintien en température plus longs après déformation afin de caractériser les évolutions post-dynamiques, la fraction PDRX est calculée comme la différence entre la fraction recrystallisée mesurée, et, la fraction DRX estimée sur l'échantillon ayant été déformé dans les mêmes conditions thermo-mécaniques mais trempé rapidement après déformation.

Chapitre 3

Essais thermomécaniques

La mise en œuvre d'essais thermomécaniques est un point central pour répondre à la problématique générale de cette étude.

D'une part, la simulation des opérations de forgeage au moyen d'essais thermomécaniques est essentielle lorsque l'on cherche à établir l'influence des paramètres thermomécaniques ($\dot{\varepsilon}$, T , ε) sur les évolutions microstructurales. En particulier, pour les besoins de cette étude, des essais thermomécaniques ont été menés dans le but d'étudier l'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques de recristallisation (dynamiques et post-dynamiques). Des essais de compression à chaud ont donc été réalisés afin de reproduire, au mieux, les conditions de forgeage industriel. C'est en effet ce mode de déformation qui se rapproche le plus de celui vu par la matière lors d'une étape de forgeage. Les sections 3.1 et 3.2 de ce chapitre visent à introduire tous les éléments nécessaires à la compréhension des conditions dans lesquelles les microstructures analysées en partie II ont été obtenues. L'échantillonnage, les dispositifs expérimentaux utilisés, le paramétrage des essais, ou encore les modes opératoires sont des éléments qui sont abordés dans ces deux sections. L'approche double passe parfois utilisée dans la littérature pour caractériser les évolutions post-dynamiques est aussi discutée dans la section 3.3 de ce chapitre, notamment dans le cas où le domaine des hautes vitesses de déformation est recherché.

D'autre part, des essais thermomécaniques ont également été mis en œuvre pour évaluer les propriétés mécaniques des pièces industrielles. Afin d'étudier l'influence du mode de forgeage sur les propriétés mécaniques, des éprouvettes prélevées sur des pièces forgées soit en presse à vis soit en presse hydraulique ont été testées en traction et en fluage. La section 3.4 introduit les conditions dans lesquelles les propriétés en traction et en fluage présentées et discutées dans la partie III de ce manuscrit ont été obtenues (préparation des éprouvettes, dispositifs expérimentaux, modes opératoires...).

3.1 Échantillonnage et microstructure initiale pour les essais de compression

3.1.1 Billette industrielle et zone de prélèvement

Dans le but de prélever les éprouvettes de compression, la société Safran a mis à disposition un morceau de billette industrielle d’Inconel 718 de rayon $R_b = 200$ mm. La composition chimique de cette billette est donnée dans le **Tableau 3.1**.

Éléments	Ni	Cr	Mo	Nb	Al	Ti	Fe
% mass.	Bal.	17,9	2,9	5,4	0,5	1,0	18,3

Tableau 3.1 – Composition chimique de la billette d’Inconel 718 utilisée pour le prélèvement des éprouvettes de compression.

La microstructure de ce morceau de billette a été caractérisée le long du rayon. C’est en effet dans la direction du rayon que la microstructure est susceptible de varier le plus sous l’influence des différents historiques thermomécaniques subis par la matière lors de la conversion, ou transformation d’un lingot en billette par forgeage. Le repère associé au morceau de billette est schématisé sur la **Figure 3.1a**. Pour une position radiale r donnée, les conditions thermomécaniques vues par la billette au cours de l’étape de conversion sont identiques, et donc la microstructure de la billette est supposée ne pas évoluer de manière significative selon la direction \vec{z} ni azimutalement. Les évolutions de tailles de grains et de fraction de phase δ sont suivies le long du rayon à l’aide du paramètre $\frac{r}{R_b} = \frac{\|\vec{r}\|}{R_b}$ variant comme la distance au centre de la billette ($\frac{r}{R_b} = 0$ au centre de la billette et $\frac{r}{R_b} = 1$ en périphérie). La **Figure 3.1b** synthétise les évolutions de la taille de grains et de la fraction de phase δ le long du rayon de la billette. Les **Figures 3.1c et 3.1d** montrent les microstructures typiquement obtenues pour les trois positions $\frac{r}{R_b} = 0$ (cœur de billette), $\frac{r}{R_b} = 0,5$ (mi-rayon de billette), et $\frac{r}{R_b} = 1$ (peau de billette).

Les **Figures 3.1b-3.1d** mettent en évidence le gradient de microstructure existant dans la billette industrielle en conséquence des différents historiques thermomécaniques subis par la matière en fonction de la position le long du rayon. Alors que la fraction de phase δ augmente du centre de la billette vers la périphérie, la taille de grains, quant à elle, diminue. Il est également noté que la microstructure reste plutôt homogène du cœur de la billette jusqu’à mi-rayon. Au contraire, à l’approche de la périphérie, la microstructure est de plus en plus hétérogène (elle varie rapidement sur des distances courtes le long du rayon), et certains grains initiaux (ceux composant la microstructure du lingot au cours de sa conversion) n’ont pas recristallisé (voir les gros grains allongés selon la direction verticale \vec{z} sur la **Figure 3.1c**).

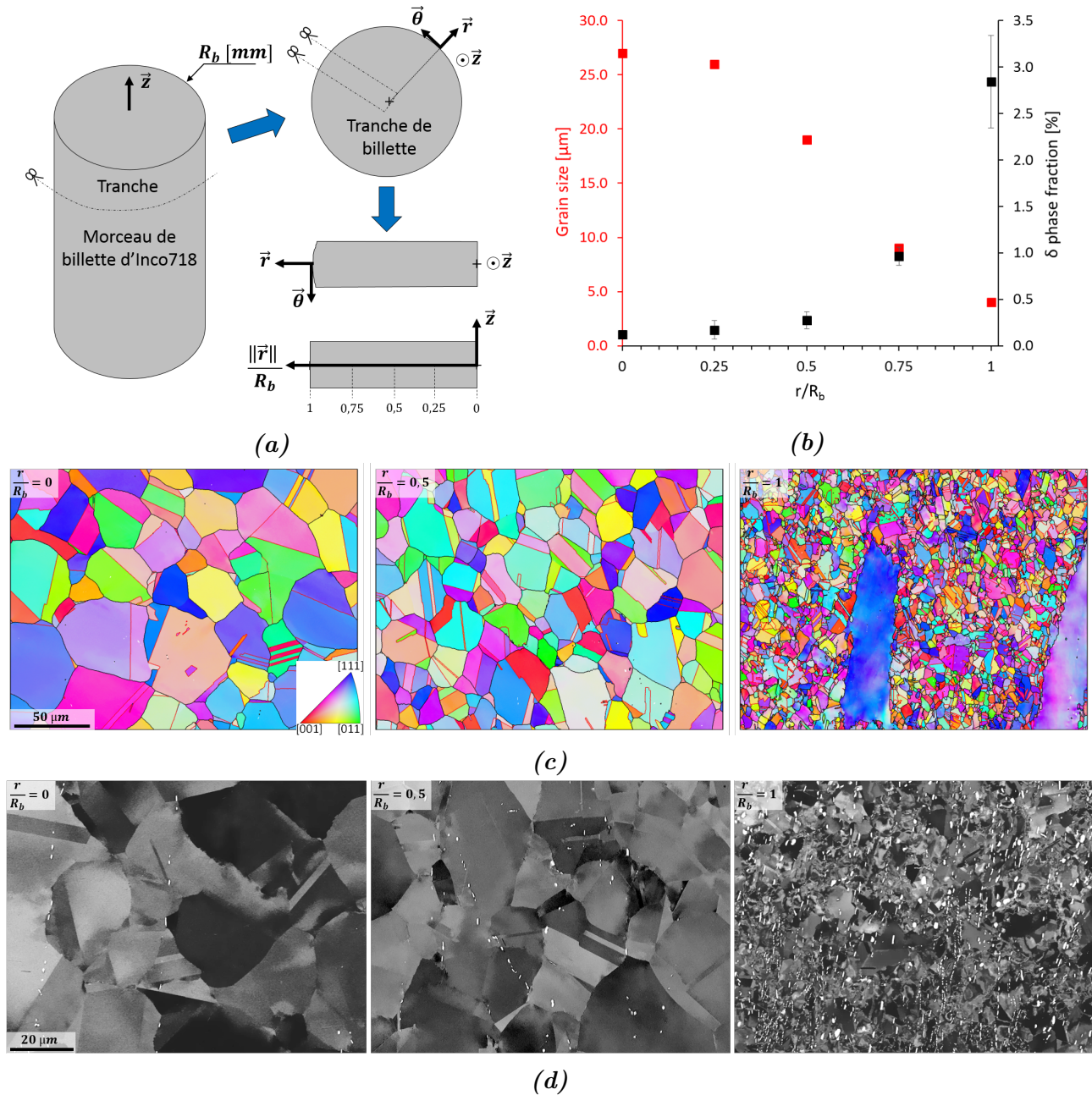


Figure 3.1 – a) Repère associé au morceau de billette fourni par Safran et définition du paramètre utilisé pour décrire la position le long du rayon $\frac{r}{R_b}$. b) Evolution de la fraction de phase δ et de la taille de grains le long du rayon de billette. c) Cartographies d'orientation sur des échantillons prélevés à coeur ($\frac{r}{R_b} = 0$), à mi-rayon ($\frac{r}{R_b} = 0,5$), et en peau ($\frac{r}{R_b} = 1$). Sur ces cartographies, la direction verticale, projetée dans le triangle standard pour définir le code couleur des cartographies d'orientation, correspond à la direction de l'axe de la billette (\vec{z}). d) Images BSE de la microstructure dans les mêmes zones que celles caractérisées en EBSD et présentées en c).

Les évolutions microstructurales intervenant au cours de la déformation à chaud sont, en partie, conditionnées par la microstructure de départ, plus exactement celle avant déformation à laquelle on fait référence dans ce document sous le nom de microstructure initiale. Il est par exemple bien établi que la taille de grains initiale est déterminante pour la cinétique de recristallisation [30–33]. Afin d'éviter tout effet sur les cinétiques de recristallisation qui serait lié à la variation de microstructure initiale, toutes les éprouvettes nécessaires à la campagne d'essais de compression ont été prélevées à mi-rayon de billette ($\frac{r}{R_b} = 0,5$). Le prélèvement

dans cette zone a l'avantage de permettre l'extraction d'un nombre conséquent d'éprouvettes (par rapport à $\frac{r}{R_b} = 0$ pour un morceau de billette de hauteur H_b donnée) et une microstructure homogène (comparé à $\frac{r}{R_b}$ proche de 1). De plus, la microstructure à mi-rayon de billette peut, en quelque sorte, être considérée comme représentative de la « microstructure moyenne » de la billette, surtout en terme de taille de grains.

3.1.2 Microstructure initiale

Le chemin thermomécanique complet qui est imposé aux éprouvettes de compression cylindriques prélevées à mi-rayon de billette industrielle en Inconel 718 est décrit et schématisé dans la section suivante (voir la **Figure 3.4**). Avant d'être déformés, les échantillons sont d'abord chauffés puis maintenus à la température de déformation nominale $T = 980^\circ\text{C}$ (inférieure au solvus δ) pendant 5 minutes pour assurer une température homogène dans l'échantillon. La microstructure obtenue à l'issue d'un tel maintien a été caractérisée sur un échantillon ayant été trempé avant déformation. Elle correspond à la microstructure du début de déformation et sera appelée microstructure initiale (ou état initial) par la suite. Celle-ci est présentée sur la **Figure 3.2** et sert notamment de référence pour discuter des évolutions microstructurales survenues pendant ou après la déformation.

La taille de grains et la fraction de phase δ initiales mesurées sont respectivement $\overline{\phi_{eq}} \approx 18\ \mu\text{m}$ et $f_\delta \approx 0.5\ \%$. Contrairement à la taille de grains qui n'évolue pas au cours du chauffage pré-déformation, la fraction de phase δ , quant à elle, augmente par rapport à celle mesurée sur la matière prélevée (voir **Figure 3.1b**). Il est, de plus, important de noter que la microstructure initiale est légèrement écrouie (voir la cartographie du KAM en **Figure 3.2b** ainsi que l'image BSE en **Figure 3.2c**), très probablement en héritage des étapes de conversion du lingot. Il est important de garder cet élément en tête, notamment lorsque l'on cherche à comparer les résultats obtenus dans ces travaux avec ceux rapportés dans la littérature. Comme déjà précisé, la microstructure initiale est déterminante pour les évolutions microstructurales. En particulier ici, l'écrouissage initial est à considérer puisque, à taille de grains et structure de précipitation équivalentes, différentes densités de dislocations initiales impliquent forcément des cinétiques de recristallisation différentes pour des conditions de déformation identiques. L'écrouissage initial, qui, à ma connaissance n'a jamais été considéré dans la littérature, n'est qu'un paramètre parmi tant d'autres pouvant varier entre les différents travaux. Il s'agit ici d'un bel exemple pour rappeler la complexité qui existe pour comparer les résultats rapportés dans les différentes études.

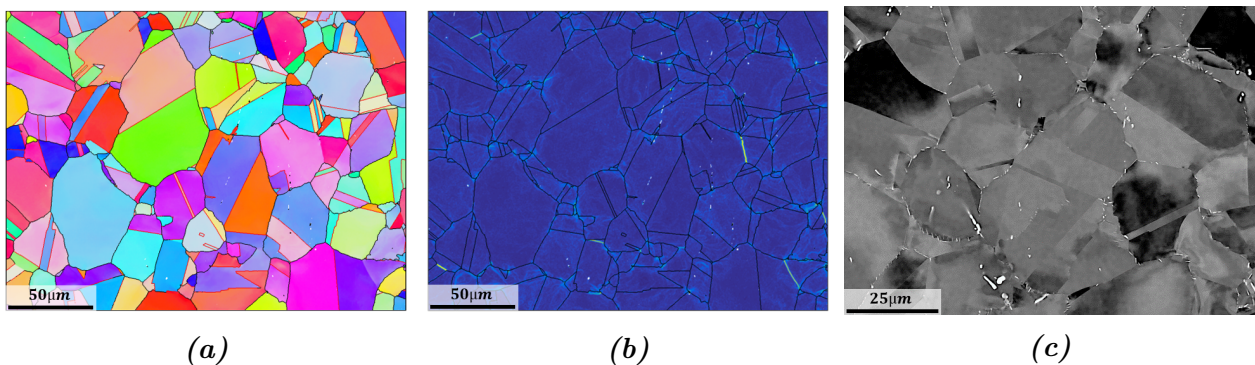


Figure 3.2 – Microstructure initiale (i.e. après 5 min de maintien à 980°C). a) Cartographie d'orientation. b) Cartographie du KAM. c) Image BSE, les particules de phase δ apparaissent en blanc. Pour rappel, les codes couleurs pour la représentation des données EBSD sont ceux spécifiés dans la section 2.1.2 du chapitre 2.

Une des difficultés dans la réalisation d'essais thermomécaniques dans le domaine subsolvus δ est, en effet, que la structure de précipitation évolue plus ou moins au cours du chauffage qui précède la déformation. C'est notamment le cas lorsque la fraction de phase δ dans la microstructure prélevée est éloignée de la fraction d'équilibre pour la température de maintien. La **Figure 3.3**, montre l'évolution de la fraction de phase δ en fonction du temps de maintien pré-déformation à 980 °C pour un échantillon prélevé à mi-rayon de billette. La fraction de phase δ augmente rapidement pour des temps de maintien courts tels que ceux appliqués lors des essais thermomécaniques. Ce graphe permet d'illustrer à quel point la reproductibilité du temps de maintien pré-déformation d'un essai à l'autre est cruciale pour conserver une précipitation δ initiale constante, et donc une microstructure initiale similaire. Comme discuté au chapitre 4, la précipitation δ peut en effet influencer les évolutions microstructurales lors de la déformation à chaud de l'Inconel 718.

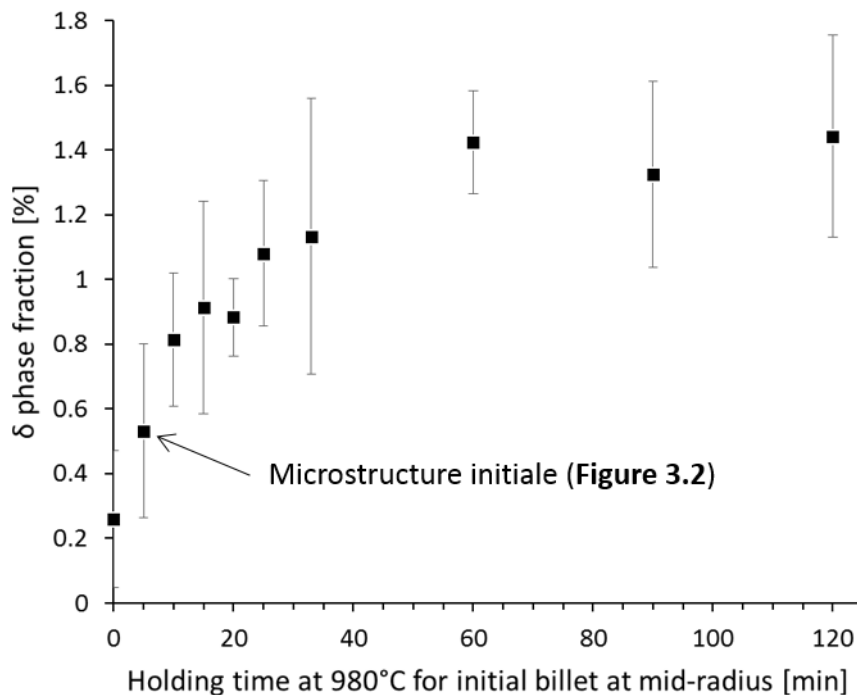


Figure 3.3 – Evolution de la fraction de phase δ en fonction du temps de maintien à 980 °C pour un échantillon prélevé à mi-rayon de billette. Chaque point sur ce graphe représente la fraction moyenne mesurée à partir de 10 images d'une surface de 9708 μm^2 chacune, soit une surface totale analysée de plus de 97 000 μm^2 . Les barres verticales sont utilisées pour rendre compte de la dispersion des mesures, elles représentent l'écart-type associé à chaque point.

3.2 Mise en œuvre des essais de compression

3.2.1 Historique thermomécanique

Le chemin thermomécanique imposé aux éprouvettes de compression cylindriques prélevées à mi-rayon de billette industrielle est schématisé sur la **Figure 3.4**. A l'issue du maintien de 5 min à la température de déformation nominale $T = 980$ °C, l'échantillon dont la microstructure a été identifiée dans la section précédente (microstructure initiale présentée sur la **Figure 3.2**) est déformé à une vitesse de déformation macroscopique constante dans la plage $[0, 001; 50]\text{s}^{-1}$, jusqu'à un niveau de déformation macroscopique $\varepsilon_{macro} = 0,7$. La lubrification à l'interface éprouvette-outil est réalisée avec des pastilles de graphite d'épaisseur 0,127 mm.

Une fois la déformation terminée, les échantillons déformés sont soit trempés rapidement pour la caractérisation des évolutions dynamiques, soit maintenus à la température de déformation pour différentes durées dans le but de caractériser les évolutions post-dynamiques. A l'issue de ces essais, les échantillons obtenus sont coupés en deux moitiés dans la direction longitudinale du cylindre déformé pour préparation métallographique. Les caractérisations microstructurales sont ensuite menées au centre des échantillons.

Il est tout de même important de noter que :

- Sous l'influence de l'auto-échauffement, la température est susceptible d'augmenter au cours de la déformation (en particulier pour les vitesses de déformation élevées). La façon dont est représenté le chemin thermomécanique imposé aux échantillons sur la **Figure 3.4** peut donc être simpliste par rapport à la réalité.
- Une trempe immédiate à l'issue de la déformation est expérimentalement impossible à réaliser. Dans cette étude, l'effort a été fait pour le réduire au maximum. Le délai de trempe minimum effectif se situe aux alentours de 2 s.

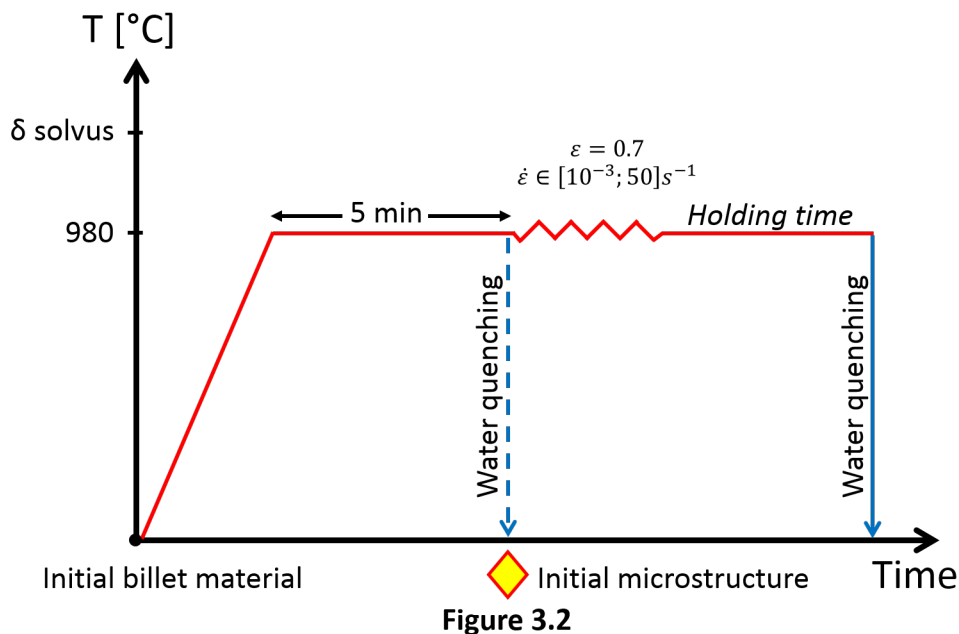


Figure 3.4 – Schéma de l'historique thermomécanique subi par les éprouvettes de compression.

3.2.2 Moyens techniques

Pour la mise en œuvre des essais de compression, deux machines différentes, schématisées sur la **Figure 3.5**, ont été utilisées :

Machine MTS 250

Une machine MTS landmark® d'une capacité maximale de 250 kN sur laquelle des outils spécialement conçus pour la compression à chaud sont montés. Le chauffage des échantillons se fait par rayonnement à l'aide d'un four radiatif LGTEC. Celui-ci est monté sur vérins pneumatiques autorisant une translation verticale le long des outils, permettant ainsi d'insérer et de libérer les échantillons rapidement avant et après l'essai. Avec cette machine, la vitesse de déformation a pu être élevée jusque $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$. Par la suite, on fera référence à ce dispositif (**Figure 3.5a**) sous le nom de **MTS 250**.

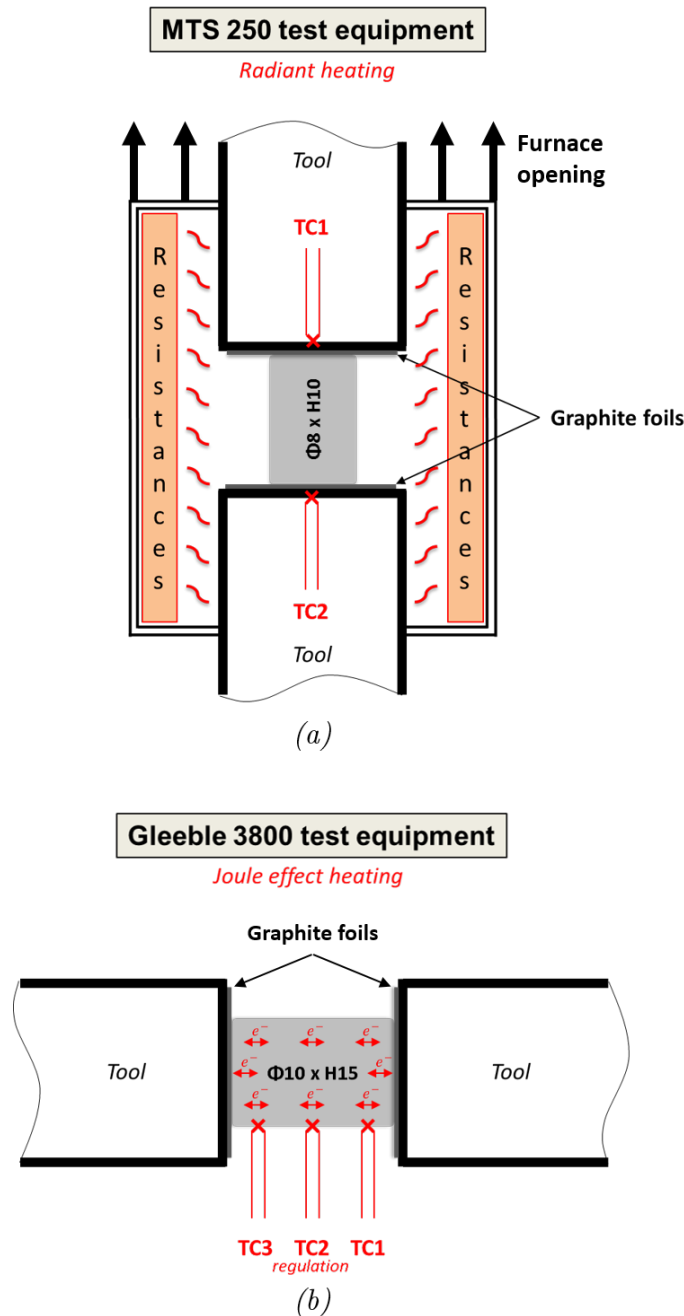


Figure 3.5 – Dispositifs expérimentaux mis en œuvre pour les essais de compression à chaud. a) MTS 250 permettant d’aller jusqu’à une vitesse de déformation de 1 s^{-1} . b) Gleeble 3800 permettant d’atteindre des vitesses de déformation aux alentours de 80 s^{-1} . Les dimensions des éprouvettes utilisées sont précisées pour chacun des deux dispositifs.

Sur ce dispositif, la régulation de la température se fait à l’aide de thermocouples positionnés aux extrémités des deux outils (*TCH* et *TCB*), comme schématisé sur la **Figure 3.5a**. Les outils, positionnés dans le four, sont d’abord montés et maintenus à température d’essai pendant au moins 2 heures, pour obtenir une température homogène entre les deux outils. Généralement 2 heures sont largement suffisantes pour que le gradient de température entre les deux outils (haut et bas) devienne inférieur à $5\text{ }^\circ\text{C}$. Une fois que les outils sont à la bonne température, les essais de compression peuvent être exécutés.

Le four est d’abord levé, puis refermé une fois l’échantillon inséré entre les outils. Comme le montre le suivi de la température de l’outil inférieur sur la **Figure 3.6**, cette étape de mise

en place de l'échantillon provoque une légère chute de la température des outils, qui retrouvent rapidement leur température de consigne. Lorsque la température des outils est revenue à la température d'essai, le maintien de 5 minutes qui précède la déformation commence. A partir d'une éprouvette sur laquelle un thermocouple a été soudé, il a effectivement été vérifié que la température des échantillons est la même que celle mesurée sur les outils. Sur la **figure 3.6**, le suivi de la montée en température d'un échantillon après insertion entre les outils chauffés à 980 °C permet notamment d'illustrer ce point. On constate sur cette figure que la température de l'échantillon se stabilise à la température des outils (i.e. température de consigne) pour un de temps maintien suffisant. Comme le montre la **Figure 3.6**, il faut typiquement entre 3 et 4 minutes (en fonction de la durée d'ouverture du four lors de l'insertion de l'échantillon) pour que la température des outils et de l'échantillon atteigne 980 °C.

Pour les vitesses de déformation élevées, le temps de déformation est court (0,7s pour une déformation à $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ jusque $\varepsilon_{macro} = 0,7$ par exemple), et donc deux personnes sont indispensables pour exécuter les essais pour lesquels un délai de trempe très faible est requis. Une personne lance l'essai en utilisant une commande externe (un interrupteur) et amène le bac de trempe proche des outils. La seconde personne est uniquement dédiée à pousser l'échantillon dans le bac de trempe aussi rapidement que possible lorsque le four a été déplacé vers le haut en fin de compression. Tous les essais ont été filmés dans le but d'estimer le délai de trempe effectif le plus précisément possible. En adoptant un tel protocole, il est possible de réduire le délai de trempe aux alentours de 2 s.

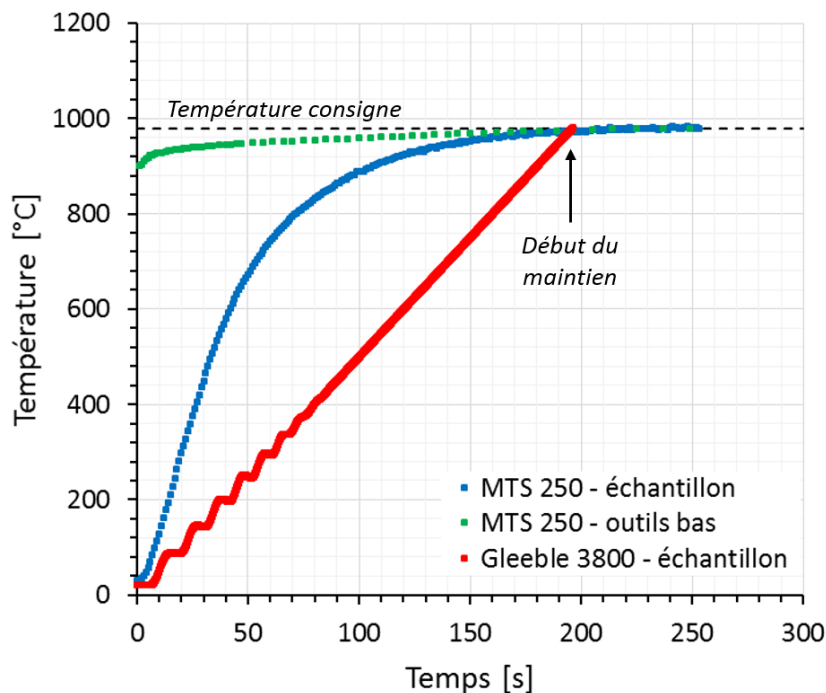


Figure 3.6 – Montée en température des échantillons avant le maintien de 5 minutes à 980 °C qui précède la compression. En bleu, le suivi de la température d'un échantillon inséré dans le four de la MTS 250 (outils qui refroidit le plus lorsque le four est ouvert) et sur lequel un thermocouple a été soudé à mi-hauteur (la vitesse moyenne de montée en température est de $4,9 \text{ °C s}^{-1}$). En vert, le suivi de la température de l'outil du bas de la MTS 250 (celui le plus en contact avec l'air ambiant lorsque le four est ouvert) au cours du temps une fois le four refermé après insertion de l'échantillon. En rouge, le suivi de la température mesurée à mi-hauteur d'un échantillon monté sur le dispositif Gleeble 3800 (la vitesse moyenne de montée en température programmée et effective est de $5,0 \text{ °C s}^{-1}$).

Machine Gleeble 3800

Une machine Gleeble® 3800 spécialement conçue pour la réalisation d'essais thermomécaniques. Le principal avantage de cette machine est de pouvoir couvrir de très larges plages de conditions thermomécaniques. En particulier, elle présente un grand intérêt pour notre application puisque cette machine permet d'atteindre des vitesses de déformation élevées. Théoriquement, ce dispositif doit pouvoir atteindre des vitesses jusque $\dot{\epsilon} = 100 \text{ s}^{-1}$ à vide, mais, en conditions d'essais, la vitesse de déformation maximale se situe plutôt aux alentours de $\dot{\epsilon} = 80 \text{ s}^{-1}$. Cette machine donne donc la possibilité de mieux couvrir le domaine des vitesses de déformation atteintes au cours des étapes de forgeage en presse à vis que la machine MTS 250. Par la suite, on fera référence à ce dispositif (**Figure 3.5b**) sous le nom de **Gleeble 3800**.

Outre le fait qu'il soit possible d'atteindre des vitesses plus élevées, cette machine diffère aussi de la MTS 250 par son mode de chauffage. Un courant électrique est imposé et passe à travers l'éprouvette, ce qui permet un chauffage des échantillons par effet Joule. De manière générale, ce mode de chauffage est souvent préféré lorsque des vitesses de chauffage élevées sont recherchées. Quelques travaux issus de la littérature montrent néanmoins que le passage d'un courant électrique à travers un échantillon n'est pas sans influence pour les évolutions microstructurales. Conrad [93] a mis en évidence la complexité de l'influence du passage d'un courant électrique sur un certain nombre de transformations à l'état solide (cristallisation d'alliages amorphes, recristallisation et croissance de grains après déformation à froid, précipitation, formation de composés intermétalliques). En particulier, il rapporte, en accord avec quelques autres auteurs [94–97], que le passage d'un courant électrique a tendance à accélérer la cinétique de recristallisation statique suivant une déformation à froid, comme le montre l'exemple de la **Figure 3.7** extrait des travaux de Huang et al. [97]. Ces résultats de la littérature nous ont conduit à porter notre vigilance sur l'influence de ce mode de chauffage sur les cinétiques de recristallisation obtenues dans la partie II. Un chapitre entier est d'ailleurs consacré à l'influence du mode de chauffage sur les phénomènes de recristallisation (chapitre 5).

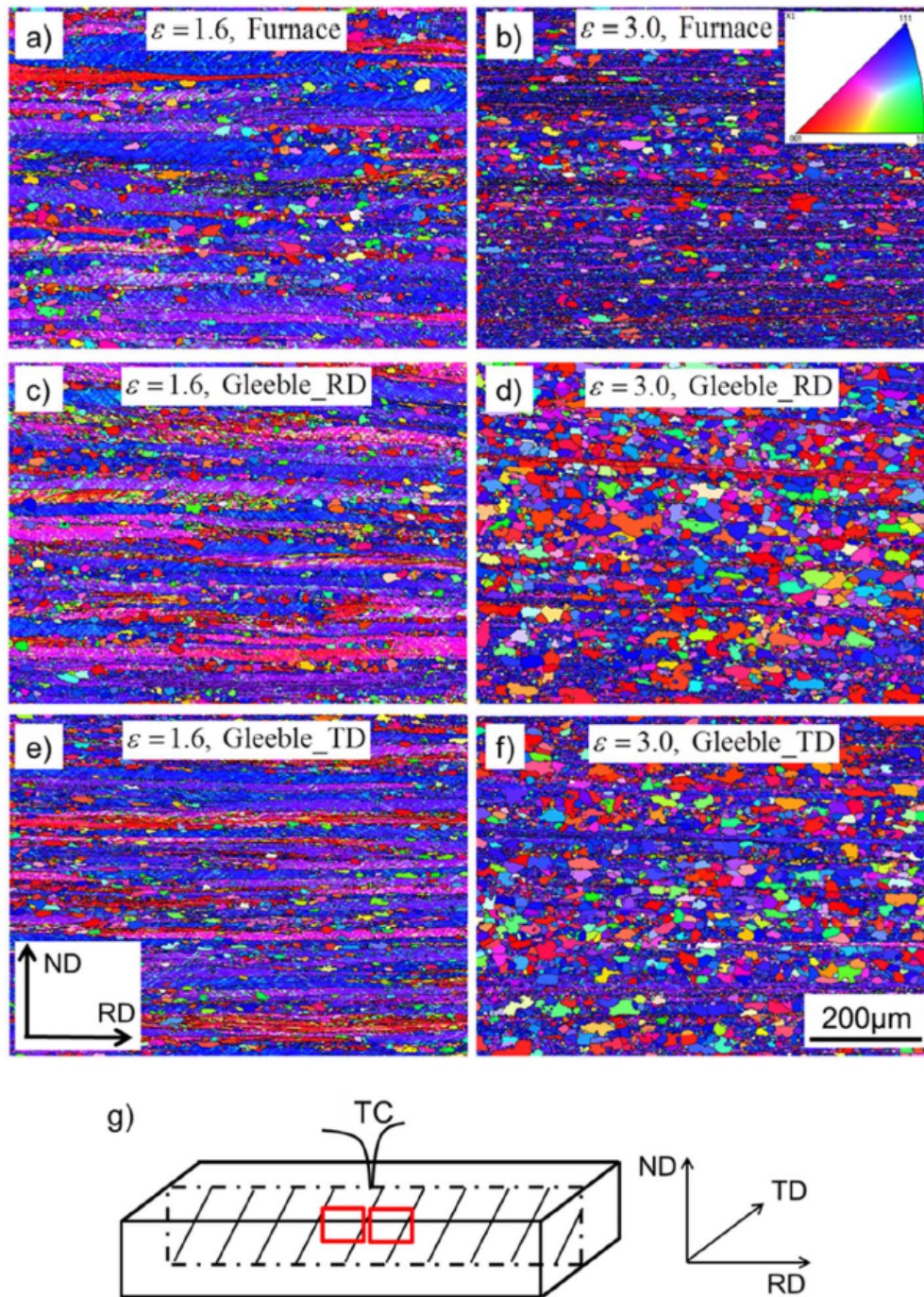


Figure 3.7 – Mise en évidence de l'influence du passage d'un courant électrique à travers l'échantillon (chauffage par effet Joule) sur la recristallisation statique au cours du traitement thermique de 1500 s à 300 °C d'une tôle en alliage d'aluminium laminée à froid jusque différents taux de réduction. Ces résultats sont extraits des travaux de Huang et al. [97].

La température des éprouvettes est régulée via un thermocouple soudé en périphérie à mi-hauteur (TC2 sur la **Figure 3.5b**). Deux autres thermocouples (TC1 et TC3) sont également soudés aux extrémités des éprouvettes déformées sur cette machine (à 5 mm de part et d'autre de TC2) pour contrôler l'homogénéité de la température le long du cylindre. En effet, le problème de gradient de température axial dans les éprouvettes chauffées par effet Joule, qui a d'ailleurs déjà été rapporté et/ou modélisé dans plusieurs travaux de la littérature [98–101], est fréquent et difficile à maîtriser sur ce type de machine. Il s'est, dans notre cas, avéré être très variable suivant les essais, alors que la procédure mise en place pour la réalisation des essais était identique d'une éprouvette à l'autre. Afin d'éviter les phénomènes de localisation de la déformation qui seraient

dûs à un gradient de température trop élevé le long de l'éprouvette, un écart maximal entre les thermocouples périphériques (TC1 et TC3) et le thermocouple de régulation (TC2) de $\pm 5^\circ\text{C}$ est accepté. Si cette condition n'est pas vérifiée à l'issue des 5 minutes de maintien à température de déformation, l'essai est avorté¹ et l'éprouvette ne peut plus être utilisée pour des raisons de dépendance de la microstructure initiale aux temps de maintien pré-déformation (voir section 3.1.2).

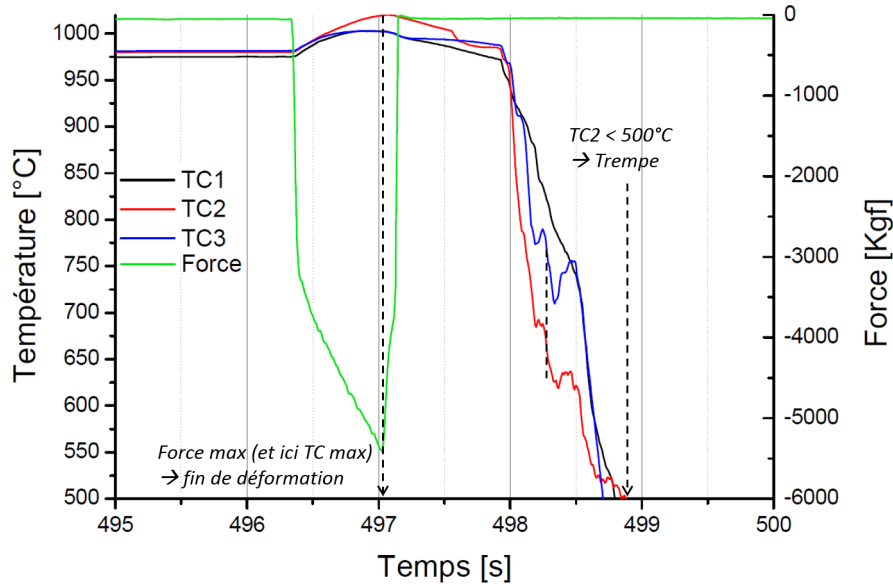


Figure 3.8 – Mesure du délai de trempe à partir de l'enregistrement de la température et de la force au cours d'un essai de compression sur Gleeble 3800 (ici à $\dot{\varepsilon} = 1\text{ s}^{-1}$). On considère que la trempe est effective lorsque $TC2 < 500^\circ\text{C}$.

Après déformation, les échantillons sont libérés et tombent sous l'effet de la gravité dans un bac de trempe placé dessous. Le délai de trempe est relativement facile à mesurer en se basant sur la mesure de la température, comme le montre par exemple la **Figure 3.8**. Même si ce n'est pas vraiment le cas sur cet exemple, il se peut que la température maximale mesurée par les thermocouples intervienne légèrement après la fin de la déformation. En effet, comme discuté plus loin dans ce chapitre, à haute vitesse, le gradient de température en fin de déformation entre le centre de l'échantillon (plus chaud) et la périphérie où la température est mesurée peut être important. La température mesurée peut alors continuer d'augmenter après la déformation, le temps que la température entre le centre et la périphérie s'équilibre. Même si ce phénomène est très rapide du fait de la petite taille des échantillons (on note un décalage inférieur à $0,2\text{ s}$ pour une déformation à $\dot{\varepsilon} = 10\text{ s}^{-1}$), il est tout de même plus sûr de se baser sur la force maximale pour déterminer le temps exact auquel la déformation a été stoppée, c'est-à-dire, le temps initial pour la mesure du délai de trempe. Avec ce dispositif, le délai de trempe minimum pouvant être atteint se situe aux alentours de 2 s , comme pour les essais réalisés sur la machine MTS 250.

1. Il est important de noter que ce niveau d'exigence a mené à l'avortement de plus de 50% des essais. Cela met en évidence la difficulté technique qui existe pour réaliser proprement des essais à haute température sur ce type de dispositif.

3.2.3 Paramétrage et simulation des essais

Paramétrage des essais

L'objectif étant de réaliser les essais de compression à une vitesse de déformation macroscopique $\dot{\varepsilon}$ constante, un paramétrage des machines de compression en conséquence est requis. La **Figure 3.9** schématise un dispositif de compression avec un outil mobile et un outil fixe en configuration d'essai de compression semblable à celle sur la MTS 250 ou sur la Gleeble 3800. L'outil mobile est piloté en temps - déplacement. Autrement dit, l'essai de compression est piloté par l'évolution de la hauteur du pion au cours du temps, représentée par le paramètre $h(t)$ sur la **Figure 3.9**. Il faut donc exprimer $h(t)$ et paramétrer le déplacement de l'outil au cours du temps de façon à générer une vitesse de déformation macroscopique constante au cours du temps. La vitesse de déformation macroscopique $\dot{\varepsilon}$ est définie par l'**équation 3.1**.

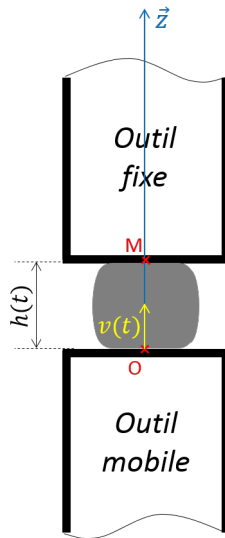


Figure 3.9 – Définition de $h(t)$ pour le paramétrage des essais de compression.

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} \quad (3.1)$$

En exprimant la déformation macroscopique vraie associée au passage d'une hauteur initiale h_0 à une hauteur h en compression (**équation 3.2**), la vitesse de déformation macroscopique peut alors être formulée par l'**équation 3.3** après avoir combiné les **équations 3.1 et 3.2**.

$$\varepsilon = \int_{h_0}^h \frac{1}{h} dh = \ln \left(\frac{h}{h_0} \right) \quad (3.2)$$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{h} \frac{dh}{dt} \quad (3.3)$$

On peut ainsi déduire de l'**équation 3.3** l'expression de la hauteur du pion en fonction du temps $h(t)$ à respecter pour que la vitesse de déformation macroscopique soit constante tout au long de la déformation (**équation 3.4**). La résolution de l'équation différentielle de la forme $\dot{h} = kh$ obtenue (**équation 3.4**) permet d'exprimer $h(t)$ en fonction de la hauteur initiale de l'échantillon et de la vitesse de déformation macroscopique ciblée. Cette expression $h(t)$ à respecter est donnée en **équation 3.5** et régit le déplacement de l'outil au cours du temps à définir pour le pilotage des machines de compression. Dans cette équation, la valeur $\dot{\varepsilon}$ est négative puisque la déformation se fait en compression.

$$h(t) = \frac{1}{\dot{\varepsilon}} \frac{d(h(t))}{dt} \quad (3.4)$$

$$h(t) = h_0 \exp(\dot{\varepsilon} t) \quad (3.5)$$

Cependant, sur la machine MTS 250 comme sur la machine Gleeble 3800, il est en pratique impossible de générer un déplacement au cours du temps dont la forme est exponentielle. Pour le paramétrage d'un essai, il est en réalité uniquement possible de générer des déplacements d'outil à vitesse constante, ce qui ne permet pas de respecter l'équation 3.5. Pour solutionner ce problème, la courbe théorique est approchée par segments comme l'illustre la **Figure 3.10a**. Le déplacement de l'outil est ainsi découpé en intervalles pour lesquels la vitesse de l'outil est constante. Le nombre de segments est défini de manière à ce que la vitesse de déformation nominale soit respectée à $\pm 5\%$ près sur l'intégralité de l'essai (**figure 3.10b**). Pour une déformation macroscopique finale $\varepsilon_{macro} = 0,7$, huit segments suffisent pour respecter cette condition. C'est avec ce nombre de segments que sont paramétrés les essais sur MTS 250 ; la **Figure 3.10** présente le paramétrage utilisé dans le cas où $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$. Pour les essais Gleeble 3800, ce même processus d'approche par segments de la courbe $h(t)$ théorique est fait de manière automatique via le logiciel pilotant la machine, et la courbe théorique est systématiquement approchée avec 20 segments.

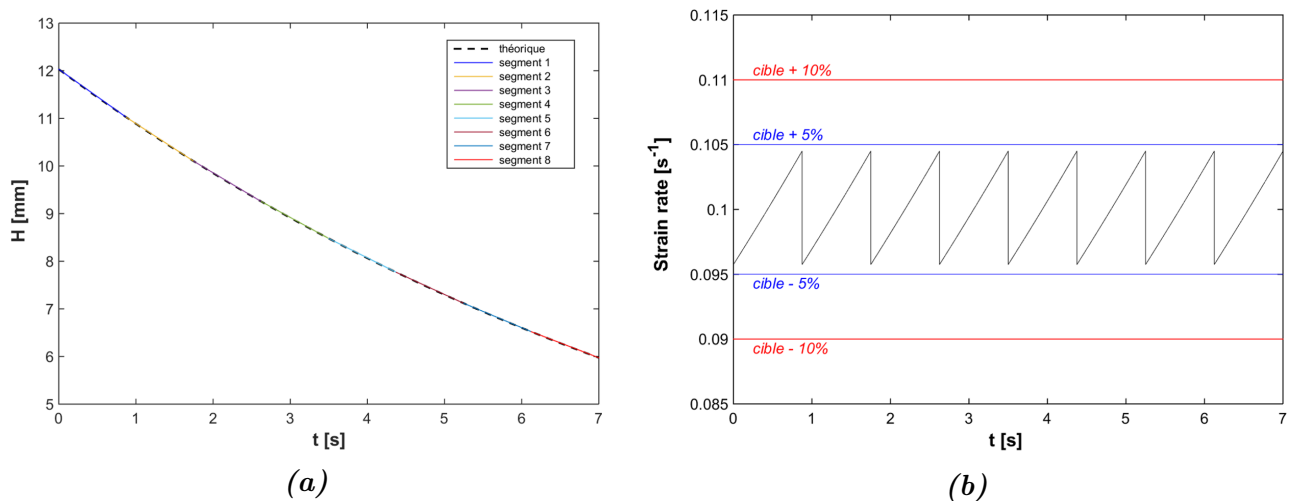


Figure 3.10 – Paramétrage de la MTS 250 pour un essai à $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ jusque $\varepsilon = 0,7$. a) Hauteur du pion en fonction du temps (approche par segment vs théorie). b) Vitesse de déformation instantannée pour l'approche par segments paramétrée en a).

Simulation des essais sur Forge®

Afin d'accéder à des informations plus locales (répartition du niveau de déformation, répartition des températures,...) dans les échantillons déformés et de pouvoir les suivre pendant le déroulement de l'essai, les essais de compression ont aussi été modélisés avec le logiciel de simulation numérique par éléments finis Forge®. Pour ces simulations, la rhéologie de l'alliage est décrite par une loi de comportement viscoplastique² de type Norton-Hoff, dont l'expression est précisée par l'équation 6.1. Les paramètres de cette loi identifiés et fournis par Safran sont soumis à confidentialité.

2. Loi de comportement dépendant de la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$. Ce type de loi est généralement utilisé pour modéliser le comportement d'un alliage déformé à chaud puisque celui-ci est souvent très sensible à $\dot{\varepsilon}$.

$$\bar{\sigma} = K_{(T,\varepsilon)} \sqrt{3} \left(\sqrt{3} \dot{\varepsilon}^{vp} \right)^m \quad (3.6)$$

avec :

- $\bar{\sigma}$: la contrainte équivalente
- $K_{(T,\varepsilon)}$: la consistance du matériau
- $\dot{\varepsilon}^{vp}$: la vitesse de déformation plastique généralisée
- m : le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation

Pour la modélisation d'un essai à une vitesse de déformation nominale $\dot{\varepsilon}$ donnée, la cinématique de l'outil mobile programmée sur Forge® est exactement la même que celle paramétrée pour l'essai en question. Les mêmes segments $h(t)$ que ceux utilisés expérimentalement pour approcher la courbe théorique sont renseignés pour la cinématique de l'outil à imposer lors de la simulation. Le frottement à l'interface éprouvette - outil est modélisé par une loi de Tresca exprimée par l'équation 3.7 et caractérisée par son coefficient de frottement \bar{m} qui est compris entre 0 (glissement parfait, sans frottement) et 1 (frottement maximal). La valeur du coefficient de frottement de Tresca \bar{m} est propre à la nature de l'interface éprouvette - outil. Comme l'illustre la Figure 3.11, le frottement et donc la valeur du coefficient \bar{m} , impactent considérablement la distribution de la déformation équivalente dans l'éprouvette ainsi que sa forme finale. Il est donc important de déterminer la valeur du coefficient de frottement permettant de modéliser au mieux le frottement à l'interface éprouvette - outil propre aux essais de compression réalisés.

$$\tau = \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \quad (3.7)$$

avec :

- τ : la contrainte de cisaillement admissible à l'interface
- σ_0 : la contrainte équivalente de Von Mises

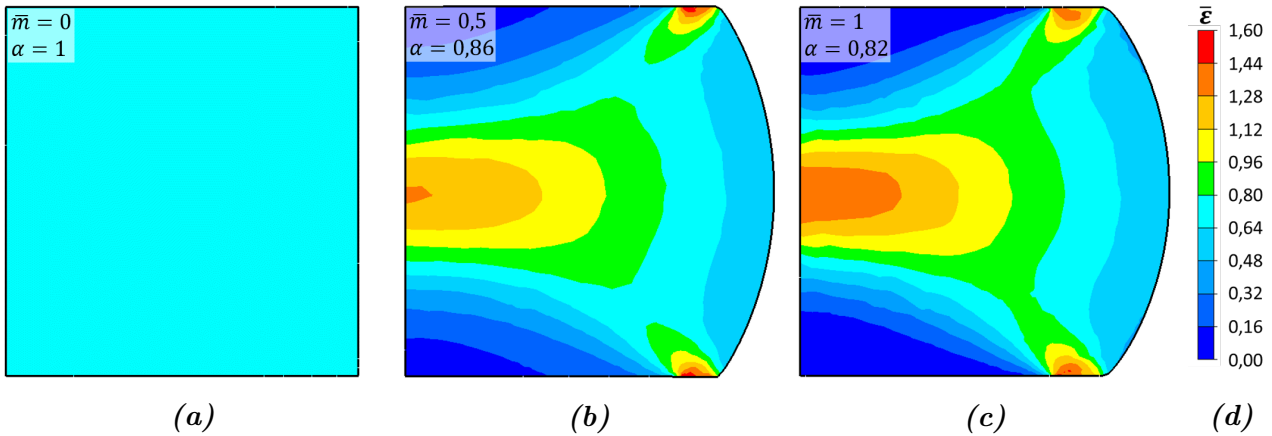


Figure 3.11 – Répartition de la déformation équivalente obtenue par simulation Forge® pour un coefficient de frottement a) $\bar{m} = 0$, b) $\bar{m} = 0,5$, et c) $\bar{m} = 1$. La valeur du paramètre α calculé à partir de ces simulations est aussi reporté. Ce paramètre est calculé comme le rapport de la moyenne des deux diamètres minimaux D_{min1} et D_{min2} et du diamètre maximal D_{max} (voir l'équation 3.8 et la Figure 3.12a).

Le coefficient \bar{m} a été identifié sur base de la forme finale des éprouvettes déformées (voir **Figure 3.12**). Pour cela, le rapport α de la moyenne des deux diamètres minimaux D_{min1} et D_{min2} et du diamètre maximal D_{max} est considéré (voir la **Figure 3.12a** et l'équation 3.8). Le rapport α a été mesuré à partir d'essais simulés sur Forge® pour différentes valeurs du coefficient \bar{m} . L'évolution de α en fonction de \bar{m} obtenue à partir des simulations est tracée sur le graphe de la **Figure 3.12b**. Ce même rapport α a été mesuré sur toutes les éprouvettes de compression ayant été déformées et trempées rapidement³, utilisées au chapitre 4 pour établir l'influence de la vitesse de déformation sur la cinétique DRX. La valeur moyenne $\alpha_{exp\ moyen}$ du rapport α ainsi que l'intervalle couvrant toutes les valeurs α_{exp} mesurées sur ces échantillons sont repérés sur la **Figure 3.12b**. Il est ensuite possible d'identifier les valeurs du coefficient \bar{m} correspondant aux rapports α_{exp} mesurés expérimentalement. L'ensemble des simulations ont été exécutées en appliquant le coefficient de frottement moyen $\bar{m}_{moyen} = 0,38$ ainsi identifié à partir du rapport $\alpha_{exp\ moyen}$ mesuré sur les éprouvettes. Cette valeur est en accord avec les valeurs classiquement utilisées dans la littérature ($0,2 < \bar{m} < 0,4$) lorsque la lubrification à l'interface échantillon - outil est réalisée avec une feuille de graphite [102].

$$\alpha = \frac{D_{min1} + D_{min2}}{2D_{max}} \quad (3.8)$$

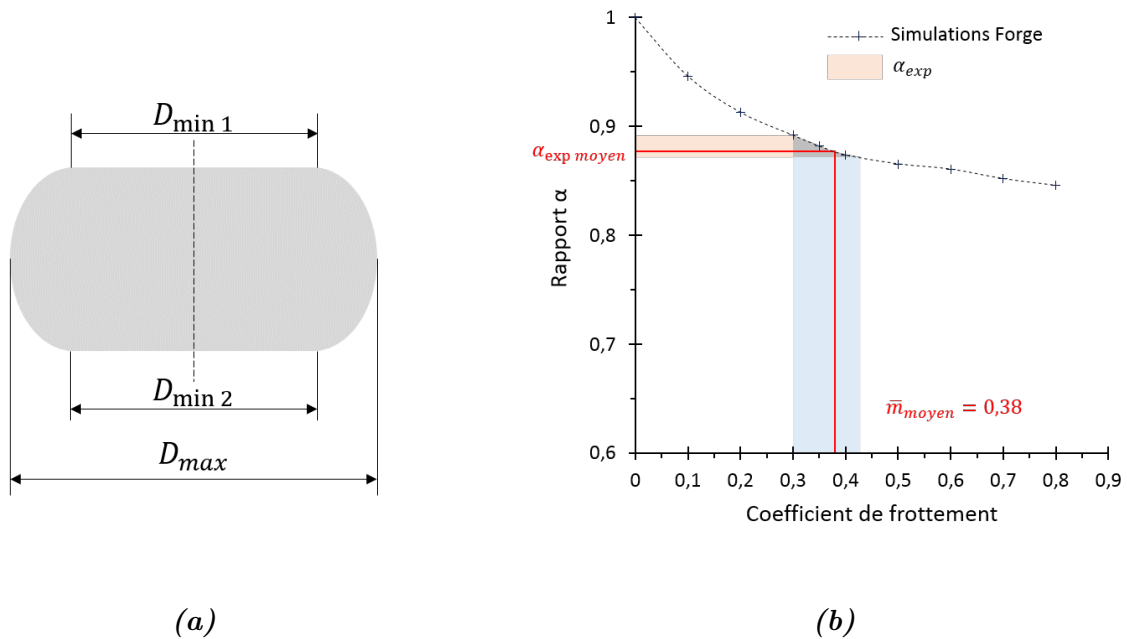


Figure 3.12 – Estimation du coefficient de frottement de Tresca permettant de décrire au mieux l'interface éprouvette - outil lubrifiée au graphite. a) Dimensions mesurées pour le calcul du rapport α . b) Evolution du rapport α en fonction du coefficient de frottement \bar{m} obtenue numériquement, et identification du coefficient de frottement \bar{m}_{moyen} correspondant à la valeur moyenne du rapport α mesuré expérimentalement ($\alpha_{exp\ moyen}$).

La **Figure 3.13** illustre la répartition de la déformation équivalente $\bar{\epsilon}$ locale dans un échantillon déformé jusque $\epsilon_{macro} = 0,7$ lorsque $\bar{m}_{moyen} = 0,38$. Dans la zone centrale (identifiée par un rectangle sur la **Figure 3.13**) où les caractérisations microstructurales ont été menées pour la partie II de ce manuscrit, le niveau de déformation atteint localement à l'issue de la déformation est donc $\bar{\epsilon} \approx 1,0$.

3. Aussi bien pour les éprouvettes déformées sur la MTS 250 que pour celles déformées sur la Gleeble 3800

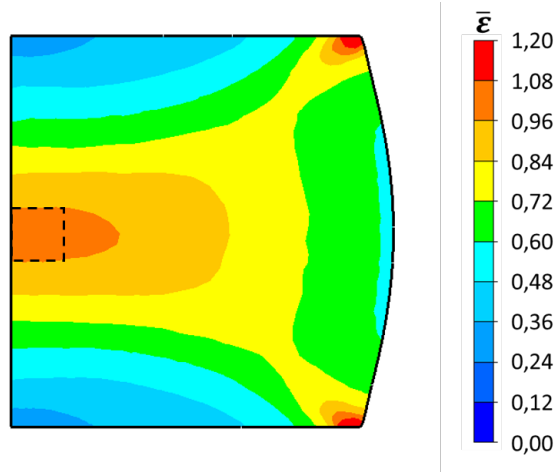


Figure 3.13 – Répartition de la déformation équivalente dans un échantillon cylindrique comprimé jusqu'à $\varepsilon_{macro} = 0,7$ (i.e. jusqu'à mi-hauteur) simulée sur Forge® en imposant un coefficient de frottement $\bar{m} = 0,38$ (valeur ayant été identifiée pour décrire le frottement à l'interface outil - échantillon). La zone dans laquelle les caractérisations microstructurales sont réalisées est identifiée.

3.2.4 Auto-échauffement

Lors de la déformation, la température des échantillons peut augmenter sous l'influence de l'auto-échauffement résultant de la déformation plastique. La majeure partie de l'énergie mécanique transmise à l'échantillon par l'outil est en effet dissipée sous forme de chaleur dans l'échantillon. Il est possible d'estimer l'auto-échauffement à partir des courbes contrainte vraie - déformation vraie ($\sigma = f(\varepsilon)$). On considère classiquement pour cela que 95% de l'énergie mécanique fournie par la presse est transmise sous forme de chaleur à l'échantillon, les 5% restant étant stockés dans le matériau sous forme d'énergie plastique (i.e. dislocations). Pour un matériau de densité ρ ($\rho = 8200 \text{ kg m}^{-3}$ pour l'Inconel 718) et de chaleur spécifique C_p ($C_p = 450 \text{ J K}^{-1} \text{ kg}^{-1}$ pour l'Inconel 718) soumis à une déformation plastique, l'augmentation de température ΔT peut être quantifiée avec l'équation 3.9 [103]. Dans cette équation, l'efficacité thermique η traduit le caractère plus ou moins adiabatique de la déformation en fonction de la vitesse $\dot{\varepsilon}$ appliquée. En d'autres termes, η traduit le fait qu'à basse vitesse de déformation, le temps de déformation est assez élevé pour permettre à la chaleur transmise à l'échantillon de se dissiper dans le milieu environnant. L'expression de η en fonction de la vitesse de déformation généralement utilisée dans la littérature [104–106] est donnée par l'équation 3.10.

$$\Delta T = \frac{0.95\eta}{\rho C_p} \int_0^\varepsilon \sigma d\varepsilon \quad (3.9)$$

$$\eta = \begin{cases} 0 & \dot{\varepsilon} \leq 0,001 \text{ s}^{-1} \\ 0,316 \log(\dot{\varepsilon}) + 0,95 & 0,001 \text{ s}^{-1} < \dot{\varepsilon} < 1 \text{ s}^{-1} \\ 0,95 & \dot{\varepsilon} \geq 1 \text{ s}^{-1} \end{cases} \quad (3.10)$$

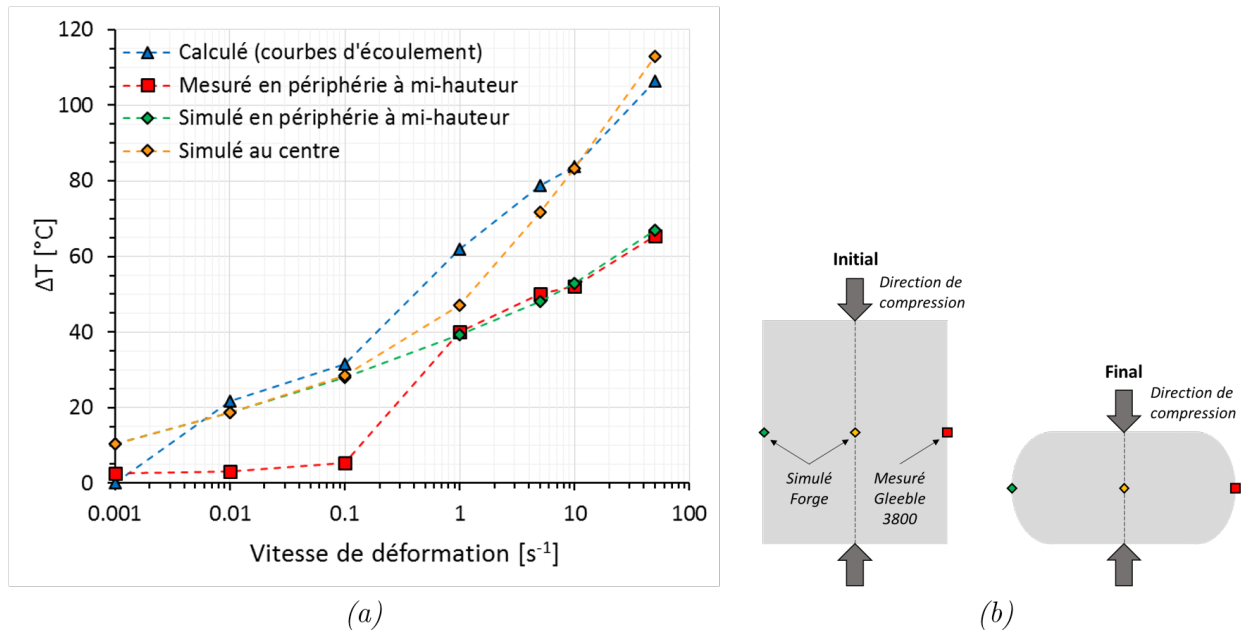


Figure 3.14 – a) Augmentation de la température ΔT calculée à partir de $\sigma = f(\epsilon)$ (en bleu), mesurée à mi-hauteur en périphérie d'échantillon pour les essais sur Gleeble 3800 (en rouge), et simulée sur Forge® au centre (en orange) et en périphérie à mi-hauteur de l'échantillon (en vert). Ces résultats sont présentés en fonction de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et sont obtenus pour une déformation à une température nominale $T = 980^\circ C$ jusque $\epsilon_{macro} = 0,7$. Pour les données mesurées expérimentalement (en rouge), on considère pour l'expression de ΔT la température maximale, qui peut être atteinte légèrement après la fin de la déformation pour les hautes vitesses (c'est typiquement le cas lorsque $\dot{\epsilon} \geq 5 s^{-1}$). b) Repérage des positions pour lesquelles la température est mesurée expérimentalement et/ou estimée à partir des simulations Forge®.

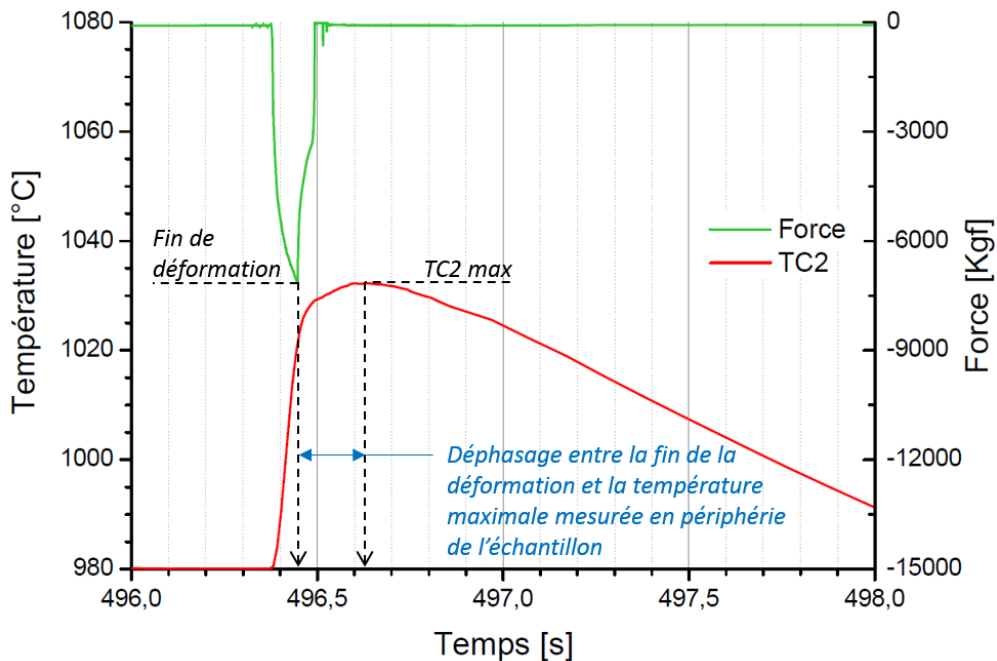


Figure 3.15 – Suivi de la température mesurée à mi-hauteur en périphérie d'un échantillon déformé sur Gleeble 3800 à une température nominale $T = 980^\circ C$ et une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 10 s^{-1}$ jusque $\epsilon_{macro} = 0,7$.

La **Figure 3.14a** présente l'évolution de l'auto-échauffement obtenu en fin de déformation en fonction de la vitesse de déformation appliquée pour une température nominale $T = 980\text{ °C}$ et une déformation macroscopique finale $\varepsilon_{macro} = 0,7$. Sur ce graphe, on compare l'auto-échauffement ΔT calculé à partir des courbes d'écoulement en utilisant les **équations 3.9 et 3.10**, celui mesuré expérimentalement en périphérie d'échantillon à mi-hauteur, ainsi que celui obtenu à partir des simulations Forge® (au centre et en périphérie à mi-hauteur). La position à laquelle est mesurée expérimentalement ΔT ainsi que les positions considérées pour le suivi de ΔT issu des simulations Forge® sont illustrées sur la **Figure 3.14b**. Il est précisé ici que, pour l'auto-échauffement mesuré expérimentalement, la température maximale est considérée. Lorsque la vitesse de déformation n'est pas trop élevée (typiquement lorsque $\dot{\varepsilon} < 5\text{ s}^{-1}$), cette température maximale mesurée coïncide avec la fin de la déformation (voir **Figure 3.8**). Ce n'est cependant plus le cas pour les plus hautes vitesses (typiquement pour $\dot{\varepsilon} \geq 5\text{ s}^{-1}$). Comme le montre la **Figure 3.15**, il existe dans le cas où $\dot{\varepsilon} = 10\text{ s}^{-1}$ (et pour les vitesses supérieures) un léger déphasage temporel (inférieur à 0,2 s) entre la fin de la déformation et la température maximale mesurée. En raison du temps de déformation de plus en plus faible et d'une activité plastique de plus en plus grande, le gradient de température dans l'échantillon augmente avec l'élévation de la vitesse de déformation (voir les données simulées au centre et en périphérie sur la **Figure 3.14a**). Pour les conditions de déformation considérées dans cette étude, le gradient de température entre centre et périphérie en fin de déformation devient important lorsque $\dot{\varepsilon} \geq 5\text{ s}^{-1}$. Dans cette gamme de vitesses, il existe donc nécessairement un temps (très court au vu de la dimension des éprouvettes) pour que la température s'équilibre entre le centre (plus chaud) et la périphérie (plus froide) de l'échantillon déformé. Ceci est une raison possible pour expliquer le déphasage temporel entre la fin de la déformation et la température maximale mesurée observé en **Figure 3.15**. Une autre explication possible serait qu'il existe en fait un retard dans la mesure de la température qui n'est en réalité pas exactement instantanée. Ce retard étant très faible, celui-ci est détectable uniquement lorsque le temps de déformation devient très petit (i.e. la vitesse devient très grande) et que la température augmente très rapidement. En effet, dans les simulations Forge® des essais à haute vitesse (à $\dot{\varepsilon} = 10\text{ s}^{-1}$ par exemple), la température périphérique maximale est bien atteinte à la fin de la déformation. Dans les premiers instants suivant la déformation, celle-ci a plutôt tendance à diminuer lorsque la température s'équilibre dans l'échantillon sous l'influence de l'amplitude du gradient et de la différence de température qui existe entre la périphérie et le milieu environnant. Par la suite, l'auto-échauffement maximal ΔT mesuré expérimentalement sera assimilé à l'auto-échauffement de fin de déformation, même pour les vitesses les plus élevées.

L'évolution de l'auto-échauffement de fin de déformation en fonction de la vitesse de déformation présentée en **Figure 3.14** montre que l'augmentation de température peut être très importante, en particulier pour les vitesses de déformation élevées. Ce phénomène n'est donc pas à négliger dans cette étude pour laquelle l'intérêt est porté sur le domaine des « hautes » vitesses de déformation. Il est intéressant de comparer l'auto-échauffement en périphérie à mi-hauteur de l'échantillon mesuré expérimentalement et celui simulé sur Forge®. Pour $\dot{\varepsilon} \geq 1\text{ s}^{-1}$, les données simulées sont très proches de celles mesurées expérimentalement, l'auto-échauffement est bien estimé via les simulations. En revanche, lorsque $\dot{\varepsilon} < 1\text{ s}^{-1}$, l'auto-échauffement mesuré et celui simulé sont très éloignés. Cela n'implique pas pour autant que la simulation ne permet pas de bien estimer l'auto-échauffement pour cette gamme de vitesse. En effet, pour des raisons techniques, il est rappelé que la mesure expérimentale de la température sur échantillon n'est réalisée que pour les essais sur Gleeble 3800. Quand $\dot{\varepsilon} \geq 1\text{ s}^{-1}$, le temps de déformation est trop court ($< 1\text{ s}$) pour permettre une régulation de la température au cours de la déformation sur Gleeble 3800. Ce n'est plus le cas lorsque la vitesse de déformation est inférieure à 1 s^{-1} . Le temps de déformation relativement long permet une régulation de la température qui est ramenée proche de celle de consigne (980 °C) dès que l'augmentation de température est détec-

tée (dans les premiers instants de la déformation). Cette régulation de la température pour les basses vitesses de déformation n'est pas représentative de la réalité des forgeages industriels ni de celle des essais sur MTS 250 pour lesquels la température de l'échantillon n'est pas régulée pendant la déformation. Puisqu'il a été montré que l'auto-échauffement est estimé fiablement à partir des essais sur Gleeble 3800 pour lesquels la régulation de la température n'a pas le temps d'opérer, il est préférable dans le cas d'essais sur la MTS 250 de se fier aux résultats fournis par les simulations Forge® pour évaluer l'auto-échauffement lorsque $\dot{\epsilon} < 1 \text{ s}^{-1}$, et non aux mesures expérimentales obtenues dans les mêmes conditions sur la Gleeble 3800. Pour la même raison, l'estimation de la température au centre de l'échantillon à partir des simulations Forge® est aussi considérée comme fiable. La simulation numérique des essais est de toutes manières la seule façon de pouvoir se faire une idée de la température à cœur d'échantillon.

3.3 Approche double passe pour le régime post-dynamique

3.3.1 Principe

Les essais double passe, aussi appelés essais interrompus, sont parfois utilisés pour décrire les évolutions post-dynamiques. Ces essais consistent en la réalisation de deux déformations successives séparées par un temps inter-passes plus ou moins grand (**Figure 3.16**). Ce type d'approche, adopté à plusieurs reprises dans la littérature [48, 107–111], est basé sur l'interprétation de la différence de contrainte d'écoulement qui peut être observée entre les deux compressions successives. Comme décrit dans la célèbre relation de Taylor [112], la contrainte σ est directement reliée à la densité de dislocations ρ (voir **équation 3.11**). Celle-ci est donc obligatoirement impactée par les phénomènes de recristallisation post-dynamique intervenant entre deux déformations successives, au cours du maintien inter-passes. La **Figure 3.17** met en évidence l'influence du temps inter-passes sur le niveau de contrainte obtenu pour la seconde déformation. Pour les conditions de déformation indiquées sur ce graphe, le niveau de contrainte obtenu pour la seconde déformation est de plus en plus faible sous l'impact de la restauration et de la PDRX qui envahit de plus en plus la microstructure lorsque le temps de maintien inter-passes augmente.

$$\sigma = \sigma_0 + kMGb\sqrt{\rho} \quad (3.11)$$

avec :

G : le module de cisaillement

b : la norme du vecteur de Burgers

k : une constante (comprise entre 0,2 et 0,4 pour les alliages métalliques)

M : le facteur de Taylor (aux alentours de 3,1 pour les polycristaux)

σ_0 : contrainte d'écoulement correspondant à une densité de dislocations initiale $\rho_0 = 0$, souvent prise égale à la limite d'élasticité.

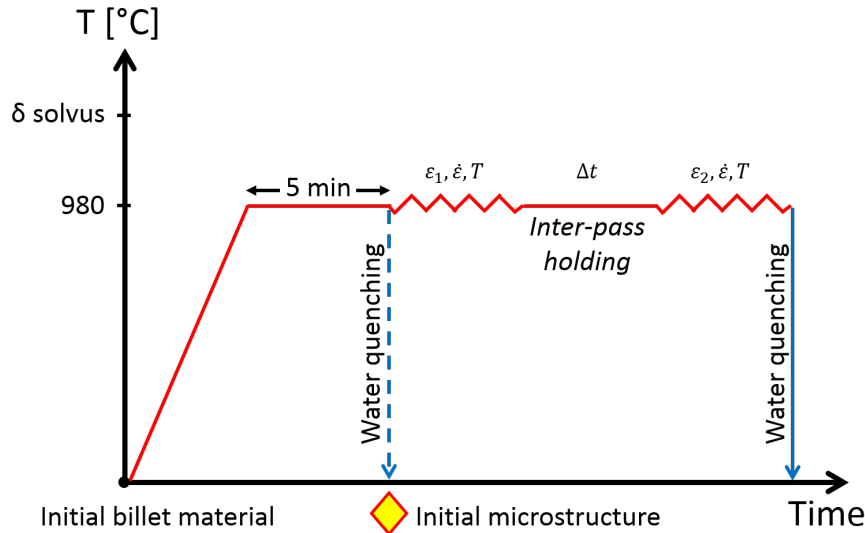


Figure 3.16 – Chemin thermomécanique appliqué pour les essais double passe.

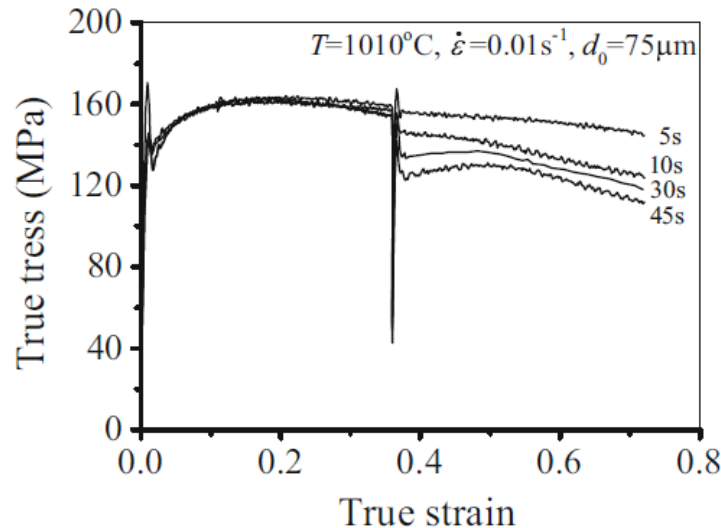


Figure 3.17 – Influence du temps de maintien inter-passes sur la différence de niveau de contrainte entre la première et la deuxième déformation. Ces résultats sont extraits des travaux de Lin et al. [48] pour lesquels l’alliage étudié est l’Inconel 718. Les conditions de déformation T et $\dot{\varepsilon}$ ainsi que la taille de grains initiale d_0 sont précisées sur le graphe.

Ce type d’essais ne permet pas d’extraire directement une fraction PDRX comme c’est le cas avec l’approche métallographique. Il est cependant possible d’obtenir une tendance sur l’étendue des évolutions post-dynamiques ayant opéré durant le maintien inter-passes en exprimant une fraction d’adoucissement X_{PDRX} qui varie comme la fraction PDRX. Dans la littérature, de nombreuses méthodes différentes (au moins 5) sont rapportées pour le calcul de X_{PDRX} . L’utilisation d’une méthode plutôt qu’une autre n’est généralement pas justifiée et semble surtout dépendre de la forme des courbes d’écoulement obtenues ainsi que des hypothèses retenues concernant l’impact des phénomènes de DRX, de PDRX et de restauration dynamique et post-dynamique sur la contrainte d’écoulement. En général, une nouvelle méthode est employée pour chaque nouvelle étude dans laquelle les auteurs cherchent à caractériser les évolutions post-dynamiques à partir d’essais interrompus. Par exemple, Fernández et al. [107] ont d’abord proposé d’évaluer l’adoucissement X_{PDRX} en comparant les aires délimitées par les courbes

d'écoulement de la première et de la deuxième déformation ($\bar{\sigma}_1$ et $\bar{\sigma}_2$ respectivement) à $\bar{\sigma}_m$, l'aire délimitée par la courbe d'écoulement obtenue pour la même déformation totale en une seule passe (voir **Figure 3.18a**).

$$X_{PDRX} = \frac{\bar{\sigma}_m - \bar{\sigma}_2}{\bar{\sigma}_m - \bar{\sigma}_1} \quad (3.12)$$

Dans une de leurs études, Lin et al. [110] ont proposé d'évaluer X_{PDRX} en comparant les contraintes au pic pour chacune des deux passes (σ_{p1} et σ_{p2}) à la contrainte obtenue en fin de première passe (σ_m), comme exprimé dans l'équation 3.13 et illustré sur la **Figure 3.18b**. Dans une autre étude, ces mêmes auteurs ont choisi d'estimer X_{PDRX} en se basant non pas sur les contraintes au pic mais sur les limites pratiques d'élasticité obtenues pour les deux passes (σ_1 et σ_2) [109], comme exprimé dans l'équation 3.14.

$$X_{PDRX} = \frac{\sigma_m - \sigma_{p2}}{\sigma_{p1} - \sigma_m} \quad (3.13)$$

$$X_{PDRX} = \frac{\sigma_m - \sigma_2}{\sigma_m - \sigma_1} \quad (3.14)$$

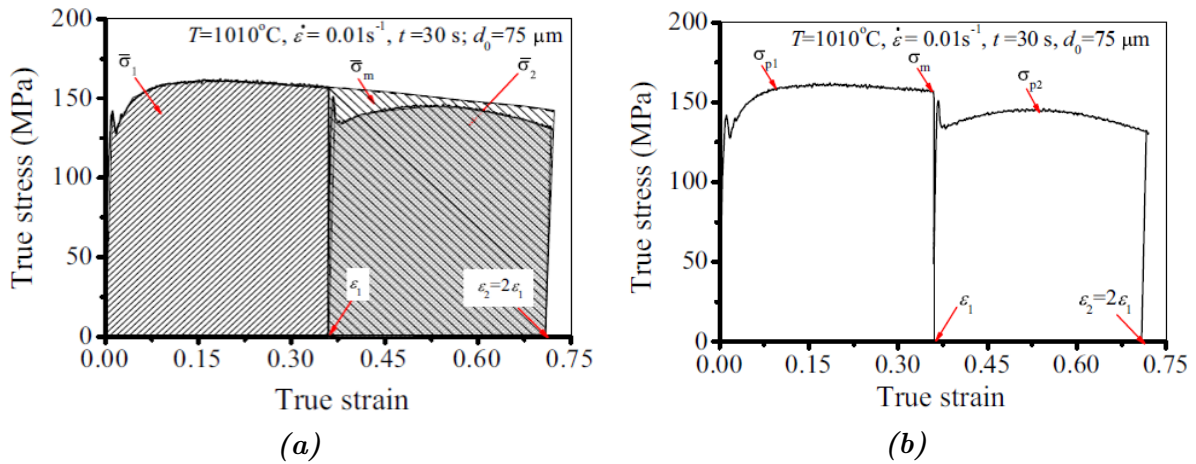


Figure 3.18 – Différentes méthodes employées dans la littérature pour calculer la fraction d'adoucissement post-dynamique X_{PDRX} ayant opéré durant le temps de maintien inter-passes. a) Méthode de la contrainte moyenne employée par Fernández et al. [107]. b) Méthode du pic de contrainte employée par Lin et al. [110]. Ces graphiques illustrant ces méthodes sont tirés des travaux de Lin et al. [48].

Étant donnée la définition de X_{PDRX} pour ces quelques exemples tirés de la littérature, il est clair que les grandeurs comparées dans le calcul de X_{PDRX} intègrent les phénomènes d'adoucissement dynamique et ne prennent pas en compte uniquement les évolutions post-dynamiques intervenant pendant le temps de maintien. D'une part, les phénomènes de recristallisation dynamique sont, en quelques sortes, englobés dans les valeurs X_{PDRX} ainsi calculées. D'autre part, même si ce phénomène est secondaire par rapport à la DRX pour les alliages à faible voire moyenne énergie de faute d'empilement tels que les superalliages base nickel, la restauration dynamique qui peut aussi se manifester est elle aussi englobée de ces valeurs X_{PDRX} . Ceci est problématique puisque ces phénomènes de DRX et de restauration dynamique ont, a priori, des cinétiques relativement différentes pour les deux passes. En effet, les microstructures initiales

qui conditionnent en partie les cinétiques DRX (mais aussi les cinétiques de restauration dynamique) sont probablement très différentes pour la première et pour la seconde passe (tailles de grains, densités de dislocations...). Cette remarque est également valable pour les autres formulations de X_{PDRX} utilisées dans la littérature n'ayant pas été prises pour exemple ici, celles-ci différant peu par rapport aux exemples décrits ici, et le but n'étant pas de donner une liste exhaustive des différentes formulations.

Pour les raisons qui seront évoquées dans la section 3.3.2, l'approche double passe n'a pas été retenue pour suivre les évolutions post-dynamiques. Le choix ou la définition d'une méthode pour mesurer l'adoucissement X_{PDRX} n'est donc pas d'une grande importance. Pour les besoins de l'exemple présenté dans la section 3.3.2, on s'intéressera simplement à la différence $\Delta\sigma$ entre la contrainte atteinte en fin de première déformation σ_m et la limite pratique d'élasticité de la seconde déformation σ_2 (**équation 3.15**). En utilisant cette approche, la dernière valeur de contrainte d'écoulement de la première passe est directement comparée avec la première valeur de la contrainte d'écoulement plastique de la seconde passe. L'adoucissement ainsi obtenu est, de fait, beaucoup moins impacté par les phénomènes de DRX et/ou de restauration dynamique par rapport aux méthodes proposées dans la littérature. Il est cependant important de noter qu'une telle approche ne serait pas adaptée pour discuter de l'influence de la température T ou encore de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ sur les évolutions post-dynamiques. En effet, une même fraction PDRX n'aura probablement pas le même impact sur $\Delta\sigma$ pour des conditions de déformation T et/ou $\dot{\epsilon}$ différentes. Se baser sur $\Delta\sigma$ pour discuter des évolutions post-dynamiques est uniquement pertinent pour mettre en évidence l'influence du temps inter-passes pour $\dot{\epsilon}$ et T fixées.

$$\Delta\sigma = \sigma_m - \sigma_2 \quad (3.15)$$

Si l'objectif est d'étudier l'influence de $\dot{\epsilon}$ ou de T , il pourrait alors être intéressant d'identifier la limite d'élasticité d'une microstructure complètement PDRX $\sigma_{2\infty}(\dot{\epsilon}, T)$ pour chaque couple $(\dot{\epsilon}, T)$, mesurée sur la courbe d'écoulement de la seconde passe pour un temps inter-passes assez long pour chaque condition $\dot{\epsilon}$ et T . La fraction d'adoucissement pourrait alors être exprimée par l'**équation 3.16**.

$$X_{PDRX} = \frac{\Delta\sigma}{\sigma_m - \sigma_{2\infty}(\dot{\epsilon}, T)} \quad (3.16)$$

Le dispositif d'essai Gleeble 3800 offre la possibilité d'effectuer des compressions double passe avec un temps inter-passes pouvant, en théorie, être réduit jusque 0,2s. Il s'agit ici d'un des avantages majeurs offerts par ce dispositif. Contrairement à la voie métallographique sur échantillon déformé - trempé classiquement utilisée et pour laquelle les évolutions post-dynamiques ne peuvent être décrites qu'à partir de 2s (au mieux) après la déformation, la Gleeble 3800 ouvre la possibilité de mieux décrire les évolutions post-dynamiques dans les premiers instants qui suivent la déformation. On peut donc, par cette approche, espérer décrire les cinétiques PDRX pour des durées de maintien post-déformation ne pouvant habituellement pas être couvertes par l'approche métallographique classique à cause du délai de trempé incompressible.

3.3.2 Exemple d'application à haute vitesse ($\dot{\varepsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$)

Parmi les études de la littérature ayant mené des essais interrompus dans le but de caractériser les évolutions post-dynamiques, rares sont celles qui se sont intéressées au domaine des hautes vitesses. On ne relève qu'une seule étude ayant réalisé des essais interrompus dans le domaine de vitesse qui nous intéresse pour ces travaux de thèse (typiquement $\dot{\varepsilon} \geq 1 \text{ s}^{-1}$). Il s'agit des travaux de Gu et al. [111], dans lesquels les essais double passe ont été réalisés jusqu'à une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} = 4 \text{ s}^{-1}$ sur des échantillons en Niomonic 80A (superalliage base nickel).

Pour les besoins de cette étude, l'approche double passe est une piste qui a été envisagée pour la description des évolutions post-dynamiques intervenant à l'issue des déformations à haute vitesse. D'une part, les évolutions post-dynamiques sont rapportées dans la littérature comme rapides aux hautes vitesses. D'autre part, le temps inter-passes peut être divisé par 10 par rapport au délai de trempe incompressible expérimentalement. Les essais interrompus sont donc, à priori, prometteurs pour décrire au mieux les cinétiques PDRX dès les premiers instants qui suivent la déformation.

Dans cette section, la pertinence d'employer ce type d'approche pour des déformations réalisées à $\dot{\varepsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ est discutée. Une série d'essais interrompus a été réalisée conformément à ce qui est décrit sur la **Figure 3.16**. Après une étape de chauffage et de maintien à la température nominale de déformation $T = 980 \text{ °C}$, une première déformation est réalisée à $\dot{\varepsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ jusque $\varepsilon = 0,7$. A ce stade, l'essai est exécuté de manière strictement similaire aux essais simple passe présentés en section 3.2.1 et exploités dans la partie II de ce manuscrit. Une seconde déformation jusque $\varepsilon = 0,3$ est ensuite réalisée après un temps de maintien en température Δt . L'échantillon déformé à deux reprises est finalement trempé.

Comme déjà évoqué plus tôt dans ce chapitre, l'augmentation de la température de l'échantillon lors de sa déformation devient de plus en plus importante lorsque la vitesse de déformation augmente. Il est d'ailleurs rappelé que l'historique thermomécanique schématisé sur la **Figure 3.16** est simpliste par rapport à la réalité. Puisque l'objectif est de comparer la contrainte de fin de première déformation à la limite pratique d'élasticité de la seconde, la question de la température initiale à laquelle est réalisée la seconde déformation est centrale. Pour que la grandeur $\Delta\sigma$ puisse être reliée fiablement aux évolutions post-dynamiques, il faut éviter au maximum que celle-ci soit impactée par une variation de température entre les deux déformations. Il est donc clair que la température initiale de la seconde déformation doit être au plus proche possible de la température de fin de première passe. La **Figure 3.19a** présente la répartition de la température dans l'échantillon à l'issue de la première déformation simulée. Le profil de température correspondant le long du rayon de l'éprouvette déformée est tracé sur la **Figure 3.19b**. Comme le montrent les données issues des simulations numériques de la **Figure 3.19**, le gradient de température dans l'éprouvette à la fin de la première déformation est considérable. On note par exemple une différence de température de plus de 30 °C le long du rayon et de plus de 50 °C entre le centre et les extrémités de l'échantillon. L'existence d'un tel gradient est extrêmement problématique. D'une part la contrainte obtenue en fin de première déformation est en partie fixée par ce gradient qui ne pourra être reproduit pour le début de la seconde déformation. Il est donc déjà clair que les conditions de température entre la fin de la première déformation et le début de la seconde ne seront pas strictement identiques. D'autre part, cela soulève la question du choix de la bonne température initiale pour la seconde déformation.

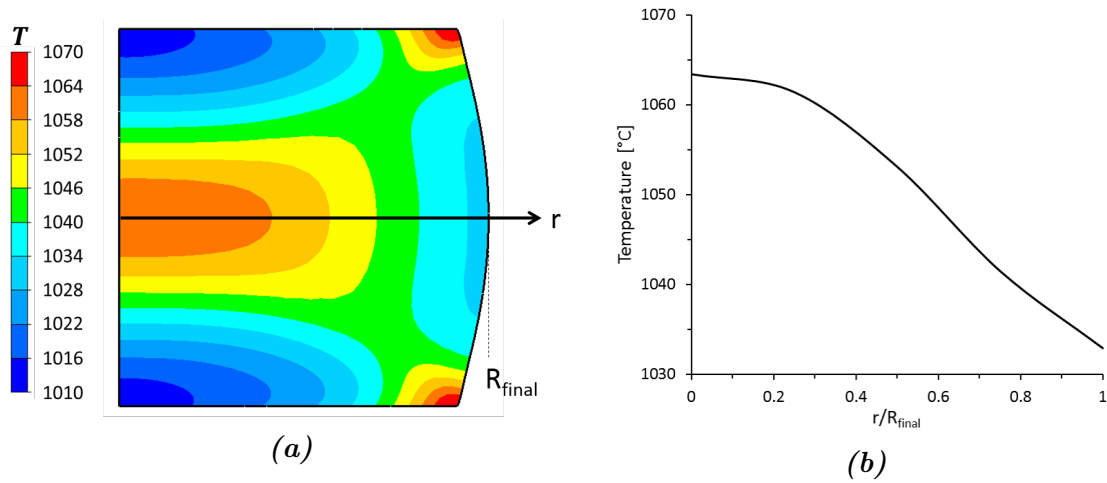


Figure 3.19 – a) Répartition de la température dans l'échantillon à la fin d'une déformation dans les conditions nominales ($\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$, $T = 980 \text{ °C}$, $\epsilon = 0,7$) obtenue par simulation Forge®. b) Tracé de l'évolution de la température le long du rayon identifié sur a). Il est rappelé que la position $\frac{r}{R_{final}} = 1$ correspond aussi au point où est mesurée la température expérimentalement.

Les courbes d'écoulement obtenues pour des essais interrompus avec différents temps inter-passes sont montrées sur la **Figure 3.20**. Pour la seconde déformation, différentes températures et différents temps de maintien ont été opérés (ces informations sont indiquées sur le graphe). Pour chacun de ces essais double passe, le suivi de la température périphérique des échantillons mesurée à mi-hauteur au cours du temps est présenté sur la **Figure 3.21**. L'écart $\Delta\sigma$ entre la contrainte de fin de première déformation et la limite pratique d'élasticité de la seconde déformation associé à chacun des 4 essais interrompus traités ici est reporté dans le **Tableau 3.2**.

Le délai inter-passes Δt minimum qu'il est possible d'atteindre est effectivement mesuré à 0,2s. Dans ces conditions, la température (TC2) initiale pour la seconde frappe est identique à celle mesurée en fin de première déformation (**Figure 3.21a**). Au vu du très faible temps d'interruption de la déformation, il peut être considéré que les conditions thermiques entre la fin de la première déformation et la seconde sont très proches, notamment en ce qui concerne le gradient dans l'échantillon. Pour cet essai, un écart $\Delta\sigma = 64 \text{ MPa}$ est relevé.

2 ^{ème} passe (Figure 3.20)	Δt [s]	$T = f(t)$ mesurée	$\Delta\sigma$ [MPa]
	0,2	Figure 3.21a	64
	2	Figure 3.21b	69
	5	Figure 3.21c	200
	10	Figure 3.21d	124

Tableau 3.2 – Tableau synthétisant les valeurs $\Delta\sigma$ mesurées pour les essais interrompus dont les courbes d'écoulement et l'évolution de la température mesurées au cours de l'essai sont données en **Figures 3.20 et 3.21** respectivement.

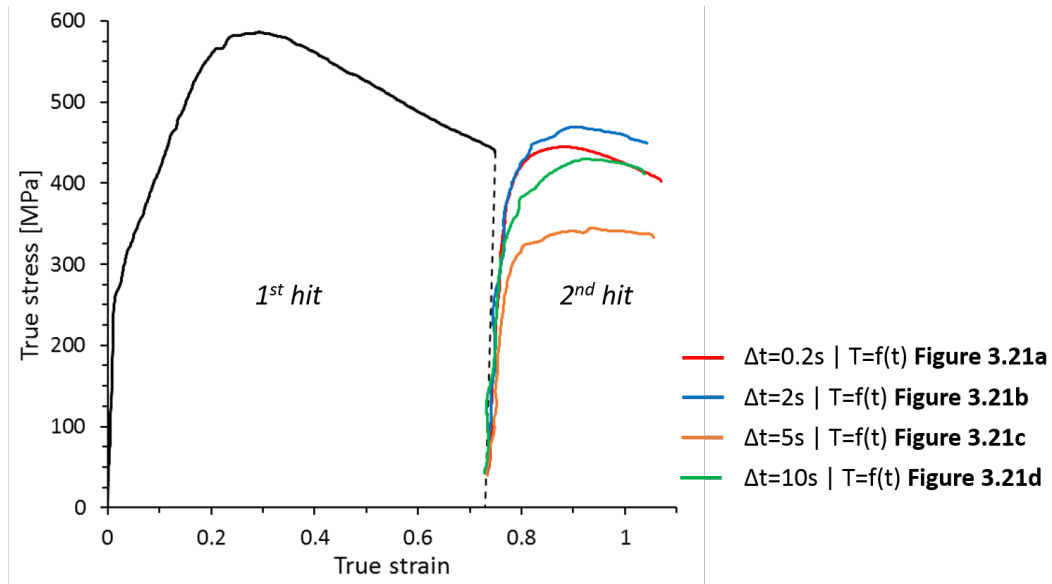


Figure 3.20 – Essais interrompus (ou double passe) effectués à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 10s^{-1}$ et pour une température nominale $T = 980^{\circ}C$. La première passe est effectuée jusqu'à un niveau de déformation $\epsilon_1 = 0,7$. La deuxième passe est effectuée jusqu'à un niveau de déformation $\epsilon_2 = 0,3$, ce qui implique une déformation totale cumulée sur les deux passes de $\epsilon = 1,0$. Pour la seconde passe, les différents temps inter-passes appliqués sont précisés.

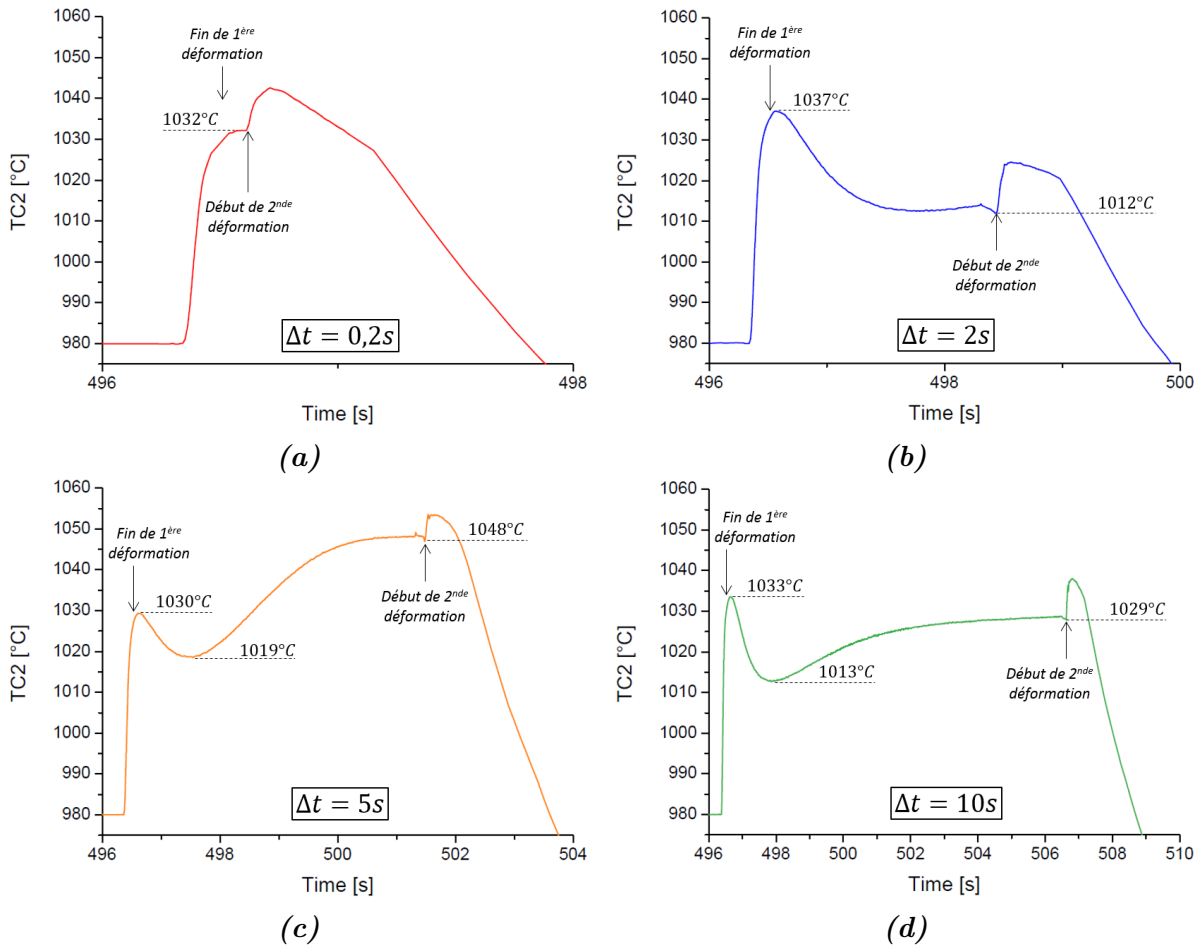


Figure 3.21 – Mesure de la température périphérique à mi-hauteur en fonction du temps ($TC2 = f(t)$) pour les échantillons ayant subi les essais interrompus à $\dot{\epsilon} = 10s^{-1}$ dont les courbes contrainte - déformation sont présentées sur la **Figure 3.20**.

Pour des temps inter-passes plus longs, le choix a d'abord été fait de réaliser la seconde déformation à la même température que celle mesurée en fin de première déformation. La température nominale de seconde déformation pour $\Delta t = 2$ s (courbe bleue sur la **Figure 3.20**) et $\Delta t = 10$ s (courbe verte sur la **Figure 3.20**) a donc été paramétrée à $T = 1033$ °C. L'analyse fine des résultats obtenus dans ces deux conditions démontrent la difficulté technique liée à la régulation de la température à laquelle il faut faire face pour les vitesses de déformation élevées et les temps de maintien courts qui nous intéressent. Alors que la température initiale de la seconde déformation est approximativement respectée pour $\Delta t = 10$ s (voir **Figure 3.21d**), celle-ci ne l'est pas lorsque $\Delta t = 2$ s (voir **Figure 3.21b**). Même si la température de début de deuxième déformation est plus faible que pour $\Delta t = 0,2$ s, on ne note pas d'évolution significative de la valeur $\Delta\sigma$. Pour cette condition ($\Delta t = 2$ s), bien que les paramètres PID pour la régulation de la température aient été ajustés de façon à ce que la température mesurée atteigne sa valeur nominale (1033 °C) le plus rapidement possible avant le début de la seconde déformation, le temps de maintien n'est pas suffisant. Lorsque le temps inter-passes est supérieur à 0,2 s, la température diminue systématiquement à la suite de la première déformation (voir **Figure 3.21**). Ce phénomène n'est, à priori, pas sensible à la différence entre la température mesurée en fin de première déformation et celle paramétrée pour la deuxième déformation. Même si la température programmée pour la seconde déformation est bien supérieure à celle atteinte en fin de déformation (voir **Figure 3.21c**), une diminution de la température est tout de même enregistrée dans les premiers instants du maintien. En effet, l'augmentation extrêmement rapide de la température mesurée au cours de la déformation est détectée et implique une diminution voire une coupure de la puissance fournie par le système pour le chauffage. Dès les premiers instants du maintien, le non-respect de la température est détecté et le système fourni de nouveau une puissance pour le chauffage. La ré-augmentation de la température de l'échantillon n'est pas instantanée lorsqu'une puissance est de nouveau fournie par le système. Le retard entre la puissance fournie et la température mesurée est responsable de la diminution de température qui intervient de manière systématique à la suite de la première déformation à $\dot{\epsilon} = 10$ s⁻¹. Pour des temps inter-passes supérieurs, la température de consigne pour la seconde déformation peut-être respectée moyennant un ajustement des paramètres de régulation PID permettant à la fois d'atteindre rapidement la consigne tout en limitant les phénomènes d'« overshoot ». Lorsque la seconde déformation est effectuée après un délai $\Delta t = 10$ s, il est en effet possible de mieux respecter la température initiale pour la seconde déformation entrée en consigne (**Figure 3.21d**). Dans ces conditions, on mesure $\Delta\sigma = 124$ MPa mais on perd l'intérêt de la machine pour étudier les tout premiers instants de la PDRX.

D'autre part, le choix d'effectuer la seconde déformation à la température mesurée en fin de première déformation est discutable. Il s'agit en effet de la température la plus faible dans l'échantillon (en surface). Au vu de la distribution de température dans l'échantillon à l'issue de la première déformation, la sélection de la température de seconde déformation est de toute façon très complexe. Celle-ci impactera nécessairement les résultats et les conclusions qui en découlent du fait de l'influence de la température sur la contrainte mais également du fait de la dépendance à la température des cinétiques PDRX. La comparaison des résultats obtenus pour $\Delta t = 5$ s (courbe orange sur la **Figure 3.20**) et $\Delta t = 10$ s (courbe verte sur la **Figure 3.20**) est un bon exemple pour illustrer ces propos. Comme reporté dans le **tableau 3.2**, alors que le temps de maintien est plus court, $\Delta\sigma$ est plus élevé pour le maintien $\Delta t = 5$ s lorsque la seconde déformation est réalisée à une température initiale $T = 1048$ °C, c'est-à-dire à-peu-près égale à celle atteinte à mi-rayon d'échantillon à l'issue de la première déformation.

Il est ainsi démontré par cet exemple à $\dot{\epsilon} = 10$ s⁻¹, l'énorme difficulté technique à réaliser des essais interrompus dans les conditions qui nous intéressent (haute vitesse et faible temps de maintien) de manière maîtrisée et pertinente pour ensuite pouvoir interpréter les

courbes contrainte-déformation en termes d'évolutions post-dynamiques. Par conséquent, cette approche sera écartée pour la suite de ce travail.

3.4 Mise en œuvre des essais de traction et de fluage

Des éprouvettes dont la partie utile présente un diamètre de 4 mm et une longueur calibrée de 14 mm ont été prélevées dans différentes pièces industrielles forgées, soit en presse à vis, soit en presse hydraulique, pour évaluation des propriétés en traction et en fluage (Partie III). La géométrie complète de ces éprouvettes est présentée sur la **Figure 3.22**.

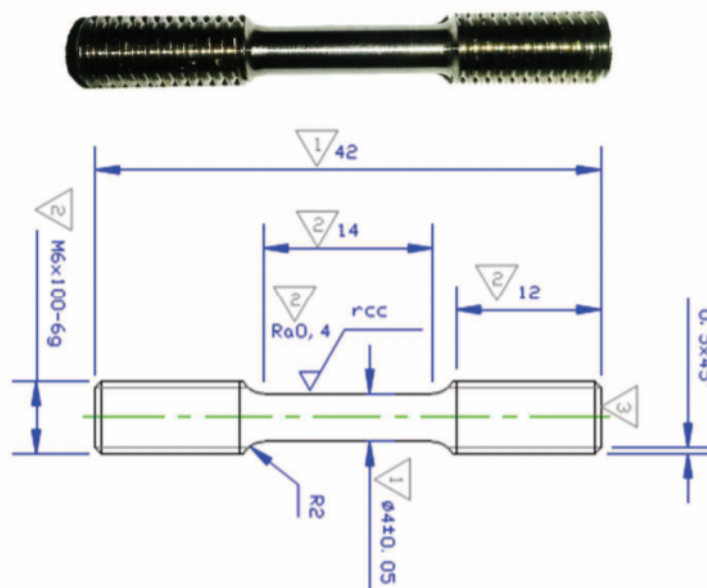


Figure 3.22 – Plan d'usinage des éprouvettes de traction et de fluage utilisées dans ces travaux.

Afin de limiter les zones déformées plastiquement en surface résultant de l'usinage des éprouvettes et susceptibles d'impacter les résultats des essais de traction ou de fluage, les éprouvettes ont toutes été polies au papier SiC du grade 500 au grade 4000. La procédure de polissage détaillée est précisée dans le **Tableau 3.3**. La direction des rayures (parallèle ou perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette) induites par les différentes étapes de polissage est alternée entre chaque grade en s'assurant que le dernier grade laisse des rayures parallèles à l'axe de l'éprouvette.

Étape	Support abrasif	Direction des rayures par rapport à l'axe de l'éprouvette
#1	Papier SiC 500	Perpendiculaire
#2	Papier SiC 1000	Parallèle
#3	Papier SiC 2000	Perpendiculaire
#4	Papier SiC 4000	Parallèle

Tableau 3.3 – Étapes du polissage de fût des éprouvettes testées en traction et en fluage. Une étape est terminée lorsqu'elle a permis « d'effacer » toutes les rayures induites au cours de l'étape qui la précède (cette évaluation se fait à la loupe binoculaire). En ce qui concerne la première étape, celle-ci s'achève une fois que les stries d'usinage ont été éliminées.

Le diamètre minimal mesuré sur la partie utile après polissage de l'éprouvette sera considéré pour le calcul des contraintes.

Dans l'optique de caractériser les microstructures industrielles et de faire le lien entre leurs caractéristiques, le mode de forgeage, et les propriétés mécaniques, une partie des éprouvettes testées mécaniquement seront analysées dans les têtes (voir la section 4.4.2 du chapitre 4 ainsi que le chapitre 6). Il est spécifié ici que, pour la caractérisation de ces microstructures industrielles, les analyses EBSD seront réalisées en utilisant la méthode à résolution angulaire améliorée présentée en section 2.2 du chapitre 2, permettant notamment de réduire le bruit de mesure aux alentours de $0,1^\circ$. Ceci est rendu possible grâce à la récente acquisition d'un détecteur Symmetry et d'un détecteur C-nano⁴ pour équiper le microscope double faisceau (électronique et ionique) TESCAN FERA3 nouvellement arrivé au CEMEF. Il sera donc tout à fait possible de discerner les grains DRX des grains PDRX à partir des jeux de données ainsi acquis sur les microstructures industrielles.

3.4.1 Essais de traction

Les essais de traction ont été effectués sur machine électromécanique Instron 8562 (**Figure 3.23a**) équipée d'une cellule de charge d'une capacité de 100 kN. Ils ont été réalisés à vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 0,0005 \text{ s}^{-1}$ imposée constante (on parle dans ce cas de traction monotone). La déformation a été mesurée à l'aide d'un extensomètre à couteaux céramiques (alumine) pouvant être employé à chaud (**Figure 3.23b**).

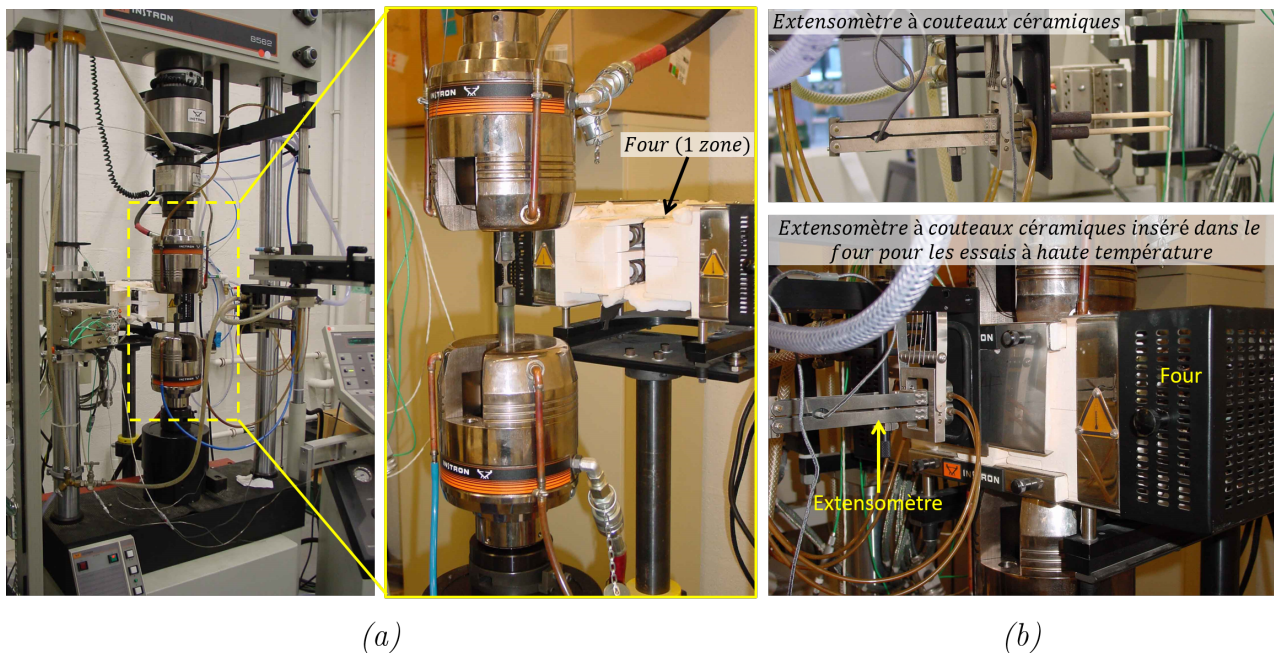


Figure 3.23 – Dispositif expérimental mis en oeuvre pour les essais de traction.

Une partie des essais a été réalisée à des températures plus élevées que l'ambiante (450°C , 650°C , ainsi que 700°C). Pour de tels essais, le chauffage des éprouvettes est assuré par un four à résistances Pyrox (2 zones) avec éléments chauffants en MoSi_2 (**Figure 3.23**). Les éprouvettes sont installées sur le dispositif de traction, chauffées puis stabilisées au moins 15 minutes à la température cible avant d'exécuter l'essai. Notons que dans le cas de ces essais à température élevée, l'extensomètre suit le même historique thermique que l'éprouvette puisqu'il est lui aussi inséré dans le four (à proximité de l'éprouvette) dès le début du chauffage (**Figure**

4. Ce détecteur est, en quelques sortes, une version « bridée » du détecteur Symmetry. Il bénéficie de la même résolution angulaire que le détecteur Symmetry, mais le temps de traitement est plus long.

3.23b). Cela permet notamment d'éviter tout déséquilibre thermique qui serait engendré par l'insertion de l'extensomètre « froid » juste avant le démarrage de l'essai.

Au cours d'un essai de traction, la force F et l'allongement ΔL sont enregistrés du début de l'essai jusqu'à la rupture de l'éprouvette, permettant ainsi de remonter à la courbe de traction, c'est-à-dire, à l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation appliquée. Deux modes de représentation des courbes de traction peuvent être employés :

- La courbe de traction conventionnelle pour laquelle la contrainte conventionnelle σ et la déformation conventionnelle ε s'expriment par les **équations 3.17 et 3.18** respectivement. C'est sur base de la contrainte et de la déformation conventionnelles que sont évaluées les caractéristiques mécaniques en traction (limite d'élasticité, résistance mécanique, allongement à rupture, ...).

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (3.17)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3.18)$$

avec :

S_0 : la plus petite section initiale le long de la partie utile de l'éprouvette (calculée à partir du diamètre minimal mesuré sur la partie utile après polissage).

L_0 : la longueur initiale de la partie utile de l'éprouvette (14 mm pour les éprouvettes utilisées dans ces travaux).

- La courbe de traction vraie pour laquelle la contrainte vraie σ_{vraie} et la déformation vraie ε_{vraie} s'expriment par les **équations 3.19 et 3.20** respectivement. Ce mode de représentation permet de prendre en compte l'évolution de la section S au cours de la déformation. C'est ce mode de représentation qui sera employé pour représenter les courbes de traction dans la partie III de ce document.

$$\sigma_{vraie} = \frac{F}{S} = \frac{F}{S_0} \left(1 + \frac{\Delta L}{L_0} \right) = \sigma (1 + \varepsilon) \quad (3.19)$$

$$\varepsilon_{vraie} = \ln \left(\frac{L_0 + \Delta L}{L_0} \right) = \ln(1 + \varepsilon) \quad (3.20)$$

3.4.2 Essais de fluage

L'intégralité des essais de fluage ont été conduits à une température de 650 °C sur une machine Setra (**Figure 3.24**) équipée d'un four résistif Pyrox et qui dispose de deux lignes d'amarage. De la même façon que pour les essais de traction réalisés en température, l'éprouvette est d'abord montée et stabilisée 3 heures à 650 °C avant d'appliquer la charge. La déformation est mesurée à l'aide d'un capteur LVDT (« Linear Variable Displacement Transducer ») qui suit le déplacement des mors, permettant ainsi de suivre l'évolution de la déformation plastique conventionnelle au court du temps (courbe de fluage). Les essais ont été menés jusqu'à rupture.

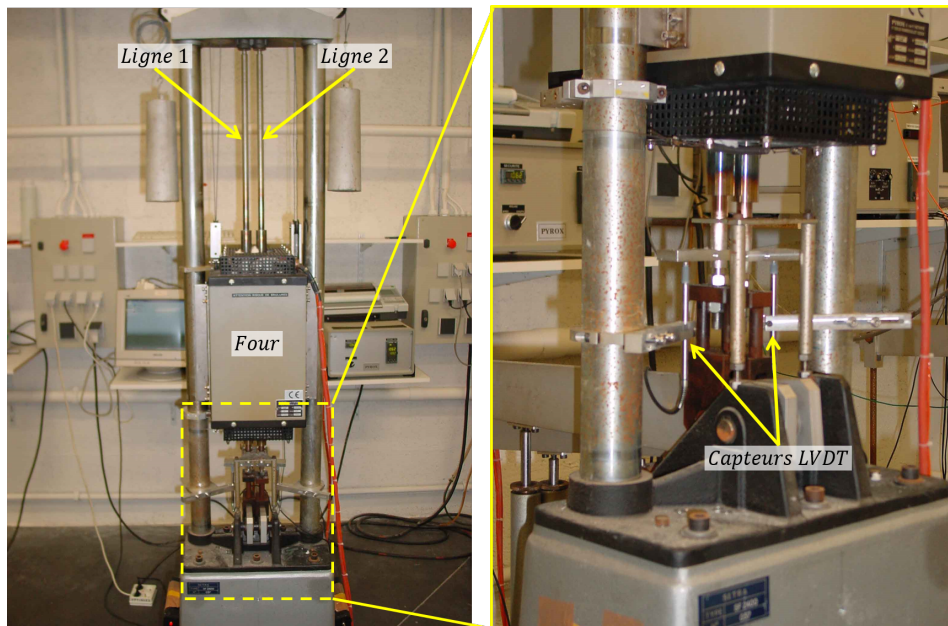


Figure 3.24 – Dispositif expérimental mis en oeuvre pour les essais de fluage.

Conclusion

Après un premier chapitre introductif qui fixe les objectifs de cette thèse, dans cette première partie, les différentes techniques expérimentales employées ainsi que les méthodes développées pour les besoins de l'étude ont été présentées. Plus précisément, les méthodes d'analyses microstructurales ainsi que les spécificités liées à la mise en œuvre des essais thermomécaniques employés ont été abordées.

D'une part, des essais de compression à chaud seront réalisés pour reproduire les conditions de forgeage industriel et étudier l'influence de la vitesse de déformation sur les microstructures produites (Partie 2). Le paramétrage et la simulation des essais de compression, la régulation et la mesure de la température, les différents chemins thermomécaniques imposés aux échantillons, ou encore les deux dispositifs utilisés (MTS 250 et Gleeble 3800) ainsi que leurs spécificités ont notamment été introduits. La zone de prélèvement des éprouvettes dans la billette industrielle pour ces essais de compression et les caractéristiques de la microstructure initiale (i.e. microstructure du début de déformation) ont pu être exposées.

D'autre part, des essais de traction et de fluage seront réalisés sur des éprouvettes prélevées dans des pièces industrielles forgées, soit en presse à vis, soit en presse hydraulique, afin d'évaluer l'impact du mode de forgeage sur les propriétés mécaniques (Partie 3). La préparation des éprouvettes, les détails techniques des dispositifs expérimentaux utilisés ainsi que le déroulement des essais ont également été introduits.

Un certain nombre de conventions pour la représentation et le traitement des données EBSD ont aussi été précisées. Le processus classiquement employé pour estimer une fraction recristallisée à partir de données EBSD a également été introduit. Le protocole utilisé pour l'identification et la quantification de la précipitation δ ainsi que la stratégie employée pour caractériser la précipitation fine ($\gamma' + \gamma''$) de manière contrôlée ont été exposés. Étant donné l'agencement des précipités γ'' dans la matrice γ , l'importance de caractériser la précipitation γ'' dans des grains de même orientation a été démontrée. Pour s'épargner de tout impact de l'orientation cristalline sur les caractéristiques de la précipitation γ'' mesurées, dans la suite, celle-ci sera systématiquement caractérisée dans des grains orientés tels que $\langle 111 \rangle // \vec{Z}$ (\vec{Z} la normale à la surface de l'échantillon). Même en employant une telle démarche pour caractériser la précipitation γ'' , il est important de rappeler que les caractéristiques extraites de ces analyses seront seulement semi-quantitatives, et sont plutôt à considérer dans une approche comparative comme ce sera fait au chapitre 6.

L'identification de l'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques DRX et PDRX fait partie des enjeux majeurs de ces travaux, en particulier pour le domaine des hautes vitesses de déformation, celles atteintes lors des étapes de forgeage en presse à vis ($\dot{\epsilon} \geq 1 \text{ s}^{-1}$) qui reste jusqu'alors peu voire pas étudié. Dans cette optique, l'approche métallographique sur échantillon déformé - trempé est classiquement employée dans la littérature pour séparer les contributions respectives de la recristallisation dynamique et post-dynamique. La fraction DRX est alors assimilée à la fraction recristallisée estimée sur un échantillon trempé rapidement

après déformation et la fraction PDRX correspond à l'augmentation de la fraction recristallisée mesurée sur des échantillons maintenus à température pendant des temps plus longs avant trempe. Pour le domaine des hautes vitesses, une telle approche ne semble pas judicieuse pour estimer aussi précisément que possible la fraction DRX. D'après la littérature, les évolutions post-dynamiques sont en effet attendues de plus en plus rapides lorsque la vitesse de déformation s'élève alors que le délai de trempe ne peut techniquement pas être réduit en-dessous de $\Delta t = 2$ s. Deux autres approches ont donc été envisagées pour tenter de séparer les évolutions dynamiques des évolutions post-dynamiques : une approche métallographique et une approche basée sur les courbes contrainte - déformation d'essais interrompus.

La possibilité de discriminer les grains DRX et PDRX sur base de données EBSD a été investiguée. Il a été démontré que, contrairement aux analyses conventionnelles dont le bruit de mesure se situe aux alentours de $0,5^\circ$, il est possible de distinguer ces deux types de grains en se basant sur leurs niveaux de désorientations intragranulaires (i.e leurs densités de dislocations) lorsque le bruit de mesure est réduit à environ $0,2^\circ$ pour les conditions appliquées. Comme l'ont confirmé les images ECCI, les grains DRX contiennent effectivement des densités de dislocations plus importantes que les grains PDRX, ce qui est en accord avec leurs mécanismes de formations respectifs. Plusieurs méthodes ont été considérées pour améliorer la résolution angulaire des données EBSD. L'indexation des clichés EBSD par comparaison avec des clichés simulés, dans le cadre de la théorie cinématique et de la théorie dynamique, permet de réduire considérablement le bruit de mesure. Même si les deux méthodes précédemment citées permettent une meilleure réduction du bruit de mesure, le filtrage des données EBSD conventionnelles par le filtre LLASS récemment développé par A. Seret et al. [77] dans le cadre de la chaire OPALE réduit suffisamment le bruit de mesure pour permettre une séparation fiable des populations de grains DRX et PDRX. En appliquant ce filtre, le bruit de mesure passe d'environ $0,5^\circ$ à moins de $0,2^\circ$.

L'approche des essais interrompus sur Gleeble 3800 pour accéder aux évolutions post-dynamiques semblait, a priori, très prometteuse dans notre cas puisque les évolutions post-dynamiques sont attendues rapides dans le domaine de vitesse qui nous intéresse. Elle permet, de pouvoir décrire les évolutions post-dynamiques à partir de $0,2$ s après la déformation, tandis que l'approche métallographique permet une description des cinétiques PDRX à partir de 2 s dans le meilleur des cas. Il a cependant été démontré qu'une telle approche n'est pas viable sur la plage des vitesses de déformation étudiées. D'une part il est techniquement très compliqué de réaliser la seconde déformation à une température parfaitement contrôlée lorsque $0,2 \text{ s} < \Delta t < 5 \text{ s}$. D'autre part, le fort gradient de température dans les éprouvettes à la fin de la première déformation implique nécessairement que les conditions thermiques dans lesquelles la seconde déformation est réalisée ne seront pas identiques. Le choix de la « bonne » température à laquelle il faut réaliser la seconde déformation est discutable et impactera obligatoirement les résultats obtenus. Il est, à haute vitesse, très compliqué de relier fidèlement les évolutions post-dynamiques aux différences de contraintes observées entre deux déformations successives. A l'exception des travaux de Gu et al. [111] dans lesquels cette approche a été adoptée pour $\dot{\epsilon} = 4 \text{ s}^{-1}$ sans aborder le sujet de la température et de sa régulation, la plupart du temps ce type d'approche est effectivement utilisé dans le domaine des faibles vitesses de déformation.

Afin d'établir la dépendance des cinétiques DRX et PDRX à la vitesse de déformation (Partie II), c'est l'approche métallographique qui a donc été retenue pour la suite. Puisque les données EBSD conventionnelles ne permettent pas de séparer les grains DRX et PDRX sur base de leurs niveaux de désorientations intragranulaires (**Figure 2.19a**), le bruit de mesure associé aux données acquises au centre des échantillons déformés sera donc systématiquement réduit par application du filtre LLASS [77]. Pour des conditions thermomécaniques $(\dot{\epsilon}, T, \epsilon)$ données,

la fraction DRX est estimée sur les échantillons trempés rapidement après déformation (voir l'exemple traité dans la section 2.2.4).

Deuxième partie

Évolutions microstructurales en mise en forme



Chapitre 4

Influence de la vitesse de déformation sur les évolutions microstructurales

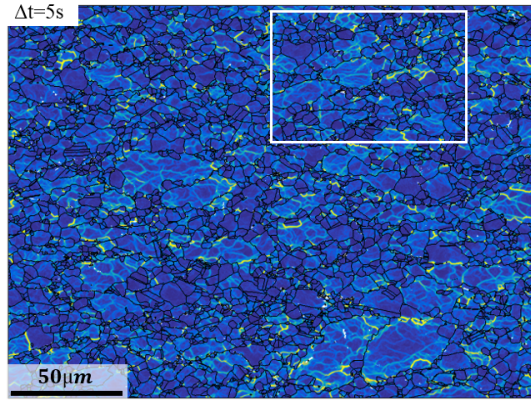
Dans ce chapitre, l'influence de la vitesse de déformation sur les évolutions microstructurales intervenant pendant et après la déformation est présentée. L'intérêt est principalement porté sur l'établissement des cinétiques de recristallisation dynamiques et post-dynamiques, mais les évolutions de phase δ sont également considérées. Ces particules de seconde phase sont en effet connues pour interagir avec les phénomènes de recristallisation et ont également un impact sur les propriétés d'emploi. Les cinétiques DRX et PDRX présentées ont été établies conformément à l'approche retenue pour la discrimination de ces différents types de grains qui a été introduite en partie I. Les fractions DRX sont estimées sur les échantillons trempés rapidement en fin de déformation, après séparation des grains DRX et PDRX sur base de données EBSD conventionnelles filtrées. Les résultats obtenus à partir des essais sur MTS 250 (sections 4.1, 4.2 et 4.3) et sur Gleeble 3800 (4.4.1) sont traités de manière indépendante mais aboutissent aux mêmes conclusions. Les tendances résultantes sont discutées et confrontées à celles rapportées dans la littérature ainsi qu'à la réalité des microstructures industrielles.

4.1 Recristallisation en régime dynamique (DRX)

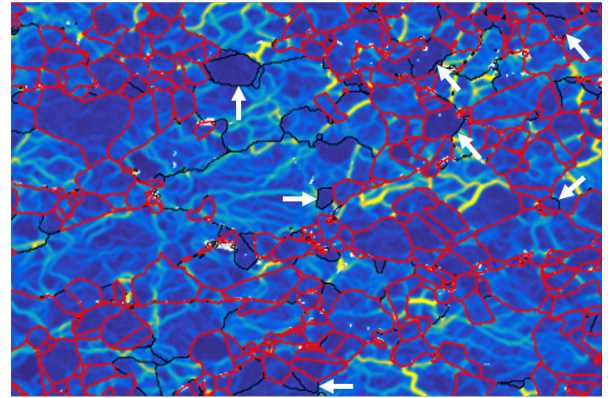
4.1.1 Cinétique DRX obtenue à partir des échantillons trempés directement après déformation

Les cartographies du KAM acquises au centre des échantillons trempés rapidement après déformation sont présentées sur la **Figure 4.1** pour différentes vitesses de déformation comprises entre $0,001 \text{ s}^{-1}$ et 1 s^{-1} . À partir des distributions du GAKAM associées à chacune de ces cartographies, la fraction recristallisée globale ainsi que les contributions respectives de la DRX et de la PDRX ont été estimées selon la procédure décrite dans la section 2.2.4 du chapitre 2 et illustrée sur la **Figure 2.19**. Pour chaque échantillon, l'identification des grains DRX et PDRX est illustrée en colonne de droite sur une zone restreinte ayant été agrandie par rapport à la cartographie originale du KAM de la colonne de gauche de la **Figure 4.1**. Ces zones sont repérées par un rectangle blanc sur les cartographies du KAM de la colonne de gauche. Sur les **Figures 4.1b, d, f, h et j**, les joints des grains ayant été classés comme DRX sont représentés en rouge. Les données quantitatives sont en revanche associées aux cartographies de grande surface de la colonne de gauche.

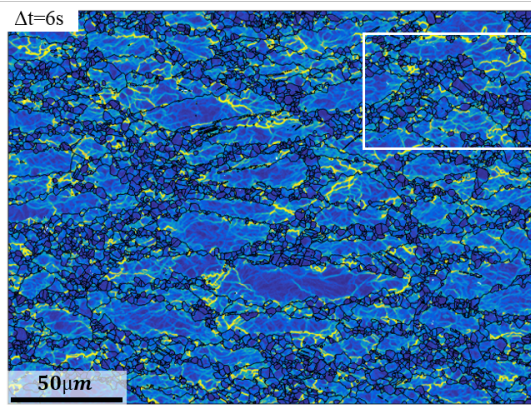
Pour chaque vitesse de déformation, une microstructure partiellement recristallisée est obtenue pour le taux de déformation local appliqué ($\bar{\varepsilon} \approx 1,0$ au centre des pions, voir la section 3.2.3 du chapitre 3). Les grains déformés initialement présents dans la microstructure de départ (microstructure initiale) peuvent être facilement identifiés. Ils sont généralement plus gros que les grains recristallisés et contiennent des densités de dislocations (i.e. des valeurs de KAM) bien plus élevées. Il est d'ailleurs remarqué que ces grains sont sous-structurés. Ces sous-structures de dislocations sont bien définies après filtrage des données EBSD avec le filtre LLASS. Le niveau d'écroutissage (qui varie comme la désorientation intragranulaire) dans les grains déformés augmente avec la vitesse de déformation jusqu'à $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ et semble ensuite diminuer progressivement pour les vitesses de déformation supérieures.



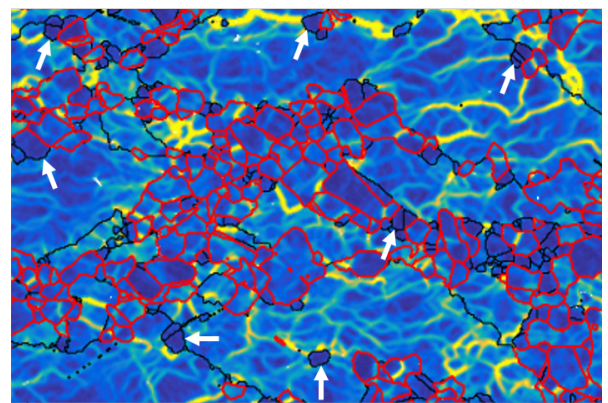
(a) $\dot{\varepsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$



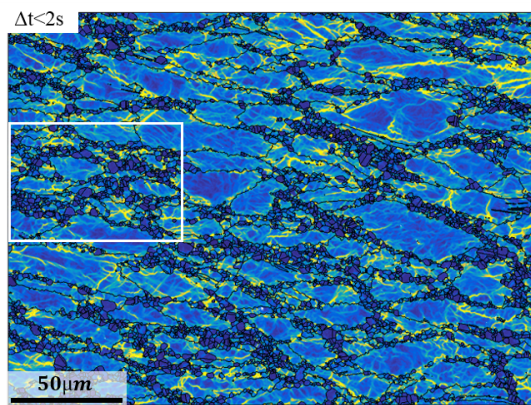
(b)



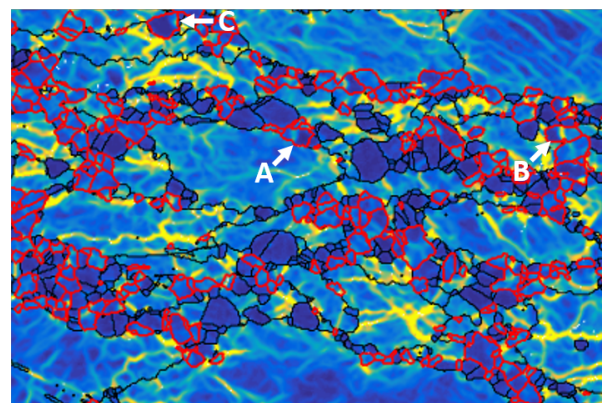
(c) $\dot{\varepsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$



(d)



(e) $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



(f)

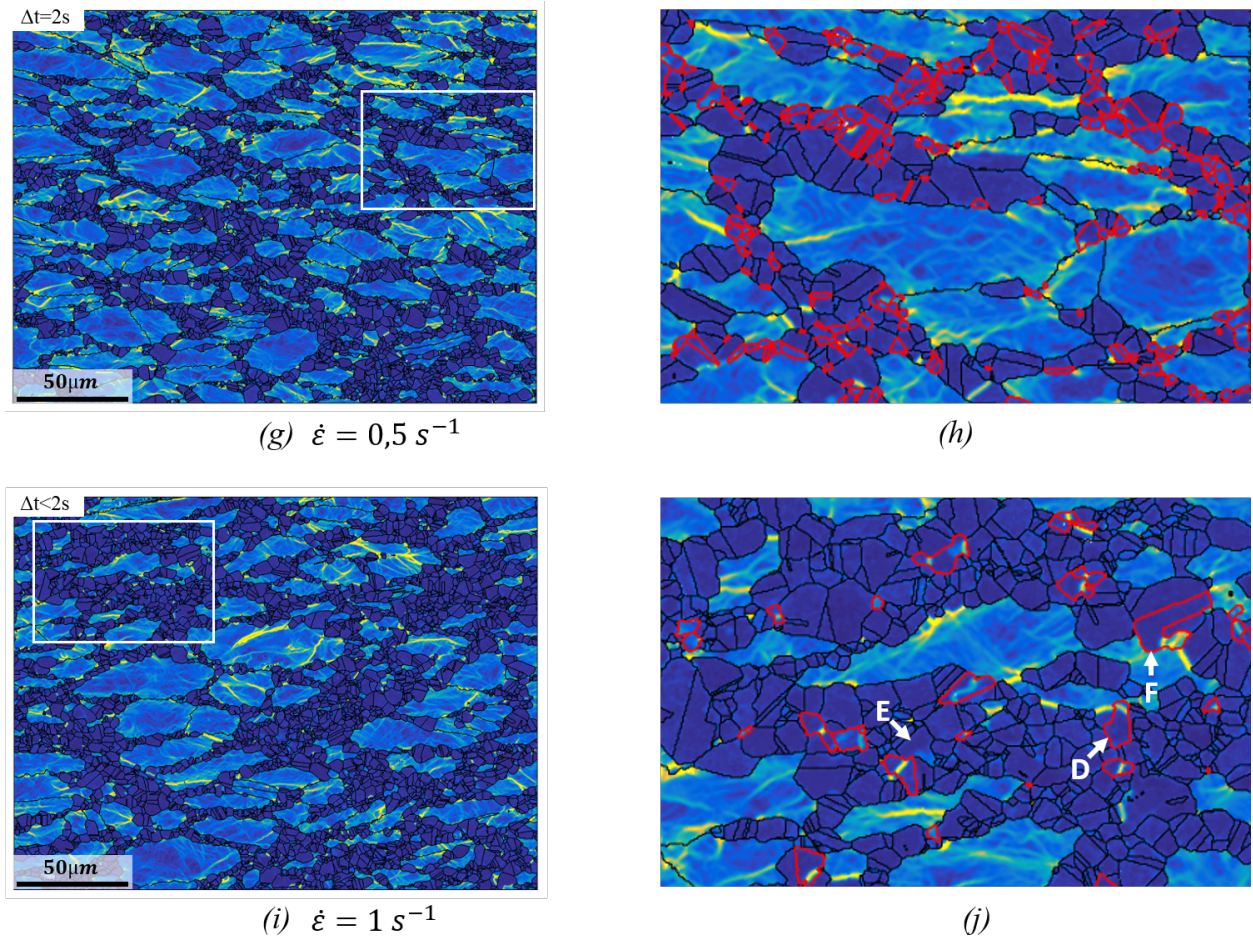


Figure 4.1 – Cartographie du KAM pour les échantillons trempés rapidement à l'issue d'une déformation macroscopique $\varepsilon_{macro} = 0,7$, à $T = 980\text{ °C}$ et à une vitesse de déformation de a), b) $\dot{\varepsilon} = 0,001\text{ s}^{-1}$, c), d) $\dot{\varepsilon} = 0,01\text{ s}^{-1}$, e), f) $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$, g), h) $\dot{\varepsilon} = 0,5\text{ s}^{-1}$, and i), j) $\dot{\varepsilon} = 1\text{ s}^{-1}$. Les figures de la colonne de droite, b), d), f), h) et j) correspondent respectivement à l'aire délimitée par le rectangle blanc sur les figures a), c), e), g) et i) après la séparation des grains DRX (joints de grains en rouge) et des grains PDRX. Pour l'ensemble des cartographies présentées sur cette figure, le taux d'indexation minimal effectif est de 97,9% après avoir retiré les données qui correspondent aux grains formés de moins de 4 points. Les points non-indexés ainsi que ceux filtrés par ce critère de taille de grains ne sont pas considérés pour le calcul des paramètres KAM et GAKAM.

Pour $\dot{\varepsilon} \leq 0,1\text{ s}^{-1}$, les microstructures partiellement recristallisées témoignent que la recristallisation dynamique intervient de manière discontinue comme c'est classiquement le cas pour cet alliage. Les nouveaux grains DRX germent puis grossissent aux anciens joints de grains, ce qui donne lieu à des microstructures dites « en collier ». Cependant, une quantité de plus en plus faible de grains DRX est identifiée dans la microstructure lorsque la vitesse de déformation augmente. Même si les échantillons utilisés sur la **Figure 4.1** ont été trempés en seulement quelques secondes après la déformation, des grains PDRX sont quand même détectés et la fraction surfacique occupée par ces grains augmente avec la vitesse de déformation (pour rappel, les joints des grains identifiés comme DRX sont représentés en rouge). Bien que l'effort ait été fait pour réduire le délai de trempé au plus bas possible ($\Delta t < 2\text{ s}$) pour les échantillons déformés à $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon} = 0,5\text{ s}^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 1\text{ s}^{-1}$, la quantité de grains PDRX détectée est relativement élevée.

La **Figure 4.2** synthétise les résultats quantitatifs ayant été obtenus à partir des analyses présentées sur la **Figure 4.1**. Sur la **Figure 4.2**, l'évolution de la fraction recristallisée totale en fonction de la vitesse de déformation est représentée par des marqueurs carrés noirs qui sont reliés entre-eux en trait plein noir. Les fractions DRX associées sont représentées par des marqueurs carrés noirs étant reliés entre-eux en trait pointillé noir. De cette façon, les contributions respectives de la DRX et de la PDRX sur la fraction recristallisée totale estimée peuvent être visualisées en fonction de la vitesse de déformation. La dépendance de la cinétique DRX à l'égard de la vitesse de déformation est alors mise en évidence. La fraction DRX diminue de manière monotone lorsque la vitesse de déformation augmente. Ces résultats sont en désaccord avec ceux massivement rapportés dans la littérature [42, 56, 59, 60, 64–70] et schématisés au chapitre 1 sur la **Figure 1.17**. Pour les conditions appliquées dans ces travaux ($T = 980\text{ °C}$ et $\varepsilon_{macro} = 0,7$), il peut être considéré que la recristallisation dynamique est inhibée lorsque $\dot{\varepsilon} > 0,1\text{ s}^{-1}$. Il est cependant important de préciser que la vitesse de déformation au-delà de laquelle la DRX est inhibée dépend très probablement des autres paramètres thermomécaniques appliqués (i.e. de la température et du niveau de déformation). Les résultats des **Figures 4.1 et 4.2** suggèrent ainsi que le paramètre temps est d'une grande importance pour les évolutions dynamiques. En effet, même si les raisons évoquées dans la littérature pour expliquer que les hautes vitesses de déformation augmentent la force motrice pour la DRX pourraient être pertinentes, les résultats actuels suggèrent que le temps de déformation qui est déterminé par la vitesse de déformation est un paramètre clé pour la progression de la DRX.

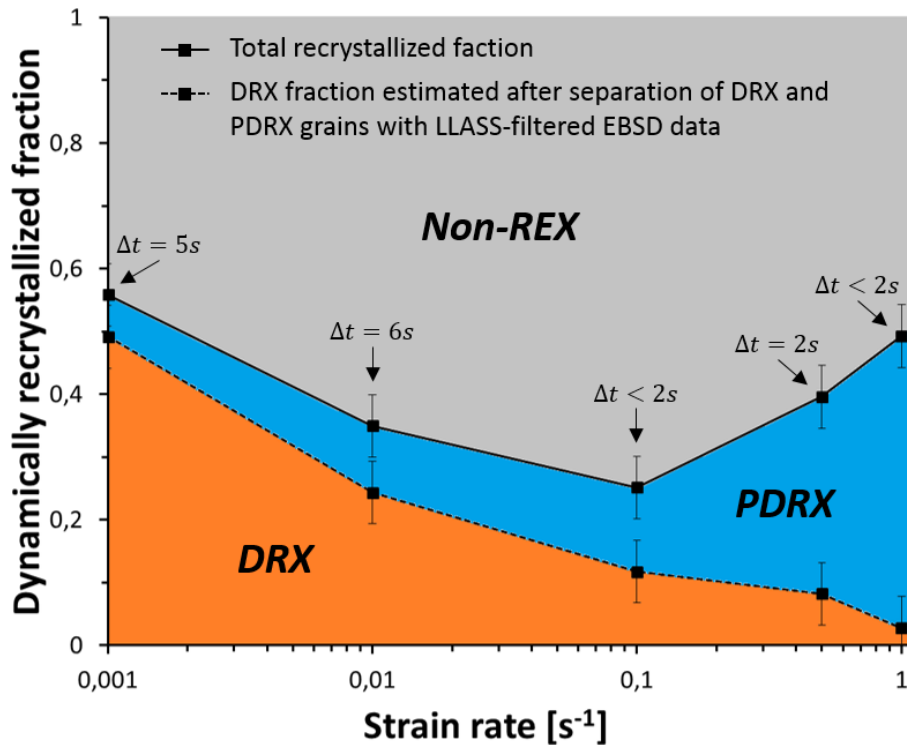


Figure 4.2 – Estimation de la fraction d'aire correspondant aux grains DRX identifiés après séparation des grains DRX et PDRX sur base des données EBSD montrées sur la **Figure 4.1**. Les échantillons utilisés pour l'estimation de la fraction DRX ont été trempés aussi rapidement que possible après une déformation sur MTS 250 jusque $\varepsilon_{macro} = 0,7$, à $T = 980\text{ °C}$ et pour $\dot{\varepsilon} \in [0,001; 1]s^{-1}$. Le délai de trempe Δt mesuré pour chaque échantillon est précisé sur le graphique.

De plus, il peut être mentionné ici que, pour les échantillons sur lesquels une fraction DRX significative a été détectée (i.e. pour les échantillons déformés à $\dot{\epsilon} \leq 0,1 \text{ s}^{-1}$), la taille des grains DRX pour les échantillons déformés à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ est respectivement $\overline{\phi_{eq \text{ DRX}}} = 3,4 \mu\text{m}$, $\overline{\phi_{eq \text{ DRX}}} = 2,6 \mu\text{m}$ et $\overline{\phi_{eq \text{ DRX}}} = 2,2 \mu\text{m}$. L'effet bien connu de la vitesse de déformation sur la taille des grains DRX est ainsi confirmé; une vitesse de déformation plus élevée mène à une taille de grains DRX plus fine.

Dans ces échantillons trempés rapidement après déformation, contrairement au comportement de la DRX, la contribution de la PDRX à la fraction recristallisée totale augmente en même temps que la vitesse de déformation. Pour les vitesses de déformation faibles à moyennes (ici typiquement pour $0,001 \text{ s}^{-1} \leq \dot{\epsilon} \leq 0,1 \text{ s}^{-1}$), la contribution de la PDRX reste relativement faible même si le délai de trempe était de 5 à 6 secondes pour ces essais. Dans ces conditions, l'évolution de la fraction recristallisée globale en fonction de la vitesse de déformation est principalement pilotée par la cinétique DRX. L'augmentation de la contribution PDRX devient beaucoup plus prononcée pour les plus hautes vitesses de déformation appliquées. Il est important de signaler ici qu'une attention particulière a été portée pour réduire au maximum le délai de trempe pour ces essais à haute vitesse de déformation. À $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$, la PDRX opère massivement au cours du délai de trempe qui est de seulement 2 s, ce qui engendre une augmentation très prononcée de la fraction recristallisée globale.

Il est important de noter que l'évolution de la fraction recristallisée globale avec la vitesse de déformation, englobant à la fois les grains DRX et PDRX, est très similaire à ce qui a souvent été rapporté dans la littérature pour la cinétique DRX et exposé dans le chapitre 1 (**Figure 1.17**).

La fraction recristallisée globale estimée sur les échantillons trempés directement après la déformation est classiquement assimilée à la fraction DRX. Une trempe rapide est effectivement supposée « geler » la microstructure de fin de déformation et ainsi permettre de capturer uniquement le résultat des évolutions dynamiques. Cependant, une trempe instantanée est techniquement impossible à réaliser. Expérimentalement, le délai de trempe ne peut pas être plus court que 2 s, ce qui est déjà un bon résultat technique comparé à nombre d'essais menés dans la littérature. Par conséquent, il est fort probable que des cinétiques PDRX très rapides opérant le temps du délai de trempe après les déformations aux hautes vitesses puissent expliquer les divergences observées entre, les cinétiques DRX en fonction de la vitesse de déformation massivement rapportées dans la littérature, et, celle obtenue ici. Le fait que la recristallisation post-dynamique pouvait se manifester au cours du délai de trempe après une déformation à vitesse élevée a, en fait, déjà été évoqué précédemment dans les travaux de Zhou et al. [58]. Cet argument avait été proposé comme une explication possible afin de justifier les différences entre leurs résultats et les évolutions microstructurales rapportées par Camus et al. [6]. La même hypothèse a été proposée plus récemment par Kienl et al. [113] également pour justifier que la fraction recristallisée augmente avec la vitesse de déformation sur des échantillons en ATI 718Plus® trempés juste après la déformation. Une étude plus détaillée de l'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques PDRX sera menée en section 4.2 dans le but de confirmer (ou infirmer) une telle interprétation des résultats présentés dans cette section.

4.1.2 Analyse des courbes contrainte - déformation

La contrainte d'écoulement plastique est directement reliée à la densité de dislocations moyenne ρ comme exprimé dans l'équation de Taylor rappelée précédemment au chapitre 3 (équation 3.11). Par conséquent, les courbes contrainte vraie - déformation vraie qui résultent de la déformation à chaud des superalliages base nickel sont très largement utilisées pour discuter des évolutions microstructurales, notamment de la recristallisation dynamique. Les courbes d'écoulement pour les essais de compression ayant été menés à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ sont montrées sur la **Figure 4.3**. Les observations qui peuvent être faites à partir de ces courbes sont en accord avec celles classiquement rapportées dans la littérature pour les superalliages base nickel ainsi que les autres alliages sujets au phénomène de recristallisation dynamique discontinue lorsqu'ils sont déformés à haute température. Pour chaque vitesse de déformation, une augmentation significative du niveau de contrainte est observée dès les premiers instants de la déformation en conséquence d'une augmentation rapide de la densité de dislocations moyenne (i.e. écrouissage). Ensuite, le taux d'écrouissage diminue progressivement sous l'influence des mécanismes d'adoucissement (principalement la recristallisation dynamique, mais la restauration dynamique intervient aussi dans une moindre mesure) jusqu'à ce que la contrainte atteigne sa valeur maximum σ_p . Un pic de contrainte est alors plus ou moins bien défini sur les courbes d'écoulement. Au-delà de ce pic, la fraction DRX ayant envahi la microstructure initiale déformée est assez élevée pour contrebalancer l'effet de l'écrouissage sur la contrainte d'écoulement macroscopique.

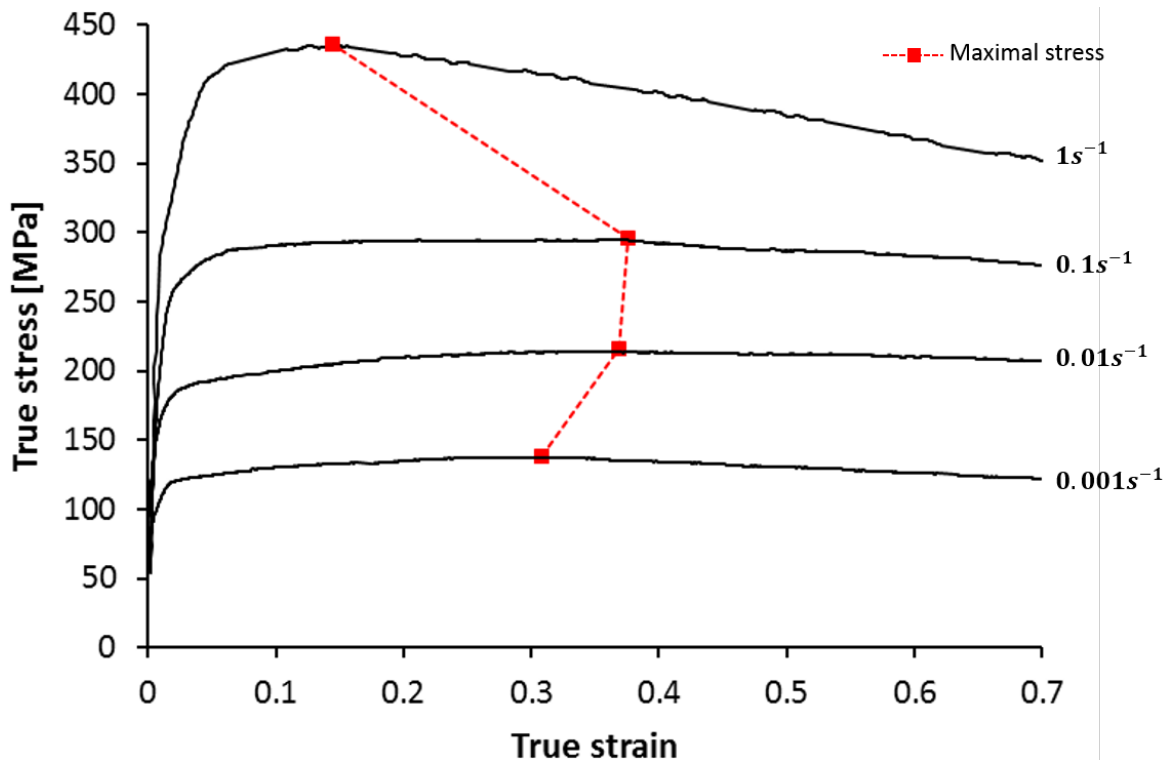


Figure 4.3 – Courbes contrainte vraie - déformation vraie pour des éprouvettes déformées jusque $\epsilon_{macro} = 0,7$, à $T = 980 \text{ °C}$ et pour différentes vitesses $\dot{\epsilon} \in [0,001; 1] \text{ s}^{-1}$ non corrigées de l'auto-échauffement. Pour chaque condition, la valeur de la contrainte maximale est indiquée par un carré rouge. Ces valeurs de contrainte maximale sont reliées entre-elles en trait pointillé rouge.

L'initiation de la DRX est habituellement estimée à partir de la déformation ε_p qui est atteinte pour le pic de contrainte σ_p . Il a en effet été montré à plusieurs reprises dans littérature que la DRX est initiée pour un niveau de déformation ε légèrement plus faible que ε_p [30, 58, 114, 115]. Sur la **Figure 4.3**, la contrainte maximale σ_p associée à chaque vitesse de déformation est repérée par un symbole carré rouge. Les contraintes maximales σ_p sont reliées entre-elles en trait pointillé rouge. Il peut ainsi être observé que la valeur de σ_p augmente lorsque que la vitesse de déformation s'élève, ce qui est en accord avec un bon nombre de résultats rapportés dans la littérature [40, 42, 52, 53, 55, 57, 58, 60]. Cette augmentation de σ_p avec $\dot{\varepsilon}$ témoigne que des densités de dislocations plus élevées sont ainsi atteintes lorsque la vitesse de déformation augmente. Cela s'explique fondamentalement par la formule d'Orowan qui exprime le lien entre la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ et la densité de dislocations mobiles ρ_m qui se déplacent à une vitesse moyenne v (**équation 4.1**). La vitesse de déplacement des dislocations v étant indépendante de la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$, des densités de dislocations de plus en plus élevées sont requises pour pouvoir assurer des vitesses de déformation de plus en plus grandes. Notons également qu'une vitesse de déformation de plus en plus élevée implique un temps disponible pour l'annihilation des dislocations qui est de plus en plus faible, ce qui contribue au fait que σ_p augmente avec $\dot{\varepsilon}$.

$$\dot{\varepsilon} = \rho_m v b \quad (4.1)$$

La niveau de déformation ε_p atteint au pic de contrainte augmente lorsque la vitesse de déformation augmente dans la plage $\dot{\varepsilon} \in [0, 001; 0, 1] \text{s}^{-1}$. Cette tendance indique que la recristallisation dynamique est initiée pour des niveaux de déformation de plus en plus grands lorsque la vitesse de déformation est élevée jusque $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{s}^{-1}$. Cependant, la valeur de ε_p chute significativement lorsque la vitesse de déformation passe de $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{s}^{-1}$ à $\dot{\varepsilon} = 1 \text{s}^{-1}$, alors que σ_p (et donc ρ) continue d'augmenter. Cette évolution de ε_p signifierait que pour $\dot{\varepsilon} = 1 \text{s}^{-1}$, la DRX est déclenchée dans les tout premiers instants de la déformation ($\varepsilon_p \approx 0,15$) comparé aux déformations réalisées à vitesses plus faibles. Ce point n'est pas en accord avec la très faible (voire négligeable) fraction DRX qui a été mesurée pour $\varepsilon_{macro} = 0,7$ dans les mêmes conditions de température et de vitesse sur les **Figures 4.1 et 4.2**. Une plus grande densité de dislocations effectivement atteinte dans ces conditions pourrait être un bon argument pour justifier que la force motrice pour la recristallisation dynamique est supérieure et que la DRX peut intervenir plus tôt dans la déformation. Cette interprétation de la courbe d'écoulement plastique pour $\dot{\varepsilon} = 1 \text{s}^{-1}$ n'est cependant pas cohérente avec la cinétique DRX qui a été établie précédemment dans la section 4.1.1.

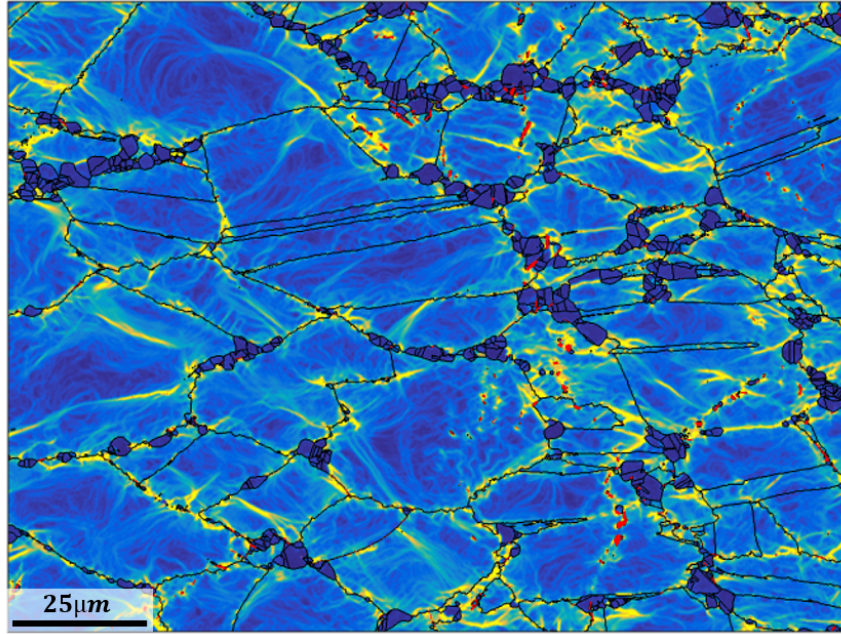


Figure 4.4 – Cartographie du KAM pour un échantillon trempé rapidement ($\Delta t = 3$ s) après une déformation jusqu'à une déformation vraie $\varepsilon_{macro} = 0,35$ à $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ et $T = 980^\circ\text{C}$ sur MTS 250. Les conditions de déformation sont donc identiques à celles utilisées pour les **Figures 4.1i et 4.1j**, mais ici la déformation a été stoppée plus tôt, pour une déformation finale plus proche du pic de contrainte. Les données EBSD présentées sur cette figure ont été acquises dans les conditions qui s'écartent de celles opérées de manière standard et qui ont été introduites en partie I. Le pas de mesure a en effet été pris plus petit ($0,14 \mu\text{m}$ au lieu de $0,20 \mu\text{m}$), ce qui a notamment permis de résoudre une partie des particules de seconde phase δ (les plus grosses) contrairement à la plupart des données EBSD présentées dans ce manuscrit. Les particules de phase δ résolues sont représentées en rouge.

Dans le but d'explorer ce qu'il se passe dans la microstructure au voisinage du pic de contrainte pour $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$, un essai mené dans les mêmes conditions thermomécaniques de déformation a été interrompu à $\varepsilon_{macro} = 0,35$. L'échantillon résultant de cette compression a été trempé rapidement une fois la déformation terminée. La cartographie du KAM qui correspond à l'analyse au centre de l'échantillon ainsi produit est présentée sur la **Figure 4.4**. Cette cartographie du KAM complémentaire prouve définitivement que le pic de contrainte obtenu dans le cas où $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ ne peut pas être associé à l'initiation de la DRX. Effectivement, alors que la déformation appliquée ici ($\varepsilon_{macro} = 0,35$) est environ deux fois supérieure à ε_p , seulement quelques grains recristallisés peuvent être trouvés dans la matrice déformée et les très faibles valeurs de KAM qui les composent suggèrent très fortement que ces grains sont issus de la PDRX (voir **Figure 4.4**). Par conséquent, dans des conditions pour lesquelles la vitesse de déformation est élevée, la diminution rapide de la contrainte lorsque la déformation se poursuit après le pic de contrainte est principalement attribuée à une augmentation de la température significative dans l'échantillon. L'auto-échauffement est en effet connu pour être très prononcé pour les hautes vitesses de déformation. Pour un échantillon déformé jusque $\varepsilon = 0,7$ à $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ et à une température nominale $T = 980^\circ\text{C}$, l'auto-échauffement mesuré expérimentalement à mi-hauteur en périphérie est de $\Delta T \approx 40^\circ\text{C}$ et les simulations Forge® indiquent un échauffement au centre (là où la microstructure est caractérisée) de $\Delta T \approx 50^\circ\text{C}$. Par conséquent, en prenant en compte les résultats présentés sur les **Figures 4.1 à 4.4**, il peut ainsi être déduit que l'exploitation des courbes d'écoulement pour discuter de l'initiation de la DRX ne semble plus adaptée pour $\dot{\varepsilon} > 0,1 \text{ s}^{-1}$.

4.2 Recristallisation en régime post-dynamique (PDRX)

4.2.1 Cinétiques PDRX obtenues à partir des échantillons maintenus en température après déformation

Les cartographies du KAM pour les éprouvettes déformées jusque $\varepsilon_{macro} = 0,7$ à une température nominale $T = 980^\circ\text{C}$ et à une vitesse de déformation comprise dans la plage $[0,001; 1]\text{s}^{-1}$ sur la machine MTS 250 puis ensuite maintenues en température pour différents temps de maintien avant trempe sont présentées sur la **Figure 4.5**. Les cartographies du KAM sur la colonne de gauche (**Figures 4.5a, d, g et j**) sont celles correspondant aux temps de maintien les plus courts. Il s'agit des cartographies déjà montrées sur la **Figure 4.1** et exploitées pour la construction de la **Figure 4.2**. L'analyse qualitative des cartographies du KAM présentées sur la **Figure 4.5** montre que, indépendamment de l'influence de vitesse de déformation, l'augmentation du temps de maintien après la déformation permet à la PDRX de se manifester et de se développer dans la microstructure, ce qui implique une augmentation significative de la fraction recristallisée globale. Les évolutions post-dynamiques ont été quantifiées et sont tracées sur les graphiques de la **Figure 4.6**. La **Figure 4.6a** montre la fraction recristallisée globale qui correspond à chaque cartographie présentée sur la **Figure 4.5** en fonction de la vitesse de déformation et pour différents temps de maintien post-déformation appliqués. Les fractions DRX précédemment estimées en section 4.1.1 sont également rappelées sur ce graphique. Sur la **Figure 4.6b**, les mêmes informations sont représentées mais les cinétiques PDRX sont, cette fois-ci, tracées dans une échelle de temps pour chaque vitesse de déformation. L'analyse détaillée de ces cinétiques fera l'objet des sections 4.2.2 et 4.2.3.

De manière générale, il ressort que la recristallisation post-dynamique est relativement rapide. La PDRX se développe de plus en plus rapidement lorsque la vitesse de déformation est de plus en plus élevée. Ces résultats sont cohérents avec ceux rapportés dans les études de la littérature qui ont abordé l'impact de la vitesse de déformation sur la PDRX [46, 58, 72]. Par conséquent, ce qui était très fortement suggéré précédemment à partir des **Figures 4.1 et 4.2** peut ainsi être confirmé; les hautes vitesses de déformation accélèrent drastiquement les évolutions post-dynamiques. Après une déformation à $\dot{\varepsilon} = 1\text{s}^{-1}$, alors que la fraction DRX qui constitue le point de départ pour la cinétique PDRX est très faible (voire négligeable), la PDRX a envahi environ 80% de la microstructure dans les 8 secondes seulement suivant la déformation. Dans de telles conditions de déformation, il est ainsi clair que le temps caractéristique pour la PDRX est du même ordre de grandeur que le plus court délai de trempe pouvant être atteint et qui a été mesuré aux alentours de 2 s.

Contrairement à la taille des grains DRX qui est sensible à la vitesse de déformation, il est ici important de constater que ce n'est pas le cas pour la taille de grains des microstructures presque totalement recristallisées (constituées de grains DRX et PDRX aux plus basses vitesses et uniquement de grains PDRX aux plus hautes vitesses), ayant été obtenues à l'issue d'un maintien post-déformation (**Figure 4.5c, f, i, l**). Elle est effectivement mesurée à $5,1\ \mu\text{m}$ (**Figure 4.5c**), $5,5\ \mu\text{m}$ (**Figure 4.5f**), $4,5\ \mu\text{m}$ (**Figure 4.5i**), et $4,8\ \mu\text{m}$ (**Figure 4.5l**) pour les maintiens en température les plus longs appliqués à l'issue des déformations à $0,001\text{s}^{-1}$, $0,01\text{s}^{-1}$, $0,1\text{s}^{-1}$, et 1s^{-1} respectivement. Une telle évolution de la taille des grains recristallisés (DRX et/ou PDRX) qui composent ces microstructures va à l'encontre de l'effet a priori attendu de la vitesse de déformation sur la taille de grains. En effet, la taille de grains étant liée au nombre de germes, et donc, à la densité de dislocations qui est censée augmenter avec la vitesse de déformation, il est attendu que la taille des grains recristallisés diminue lorsque $\dot{\varepsilon}$ augmente. Cependant, l'effet de la vitesse de déformation sur la taille des grains d'une microstructure complètement recristallisée semble être plus complexe. D'une part, comme il sera démontré

dans la suite de ce chapitre, l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la vitesse de déformation n'est pas monotone, notamment en raison d'un auto-échauffement de plus en plus important lorsque la vitesse de déformation augmente. D'autre part, il faut également préciser que, pour les microstructures déformées à une vitesse favorable au déclenchement de la DRX, tout ou partie des grains DRX ont pu être consommés par la PDRX, ce qui n'est pas sans conséquence sur la taille de grains des microstructures 100% recristallisées. Il est également à noter que le ou les mécanisme(s) de recristallisation post-dynamique actif(s) (qui seront discutés dans la section 4.2.3) pourrai(en)t également entrer en compte. Nos résultats suggèrent que certains de ces phénomènes ont des effets compensatoires sur la taille de grains des microstructures recristallisées. La discussion autour de l'influence de la vitesse de déformation sur la taille de grains des microstructures recristallisées à l'issue d'un maintien post-dynamique serait complexe à mener et nécessiterait des expériences dédiées supplémentaires. Cependant le constat est là : pour les conditions thermomécaniques appliquées dans cette étude, des tailles de grains comparables sont obtenues indépendamment de la vitesse de déformation.

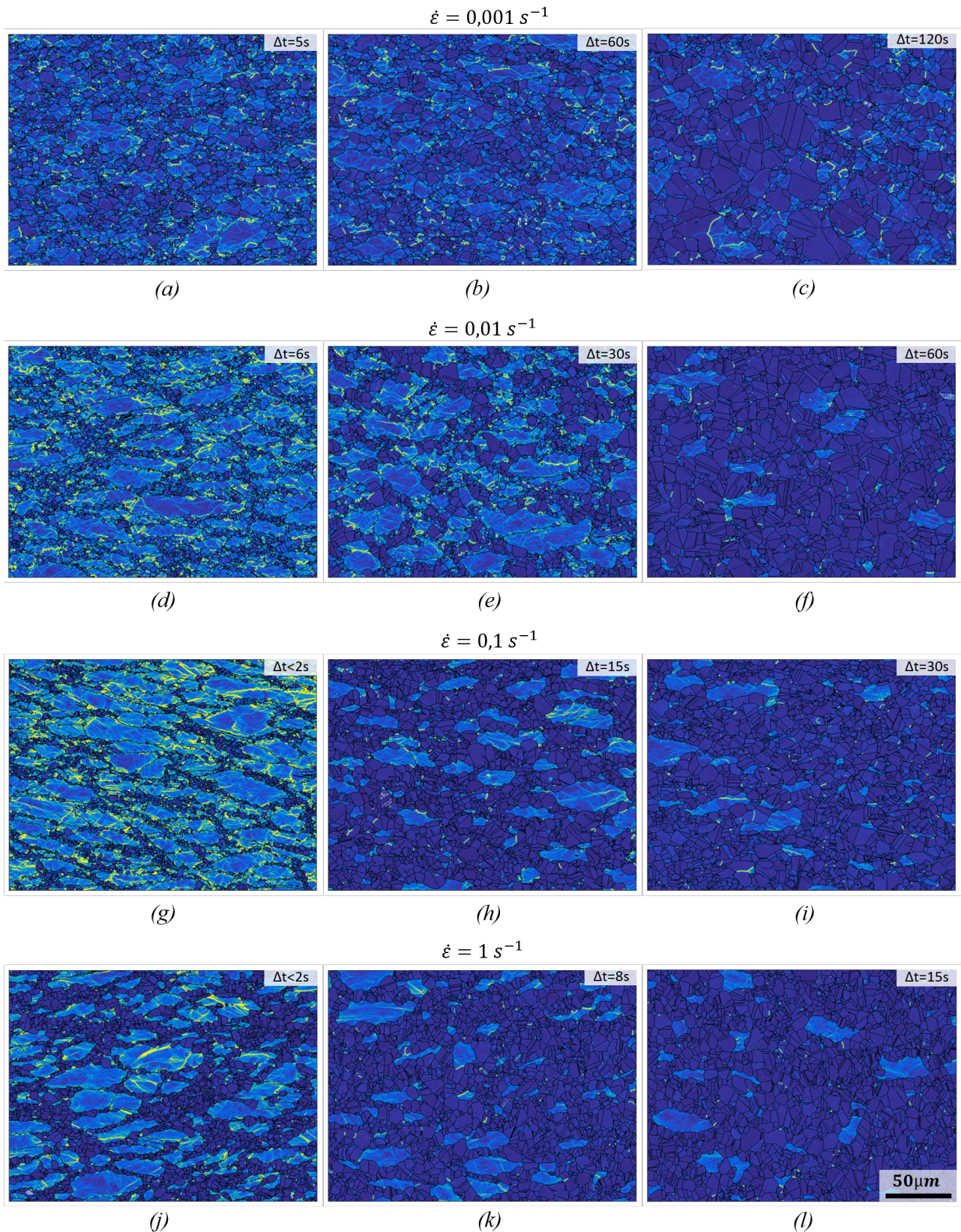
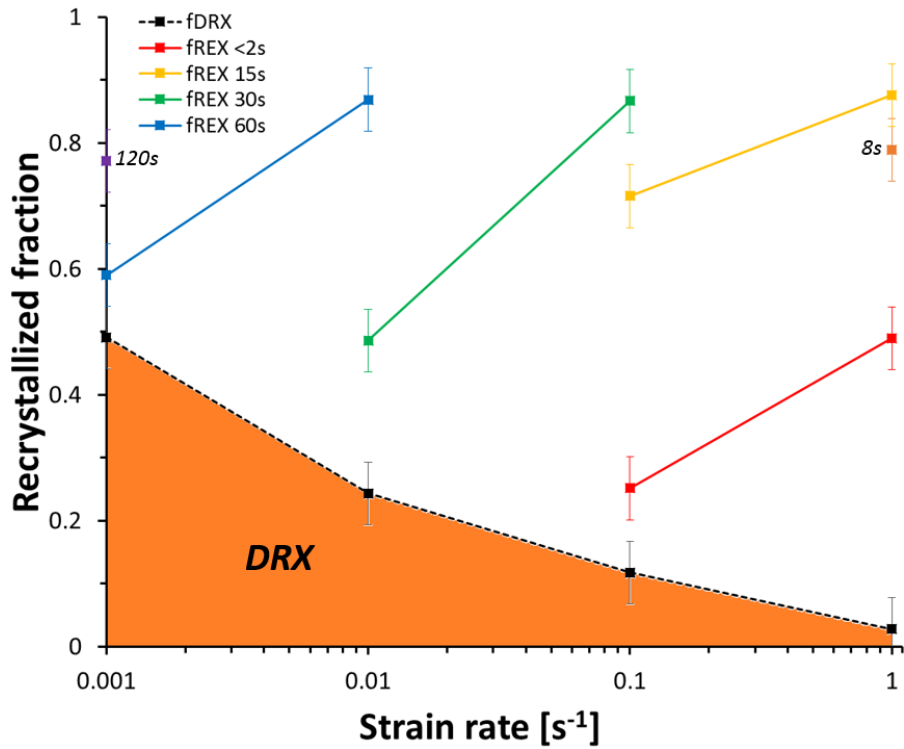
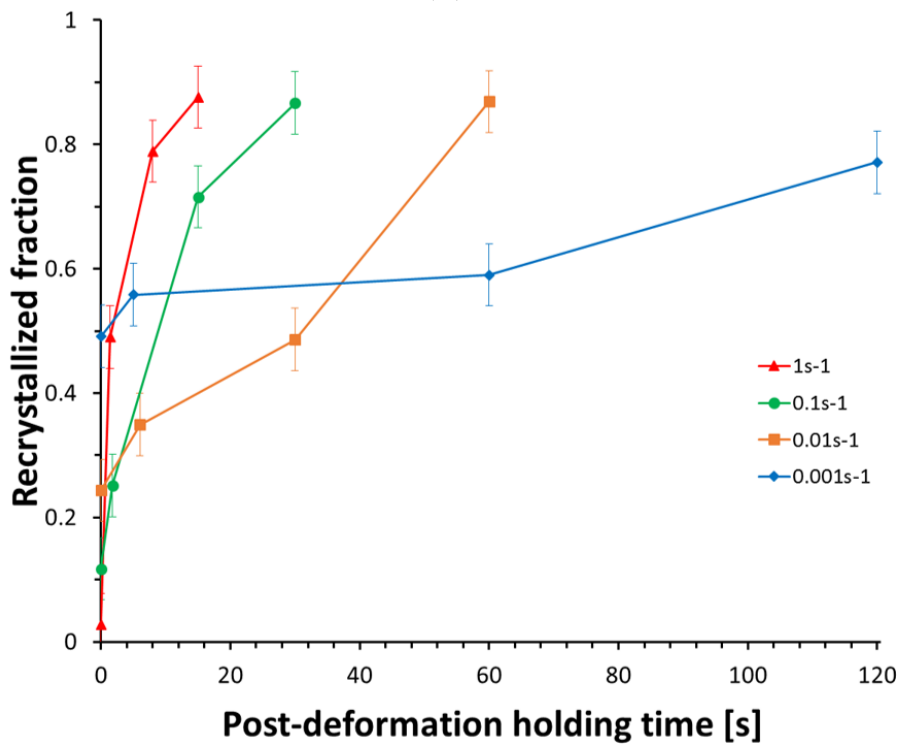


Figure 4.5 – Cartographies du KAM des échantillons déformés jusqu'à un niveau de déformation macroscopique $\varepsilon_{macro} = 0,7$ à $T = 980 \text{ }^\circ\text{C}$ et à a)-c) $\dot{\varepsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, d)-f) $\dot{\varepsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$, g)-i) $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ et j)-l) $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$. Les temps de maintien post-déformation Δt avant trempe sont indiqués sur chaque cartographie.



(a)



(b)

Figure 4.6 – Cinétiques de recristallisation post-dynamiques en fonction de la vitesse de déformation. a) Augmentation de la fraction recristallisée pour différents temps de maintien post-déformation avant trempe. b) Les mêmes données sont tracées en fonction du temps de maintien pour chaque vitesse de déformation appliquée au cours de la déformation préalable. Ces deux graphiques sont construits à partir des échantillons dont les cartographies du KAM sont présentées sur la **Figure 4.5**.

4.2.2 Force motrice pour la PDRX

Le **tableau 4.1** synthétise les valeurs moyennes de GAKAM des grains déformés (i.e. grains non-recristallisés) qui constituent en partie les microstructures des échantillons trempés directement après la déformation, et dont les cartographies du KAM ont déjà été présentées sur la **Figure 4.1**.

Vitesse de déformation [s^{-1}]	0,001	0,01	0,1	0,5	1
GAKAM moyen des grains déformés [$^{\circ}$]	0,83	0,96	1,42	1,06	1,01
Cart. du KAM correspondante sur la Figure 4.1	a	c	e	g	i

Tableau 4.1 – Valeur moyenne du GAKAM des grains déformés restant dans la microstructure des échantillons trempés directement après la déformation.

L'accélération de la cinétique PDRX lorsque la vitesse de déformation augmente dans la plage $[0,001;0,1]s^{-1}$ peut être attribuée à un effet couplé entre une possible augmentation de la température et un accroissement de l'énergie stockée qui booste la force motrice pour la recristallisation post-dynamique. D'une part, il a en effet été montré au chapitre 3 et mis en évidence à plusieurs reprises dans la littérature [42, 60, 64, 105, 115] que la hausse de la vitesse de déformation implique une augmentation de l'auto-échauffement. D'autre part, il est généralement admis que, pour une température et un niveau de déformation donnés, la densité de dislocations augmente lorsque la vitesse de déformation croît. C'est effectivement ce qui est observé pour des déformations exécutées à des vitesses comprises dans l'intervalle $[0,001;0,1]s^{-1}$. Pour ces conditions, les valeurs moyennes de GAKAM des grains déformés toujours présents dans la microstructure, reportées dans le **tableau 4.1** pour les échantillons trempés juste après déformation, augmentent avec la vitesse de déformation. Cependant, les résultats indiqués dans le **tableau 4.1** suggèrent que cette tendance n'est plus vraie lorsque la vitesse de déformation passe de $\dot{\epsilon} = 0,1 s^{-1}$ à $\dot{\epsilon} = 1 s^{-1}$.

Pour s'assurer que ces conclusions tirées du **tableau 4.1** ne sont pas biaisées par le fait que les grains recristallisés ont tendance à consommer en priorité les zones les plus écrouies, dans le **tableau 4.2**, les valeurs moyennes de GAKAM des grains déformés restants sont comparées pour des microstructures ayant des fractions recristallisées similaires. En considérant les résultats regroupés dans le **tableau 4.2**, les conclusions précédemment tirées à partir des données présentées dans le **tableau 4.1** sont confirmées : les valeurs de GAKAM, et donc les densités de dislocations dans les grains non-recristallisés, sont de plus en plus élevées quand la vitesse de déformation augmente dans la plage $[0,001;0,1]s^{-1}$ puis diminuent ensuite lorsque $\dot{\epsilon} > 0,1 s^{-1}$. Cette baisse du niveau d'écrouissage des grains déformés pour les hautes vitesses est très probablement reliée à l'auto-échauffement qui implique une augmentation significative de la température dans ces conditions. Par conséquent, l'accélération de la cinétique PDRX après une déformation à haute vitesse est plus probablement due à l'augmentation de la température qu'à une augmentation de la densité de dislocations.

Vitesse de déformation [s^{-1}]	0,01	0,1	1
Temps de maintien [s]	60	30	15
Fraction recristallisée	0,87	0,87	0,88
GAKAM moyen des grains déformés [$^{\circ}$]	0,50	0,60	0,45
Cart. du KAM correspondante sur la Figure 4.5	f	i	l

Tableau 4.2 – Comparaison des valeurs moyennes de GAKAM des grains déformés restant dans la microstructure sur des échantillons avec des fractions recristallisées similaires.

Il peut, de plus, être observé à partir des **Figures 4.5 et 4.6** pour $\dot{\epsilon} \geq 0,1 \text{ s}^{-1}$ que l'accélération de la cinétique PDRX est plus prononcée dans les premiers instants qui suivent la déformation. Ensuite pour des temps de maintien plus longs, la recristallisation post-dynamique ralentit. Un tel ralentissement de la cinétique PDRX observé pour $\dot{\epsilon} \geq 0,1 \text{ s}^{-1}$ est typique de la fin de la PDRX [43], lorsque la plupart des grains déformés ont été consommés et que la force motrice pour la recristallisation est ainsi réduite. Néanmoins, pour $\dot{\epsilon} \geq 0,1 \text{ s}^{-1}$, un tel ralentissement de la cinétique pourrait également être associé au fait que la température diminue comparé à celle atteinte en fin de déformation. Alors que la température de fin de déformation est plus élevée que la température de déformation nominale, elle diminue au cours du maintien post-déformation jusqu'à atteindre de nouveau cette température nominale.

4.2.3 Recristallisation statique (SRX) et métadynamique (MDRX)

Comme expliqué en introduction de ce manuscrit (chapitre 1), en régime post-dynamique, la recristallisation statique (SRX) et la recristallisation méta-dynamique (MDRX) peuvent contribuer à la PDRX. Contrairement à la MDRX, la SRX est classiquement caractérisée par un temps d'incubation avant de se développer dans la microstructure. En tenant compte de la **Figure 4.6b**, le plateau qui décrit le début de la cinétique PDRX pour $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ suggère fortement que la SRX est le principal mécanisme opérant pendant le régime post-dynamique. Cependant, lorsque $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$, l'interprétation de la cinétique PDRX n'est pas aussi évidente. Il est difficile d'affirmer qu'un des mécanismes pouvant contribuer à la PDRX (SRX ou MDRX) est dominant par rapport au second. Enfin, étant donné la cinétique PDRX extrêmement rapide obtenue à l'issue des déformations réalisées à $\dot{\epsilon} \geq 0,1 \text{ s}^{-1}$, il est très peu probable que la SRX telle qu'elle est définie se manifeste dans ces conditions de haute vitesse, et la PDRX semble contrôlée par la MDRX.

En accord avec les cinétiques PDRX pour $\dot{\epsilon} \geq 0,1 \text{ s}^{-1}$ montrées en **Figure 4.6b**, des grains MDRX (définition étendue) peuvent effectivement être identifiés qualitativement dans les microstructures correspondantes. Les grains A à F repérés sur les **Figures 4.1f et j** ont par exemple été identifiés comme étant des grains MDRX. Ces grains contiennent à la fois une zone écrouie (zone avec des valeurs de KAM plus élevées et hétérogènes) correspondant au grains DRX initial, et à la fois une zone non-écrouie (zone avec des valeurs plus faibles et homogènes de KAM) correspondant au volume balayé par le joint de grain au cours du régime post-dynamique. Il est précisé ici que la présence de ce type de grains dans la microstructure complique légèrement la séparation des grains DRX et PDRX pour les analyses quantitatives. En fonction de la proportion respective de la zone écrouie (mais aussi de son niveau d'écrouissage) et de la zone non-écrouie qui composent les grains MDRX, ces grains peuvent soit être classés comme grains DRX (grains A,B,C,D et F sur les **Figures 4.1f et j**), soit classés comme grains PDRX (grain E sur la **Figure 4.1j**). Il est souligné ici que des grains PDRX qui ne contiennent pas de zone écrouie (cohérent avec la définition des grains SRX) sont également présents dans les microstructures de la **Figure 4.1** (se référer aux flèches blanches pour les exemples). Il est important de rappeler ici qu'il n'est pas pertinent de simplement considérer que ces grains sont des grains SRX à cause du possible effet 2D pouvant provoquer certains artefacts. Comme expliqué et illustré en section 2.2 du chapitre 2, de tels grains pourraient aussi être des grains MDRX pour lesquels le germe/grain DRX initial est en dehors de la surface analysée en 2D.

4.3 Particules de phase δ

Dans ce chapitre, les essais de compression exploités ont été réalisés à la température nominale $T = 980^\circ\text{C}$. A cette température, des particules de phase δ sont présentes dans la microstructure avant le début de la déformation (voir la microstructure initiale caractérisée au chapitre 3). Ces particules vont ensuite évoluer et influencer les évolutions de microstructure pendant la mise en forme à chaud. L'évolution de ces particules dépend à la fois des conditions thermomécaniques de déformation qui sont appliquées, mais également de la fraction de phase δ d'équilibre qui est estimée aux alentours de 4% à partir des résultats obtenus par Beaubois et al. [116] sur une nuance de même teneur en niobium que celle utilisée pour ces travaux (5,4% de teneur massique en niobium).

4.3.1 Interactions possibles entre recristallisation et particules δ

Au cours de la déformation, l'accumulation de dislocations (empilement des dislocations) autour des particules de phase δ a été observée dans plusieurs études qui se sont intéressées à la mise en forme de l'Inconel 718 dans le domaine subsolvus δ [53, 117, 118]. Il a donc été mis en évidence que la présence de telles particules induit une modification locale du champ de déformation à l'échelle intragranulaire. Ceci est en accord avec le fait que la fraction de phase δ impacte directement l'allure de la courbe d'écoulement plastique, comme l'ont observé Wen et al. ainsi que Lin et al. [117, 119]. En conséquence d'une densité de dislocations plus importante aux alentours des particules δ , ces dernières peuvent ainsi stimuler la germination des grains DRX. Il s'agit du phénomène auquel on fait référence dans la littérature sous le nom de PSN pour « Particle Stimulated Nucleation » et qui a déjà été rapporté dans le cas de l'Inconel 718 [53, 118] (**Figure 4.7**). Il est tout de même important de noter que l'observation directe¹ de ce phénomène n'est pas toujours simple dans le cas de l'inconel 718. En effet, très souvent, les particules de phase δ se situent préférentiellement au niveau des joints de grains initiaux, c'est-à-dire là où la densité de dislocations est quoiqu'il arrive plus élevée au cours de la déformation, et donc, là où les grains recristallisés se forment. Dans les travaux cités précédemment [53, 118], la visualisation directe de la PSN a été facilitée en travaillant avec des microstructures initiales contenant des fractions de phase δ très élevées ($> 10\%$)². Dans ce cas, les particules δ ne sont plus uniquement intergranulaires mais elles sont également intragranulaires (voir **Figures 4.7a et b**). D'autre part, il est bien connu que les particules de seconde phase peuvent bloquer/freiner les joints de grains. Il s'agit du phénomène d'ancrage de Smith-Zener ayant été introduit au chapitre 1. Ce phénomène d'ancrage de Smith-Zener exercé par les particules de phase δ sur la croissance des grains DRX a effectivement déjà été évoqué dans la littérature dans le cas de l'Inconel 718 [30, 120].

Au vu de ces remarques préliminaires, il est indéniable que les particules de phase δ interagissent avec les phénomènes de recristallisation. L'évolution de ces particules est donc à prendre en considération et à mettre en relation avec les cinétiques DRX et PDRX précédemment rapportées.

1. C'est-à-dire la visualisation du fait que la PSN se traduit par l'apparition de grains recristallisés autour des particules. En revanche, l'effet de la PSN peut être estimé en déformant, dans des conditions similaires, des microstructures initiales qui contiennent des fractions de phase δ différentes.

2. Obtenues pour des temps de maintien longs (≥ 12 h) à 900°C .

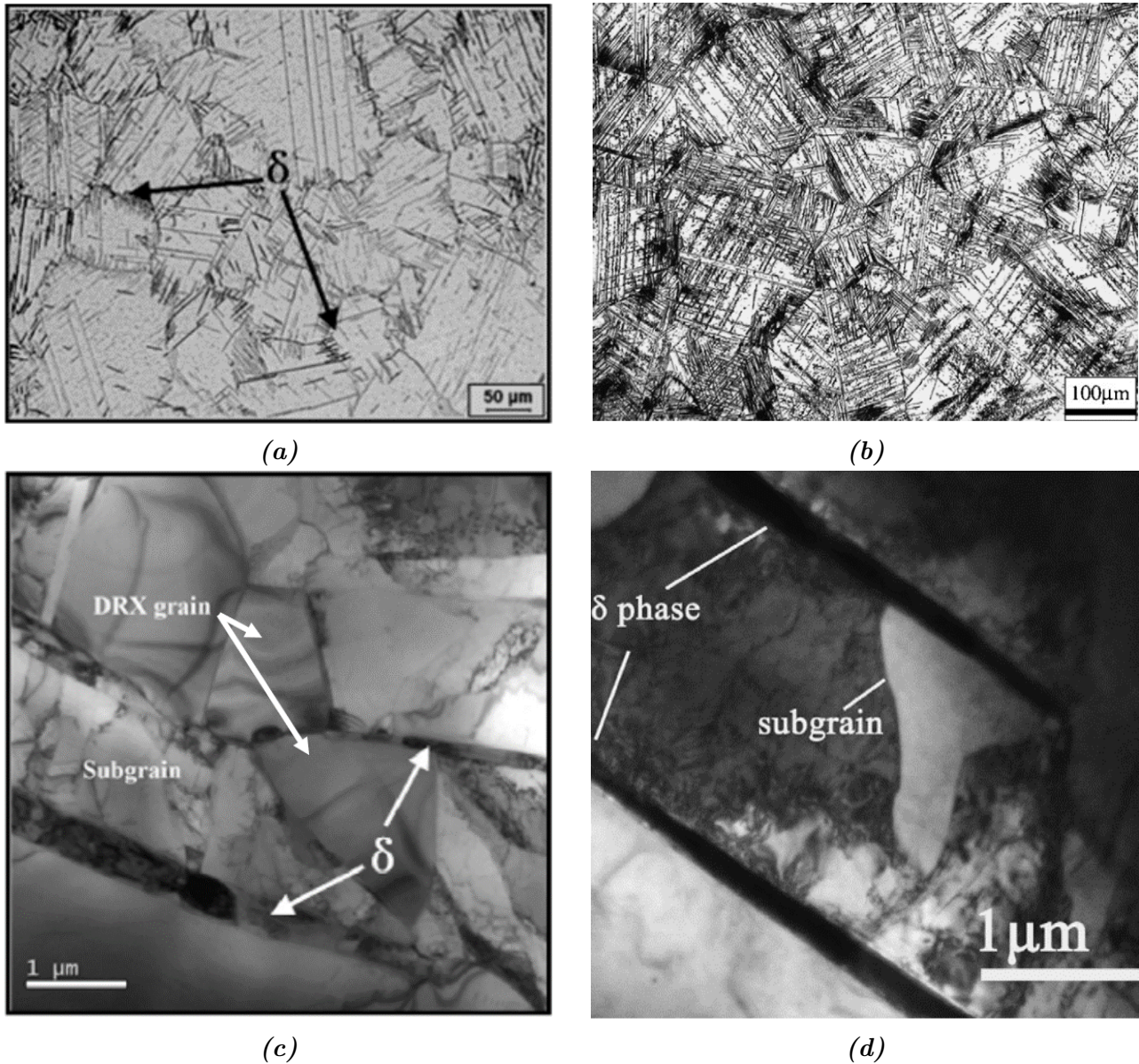


Figure 4.7 – Illustrations de la PSN par les particules δ dans l’Inconel 718. Ces micrographies sont tirées des travaux de a), c) Lin et al. [53] et b), d) Wang et al. [118]. Pour chacune de ces deux études, les microstructures initiales sont montrées en a) et en b), et la germination de grains recristallisés est illustrée à partir d’images obtenues en Microscopie Electronique à Transmission (MET) est illustrée en c) et d).

4.3.2 Évolutions de la phase δ en fonction de la vitesse de déformation

L'état de précipitation de la phase δ a été quantifié sur les échantillons trempés rapidement après leur déformation (ceux utilisés sur la **Figure 4.1** pour la détermination de la cinétique DRX). La **Figure 4.8** montre l'évolution de la fraction volumique de phase δ en fonction de la vitesse de déformation à laquelle ont été déformés les échantillons. Les fractions volumiques ainsi obtenues sont comparées à la fraction volumique mesurée sur l'état initial présenté en détails au chapitre 3. Chaque point représente la valeur moyenne de la fraction volumique obtenue à partir de dix images BSE similaires à celles présentées sur la **Figure 4.9**. Pour illustrer le graphique présenté sur la **Figure 4.8**, des images BSE acquises sur les échantillons trempés rapidement après déformation sont montrées pour la plus petite et la plus grande vitesse appliquée (**Figures 4.9a et 4.9b**). Celles-ci peuvent directement être comparées à celle de la microstructure initiale (**Figure 4.9c**).

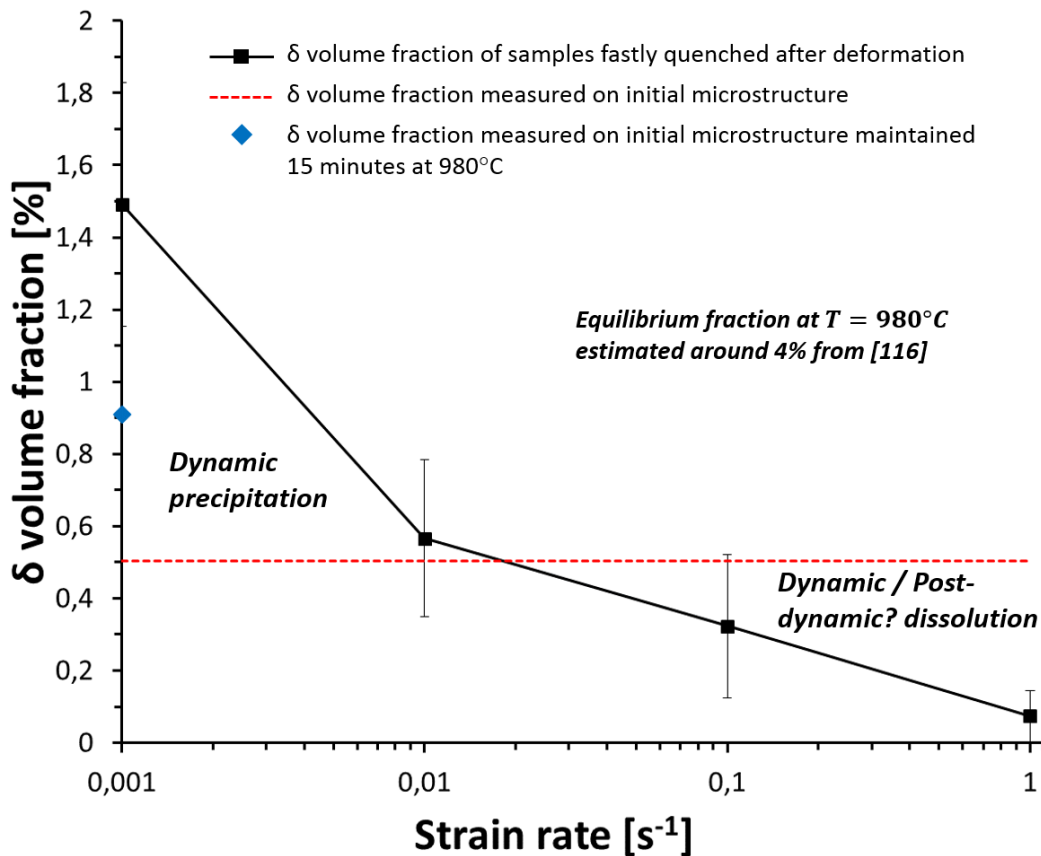


Figure 4.8 – Evolution de la fraction volumique de phase δ en fonction de la vitesse de déformation dans les échantillons utilisés pour la caractérisation de la cinétique DRX (i.e. les échantillons trempés rapidement après déformation). Chaque point sur ce graphe représente la fraction moyenne mesurée à partir de 10 images d'une surface de $9708 \mu m^2$ chacune, soit une surface totale analysée de plus de $97\,000 \mu m^2$. Les barres verticales sont utilisées pour rendre compte de la dispersion des mesures, elles représentent l'écart-type associé à chaque point. La ligne pointillée rouge correspond à la fraction volumique de phase δ mesurée sur la microstructure initiale. Le losange bleu correspond à la fraction volumique de phase δ mesurée sur l'état initial après un maintien de 15 minutes à $980^\circ C$ (c'est-à-dire légèrement plus long que le temps qui correspond à une déformation à $\dot{\epsilon} = 0,001 s^{-1}$).

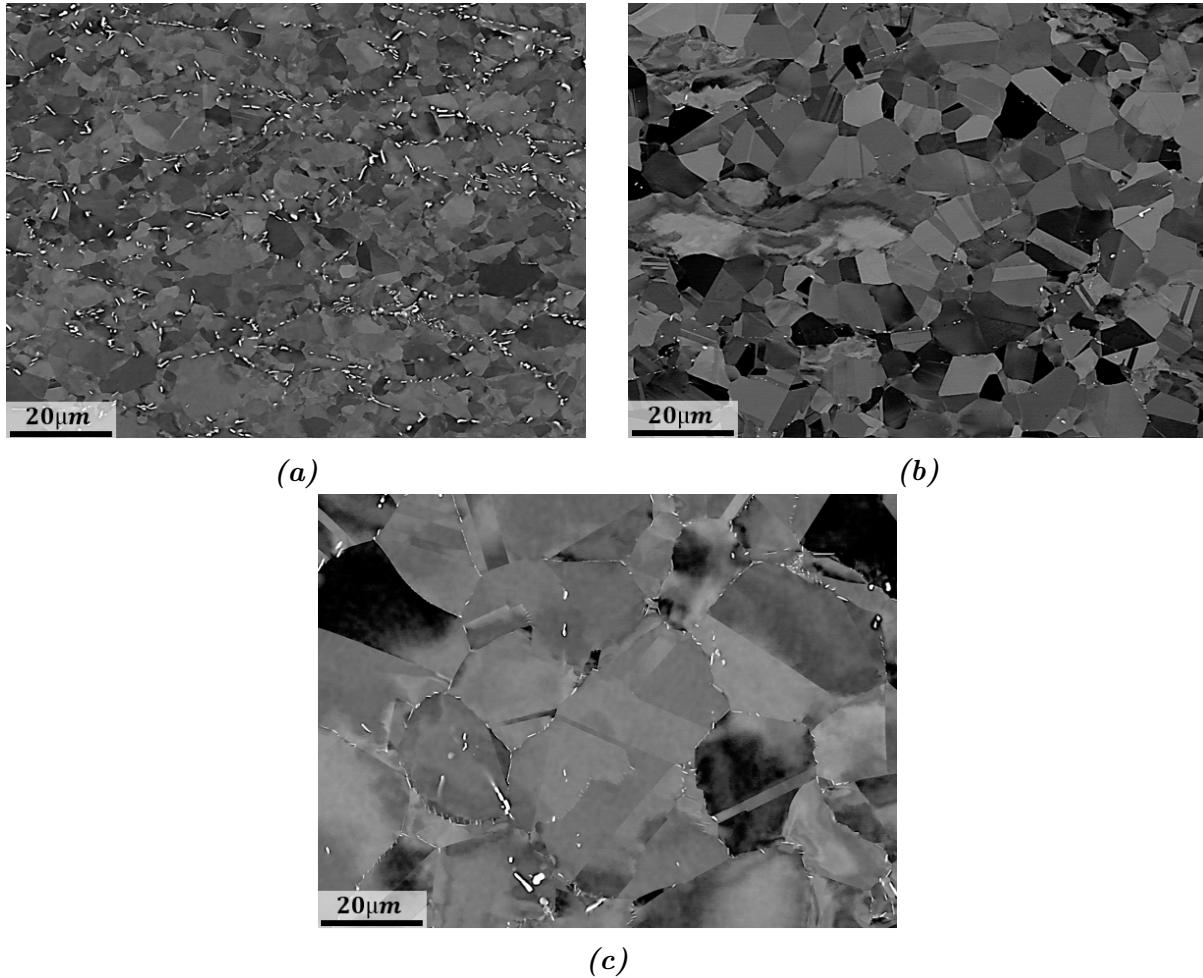


Figure 4.9 – Images BSE de a) l'échantillon déformé à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ et trempé directement après déformation, b) l'échantillon déformé à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ et trempé directement après déformation, c) l'état initial. Les particules de phase δ apparaissent plus claires.

Dans le cas présent où la fraction de phase δ initiale ($\approx 0,5\%$) est très inférieure à la fraction d'équilibre ($\approx 4,0\%$), l'évolution de la phase δ pendant la déformation est drastiquement différente en fonction de la vitesse de déformation appliquée. A faible vitesse de déformation (typiquement ici à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$), une précipitation dynamique significative de la phase δ est favorisée (la fraction volumique passe de $0,5\%$ à $1,5\%$), et les particules δ semblent être préférentiellement situées le long des joints de grains initiaux déformés (voir **Figures 4.8 et 4.9a**). Dans de telles conditions de faible vitesse, l'essai de compression peut être considéré comme isotherme. En effet, l'auto-échauffement simulé au centre de l'échantillon n'excède pas 10°C . Il s'agit bien d'une déformation dans le domaine subsolvus δ . Le long temps de déformation à 980°C associé à cette faible vitesse (plus de 11 minutes) permet la précipitation dynamique de la phase δ . En plus d'un temps de déformation suffisamment long favorable à la précipitation δ , l'augmentation de la densité de dislocations engendrée par la déformation peut potentiellement accélérer la cinétique de précipitation dynamique de la phase δ . En réalisant des traitements thermiques sur de l'Inconel 718 préalablement laminé à froid jusque différents taux de réduction, Liu et al. [121–123] ont effectivement montré que plus le taux de réduction est important, plus la phase δ atteint sa fraction d'équilibre rapidement pour une température de traitement thermique donnée. De la même façon, Mei et al. [124] ont également montré que l'augmentation du niveau d'écrouissage accélère la cinétique de précipitation δ , sauf si le taux de réduction à froid (i.e. la densité de dislocations) est trop élevé (70% dans leurs travaux). Dans ce dernier cas, la recristallisation statique intervient dès les premiers instants du traitement thermique,

et pour un même temps de maintien, la densité de dislocations est en fait plus faible que pour un taux de réduction inférieur pour lequel la recristallisation n'a pas opéré. Dans le cadre d'une déformation à faible vitesse ($\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$), l'accélération de la cinétique de précipitation dynamique δ devrait donc être particulièrement prononcée dans les premiers instants de la déformation lorsque la densité de dislocations moyenne n'a pas encore commencé à diminuer sous l'influence de la DRX. La raison pour laquelle l'écroissage accélère la précipitation de la phase δ est que les dislocations accélèrent la diffusion des éléments chimiques. Plus précisément, pour l'Inconel 718, il a été rapporté dans la littérature que les dislocations pouvaient accélérer la diffusion des atomes de niobium [125, 126] qui sont impliqués dans la formation de la phase δ . Par conséquent, la quantité de phase δ obtenue après une déformation à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ est plus élevée que celle qui résulte d'un traitement thermique statique de même durée à $980 \text{ }^\circ\text{C}$ sur l'état initial (voir la **Figure 4.8**).

Au contraire, à haute vitesse de déformation (ici typiquement à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$), une dissolution très rapide de la phase δ est constatée. Cette dissolution rapide des particules de phase δ observée après une déformation à haute vitesse implique une diffusion rapide des atomes de niobium des particules δ vers la matrice. L'augmentation de la température engendrée par l'auto-échauffement pourrait être responsable de cette diffusion rapide des atomes de niobium dans la matrice. La diffusion des éléments est décrite par la loi de Fick qui est caractérisée par son coefficient de diffusion D . À l'état solide, D s'exprime par une loi de type Arrhénius (**équation 4.2**) traduisant le fait que l'augmentation de température favorise la diffusion (D augmente lorsque T augmente). Comme discuté plus tôt, un auto-échauffement significatif est associé à une déformation à vitesse élevée, et donc la température dans l'échantillon pendant et après la déformation est susceptible de dépasser la température de solvus δ . Celle-ci est estimée ici à $T_{solvus}^\delta \approx 1040 \text{ }^\circ\text{C}$ compte tenu de la teneur en niobium de la nuance utilisée et de l'**équation 1.1** introduite au chapitre 1. Si on s'en tient aux résultats fournis par les simulations Forge®, à l'issue d'une déformation jusque $\epsilon_{macro} = 0,7$ à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ et à température nominale $T = 980 \text{ }^\circ\text{C}$, la température atteinte en fin de déformation dans la zone analysée (au centre de l'échantillon) est prédite aux alentours de $1030 \text{ }^\circ\text{C}$, c'est-à-dire très proche de T_{solvus}^δ estimée. Il est donc certain que pour des conditions de déformation typiques du forgeage en presse à vis, on passe d'une déformation subsolvus δ en début de déformation à une déformation supersolvus δ en fin de déformation. C'est d'ailleurs déjà quasiment le cas ici pour l'essai réalisé à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$.

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.2)$$

avec :

D_0 : coefficient pré-exponentiel identifié comme la valeur du coefficient de diffusion D pour une température infinie

Q : énergie d'activation

Il a été montré précédemment que, pour les échantillons déformés à haute vitesse puis trempés très rapidement après la déformation, la fraction recristallisée identifiée provenait principalement des évolutions post-dynamiques. Il paraît donc pertinent de se poser la même question concernant les particules de phase δ identifiées sur ces mêmes échantillons. En d'autres termes, il est légitime de se demander si la dissolution de la phase δ se produit pendant ou après la déformation. Étant donné le très court temps de déformation associé aux hautes vitesses de déformation, il est probable que la dissolution des particules δ se produise principalement après la déformation. Quoi qu'il en soit, que la dissolution intervienne pendant ou après la déformation, le fait qu'il n'y ait que très peu de particules δ dans la microstructure en régime post-dynamique contribue très probablement au fait que la PDRX soit accélérée à l'issue d'une déformation à haute vitesse, l'ancrage de Smith-Zener s'estompant.

4.3.3 Pouvoir d’ancrage des particules δ

En régime de recristallisation post-dynamique

Pour évaluer le pouvoir d’ancrage des particules δ sur les joints des grains recristallisés mobiles au cours du régime post-dynamique, la pression d’ancrage P_A et la pression motrice P_E ont été estimées à la suite des déformations à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ et à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$. On note que la pression P_C due à la force de capillarité est négligée du fait de la présence d’énergie stockée dans la microstructure (régime de recristallisation). L’estimation de P_A a été réalisée de la manière la plus réaliste possible. Ainsi la pression d’ancrage de Smith-Zener classiquement utilisée (**équation 1.8**) n’a pas été considérée et l’expression P_A introduite par l’**équation 1.9** du chapitre 1 a été préférée de façon à prendre en compte la répartition hétérogène des particules de phase δ^3 (voir **Figure 4.9a**). Le fait que ces particules ont une forme très éloignée d’une forme sphérique (surtout pour les particules de la **Figure 4.9a**) a également été intégré pour l’estimation de P_A . Il peut de plus être constaté sur la **Figure 4.9a** que les particules δ préférentiellement situées le long des joints de grains initiaux sont généralement orientées de telles manières que leur axe principal est tangent aux joints de grains recristallisés. Comme le suggèrent les travaux de Nes et al. [50], une telle configuration (caractère non-sphérique des particules et axe principal des particules parallèle au joint de grains mobile) peut être prise en compte en corrigeant l’expression de P_a (voir l’**équation 4.3**) par un facteur multiplicateur k calculé en utilisant l’**équation 4.4**. En considérant la valeur moyenne du rapport entre la longueur la plus grande et la longueur la plus faible des particules δ (respectivement notées b et a), le coefficient k a été estimé pour les microstructures déformées à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ et à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ montrées sur les **Figures 4.9a et 4.9b**. Les valeurs $k \approx 1,3$ et $k \approx 1,0$ ont respectivement été identifiées.

$$P_A = k \frac{\Gamma f_v \overline{\phi_{eq}}}{4r^2} \quad (4.3)$$

$$k = \frac{1 + 2,14 \frac{b}{a}}{\pi \sqrt{\frac{b}{a}}} \quad (4.4)$$

La seule prise en compte de P_A n’est pas suffisante pour discuter objectivement du pouvoir d’ancrage des particules δ . Les valeurs de P_A ainsi estimées doivent être confrontées aux pressions motrices P_E dues à la différence d’énergie stockée entre les grains recristallisés et ceux déformés. P_E est proportionnelle à la différence de densité de dislocations $\Delta\rho$ entre les deux populations de grains précédemment mentionnés et a pu être estimée à partir de l’**équation 1.6** introduite au chapitre 1. En considérant \overline{GAKAM} la valeur moyenne du GAKAM des grains recristallisés d’une part et des grains déformés d’autre part, la densité de dislocations géométriquement nécessaires⁴ (GND pour « Geometry Necessary Dislocations ») ρ_{GND} de chacune de ces deux populations a pu être estimée via l’équation 4.5. Dans cette équation tirée des travaux de Calcagnotto et al. [76] qui relie l’angle de désorientation θ entre deux points distants de x à la densité ρ_{GND} , θ est assimilé au GAKAM moyen des grains (\overline{GAKAM}) comme déjà fait en pratique [127].

$$\rho_{GND} = \frac{K\theta}{bx} \quad (4.5)$$

3. Pour rappel, la prise en compte de la répartition des particules le long des joints de grains initiaux nécessite une modification de l’expression de la pression d’ancrage de Smith-Zener classiquement établie. La pression d’ancrage s’exprime alors en fonction de la taille de grains initiale ($\overline{\phi_{eq}}$ dans l’**équation 4.3**).

4. La densité de GNDs est nécessairement inférieure à la densité de dislocations totale puisque les dislocations statistiquement stockées n’y sont pas intégrées. Ces dernières ne sont en effet pas mesurables en EBSD puisque leur effet sur l’angle de désorientation se compense entre deux points de mesure successifs.

avec :

K : une constante fonction de la nature des structures de dislocations ($K = 1$ et $K = 2$ dans le cas de sous-joints de flexion et de sous-joints de torsion respectivement).

Pour les applications numériques du **tableau 4.3**, K a été pris égal à 2.

b : la norme du vecteur de Burgers ($b \approx 0,25$ nm dans le nickel).

x : pris égal à la moyenne des distances entre les points de mesure considérés pour le calcul du KAM (voir chapitre 2).

Les grandeurs P_A et P_E ainsi estimées pour les microstructures déformées à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ et à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ trempées rapidement sont reportées dans le **tableau 4.3**. Il est noté ici que les ordres de grandeur des pressions obtenues sont en accord avec ceux attendus [30, 35, 49]. Pour la microstructure déformée à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ puis trempée rapidement, bien que l'écroûissage des grains initiaux déformés soit le plus faible et que la fraction de phase δ soit la plus élevée, la pression d'ancrage est inférieure devant la pression motrice P_E elle-même sous-estimée (seules les GNDs sont prises en compte). L'ancrage des joints de grains par les particules δ est donc inefficace. Même s'ils sont très certainement ralentis lors du franchissement des particules, les joints de grains ne sont pas stoppés. Comme l'illustre la **Figure 4.10** montrant la microstructure déformée dans les mêmes conditions mais maintenue pendant un temps plus long (120 s) après déformation, de nombreuses particules ont effectivement été franchies par les joints des grains recristallisés. Pour $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$, la différence entre P_A et P_E est bien plus élevée. Il existe dans ce cas plus d'un facteur 100 entre P_E et P_A . Le pouvoir d'ancrage des particules δ est évidemment inexistant et le freinage du joint de grains au franchissement dû aux rares particules δ est négligeable. Il est ici confirmé que la dissolution rapide des particules de seconde phase δ à la suite d'une déformation à haute vitesse contribue au fait que la PDRX soit extrêmement rapide.

Vitesse de déformation [s^{-1}]	Image BSE corresp.	P_E [MPa]	P_A [MPa]
0,001	Figure 4.9a	17,0	1,3
1	Figure 4.9b	35,5	< 0,1

Tableau 4.3 – Bilan des forces qui agissent sur les grains recristallisés dans les microstructures trempées rapidement après déformation à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ et à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$. La pression motrice P_E et la pression d'ancrage P_A sont comparées. La pression P_C due à la force de capillarité est négligée en régime de recristallisation (i.e. en présence d'énergie stockée dans la microstructure).

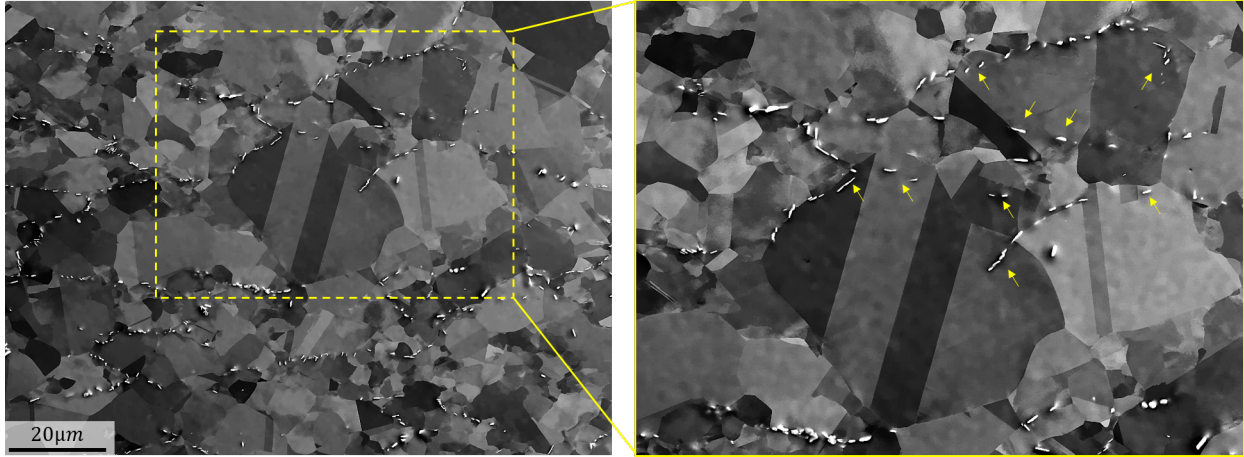


Figure 4.10 – Image d’électrons rétrodiffusés au centre de l’échantillon déformé à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ sur la MTS 250 et maintenu 120 s avant trempe à l’eau, dont la cartographie du KAM est présentée sur la **Figure 4.5c**. Les particules de phase δ indiquées par les flèches jaunes ont été franchies par le front de recristallisation.

En régime de croissance de grains sous l’effet des forces capillaires uniquement

Dans le même esprit que ce qui a été proposé précédemment, les intensités des forces s’appliquant sur les joints de grains recristallisés ont été estimées pour le régime de croissance de grains. Un tel régime est atteint lorsqu’il n’y a plus d’énergie stockée dans la microstructure, c’est-à-dire, lorsque les grains recristallisés ont consommé toute la matrice écrouie environnante. Dans ce régime, la migration des joints de grains est régie par deux forces ; la force de capillarité P_C et la force d’ancrage P_A . Pour le domaine des faibles vitesses de déformation (par exemple $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$), intégrer ce régime de croissance de grains aux évolutions post-dynamiques est discutable. Dans de telles conditions de déformation, on entre en régime croissance de grains pour des temps de maintien prolongés. Dans un contexte industriel de forgeage à basse vitesse (presse hydraulique), le régime de croissance de grains serait plutôt à considérer pour les traitements thermiques ultérieurs. Néanmoins, il est important de souligner que dans le cas où la vitesse de déformation est élevée (par exemple $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$), le régime de croissance de grains intervient très rapidement après la déformation. Dans un contexte de forgeage industriel en presse à vis, il est clair qu’au cours du refroidissement la microstructure des pièces forgées se trouve dans ce régime de croissance la majeure partie du temps.

Afin d’estimer le pouvoir d’ancrage des particules en régime de croissance de grains, les pressions P_C et P_A ont été calculées pour la microstructure déformée à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ puis maintenue en température 120 s avant trempe (**Figure 4.5c**) et pour celle déformée à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ puis maintenue en température 15 s avant trempe (**Figure 4.5l**). Même si pour ces microstructures toute l’énergie stockée n’a pas encore été consommée, une bonne partie de la microstructure est recristallisée ($> 80\%$ surfacique), ce qui permet déjà d’obtenir un ordre de grandeur de la taille des grains à considérer pour le calcul de P_C (voir l’équation 1.7 introduite au chapitre 1). Les valeurs de P_A et P_C pour ces deux microstructures sont reportées dans le **tableau 4.4**. L’ordre de grandeur obtenu pour les pressions P_C est en accord avec celui attendu [30, 35].

Vitesse de déformation [s ⁻¹]	Carto. KAM corresp.	P_A [MPa]	P_C [MPa]
0,001	Figure 4.5c	1,3	0,6
1	Figure 4.5l	< 0,1	0,7

Tableau 4.4 – Bilan des forces agissant sur les grains recristallisés lorsque l'énergie stockée a été consommée en bonne partie. Dans ce cas, la force motrice pour la migration des joints de grains est due à la capillarité. La pression capillaire P_C et la pression d'ancrage P_A sont comparées pour la microstructure déformée à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ puis maintenue en température 120 s avant trempe (**Figure 4.5c**) et pour celle déformée à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ puis maintenue en température 15 s avant trempe (**Figure 4.5l**). Pour le calcul de P_C , l'énergie de joint de grains Γ a été prise égale à $0,8 \text{ J m}^{-2}$ (valeur identifiée dans le nickel pur à $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ par Prokoshkina et al. [128]) et la courbure κ est calculée à partir du diamètre moyen $\overline{\phi_{eqREX}}$ des grains recristallisés ($\kappa = \frac{4}{\overline{\phi_{eqREX}}}$).

Dans le cas $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, en régime de croissance de grains, les résultats du **tableau 4.4** montrent que l'ancrage des particules δ est efficace puisque $P_A > P_C$. Une fois que l'énergie stockée dans la microstructure a été consommée par la recristallisation, la croissance de grains sera donc limitée par la précipitation δ et la taille de grains n'évoluera plus (ou peu). En revanche, dans le cas $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$, la structure de précipitation δ ne permet pas un ancrage des joints de grains. En conséquence de la dissolution significative des particules δ induite par la déformation à une telle vitesse, la pression d'ancrage P_A n'est pas suffisante pour contrer la pression due à la force de capillarité P_C , bien que celle-ci soit peu élevée.

4.4 Évolutions microstructurales pour des vitesses plus représentatives du forgeage en presse à vis

4.4.1 Essais Gleeble 3800 jusque $\dot{\epsilon} = 50 \text{ s}^{-1}$

Jusqu'à présent dans ce chapitre, la sensibilité des évolutions microstructurales à la vitesse de déformation est principalement établie dans le domaine de vitesse du forgeage en presse hydraulique ($\dot{\epsilon} \in [0,001; 1] \text{ s}^{-1}$). Les résultats présentés précédemment ne couvrent donc que très partiellement les vitesses de déformation atteintes lors du forgeage en presse à vis (typiquement $\dot{\epsilon} \in [1; 100] \text{ s}^{-1}$). Afin de mieux couvrir le domaine des vitesses atteintes lors du forgeage en presse à vis, des essais de compression ont été réalisés sur la Gleeble 3800 dans les mêmes conditions que ceux dont les résultats sont présentés en section 4.1 à l'exception de la vitesse de déformation qui a pu être élevée jusque $\dot{\epsilon} = 50 \text{ s}^{-1}$. Le domaine $\dot{\epsilon} \in [0,001; 1] \text{ s}^{-1}$ exploré avec la machine MTS 250 a été inclus dans le plan d'expérience sur la machine Gleeble 3800 afin d'évaluer l'éventuel impact du chauffage par effet Joule.

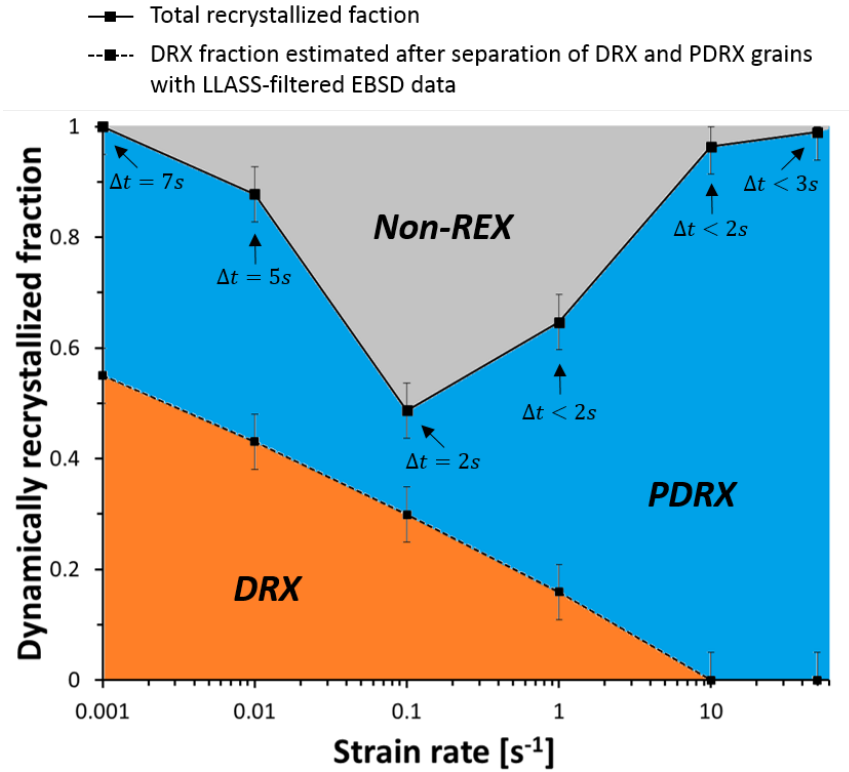


Figure 4.11 – Estimation de la fraction d’aire correspondant aux grains DRX identifiés après séparation des grains DRX et PDRX sur base des données EBSD filtrées. Les échantillons utilisés pour l’estimation de la fraction DRX ont été trempés aussi rapidement que possible après une déformation sur Gleeble 3800 jusque $\varepsilon_{macro} = 0,7$, à $T = 980\text{ }^{\circ}\text{C}$ et pour $\dot{\varepsilon} \in [0,001; 50]\text{s}^{-1}$. Le délai de trempe Δt mesuré pour chaque échantillon est précisé sur le graphique. Les microstructures au centre des échantillons déformés à $\dot{\varepsilon} = 10\text{ s}^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 50\text{ s}^{-1}$ sont respectivement présentées sur les **Figures 4.12a, b et c, d**.

L’évolution de la fraction DRX en fonction de la vitesse de déformation sur la plage de vitesse $\dot{\varepsilon} \in [0,001; 50]\text{s}^{-1}$ obtenue à partir d’essais sur Gleeble 3800 est présentée sur la **Figure 4.11**. Ce graphe est construit de manière analogue à ce qui a été fait pour la **Figure 4.2**, les grains DRX et PDRX ont été séparés sur base de données EBSD filtrées ayant été acquises au centre des échantillons trempés rapidement après la déformation. De cette façon, les contributions respectives de la DRX et de la PDRX sur la fraction recristallisée totale sont donc visualisées en fonction de la vitesse de déformation pour les délais de trempe les plus courts. Pour chaque vitesse les délais de trempe mesurés à partir du suivi de la température sont indiqués sur le graphe.

Comme le montrent les **Figures 4.11 et 4.12**, les conclusions relatives à l’influence de la vitesse de déformation sur les évolutions microstructurales précédemment établies pour la gamme de vitesse $\dot{\varepsilon} \in [0,001; 1]\text{s}^{-1}$ sont également vérifiées pour des vitesses plus élevées et représentatives du forgeage en presse à vis. D’une part, la dépendance à la vitesse de déformation des cinétiques DRX et PDRX est similaire à celle rapportée dans les sections 4.1 et 4.2. La fraction DRX diminue de manière monotone lorsque la vitesse de déformation s’élève, et l’augmentation de la fraction recristallisée totale au-delà de $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$ sur les échantillons trempés rapidement après la déformation est due à une cinétique PDRX très rapide aux hautes vitesses (**Figure 4.11**). On note que la DRX est ici inhibée pour $\dot{\varepsilon} > 1\text{ s}^{-1}$. Pour de telles conditions, la microstructure recristallise totalement en régime post-dynamique (voir **Figures 4.12a et 4.12c**). D’autre part, il est également vérifié que pour les plus hautes vitesses de déformation la fraction de phase δ devient extrêmement faible voire négligeable (voir **Figures**

4.12b et 4.12d) en raison d'une augmentation de la température de plus en plus importante avec la vitesse de déformation.

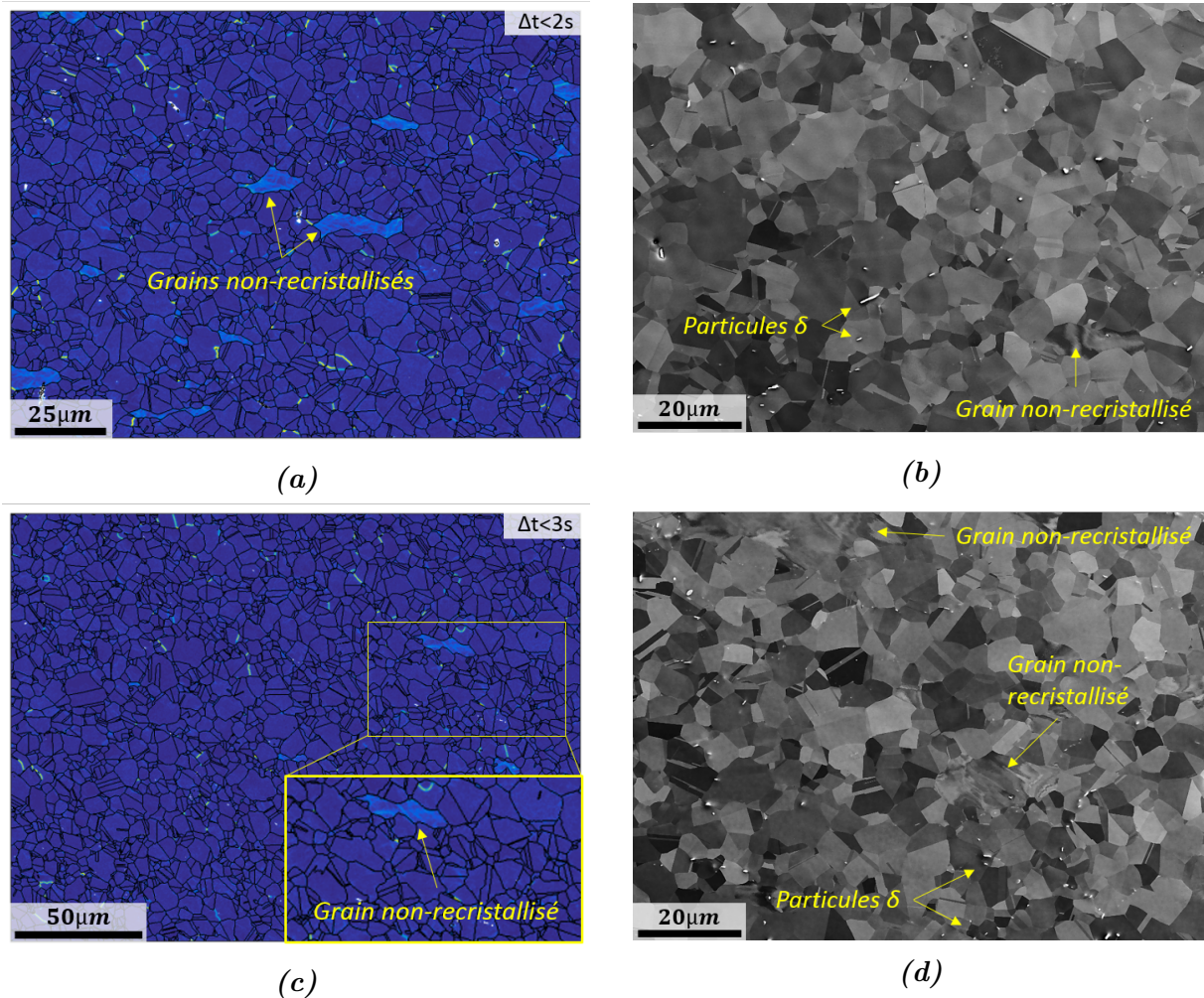


Figure 4.12 – Microstructures au centre des échantillons déformés sur une Gleeble 3800 à une température nominale $T = 980\text{ °C}$ jusque $\varepsilon_{macro} = 0,7$ et à a) et b) $\dot{\varepsilon} = 10\text{ s}^{-1}$, c) et d) $\dot{\varepsilon} = 50\text{ s}^{-1}$, et trempés rapidement après déformation (les délais de trempé mesurés sont indiqués). Les cartographies du KAM sont présentées en a) et c) (attention les échelles sont différentes) et des images d'électrons rétrodiffusés sont présentées en b) et d) pour l'identification des particules de phase δ .

Les essais de compression sur Gleeble 3800 n'ont pas été menés uniquement dans le domaine de vitesse ne pouvant pas être atteint à partir des essais sur la MTS 250. L'intégralité du domaine de vitesse $[0,001; 50]\text{ s}^{-1}$ a été balayé, ce qui permet de couvrir à la fois les vitesses atteintes en forgeage en presse hydraulique et à la fois celles atteintes en forgeage en presse à vis. Il existe donc une plage de vitesse de recouvrement entre les essais réalisés sur MTS 250 et ceux réalisés sur Gleeble 3800. Il s'agit de la plage $\dot{\varepsilon} \in [0,001; 1]\text{ s}^{-1}$. Bien que les précautions aient été prises pour que les essais soient réalisés dans les conditions les plus proches (mêmes chemins thermomécaniques, même lubrification aux interfaces outils - échantillons, délais de trempé comparables, ...), la comparaison des fractions DRX et PDRX mesurées sur les échantillons trempés rapidement pour les vitesses de déformation inférieures ou égales à 1 s^{-1} (voir les **Figures 4.2 et 4.11**) fait ressortir des différences non négligeables entre les échantillons déformés sur la MTS 250 et ceux déformés sur la Gleeble 3800. A conditions de déformation identiques, les fractions DRX et PDRX (et donc la fraction recristallisée totale) sont plus élevées pour les échantillons déformés sur la Gleeble 3800 que pour ceux déformés sur

la MTS 250. La **Figure 4.13** l'illustre pour le cas particulier où $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ et pour des délais de trempe mesurés qui sont équivalents. Sur cet exemple, la précipitation δ diffère également entre les deux échantillons. Pour l'échantillon déformé sur la MTS 250, la fraction volumique de phase δ est plus élevée ($f_\delta \approx 0,6\%$ contre $f_\delta \approx 0,3\%$ pour l'échantillon déformé sur la Gleeble 3800), et ces précipités sont principalement situés le long des joints de grains initiaux.

Même si par rapport à l'effet de la vitesse de déformation les tendances obtenues sont identiques pour des essais menés sur les deux dispositifs, les éléments présentés dans cette section suggèrent fortement que le mode de chauffage a une influence non négligeable sur les évolutions microstructurales. C'est en effet la seule différence majeure identifiée entre les essais réalisés sur Gleeble 3800 et ceux réalisés sur MTS 250 (voir la section 3.2.2 du chapitre 3), et cette hypothèse est supportée par plusieurs travaux de la littérature ayant montré que le passage d'un courant électrique dans un échantillon n'était pas sans effet sur les transformations à l'état solide [93–97]. L'influence du chauffage par effet Joule sur les évolutions de microstructure n'est pas investigué ici plus en détails, l'intégralité du chapitre 5 est dédié à cela. Dans le chapitre 5, le fait que l'effet Joule soit responsable des différences observées sera définitivement validé. Son impact sur les phénomènes de recristallisation en général ainsi que sur les phénomènes de précipitation sera mis en évidence et discuté.

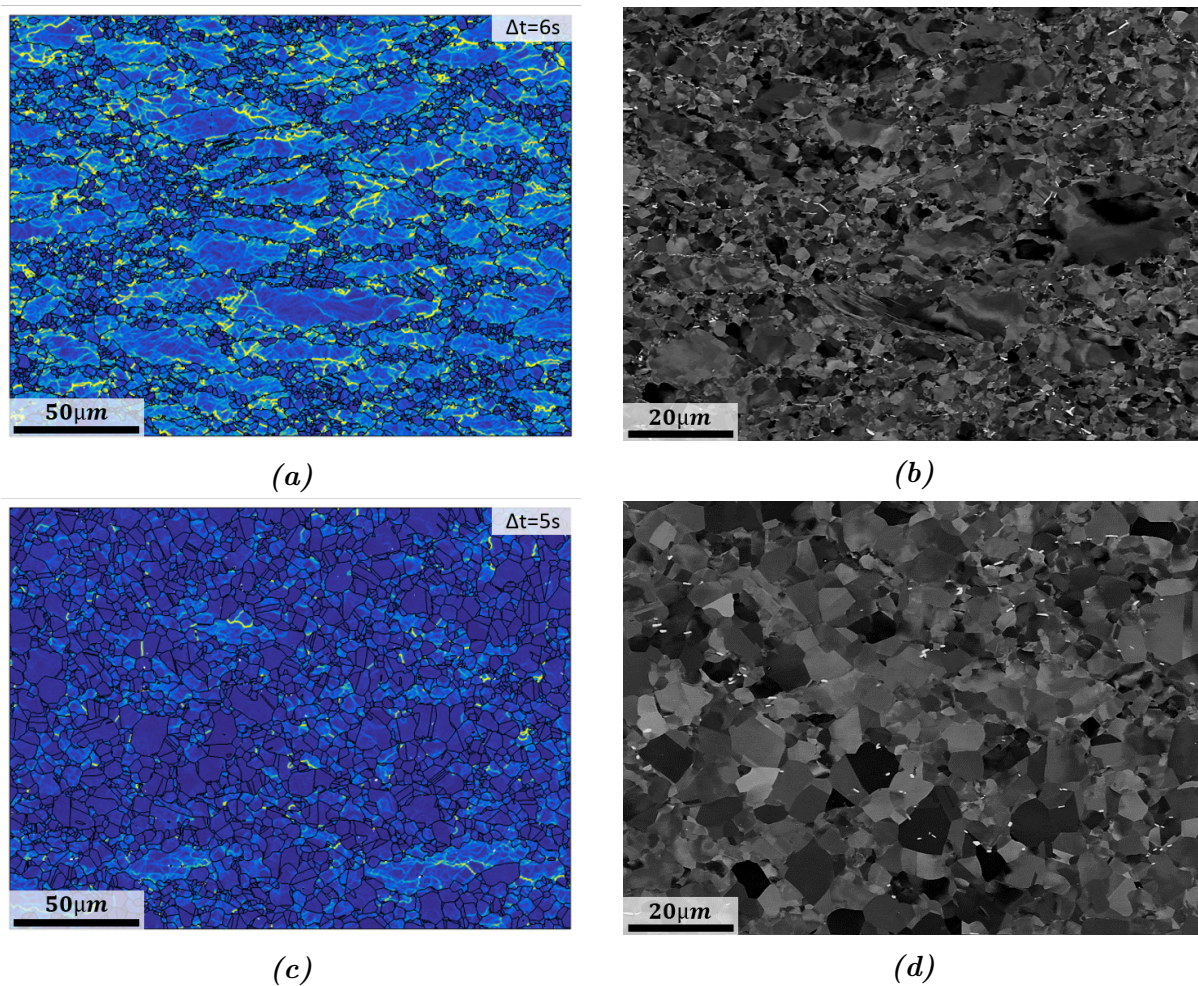


Figure 4.13 – Microstructures au centre d'échantillons déformés dans les mêmes conditions thermomécaniques ($T = 980 \text{ °C}$, $\epsilon_{macro} = 0,7$, $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$) a), b) sur la MTS 250, et c), d) sur la Gleeble 3800. Les figures a) et c) représentent les cartographies du KAM et les figures b) et d) sont des images d'électrons retro-diffusés. Les délais de trempe mesurés sur chacun des deux échantillons sont précisés sur les cartographies du KAM.

4.4.2 Microstructures industrielles

Compte tenu des résultats établis précédemment pour l'influence de la vitesse de déformation sur les évolutions de microstructure, il est attendu que les microstructures issues du forgeage en presse à vis et celles issues du forgeage en presse hydraulique diffèrent principalement selon les deux caractéristiques suivantes :

- **L'écrouissage résiduel.** La DRX étant inhibée pour les vitesses de déformation élevées, il est attendu que les microstructures obtenues par forgeage en presse à vis contiennent principalement des grains PDRX. Au contraire, il est attendu que les microstructures obtenues par forgeage en presse hydraulique contiennent une proportion de grains DRX assez élevée au vu des vitesses de déformation relativement faibles qui sont imposées par ce mode de forgeage. En d'autres termes, l'écrouissage résiduel de forgeage $\rho_{rés}$ (et donc les désorientations intragranulaires) devrait être supérieur pour les microstructures forgées en presse hydraulique par rapport à celles forgées en presse à vis, les grains DRX étant caractérisés par des densités de dislocations plus élevées que les grains PDRX.
- **La fraction de phase δ .** La fraction de phase δ est attendue très faible pour les microstructures obtenues par forgeage en presse à vis. Les vitesses élevées imposées par ce type de forgeage engendre une augmentation significative de la température ce qui provoque la dissolution rapide des particules de phase δ initialement présentes dans la microstructure. Pour les faibles vitesses, les longs temps de déformation et l'augmentation de la densité de dislocations dans la microstructure favorisent la précipitation dynamique de la phase δ (lorsque sa fraction initiale est inférieure à la fraction d'équilibre à la température de déformation). Les microstructures forgées en presse hydraulique devraient donc contenir des fractions de phase δ plus élevées.

Des éprouvettes de traction et de fluage ont été prélevées dans différents endroits de quatre pièces industrielles différentes pour la caractérisation des propriétés mécaniques dont les résultats sont présentés en partie III. Parmi ces quatre pièces industrielles toutes forgées à une température nominale proche de 980 °C, trois ont été obtenues par forgeage en presse hydraulique (pièces B, C, et D) et une a été obtenue par forgeage en presse à vis (pièce A). L'ensemble de ces pièces a subi le même traitement de vieillissement directement après le forgeage (traitement DA présenté au **Chapitre 1**). Toutes ces informations ainsi que les symboles utilisés pour faire référence à chacune des pièces industrielles utilisées sont synthétisés dans le **tableau 4.5**. La même association entre symboles et pièces sera employée dans la partie III de ce manuscrit.





Symbole				
Référence de la pièce	A	B	C	D
Type de forgeage	Vis	Hydraulique	Hydraulique	Hydraulique
Température de forgeage	990 °C	990 °C	985 °C	985 °C
Traitement post-forgeage	DA	DA	DA	DA

Tableau 4.5 – Informations relatives aux quatre pièces industrielles utilisées pour le prélèvement des éprouvettes de traction et de fluage. Chaque pièce industrielle est repérée par un symbole qui sera utilisé pour la représentation des résultats.

Une partie des éprouvettes testées mécaniquement ont été analysées dans les têtes afin de remonter aux états initiaux des matières testées. Cela représente au total 31 microstructures différentes qui proviennent de différentes zones de ces quatre pièces industrielles. Il est, de cette façon, possible de mettre en relation les microstructures industrielles avec les résultats précédemment rapportés pour l'influence de la vitesse de déformation sur les microstructures

résultantes. Pour l'intégralité des microstructures initiales caractérisées dans les têtes d'éprouvettes, la fraction de phase δ ainsi que la valeur moyenne du KAM mesurées sont reportées sur le diagramme de la **Figure 4.14**. Sur ce diagramme, chaque microstructure est caractérisée par un couple $(\overline{KAM}, f_\delta)$ qui est repéré par le symbole correspondant à la pièce de prélèvement.

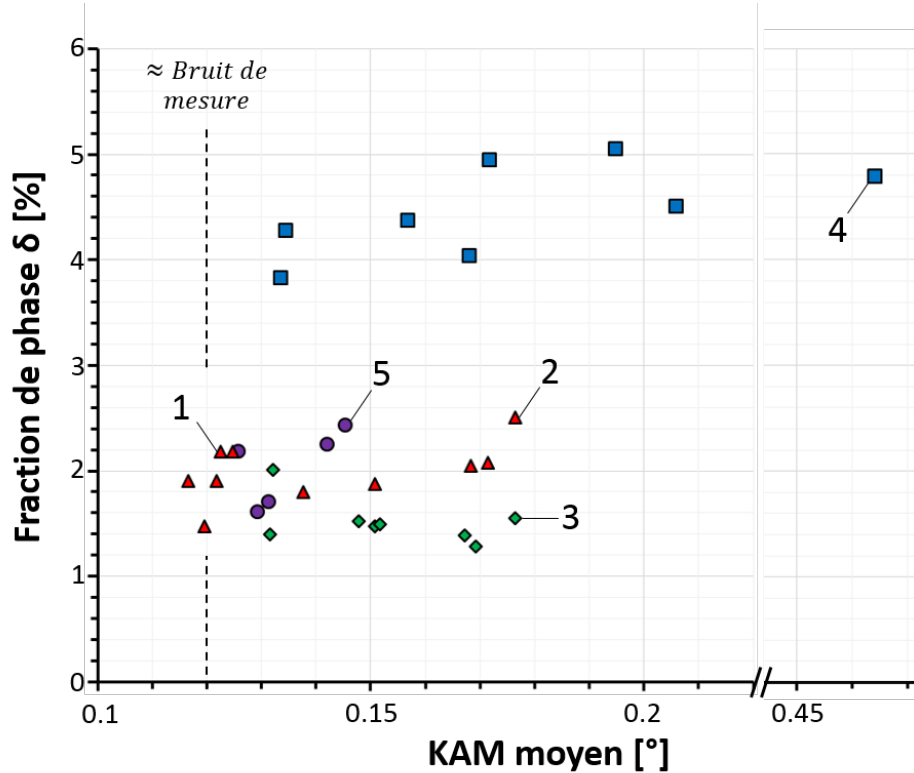


Figure 4.14 – Répartition des microstructures industrielles dans un diagramme représentant la fraction de phase δ en fonction du KAM moyen. Les points affichés sur ce graphe ont été obtenus après analyse des têtes de certaines éprouvettes ayant été prélevées en différents endroits des quatre pièces industrielles du **tableau 4.5** et qui ont servi à la caractérisation des propriétés mécaniques qui seront présentées en partie III. Il est rappelé ici que, pour les microstructures industrielles, les données EBSD ont été acquises avec un pas de $0,3\ \mu\text{m}$ en utilisant la méthode à résolution angulaire améliorée présentée en section 2.2 du chapitre 2 permettant de réduire le bruit de mesure aux alentours de $0,12^\circ$. Les microstructures repérées par les chiffres 1 à 5 sont illustrées sur la **Figure 4.15**.

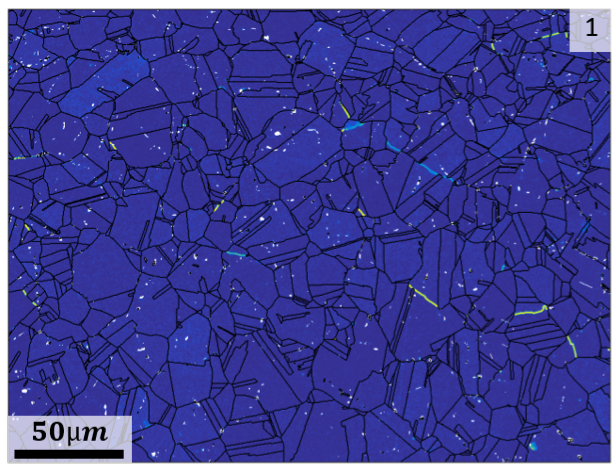
En considérant la répartition des microstructures caractérisées dans le diagramme de la **Figure 4.14**, un premier constat très général peut être fait concernant l'influence du type de forgeage sur les microstructures obtenues. Comme attendu, les microstructures de la pièce A (forgée en presse à vis) ont plutôt tendance à se positionner dans la partie inférieure gauche du diagramme (écrouissage résiduel et fraction de phase δ faibles) alors que les microstructures des pièces B à D (forgées en presse hydraulique) s'étalent un peu plus vers la partie supérieure droite du diagramme (écrouissage résiduel et fraction de phase δ plus élevés). En moyenne, pour une microstructure résultant d'un forgeage en presse à vis un KAM moyen d'environ $0,14^\circ$ et une fraction de phase δ de l'ordre de $2,0\%$ sont relevés contre $0,17^\circ$ et $2,8\%$ respectivement pour une microstructure provenant d'un forgeage conventionnel. Évidemment, ce premier constat est très simpliste et vise uniquement à donner une vue d'ensemble de la répartition des microstructures en fonction du mode de forgeage. Une analyse plus fine est requise étant donné qu'il existe une dispersion assez importante des microstructures entre les matières obtenues par forgeage

en presse hydraulique (B, C, et D) mais également au sein des matières prélevées sur chacune des pièces. A l'exception de la matière prélevée sur la pièce D, pour une matière donnée, cette dispersion semble plus prononcée pour l'écroissage résiduel (variant comme la valeur moyenne de KAM) que pour la fraction volumique de phase δ . Cependant, cette tendance est à relativiser au vu des échelles respectivement utilisées pour les deux grandeurs représentées sur le diagramme de la **Figure 4.14**. Pour des prélèvements sur une même pièce, l'étendue des valeurs de fraction volumique de phase δ mesurées est de l'ordre de 1% et celle du KAM moyen est inférieur à $0,1^\circ$ excepté pour la matière prélevée sur B qui a un point pour lequel le KAM moyen est très élevé (comparé à tous les autres).

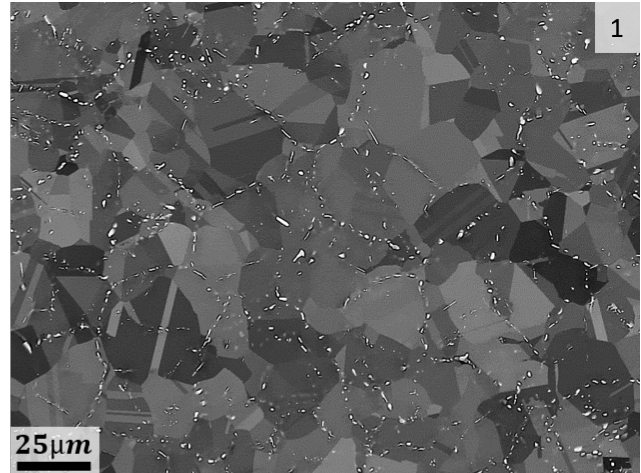
Pour mieux comprendre l'origine de la dispersion des microstructures entre les pièces mais également au sein des pièces, plusieurs éléments doivent être pris en compte. Il est effectivement important de garder en tête que, d'une part, les éprouvettes ont été prélevées dans des pièces de différentes références (donc de géométries différentes). Les conditions de mise en forme entre chacune des pièces utilisées sont donc nécessairement différentes, que ce soit entre la pièce A et les pièces forgées en presse hydraulique mais également entre les pièces B, C, et D. D'autre part, le prélèvement d'un nombre suffisant d'éprouvettes sur une pièce donnée implique de prélever la matière sur des zones assez étendues. L'historique thermomécanique subi par des éprouvettes extraites à différents endroits de la zone de prélèvement peut donc être très variable en fonction de la taille de la zone de prélèvement et de la complexité géométrique du brut de forge. Il faut également rappeler que la microstructure le long du rayon des lopins (morceaux de billette) utilisés pour le forgeage des pièces industrielles est hétérogène (voir la section 3.1 du chapitre 3). Par conséquent, la microstructure initiale peut elle aussi être très variable en fonction des zones d'une pièce, ce qui n'est pas sans conséquence pour les évolutions microstructurales. Ainsi, pour les raisons évoquées précédemment, il existe une certaine complexité pour comparer les microstructures prélevées dans les quatre pièces à disposition pour cette étude et pour faire le lien avec les résultats des essais thermomécaniques de laboratoire obtenus dans des conditions « idéales » (même température nominale, mêmes niveaux de déformation, vitesse de déformation homogène dans les zones analysées,...). En comparant les microstructures de la **Figure 4.14**, on ne caractérise pas uniquement l'impact de la vitesse de déformation sur les microstructures produites, mais l'impact d'un ensemble de paramètres dont la vitesse de déformation fait partie. Cette complexité est inévitable mais n'empêche en rien de discuter certains de ces résultats issus de l'analyse des microstructures dans les têtes d'éprouvettes prélevées, ni de souligner certaines tendances. Cela permet de plus de pouvoir proposer une vue d'ensemble sur l'impact du type de forgeage à l'échelle des pièces industrielles, c'est-à-dire, pour des historiques thermomécaniques complexes et très variés.

En accord avec les résultats présentés dans les sections 4.1, 4.2 et 4.4.1, l'écroissage résiduel est faible pour une bonne partie (plus de la moitié) des microstructures caractérisées dans les têtes d'éprouvettes prélevées dans la pièce forgée en presse à vis (pièce A). Comme l'illustre par exemple la microstructure de la **Figure 4.15a**, le point repéré 1 sur la **Figure 4.14** est entièrement composé de grains PDRX. Il est par ailleurs intéressant de noter que la répartition des particules de phase δ dans cette microstructure (**Figure 4.15b**) suggère que la force motrice pour la PDRX a probablement été très élevée. Les particules δ situées aux joints de grains initiaux ont été franchies par les joints de grains PDRX, indiquant que l'effet d'ancrage des joints de grains par ces particules était bien insuffisant pour s'opposer à la croissance des grains PDRX sous l'influence de la différence d'énergie stockée. Certaines éprouvettes de la pièce A ont cependant des niveaux d'écroissage résiduel plus élevés, comme c'est le cas par exemple pour le point 2 repéré sur la **Figure 4.14**. La microstructure associée à ce point présentée sur les **Figures 4.15c et d** contient une population significative de grains DRX (environ 50% surfaciques). L'existence d'une telle microstructure dans la pièce forgée en presse à vis montre

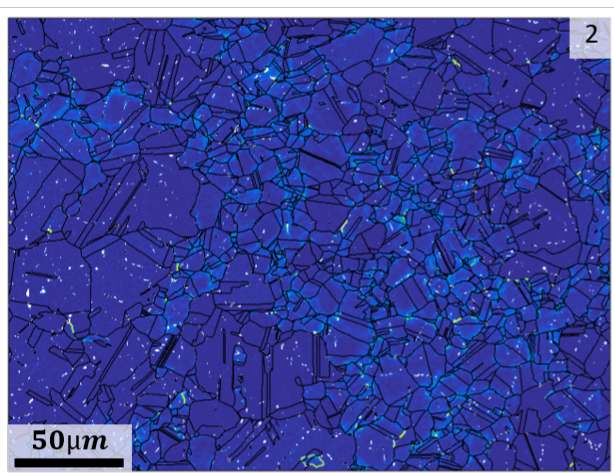
qu'il existe des zones dans cette pièce pour lesquelles les conditions thermomécaniques étaient favorables à l'initiation et au développement de la DRX, c'est-à-dire des zones où la vitesse de déformation n'a pas été trop élevée. Cela illustre bien à quel point l'historique thermomécanique subi par la matière peut être très différent selon les points d'une pièce industrielle.



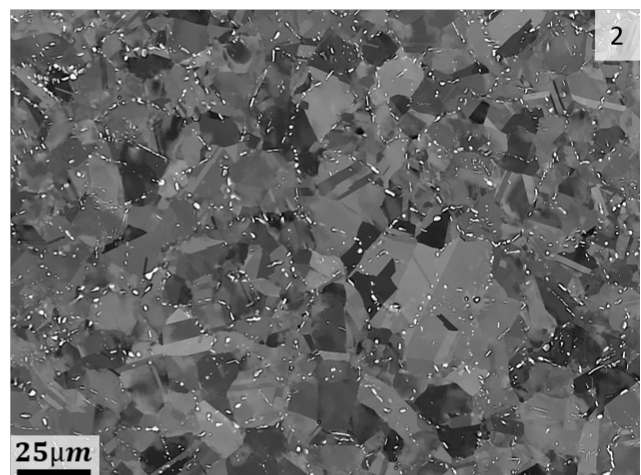
(a)



(b)



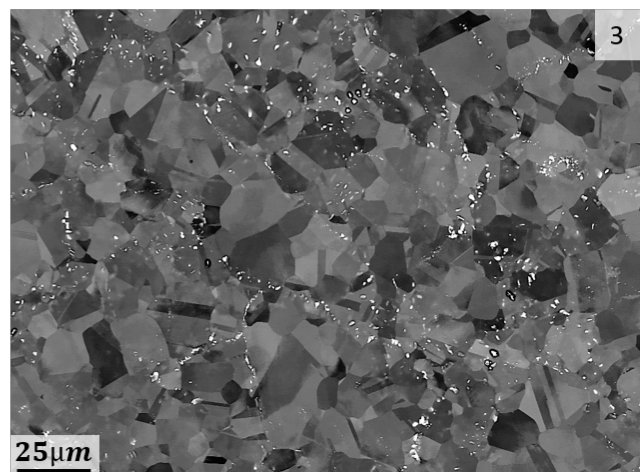
(c)



(d)



(e)



(f)

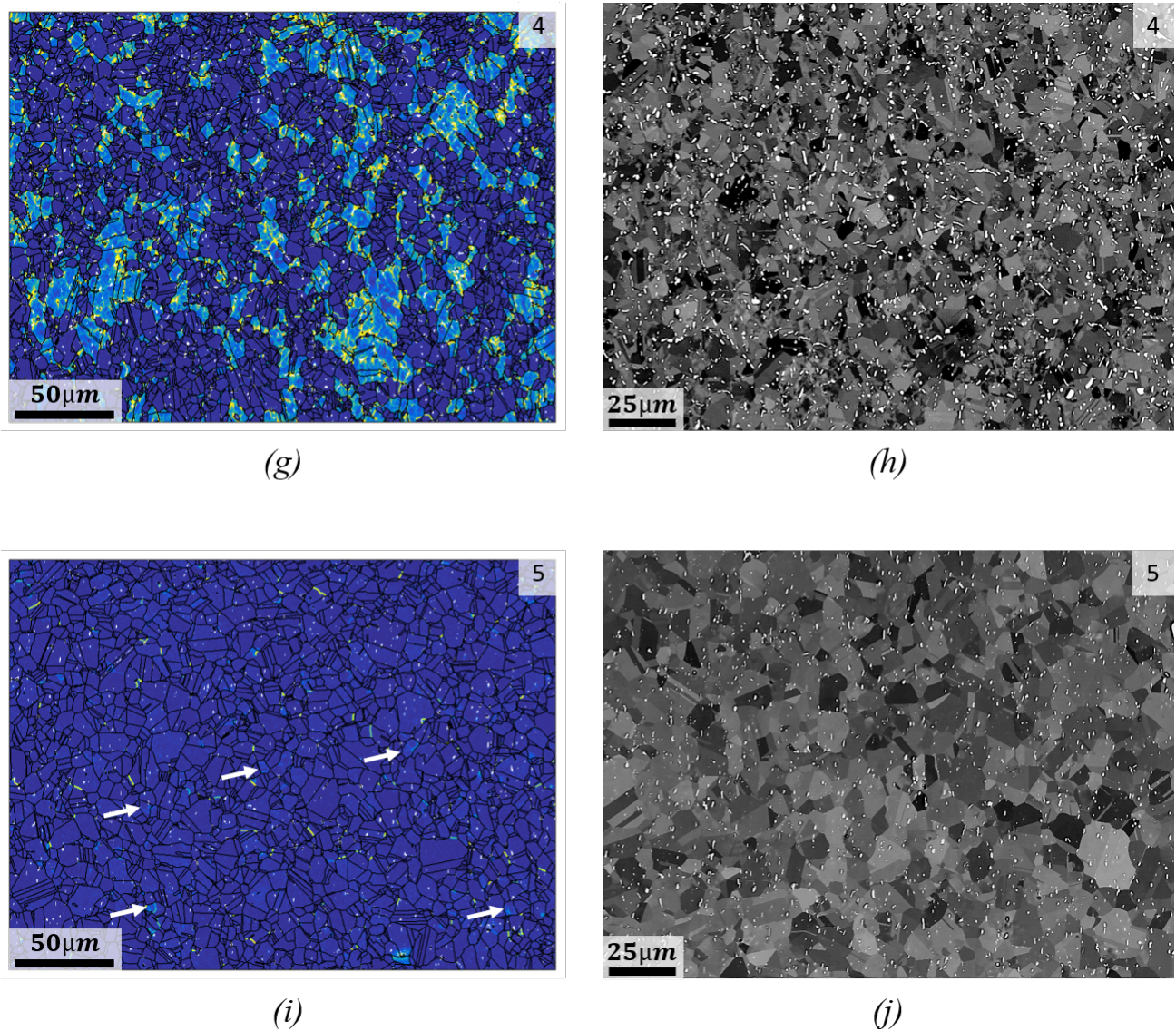


Figure 4.15 – Microstructures industrielles pour les prélèvements repérés par les chiffres 1 (a,b), 2 (c, d), 3 (e, f), 4 (g, h), et 5 (i, j) sur la **Figure 4.14**. Les cartographies du KAM sont affichées sur la colonne de gauche et les images d'électrons rétro-diffusés sur la colonne de droite. Sur chaque figure, le repère du point correspondant sur la **Figure 4.14** (1, 2, 3, 4 ou 5) est indiqué.

A l'exception du point repéré D sur la **Figure 4.14**, les microstructures prélevées sur les pièces forgées en presse hydraulique contiennent globalement un niveau d'écroutissage résiduel peu élevé (en tous cas pas beaucoup plus élevé que pour la pièce forgée en presse à vis). Le point repéré 4 sur la **Figure 4.14** pour lequel la valeur du KAM moyen est très élevée par rapport aux autres microstructures caractérisées correspond en fait à une zone pour laquelle une bonne partie de la microstructure n'a pas recristallisée (voir les **Figures 4.15g et h**). Il est même possible de trouver des zones dans les pièces forgées en presse hydraulique qui contiennent essentiellement des grains PDRX. C'est par exemple le cas de la microstructure repérée par la chiffre 5 sur la **Figure 4.14** qui contient effectivement une majorité de grains PDRX et uniquement quelques grains DRX dont une partie est repérée par des flèches blanches sur la **Figure 4.15i**. Plusieurs arguments peuvent être avancés pour justifier le fait que l'écroutissage résiduel des pièces forgées en presse hydraulique est relativement peu élevé (à l'exception de certaines éprouvettes) :

- Tout comme pour la pièce A forgée en presse à vis, les zones de prélèvement sont assez étendues (sauf pour D) et, comme cela a déjà été évoqué, l'historique thermomécanique subi par la matière prélevée sur une même pièce peut différer assez considérablement. Les conditions thermomécaniques peuvent ne pas être réunies pour permettre le déclenchement et le développement de la DRX, la vitesse de déformation pouvant être localement plus élevée, le niveau de déformation pouvant localement ne pas être suffisant, ou encore la température pouvant être trop faible.
- Il a été démontré à partir des essais thermomécaniques que pour les plus hautes vitesses atteintes lors du forgeage en presse hydraulique ($\dot{\varepsilon} \approx 0,1 \text{ s}^{-1}$) la DRX est limitée. De plus, pour une vitesse typique du forgeage conventionnel ($\dot{\varepsilon} \approx 0,01 \text{ s}^{-1}$), la fraction DRX obtenue n'est que d'environ 25% (**Figure 4.2**) bien que la déformation équivalente dans la zone analysée soit de $\bar{\varepsilon} \approx 1$. Un tel niveau de déformation est plutôt représentatif de ceux atteints dans les pièces industrielles au cours des étapes de forgeage conventionnel. De manière générale, on ne peut donc pas s'attendre à obtenir une grande proportion de grains DRX sur les pièces industrielles, même pour un forgeage en presse hydraulique.
- Même si la PDRX est de plus en plus lente lorsque la vitesse de déformation diminue, au vu des temps de refroidissement industriels, elle peut tout de même modifier considérablement la microstructure aux basses vitesses. En effet, comme illustré précédemment sur la **Figure 4.5f**, après une déformation à $\dot{\varepsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ (vitesse typique du forgeage en presse hydraulique), seulement 60 s suffisent pour que la PDRX envahisse presque complètement la microstructure au détriment des grains DRX et des grains non-recristallisés. On note par exemple que les prélèvements sur la pièce D ont tous été réalisés au cœur de la pièce, là où la vitesse de refroidissement est la plus faible dans la pièce, ce qui est cohérent avec le fait que cette matière ne contienne quasiment pas de grains DRX.

En accord avec les résultats précédents (section 4.3), la matière B contient effectivement une quantité de phase δ supérieure à celle mesurée dans les têtes d'éprouvettes prélevées sur la matière A. En revanche, les fractions de phase δ mesurées sur les deux autres matières forgées en presse hydraulique (C et D) se situent dans la même gamme que celles mesurées pour la matière A, aux alentours de 2%. Les différences de précipitation entre d'une part les matières C et D et d'autre part la matière B peut assez simplement s'expliquer par des différences d'historique thermomécanique. Cependant le fait que la fraction de phase δ soit aussi élevée pour la matière A est surprenant au vu de ce qui a été établi précédemment pour l'influence de la vitesse de déformation sur les évolutions de phase δ . Même si les chemins thermomécaniques subis par les éprouvettes prélevées sur A sont bien plus complexes que ceux infligés aux échantillons lors des essais thermomécaniques, plusieurs autres arguments peuvent justifier le fait que la fraction de phase δ mesurée sur la matière forgée en presse à vis soit si élevée :

- Le temps de maintien des lopins à la température de forgeage avant déformation est bien plus élevé que celui qui a été opéré pour les essais de compression effectués dans ces travaux. Industriellement le lopin est maintenu en température au moins 1 heure avant déformation, alors que, pour rappel, les échantillons qui ont été déformés dans cette étude ont été maintenus que 5 minutes avant déformation. Les fractions de phase δ initialement présentes dans les microstructures ne sont donc pas comparables. En considérant l'évolution de la fraction de phase δ en fonction du temps de maintien à 980 °C établie sur la **Figure 3.3** pour un échantillon prélevé à mi-rayon de billette, la fraction de phase δ sur un lopin maintenu au moins 1h peut être estimée aux alentours de $f_\delta \approx 1,5\%$ ⁵ ;

5. Valable dans la majeure partie de la billette à l'exception de sa périphérie. En effet, la quantité de phase δ obtenue à l'issue de ce maintien dépend également de la quantité de phase δ initiale, elle-même bien plus élevée dans les zones périphériques de la billette (voir la section 3.1.1 du chapitre 3). En se rapprochant de la périphérie de billette, la fraction de phase δ devrait être encore plus élevée puisqu'elle est comprise entre

c'est-à-dire bien plus élevée que sur l'état initial des échantillons déformés dans cette étude ($f_\delta \approx 0,5\%$). Puisque la fraction de phase δ initiale est plus élevée sur les lopins industriels, on pourrait s'attendre à ce que la fraction de phase δ après forgeage ne soit pas aussi faible que celle observée sur les échantillons déformés à 1 s^{-1} dans la section 4.3. Mais, une dissolution significative de ces particules étant attendue pour les hautes vitesses, la fraction de phase δ après forgeage en presse à vis devrait tout de même être inférieure à la fraction initiale attendue sur lopin ($\approx 1,5\%$ si on considère les zones de la billette éloignées de la périphérie). Ce n'est cependant pas ce que suggèrent les résultats affichés sur le diagramme de la **Figure 4.14** puisque les fractions de phase δ mesurées sont aux alentours de la fraction initiale attendue sur lopin, voire supérieures. On note, par exemple, que la fraction δ mesurée pour la microstructure de la pièce A repérée par le chiffre 2 sur cette figure est supérieure à celle attendue initialement sur le lopin puisqu'elle est d'environ $2,5\%$. Comme suggéré précédemment, cette microstructure a été prélevée dans une zone où la vitesse de déformation était relativement faible ($\approx 50\%$ surfacique de grains DRX). Une telle augmentation de la fraction de phase δ par rapport à la valeur initiale n'est donc pas étonnante puisque pour les faibles vitesses de déformation la phase δ précipite dynamiquement. Bien que cela suggère une vitesse de déformation élevée (et donc une augmentation sévère de la température), on note que les microstructures de la pièce A constituées intégralement de grains PDRX (repère 1 sur la **Figure 4.14**) possèdent des fractions de phase δ au moins aussi élevées que celle attendue sur lopin initial. L'argument d'une fraction initiale élevée pour justifier que ces microstructures contiennent une quantité significative de particules δ n'est donc pas suffisant puisqu'une dissolution au moins partielle de la phase δ est attendue aux hautes vitesses.

- Industriellement, le nombre d'étapes de forgeage est généralement plus élevé en presse à vis qu'en presse hydraulique. Cela permet de limiter considérablement l'augmentation de la température (et donc la dissolution des particules δ) dû à l'auto-échauffement de la matière sous l'effet des vitesses de déformation élevées. Afin de se rapprocher encore plus des conditions de forgeage en presse à vis, un échantillon a été déformé sur la MTS 250 en deux fois ($\varepsilon_{1\ macro} = 0,35$ et $\varepsilon_{2\ macro} = 0,35$) jusqu'au niveau de déformation final habituel $\varepsilon_{macro} = 0,7$ à $\dot{\varepsilon} = 1\text{ s}^{-1}$. Dans le but d'être au plus proche du procédé de forgeage industriel en presse à vis, le maintien entre les deux déformations a été fixé à 60s. Pour se rapprocher des vitesses de refroidissement industrielles à cœur de pièce, à la suite de la seconde déformation, l'échantillon a été maintenu en température pendant 60s avant d'être trempé. La microstructure au centre de l'échantillon ainsi obtenu est présentée sur la **Figure 4.16**. Sans grande surprise, la nature des grains recristallisés ne change pas, la microstructure est quasiment composée à 100% de grains PDRX, quelques grains non-recristallisés (grains initiaux ou grains ayant recristallisé au cours du maintien inter-passes) étant encore présents (voir les flèches blanches sur la **Figure 4.16a**). Il est noté ici que faire la déformation en deux passes au lieu d'une permet d'affiner la taille des grains PDRX composant la microstructure finale. En effet la taille des grains PDRX est pour cet échantillon d'environ $3,2\ \mu\text{m}$ alors qu'elle est aux alentours de $4,8\ \mu\text{m}$ pour la microstructure quasiment 100% PDRX obtenue après 15s de maintien à la suite d'une déformation dans les mêmes conditions mais en une fois (voir **Figure 4.51**). En revanche, l'intérêt d'augmenter le nombre d'étapes pour réduire la dissolution des particules δ est confirmé. Pour une même fraction initiale ($f_\delta \approx 0,5\%$) la fraction de phase δ est plus élevée pour une déformation à $\dot{\varepsilon} = 1\text{ s}^{-1}$ en deux étapes (**Figure 4.16b**) que pour une déformation dans les mêmes conditions mais effectuée en une seule étape (**Figure 4.9b**), sans doute car cela limite l'élévation de la température. Sur cet échantillon on relève une fraction $0,4\% < f_\delta < 0,5\%$ contre $f_\delta < 0,1\%$ pour une déformation en une fois dans les

$\approx 1,0\%$ et $\approx 3,0\%$ avant maintien et que la fraction d'équilibre à $980\text{ }^\circ\text{C}$ est d'environ $4,0\%$.

mêmes conditions. La multiplication des étapes de déformation est donc également un argument de taille pour justifier que les échantillons de la pièce A complètement PDRX disposent tout de même de fractions de phase δ élevées voire aussi élevées que certaines matières forgées en presse hydraulique (C et D).

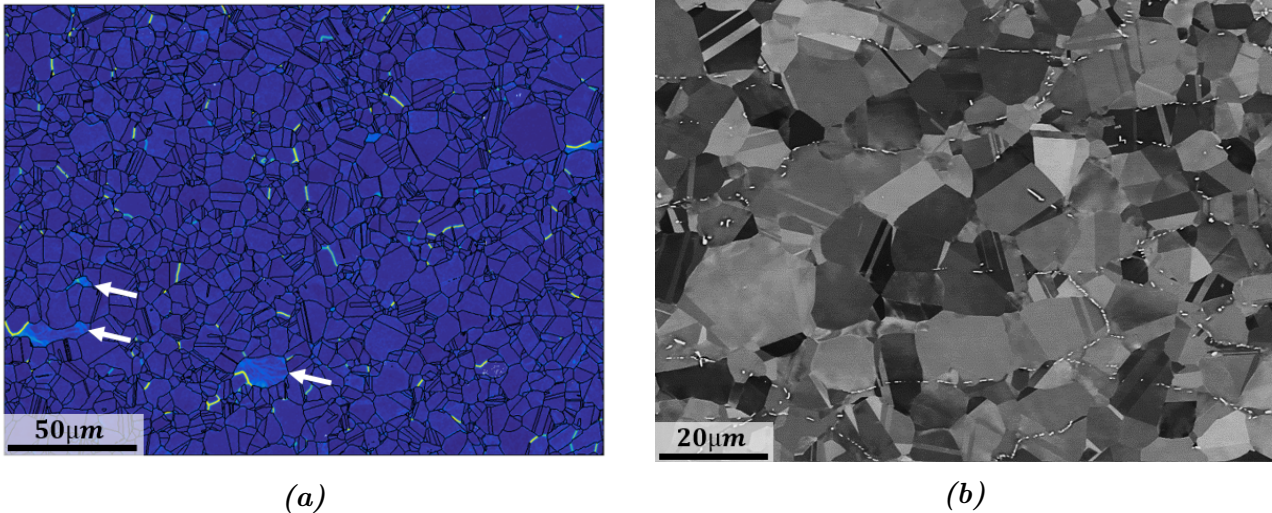


Figure 4.16 – Microstructure d'un échantillon déformé à $T = 980\text{ °C}$ et $\dot{\varepsilon} = 1\text{ s}^{-1}$, jusqu'à un niveau de déformation total $\varepsilon_{macro} = 0,7$. La déformation a été réalisée en deux étapes $\varepsilon_{1\ macro} = 0,35$ et $\varepsilon_{2\ macro} = 0,35$ avec 60 s de maintien entre les deux déformations. A la suite de la seconde déformation, l'échantillon a été trempé au bout de 60 s. a) La cartographie du KAM (données conventionnelles filtrées), et b) l'image d'électrons rétro-diffusés sont issues des analyses menées au centre de l'échantillon trempé.

Chapitre 5

Influence du mode de chauffage sur les évolutions microstructurales

Parmi les dispositifs expérimentaux dédiés à réalisation d'essais thermomécaniques pour la simulation des opérations de forgeage, la machine Gleeble 3800 a été utilisée dans ces travaux, notamment parce qu'elle permet de mieux couvrir le domaine des vitesses de déformation atteintes lors d'un forgeage en presse à vis. Pour rappel, cette machine impose un chauffage des échantillons par effet Joule, via le passage d'un courant électrique à travers l'éprouvette, ce qui n'est, à priori, pas sans conséquences sur les évolutions microstructurales d'après la littérature (voir la description détaillée et la discussion concernant ce dispositif dans la section 3.2.2 du chapitre 3). Ce dernier point nous a donc amenés à nous interroger à propos de la possible influence du chauffage par effet Joule sur les phénomènes de recristallisation, notamment vis à vis de leurs cinétiques puisque c'est un élément central dans ces travaux de thèse. En d'autres termes, il s'agit ici d'évaluer dans quelle mesure les cinétiques DRX et PDRX obtenues avec ce mode de chauffage sont représentatives de celles obtenues lors d'un forgeage industriel pour lequel le chauffage se fait par rayonnement, et si ces essais sont comparables à ceux réalisés avec notre machine MTS 250.

Ce chapitre se divise en deux grandes parties. La première partie (section 5.1) vise à mettre en évidence l'impact du chauffage par effet Joule sur les phénomènes de recristallisation qui se produisent dans l'Inconel 718, en confrontant les résultats obtenus via ce mode de chauffage avec ceux obtenus en chauffant les échantillons par rayonnement (chauffage conventionnel). Le cas « plus simple » de la SRX est d'abord considéré avant de s'intéresser aux cinétiques DRX dans le cas de déformations subsolvus et supersolvus δ . La seconde partie (section 5.2) a pour vocation de discuter de l'origine de l'influence du chauffage par effet Joule sur les cinétiques de recristallisation qui est observé dans la section 5.1. Il s'agit notamment d'évaluer si, dans notre cas, les différences entre les cinétiques de recristallisation obtenues entre les deux modes de chauffage (effet Joule versus radiatif) peuvent être mises directement sur le compte de l'effet du passage du courant électrique dans les échantillons comme c'est généralement fait dans les travaux de la littérature traitant du même sujet. Plusieurs hypothèses (H) qui pour une bonne partie s'inspirent de la littérature sont proposées et, si possible, testées.

Il est important de souligner le caractère très exploratoire de l'approche qui est adoptée dans ce chapitre, aboutissant souvent à de simples constats. La question de l'influence du passage d'un courant électrique sur les phénomènes de recristallisation et les transformations à l'état solide en général mériterait d'être davantage étudiée.

5.1 Mise en évidence de l'influence du chauffage par effet Joule sur les phénomènes de recristallisation dans l'Inconel 718

5.1.1 Sur la recristallisation statique

Éléments de bibliographie

L'influence du courant électrique sur la SRX a déjà été étudiée dans la littérature sur des métaux et des alliages autres que l'Inconel 718 [93–97], soit en ayant directement recours au chauffage des échantillons par effet Joule [95–97], soit en réalisant de courtes impulsions électriques (quelques μs pour limiter l'augmentation de la température par effet Joule) pendant le chauffage des échantillons [93, 94]. Indépendamment du type de courant appliqué (continu ou alternatif) et de sa densité, que ce soit dans le cas du cuivre pur [93, 96], d'un alliage de titane [94], d'un acier inoxydable austénitique [95], ou encore d'un alliage d'aluminium [97], il est rapporté que le passage d'un courant électrique dans l'échantillon accélère la cinétique de recristallisation statique.

Approche expérimentale

Afin d'identifier si l'Inconel 718 est lui aussi sujet à ce type de comportement, l'impact d'un chauffage par effet Joule sur la cinétique de recristallisation statique suivant une déformation à froid a été évalué par comparaison avec la cinétique obtenue lors d'un chauffage conventionnel effectué dans un four résistif. Pour cela, le traitement thermomécanique schématisé sur la **Figure 5.1** a été imposé à une partie des éprouvettes de compression prélevées à mi-rayon de billette.

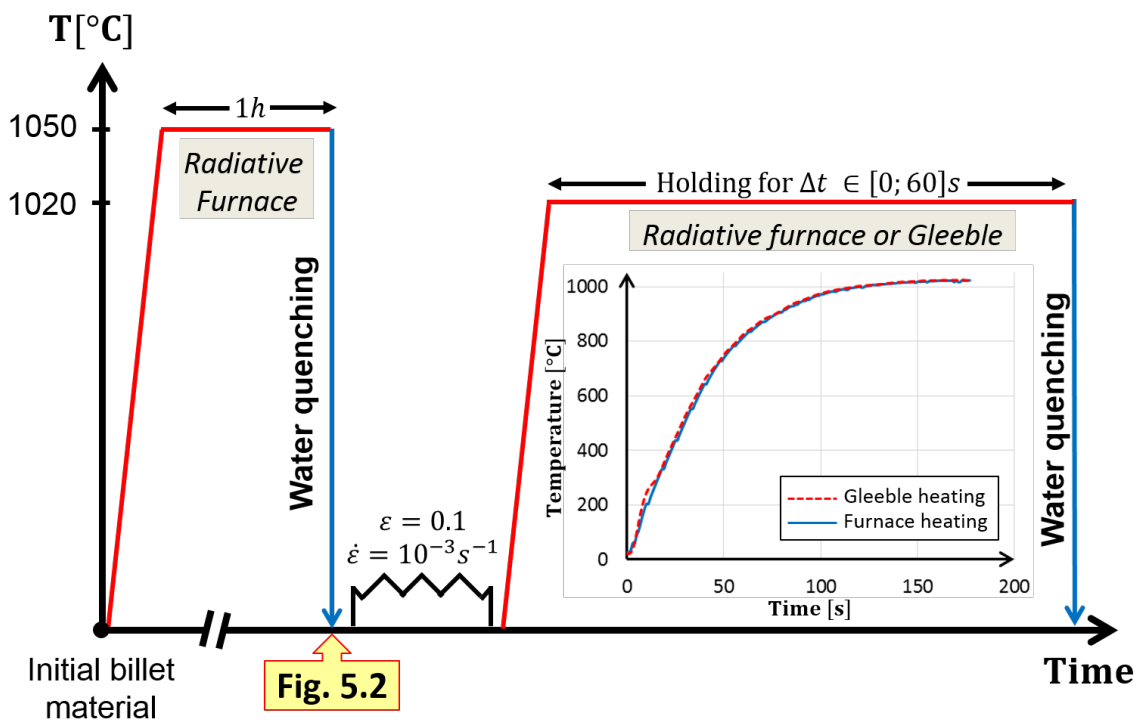


Figure 5.1 – Historique thermomécanique imposé aux échantillons dans le but d'évaluer l'impact du mode de chauffage sur la cinétique de recristallisation statique. Pour chaque échantillon, l'historique $T = f(t)$ est enregistré lors du traitement thermique réalisé dans le four afin d'être reproduit ensuite sur la Gleeble 3800 pour un autre échantillon.

Un traitement thermique de 1 h à 1050 °C a d’abord été effectué pour dissoudre les quelques particules de phase δ présentes dans la microstructure de ces éprouvettes (voir la section 3.1.2 du chapitre 3). La microstructure obtenue après ce traitement thermique est illustrée sur la **Figure 5.2**. Comme attendu, celle-ci ne contient plus de phase δ , seuls les quelques carbures initialement présents subsistent. On note également une augmentation de la taille de grains ainsi qu’une diminution de la densité de dislocations (restauration) par rapport à l’état prélevé sur la billette industrielle (voir la section 3.1). L’éprouvette cylindrique a ensuite été déformée à température ambiante jusqu’à une déformation macroscopique finale $\varepsilon_{macro} = 0,1$ atteinte à une vitesse $\dot{\varepsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$. Un traitement thermique à 1020 °C¹ d’une durée Δt pouvant aller jusque 60 s est ensuite appliqué à l’échantillon déformé, soit par effet Joule sur la machine Gleeble 3800 (courant alternatif), soit par rayonnement en utilisant un four résistif (traitement thermique conventionnel). Pour une durée de traitement cible, le traitement thermique est d’abord réalisé dans le four préchauffé à la température de traitement. L’historique de température $T = f(t)$ réellement subi par l’échantillon (montée + maintien en température) est enregistré à l’aide d’un thermocouple soudé à sa surface. Le même historique $T = f(t)$ est ensuite programmé sur la machine Gleeble 3800, puis est appliqué à un autre échantillon préalablement déformé à froid. En procédant de cette façon, pour un même temps de maintien à 1020 °C, on s’épargne de tout impact potentiel d’une montée en température différente entre les deux modes de chauffage² qui affecterait les résultats.

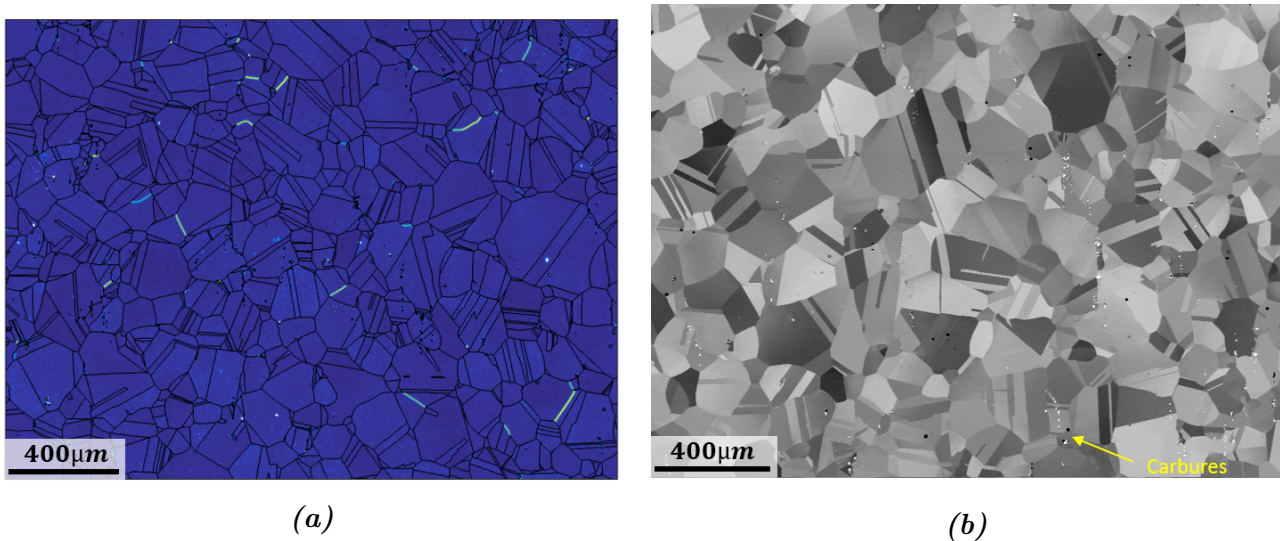


Figure 5.2 – Microstructure prélevée à mi-rayon de billette et traitée thermiquement à 1050 °C pendant 1 h dans un four résistif, puis trempée à l’eau. a) Cartographie du KAM. Cette analyse EBSD a été réalisée avec un pas de mesure de 2,0 μm. b) Image BSE mettant en évidence la dissolution totale des particules δ présentes avant le traitement (voir la microstructure à mi-rayon de billette sur la **Figure 3.1**). Seulement quelques carbures sont encore présents dans la microstructure.

1. Deux critères ont guidés le choix de cette température pour le traitement thermique de SRX. D’une part, elle a été choisie la plus élevée possible pour éviter la précipitation de phase δ , elle aussi potentiellement affectée par le passage d’un courant électrique (voir la section 5.2), et donc, pouvant interagir différemment avec la SRX en fonction du mode de chauffage. D’autre part, elle a été choisie pas trop élevée pour que la cinétique SRX ne soit pas trop rapide et puisse être décrite au moins en partie (il ne faut pas que la microstructure soit déjà 100% SRX à l’issue de la montée en température, c’est-à-dire pour $\Delta t = 0 \text{ s}$).

2. La montée en température dans le four pouvant légèrement varier d’un échantillon à l’autre en fonction du temps d’ouverture du four pour l’insertion de l’échantillon.

Confrontation des cinétiques SRX

La **Figure 5.3** présente les cartographies du KAM acquises au centre des échantillons obtenus selon la procédure précédemment décrite. Sur cette figure, les cartographies situées sur la même ligne ont subi le même historique $T = f(t)$ à l'issue de la déformation à froid. La colonne de gauche correspond aux échantillons pour lesquels le traitement thermique post-déformation a été effectué dans le four résistif, alors que celle de droite correspond aux échantillons pour lesquels le traitement thermique a été réalisé par effet Joule (Gleeble 3800). Il est ainsi possible, sur cette figure, de visualiser qualitativement la progression de la SRX en fonction de la durée du maintien Δt à 1020 °C et du mode de chauffage. Indépendamment du mode de chauffage, l'effet attendu du temps de traitement sur la SRX est observé : les grains SRX (grains aux valeurs de KAM faibles) envahissent progressivement la microstructure déformée (grains aux valeurs de KAM élevées). Les cartographies du KAM de la **Figure 5.3** mettent cependant en évidence que, à l'issue des trois traitements thermiques, la SRX s'est développée dans de plus grandes proportions pour les échantillons chauffés par effet Joule par rapport à ceux chauffés par rayonnement/conduction dans le four résistif.

Sur base de ces données EBSD, la fraction recristallisée statiquement f_{SRX} a pu être quantifiée pour chaque temps de maintien et chaque mode de chauffage. La fraction recristallisée f_{SRX} qui résulte de ces quantifications est tracée en fonction du temps de traitement à 1020 °C sur la **Figure 5.4** pour les deux modes de chauffage considérés.

Les cinétiques de recristallisation présentées sur le graphe de la **Figure 5.4** traduisent quantitativement ce qui pouvait déjà être observé qualitativement sur la **Figure 5.3** : pour un même historique $T = f(t)$, la fraction recristallisée statiquement est supérieure dans le cas du chauffage par effet Joule par rapport au chauffage par rayonnement. En d'autres termes, il est démontré que le chauffage par effet Joule a pour effet d'accélérer la cinétique SRX lors d'un traitement thermique suivant une déformation à froid. Les résultats obtenus dans la littérature sur d'autres métaux et alliages [93–97] peuvent donc être étendus à l'Inconel 718. C'est d'ailleurs, à notre connaissance, la première fois que ce phénomène est mis en évidence pour cet alliage. Il peut, de plus, être souligné que les différences observées ici sont de grande ampleur. Pour un traitement thermique effectué sur la machine Gleeble 3800, la moitié de la microstructure déformée a déjà été consommée par les grains SRX à la fin de la montée en température ($\Delta t = 0$ s) et la fin de la SRX est déjà atteinte pour $\Delta t = 30$ s ($f_{SRX} > 80\%$). Au contraire, après un maintien $\Delta t = 60$ s de l'échantillon dans le four, la SRX n'a pas encore envahi la moitié de la microstructure déformée.

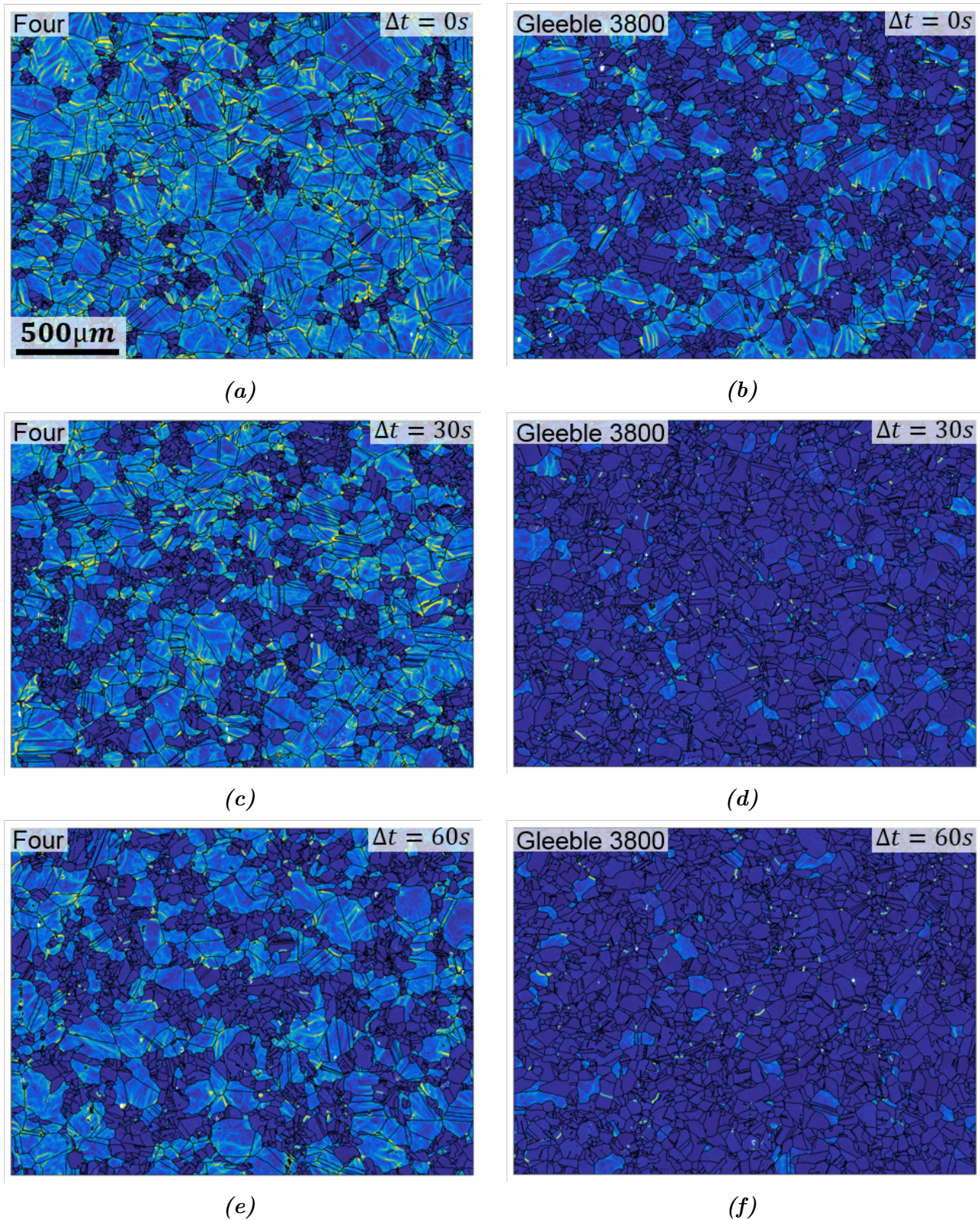


Figure 5.3 – Cartographies du KAM pour les échantillons déformés à température ambiante jusque $\varepsilon_{macro} = 0,1$ à $\dot{\varepsilon} = 0,001 s^{-1}$, puis traités thermiquement à $1020^{\circ}C$ pendant des temps différents. L'ensemble des données EBSD présentées sur cette figure ont été acquises avec un pas de mesure de $2,0\mu m$. La colonne de gauche correspond aux échantillons dont le traitement thermique a été réalisé dans un four résistif en enregistrant l'historique thermique $T = f(t)$. La colonne de droite correspond aux échantillons dont le traitement thermique a été réalisé sur la Gleeble 3800 en reproduisant exactement le même historique thermique $T = f(t)$. Les échantillons pour lesquels le temps de maintien est nul ont simplement subi la montée en température puis ont été trempés.

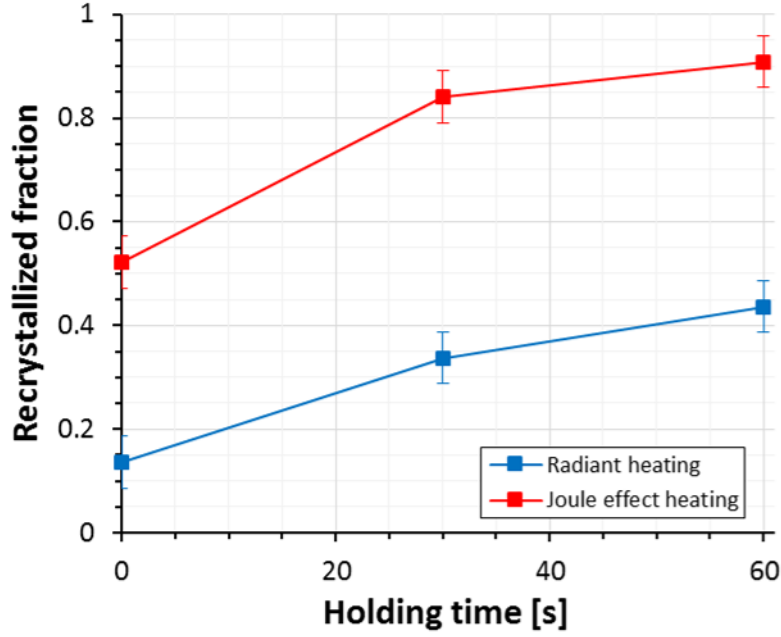


Figure 5.4 – Cinétique de recristallisation statique pour les échantillons déformés à température ambiante jusque $\varepsilon_{macro} = 0,1$ à $\dot{\varepsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, puis traités thermiquement à 1020 °C pendant des temps différents. Les fractions recristallisées indiquées sur ce graphe ont été estimées sur bases des données EBSD de la **Figure 5.3**.

Au cours de la recristallisation, l'augmentation de la fraction recristallisée est due à deux évènements (i.e. deux mécanismes) : la germination des grains SRX et leur croissance. Afin d'aller un petit peu plus loin dans l'analyse de ces résultats, les statistiques des grains SRX obtenus après un chauffage par effet Joule et après un chauffage conventionnel dans le cas des deux microstructures ayant les fractions recristallisées les plus proches sont comparées. Les deux microstructures qui se prêtent le plus à cette comparaison sont les microstructures des **Figures 5.3b et e** obtenues respectivement après un temps de maintien $\Delta t = 0 \text{ s}$ sur la Gleeble 3800 ($f_{SRX} \approx 50\%$) et après un maintien $\Delta t = 60 \text{ s}$ en four résistif ($f_{SRX} \approx 45\%$). Le diamètre moyen des grains SRX $\overline{\phi_{eq} SRX}$ ainsi que leur densité d_{SRX} (nombre de grains SRX divisé par la surface analysée) sont reportés dans **Tableau 5.1** pour les deux microstructures en question. Alors que les fractions recristallisées sont proches, une taille de grains SRX plus petite ainsi qu'une densité de grains SRX supérieure sont relevées pour l'échantillon traité sur la Gleeble 3800. Une telle tendance suggère donc très fortement que le chauffage par effet Joule stimule la germination des grains SRX.

Caractéristiques	Traitement Four	Traitement Gleeble
Cartographie du KAM	Figure 5.3e	Figure 5.3b
Δt [s]	60	0
f_{SRX} [%]	44	52
$\overline{\phi_{eq} SRX}$ [μm]	37	29
N_A^{SRX} [grains/ μm^2]	$2,4 \cdot 10^{-4}$	$3,8 \cdot 10^{-4}$

Tableau 5.1 – Comparaison des caractéristiques des grains SRX (leur fraction surfacique f_{SRX} , leur diamètre équivalent moyen $\overline{\phi_{eq} SRX}$, et leur densité surfacique N_A^{SRX}) mesurées pour deux microstructures qui ont des fractions recristallisées f_{SRX} proches mais obtenues pour l'une via un traitement thermique conventionnel et pour l'autre via un traitement thermique sur la Gleeble 3800.

Enfin, aucun impact du chauffage par effet Joule sur l'orientation des grains SRX n'est observé. Comme le montre la **Figure 5.5** pour la microstructure maintenue 60s à 1020 °C sur la Gleeble 3800 qui est presque totalement recristallisée ($f_{SRX} \approx 90\%$), il n'existe pas d'orientation cristallographique privilégiée pour les grains SRX obtenus par effet Joule.

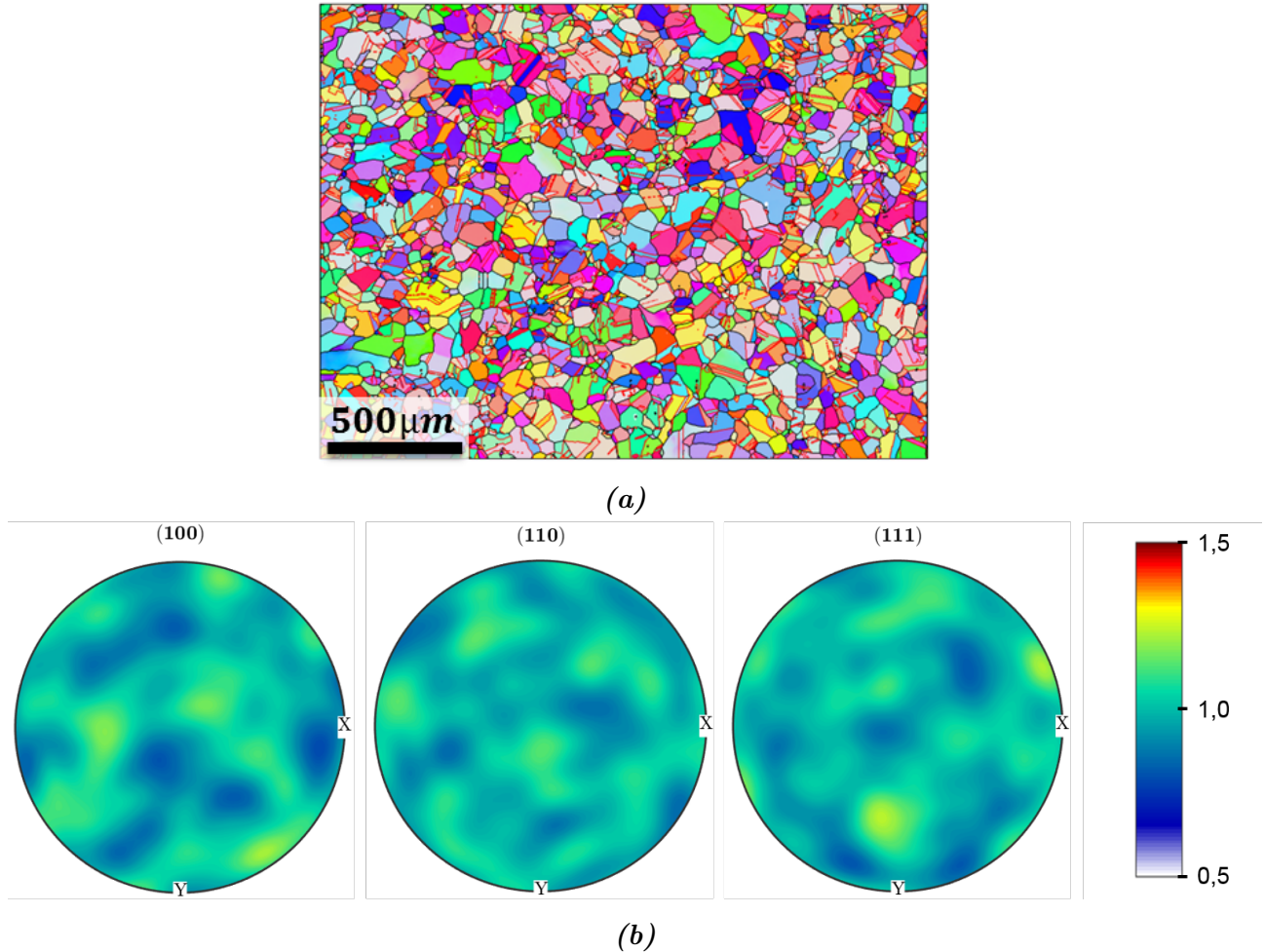


Figure 5.5 – a) Cartographie d'orientation de l'échantillon traité à 1020 °C pendant 1 h par effet Joule (Gleeble 3800), dont la cartographie du KAM est montrée sur la **Figure 5.3f**. b) Figures de pôle uniquement pour les données qui correspondent aux grains SRX (≈ 1500 grains SRX qui occupent $\approx 90\%$ de la surface).

5.1.2 Sur les cinétiques de recristallisation dynamique

Éléments de bibliographie

L'effet du passage d'un courant électrique sur la cinétique de recristallisation dynamique reste relativement peu étudié dans la littérature par rapport à celui sur la cinétique de recristallisation statique (voir la section 5.1.1). Même si elles n'y sont pas spécifiquement dédiées, quelques rares études ont tout de même abordé la question, notamment dans le cas d'alliages de magnésium (AZ31 et AZ31B précisément) [129, 130]. Dans ces deux études, l'approche et les résultats obtenus sont similaires. Afin de présenter plus en détails la façon dont ont été menées ces études et les conclusions qui en découlent, la **Figure 5.6** synthétisant les travaux de Xu et al. [129] a été construite pour appuyer nos propos. Des essais de traction ont été réalisés en imposant des impulsions électriques pendant la déformation d'une partie des éprouvettes testées (**Figure 5.6a**). En comparant les courbes de traction obtenues à température ambiante sur les éprouvettes n'ayant pas subi d'impulsions électriques avec celles obtenues sur les éprouvettes ayant subi des impulsions, Xu et al. [129] ainsi que Bao et al. [130] montrent que le passage d'un courant électrique modifie significativement le comportement mécanique de l'alliage. Comme illustré sur la **Figure 5.6b** extraite des travaux de Xu et al. [129], des niveaux de contrainte plus faibles et des allongements à rupture bien plus élevés sont obtenus dans le cas des éprouvettes ayant subi les impulsions électriques. En accord avec Bao et al. [130], Xu et al. [129] rapportent qu'un tel effet des impulsions électriques sur le comportement mécanique du matériau est dû à deux phénomènes. D'une part, les caractéristiques des impulsions électriques imposées dans ces études (densité de courant J , fréquence des impulsions f , durée des impulsions t) impliquent une augmentation de la température par effet Joule qui n'est pas négligeable. Dans le cas des travaux de Xu et al., une température de 78 °C est effectivement mesurée sur l'éprouvette qui subit les impulsions (dont les caractéristiques sont précisées sur la **Figure 5.6b**), ce qui contribue, au moins en partie, au fait que son comportement soit différent de celui de l'éprouvette testée classiquement à température ambiante (sans impulsion). D'autre part, l'analyse de la microstructure à proximité de la zone de rupture révèle que la DRX s'est développée dans les éprouvettes ayant subi les impulsions électriques au cours de la déformation (voir les **Figures 5.6c et d** pour les travaux de Xu et al. [129]). La simple augmentation de la température par effet Joule reste cependant trop faible pour pouvoir expliquer le déclenchement du phénomène de recristallisation dynamique. Pour des procédés de mise en forme conventionnels et pour ce type d'alliages, la DRX commence à se manifester pour des températures relativement plus élevées (typiquement entre 200 et 300 °C selon Bao et al. [130]). Ces auteurs concluent donc à un effet direct du passage du courant électrique sur le déclenchement et le développement de la DRX.

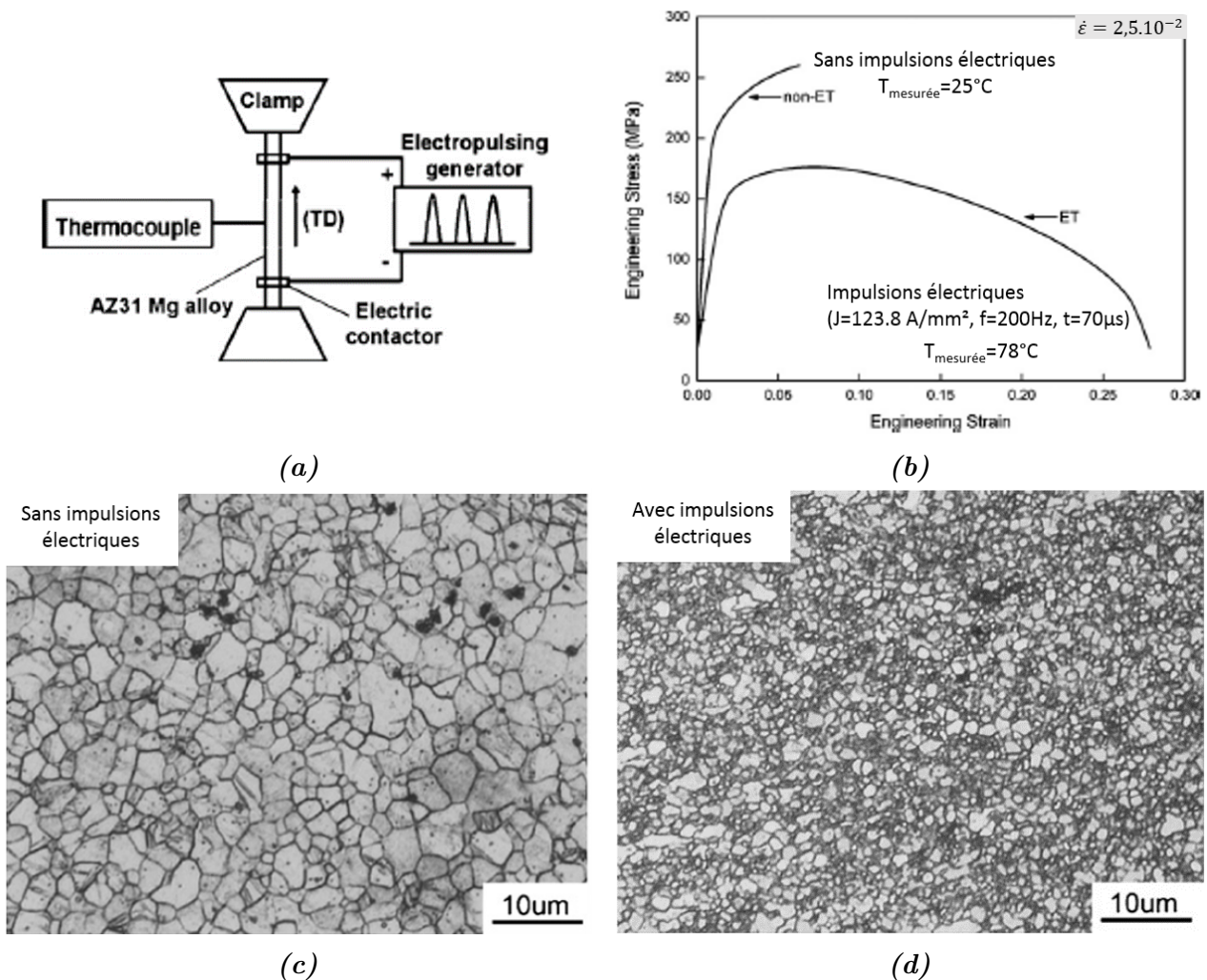


Figure 5.6 – Ensemble de figures synthétisant les travaux de Xu et al. [129]. a) Schéma du dispositif expérimental. b) Courbes de traction obtenues pour l'éprouvette ayant subi des impulsions électriques au cours de l'essai et pour celle n'en n'ayant pas subi. c) Microstructure à proximité de la zone de rupture de l'éprouvette testée en traction sans impulsion électrique. d) Microstructure à proximité de la zone de rupture de l'éprouvette qui a subi les impulsions électriques au cours de l'essai de traction.

Une autre étude dans laquelle les auteurs se sont, en partie, intéressés aux répercussions du passage d'un courant électrique sur la DRX peut être mentionnée. En prenant soin de comparer les microstructures d'échantillons de SUS 304 (acier inoxydable austénitique) déformés dans les mêmes conditions thermomécaniques, avec ou sans passage d'un courant électrique, Poliak et al. [131] rapportent également que le courant électrique accélère la cinétique DRX. Plus précisément, pour évaluer l'effet du passage d'un courant électrique sur la DRX dans leurs travaux, des échantillons cylindriques ont été chauffés par effet Joule et comprimés sur une machine Gleeble 3500. Pour des conditions thermomécaniques identiques, deux types d'essai ont été opérés :

- Type-ON : L'essai standard sur Gleeble est effectué, la température continue d'être réglée au cours de la déformation.
- Type-OFF : Le chauffage (donc le passage du courant) est coupé moins d'une seconde avant le début de la déformation. Afin d'éviter toute baisse significative de la température due à la coupure du chauffage au cours de la déformation, les essais sont réalisés à $\dot{\epsilon} \in [1; 10]s^{-1}$. Dans ces conditions, les auteurs précisent que la diminution de température

suite à la coupure du chauffage est acceptable. Une différence de température maximum de 5 °C (pour une déformation à $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$) est enregistrée entre ces éprouvettes et celles testées en type-ON.

La comparaison des microstructures obtenues à la suite des deux types d'essai (type-ON et type-OFF) réalisés dans les mêmes conditions thermomécaniques a donc été employée pour mettre en évidence l'impact du courant électrique sur la cinétique DRX. Des microstructures plus recristallisées sont obtenues sur les éprouvettes issues des essais type-ON. Les résultats présentés dans cette étude doivent toutefois être pris avec certaines précautions. En effet, les vitesses de déformations retenues pour les essais sont élevées $\dot{\varepsilon} \in [1; 10] \text{ s}^{-1}$ et la fraction DRX est assimilée à la fraction recristallisée qui est mesurée, à partir de micrographies optiques, sur les échantillons trempés rapidement après déformation. Comme le suggèrent les résultats du chapitre 4, même si le délai de trempe est faible, une telle approche pour l'évaluation de la fraction DRX n'est plus adaptée lorsque les vitesses de déformation s'élèvent puisque dans ce cas, la PDRX devient extrêmement rapide. Il y a donc des chances pour que la contribution de la PDRX à la fraction recristallisée estimée après la trempe rapide des échantillons ne soit en fait pas négligeable dans les travaux de Poliak et al. [131]. En effet, même si les résultats du chapitre 4 ont été établis dans le cas de l'Inconel 718 déformé dans des conditions thermomécaniques précises, il serait étonnant que l'effet de la vitesse de déformation sur les cinétiques DRX et PDRX soit ici différent³. Notons, de plus, que les délais de trempe ne sont pas précisés dans les travaux de Poliak et al. [131]. On ne peut donc pas non plus exclure la possibilité que des délais de trempe différents sur ces échantillons déformés à haute vitesse n'impactent pas les résultats (en conséquence d'une PDRX très rapide à haute vitesse, même une petite variation du délai de trempe peut avoir des conséquences importantes sur la fraction recristallisée mesurée). En toute objectivité, il est donc difficile de mettre les observations faites par ces auteurs sur le seul compte de l'influence du courant électrique sur la DRX.

Aspects expérimentaux

Afin d'évaluer l'influence du mode de chauffage sur la cinétique DRX obtenue dans le cas de nos essais thermomécaniques sur l'Inconel 718, une partie des échantillons utilisés au chapitre précédent pour établir l'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques DRX à 980 °C sont de nouveau considérés dans cette section. En particulier, on s'intéresse ici aux échantillons ayant été déformés sur la machine MTS 250 (chauffage par rayonnement) et sur la Gleeble 3800 (chauffage par effet Joule) dans les mêmes conditions, c'est-à-dire, aux mêmes vitesses de déformation (ε_{macro} et T restant identiques). Étant donné les domaines de vitesse respectivement couverts par ces deux dispositifs (voir section 3.2.2 du chapitre 3), cela revient donc à s'intéresser uniquement aux échantillons déformés à $\dot{\varepsilon} \in [0, 001; 1] \text{ s}^{-1}$. L'historique thermomécanique complet des échantillons en question est rappelé sur la **Figure 5.7**. Les échantillons déformés à $\dot{\varepsilon} > 1 \text{ s}^{-1}$ sur la Gleeble 3800 et dont les résultats ont également été présentés dans la section 4.4.1 du chapitre 4 ne sont donc pas pris en compte dans cette section puisque leurs homologues déformés sur la MTS 250 n'existent pas.

3. Les cinétiques sont très probablement différentes et la vitesse au-delà de laquelle la DRX est inhibée aussi. Mais le fait que la DRX se manifeste de moins en moins et que la PDRX soit de plus en plus rapide lorsque la vitesse de déformation augmente devrait être vérifié.

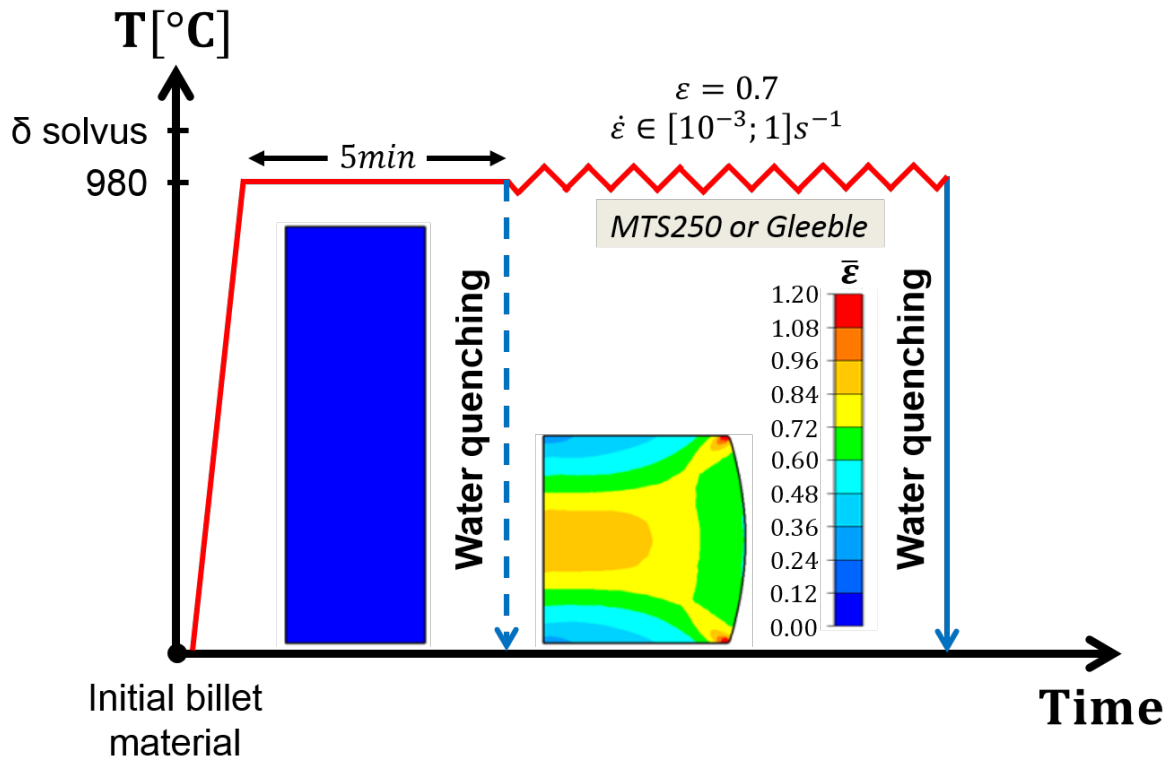


Figure 5.7 – Historique thermomécanique des échantillons déformés dans les mêmes conditions sur la MTS 250 et sur la Gleeble 3800 à 980 °C, donc dans des conditions subsolvus δ . Il s’agit de l’historique thermomécanique appliqué sur une partie des échantillons ayant servi à caractériser l’influence de la vitesse de déformation sur la cinétique DRX au chapitre 4.

Cependant, un point de vigilance est à apporter en ce qui concerne l’investigation de l’influence du mode de chauffage sur les cinétiques DRX pour des essais réalisés dans des conditions de déformation subsolvus δ comme c’est le cas pour les essais à 980 °C. Il existe, dans ce cas, un risque que le chauffage par effet Joule ait également un impact direct sur la précipitation δ . Plusieurs études de la littérature ont effectivement montré que le passage d’un courant électrique dans l’échantillon était également en mesure de modifier les cinétiques de précipitation de particules de seconde phase. Cependant, l’effet du courant électrique sur la précipitation semble extrêmement complexe. En synthétisant les résultats d’un ensemble de travaux sur la précipitation d’une part dans un alliage cuivre-aluminium ($Al - 4wt.\% Cu$) [132–134] et d’autre part dans un alliage zinc-aluminium ($Al - 12.5wt.\% Zn$) [135, 136], Conrad et al. [93] montrent que l’influence du courant électrique sur la précipitation dépend d’un grand nombre de paramètres tels que le système d’alliage, les temps et les températures de traitement, ou encore la densité et la fréquence du courant appliqué. En fonction de tous ces éléments, il ressort que la cinétique de précipitation est parfois accélérée, parfois retardée, ou encore parfois non-affectée par le passage d’un courant électrique, démontrant toute la complexité des phénomènes engagés.

Ainsi, il paraît difficile d’appréhender objectivement la façon dont le chauffage par effet Joule est en mesure d’impacter la précipitation δ pour nos essais dans le domaine subsolvus δ en se basant sur les travaux de la littérature. Deux échantillons prélevés à mi-rayon de billette ont donc été traités thermiquement à 980 °C pendant 1 h. Pour l’un des deux échantillons, le traitement s’est fait par rayonnement dans un four résistif (chauffage conventionnel). Pour l’autre, le traitement s’est fait par effet Joule sur la Gleeble 3800. Comme le montre la **Figure 5.8** illustrant la microstructure au centre de ces deux échantillons, la structure de précipitation δ qui résulte de ce même traitement est très différente selon le mode de chauffage. Non seulement

la quantité de phase δ obtenue est plus faible dans le cas du traitement réalisé sur la Gleeble 3800 ($f_\delta \approx 1,3\%$ pour le traitement Gleeble contre $f_\delta \approx 1,8\%$ pour le traitement four), mais la répartition des particules est également très différente. Contrairement à une répartition classique (précipitation aux joints de grains essentiellement) obtenue dans le cas du traitement conventionnel, les particules δ ont tendance à s'aligner dans la direction de passage du courant (i.e. parallèlement aux lignes de courant) dans le cas de l'échantillon traité sur la Gleeble 3800 (voir **Figure 5.8b**). Bien que ces deux échantillons sont à considérer ici uniquement dans le but de démontrer la complexité d'étudier l'influence du mode de chauffage sur la cinétique DRX dans le domaine subsolvus δ , notons qu'une différence d'écroissage est également observée entre les deux échantillons. Puisque a priori les microstructures de départ contiennent des densités de dislocations proches (échantillons prélevés dans la même zone de la billette), cela suggère donc que le mode de chauffage impacterait aussi le phénomène de restauration. Il est donc difficile d'être affirmatif concernant l'influence du mode de chauffage sur la précipitation δ étant donné que la densité de dislocations modifie sa cinétique. Ce point n'est pas plus détaillé ici. Davantage d'éléments sur ce sujet seront présentés dans la suite de ce chapitre, notamment au travers des discussions de la section 5.2.

Il n'est donc pas à exclure que le chauffage par effet Joule puisse également impacter la cinétique de précipitation et/ou de dissolution dynamique des particules δ , ce qui pourrait aboutir à des interactions différentes entre ces particules et les grains DRX en fonction du mode de chauffage. Dans ce cas on ne caractériserait pas uniquement l'effet du chauffage par effet Joule sur la cinétique DRX, mais plutôt une combinaison de son effet sur la précipitation δ et sur la DRX. L'influence du chauffage par effet Joule sur les évolutions dynamiques des particules δ sera discuté plus loin dans ce chapitre.

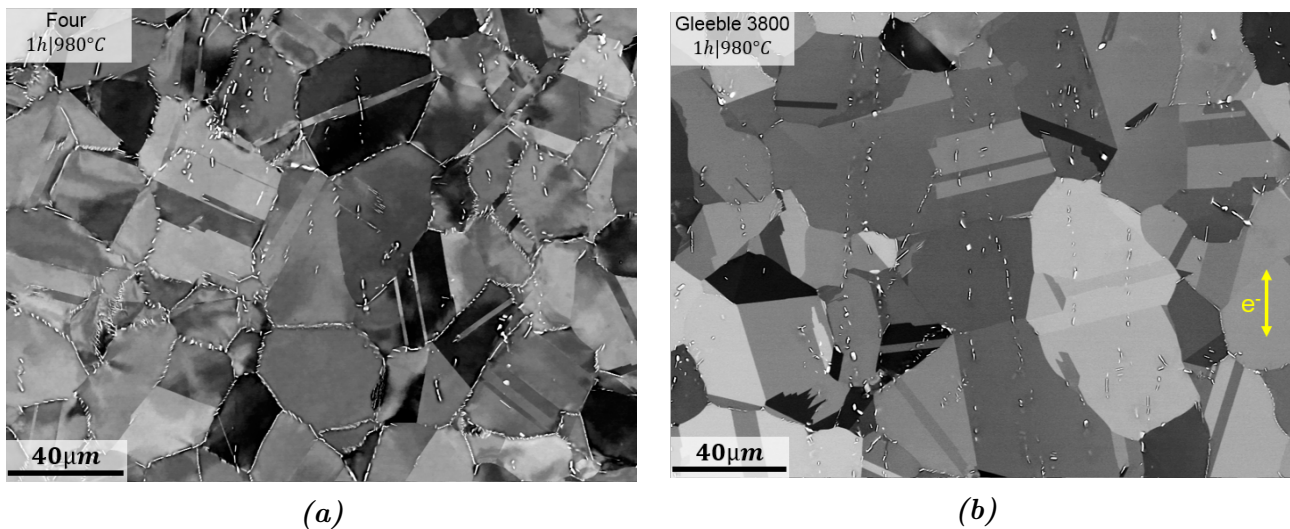


Figure 5.8 – Images BSE prises au centre d'un échantillon prélevé à mi-rayon de billette puis traité thermiquement pendant 1 h à 980 °C a) dans un four résistif, et b) sur la Gleeble 3800.

Afin de s'affranchir de tout impact du mode de chauffage sur la précipitation de phase δ qui pourrait influencer les résultats, une approche similaire a également été menée pour des conditions de déformation supersolvus δ . Des essais de compression ont été réalisés dans des conditions thermomécaniques identiques sur la MTS 250 et sur la Gleeble 3800 à une température supérieure au solvus δ . L'historique thermomécanique complet associé à ces échantillons est illustré sur la **Figure 5.9**. Des éprouvettes cylindriques prélevées à mi-rayon de billette ont, comme pour les essais de SRX présentés à la section 5.1.1, d'abord été traitées thermiquement à 1050 °C pendant 1 h pour dissoudre les particules de phase δ présentes initialement dans la

microstructure (se référer à la **Figure 5.2** pour visualiser la microstructure obtenue après un tel traitement). Les échantillons subissent ensuite l'historique thermomécanique classiquement appliqué pour la caractérisation des évolutions dynamiques, à la différence qu'ici, la température nominale pour les essais est de 1050 °C. Pour chaque condition de vitesse $\dot{\epsilon} \in [0,001; 1]s^{-1}$, l'essai est réalisé sur la MTS 250 et sur la Gleeble 3800.

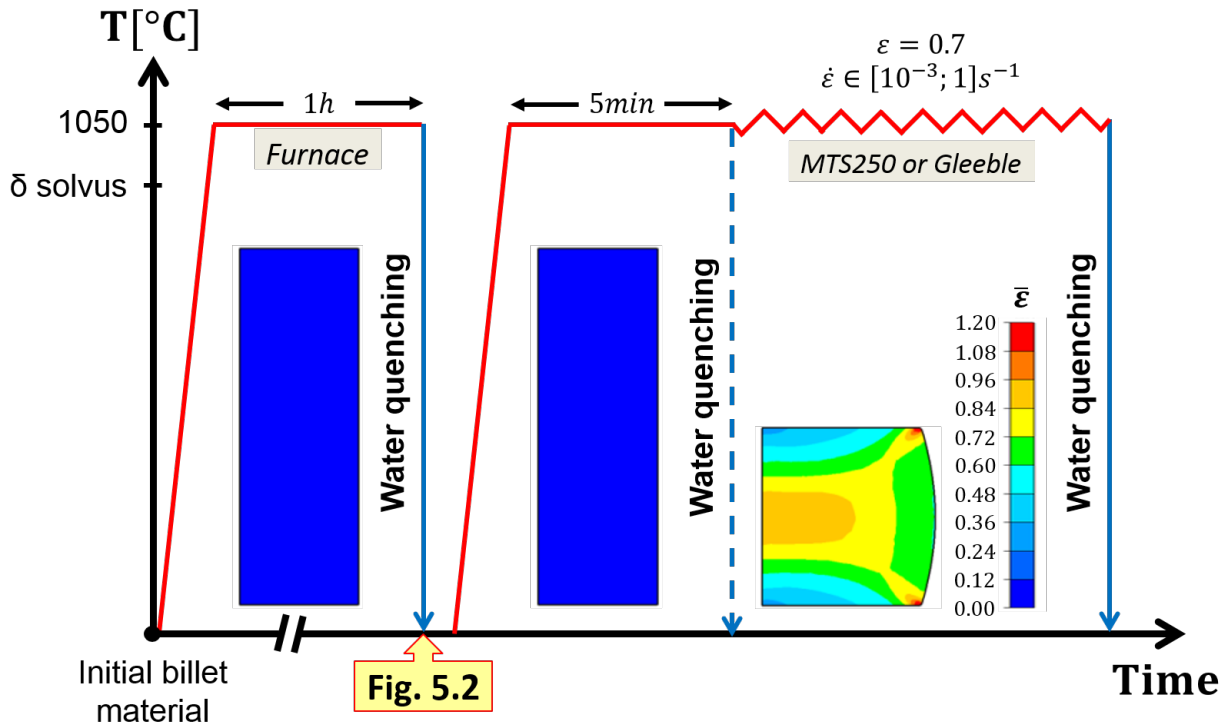


Figure 5.9 – Historiques thermomécaniques des échantillons déformés dans les mêmes conditions sur la MTS 250 et sur la Gleeble 3800 à 1050 °C, donc dans le domaine supersolvus δ .

Confrontation des cinétiques DRX

Les cartographies du KAM qui résultent des analyses effectuées au centre des échantillons déformés sur la MTS 250 et sur la Gleeble 3800 à 980 °C et 1050 °C sont respectivement présentées sur les **Figures 5.10 et 5.11**. Sur chaque ligne de ces deux figures, les cartographies proviennent des échantillons ayant été déformés, soit sur la MTS 250 (colonne de gauche), soit sur la Gleeble 3800 (colonne de droite), dans les mêmes conditions thermomécaniques (i.e à la même vitesse de déformation). Les cartographies de chaque ligne peuvent donc être comparées deux à deux pour visualiser qualitativement l'effet du mode de chauffage sur les microstructures résultantes. Comme en témoignent ces figures, à conditions de déformation équivalentes, les microstructures obtenues sur les échantillons déformés sur la MTS 250 et celles des échantillons déformés sur la Gleeble 3800 sont généralement très différentes, notamment en ce qui concerne la progression de la recristallisation dans ces échantillons.

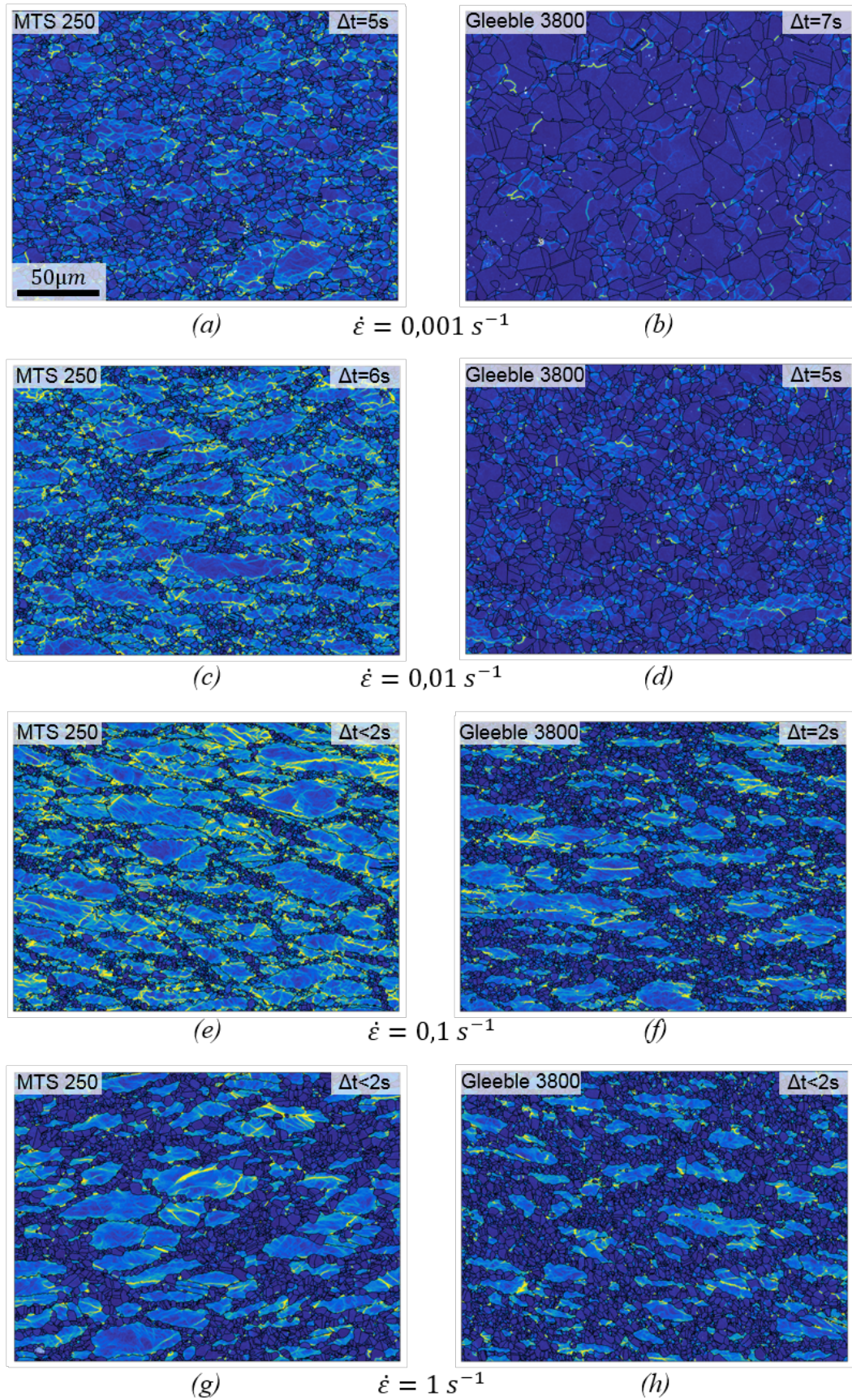


Figure 5.10 – Cartographies du KAM pour les échantillons déformés jusque $\epsilon_{macro} = 0,7$ à $T = 980^\circ C$ et à $\dot{\epsilon} \in [0,001; 1]s^{-1}$, puis trempés rapidement à l'eau. L'ensemble des données EBSD présentées sur cette figure ont été acquises avec un pas de mesure de $0,2\mu m$. Les cartographies de la colonne de gauche et de la colonne de droite proviennent de l'analyse des échantillons déformés respectivement sur la MTS 250 (chauffage résistif) et sur la Gleeble 3800 (chauffage par effet Joule).

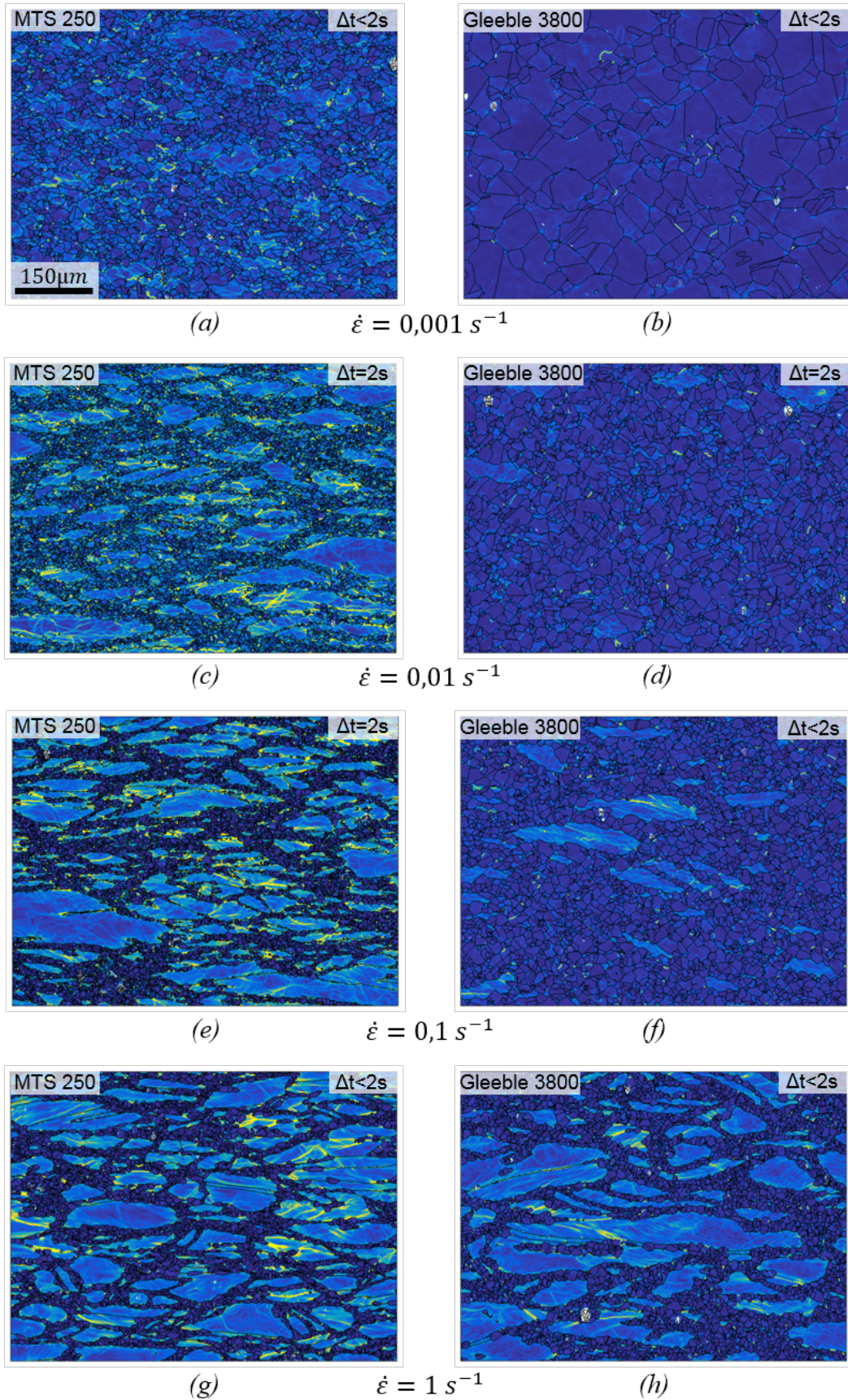


Figure 5.11 – Cartographies du KAM pour les échantillons déformés jusque $\varepsilon_{macro} = 0,7$ à $T = 1050^\circ\text{C}$ et à $\dot{\varepsilon} \in [0,001; 1]\text{s}^{-1}$, puis trempés rapidement à l'eau. L'ensemble des données EBSD présentées sur cette figure ont été acquises avec un pas de mesure de $0,6\mu\text{m}$. Les cartographies de la colonne de gauche et de la colonne de droite proviennent de l'analyse des échantillons déformés respectivement sur la MTS 250 (chauffage résistif) et sur la Gleeble 3800 (chauffage par effet Joule).

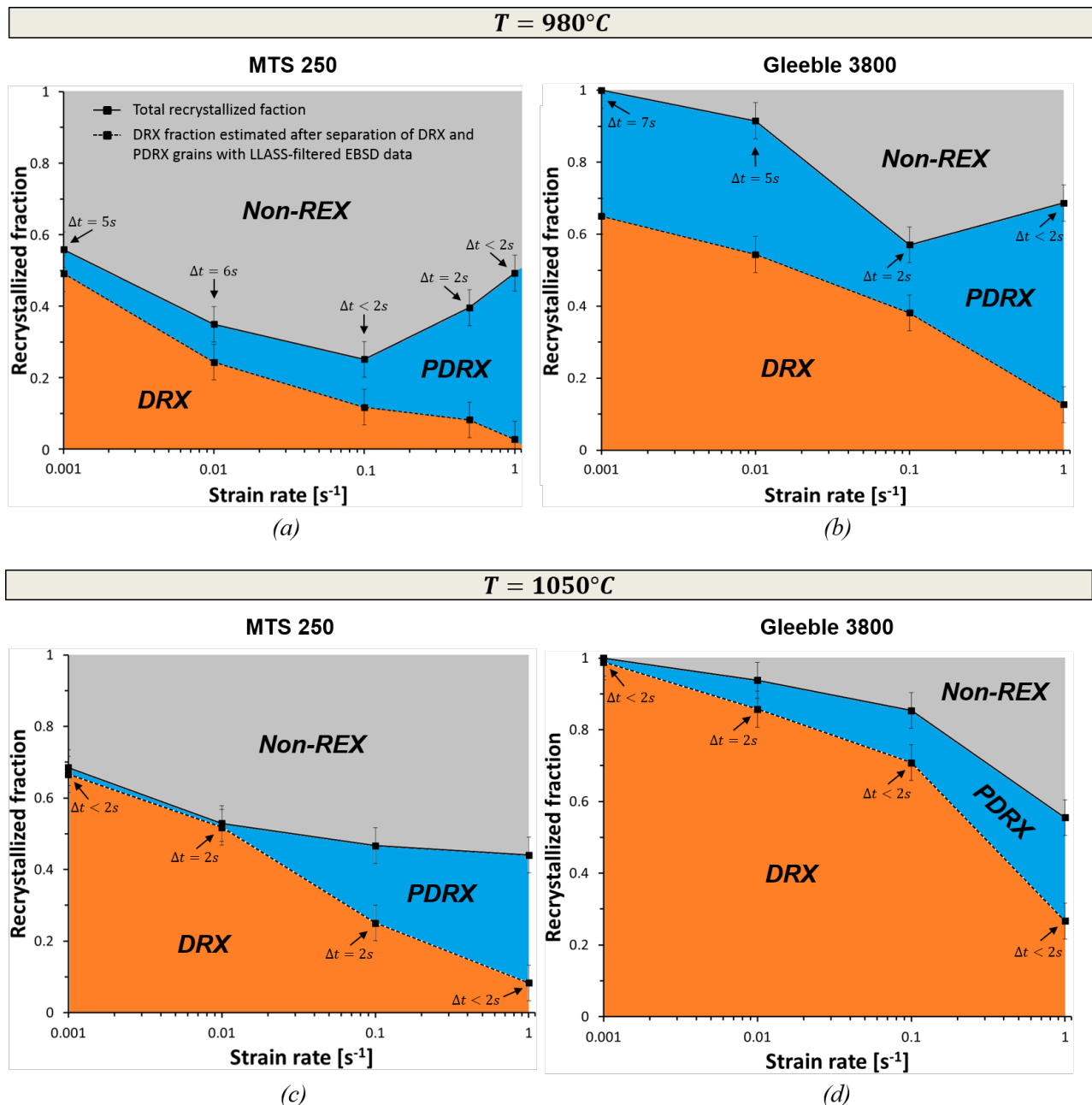


Figure 5.12 – Estimation de la fraction d'aire correspondant aux grains DRX et PDRX sur base des données EBSD présentées a), b) sur la **Figures 5.10** et c), d) sur la **Figures 5.11**.

Afin de pouvoir comparer les fractions DRX obtenues dans les mêmes conditions de déformation sur la MTS 250 et sur la Gleeble 3800, la fraction recristallisée totale a d'abord été évaluée sur les échantillons des **Figures 5.10** et **5.11** qui, rappelons-le, ont été trempés rapidement après déformation. Ensuite, la contribution de la DRX et de la PDRX sur cette fraction recristallisée totale a été évaluée conformément à la procédure décrite dans la section 2.2.4 du chapitre 2. Les résultats qui découlent de ces quantifications sont présentés sur la **Figure 5.12** pour chacun des deux modes de chauffage utilisés et pour les deux températures investiguées. Pour rappel, les **Figures 5.12a** et **b** ont déjà été présentées au chapitre 4 mais n'ont pas été directement confrontées sur la plage de vitesse de déformation commune aux deux dispositifs $\dot{\epsilon} \in [0,001; 1]\text{s}^{-1}$. En revanche, les microstructures déformées à $T = 1050^{\circ}\text{C}$ et les quantifications des fractions DRX associées sont ici présentées pour la première fois. Comme le montre la **Figure 5.12c** construite à partir des analyses effectuées sur les échantillons déformés à $T = 1050^{\circ}\text{C}$ sur la MTS 250, l'influence de la vitesse de déformation sur la DRX mais aussi

sur la PDRX est similaire à ce qui a été observé à $T = 980^\circ\text{C}$. Bien que cette remarque sorte quelque peu du cadre de ce chapitre, cela suggère donc que l'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques de recristallisation dynamiques et post-dynamiques établie au chapitre précédent dans le domaine subsolvus δ semble pouvoir être étendue au domaine supersolvus δ .

Pour chacune des deux températures de déformation considérées, l'évolution de la fraction DRX mesurée en fonction de la vitesse de déformation à partir des essais effectués sur la Gleeble 3800 est comparée, sur la **Figure 5.13**, à celle obtenue pour les essais réalisés avec la MTS 250. Il est ainsi clairement démontré que le chauffage par effet Joule accélère significativement la cinétique DRX, et cela indépendamment du fait que la déformation soit effectuée dans le domaine subsolvus ou supersolvus δ . En toute logique, la différence de fraction DRX obtenue entre les deux types d'échantillon (i.e. ceux déformés sur la MTS 250 et ceux déformés sur la Gleeble 3800) s'estompe lorsque la vitesse de déformation atteint $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$. En effet, dans ces conditions, la vitesse de déformation au-delà de laquelle la DRX est inhibée est proche, voire atteinte. On note toutefois que le chauffage par effet Joule semble avoir tendance à décaler vers le haut cette valeur de vitesse de déformation à partir de laquelle la DRX est inhibée, soulignant une fois le plus l'effet stimulant de ce mode de chauffage sur la DRX.

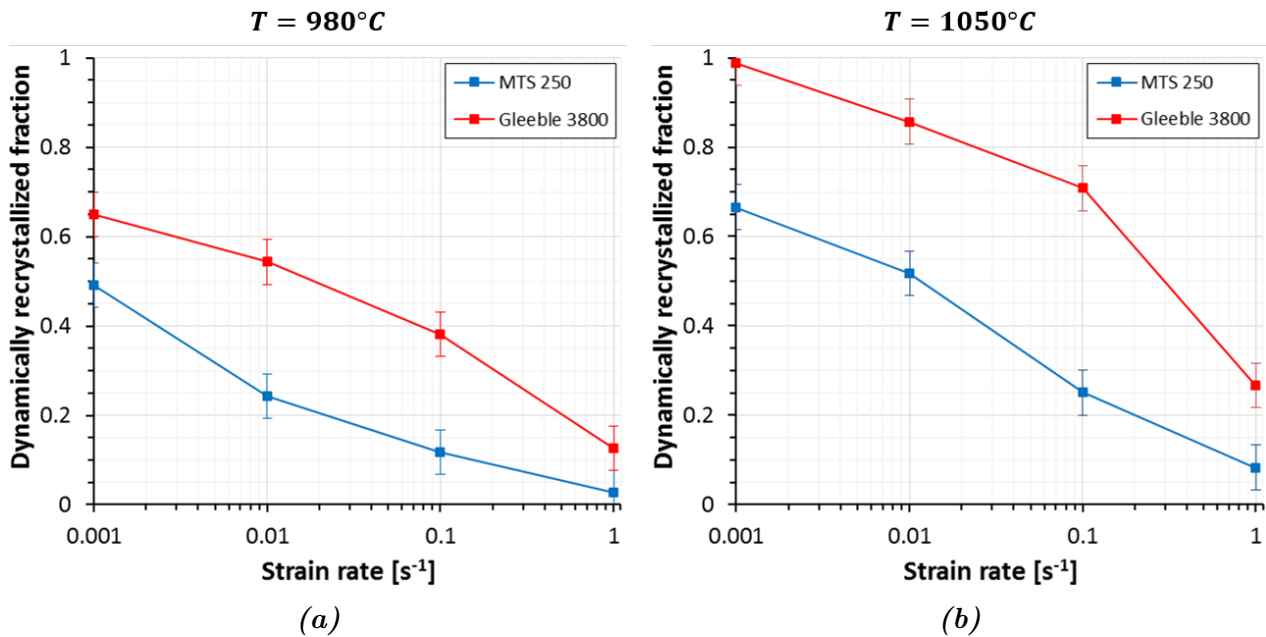


Figure 5.13 – Cinétiques DRX en fonction de la vitesse de déformation qui résultent d'essais sur la MTS 250 et sur la Gleeble 3800 a) à $T = 980^\circ\text{C}$ et b) à $T = 1050^\circ\text{C}$. Ces cinétiques DRX découlent de l'évaluation de la contribution des grains DRX et PDRX sur la fraction recristallisée totale présentée sur la **Figure 5.12**.

L'accélération de la cinétique DRX obtenue pour les essais réalisés sur la Gleeble 3800 peut également être détectée à partir des courbes d'écoulement qui en résultent. Celles-ci sont comparées, sur la **Figure 5.14**, aux courbes obtenues pour les essais effectués sur la MTS 250 dans les mêmes conditions. Comme le montre la **Figure 5.14a** pour les échantillons déformés à $T = 980^\circ\text{C}$ et à $\dot{\epsilon} < 1\text{ s}^{-1}$, le pic de contrainte apparaît pour des niveaux de déformation plus faibles et l'effondrement du niveau de contrainte est plus prononcé au-delà du pic dans le cas des échantillons déformés sur la Gleeble 3800. Elles reflètent donc bien le fait que la DRX soit accélérée avec ce dispositif. En accord avec une DRX inhibée (MTS 250) voire à peine déclenchée (Gleeble 3800) à $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$, les courbes d'écoulement obtenues sur la machine MTS 250 et sur la Gleeble 3800 sont superposées pour cette vitesse de déformation. Des observations similaires peuvent être faites pour les courbes d'écoulement obtenues à $T = 1050^\circ\text{C}$

(Figure 5.14b). Cependant, pour cette température, et contrairement aux courbes obtenues à $T = 980^\circ\text{C}$, les niveaux de contrainte initiaux (ceux atteints dans les premiers instants de la déformation) sont déjà plus faibles dans le cas des déformations sur la machine Gleeble 3800. Différentes raisons pouvant expliquer qu'à $T = 980^\circ\text{C}$ les niveaux de contraintes initiaux soient très proches pour les essais réalisés dans les mêmes conditions sur les deux machines alors que ce n'est plus le cas à $T = 1050^\circ\text{C}$ seront proposées au cours des discussions de la section 5.2. Notons que la comparaison des courbes d'écoulement de la Figure 5.14c qui résultent d'une déformation à température ambiante sur les deux dispositifs permet d'écarter la possibilité que les différences de niveaux de contrainte obtenus sur les deux dispositifs dans les mêmes conditions de déformation à chaud puissent être liées à la calibration des deux machines.

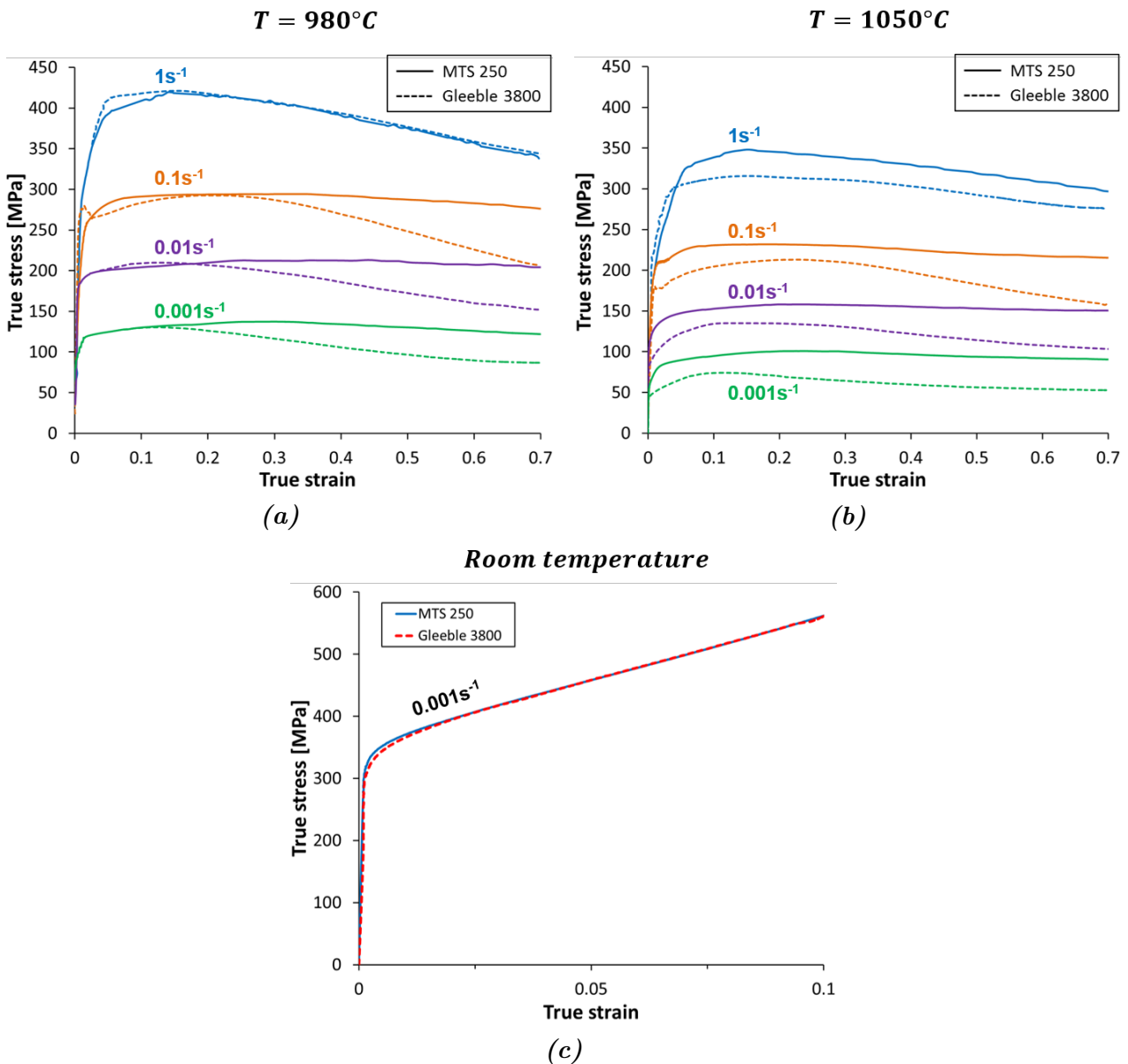


Figure 5.14 – Courbes contrainte vraie - déformation vraie des éprouvettes déformées sur la machine MTS 250 et sur la machine Gleeble 3800 pour a) $T = 980^\circ\text{C}$, $\varepsilon_{macro} = 0,7$ et $\dot{\epsilon} \in [0,001; 1]\text{s}^{-1}$, b) $T = 1050^\circ\text{C}$, $\varepsilon_{macro} = 0,7$ et $\dot{\epsilon} \in [0,001; 1]\text{s}^{-1}$, c) $\varepsilon_{macro} = 0,1$ et $\dot{\epsilon} = 0,001\text{s}^{-1}$ à température ambiante.

Il est toutefois constaté que le mode de chauffage ne modifie pas l'influence des paramètres thermomécaniques vis à vis de la cinétique DRX. La même influence de la vitesse de déformation sur la cinétique DRX est effectivement observée entre les essais effectués sur MTS 250 et ceux

effectués sur Gleeble 3800 (diminution progressive de la fraction DRX avec l'augmentation de la vitesse de déformation). Une remarque similaire peut également être faite concernant l'influence de la température de déformation. Indépendamment du mode de chauffage, l'effet classiquement observé sur la fraction DRX suite à une augmentation de la température de déformation est obtenu : pour ε et $\dot{\varepsilon}$ donnés, la fraction DRX augmente avec la température de déformation.

Bien que la contribution de la PDRX à la fraction recristallisée totale des échantillons trempés rapidement après déformation ait été quantifiée, notons qu'il n'est pas possible de discuter de l'influence du mode de chauffage sur la cinétique PDRX sur base de la **Figure 5.12**. En effet, pour les essais réalisés sur Gleeble 3800, le chauffage est coupé dès la fin de la déformation. Autrement dit, les évolutions post-dynamiques se font sans le passage d'un courant électrique dans l'échantillon. Cependant, au vu de l'effet du chauffage par effet Joule sur la SRX et sur la DRX, la PDRX devrait être elle aussi accélérée par ce type de chauffage.

Évolutions de la phase δ : confrontation

Sur la **Figure 5.15**, l'évolution de la fraction volumique de phase δ mesurée au centre des échantillons déformés sur la machine Gleeble 3800 en fonction de la vitesse de déformation (**Figure 5.15b**) est comparée à celle établie pour les échantillons déformés sur la MTS 250. En complément de la **Figure 5.15**, la structure de précipitation pour les deux vitesses extrêmes ($0,001 \text{ s}^{-1}$ et 1 s^{-1}) est également illustrée sur la **Figure 5.16** pour les échantillons déformés sur chacun de ces deux dispositifs.

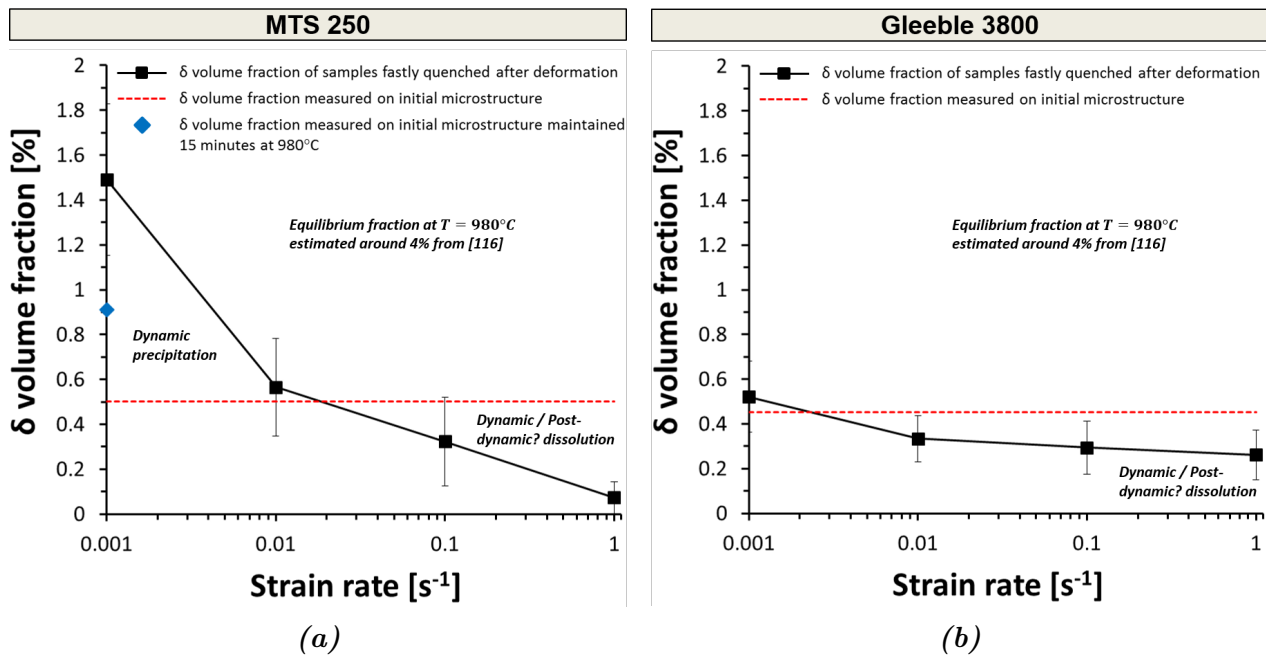


Figure 5.15 – Évolution de la fraction volumique de phase δ en fonction de la vitesse de déformation au centre des échantillons déformés à 980°C jusque $\varepsilon_{macro} = 0,7$ et à $\dot{\varepsilon} \in [0,001; 1] \text{ s}^{-1}$ sur a) MTS 250, et b) Gleeble 3800.

L'évolution de la fraction volumique de phase δ avec la vitesse de déformation qui résulte des essais sur Gleeble 3800 suit une tendance similaire à celle obtenue à partir des échantillons déformés sur MTS 250 : la quantité de phase δ mesurée sur les échantillons trempés rapidement après déformation diminue lorsque la vitesse de déformation s'élève. Cependant, même si les tendances sont similaires, les fraction mesurées pour une même vitesse de déformation sont parfois très différentes entre les deux dispositifs, en particulier pour les échantillons déformés

à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ (voir les **Figures 5.16a et b** également). Dans ces conditions, alors que la phase δ précipite massivement au cours de la déformation sur MTS 250, ce n'est pas le cas sur Gleeble 3800 (une quantité de phase δ à peine supérieure à celle de l'état initial est obtenue en fin de déformation).

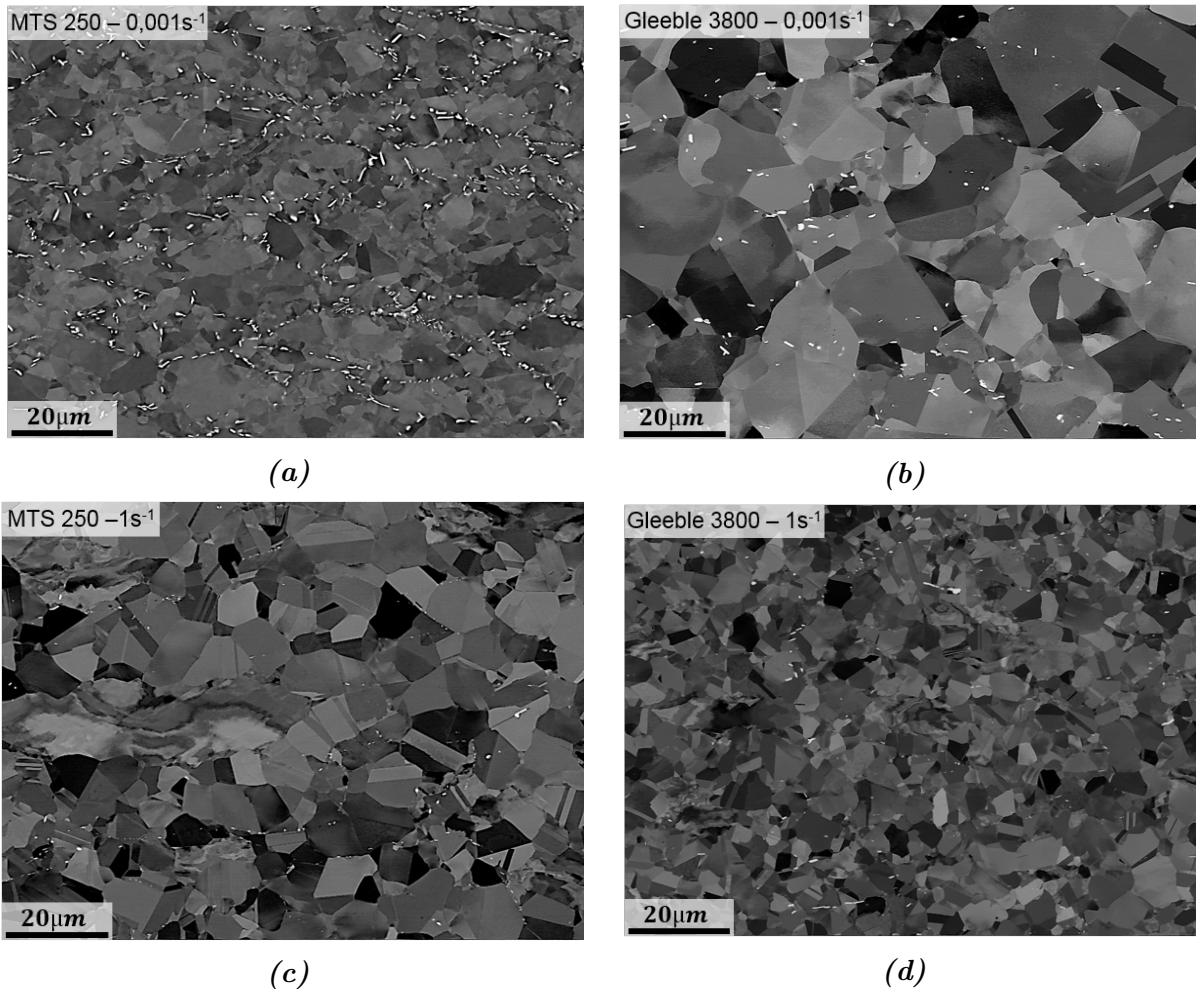


Figure 5.16 – Images BSE illustrant la précipitation δ au centre des échantillons déformés à 980°C et trempés rapidement après une déformation à a) $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ sur MTS 250, b) $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ sur Gleeble 3800, c) $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ sur MTS 350, et d) $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ sur Gleeble 3800.

Il n'est toutefois pas possible de mettre une différence de précipitation telle que celle observée pour $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ seulement sur le compte d'un effet direct du courant électrique. Comme précédemment discuté au chapitre 4, les dislocations font office de chemins privilégiés pour la diffusion du niobium de la matrice vers les particules δ (ou inversement dans le cas de la dissolution), ce qui explique que des densités de dislocations plus élevées ont tendance à accélérer la cinétique de précipitation δ . Il se peut donc que l'effet du mode de chauffage sur la précipitation δ ici observé soit indirect. Puisque la recristallisation dynamique est accélérée dans le cas du chauffage par effet Joule, cela implique que la densité de dislocations moyenne dans ces échantillons est plus faible que dans ceux déformés sur la MTS 250 (excepté au tout début de la déformation lorsque la DRX n'est pas initiée). Les courbes d'écoulement obtenues à 980°C et $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ de la **Figure 5.14a** en sont d'ailleurs de bons témoins. La précipitation dynamique très limitée de la phase δ à $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$ pour l'échantillon déformé sur la Gleeble 3800 pourrait donc n'être qu'une conséquence de l'accélération de sa cinétique DRX.

5.2 Origine de l'influence du chauffage par effet Joule sur les cinétiques de recristallisation : discussion

Dans cette section trois hypothèses (H1, H2 et H3) pour expliquer l'influence du mode de chauffage sur les phénomènes de recristallisation observée dans la section 5.1 sont proposées et discutées. Les travaux de la littérature ayant mis en évidence l'influence du passage d'un courant électrique (chauffage par effet Joule ou impulsions électriques) sur les phénomènes de recristallisation, ont directement conclu à un effet du passage d'électrons dans la microstructure (H3). Avant de considérer cette hypothèse H3 plus sérieusement, il a d'abord été vérifié si d'autres « biais » induits lors du chauffage des échantillons par effet Joule étaient en mesure d'impacter les résultats présentés en section 5.1. Deux « biais » (qui de plus sont potentiellement liés entre-eux) susceptibles d'influencer les cinétiques de recristallisation ont été identifiés dans ces travaux. Il s'agit des hypothèses notées H1 et H2, dans lesquelles les microstructures initiales et le gradient de température radial dans les éprouvettes chauffées par effet Joule sont pris en considération. Notons également qu'au travers des discussions/investigations menées dans les hypothèses H1 et H2, l'impact du mode de chauffage sur d'autres phénomènes métallurgiques tels que la précipitation ou la restauration est également pointé du doigt.

5.2.1 H1 : Différentes microstructures initiales ?

Comme précisé à plusieurs reprises dans ce manuscrit, la microstructure initiale (microstructure avant déformation) est déterminante pour les évolutions de microstructure en mise en forme. Elle peut notamment influencer les cinétiques DRX. Il a été montré sur la **Figure 5.8** qu'au cours d'un traitement thermique statique (1 h à 980 °C le cas échéant), des différences significatives de microstructures pouvaient être observées entre un chauffage par effet Joule et un chauffage résistif.

Dans notre étude, les échantillons utilisés pour accéder aux cinétiques DRX sont chauffés et maintenus à la température d'essai pendant 5 minutes (voir les **Figures 5.7 et 5.9**). Autrement dit, avant leur déformation, ils ont déjà subi un court traitement thermique réalisé par le biais de deux modes de chauffage différents (chauffage conventionnel pour les essais sur MTS 250 et par effet Joule pour les essais sur la Gleeble 3800). Il est donc légitime de se demander dans quelle mesure le chauffage par effet Joule peut modifier la microstructure obtenue avant la déformation de l'échantillon. Dans cette section, on s'interroge donc sur l'influence du mode de chauffage sur les évolutions de microstructures qui interviennent au cours du chauffage statique des échantillons (montée + maintien en température) avant leur déformation, l'objectif étant de répondre aux deux questions suivantes :

- Est-ce que des microstructures initiales (i.e. juste avant déformation) différentes de celles des essais sur la MTS 250 sont obtenues pour les échantillons testés sur la Gleeble 3800 ?
- Si oui, est ce que les différences de microstructure initiale sont en mesure d'expliquer, au moins en partie, les différences de cinétique DRX obtenues dans la section 5.1.2 ?

La microstructure au centre d'un échantillon chauffé à 980 °C sur la machine Gleeble 3800, maintenu pendant 5 minutes, puis trempé à l'eau, a été caractérisée. Cette microstructure correspond à la microstructure initiale des essais de compression à 980 °C réalisés sur Gleeble 3800. Elle est comparée, sur la **Figure 5.17**, à la microstructure initiale des essais de compression à 980 °C réalisés sur la MTS 250, qui a déjà été présentée au chapitre 3. Dans le même esprit, les microstructures initiales associées aux essais de compression à 1050 °C pour chacun des deux dispositifs sont comparées via deux cartographies du KAM sur la **Figure 5.18**. Les caractéristiques microstructurales mesurées sur l'ensemble de ces états initiaux (essais de compression à 980 °C et à 1050 °C pour chacune des deux machines) sont synthétisées dans le **Tableau 5.2**.

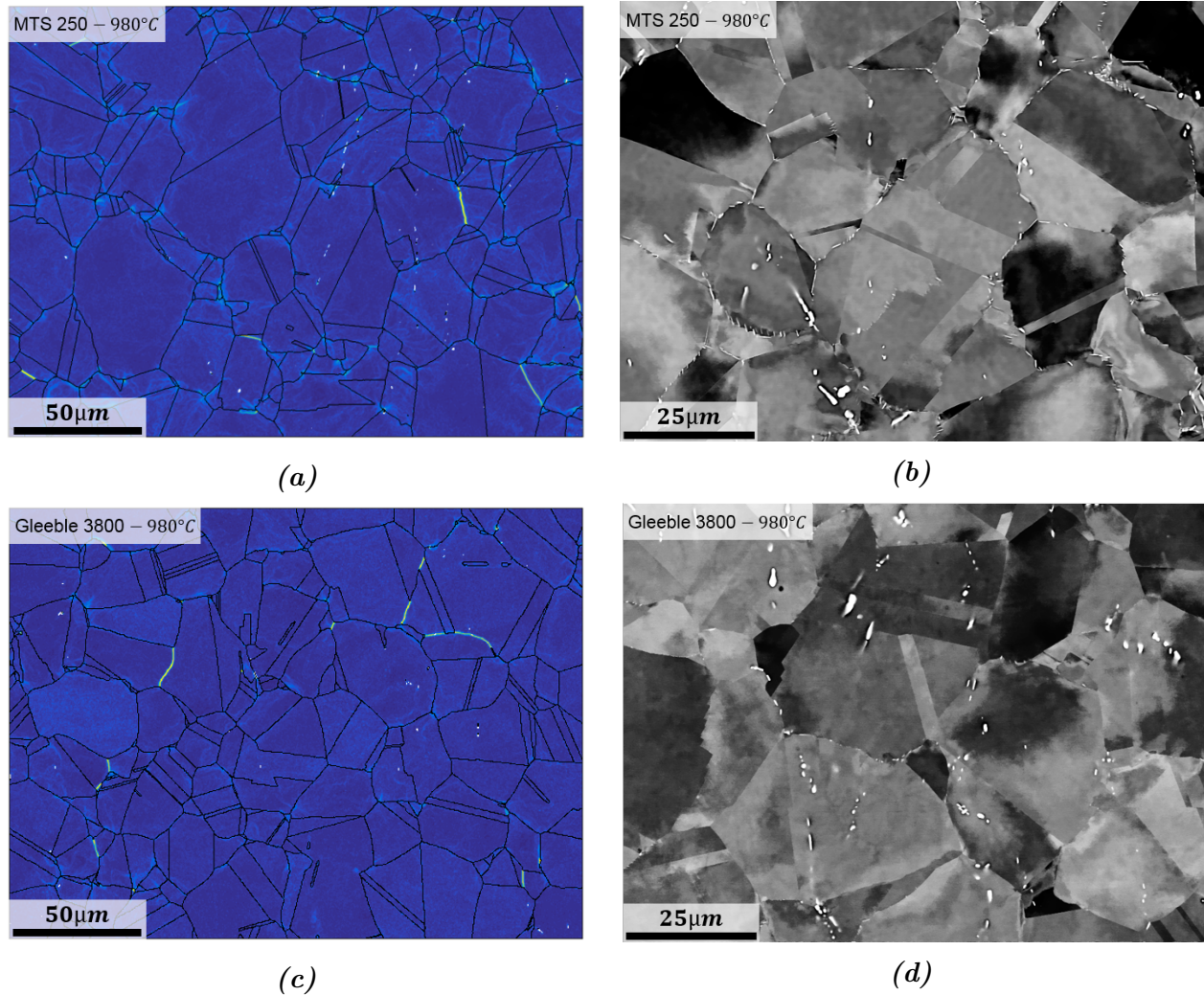


Figure 5.17 – Comparaison des microstructures initiales (celles après la montée et le maintien en température, c'est-à-dire juste avant le début de la déformation) pour les échantillons déformés sur a), b) MTS 250 (il s'agit de la microstructure initiale déjà présentée dans la section 3.1.2 du chapitre 3), et c), d) Gleeble 3800. Pour chacune des deux microstructures initiales, la cartographie du KAM est présentée en a) et en c), et une image BSE illustrant la précipitation δ est proposée en b) et en d).

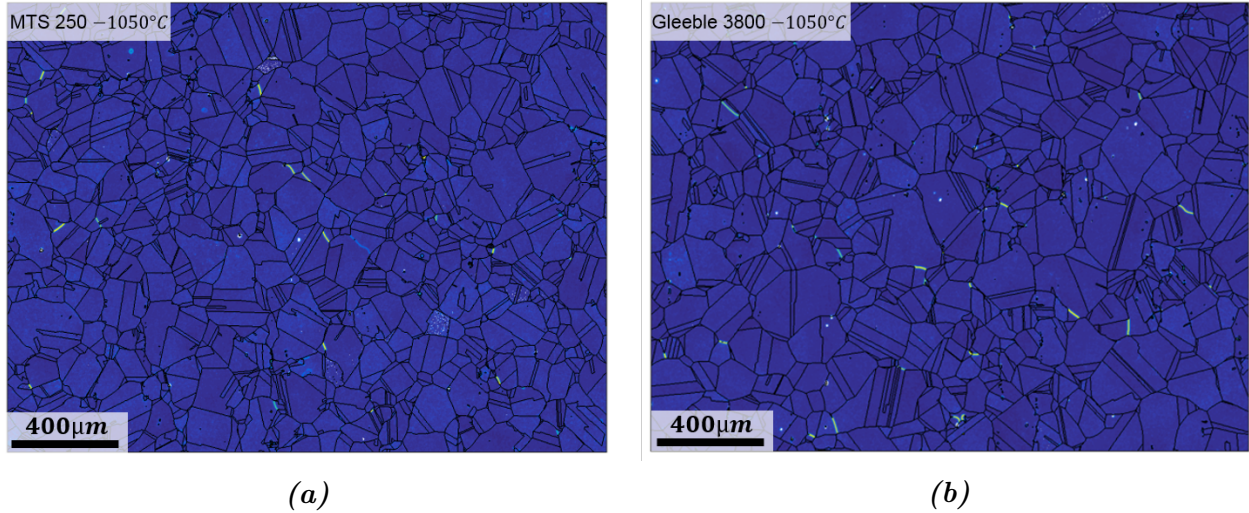


Figure 5.18 – Cartographies du KAM des microstructures initiales pour les échantillons déformés à 1050 °C sur a) la MTS 250, et b) la Gleeble 3800. Ces deux jeux de données EBSD ont été acquis avec un pas de mesure de 2 µm.

Après 5 min à	Après 5 min à		Après 5 min à			
	980 °C	MTS 250	Gleeble 3800	980 °C	MTS 250	Gleeble 3800
$\overline{\phi_{eq}}$ [µm]		23	23	$\overline{\phi_{eq}}$ [µm]	62	72
\overline{KAM} [°]		0,17	0,14	\overline{KAM} [°]	0,11	0,11
f_{δ} [%]		0,5	0,3	f_{δ} [%]	–	–

Tableau 5.2 – Caractéristiques des microstructures initiales pour les échantillons déformés à 980 °C (**Figure 5.17**) et à 1050 °C (**Figure 5.18**) sur la MTS 250 et sur la Gleeble 3800.

Comme le montrent les **Figures 5.17 et 5.18** ainsi que les données du **Tableau 5.2**, même si quelques petites différences entre les microstructures initiales des essais à 980 °C et à 1050 °C sur MTS la 250 et sur la Gleeble 3800 peuvent être observées, celles-ci ne sont pas très prononcées.

Contrairement à la **Figure 5.8** qui montrait, en section 5.1.2, un fort impact du mode de chauffage sur la précipitation δ obtenue après un traitement thermique de 1 h à 980 °C, ici, le temps de maintien à 980 °C est a priori trop court pour qu’une différence de précipitation significative soit observée entre les deux états initiaux. Cependant, si on se réfère aux cartographies du KAM de la **Figure 5.17**, il peut être observé qu’un niveau d’écrouissage inférieur est obtenu pour la microstructure initiale des essais sur Gleeble 3800, ce qui se traduit quantitativement par une valeur moyenne de KAM plus faible mesurée sur cette microstructure (voir **Tableau 5.2**). Puisque les éprouvettes sont prélevées au même endroit de la billette, il y a très peu de chance que cette différence d’écrouissage des deux microstructures initiales existe déjà sur la microstructure prélevée. En accord avec ce qui avait déjà été observé sur la **Figure 5.8**, cela suggère donc que le chauffage par effet Joule aurait également tendance à favoriser le phénomène de restauration. Fabrégue et al. avaient d’ailleurs eux-aussi observé une tendance similaire dans leurs travaux sur du cuivre pur [96]. Notons toutefois que cet écart d’écrouissage initial ne peut pas être tenu pour responsable des différences relevées sur les cinétiques DRX. En effet, une densité de dislocations plus élevée devrait théoriquement aboutir à un déclenchement de la DRX plus rapide (densité de dislocations critique atteinte plus tôt lors de la déformation). Ce n’est pas ce qui est observé en section 5.1.2.

Aucune différence d'écroissage initial n'est constatée entre les essais de compression à 1050 °C réalisés sur MTS 250 et ceux réalisés sur Gleeble 3800 (voir la **Figure 5.18** et le **Tableau 5.2**). Suite au traitement thermique de 1 h à 1050 °C au cours duquel la restauration et la croissance de grains opèrent, la densité de dislocations dans la microstructure est déjà faible avant le début de la montée en température et du maintien de 5 minutes qui précède la compression (voir la cartographie du KAM de la microstructure obtenue suite au traitement de 1 h à 1050 °C présentée en **Figure 5.2** et pour laquelle la valeur moyenne de KAM associée est également $\overline{KAM} = 0,11^\circ$). Une petite différence de taille de grains est cependant relevée entre les deux microstructures initiales des essais à 1050 °C. Mais une fois de plus, les différences de cinétiques DRX obtenues en section 5.1.2 pour cette température ne peuvent pas être mises sur le compte de cet écart de taille de grains. D'une part l'écart est relativement faible, et d'autre part, une taille de grains initiale plus élevée a tendance à ralentir la cinétique DRX (moins de sites de germination pour les grains DDRX). Par contre, cette différence de taille de grains entre les échantillons déformés à 1050 °C sur la MTS 250 et ceux déformés sur la Gleeble 3800 pourrait contribuer aux écarts de contraintes initiales relevées sur les courbes d'écoulement de la **Figure 5.14b** pour les mêmes conditions de déformation.

L'hypothèse H1 selon laquelle les différences de cinétique DRX observées en section 5.1.2 seraient au moins en partie dues à des microstructures initiales différentes pour les deux dispositifs peut donc être écartée.

5.2.2 H2 : Gradient de température radial ?

Évaluation expérimentale du gradient de température radial

Pour les éprouvettes chauffées sur la Gleeble 3800, contrairement au gradient de température axial qui peut être appréhendé via la mesure de la température au centre (TC2) et en périphérie (TC1 et TC3) des échantillons, il est beaucoup plus difficile de se faire une idée du gradient de température radial. Dans une récente étude, Semiatin et al. [137] ont développé une approche expérimentale ingénieuse pour tenter d'estimer ce gradient de température radial lors du chauffage d'éprouvettes de torsion en SMT001 (superalliage base nickel γ/γ' issu de la métallurgie des poudres) sur une machine Gleeble 3800. Dans cette approche qui est illustrée plus en détails sur la **Figure 5.19**, la précipitation γ' est utilisée en tant que signature microstructurale de la température. Après avoir maintenu deux éprouvettes de torsion à température élevée ($T = 1035^\circ\text{C}$ pour l'une, et $T = 1104^\circ\text{C}$ pour l'autre) pendant des temps suffisamment longs (30 min) pour que la précipitation γ' puisse atteindre sa fraction d'équilibre aux températures considérées, Semiatin et al. ont mesuré la fraction de phase γ' en différentes positions r le long du rayon (de longueur $a = 5\text{ mm}$) de ces deux éprouvettes (voir les **Figures 5.19b et c**). En considérant l'évolution de la fraction d'équilibre de phase γ' en fonction de la température, la température effective réellement atteinte le long du rayon au cours du maintien a pu être estimée (**Figure 5.19a**). En adoptant une telle approche, ils relèvent une différence de température entre le centre de l'éprouvette ($\frac{r}{a} = 0$) et sa périphérie ($\frac{r}{a} = 0,8$) de l'ordre de 20 °C pour le traitement à 1104 °C (et 15 °C pour celui à 1035 °C). Autrement dit, cela suggère que la température au centre des échantillons est plus élevée que celle qui est mesurée/réglée en périphérie.

Notons tout de même qu'affecter une valeur de température aux fractions de phase γ' mesurées après les traitements thermiques effectués sur la Gleeble 3800 tel que cela est fait dans les travaux de Semiatin et al. reste quelque peu discutable. Au vu des résultats de la littérature et de ceux illustrés sur la **Figure 5.8**, il n'est pas à exclure que le passage du courant électrique puisse impacter la précipitation γ' , comme par exemple sa cinétique. Dans le cas où le courant électrique aurait un effet ralentissant sur la cinétique de précipitation, il n'est pas

garanti que les fractions d'équilibres γ' aux différentes températures soient atteintes à l'issue des traitements sur la Gleeble. Par conséquent il existe une chance pour que les fractions de phase γ' mesurées dans les travaux de Semiatin et al. ne soient pas celles d'équilibre, remettant ainsi en cause les valeurs de température locales déduites de l'évolution de la fraction d'équilibre γ' en fonction de la température. Cette remarque ne change cependant pas l'information intéressante à extraire des travaux de Semiatin et al. puisque l'évolution de la fraction de phase γ' le long du rayon témoigne très probablement de l'existence d'un gradient de température radial dans les éprouvettes. Il faut juste considérer les valeurs de température déduites des fractions γ' avec précautions.

Même si ce n'est pas la question dans les travaux de Semiatin et al. [137], de tels résultats seraient en mesure d'expliquer pourquoi les cinétiques SRX et DRX obtenues en section 5.1 sont plus rapides dans le cas des essais sur Gleeble 3800 par rapport aux autres essais. En effet, pour l'établissement des cinétiques, les microstructures sont comparées au centre des échantillons. Celles caractérisées sur les éprouvettes provenant des essais Gleeble 3800 résulteraient en fait d'un traitement thermique ou thermomécanique réalisé à une température plus élevée que la température nominale, et donc, plus élevée que celle subie par les microstructures des échantillons obtenues avec un chauffage conventionnel.

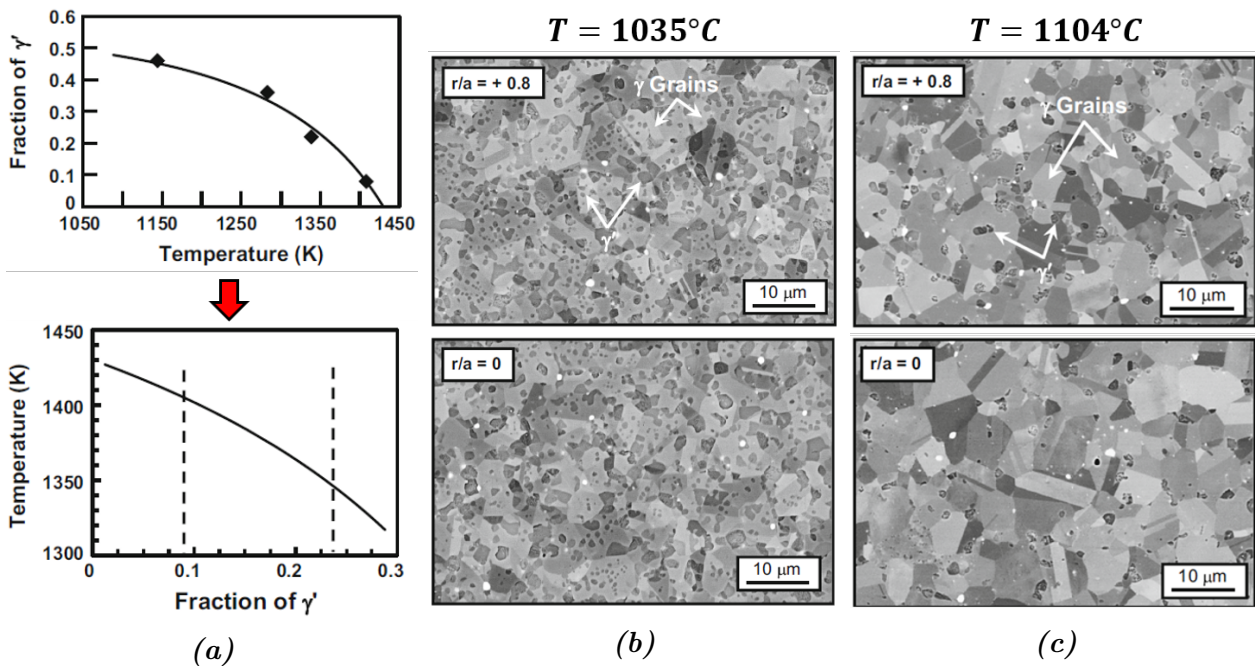


Figure 5.19 – Stratégie mise en oeuvre par Semiatin et al. [137] pour mettre en évidence et quantifier expérimentalement le gradient de température radial existant dans les éprouvettes chauffées par effet Joule sur une machine Gleeble 3800. Les éprouvettes utilisées sont les éprouvettes de torsion SMT001 (dimensions de la partie utile : $\phi 10\text{ mm} \times 20\text{ mm}$) recommandées par le constructeur Gleeble.

En s'inspirant de Semiatin et al. [137], une approche similaire a été adoptée dans nos travaux pour tenter de mettre en évidence l'existence du gradient thermique radial dans les éprouvettes déformées sur la Gleeble 3800 à 980°C . La fraction de phase δ a donc été quantifiée le long du rayon de l'éprouvette ayant été traitée à 980°C pendant 1 h sur ce dispositif, l'objectif étant ici d'utiliser la précipitation δ comme signature de la température locale. L'évolution de cette fraction en fonction de la position $\frac{r}{a}$ le long du rayon est reportée sur le graphique de la **Figure 5.20**. Elle y est notamment comparée à celle obtenue sur un échantillon ayant subi exactement le même traitement thermique, mais dans un four résistif. En complément

des analyses quantitatives, la **Figure 5.21** illustre la précipitation δ en différents points de la **Figure 5.20** pour l'échantillon traité sur la Gleeble 3800.

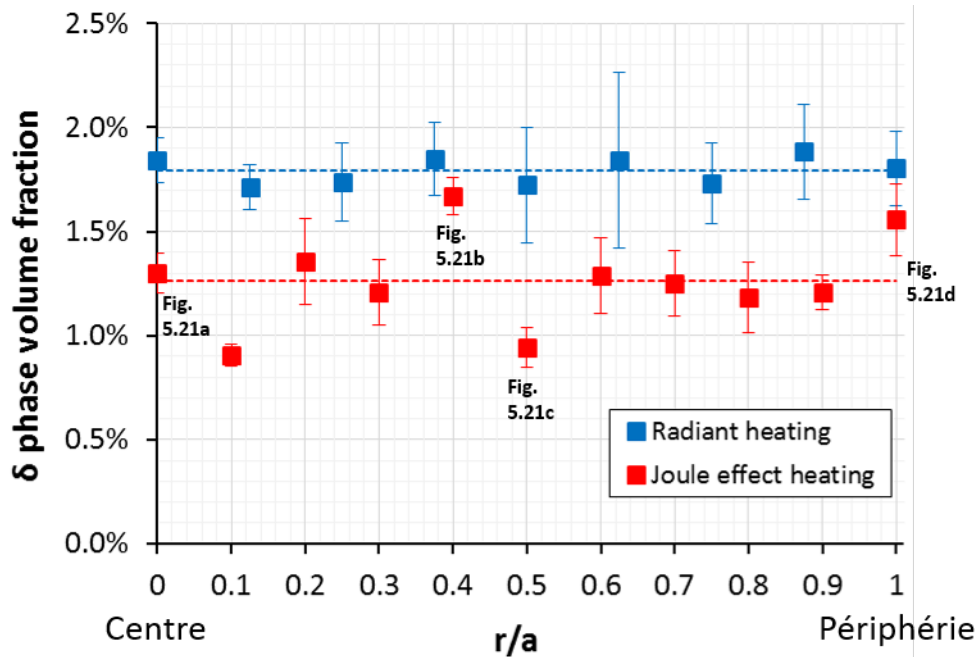


Figure 5.20 – Évolution de la fraction de phase δ mesurée le long du rayon d'une éprouvette cylindrique à l'issue d'un traitement thermique de 1 h à 980 °C effectué dans un four conventionnel (marqueurs bleus) ou sur la Gleeble 3800 (marqueurs rouges). La fraction de phase δ moyenne le long du rayon est représentée en traits discontinus pour chacun des deux modes de chauffage. La précipitation δ en certains points de l'échantillon traité sur la Gleeble 3800 est illustrée sur la **Figure 5.21**.

Comme cela a déjà été suggéré plus tôt dans ce chapitre (voir la section 5.1.2), les valeurs moyennes de fraction de phase δ représentées en traits interrompus sur la **Figure 5.20** confirment que, pour une même microstructure de départ et pour un même temps de traitement (1 h) à 980 °C, la fraction de phase δ obtenue est plus faible lorsque le traitement se fait par effet Joule sur la Gleeble 3800. Toutefois, notons qu'il a été remarqué dans la section 5.2.1 que le phénomène de restauration est accéléré pour les échantillons traités sur la Gleeble 3800. Il est donc probable qu'une plus faible densité de dislocations contribue au fait que la cinétique de précipitation soit plus lente dans le cas du traitement sur la Gleeble 3800 que pour le traitement au four, et donc, que les fractions volumiques de phase δ obtenues soient plus faibles.

Il est également observé que les fractions volumiques de phase δ mesurées le long du rayon sont plus dispersées autour de la valeur moyenne pour l'échantillon traité sur la Gleeble 3800 par rapport à celui traité conventionnellement. Une telle dispersion peut également être observée à partir des images BSE de la **Figure 5.21**. Alors que les images BSE des **Figures 5.21b et c** ont été obtenues pour des positions voisines, la différence de quantité de phase δ est très marquée. La dispersion des mesures pour l'éprouvette traitée sur la Gleeble 3800 ne permet pas de dégager une tendance nette concernant l'évolution de la quantité de phase δ le long du rayon. Par conséquent, il semble difficile de conclure objectivement sur l'ampleur du gradient de température radial dans les éprouvettes chauffées à 980 °C par effet Joule sur ce dispositif à partir des résultats de la **Figure 5.20**. Retenons simplement que dans ces conditions ($T = 980$ °C), il semble insuffisant pour induire une tendance marquée sur l'évolution de la quantité de phase δ le long du rayon de l'éprouvette.

De plus, même si le phénomène semble amplifié sur la **Figure 5.21b** du fait de la grande quantité de phase δ qui lui est associée, la tendance qu'a une partie des particules δ à s'aligner verticalement (dans la direction de circulation du courant électrique) est observée tout le long du rayon. On note également que la précipitation est majoritairement intragulaire, contrairement à ce qui est classiquement observé (précipitation plutôt aux joints de grains). Il semble donc exister un lien fort entre la direction du courant et le caractère directionnel de la précipitation d'une partie des particules δ . Au vu de la dispersion des fractions de phase δ mesurées le long du rayon d'une part, et du caractère directionnel de cette précipitation d'autre part, il est ici fortement suggéré que le passage d'un courant électrique impacte directement la précipitation δ , et ce indépendamment du fait que ce type de chauffage favorise également le phénomène de restauration. Le fait que la précipitation des particules soit majoritairement intragranulaire vient un peu plus consolider cette conclusion.

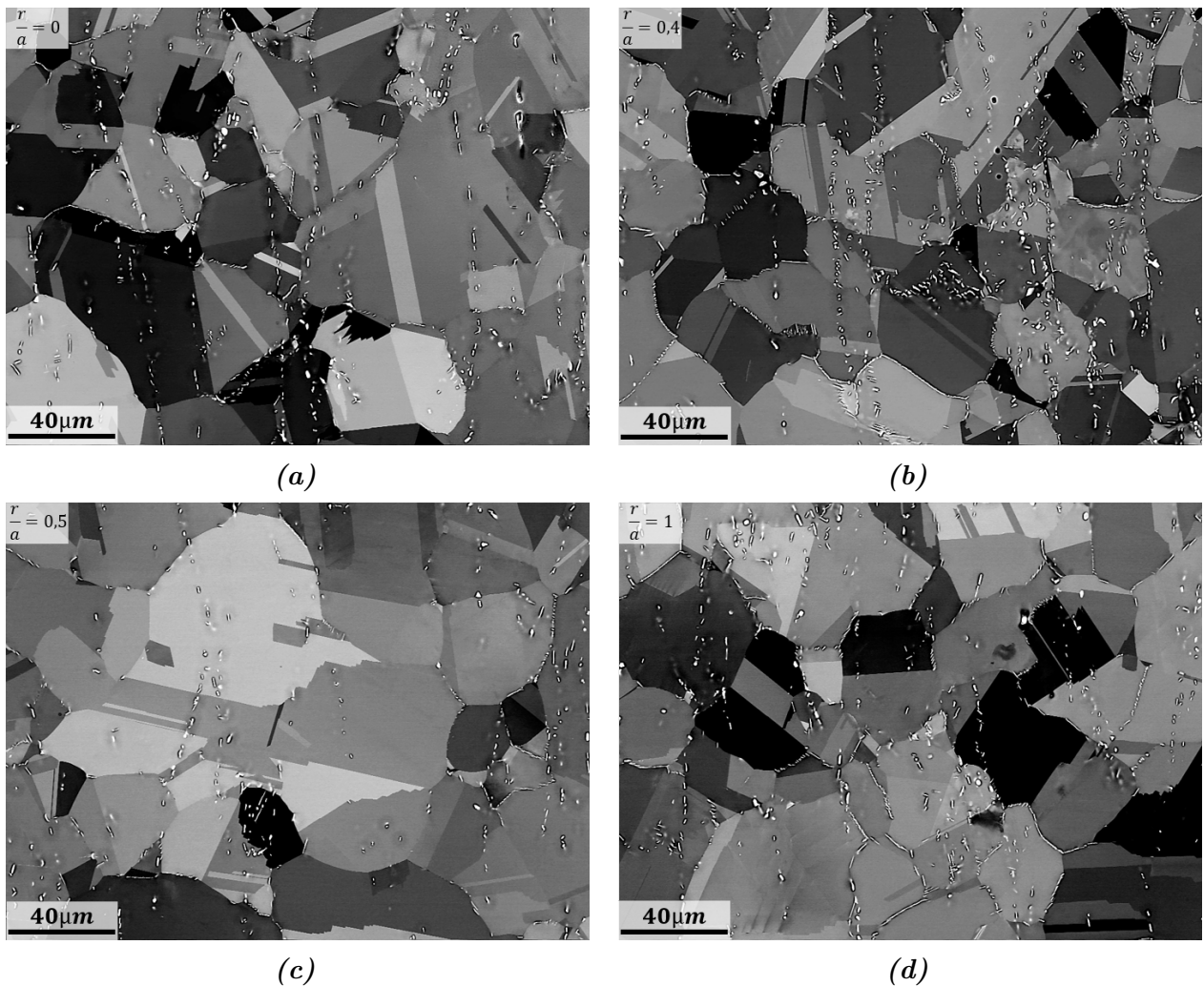


Figure 5.21 – Illustration de la précipitation δ (images BSE) pour différentes positions $\frac{r}{a}$ le long d'une éprouvette cylindrique traitée thermiquement à 980 °C pendant 1 h sur la Gleeble 3800. a) $\frac{r}{a} = 0$, b) $\frac{r}{a} = 0,4$, c) $\frac{r}{a} = 0,5$, d) $\frac{r}{a} = 1$.

Modélisation du gradient de température radial

Afin de compléter l’approche expérimentale employée pour se faire une idée de l’ampleur du gradient thermique radial induit lors du chauffage des éprouvettes par effet Joule sur la Gleeble 3800, celui-ci a également été estimé en ayant recours à un modèle. Le système considéré pour modéliser le profil de température le long du rayon $T(r)$ dans le cas du chauffage des éprouvettes sur la Gleeble 3800 est illustré sur la **Figure 5.22**. Dans le cas idéal où le gradient de température axial est négligé⁴, il est montré dans l’annexe A que le profil de température le long du rayon $T(r)$ peut être évalué via l’équation 5.1.

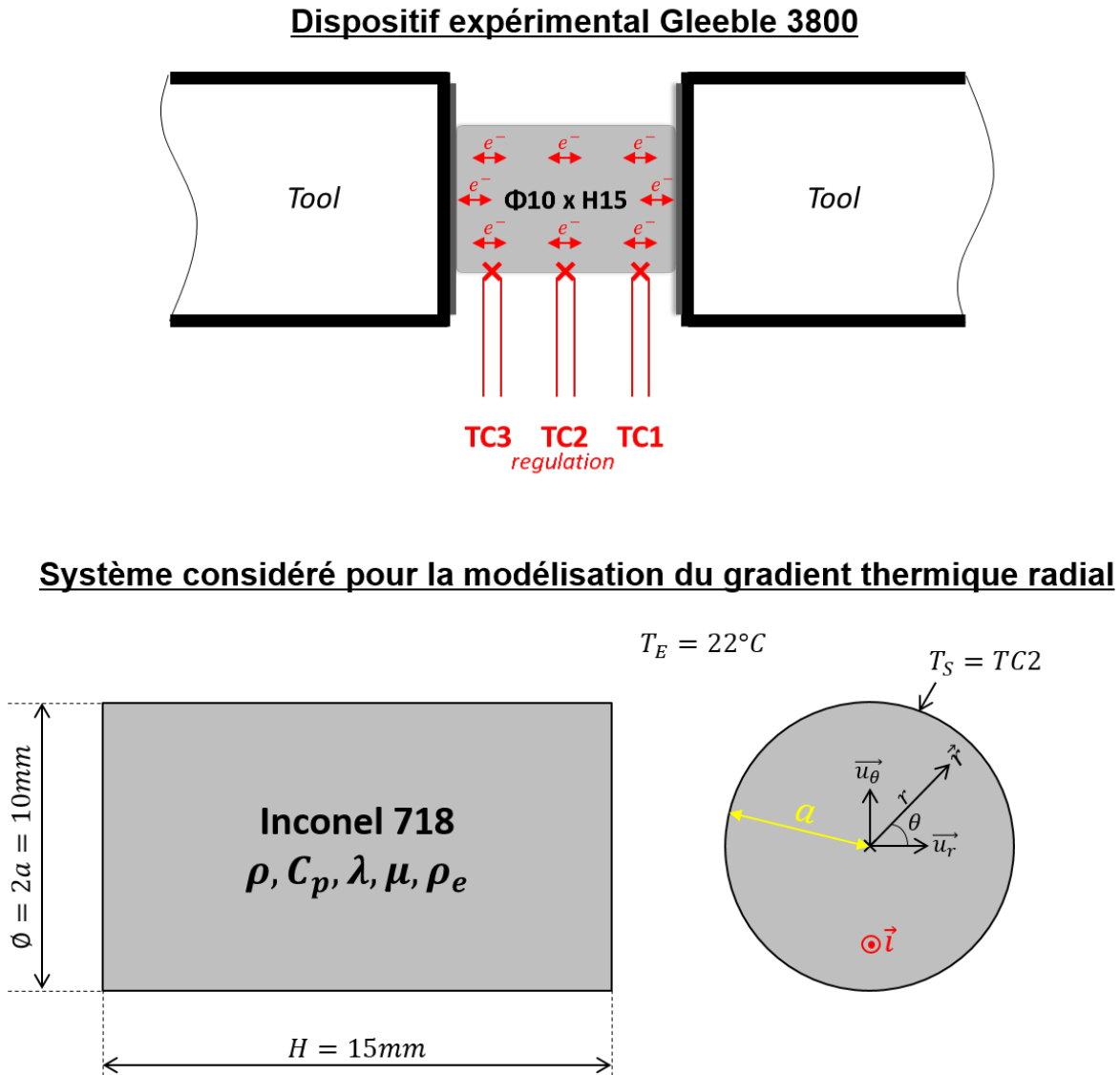


Figure 5.22 – Schéma du dispositif Gleeble 3800 et paramétrage du système considéré pour la modélisation de l’évolution de la température T le long du rayon r des éprouvettes cylindriques chauffées par effet Joule sur la Gleeble 3800.

$$T(r) = \frac{\rho_e I_{eff}^2}{4\lambda\pi^2 a^4} (a^2 - r^2) + T_S \tag{5.1}$$

4. Notons que cela reste quelque peu simpliste par rapport à la réalité puisque l’écart entre la température de régulation (TC2) et les températures mesurées en périphérie (TC1 et TC3) peut aller jusque de 5 °C.

avec :

ρ_e : la résistivité électrique ($\approx 1,25 \cdot 10^{-6} \Omega \text{ m}$ pour l’Inconel 718)

I_{eff} : l’intensité efficace du courant électrique alternatif qui traverse l’échantillon en régime stationnaire. Celui-ci est mesuré et dépend de la température à laquelle les éprouvettes sont maintenues.

λ : la conductivité thermique ($\approx 30 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ pour l’Inconel 718 dans la gamme de température considérée)

a : le rayon des éprouvettes cylindriques utilisées pour les essais sur la Gleeble 3800 ($a = 5 \text{ mm}$)

T_S : la température imposée en surface. Elle est prise égale à la température régulée sur les éprouvettes (TC2).

En moyenne, un courant d’intensité efficace $I_{eff} \approx 400 \text{ A}$ et $I_{eff} \approx 675 \text{ A}$ circule à travers les éprouvettes lorsqu’elles sont régulées sur TC2 à 980°C et à 1050°C respectivement. En considérant ces valeurs de courant, le profil du gradient de température $\Delta T(r) = T(r) - T_S$ résultant de l’équation 5.1 a pu être tracé sur la Figure 5.23 dans le cas d’un maintien à 980°C (Figure 5.23a) et d’un maintien à 1050°C (Figure 5.23b). Sur cette figure, pour chacune des deux températures, le profil $\Delta T(r)$ obtenu via l’équation 5.1 est comparé à celui donné par l’équation 5.2.

$$\Delta T(r) = T(r) - T_S = \frac{a(T_S - T_E)H_r}{2\lambda} \left(1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right) \quad (5.2)$$

avec :

T_E : la température environnante. Elle a été mesurée à 22°C dans la salle climatisée qui accueille la Gleeble 3800.

H_r : le coefficient de transfert thermique entre la surface de l’échantillon et l’air environnant ($H_r \approx 130 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ lorsque $T_S = 980^\circ\text{C}$, et à $H_r \approx 150 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ lorsque $T_S = 1050^\circ\text{C}$)

Cette équation a été établie dans les travaux de Semiatin et al. [137] qui ont également tenté de modéliser le profil de température radial $T(r)$ en considérant un système similaire à celui schématisé sur la Figure 5.22. La seule différence entre l’approche développée par Semiatin et al. et la nôtre réside dans la façon d’évaluer la source de chaleur, ce qui donne lieu à des expressions différentes de $T(r)$, et donc, à des profils $\Delta T(r)$ qui diffèrent quelque peu sur la Figure 5.23. En effet, pour l’établissement de l’équation 5.1, la chaleur notée A produite par effet Joule a été calculée de manière directe, à partir des caractéristiques du courant électrique (voir Annexe A). En revanche, dans les travaux de Semiatin et al., la chaleur A produite par l’effet Joule est calculée de manière indirecte, en faisant l’hypothèse qu’en régime stationnaire la totalité de celle-ci est perdue par radiation à la surface de l’échantillon [137]. Cela se traduit par l’équation 5.3, et permet donc de calculer A indirectement, en fonction des autres paramètres du modèle.

$$\pi a^2 A = 2\pi a H_r (T_S - T_E) \iff A = \left(\frac{2H_r}{a} \right) (T_S - T_E) \quad (5.3)$$

En accord avec les observations expérimentales faites dans les travaux de Semiatin et al. [137], la modélisation du profil de température $T(r)$ décrit une augmentation de la température du bord vers le centre de l’échantillon chauffé par effet Joule. L’écart de température entre le centre et la périphérie des échantillons est d’autant plus grand que la température régulée en surface est élevée. Notons que le profil $\Delta T(r)$ donné par le modèle de Semiatin et al. (équation

5.2) reste tout de même moins sensible à l'augmentation de la température nominale que celui proposé dans nos travaux (équation 5.1). Lorsque la température nominale est de 980 °C, le gradient de température radial reste relativement faible. Si on considère le profil $\Delta T(r)$ obtenu dans nos travaux (équation 5.1), à cette température, un écart de l'ordre de 7 °C entre le bord et le centre de l'échantillon est relevé. Selon le modèle de Semiatin et al., celui-ci est d'environ 10 °C dans les mêmes conditions. Ce faible gradient thermique radial calculé pour $T = 980$ °C est plutôt en accord avec le fait qu'aucune évolution significative de la quantité de phase δ n'ait été observée le long du rayon dans notre approche expérimentale (Figure 5.20). En revanche, lorsque la température nominale s'élève à 1050 °C, le gradient de température devient beaucoup plus conséquent. Dans ce cas, l'équation 5.1 donne une différence de température de l'ordre de 20 °C entre la périphérie et le milieu de l'éprouvette. Une telle influence de la température nominale sur l'ampleur du gradient de température radial qui prend place dans les éprouvettes chauffées par effet Joule est une autre explication possible⁵ aux écarts de niveaux de contrainte initiaux observés en section 5.1.2 entre les éprouvettes déformées à 1050 °C sur la Gleeble 3800 et sur la MTS 250. Cette explication est d'autant plus plausible que les niveaux de contrainte initiaux obtenus lors des essais Gleeble 3800 et MTS 250 sont proches pour $T = 980$ °C (voir la Figure 5.14), température pour laquelle le gradient de température radial calculé reste bien plus faible. L'influence de la température nominale sur l'ampleur du gradient de température radial pourrait également expliquer pourquoi Semiatin et al. ont pu mettre en évidence ce gradient expérimentalement. Pour rappel, dans leurs travaux, les échantillons ayant servi à le mettre en évidence expérimentalement ont été traités à 1035 °C et à 1104 °C. A de telles températures, le gradient thermique radial effectif sur les éprouvettes est plus prononcé que celui induit à 980 °C sur l'éprouvette considérée dans notre étude.

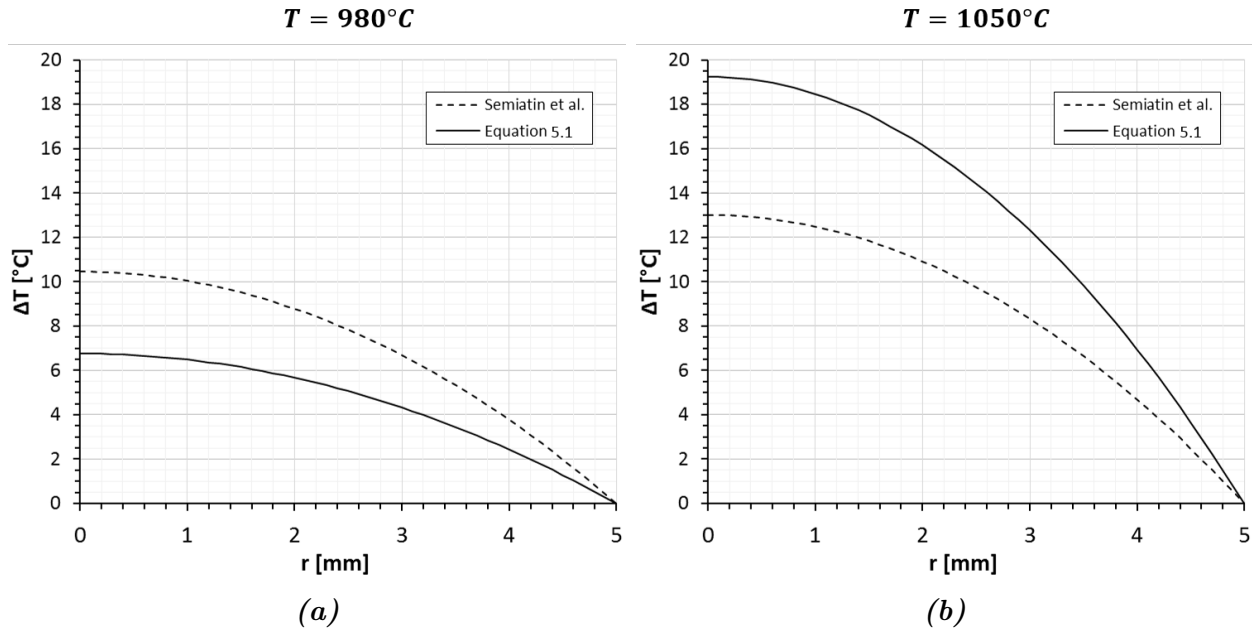


Figure 5.23 – Ecart ΔT entre la température calculée à la position r le long du rayon et celle régulée en périphérie de l'échantillon ($r = a = 5$ mm), en régime stationnaire, lorsque que la température est régulée par effet Joule à a) $T = 980$ °C, b) $T = 1050$ °C. Les profils $\Delta T(r)$ représentés en traits continus ont été obtenus à partir de l'équation 5.1 établie dans ces travaux en annexe A. Ils sont comparés aux profils représentés en traits discontinus qui ont été obtenus à partir de la solution proposée par Semiatin et al. [137] (équation 5.2).

5. En plus de la différence de taille de grains relevée sur les microstructures initiales en section 5.2.1, qui n'est d'ailleurs peut-être qu'une conséquence du gradient de température élevé à 1050 °C.

Au vu des résultats présentés dans cette section, le gradient de température radial sur les éprouvettes chauffées par effet Joule via la machine Gleeble 3800 existe et varie selon la température de chauffage. Si on s'en tient aux deux profils de la **Figure 5.23**, une température de $\approx 7^\circ\text{C}$ et $\approx 20^\circ\text{C}$ plus chaude que la température de consigne est obtenue au centre des échantillons chauffés par effet Joule à $T = 980^\circ\text{C}$ et $T = 1050^\circ\text{C}$ respectivement. En d'autres termes, les résultats de cette section suggèrent que les microstructures qui sont comparées dans la section 5.1 pour mettre en évidence l'influence du mode de chauffage sur les évolutions microstructurales, résultent en fait de traitements thermomécaniques réalisés à des températures différentes (supérieures dans le cas des échantillons Gleeble 3800). Il n'est donc pas à exclure que le gradient de température radial puisse expliquer, au moins en partie, les différences de cinétiques SRX à 1020°C observées entre les deux modes de chauffage dans la section 5.1.1, ou encore les différences de cinétiques DRX dans la section 5.1.2 entre les essais sur Gleeble 3800 et ceux sur MST 250. L'existence de ce biais lié au chauffage des échantillons par effet Joule soulève donc la question de ce qui est réellement à l'origine des différences d'évolutions microstructurales observées tout au long de ce chapitre sur les échantillons de la Gleeble 3800 (SRX, DRX, restauration,...). Il est en effet difficile de définir, à partir d'observations réalisées au centre des échantillons (là où la différence de température entre les deux modes de chauffage est la plus élevée), si c'est le courant électrique lui-même qui est à l'origine des différences observées en chauffant les échantillons par effet Joule, ou bien, si c'est le gradient thermique radial qu'il induit qui en est la cause.

Comparaison de microstructures en périphérie d'échantillon, pour s'affranchir du gradient de température radial induit lors du chauffage par effet Joule

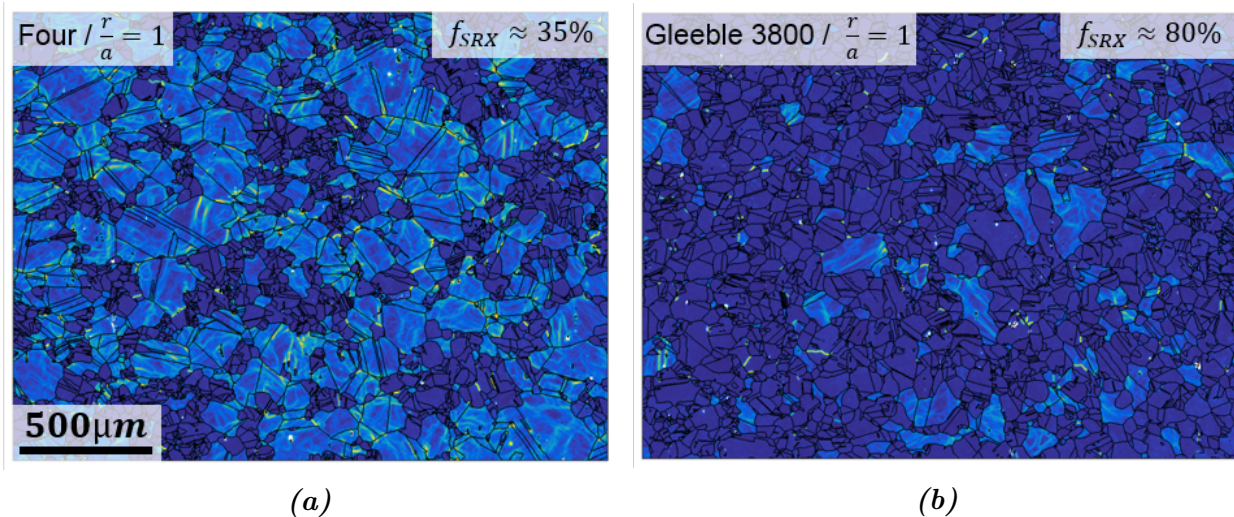


Figure 5.24 – Cartographie du KAM acquise en périphérie des éprouvettes (à $\frac{r}{a} = 1$, où la température est régulée sur la Gleeble 3800) déformées à température ambiante jusque $\varepsilon = 0,1$ à $\dot{\varepsilon} = 0,001\text{ s}^{-1}$, puis traitées thermiquement à 1020°C pendant 60 s a) dans un four résistif, b) sur la Gleeble 3800. L'ensemble des données EBSD présentées sur cette figure ont été acquises avec un pas de mesure de $2,0\mu\text{m}$.

Afin de conclure définitivement sur ce point, des analyses EBSD ont été réalisées non pas au centre des échantillons ($\frac{r}{a} = 0$), mais en périphérie ($\frac{r}{a} = 1$) à mi-hauteur, là où la température nominale est atteinte avec certitude (puisque mesurée) sur les éprouvettes Gleeble 3800. La **Figure 5.24** présente les cartographies du KAM à $\frac{r}{a} = 1$ pour deux échantillons de la section 5.1.1. Il s'agit des échantillons ayant subi, à l'issue de la déformation à froid, un traitement

de SRX à 1020 °C de 60 s dans un four (**Figure 5.24a**) et sur la Gleeble 3800 **Figure 5.24b**. Comme le montrent les cartographies du KAM de la **Figure 5.24** et les fractions SRX qui y sont associées, même en s'affranchissant totalement de l'impact du gradient de température radial, une fraction SRX largement supérieure est de nouveau obtenue pour l'échantillon traité sur la Gleeble 3800.

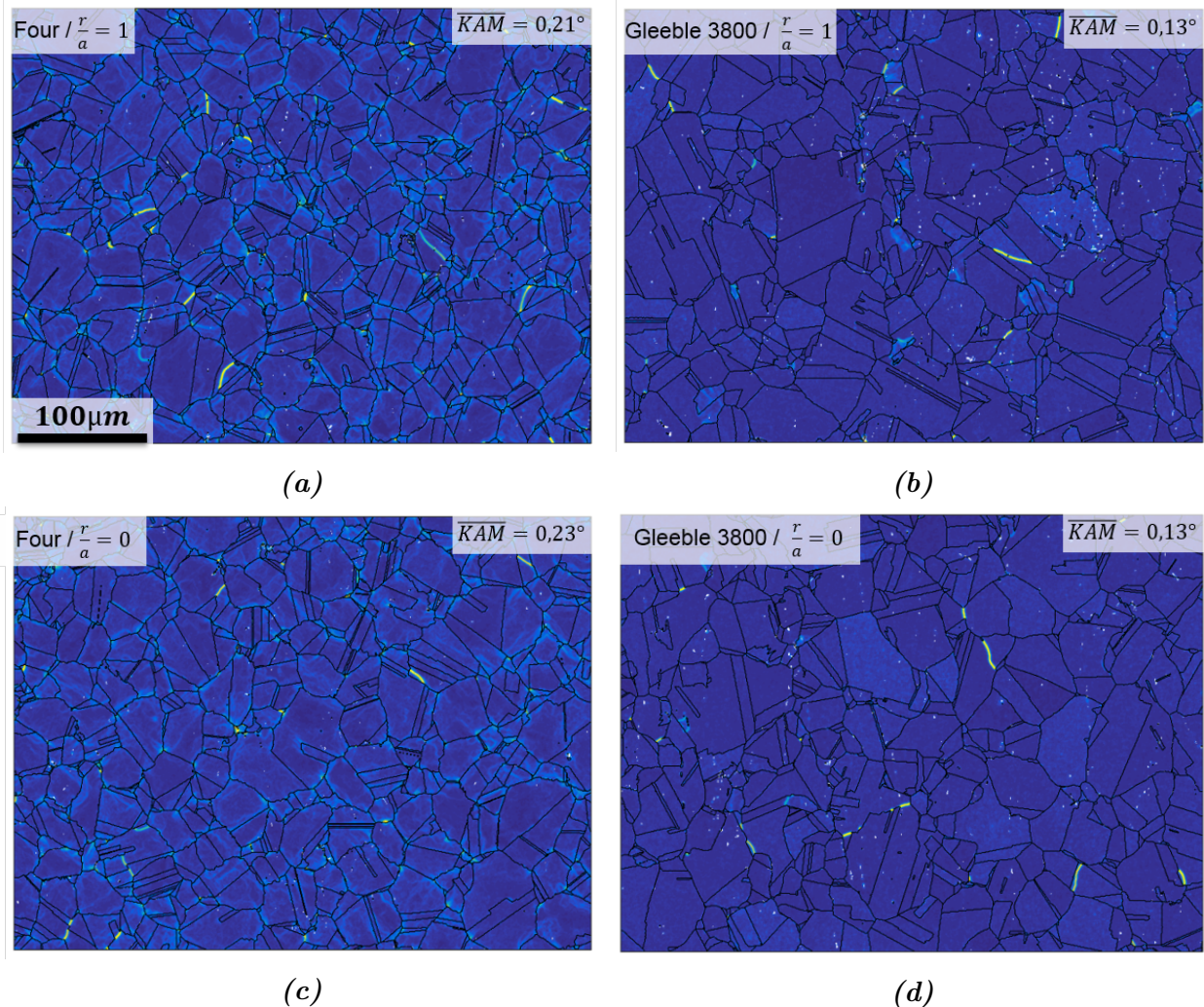


Figure 5.25 – Cartographie du KAM acquise en périphérie ($\frac{r}{a} = 1$) d'un échantillon prélevé à mi-rayon de billette puis traité à 980 °C pendant 1 h a) dans un four résistif, b) sur la Gleeble 3800. c) et d) Cartographies du KAM acquises au centre des deux mêmes échantillons. L'ensemble des données EBSD présentées sur cette figure ont été acquises avec un pas de mesure de 0,6 µm.

Dans le même esprit, les **Figures 5.25a et b** montrent les cartographies du KAM acquises à $\frac{r}{a} = 1$ sur les échantillons traités pendant 1 h à 980 °C sur la Gleeble 3800 et sur la MTS 250 (il s'agit des mêmes échantillons qui ont été utilisés pour suivre l'évolution de la fraction de phase δ le long du rayon sur la **Figure 5.20**). Pour comparaison, les cartographies du KAM obtenues à l'issue d'analyses au centre sur ces mêmes échantillons sont également montrées sur les **Figures 5.25c et d**. Au centre des échantillons comme en périphérie, alors que les échantillons traités sur les deux dispositifs sont prélevés au même endroit de la billette, et donc, contiennent des densités de dislocations proches avant le traitement, les densités de dislocations des éprouvettes traitées sur la Gleeble 3800 sont bien plus faibles que celles des éprouvettes traitées conventionnellement (et les grains plus gros). Le gradient thermique radial, a priori faible pour cette température, n'est pas non plus suffisant pour justifier l'influence du mode de

chauffage sur le phénomène de restauration.

Même s'il est certain que celui-ci joue un rôle, au moins lorsqu'il devient conséquent (à 1050 °C par exemple), les **Figures 5.24 et 5.25** confirment que le gradient de température radial ne peut pas expliquer à lui seul les différences d'évolutions microstructurales observées dans le cas des échantillons chauffés par effet Joule. Les résultats présentés dans cette section suggèrent donc fortement que le passage d'un courant électrique dans les échantillons a un effet direct sur un certain nombre de phénomènes métallurgiques tels que les phénomènes de recristallisation, de restauration, ou encore de précipitation.

5.2.3 H3 : Interactions entre les électrons et les éléments de la microstructure ?

Il s'agit de l'hypothèse retenue systématiquement dans la littérature pour expliquer que le passage d'un courant électrique dans les échantillons engendre une accélération des cinétiques de recristallisation [93–97, 129–131]. Cependant, une telle conclusion est généralement tirée à partir d'essais qui sont en fait réalisés dans des conditions différentes en raison des biais qui peuvent être induits par le passage d'un courant électrique dans les échantillons (ex : augmentation de la température par effet Joule lors d'impulsions électriques comme c'est le cas dans [129, 130], gradient de température radial lorsque les échantillons sont chauffés par effet Joule comme c'est probablement le cas dans [95, 96], différence des microstructures initiales en conséquence du gradient de température radial dans les éprouvettes ou de l'impact du courant sur d'autres phénomènes métallurgiques...). Autrement dit, cette hypothèse a souvent été avancée dans la littérature à partir d'essais pour lesquels ce n'est pas uniquement l'influence du passage d'un courant électrique qui est caractérisée.

Il est cependant très difficile de s'affranchir de tous les biais possibles qui sont liés au passage d'un courant électrique dans les échantillons, et donc, de caractériser uniquement l'influence du passage des électrons dans la microstructure. Cependant, contrairement aux travaux de la littérature qui se sont intéressés à l'influence du courant électrique sur les phénomènes de recristallisation, dans les section 5.2.1 et 5.2.2, les biais introduits lors du chauffage des échantillons par effet Joule ont été discutés et évalués. Il a notamment été démontré, dans notre cas, que les biais identifiés ne suffisaient pas pour expliquer à eux seuls les différentes cinétiques de recristallisation obtenues en fonction du mode de chauffage dans la section 5.1. Il peut donc être affirmé de manière objective que l'interaction entre les électrons et les éléments de la microstructure modifie bien les évolutions microstructurales considérées dans ce chapitre.

Comme le reconnaissent l'ensemble des travaux de la littérature sur le sujet, les mécanismes physiques exacts selon lesquels les électrons interagissent avec les éléments de la microstructure et la façon dont ces interactions impactent les phénomènes de recristallisation (mais également les phénomènes de restauration et de précipitation) sont encore mal connus. Bien que les discussions sur ce sujet soient souvent succinctes, il est généralement admis que l'explication de l'effet du passage d'un courant sur les évolutions de microstructure réside dans l'interaction entre les électrons et les défauts cristallins tels que les lacunes et les dislocations. D'une part, il est connu (surtout dans le milieu de la micro-électronique) que sous l'influence d'un flux d'électrons, la mobilité des lacunes est augmentée, favorisant ainsi le déplacement d'atomes, d'où le nom d'électromigration associé à ce phénomène. D'autre part, il est suggéré qu'un flux d'électrons augmente également la mobilité des dislocations en leur fournissant une force motrice additionnelle. Dans la littérature, on fait référence à ce phénomène sous le nom de « electron wind effect ». Puisque les mouvements de lacunes et de dislocations sont impliqués dans un grand nombre de phénomènes métallurgiques comme par exemple la recristallisation ou encore

la restauration, la piste des interactions électrons-défauts avancée dans la littérature est effectivement envisageable pour expliquer l'origine physique de l'effet du courant sur les évolutions microstructurales. Cependant, des investigations supplémentaires sont requises afin d'aller plus loin dans l'explication des interactions électrons-défauts cristallins, et comment celles-ci contribuent à la modification des transformations à l'état solide de manière générale. Il s'agit d'un sujet vaste et complexe qui dépasse l'état de l'art de la science des matériaux actuel.

Conclusion

Dans cette partie, l'influence de la vitesse de déformation sur les évolutions de microstructure a été investiguée, notamment au regard des cinétiques de recristallisation dynamiques et post-dynamiques.

L'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques DRX classiquement rapportée dans la littérature (diminution de la fraction DRX lorsque $\dot{\varepsilon}$ augmente, puis augmentation au-delà d'une vitesse critique), et schématisée en introduction de ce manuscrit sur la **Figure 1.17**, n'est pas obtenue dans nos travaux. En discriminant les grains DRX et PDRX dans les microstructures trempées rapidement après la déformation sur base de données EBSD filtrées (approche retenue en partie 1 pour l'évaluation de la fraction DRX), il est démontré que la fraction DRX diminue de manière monotone lorsque la vitesse de déformation augmente, principalement en raison d'un temps de déformation de plus en plus court. En d'autres termes, l'existence d'une vitesse dite « critique » n'est pas détectée dans les conditions de déformation appliquées. A une température nominale $T = 980^\circ\text{C}$ et pour un niveau de déformation $\varepsilon_{macro} = 0,7$, la DRX est inhibée pour $\dot{\varepsilon} > 0,1\text{ s}^{-1}$.

D'autre part, il a été démontré que la cinétique PDRX est de plus en plus rapide lorsque la vitesse de déformation du régime dynamique s'élève. Lorsque la vitesse de déformation atteint ou dépasse $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$, la PDRX est drastiquement accélérée puisque seulement quelques secondes suffisent pour qu'elle envahisse la quasi totalité de la microstructure déformée. Il a également été identifié que l'accélération de la PDRX aux hautes vitesses est principalement due à l'augmentation de la température en conséquence d'un auto-échauffement de la matière d'autant plus important que la vitesse de déformation est élevée.

Il en résulte que l'approche classiquement employée pour évaluer la fraction DRX consistant à l'assimiler à la fraction recristallisée totale mesurée sur les échantillons déformés et trempés rapidement après la déformation n'est plus adaptée lorsque la vitesse de déformation devient trop élevée (typiquement lorsque $\dot{\varepsilon} \geq 0,1\text{ s}^{-1}$ pour les conditions thermomécaniques employées dans cette étude). Dans ces conditions, un délai de trempe qui peut difficilement être réduit en dessous des 2 s pour des raisons techniques est suffisant pour que la PDRX envahisse abondamment la microstructure. Dans ce cas, la contribution de la PDRX sur la fraction recristallisée totale obtenue sur les échantillons trempés rapidement après déformation n'est plus négligeable et peut même devenir prépondérante. Il y a donc de grandes chances pour que l'existence d'une vitesse critique rapportée dans la plupart des travaux de la littérature [42, 56, 59–61, 64–71] ayant cherché à établir l'influence de la vitesse de déformation sur les cinétiques DRX, soit en fait dû à un tel biais expérimental, à savoir, au fait que la PDRX opère massivement au cours du délai de trempe après déformation à haute vitesse.

Une autre conséquence de l'auto-échauffement à haute vitesse est la dissolution rapide des particules de phase δ initialement présentes dans la microstructure. Contrairement aux déformations à basse vitesse pour lesquelles la phase δ précipite au cours de la déformation, les microstructures qui résultent de déformations à vitesse élevée sont quasiment dépourvues de

phase δ . Cela participe probablement au fait que la PDRX soit accélérée aux hautes vitesses mais ce n'est clairement pas un facteur de premier ordre. En effet, il a été démontré qu'en présence d'énergie stockée (i.e. en régime de recristallisation) le pouvoir d'ancrage de ces particules est de toutes façons très inférieur à la pression motrice liée à la différence d'énergie stockée.

En définitive, pour une même température nominale de 980 °C et pour un même niveau de déformation final ($\varepsilon_{macro} = 0,7$ dans ces travaux), les microstructures qui résultent d'un forgeage à basse vitesse (typique de la presse hydraulique), ou bien, d'un forgeage à haute vitesse (typique de la presse à vis) diffèrent essentiellement selon deux caractéristiques : leur niveau d'écrouissage résiduel (plus élevé pour les microstructures déformées à basse vitesse en raison du développement de la DRX) et leur quantité de phase δ (plus faible pour les microstructures déformées à haute vitesse en raison de l'auto-échauffement). Ce sont les marqueurs microstructuraux d'une déformation réalisée à plus ou moins grande vitesse (à T et ε identiques). Une attention particulière concernant leur impact respectif sur les propriétés mécaniques leur sera donc accordée dans la dernière partie de ce manuscrit.

En revanche, pour les conditions appliquées ($T = 980$ °C et $\varepsilon_{macro} = 0,7$), la taille de grains ne peut être identifiée comme un marqueur du mode de forgeage (i.e. de la vitesse de déformation). Bien qu'il soit vérifié que la taille des grains DRX diminue avec la vitesse de déformation (lorsque celle-ci est favorable à son déclenchement), l'attention doit surtout être portée sur la taille de l'ensemble des grains recristallisés (DRX + PDRX à faible vitesse et PDRX uniquement à haute vitesse) obtenus pour des maintiens en température représentatifs des conditions industrielles. Il s'avère qu'à l'issue des plus longs temps de maintien en température post-déformation, la taille des grains qui constituent les microstructures quasi totalement recristallisées est peu sensible à la vitesse de déformation. Ceci peut notamment s'expliquer par des phénomènes compensatoires qui se produisent en raison d'un auto-échauffement de plus en plus important lorsque la vitesse de déformation augmente.

L'analyse de microstructures industrielles forgées soit en presse à vis, soit en presse hydraulique, est plutôt en accord avec les conclusions tirées à partir des essais de laboratoire. En majorité, les microstructures issues d'un forgeage en presse à vis possèdent effectivement des niveaux d'écrouissage résiduels et des quantités de phase δ plus faibles que les microstructures issues d'un forgeage en presse hydraulique. Il existe tout de même quelques écarts à cette tendance générale. Certaines des microstructures prélevées sur les pièces forgées en presse hydraulique peuvent présenter les caractéristiques attendues d'une microstructure forgée en presse à vis, et inversement. Une telle dispersion s'explique principalement par le fait que les microstructures industrielles analysées ont été prélevées d'une part dans des pièces différentes, et d'autre part, dans différentes zones d'une même pièce. Les microstructures initiales ainsi que l'historique thermomécanique des microstructures prélevées peuvent donc être très variables d'une pièce à l'autre et sur une même pièce. Il faut également souligner que les quantités de phase δ dans les microstructures des pièces forgées en presse à vis sont plus élevées que ce qui était attendu à partir des essais de laboratoire. Elles peuvent être aussi élevées que celles de certaines pièces forgées en presse hydraulique. Une dissolution de la quasi totalité des particules δ aux hautes vitesses de déformation telle qu'observée lors des essais de laboratoire n'est généralement pas souhaitée industriellement. En effet, lorsqu'elles sont présentes en quantités suffisantes (comme par exemple à l'issue d'une déformation à basse vitesse), leur pouvoir d'ancrage devient plus élevé une fois que toute l'énergie stockée dans la microstructure a été consommée (microstructure totalement recristallisée). Elles sont, dans ce cas, en mesure de freiner voire bloquer le mouvement des joints de grains dont la seule force motrice est la force de capillarité, et participent donc au contrôle de la taille de grains. Pour limiter l'auto-échauffement, et donc, éviter une dissolution trop importante des particules de phase δ lors des déformations à vitesse élevée, le

nombre d'étapes de forgeage des pièces forgées en presse à vis est multiplié. Pour une même pièce, le nombre d'étapes est plus élevé lorsque celle-ci est forgée en presse à vis par rapport à un forgeage conventionnel en presse hydraulique. Cette particularité du forgeage en presse à vis a été prise en compte dans nos essais de laboratoire et confirme qu'augmenter le nombre d'étapes de forgeage permet d'empêcher une dissolution trop importante de la phase δ . Toutefois, cela ne change pas les conclusions tirées précédemment.

Le recours à des essais sur la machine Gleeble 3800 permet de couvrir une plus grande plage de vitesses de déformation. Cela implique cependant de chauffer les échantillons par effet Joule, ce qui n'est pas sans conséquences pour les cinétiques de recristallisation. Elles sont en général plus rapides pour ce mode de chauffage que pour un chauffage conventionnel par rayonnement tel que c'est le cas lors du forgeage des pièces industrielles. Avoir recours aux essais sur la Gleeble 3800, et donc au chauffage des échantillons par effet Joule, n'est cependant pas gênant pour caractériser qualitativement l'influence des paramètres thermomécaniques sur les cinétiques de recristallisation puisque celles-ci restent inchangées. Le même type de dépendance des cinétiques DRX et PDRX à la vitesse de déformation que celui obtenu pour un chauffage conventionnel des échantillons est effectivement obtenu. Il faut toutefois considérer avec précaution les fractions recristallisées mesurées dans le cas des échantillons chauffés par effet Joule puisqu'elles s'avèrent être plus élevées que celles obtenues pour un même traitement thermomécanique réalisé en employant un chauffage conventionnel (i.e forgeage industriel). Même si ce n'était pas l'objectif premier du chapitre 5, il a été démontré que le chauffage par effet Joule impacte également d'autres phénomènes métallurgiques comme par exemple la restauration (qui est accélérée) ou encore la précipitation (surtout d'un point de vue topologique).

Les mécanismes physiques responsables de la modification des évolutions de microstructure lors du chauffage par effet Joule (par rapport à un chauffage conventionnel) sont encore très mal compris. Après avoir écarté la possibilité que certains biais inhérents au chauffage par effet Joule puissent être entièrement responsables des différences observées, l'hypothèse de la littérature selon laquelle c'est le courant électrique lui-même qui modifie les évolutions de microstructure est également confirmée dans nos travaux. L'accélération des phénomènes de recristallisation (mais également des phénomènes de restauration) serait donc une conséquence directe du passage des électrons dans la microstructure. L'augmentation de la mobilité des défauts cristallins provoquée par les électrons est à ce jour la piste principale retenue pour expliquer l'origine de l'ensemble des phénomènes observés lors du passage d'un courant. D'une manière générale, le sujet de l'influence du passage d'un courant électrique sur l'ensemble des transformations à l'état solide est un sujet qui demande à être exploré. Au vu de l'ampleur et de la difficulté de la question, il s'agit d'un domaine de recherche à part entière qui s'étend jusqu'au domaine de la physique du solide.

D'autre part, le fait que la DRX soit accélérée lorsque le chauffage des échantillons par effet Joule est employé a des répercussions directes sur les courbes d'écoulement résultant des essais thermomécaniques. Si les conditions thermomécaniques sont favorables au déclenchement et au développement de la DRX (i.e pour des vitesses de déformation inférieures à 1 s^{-1} dans ces travaux), l'allure des courbes contrainte-déformation ainsi que les niveaux de contrainte qui résultent des essais sur la machine Gleeble 3800 peuvent être très différents de ceux obtenus dans le cas d'un chauffage conventionnel (essais sur la machine MTS 250 par exemple). Cela pose par exemple la question de la pertinence d'employer ce type de dispositif dans l'optique d'identifier les paramètres d'une loi de comportement, surtout dans le cas d'un alliage comme l'Inconel 718 soumis au phénomène de recristallisation dynamique. Cette question est d'autant plus pertinente si la loi de comportement qui en découle alimente la simulation d'un procédé pour lequel le chauffage se fait différemment que par effet Joule, comme c'est par exemple le

cas pour le forgeage des disques de turbine en Inconel 718.

Troisième partie

Relations microstructure - propriétés



Chapitre 6

Propriétés mécaniques des pièces industrielles

Ce chapitre est consacré à l'évaluation des propriétés en traction et en fluage des pièces industrielles, ainsi qu'à leurs dépendances vis à vis de la microstructure. Les résultats d'essais de traction (à $T \in [\textit{ambiante}; 700^\circ\text{C}]$) et de fluage (à $650^\circ\text{C}/750\text{ MPa}$ et $650^\circ\text{C}/800\text{ MPa}$) opérés sur des éprouvettes extraites de 4 pièces industrielles en Inconel 718 DA forgées soit en presse à vis (pièce A) soit en presse hydraulique (pièces B-D), sont présentés dans ce chapitre. Après une première discussion assez générale vis à vis des propriétés obtenues ainsi que de l'impact du type de forgeage (section 6.1), la discussion est ensuite axée sur les relations microstructures - propriétés. Par conséquent, l'influence des caractéristiques de la microstructure (évaluées dans les têtes d'éprouvettes rompues) sur les propriétés mécaniques est considérée indépendamment des pièces de prélèvement, et donc, du type de forgeage (section 6.2). L'impact respectif de la taille de grains, de l'écroissage résiduel de forgeage, et de la précipitation δ (caractéristiques microstructurales directement pilotées par les conditions de forgeage) sur les propriétés en traction et en fluage est évalué, et ce de manière la plus indépendante possible. La précipitation intragranulaire $\gamma' + \gamma''$ induite par le traitement thermique de vieillissement effectué à l'issue du forgeage (voir la **Figure 1.10**) est également prise en compte. L'influence de la précipitation δ et de l'écroissage résiduel de forgeage sur le pouvoir durcissant du γ'' est évalué, puis, mis en relation avec l'impact respectif de ces deux paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques (section 6.3). Enfin, l'efficacité du traitement thermique « Direct Ageing » (DA) réalisé à la suite d'un forgeage en presse à vis ou en presse hydraulique est étudié (section 6.4) par le biais d'essais réalisés sur des éprouvettes ayant subi le traitement de mise en solution industriel (955°C pendant 1 h) en amont du traitement classique de vieillissement (traitement SA de la **Figure 1.10**).

6.1 Vue d'ensemble des propriétés obtenues sur les pièces forgées en Inconel 718 traitées DA

6.1.1 Propriétés en traction

La caractérisation des propriétés en traction est classiquement menée lorsque l'on cherche à évaluer la réponse mécanique d'un matériau. Ces propriétés sont plutôt facilement (i.e. rapidement) accessibles (en tous cas plus facilement que les propriétés en fatigue ou en fluage par exemple) et sont souvent utilisées pour comparer les matériaux entre-eux. De plus, dans le cas particulier des disques d'un moteur d'avion, la traction fait, d'une part, partie des principaux modes de sollicitation, mais est également à considérer dans le dimensionnement pour la ré-

sistance à l'éclatement. Il est donc naturel de s'intéresser à ce type de propriétés dans notre étude.

Une partie des éprouvettes prélevées sur les 4 pièces industrielles à disposition ont été testées en traction à différentes températures. Les courbes de traction représentées en contrainte et déformation vraies ainsi que les caractéristiques mécaniques obtenues pour chacun de ces essais sont respectivement affichées sur les **Figures 6.1 et 6.2**.

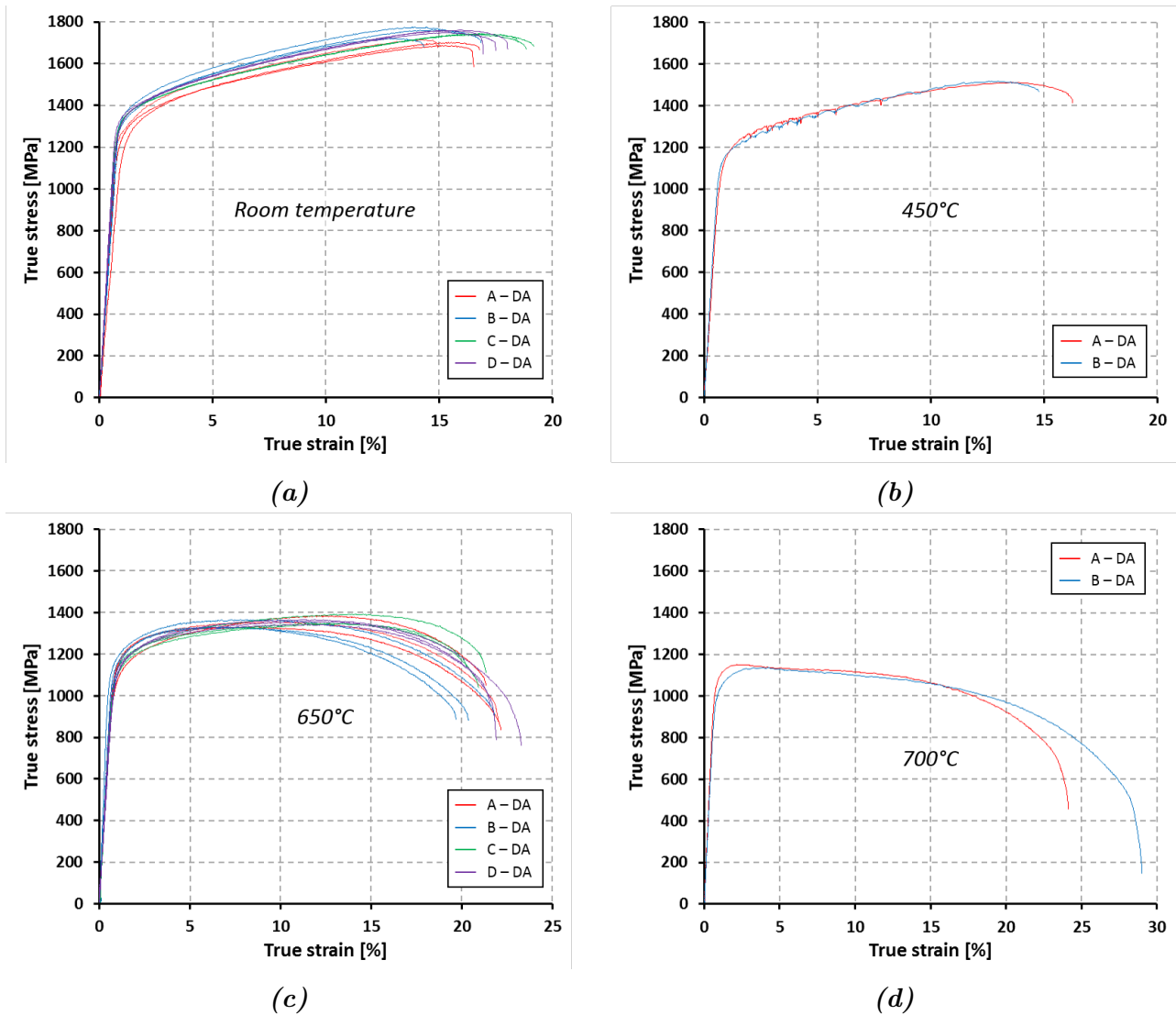


Figure 6.1 – Courbes de traction à $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ représentées en contrainte et déformation vraies pour des essais réalisés à différentes températures sur des éprouvettes prélevées dans les quatre pièces forgées mises à disposition (A, B, C, et D). a) essais à température ambiante, b) essais à $T = 450^\circ\text{C}$, c) essais à $T = 650^\circ\text{C}$, et d) essais à $T = 700^\circ\text{C}$. Ces essais de traction ont été conduits conformément à la procédure décrite dans la section 3.4 du chapitre 3 de ce manuscrit.

La limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% notée $R_{p0,2}$ (également appelée limite pratique d'élasticité) et la résistance mécanique notée R_m diminuent progressivement lorsque la température s'élève de l'ambiante jusque 650 °C. Dans cette gamme de températures, l'érouissage de l'alliage est de plus en plus faible lorsque la température augmente. Un affaissement du niveau de contrainte est d'ailleurs observé pour des niveaux de déformation élevés à 650 °C. Le comportement de l'alliage change cependant lorsque la température de traction est portée au-delà de 650 °C. Un abattement significatif sur R_m est effectivement constaté lorsque la température passe de 650 °C à 700 °C (**Figure 6.2b**). Dans ce cas, l'alliage ne s'érouit quasiment pas lorsque la déformation augmente, l'affaissement de la contrainte intervient dès le début du domaine plastique ($R_{p0,2}$ et R_m sont presque confondus). L'impact d'un passage de 650 °C à 700 °C sur ces propriétés met en évidence une des limitations de l'Inconel 718 pour un emploi au-delà des 650 °C, températures maximales classiquement atteintes par les disques dans les moteurs actuels. Il s'agit notamment d'une des raisons pour lesquelles ces dernières années, l'effort a plutôt été fait pour le développement et l'amélioration des superalliages base nickel $\gamma - \gamma'$. Pour cette famille de superalliages base nickel, un tel affaissement des propriétés intervient pour des températures supérieures, ce qui en fait leur point fort dans l'optique d'augmenter les températures en service des moteurs (et donc des disques) nouvelles générations¹ [138].

1. La réduction de l'impact environnemental du transport aérien est au cœur des préoccupations. Cela requiert notamment l'amélioration du rendement énergétique des moteurs d'avions, ce qui passe par l'augmentation de leur température de fonctionnement. Des contraintes en ce sens sont de nos jours imposées aux constructeurs pour le développement des moteurs de nouvelles générations.

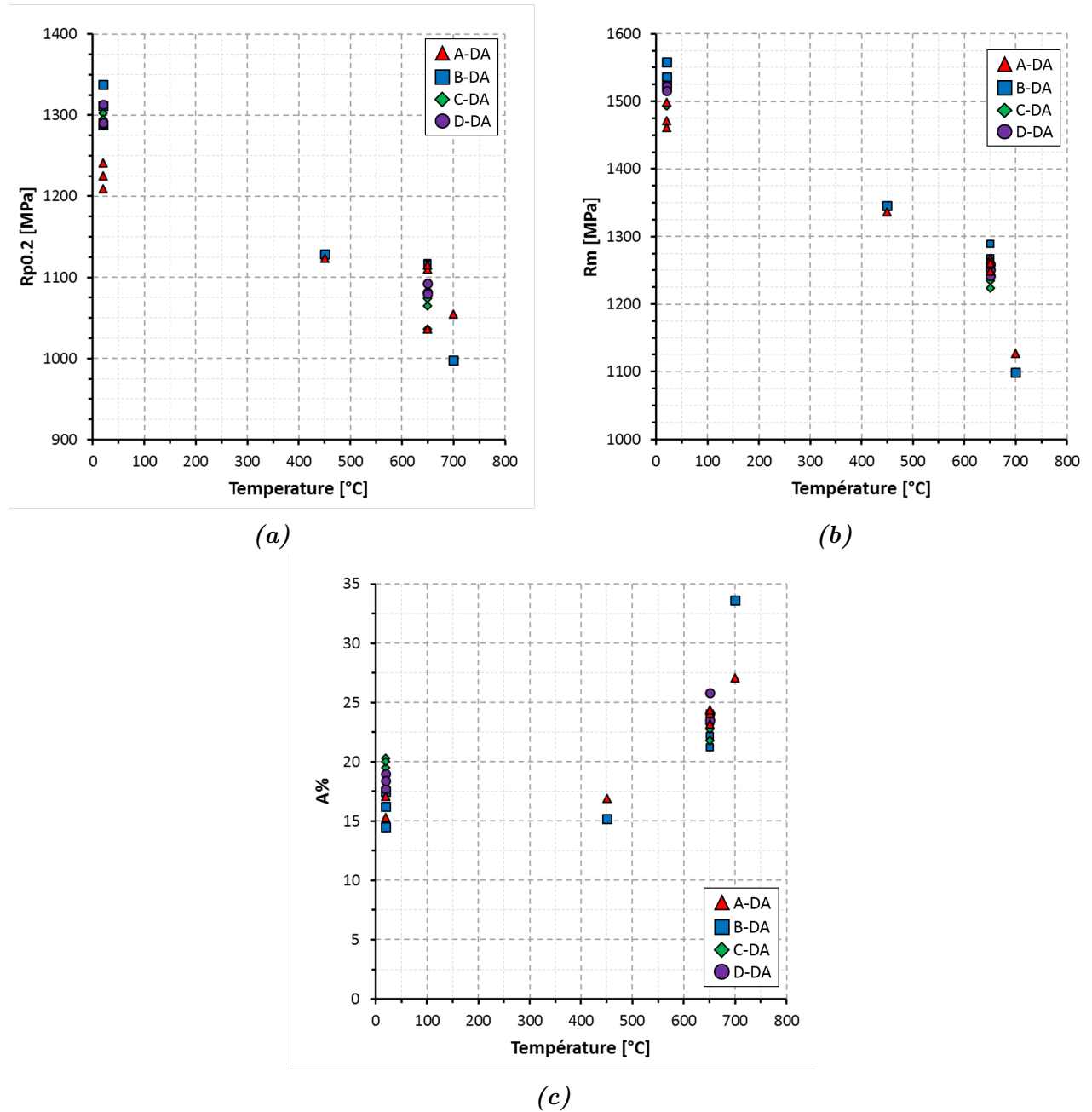


Figure 6.2 – Caractéristiques mécaniques en traction en fonction de la température pour les éprouvettes dont les courbes contrainte vraie - déformation vraie sont représentées sur la **Figure 6.1**. Évolutions de a) la limite pratique d'élasticité $R_{p0,2}$ (limite d'élasticité conventionnelle à 0,2%), b) la résistance mécanique R_m , et c) l'allongement à rupture $A\%$.

L'allongement à rupture $A\%$ est une caractéristique qui présente généralement un intérêt second par rapport à $R_{p0,2}$ et R_m pour des essais aux températures de sollicitation des pièces industrielles. Elle est généralement moins dimensionnante pour la conception des pièces. Par conséquent, cette propriété ne sera pas discutée davantage dans la suite de ce chapitre. Ici, pour le domaine de température de sollicitation exploré, l'allongement à rupture est relativement élevé. Alors que $A\%$ reste peu sensible à l'augmentation de la température entre l'ambiante et 450 °C, celui-ci augmente considérablement au-delà. On note qu'un allongement à rupture minimum aux alentours de 15% est relevé à température ambiante.

Ces valeurs généralement élevées de $A\%$ sont caractéristiques de comportements ductiles comme le confirment les faciès de rupture présentés sur la **Figure 6.3**. Sur cette figure sont représentés les faciès de rupture de l'éprouvette ayant le plus petit allongement à rupture à température ambiante (**Figure 6.3a**), ainsi que ceux des éprouvettes qui présentent l'allongement à rupture maximal pour 650 °C (**Figure 6.3b**) et 700 °C (**Figure 6.3c**). Pour l'éprouvette sollicitée à température ambiante, on peut noter que le faciès de rupture est relativement homogène, et met évidence une rupture transgranulaire ductile (**Figure 6.3a**). Ce n'est cependant plus tout à fait le cas pour les éprouvettes déformées à 650 °C et 700 °C, même si les faciès témoignent également de ruptures transgranulaires ductiles. Dans ce cas, bien qu'une zone similaire à ce qui est observé pour l'éprouvette déformée à température ambiante soit toujours présente sur les faciès (rectangles rouges sur les **Figures 6.3b et c**), un autre type de zone est observé (rectangles jaunes sur les **Figures 6.3b et c**). De telles zones (rectangles jaunes) représentent une proportion de plus en plus importante du faciès lorsque la température passe de 650 °C à 700 °C au détriment des zones de ruptures transgranulaires ductiles classiques (rectangles rouges sur la **Figure 6.3**). Elles sont caractérisées par la présence sur le faciès d'un grand nombre de carbures fragmentés autour desquels de grandes cavités se sont formées. La formation de telles cavités est très probablement due à l'ouverture progressive des fissures se formant dans les carbures (particules bien plus fragiles que la matrice environnante). Cette hypothèse est soutenue par les micrographies présentées en **Figure 6.4** qui montrent la microstructure dans une zone proche de la tête d'éprouvette (**Figure 6.4a**) et à proximité de la zone de rupture (**Figure 6.4b**) de l'éprouvette rompue dont le faciès est présenté sur la **Figure 6.3b** (éprouvette pour laquelle $A\%$ est maximal pour une déformation à 650 °C). Il est effectivement observé que les fissures formées dans les carbures pour des niveaux de déformation plus faibles s'ouvrent progressivement au cours de la déformation, jusqu'à former des pores de grande taille. Pour des déformations à des températures plus faibles, même si de nombreux carbures fissurés sont également présents dans la microstructure déformée (voir **Figure 6.5**), leur ouverture reste cependant très limitée comparé à celles observées sur la **Figure 6.4b**. Cela témoigne donc d'une tolérance au dommage accrue avec la température de déformation, permettant ainsi d'expliquer en partie les allongements à rupture plus élevés atteints aux plus hautes températures. Cette tolérance au dommage accrue justifie également l'affaissement de la contrainte observé pour 700 °C et pour les grands niveaux de déformation à 650 °C. Cet affaissement de la contrainte est en effet le résultat d'une section résistante de plus en plus petite du fait d'un endommagement de plus en plus important dans l'éprouvette.

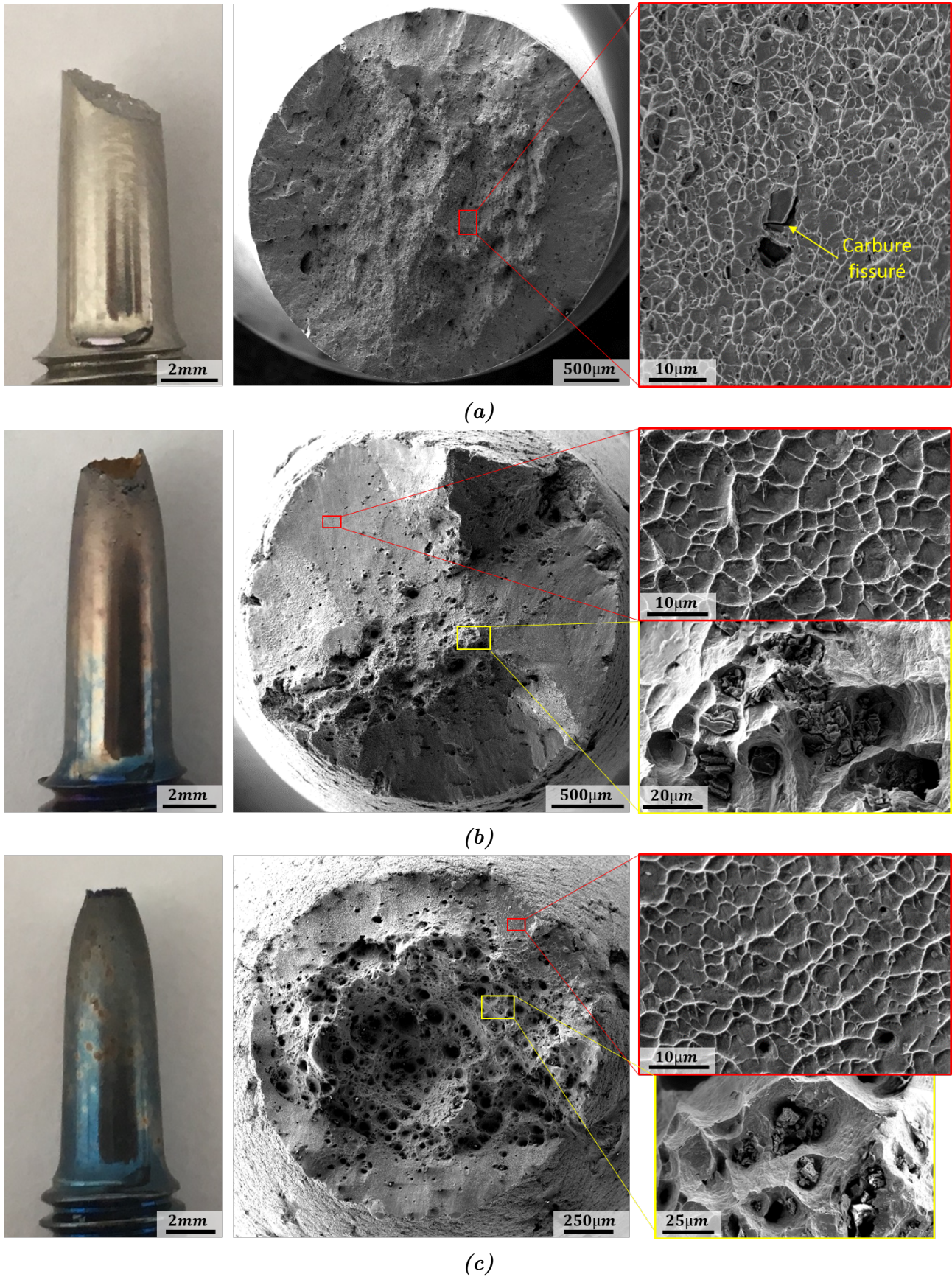


Figure 6.3 – Observation du fût et du faciès de rupture de a) l'éprouvette déformée à température ambiante ayant la déformation à rupture minimale, b) l'éprouvette déformée à 650 °C ayant la déformation à rupture maximale, et c) l'éprouvette déformée à 700 °C ayant la déformation à rupture maximale.

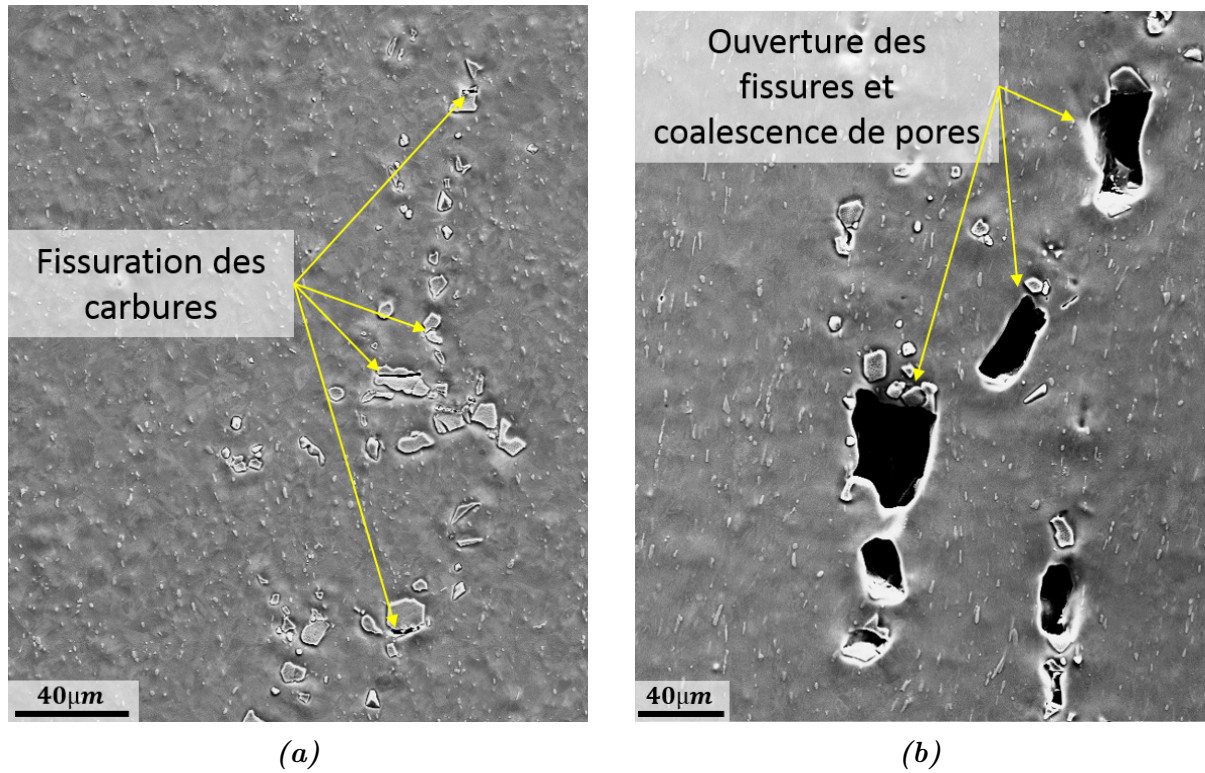


Figure 6.4 – Images en électrons secondaires de la microstructure dans la zone utile de l'éprouvette déformée à 650°C ayant l'allongement à rupture maximal, dont le faciès de rupture est présenté sur la **Figure 6.3b**. a) Microstructure dans une zone proche de la tête d'éprouvette, et b) microstructure à proximité de la zone de rupture de l'éprouvette, là où le niveau de déformation atteint localement est bien plus élevé (comparé à a)).

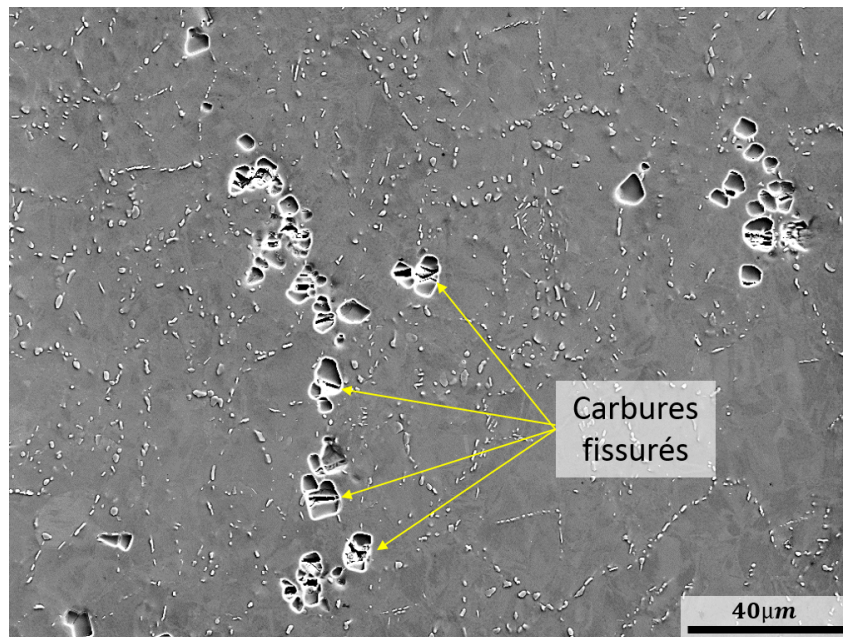


Figure 6.5 – Images en électrons secondaires de la microstructure à proximité de la zone de rupture d'une éprouvette déformée à température ambiante.

6.1.2 Propriétés en fluage

Généralités

Le fluage est un phénomène viscoplastique thermiquement activé. Si une température suffisamment élevée le permet, il se traduit par la déformation permanente progressive d'un matériau lorsque celui-ci est soumis à un chargement constant. Dans le cas des matériaux métalliques, le fluage commence en règle générale à se manifester lorsque la température de sollicitation est élevée au-delà de 20% de leur température de fusion T_f [139]. Le comportement en fluage n'est pas caractérisé de manière systématique lorsque l'on souhaite évaluer les propriétés mécaniques d'un matériau. On se limite généralement aux caractéristiques mécaniques en traction qui sont très souvent suffisantes pour dire qu'un matériau est meilleur qu'un autre vis à vis d'une application donnée. En effet, contrairement aux caractéristiques mécaniques en traction qui sont accessibles assez facilement (i.e. assez rapidement), l'obtention des propriétés en fluage est beaucoup moins directe, et requiert des temps d'essais plus longs. Par conséquent, le comportement en fluage n'est étudié que lorsque cela présente un réel intérêt, c'est-à-dire, lorsque ce matériau sera employé pour des pièces sollicitées à des températures élevées comme c'est par exemple le cas de nombreuses pièces qui constituent les moteurs d'avions.

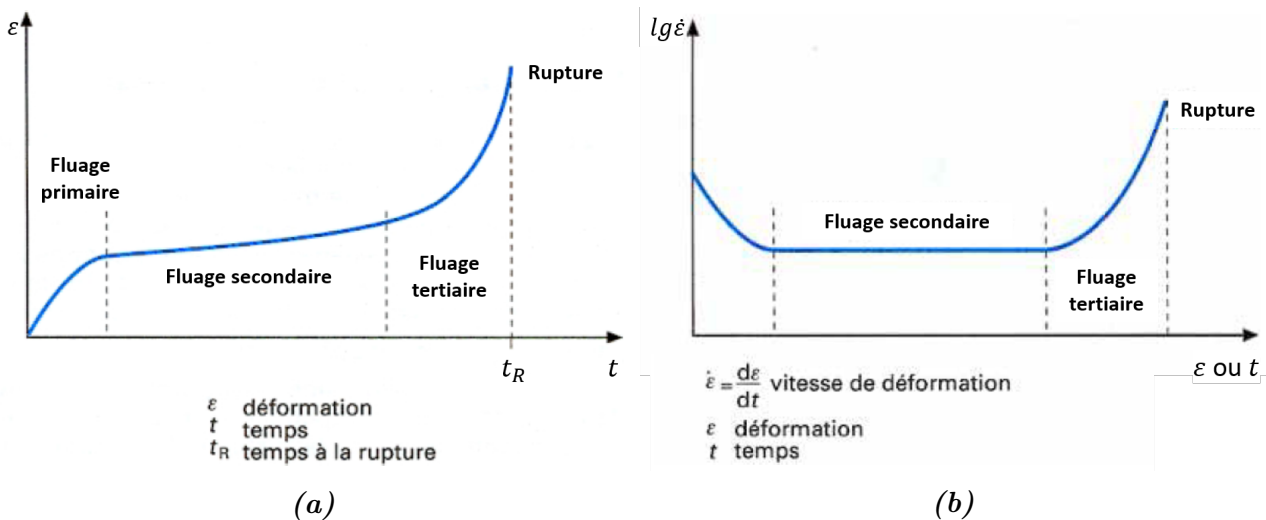


Figure 6.6 – a) Allure générale d'une courbe de fluage mettant notamment en évidence les trois stades d'un essai de fluage. b) Évolution de la vitesse de fluage lors d'un essai de fluage tel que celui représenté en a). Ces schémas sont tirés de [139].

Puisque l'étude du comportement en fluage est beaucoup moins classique que celle du comportement en traction, il convient ici d'apporter quelques éléments de théorie concernant les essais de fluage ainsi que les mécanismes microstructuraux responsables de ce phénomène. L'allure typique d'une courbe de fluage ainsi que l'évolution de la vitesse de fluage correspondante sont présentées sur la **Figure 6.6**. Ces deux schémas permettent d'illustrer les trois stades successifs qui peuvent se manifester lors d'un essai de fluage :

- Le stade primaire (ou fluage primaire) au cours duquel la vitesse de déformation décroît progressivement sous l'effet de la multiplication des dislocations (i.e. écrouissage) jusqu'à se stabiliser (début du stade secondaire).
- Le stade secondaire (ou fluage secondaire) durant lequel la vitesse de déformation est la plus faible et reste constante. Pour ce stade, la vitesse de fluage est ainsi qualifiée de stationnaire ou encore de minimale.

- Le stade tertiaire (ou fluage tertiaire) pour lequel la vitesse de déformation augmente de plus en plus, jusqu'à atteindre la rupture de l'éprouvette. Au cours de ce stade, l'endommagement apparaît (formation de cavités et de fissures) et se répand progressivement dans la microstructure, impliquant une diminution de la section résistante et donc une augmentation de la contrainte. Ce processus a pour finalité la rupture de l'éprouvette.

Lorsque l'on cherche à évaluer les propriétés en fluage d'un matériau, deux caractéristiques sont particulièrement intéressantes à considérer : la durée de vie (DDV) en fluage ou temps à rupture (notée t_r sur la **Figure 6.6a**) et la vitesse minimale de fluage $\dot{\epsilon}_s$ qui est atteinte lors du fluage secondaire. Ce sont en effet sur l'un et/ou l'autre de ces paramètres que reposent la plupart des lois utilisées pour modéliser le comportement en fluage [140–142]. C'est par exemple le cas pour la loi de Norton [140] qui relie la vitesse minimale de fluage $\dot{\epsilon}_s$ à la contrainte appliquée σ (voir l'**équation 6.1**).

$$\dot{\epsilon}_s = A\sigma^n \quad (6.1)$$

avec :

A et n : les coefficients de Norton, constants sur des plages de températures et de contraintes données.

Deux mécanismes microstructuraux contrôlés par la diffusion sont à l'origine du fluage. Par conséquent, on distingue deux types de fluage différents portant le nom du mécanisme de déformation qui leur est associé : le fluage dislocations et le fluage diffusion.

Comme son nom l'indique, le fluage dislocations est le résultat du mouvement des dislocations qui acquièrent des degrés de libertés supplémentaires par rapport à ceux qui leurs sont autorisés à plus basse température. Contrairement au glissement planaire des dislocations (dans les plans denses favorablement orientés, ceux ayant un facteur de Schmidt proche de 0,5) qui assure à lui seul la plasticité à basse température, à plus haute température, les dislocations peuvent également changer de plan de glissement par montée de dislocations (via la diffusion intragranulaire de lacunes) ou par glissement dévié (lorsqu'une dislocation vis rencontre un obstacle). La vitesse de déformation lorsque le fluage est de type dislocationnel est donc directement reliée à la facilité plus ou moins grande qu'ont les dislocations à se déplacer à l'échelle intragranulaire. On dit que le fluage dislocations est un processus de diffusion courte distance. Il s'accompagne généralement d'une rupture de nature transgranulaire.

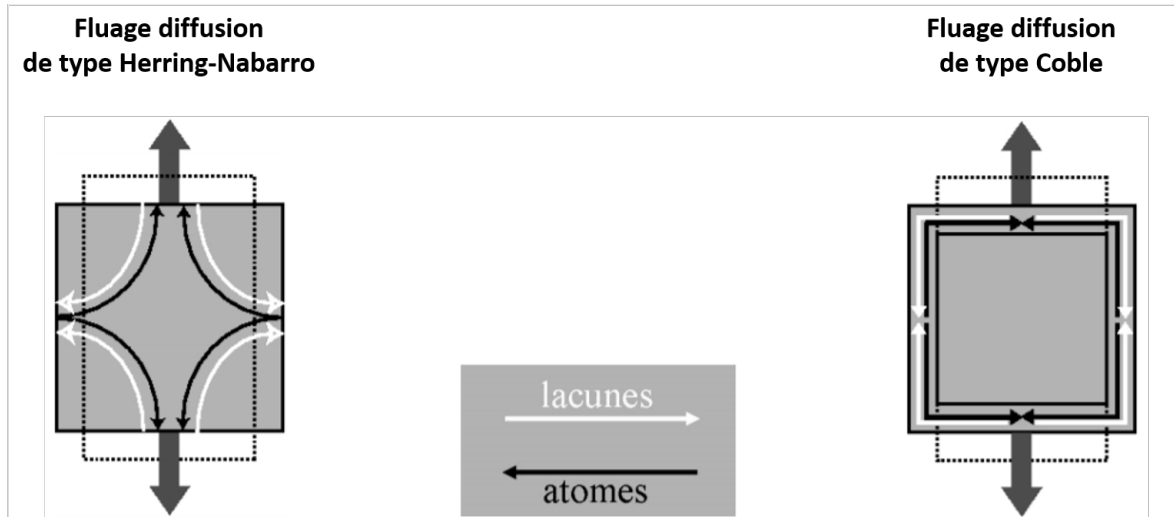


Figure 6.7 – Schéma illustrant le mécanisme de fluage par diffusion a) intragranulaire (ou Herring-Nabarro) et b) intergranulaire (ou Coble). Ce schéma est extrait des travaux de Tsitsiris et al. [143].

Dans le cas du fluage diffusion, la déformation ne résulte pas du mouvement des dislocations mais d'un transport de la matière par diffusion transgranulaire (aussi appelé fluage Nabarro-Herring) et intergranulaire (aussi appelé fluage Coble), dont les flux de lacunes des joints de grains en tension vers ceux en compression sont à l'origine (**Figure 6.7**). Même si la diffusion intergranulaire et intragranulaire sont concomitantes, la contribution de la diffusion intragranulaire reste généralement secondaire par rapport à celle intergranulaire. Les joints de grains sont effectivement des chemins privilégiés pour le mouvement des lacunes (et pour tous les phénomènes diffusifs en général). Ce mécanisme est par conséquent très sensible à la taille de grains étant donné que celle-ci fixe la quantité de joints de grains le long desquels la diffusion pourra opérer. On dit que le fluage diffusion est un processus de diffusion longue distance (à l'échelle de la taille de grains). Il est notamment responsable de l'effet de la taille de grains qui est classiquement observé sur les propriétés en fluage, à savoir que, pour des conditions de sollicitation identiques, une structure grossière a de meilleures propriétés qu'une structure fine. Contrairement au fluage dislocations, le fluage piloté par ce mécanisme de diffusion conduit à une rupture intergranulaire.

Pour une microstructure donnée, l'activation d'un mécanisme plutôt que l'autre dépend des conditions de sollicitation, autrement dit de la température et du niveau de contrainte appliqué. Notons que le fluage n'est jamais totalement de type diffusif ou dislocationnel. Les deux mécanismes sont généralement actifs, mais dans des proportions différentes. D'une manière très générale, retenons que le fluage dislocations intervient principalement dans le domaine des faibles températures (comprises entre $0,5T_f$ et $0,8T_f$), alors que le fluage diffusion a plutôt tendance à devenir prépondérant pour le domaine des températures élevées (typiquement lorsque la température devient supérieure à $0,8T_f$) et lorsque la contrainte appliquée reste faible. Cette vision des mécanismes de fluage actifs décrite en fonction de la température de sollicitation reste cependant très simpliste. Elle n'est à considérer qu'en première approche, pour appréhender le mécanisme de fluage qui est susceptible d'intervenir dans des conditions données. Dans les faits, les plages de température et de contrainte favorables à un mécanisme de fluage plutôt que l'autre (i.e. domaines de fluage) dépendent d'une part de l'alliage mais également de sa microstructure. Ces domaines peuvent être représentés dans un diagramme appelé carte d'Ashby (voir la **Figure 6.8**). Pour un alliage donné, une structure granulaire plus fine mène à une augmentation de la taille du domaine de prépondérance du fluage diffusion au dépend de

celui du fluage dislocations. Une telle dépendance des domaines de fluage à la taille de grains est illustrée dans le cas du nickel pur sur les **Figures 6.8a et b** mais également sur les **Figures 6.8c et d** dans le cas du Mar-M200, un superalliage base nickel durci par précipitation de la phase γ' (sous forme cubique et dont la fraction volumique est d'environ 60% [144]). En raison de l'augmentation de la quantité de joints de grains associée à un raffinement de la taille de grains, le fluage diffusion devient prépondérant pour des températures plus basses et des niveaux de contrainte plus élevés. Au-delà de l'effet taille de grains, deux informations importantes peuvent également être extraites des cartes d'Ashby présentées sur la **Figure 6.8**. D'une part, la précipitation durcissante a pour effet de réduire la taille du domaine associé au fluage dislocations au bénéfice du fluage diffusion. Ce constat peut effectivement être fait en comparant les tailles des différents domaines de fluage ayant été établis pour le nickel pur et le Mar-M200 à taille de grains identique (**Figures 6.8a et c**). Il s'explique simplement par le fait que les précipités intragranulaires jouent le rôle d'obstacles au mouvement des dislocations (voir la section 6.3 pour plus de détails), limitant ainsi la contribution du fluage dislocations. Il en résulte d'autre part que l'effet taille de grains sur la position des domaines de fluage est bien moins prononcé. Une augmentation conséquente de la taille du domaine de fluage dislocations n'est en effet pas observée entre la carte de la **Figure 6.8c** et celle de la **Figure 6.8d**, alors que la taille de grains est augmentée d'un facteur 100. Ces résultats soulignent donc le rôle important que peut jouer la précipitation durcissante sur les propriétés en fluage.

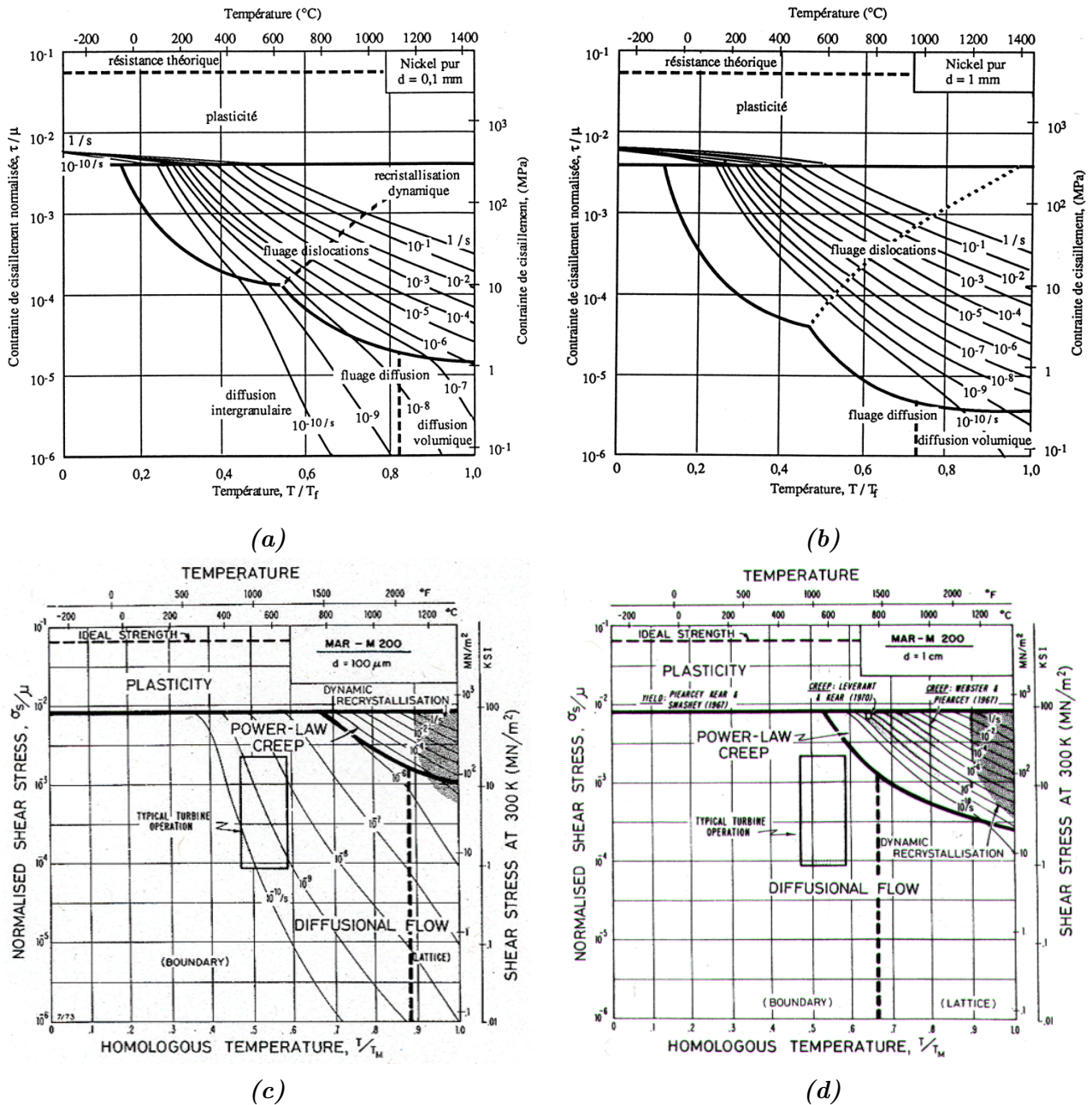


Figure 6.8 – Cartes d’Ashby représentant les mécanismes de déformation de fluage actifs (ou prépondérants) en fonction des domaines température/contrainte de sollicitation pour a) le nickel pur dont les grains ont un diamètre moyen de 0,1 mm, b) le nickel pur dont les grains ont un diamètre moyen de 1 mm, c) le Mar-M200 (superalliage base nickel) dont le diamètre moyen des grains est de 0,1 mm, et d) le Mar-M200 dont le diamètre moyen des grains est de 1 cm.

Pour une microstructure sensiblement identique, l’identification des différents domaines de fluage en fonction des conditions de sollicitation peut se faire sur base du coefficient de Norton n [145] de l’équation 6.1. Celui-ci est évalué en reportant les valeurs de vitesse minimale de fluage obtenues pour chaque niveau de contrainte appliqué à une température donnée dans un diagramme en échelle log-log (voir la Figure 6.9). Ce type de représentation est couramment appelé « diagramme de Norton ». Sur les domaines de contrainte et de température où le coefficient n est faible (typiquement $n = 1$ dans les métaux purs ou les alliages durcis par solution solide), la déformation est très majoritairement pilotée par le mécanisme de diffusion. Au contraire, lorsque le coefficient n est élevé (typiquement $n > 6-7$ dans les métaux purs ou les

alliages durcis par solution solide), la déformation est en grande partie gouvernée par le fluage dislocations. Pour les valeurs de n intermédiaires, la prédominance d'un mécanisme par rapport à l'autre n'est généralement pas si franche, la déformation est alors pilotée par la combinaison des deux mécanismes. Il est cependant difficile d'associer des valeurs précises de coefficient n aux différents domaines de fluage dans le cas des alliages durcis par précipitation comme c'est le cas de l'Inconel 718 et des superalliages base nickel en général. En effet, pour ces alliages, les valeurs de n obtenues sont plus élevées, même lorsque c'est le fluage diffusion qui pilote majoritairement la déformation [139, 146–150]. Le diagramme de Norton de l'Inconel 718 établi par Han et al. [146] et présenté sur la **Figure 6.9** en est d'ailleurs un bon exemple. Dans ce cas, afin de déterminer quel mécanisme opère majoritairement selon les domaines de contrainte et de température, il est préférable de se baser sur l'évolution du coefficient n plutôt que sur sa valeur en tant que telle. Le passage d'un coefficient n plus faible à un coefficient n plus élevé marque alors le passage (ou transition) d'un domaine où le fluage est majoritairement piloté par la diffusion à un domaine où le fluage est majoritairement de type dislocations. Une telle approche nécessite en contrepartie de réaliser un nombre d'essais qui est conséquent (nombreuses conditions de sollicitation testées).

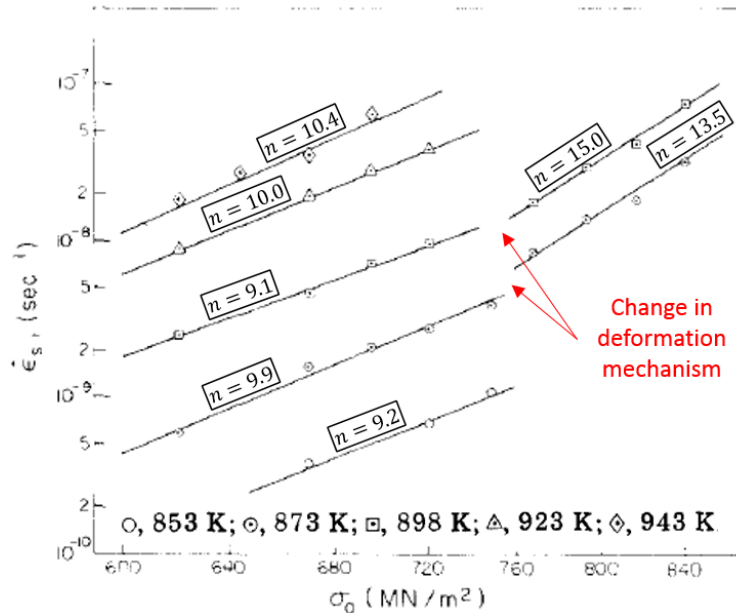


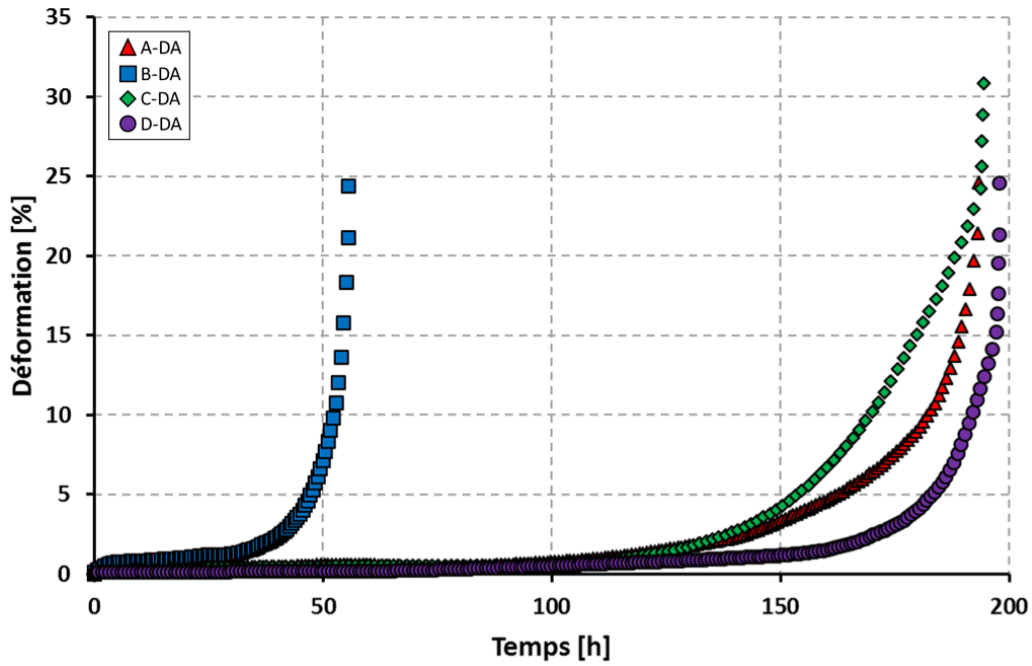
Figure 6.9 – Diagramme de Norton de l'Inconel 718 adapté des travaux de Han et al. [146]. Ce diagramme a été obtenu pour une microstructure qui ne contient pas de particules δ et dont la taille de grains se situe aux alentours de 80 μm .

Propriétés à 650 °C

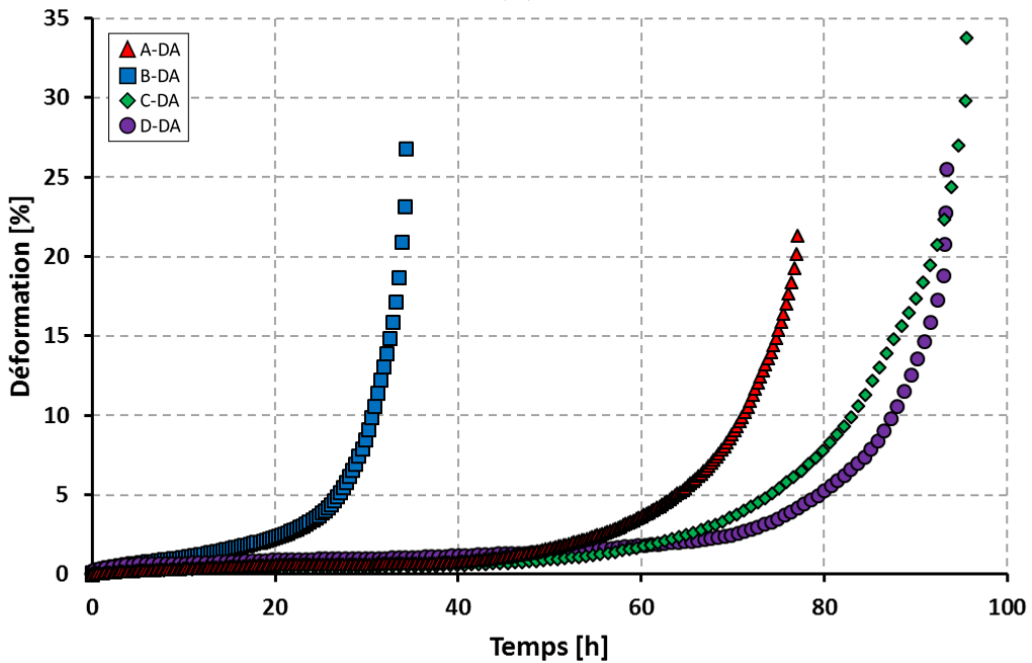
Une partie des éprouvettes prélevées sur les pièces industrielles A, B, C, et D ont été testées en fluage à 650 °C et pour des contraintes nominales de 750 MPa et de 800 MPa. Pour plus de détails concernant la procédure selon laquelle ces essais ont été conduits, le lecteur pourra se référer à la section 3.4 du chapitre 3 de ce manuscrit. Les courbes de fluage qui résultent de ces essais sont présentées sur les graphes de la **Figure 6.10** pour chacune des deux conditions de sollicitation (650 °C/750 MPa et 650 °C/800 MPa).

A l'exception des propriétés obtenues sur les éprouvettes de la pièce B qui sont moins bonnes, il existe très peu de dispersion sur les propriétés en fluage des autres éprouvettes, et ce pour les deux niveaux de contrainte appliqués. Dans tous les cas, l'augmentation du niveau de contrainte a l'effet escompté. Il engendre une diminution de la durée de vie et une augmentation de la

vitesse de fluage stationnaire, c'est-à-dire, un abattement des propriétés en fluage.



(a)



(b)

Figure 6.10 – Courbes de fluage à 650 °C résultantes des essais réalisés sur des éprouvettes prélevées dans les quatre pièces industrielles et sollicitées à une contrainte de a) 750 MPa et b) 800 MPa. Ces essais de fluage ont été conduits conformément à la procédure décrite dans la section 3.4 du chapitre 3 de ce manuscrit.

L'identification du (ou des) mécanisme(s) de fluage actif(s) à 650 °C et pour une contrainte comprise entre 750 MPa et 800 MPa ne peut pas ici être discuté sur base d'un diagramme de Norton comme suggéré précédemment (seulement deux niveaux de contrainte testés). L'observation des faciès de rupture peut cependant être un bon indicateur du type de fluage qui opère dans ces conditions de sollicitation. La **Figure 6.11** montre les faciès de rupture des éprouvettes prélevées sur la pièce A pour les deux conditions testées. Les faciès de rupture observés

sur les deux éprouvettes rompues sont relativement semblables à ceux de traction montrés sur la **Figure 6.3** et révèlent une rupture de nature intragranulaire. Il est ici précisé qu'aucune zone de rupture intergranulaire n'a été trouvée sur ces faciès², ni sur ceux des autres éprouvettes qui sont, au passage, tous similaires à ceux montrés sur la **Figure 6.11**. Cela suggère donc qu'à 650 °C, dans le domaine de contrainte [750; 800]MPa la déformation en fluage des microstructures testées est principalement pilotée par le mouvement des dislocations plutôt que par la diffusion aux joints de grains. Ces observations sont en accord avec les résultats obtenus et rapportés dans les travaux de thèse d'Alexandre Devaux [148] qui avait identifié, pour l'Inconel 718, un fluage de type dislocations dans des conditions de sollicitation identiques et pour des tailles de grains comparables à celles obtenues sur les pièces A-D.

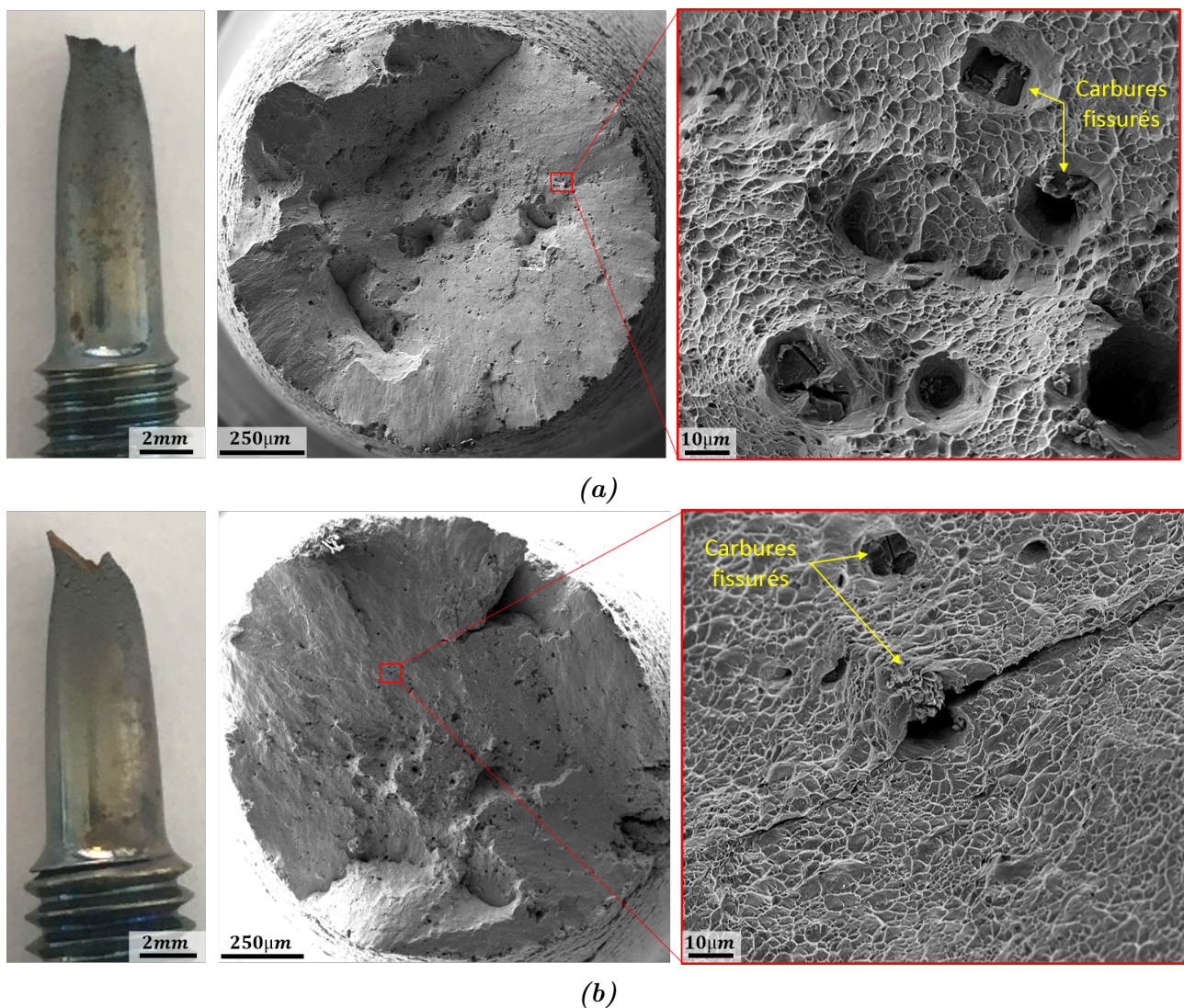


Figure 6.11 – Observation du fût et du faciès de rupture des éprouvettes prélevées sur la pièce A et qui ont été testées en fluage à 650 °C à a) 750 MPa et b) 800 MPa. Tout comme en traction, les carbures sont des sites d'endommagement privilégiés.

2. Lorsque le fluage est piloté par le glissement des joints de grains, il se peut qu'une seule partie (plus ou moins grande) du faciès de rupture révèle une rupture intergranulaire. Dans ce cas, l'autre partie du faciès qui révèle une propagation intragranulaire n'est que le résultat de l'augmentation de la contrainte en fin d'essais dû à un endommagement en fluage élevé.

6.1.3 Comparaison entre le forgeage en presse à vis et le forgeage conventionnel en presse hydraulique

Pour chaque température de déformation appliquée, il existe une certaine dispersion des caractéristiques mécaniques $R_{p0,2}$ et R_m obtenues (**Figures 6.1 et 6.2**). Ces dispersions existent non seulement entre les éprouvettes forgées selon les deux modes de forgeage (entre A d'une part et B, C, D d'autre part), mais également au sein des éprouvettes prélevées sur des pièces forgées selon le même type de forgeage (entre B, C, et D). De manière générale, lorsqu'elles existent, les différences de propriétés en traction entre la matière forgée en presse à vis (pièce A) et celles forgées en presse hydraulique ne sont pas excessives. A température ambiante, les caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m résultantes des essais de traction sont généralement moins bonnes pour les éprouvettes prélevées dans la pièce forgée en presse à vis que pour les éprouvettes prélevées dans les pièces forgées en presse hydraulique. Cette tendance est d'ailleurs plus prononcée pour $R_{p0,2}$ que pour R_m . Une différence de l'ordre de 100 MPa est en moyenne relevée sur $R_{p0,2}$ entre la matière forgée en presse à vis et celles forgées en presse hydraulique (**Figure 6.2**). Pour les températures supérieures, une telle différence n'est plus observée. Les caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m à $T = 650\text{ °C}$ des éprouvettes prélevées sur la pièce A sont comprises dans l'étendue des caractéristiques obtenues sur les éprouvettes prélevées dans les pièces forgées en presse hydraulique. A 700 °C les caractéristiques mécaniques sont même meilleures sur l'éprouvette prélevée dans la pièce A que pour celle prélevée dans la pièce B, en particulier pour $R_{p0,2}$.

En ce qui concerne les propriétés en fluage 650 °C , que ce soit pour 750 MPa ou bien pour 800 MPa, le constat est le même : aucune particularité n'est observée sur le comportement des éprouvettes provenant de la matière forgée en presse à vis par rapport à celles prélevées dans les pièces forgées en presse hydraulique. La durée de vie des éprouvettes prélevées sur la pièce A est effectivement incluse dans l'étendue des DDV obtenues sur les éprouvettes des matières forgées en presse hydraulique et les courbes obtenues sur la matière issue de A sont très semblables à celles obtenues pour les pièces C et D. Seules les courbes obtenues pour les éprouvettes de la pièce B se distinguent significativement des autres par des durées de vie plus courtes et des vitesses stationnaires plus élevées.

Finalement, on retiendra de cette discussion que, à l'exception de quelques petites dispersions sur les propriétés obtenues, il n'existe pas de réelle signature du mode de forgeage sur les propriétés mécaniques de l'Inconel 718 DA, à minima pour la traction et le fluage à $650\text{ °C}/750\text{ MPa}$ et $650\text{ °C}/800\text{ MPa}$.

Bien qu'il s'agisse du cœur de la problématique industrielle de ce sujet de thèse, la comparaison des propriétés mécaniques sur base du mode de forgeage uniquement reste cependant très simpliste. Vu la dispersion qui existe au sein des microstructures des éprouvettes prélevées dans les différentes pièces d'une part et au sein d'une même pièce d'autre part (voir la section 4.4.2), il est incontournable d'aller identifier précisément les microstructures testées et de les mettre ensuite en relation avec les propriétés mesurées. Il a en effet été mis en évidence au chapitre 4 que la matière prélevée sur la pièce A pouvait parfois avoir des caractéristiques similaires à celles des microstructures typiques des pièces forgées en presse hydraulique et inversement. Dans la suite de ce chapitre la discussion autour des dispersions de propriétés en traction et en fluage se fera en fonction des caractéristiques microstructurales plutôt qu'en fonction du mode de forgeage. Un intérêt particulier sera porté sur les caractéristiques microstructurales impactées par la vitesse de déformation lors de la mise en forme, à savoir la taille de grains, l'écroutissage résiduel de forgeage, et la précipitation δ .

6.2 Influence des caractéristiques microstructurales

Dans cette section, l'impact respectif de la taille de grains, de la précipitation δ , et de l'érouissage résiduel, est discuté indépendamment du mode de forgeage des pièces de prélèvement. Dans ce but, une approche comparative entre certaines éprouvettes choisies judicieusement est adoptée. Une attention plus particulière est accordée à l'influence de la précipitation δ et de l'érouissage résiduel par rapport à celui de la taille de grains qui est déjà bien connu. De plus, ces deux caractéristiques microstructurales ont été identifiées au chapitre 4 comme étant les marqueurs microstructuraux d'une déformation qui serait réalisée dans des conditions de forgeage en presse hydraulique (une passe à faible vitesse) par rapport à une déformation qui serait réalisée dans des conditions de forgeage en presse à vis (deux passes à vitesse élevée).

Bien que la discussion ne soit pas orientée sur l'influence du mode de forgeage, pour l'intégralité des résultats qui sont présentés dans la suite de ce chapitre, la représentation des données propres à chaque pièce de prélèvement reste tout de même conforme à ce qui a été établi plus tôt en section 4.4.2 (voir le **tableau 4.5**). C'est-à-dire que les données obtenues à partir d'éprouvettes prélevées sur une même pièce sont, le plus souvent possible, identifiées par le même symbole et/ou la même couleur. Cela permet d'éviter toute ambiguïté.

Il est également précisé ici que les données utilisées dans cette section ne concernent pas uniquement les éprouvettes traitées DA ayant été directement prélevées sur les pièces industrielles. En effet, dans le but d'évaluer l'effet du traitement DA sur les propriétés mécaniques, une partie des éprouvettes prélevées a subi le traitement de mise en solution de 1 h à 955 °C avant le traitement de vieillissement standard (traitement SA). Bien que la discussion de l'effet DA n'arrive que plus tard dans ce chapitre, les données relatives aux essais réalisés sur les éprouvettes traitées SA sont aussi prises en compte dans cette section. Cela permet notamment d'enrichir le panel de microstructures disponibles pour l'identification de l'influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques.

6.2.1 Caractéristiques microstructurales et mécaniques des éprouvettes d'intérêt

Éprouvettes testées en traction

Au vu du grand nombre d'éprouvettes testées en traction, toutes n'ont pas été analysées. Pour la suite de ce chapitre, le choix des éprouvettes sur lesquelles l'analyse fine des caractéristiques de la microstructure testée (i.e. microstructure dans les têtes d'éprouvettes) a été menée, ne s'est pas fait de façon arbitraire. Les éprouvettes analysées ont été sélectionnées sur base des critères suivants :

- Une éprouvette par température d'essai et par pièce de prélèvement lorsque la dispersion des caractéristiques mécaniques obtenues pour des éprouvettes prélevées sur une même pièce n'est pas significative.
- Deux éprouvettes par température d'essai et par pièce de prélèvement lorsque la dispersion des caractéristiques mécaniques obtenues pour des éprouvettes prélevées sur une même pièce est significative. Les deux éprouvettes analysées sont celles pour lesquelles l'écart des propriétés est le plus grand.
- Toutes les éprouvettes ayant subi le traitement standard à la suite du forgeage au lieu du DA. Autrement dit, toutes celles ayant subi une mise en solution de 1 h à 955 °C avant le traitement de précipitation.

Il est ici opportun de préciser à partir de quel écart les différences de $R_{p0,2}$ ou de R_m mesurées peuvent être considérées comme significatives. Pour une éprouvette ayant une section utile de diamètre ϕ , l'incertitude sur la mesure de la contrainte conventionnelle $\Delta\sigma$ en fonction de ΔF et $\Delta\phi$, les incertitudes sur la mesure de la force F et de ϕ , est calculée via l'équation 6.2³. En considérant les données de l'ensemble des essais de traction réalisés (diamètres utiles ϕ et forces mesurées F) ainsi que la précision du capteur de force ($\Delta F = 75$ N), il résulte qu'une erreur aussi faible que 0,01 mm sur la mesure du diamètre de la section utile des éprouvettes engendre une sur-estimation ou une sous-estimation des caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m qui est comprise entre 10 et 15 MPa. Il s'agit donc ici d'un point important dont il faut avoir conscience. Cela permet notamment de relativiser l'ampleur des différences sur les caractéristiques relevées entre les pièces forgées en presse à hydraulique et celle forgée en presse à vis. Par conséquent, seuls les écarts supérieurs à $2\Delta\sigma_{max} = 30$ MPa sur les valeurs de $R_{p0,2}$ et R_m sont considérés comme significatifs.

$$\Delta\sigma = \frac{4}{\pi\phi^2}\Delta F + \frac{8F}{\pi\phi^3}\Delta\phi \quad (6.2)$$

Les caractéristiques (taille de grains, écrouissage résiduel de forgeage, et fraction de phase δ) des microstructures testées en traction et retenues pour analyses fines selon la procédure décrite précédemment sont listées dans le **tableau 6.1**. Afin de faciliter la discussion et la mise en relation des caractéristiques mécaniques obtenues avec celles des microstructures testées, un nom est affecté à chaque éprouvette. Celui-ci est composé du nom de la pièce dans laquelle l'éprouvette a été prélevée, et, du traitement qu'elle a subi (A-DA par exemple pour une éprouvette prélevée dans la pièce A et qui a subi le traitement DA). Pour les éprouvettes prélevées sur une même pièce et ayant subi le même traitement post-forgeage, un numéro est également associé à leur nom pour les distinguer.

Les données regroupées dans le **tableau 6.1** sont également présentées sous la forme de deux histogrammes (**Figures 6.12** et **6.13**). D'une part l'histogramme des caractéristiques microstructurales normalisées est représenté sur la **Figure 6.12**, et d'autre part, l'histogramme des caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m correspondantes est proposé sur la **Figure 6.13**. Les informations sont exactement les mêmes que celles du **tableau 6.1** mais ce mode de représentation présente l'avantage de pouvoir visualiser l'intérêt de comparer certaines éprouvettes entre-elles pour évaluer l'impact d'un paramètre microstructural précis sur les propriétés mécaniques. Tout au long de la section 6.2, nombreuses sont les références faites aux éprouvettes et à leurs caractéristiques (mécaniques et microstructurales). Le lecteur pourra donc, à sa convenance, se référer soit au mode de représentation en histogramme, soit directement au tableau des valeurs regroupant l'ensemble des informations.

3.

$$\sigma = \frac{F}{S_0} = \frac{4F}{\pi\phi^2} \Rightarrow \Delta\sigma = \left| \frac{\partial\sigma}{\partial F} \right| \Delta F + \left| \frac{\partial\sigma}{\partial\phi} \right| \Delta\phi \iff \Delta\sigma = \frac{4}{\pi\phi^2}\Delta F + \frac{8F}{\pi\phi^3}\Delta\phi$$

Eprouvette	T [°C]	Indice ASTM	Taille de grains [μm]	\overline{KAM} [°]	f_δ [%]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]
A-DA-1	amb.	10,7	8,7	0,18	2,5	1241	1499
A-DA-2	amb.	9,4	13,7	0,12	2,2	1225	1461
A-SA-1	amb.	11,1	7,6	0,23	4,6	1209	1472
A-SA-2	amb.	9,5	13,3	0,12	3,6	1177	1458
B-DA-1	amb.	13,1	3,8	0,17	4,0	1338	1558
B-DA-2	amb.	13,0	3,9	0,19	5,1	1288	1524
C-DA-1	amb.	10,4	9,7	0,18	1,6	1295	1494
C-SA-1	amb.	11,0	7,9	0,13	4,3	1177	1480
D-DA-1	amb.	11,4	6,9	0,15	2,4	1289	1522
D-SA-1	amb.	11,4	6,9	0,14	4,2	1185	1479
A-DA-3	450	10,5	9,4	0,17	2,0	1124	1336
B-DA-3	450	11,7	6,2	0,13	3,8	1129	1346
A-DA-4	650	10,4	9,7	0,17	2,1	1115	1261
A-DA-5	650	8,5	18,8	0,12	1,9	1036	1249
B-DA-4	650	13,3	3,5	0,21	4,5	1116	1268
B-DA-5	650	12,6	4,5	0,16	4,4	1118	1289
C-DA-2	650	10,7	8,7	0,13	2,0	1074	1224
C-DA-3	650	10,5	9,4	0,15	1,5	1065	1256
D-DA-2	650	11,5	8,6	0,14	2,3	1080	1259
A-DA-6	700	10,5	9,4	0,15	1,9	1055	1127
B-DA-6	700	12,4	4,8	0,13	4,3	998	1099

Tableau 6.1 – Caractéristiques microstructurales mesurées dans les têtes des éprouvettes de traction ayant été sélectionnées pour analyse selon la procédure décrite dans cette section. Le nom affecté à chaque microstructure permet de l'identifier sur les différents graphes ainsi que dans les discussions de la section 6.2. Pour rappel, les analyses EBSD ont été réalisées sur le microscope Tescan FERA 3 équipé d'un détecteur C-Nano d'Oxford, permettant de collecter des données avec un bruit de mesure aux alentours de $0,12^\circ$ en utilisant la méthode « résolution angulaire améliorée » pour l'indexation des clichés (voir chapitre 2).

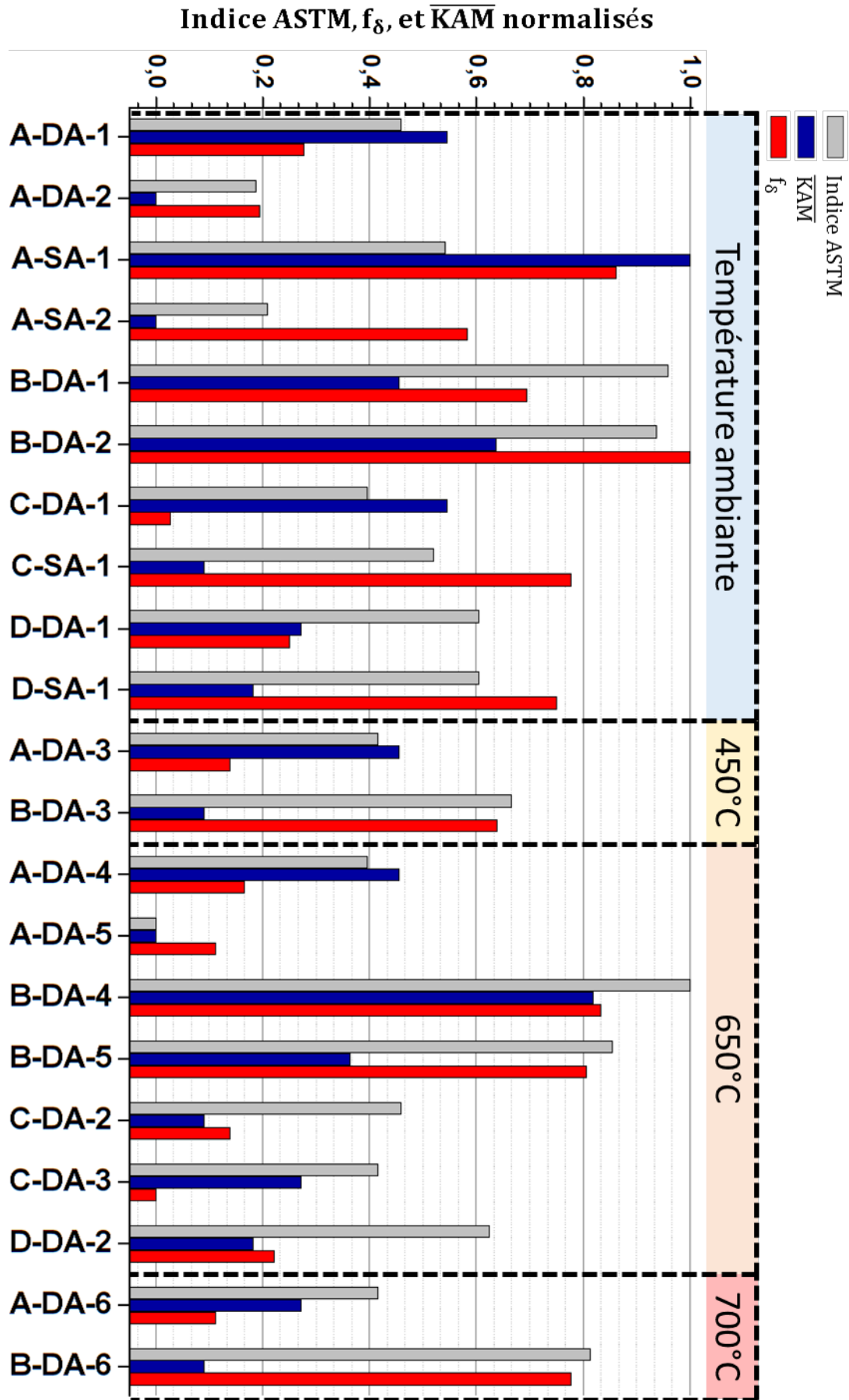


Figure 6.12 – Caractéristiques microstructurales normalisées associées aux éprouvettes testées en traction ayant été sélectionnées pour l'évaluation de l'impact des différents paramètres microstructuraux sur les propriétés en traction.

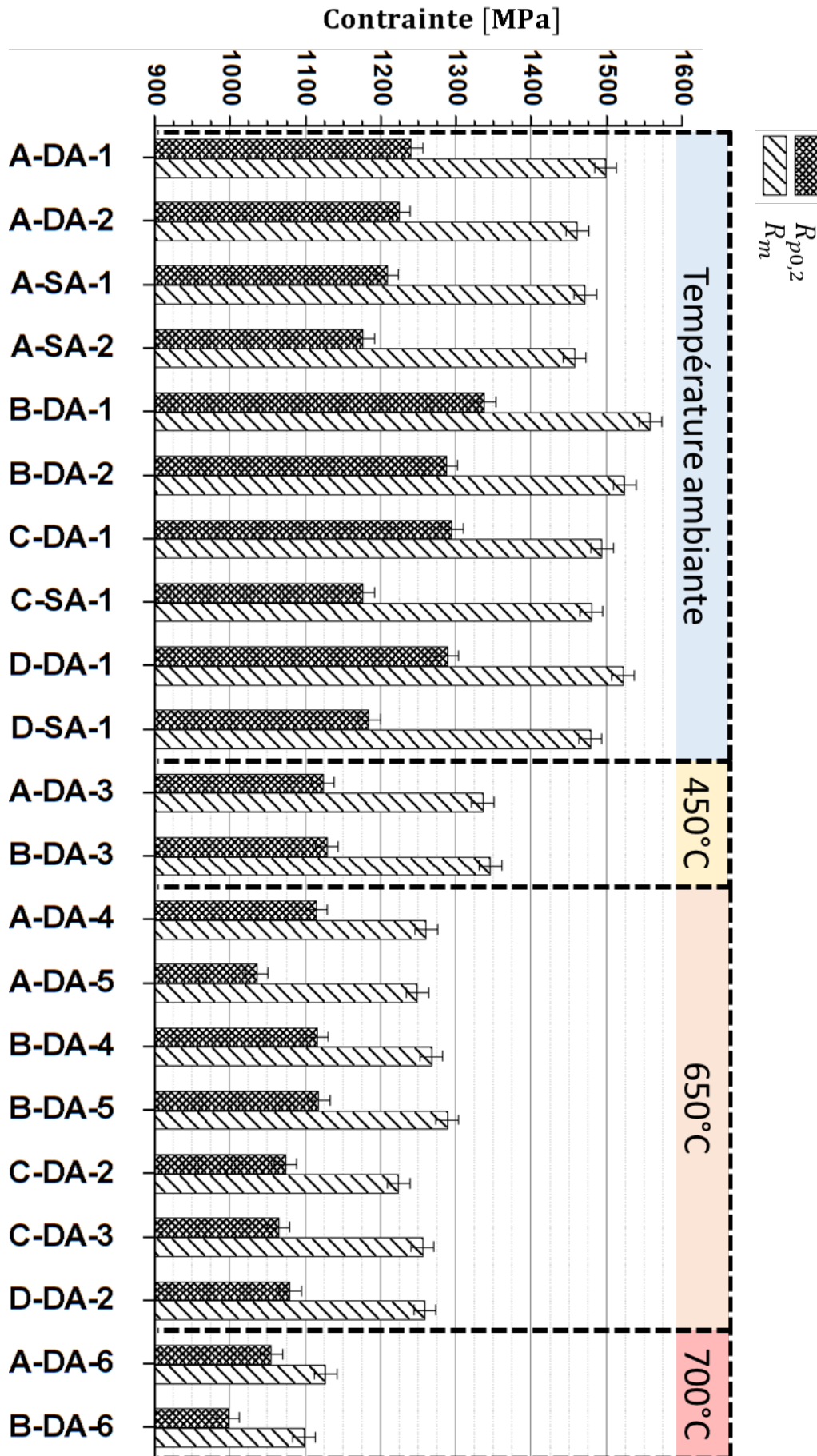


Figure 6.13 – Caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m associées aux éprouvettes dont les caractéristiques microstructurales normalisées sont présentées sur l’histogramme de la Figure 6.12.

Éprouvettes testées en fluage

Toutes les éprouvettes ayant été testées en fluage ont ensuite été caractérisées dans les têtes. Les caractéristiques microstructurales de chacune des éprouvettes de fluage ainsi que les propriétés associées sont reportées dans le **tableau 6.2**. La même nomenclature que pour les éprouvettes de traction a été adoptée. Tout comme pour la traction, la représentation des données sous forme d’histogrammes est également proposée (**Figures 6.14** et **6.15**), laissant ainsi le choix au lecteur de se référer au mode de représentation qui lui convient.

Eprouvette	σ [MPa]	Indice ASTM	Taille de grains [μm]	\overline{KAM} [$^\circ$]	f_δ [%]	DDV [h]	$\dot{\epsilon}_s$ [s^{-1}]
A-DA-7	750	8,9	16,3	0,12	1,9	193	$4,0 \cdot 10^{-10}$
A-SA-3	750	8,4	19,5	0,11	3,9	107	$1,7 \cdot 10^{-9}$
B-DA-7	750	12,9	4,1	0,46	4,8	56	$6,1 \cdot 10^{-8}$
C-DA-4	750	10,2	10,4	0,15	1,5	194	$9,9 \cdot 10^{-9}$
D-DA-3	750	11,4	6,9	0,13	1,6	198	$3,2 \cdot 10^{-9}$
D-SA-2	750	11,2	7,3	0,14	4,3	97	$1,9 \cdot 10^{-8}$
A-DA-8	800	8,9	16,3	0,12	2,2	77	$3,8 \cdot 10^{-8}$
B-DA-8	800	13,3	3,5	0,17	5,0	34	$2,5 \cdot 10^{-7}$
C-DA-5	800	10,5	9,4	0,13	1,4	96	$2,3 \cdot 10^{-8}$
D-DA-4	800	11,4	6,9	0,13	1,7	93	$4,6 \cdot 10^{-8}$

Tableau 6.2 – Caractéristiques microstructurales mesurées dans les têtes des éprouvettes de fluage. Le nom affecté à chaque microstructure permet de l’identifier sur les différents graphes ainsi que dans les discussions de la section 6.2. Pour rappel, les analyses EBSD ont été réalisées sur le microscope Tescan FERA 3 équipé d’un détecteur C-Nano d’Oxford, permettant de collecter des données avec un bruit de mesure aux alentours de $0,12^\circ$ en utilisant la méthode « résolution angulaire améliorée » pour l’indexation des clichés (voir chapitre 2).

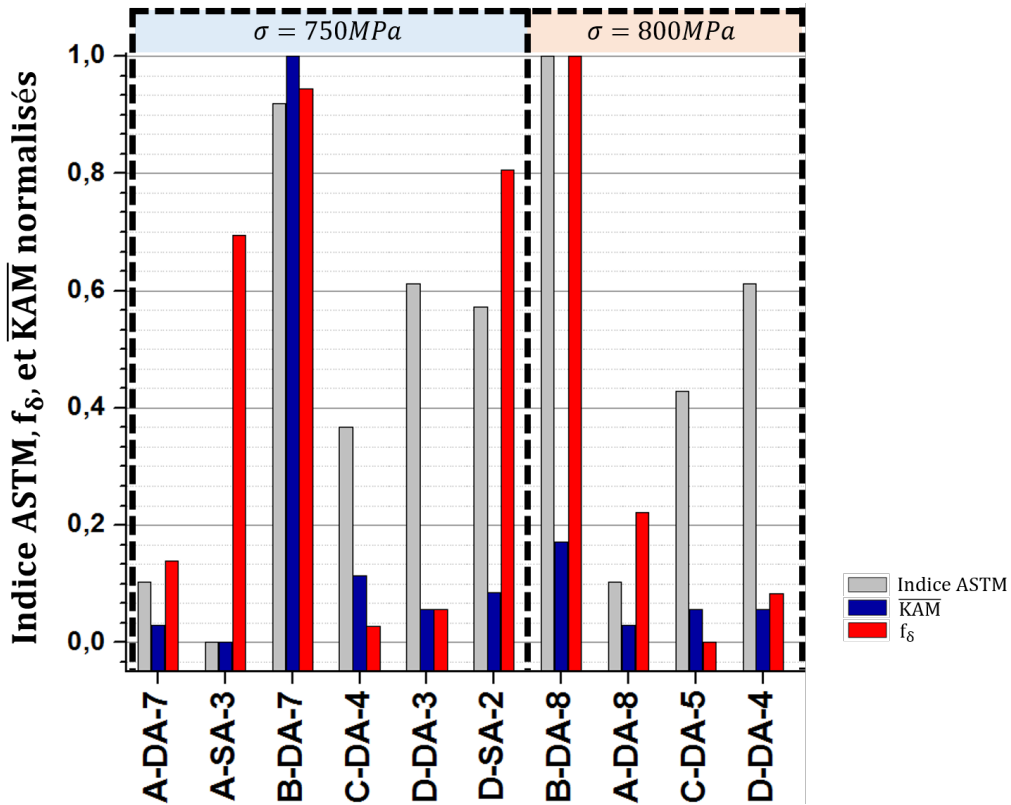


Figure 6.14 – Histogramme des caractéristiques microstructurales normalisées associées aux éprouvettes testées en fluage à 650 °C.

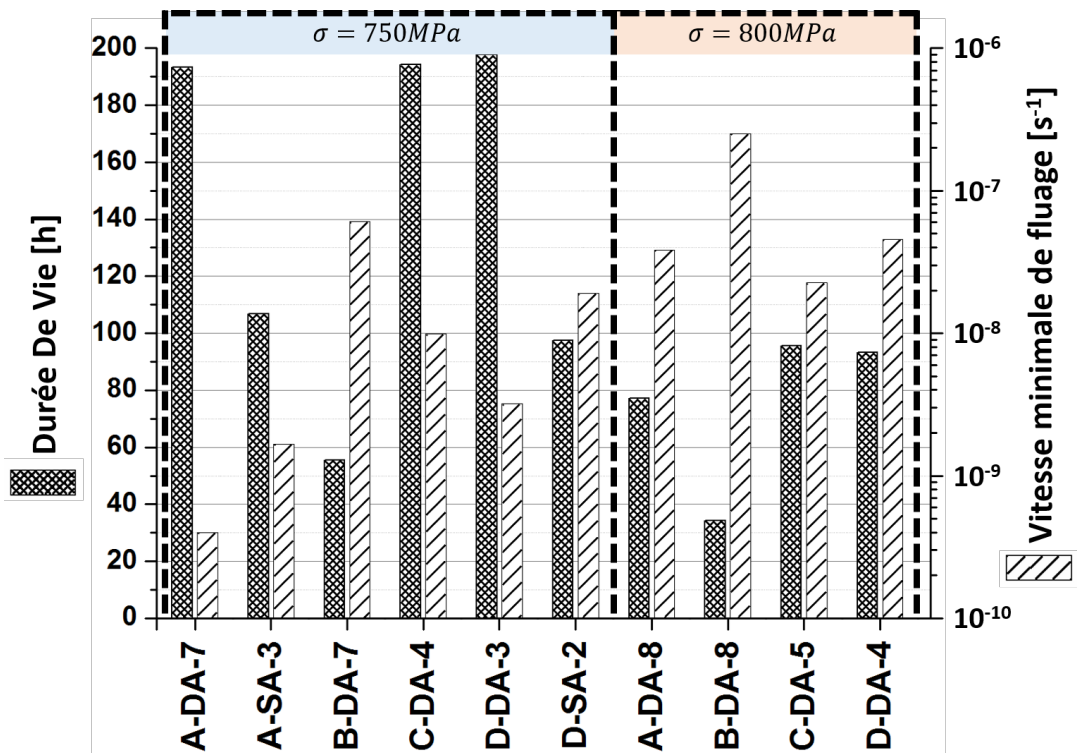


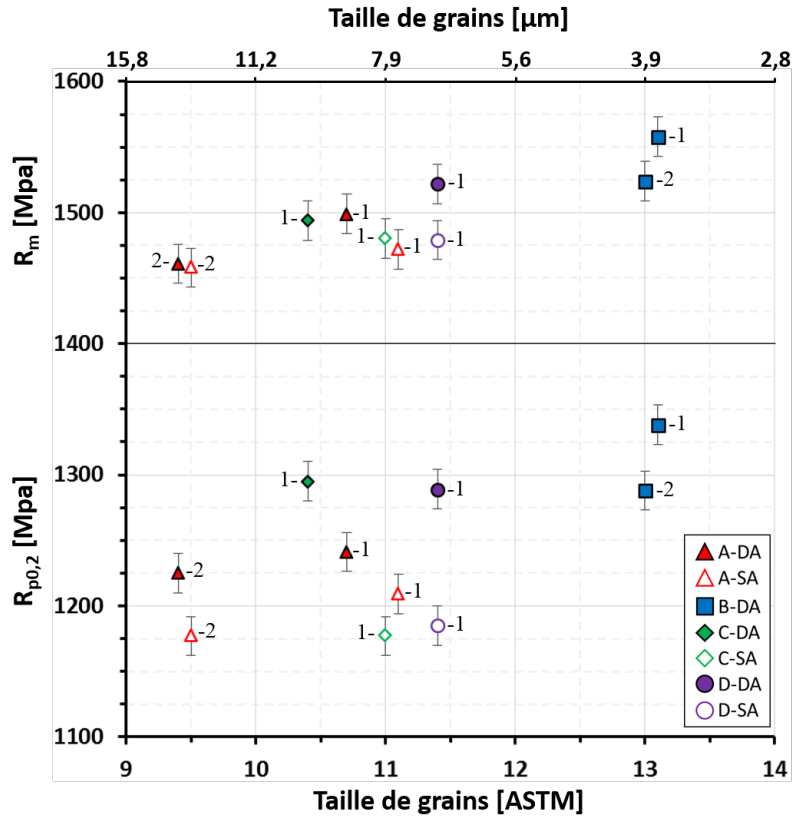
Figure 6.15 – Durées de vie et vitesses de fluage stationnaire associées aux éprouvettes dont les caractéristiques microstructurales normalisées sont présentées sur l'histogramme de la Figure 6.14.

6.2.2 Influence de la taille de grains

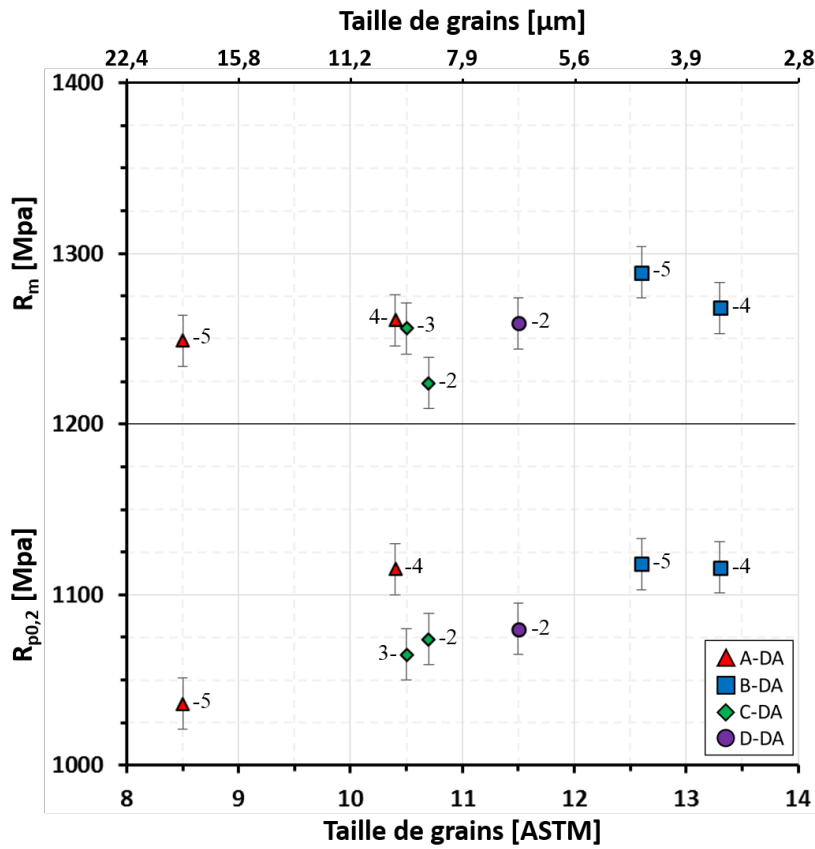
Sur les propriétés en traction

Sur la **Figure 6.16**, les caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m obtenues à température ambiante (**Figure 6.16a**) et à 650 °C (**Figure 6.16b**) sont représentées en fonction de la taille de grains. La dépendance des propriétés en traction à la taille de grains reste assez classique. De manière générale, les caractéristiques mécaniques $R_{p0,2}$ et R_m ont plutôt tendance à se positionner vers des valeurs plus élevées lorsque la taille de grains augmente. Cette tendance est tout de même moins prononcée pour les valeurs de R_m obtenues à 650 °C. La confrontation directe des caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m pour des éprouvettes dont les microstructures ne diffèrent que par la taille de grains (voir les microstructures A-DA-1 et D-DA-1 dans le **tableau 6.1** ou sur les **Figures 6.12 et 6.13**) confirme bien qu'une taille de grains plus fine confère des propriétés en traction plus élevées.

Il est cependant important de noter que la taille de grains n'a pas un impact prédominant comparée aux autres caractéristiques microstructurales. Des microstructures avec des tailles de grains proches peuvent en effet avoir des propriétés en traction différentes (voir les microstructures B-DA-1 et B-DA-2 ou D-DA et D-SA sur la **Figure 6.16a**, ou encore les microstructures A-DA-3 et C-DA-2 sur la **Figure 6.16b**). Et inversement, des microstructures avec des tailles de grains éloignées peuvent mener à des caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m qui sont similaires (voir par exemple les microstructures B-DA-2 et D-DA sur la **Figure 6.16a** ainsi que les microstructures B-DA-3, et A-DA-3 sur la **Figure 6.16b**). Cela suggère donc que d'autres paramètres de la microstructure ont une contribution de même ampleur, si ce n'est plus, sur les propriétés en traction.



(a)



(b)

Figure 6.16 – Répartition des caractéristiques mécaniques $R_{p0,2}$ et R_m en fonction de la taille de grains pour des essais de traction à a) température ambiante et b) 650°C.

Sur les propriétés en fluage

La **Figure 6.17** présente la durée de vie (DDV) et la vitesse minimale de fluage des éprouvettes testées en fluage à 650 °C/750 MPa (**Figures 6.17a et b**) et à 650 °C/800 MPa (**Figures 6.17c et d**) en fonction de la taille de grains mesurée dans les têtes d'éprouvettes.

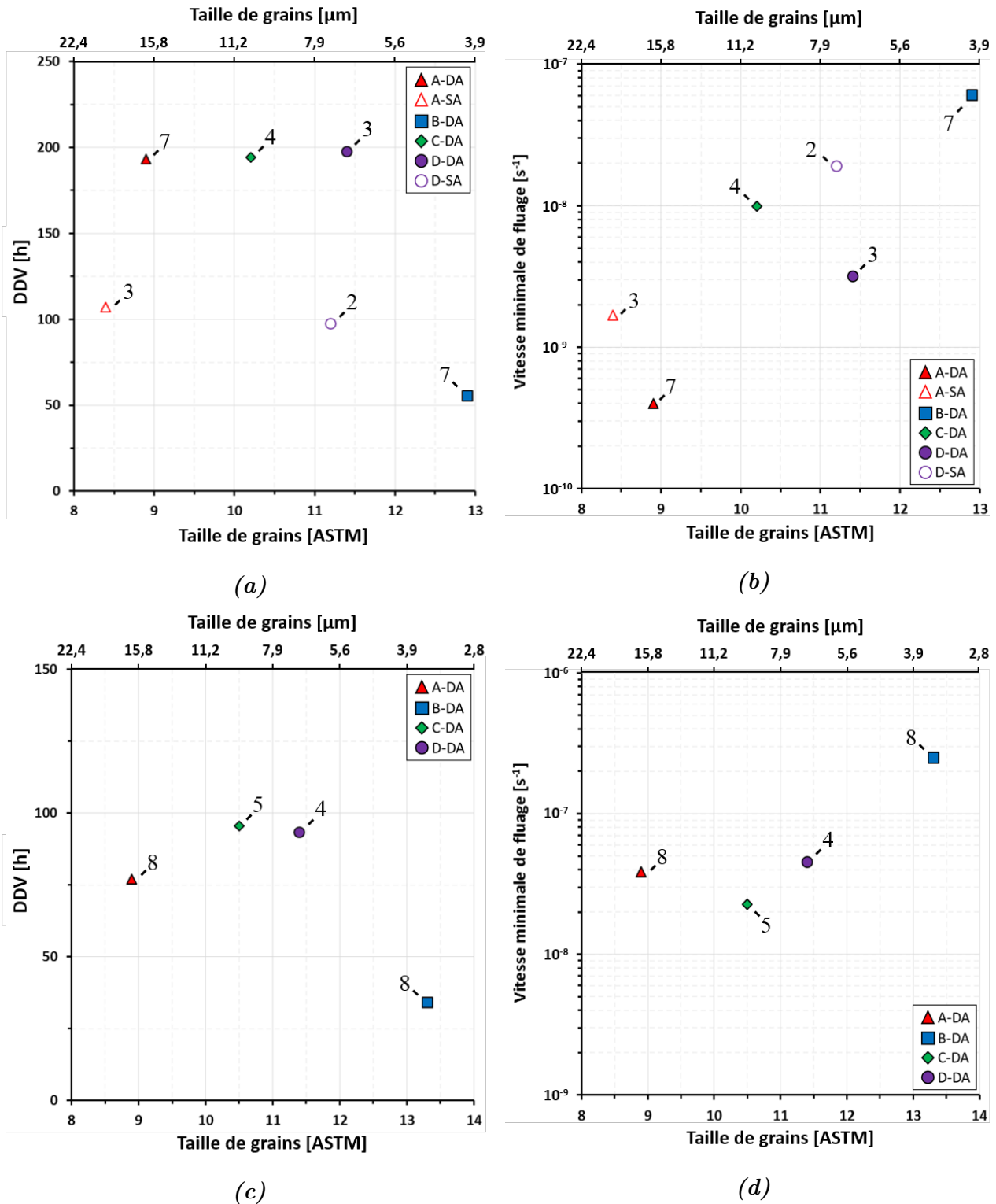


Figure 6.17 – Répartition de la DDV et de $\dot{\epsilon}_s$ en fonction de la taille de grains mesurée dans les têtes des éprouvettes testées en fluage à 650 °C a) pour $\sigma = 750$ MPa, et b) pour $\sigma = 800$ MPa.

Comme le montre la **Figure 6.17**, les propriétés les moins bonnes sont obtenues pour la structure granulaire la plus fine. Les microstructures B-DA-7 et B-DA-8 pour lesquelles les structures granulaires sont les plus fines (12,9 *ASTM* pour B-DA-7 et 13,3 *ASTM* pour B-DA-8) affichent non seulement les durées de vie les plus faibles mais aussi les vitesses minimales de fluage les plus élevées à 750 MPa et 800 MPa respectivement. Il est en effet important de rappeler que, même s'il est secondaire par rapport au mécanisme de fluage dislocations, le fluage diffusion contribue tout de même à la déformation en fluage, et ce dans des proportions d'autant plus importantes que la taille de grains est fine. Cela explique que, même si le mécanisme de fluage dislocations a été identifié comme prépondérant dans les conditions de sollicitation investiguées, la petite taille de grains est très probablement au moins en partie responsable des plus faibles propriétés obtenues sur les éprouvettes de type B-DA.

La répartition des autres points sur les **Figures 6.17a et c** ne montre clairement pas de forte dépendance de la durée de vie à la taille de grains. En effet, alors que la taille de grains diminue progressivement entre les éprouvettes A-DA-7, C-DA-4, et D-DA-3, leur durée de vie est strictement identique. Un constat similaire peut également être fait pour les éprouvettes A-DA-8, C-DA-5 et D-DA-4 de la **Figure 6.17c**. La répartition de ces mêmes points sur la **Figure 6.17d** ne traduit pas non plus un fort effet de la taille de grains sur la vitesse minimale de fluage à 800 MPa. Cependant, à 750 MPa, les points de la **Figure 6.17b** ont plutôt tendance à se positionner vers des valeurs de vitesse stationnaire plus faibles lorsque la taille de grains augmente, décrivant un effet taille de grains classique. Il est cependant difficile d'affirmer pour le moment que cette répartition témoigne d'un réel effet de la taille de grains. D'une part, cette tendance générale est à modérer puisque qu'il existe tout de même des microstructures avec des tailles de grains très différentes et des vitesses minimales de fluage proches (voir les éprouvettes A-SA-3 et D-DA-3). D'autre part, il est nécessaire d'être très prudent vis à vis des conclusions tirées dans la mesure où la taille de grains n'est pas l'unique paramètre variant. Certes la taille de grains de ces microstructures évolue entre les éprouvettes, mais les autres caractéristiques également. Ces graphes ne reflètent donc pas l'effet de la taille de grains indépendamment de celui des autres caractéristiques microstructurales, ce qui pourrait avoir comme conséquence de masquer la réelle contribution de la taille de grains sur les propriétés en fluage qui ont été évaluées dans cette étude. D'ailleurs, si on compare les propriétés obtenues sur les éprouvettes C-DA-4 et D-DA-3 qui ne diffèrent que par leur taille de grains, on constate que leur positionnement ne suit pas la tendance générale de la **Figure 6.17b**. Elles ont des DDV similaires et, au contraire, on relève une vitesse minimale de fluage légèrement plus élevée pour l'éprouvette C-DA-4 qui présente pourtant une taille de grains supérieure (10,2 *ASTM* contre 11,4 *ASTM* pour D-DA-3).

Ce qu'il faut finalement retenir ici concernant l'effet de la taille de grains sur les propriétés en fluage dans les conditions testées est assez similaire aux conclusions faites précédemment pour la traction. Le paramètre taille de grains ne présente pas une importance prédominante sur les propriétés en fluage dans les conditions investiguées. Il se pourrait même que son influence soit de second ordre par rapport à d'autres paramètres microstructuraux. Il peut effectivement être constaté que les couples d'éprouvettes A-DA-7/A-SA-3 et D-DA-3/D-SA-2 qui ont pourtant des tailles de grains similaires affichent des caractéristiques en fluage très différentes. Cela confirme, une fois de plus, que le fluage dislocations est le mécanisme de déformation principal puisque, dans le cas contraire, une dépendance à la taille de grains beaucoup plus marquée des caractéristiques en fluage serait observée. L'influence de la taille de grains sur les propriétés en fluage étant, en réalité, très dépendante du mécanisme de déformation actif.

6.2.3 Influence de la précipitation δ

Sur les propriétés en traction

Afin d'évaluer l'impact de la précipitation δ sur les propriétés en traction indépendamment de celui des autres caractéristiques microstructurales, il convient de mettre en relation les valeurs $R_{p0,2}$ et R_m obtenues avec la fraction de phase δ mesurée pour un nombre restreint d'éprouvettes du **Tableau 6.1**. Il est ici approprié de comparer entre-elles les propriétés obtenues pour des microstructures qui ne diffèrent que par leur teneur en phase δ .

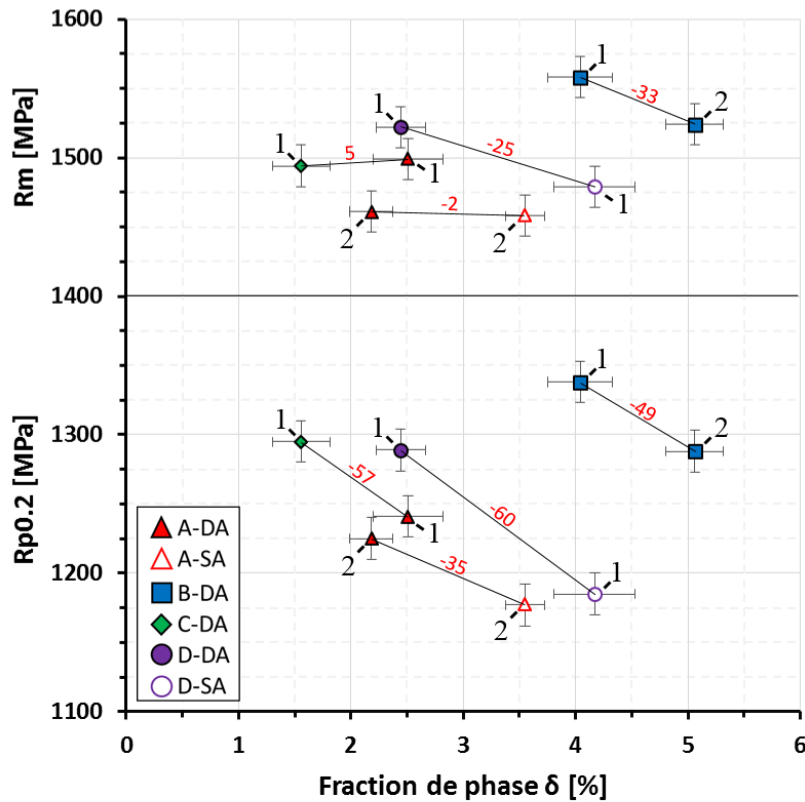


Figure 6.18 – Répartition des caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m à température ambiante en fonction de la fraction de phase δ pour une partie des microstructures du **Tableau 6.1**. Les microstructures qu'il est pertinent de comparer pour mesurer l'impact de la fraction de phase δ sur ces caractéristiques mécaniques sont reliées entre-elles. La pente de la droite passant par les points à comparer est indiquée en rouge sur le segment qui les relie.

Parmi les éprouvettes du **Tableau 6.1** testées à température ambiante, il est judicieux de mettre en relation deux à deux les propriétés des éprouvettes A-DA-1 et C-DA-1, A-DA-2 et A-SA-2, B-DA-1 et B-DA-2, D-DA-1 et D-SA-1. Pour chacun de ces couples, les tailles de grains sont proches et les niveaux d'érouissage résiduel sont similaires. Les caractéristiques $R_{p0,2}$ et R_m des éprouvettes précédemment citées sont affichées sur la **Figure 6.18** en fonction de la fraction de phase δ mesurée dans les têtes. Sur ce graphique, les points qu'il est pertinent de mettre en relation sont reliés entre eux, formant les couples cités précédemment. Pour chaque couple, la répartition des points dans le diagramme de la **Figure 6.18** traduit une forte dépendance de la valeur $R_{p0,2}$ à la quantité de phase δ contenue dans la microstructure. La tendance est nette, une fraction plus élevée de phase δ engendre un abattement sur la limite pratique d'élasticité de l'alliage. En moyenne, pour une taille de grains donnée et des niveaux d'érouissage proches, une augmentation de 1% de fraction de phase δ entraîne une diminution de l'ordre de 50 MPa sur $R_{p0,2}$. L'influence de la fraction de phase δ sur la résistance mécanique R_m est cependant

moins tranchée. Alors qu'une fraction plus élevée est parfois sans impact pour R_m (voir les microstructures A-DA-1 et C-DA-1 ainsi que A-DA-2 et A-SA-2 sur la **Figure 6.18**), elle semble parfois pénalisante (voir les microstructures B-DA-1 et B-DA-2 ainsi que D-DA-1 et D-SA sur la **Figure 6.18**). Notons tout de même que dans ce dernier cas, l'abattement sur R_m intervient dans une moindre mesure par rapport à celui sur $R_{p0,2}$ pour une même variation de fraction de phase δ .

Pour des températures de sollicitation plus élevées, le nombre de candidats pour discuter de l'effet de la précipitation δ sur les propriétés en traction indépendamment de celui des autres paramètres est faible. Parmi les éprouvettes testées à 450 °C, 650 °C, ou 700 °C, peu ont des microstructures qui se différencient uniquement par leur fraction de phase δ . Il est tout de même intéressant de considérer le couple d'éprouvettes A-DA-6 et B-DA-6 déformées à 700 °C dont les caractéristiques microstructurales sont reportées dans le **tableau 6.1**. Alors que les niveaux d'écrouissage résiduel mesurés sur ces deux éprouvettes sont comparables, une taille de grains plus fine sur B-DA-6 (12,4 *ASTM* contre 10,5 *ASTM* pour A-DA-6), pourtant connue pour son effet bénéfique sur les propriétés en traction, ne permet pas de compenser une fraction de phase δ plus de deux fois supérieure par rapport à A-DA-6. Pour ce couple, une augmentation de $f_\delta = 1,9\%$ (A-DA-6) à $f_\delta = 4,3\%$ (B-DA-6) engendre un abattement de plus de 55 MPa sur $R_{p0,2}$. La dépendance de $R_{p0,2}$ à la quantité de phase δ ici relevée n'est pas aussi prononcée que celle identifiée sur les éprouvettes testées à température ambiante. Les données traduisent un abattement sur $R_{p0,2}$ d'environ 25 MPa/% contre environ 50 MPa/% à température ambiante. Il est cependant important de garder en tête que, malgré le fait qu'une taille de grains plus fine ne contre-balance pas une fraction de phase δ plus élevée pour ce couple, celle-ci joue forcément un rôle sur les propriétés mesurées, et peut en partie masquer le réel impact de la quantité de phase δ . L'impact sur la résistance mécanique reste ici non significatif puisqu'il est inférieur à 30 MPa.

Il est également pertinent de mettre en relation les valeurs $R_{p0,2}$ et R_m avec les caractéristiques microstructurales du couple d'éprouvettes C-DA-2 et C-DA-3 déformées à 650 °C. Alors que les tailles de grains et les niveaux d'écrouissage résiduel sont proches pour ces deux éprouvettes, la dépendance des caractéristiques mécaniques $R_{p0,2}$ et R_m à la fraction de phase δ est différente de celle qui est jusqu'alors observée. Le passage d'une fraction de phase δ de $f_\delta = 1,5\%$ (C-DA-3) à $f_\delta = 2,0\%$ (C-DA-2) n'a aucun impact sur la limite pratique d'élasticité mais a pour effet une diminution de la résistance mécanique qui commence à être significative (> 30 MPa). Ces observations sont tout de même à relativiser. D'une part, les différences de fraction δ entre ces deux éprouvettes restent peu élevées, surtout compte tenu de la dispersion des mesures. Un écart-type de 0,3% est effectivement associé à chacune de ces deux valeurs f_δ . D'autre part, la différence de R_m mesurée entre les deux éprouvettes est exactement de 32 MPa, soit à peine plus élevée que la limite au-delà de laquelle une différence est considérée comme significative.

Les tendances ainsi obtenues concernant l'influence de la précipitation δ vis à vis des propriétés $R_{p0,2}$ et R_m sont plutôt conformes aux résultats ayant été rapportés par le passé dans des travaux qui se sont intéressés à des problématiques similaires [151–155]. Desvallées et al. [151] ont notamment montré qu'une quantité plus importante de particules δ présente dans la microstructure conduisait à un abattement de la limite d'élasticité, et ce indépendamment de la température de sollicitation entre l'ambiante et 800 °C. Ces derniers auteurs ne mesurent également aucun impact de la quantité de phase δ sur la résistance mécanique. En accord avec Desvallées et al. [151], Takahashi et al. [153] ainsi que Li et al. [152] font les mêmes constats lors d'essais réalisés à température ambiante et à 650 °C respectivement. Seuls Valle et al. [154] n'observent aucun effet de la quantité de phase δ sur les propriétés en traction pour des essais

réalisés à température ambiante. Il faut cependant noter que dans leur étude, les fractions de phase δ comparées sont très faibles (f_δ varie de 0,3% à 1,4%) devant celles comparées dans les autres études citées précédemment ainsi que devant celles atteintes sur les éprouvettes testées dans nos travaux.

Compte tenu des résultats obtenus dans cette étude ainsi que ceux rapportés dans la littérature, l'effet de la quantité de phase δ dans la microstructure sur les propriétés en traction est donc désormais très clair : une quantité de phase δ plus élevée est pénalisante vis à vis de la limite d'élasticité, alors qu'elle ne modifie pas (ou peu) la résistance mécanique de l'alliage. On relève cependant quelques écarts à cette tendance. On note des variations sur R_m pour les couples B-DA-1/B-DA-2 et D-DA-1/D-SA-1 déformés à température ambiante ainsi qu'une dépendance des propriétés à la fraction de phase δ qui est « inversée » pour le couple C-DA-2/C-DA-3 déformé à 650 °C (une fraction de phase δ plus élevée ne modifie pas $R_{p0,2}$ mais implique une diminution de R_m). Ces écarts aux tendances générales, qui méritent d'être investigués plus en détails, suggèrent que d'autres caractéristiques de la structure de précipitation que la quantité de phase δ peuvent jouer un rôle sur les propriétés en traction. Bien que moins étudié que l'effet de la quantité de phase δ sur les propriétés en traction, il a été démontré dans la littérature que la morphologie et la nature inter ou intragranulaire des particules δ dans la microstructure était également en mesure d'influencer les caractéristiques mécaniques en traction [155, 156].

Alors que la morphologie des particules δ semble jouer un rôle secondaire sur les propriétés en traction selon Anderson et al. [155], ces auteurs démontrent que ce n'est pas le cas en ce qui concerne leur répartition dans la microstructure. Dans leurs travaux, ces derniers ont notamment mis en évidence que les proportions respectives des particules δ intergranulaires et intragranulaires pouvaient directement impacter les caractéristiques mécaniques résultantes. L'analyse des résultats qu'ils rapportent montre que, pour deux microstructures générées ne différant que par leurs proportions respectives de phase δ intragranulaire et intergranulaire, une limite d'élasticité et une résistance mécanique plus faibles sont obtenues pour la microstructure qui contient la plus grande proportion de phase δ intergranulaire. Plus précisément, pour une fraction de phase δ $f_\delta \approx 2,5\%$, on relève un abattement de 20 MPa sur la limite d'élasticité et de plus de 35 MPa sur R_m lorsque la fraction de phase δ intergranulaire passe de $\approx 0,7\%$ à $\approx 1,2\%$ (et donc lorsque la fraction de phase δ intragranulaire passe de $\approx 1,8\%$ à $\approx 1,3\%$). On retiendra donc de ces travaux un effet néfaste des particules intergranulaires par rapport à celles intragranulaires, et ce principalement vis à vis de R_m (l'effet sur la limite d'élasticité étant peu significatif). En accord avec Anderson et al., Zhang et al. [156] rapportent également qu'une précipitation intergranulaire des particules δ est défavorable pour la limite d'élasticité et la résistance mécanique contrairement à une précipitation δ intragranulaire. Contrairement à Anderson et al., Zhang et al. montrent cependant que l'effet de particules globulaires situées aux joints de grains est plus nocif que celui des particules en forme de plaquettes (i.e. d'aiguilles pour les observations en coupe). Accorder de l'importance à de tels aspects de la structure de précipitation présente donc un intérêt certain, notamment dans l'optique de discuter des quelques écarts aux tendances générales obtenues pour les couples d'éprouvettes B-DA-1/B-DA-2, D-DA-1/D-SA-1 et C-DA-2/C-DA-3.

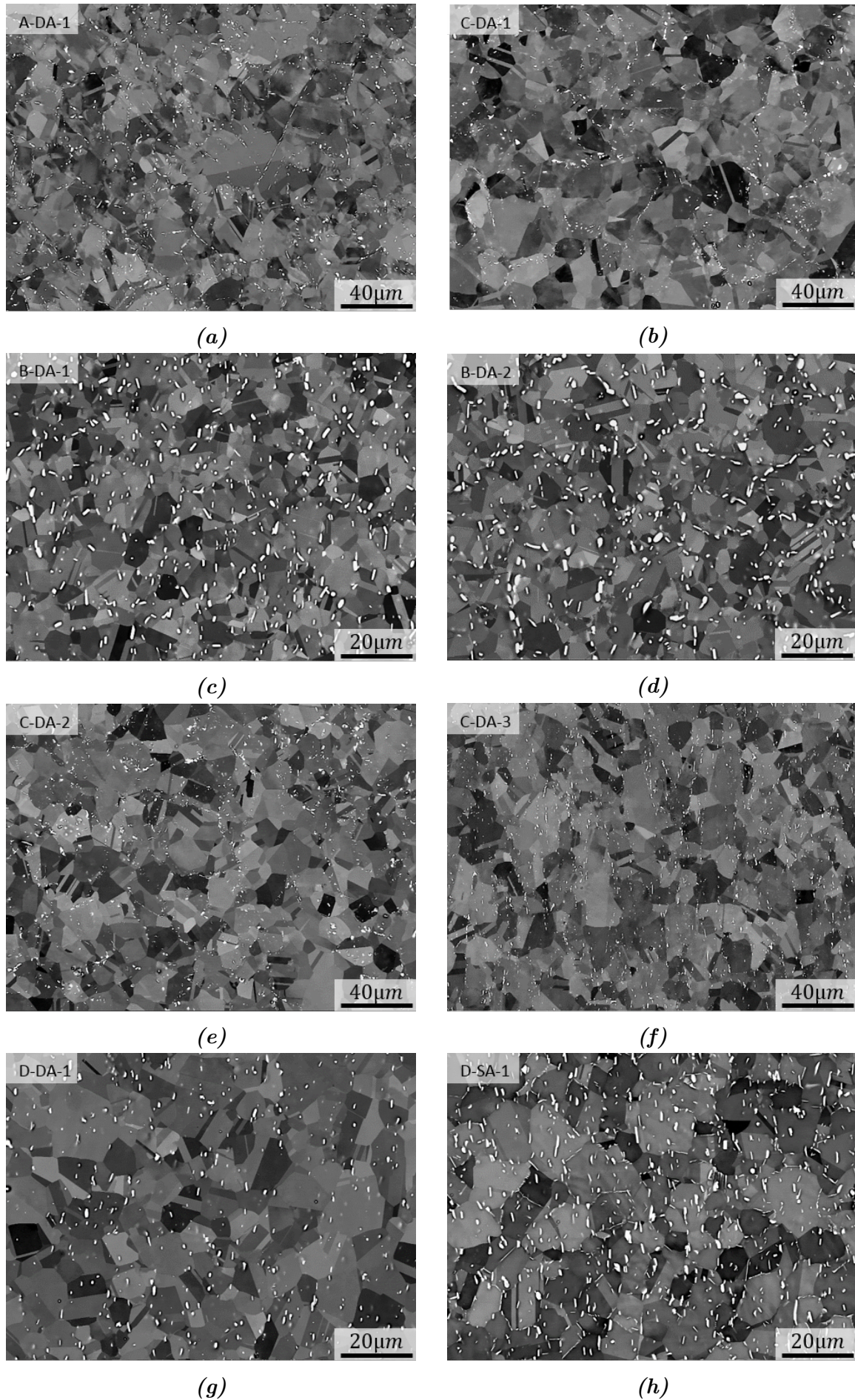


Figure 6.19 – Images BSE des microstructures d'éprouvettes testées en traction dont la référence est précisée sur chaque image.

La **Figure 6.19** présente des images BSE pour une partie des couples d'éprouvettes considérés dans cette section. En particulier, les microstructures des trois couples d'éprouvettes pour lesquels l'influence de la quantité de phase δ sur les propriétés en traction s'écartent légèrement des tendances générales obtenues et rapportées dans la littérature (B-DA-1 et B-DA-2, CDA-2 et C-DA-3, D-DA-1 et D-SA-1) sont montrées sur les **Figures 6.19c-h**. Les microstructures du couple A-DA-1 et C-DA-1, dont les résultats obtenus suivent quant à eux les tendances générales, sont également affichées (voir **Figures 6.19a et b**). En considérant les microstructures présentées sur les **Figures 6.19e-h**, il est effectivement possible de constater que pour les couples d'éprouvettes CDA-2/C-DA-3 et D-DA-1/D-SA-1, des changements notables concernant la répartition et la morphologie des particules δ sont observés entre les microstructures comparées deux à deux. Alors que les particules δ sont majoritairement intragranulaires pour D-DA-1 (**Figure 6.19g**), on peut observer une proportion bien plus importante de particules intergranulaires (souvent sous forme d'aiguilles) dans la microstructure D-SA-1 (**Figure 6.19h**). En plus d'une fraction de phase δ plus élevée pour D-SA-1, on a ici la confirmation que la présence de phase δ aux joints de grains accentue l'effet nocif de ces particules sur les propriétés en traction. On note effectivement que c'est pour ce couple d'éprouvettes que l'impact sur $R_{p0,2}$ d'une quantité plus importante de phase δ est le plus prononcé (diminution de 60 MPa/% sur la **Figure 6.18**). En accord avec les résultats de la littérature, cette précipitation intergranulaire plus développée peut également expliquer la diminution de R_m entre l'éprouvette D-DA-1 et D-SA. La comparaison des microstructures A-DA-1 (**Figure 6.19a**) et C-DA-1 (**Figure 6.19b**) prouve en effet que pour, une répartition similaire des particules δ (majoritairement intragranulaire le cas échéant), une quantité de phase δ plus élevée impacte uniquement $R_{p0,2}$ de manière significative.

De la même manière, force est de constater que la répartition des particules δ est presque exclusivement intragranulaire dans la microstructure C-DA-3 (**Figure 6.19f**), alors qu'une proportion plus importante de particules semble être située au niveau des joints de grains dans la microstructure C-DA-2 (**Figure 6.19e**), et qui plus est, sous une forme plutôt globulaire. Comme remarqué plus tôt dans cette section, l'écart de fraction de phase δ entre ces deux éprouvettes est peu significatif. Cela suppose que les différences de propriétés entre celles-ci sont donc plutôt liées aux différences de répartition et de morphologie des particules δ qu'à la quantité de phase en elle-même. La mise en relation des microstructures et des caractéristiques mécaniques des éprouvettes C-DA-2 et C-DA-3 suggère donc qu'à quantité de phase δ équivalente, une structure de précipitation pour laquelle les précipités sont plutôt globulaires et en partie situés aux joints de grains serait plus pénalisant qu'une structure où les précipités sont exclusivement intragranulaires. Ces observations supportent les conclusions tirées des travaux de Anderson et al. ainsi que de ceux de Zhang et al. [155, 156].

Des analyses similaires ne peuvent cependant pas être faites pour le couple B-DA-1/B-DA-2. Les images en électrons rétrodiffusés de ces deux microstructures (**Figures 6.19c et d**) ne montrent pas une différence évidente sur la morphologie ni sur la répartition des particules δ dans la microstructure. Il est important de noter que, malgré le fait que les niveaux d'écroissage résiduel mesurés sur ces deux éprouvettes soient comparables ($\overline{KAM} = 0,17^\circ$ et $\overline{KAM} = 0,19^\circ$ pour B-DA-1 et B-DA-2 respectivement), la nature des grains qui constituent leur microstructure est différente, ce qui n'est probablement pas sans effet sur les propriétés mécaniques. Comme le montrent les cartographies du KAM de ces deux microstructures, l'écroissage résiduel de B-DA-2 est principalement fourni par la présence de grains non-recristallisés dans la microstructure alors que celui de B-DA-1 est conféré par la présence de grains DRX. Cet aspect sera traité plus en détails dans la section 6.2.4 qui s'intéresse à l'effet de l'écroissage résiduel de forgeage sur les propriétés en traction.

Sur les propriétés en fluage

De manière analogue à l'approche employée pour l'évaluation de l'impact de la phase δ sur les propriétés en traction, un nombre restreint d'éprouvettes est considéré dans cette section. Parmi les éprouvettes testées en fluage dans les mêmes conditions, deux couples constitués par des éprouvettes pour lesquelles les microstructures ne diffèrent que par la quantité de phase δ peuvent être identifiés. Il s'agit des couples A-DA-7/A-SA-3 et D-DA-3/D-SA-2 testées en fluage à 650 °C et 750 MPa, et dont les propriétés résultantes sont à comparer deux à deux.

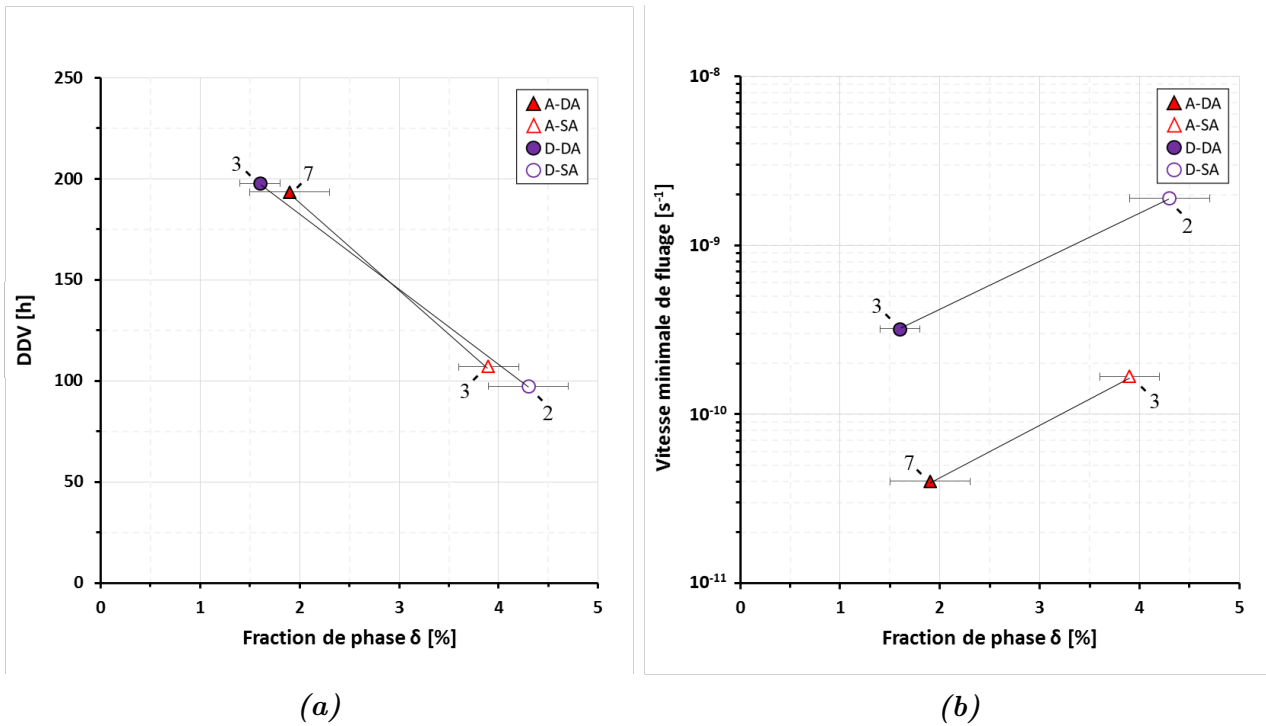


Figure 6.20 – Répartition de a) la durée vie et de b) la vitesse minimale de fluage en fonction de la quantité de phase δ pour une partie des éprouvettes testées en fluage à 650 °C et 750 MPa. Les éprouvettes qui doivent être comparées entre-elles (celles qui diffèrent uniquement par leur quantité de phase δ) sont reliées, elles forment les couples A-DA-7/A-SA-3 et D-DA-3/D-SA-2.

La **Figure 6.20** présente la durée de vie et la vitesse minimale de fluage obtenues pour les couples d'éprouvettes considérés en fonction de la quantité de phase δ mesurée dans les têtes. L'état de précipitation de la phase δ de chacune des éprouvettes dont les données sont présentées sur la **Figure 6.20** est, de plus, illustré sur la **Figure 6.22**. Les tendances obtenues sur les graphes de la **Figure 6.20** parlent d'elles-mêmes. Une quantité plus élevée de phase δ dans la microstructure implique à la fois une vitesse de fluage stationnaire plus élevée et un abattement sur la durée de vie. Comme pour la traction, un effet néfaste de la phase δ sur les propriétés en fluage est donc ici observé.

Il convient aussi de souligner que la dépendance des propriétés en fluage à la précipitation δ mise en évidence dans cette section confirme un peu plus que la taille de grains ne joue pas un rôle prépondérant dans les conditions de sollicitation opérées. En plus d'avoir les tailles de grains les plus fines, les éprouvettes B-DA-7 et B-DA-8, pour lesquelles les propriétés en fluage sont les moins bonnes (**Figure 6.17**), affichent également les quantités de phase δ les plus élevées (4, 8% et 5% respectivement). Il ne fait donc aucun doute que de telles quantités de phase δ contribuent aussi au fait que les propriétés soient moins bonnes pour ces éprouvettes. D'autre part, il est également important de remarquer sur la **Figure 6.20a** que, bien que les tailles de grains soient très éloignées entre A-DA-7 et D-DA-3 d'une part (8, 9 *ASTM* et 11, 4 *ASTM* respectivement)

et A-SA-3 et D-SA-2 d'autre part (8,4 *ASTM* et 11,2 *ASTM* respectivement), les durées de vies sont identiques. Cela suggère donc que la durée de vie est complètement indépendante de la taille de grains et est principalement pilotée par la précipitation δ dans ces conditions d'essais. La répartition des propriétés de l'ensemble des éprouvettes testées en fluage en fonction de la phase δ de la **Figure 6.21** valide définitivement le fait que la précipitation δ soit le paramètre microstructural de premier ordre pour la durée de vie en fluage. D'un point de vue quantitatif, gardons en tête que la durée de vie en fluage est divisée par deux lorsque la quantité de phase δ double.

Bien que la **Figure 6.20b** démontre clairement que la quantité de phase δ impacte significativement la vitesse de fluage stationnaire, celle-ci sous-entend également que la précipitation δ n'est pas l'unique paramètre microstructural influant sur cette caractéristique mécanique. En effet, pour des quantités de phase δ identiques, la vitesse minimale de fluage varie. C'est le cas entre les éprouvettes A-DA-7 et D-DA-3 d'une part et A-SA-3 et D-SA-2 d'autre part. Cela confirme que, même si le facteur taille de grains n'est pas prépondérant, il intervient tout de même sur cette propriété puisque c'est le seul paramètre variant significativement entre les éprouvettes précédemment citées. Des niveaux d'érouissage résiduels proches sont effectivement mesurés, en particulier entre les microstructures A-DA-7 et D-DA-3 qui affichent des valeurs \overline{KAM} de 0,12° et 0,13° respectivement, ce qui permet d'écarter objectivement tout impact potentiel de l'érouissage résiduel sur la vitesse de fluage stationnaire entre ces éprouvettes. Sur base de ces observations, on relèvera approximativement qu'une taille de grains de 2 à 3 fois plus fine (en terme de diamètre moyen des grains) a un effet comparable sur la vitesse minimale de fluage à une quantité de phase δ 2 fois plus élevée.

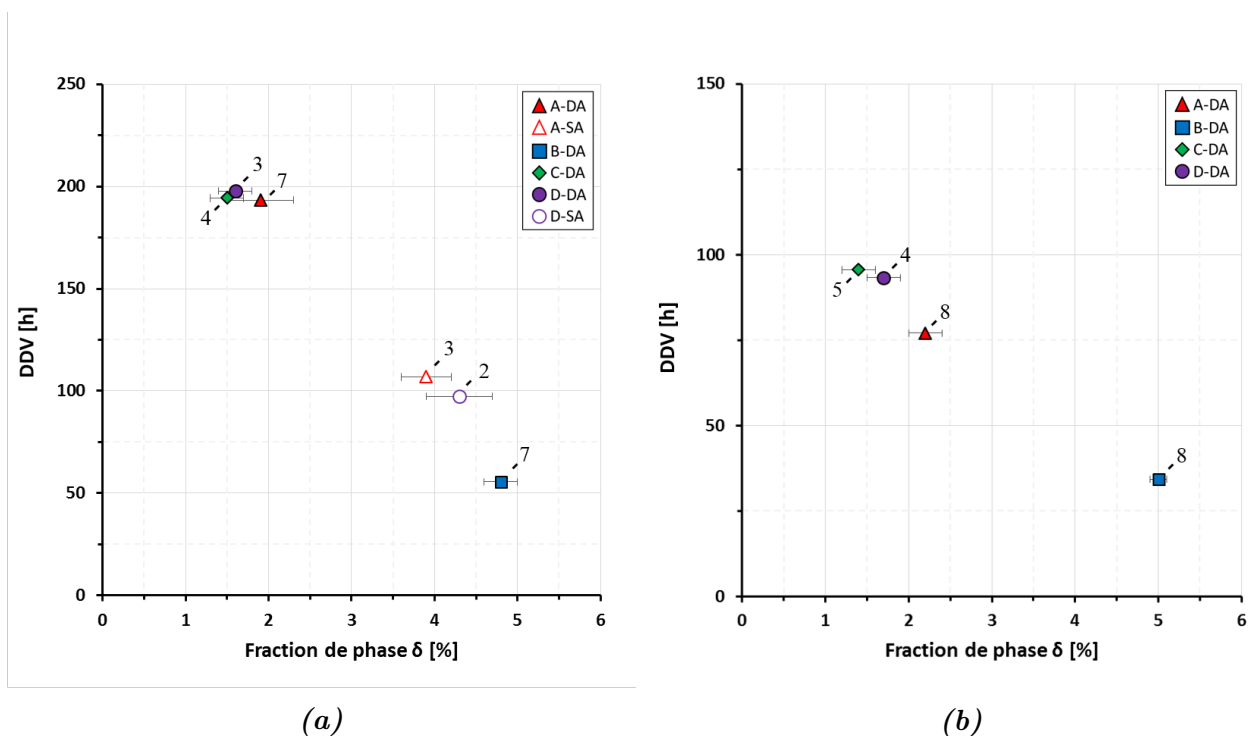


Figure 6.21 – Répartition de la DDV en fonction de la fraction de phase δ pour l'ensemble des éprouvettes testées en fluage à 650 °C a) pour 750 MPa, et b) pour 800 MPa.

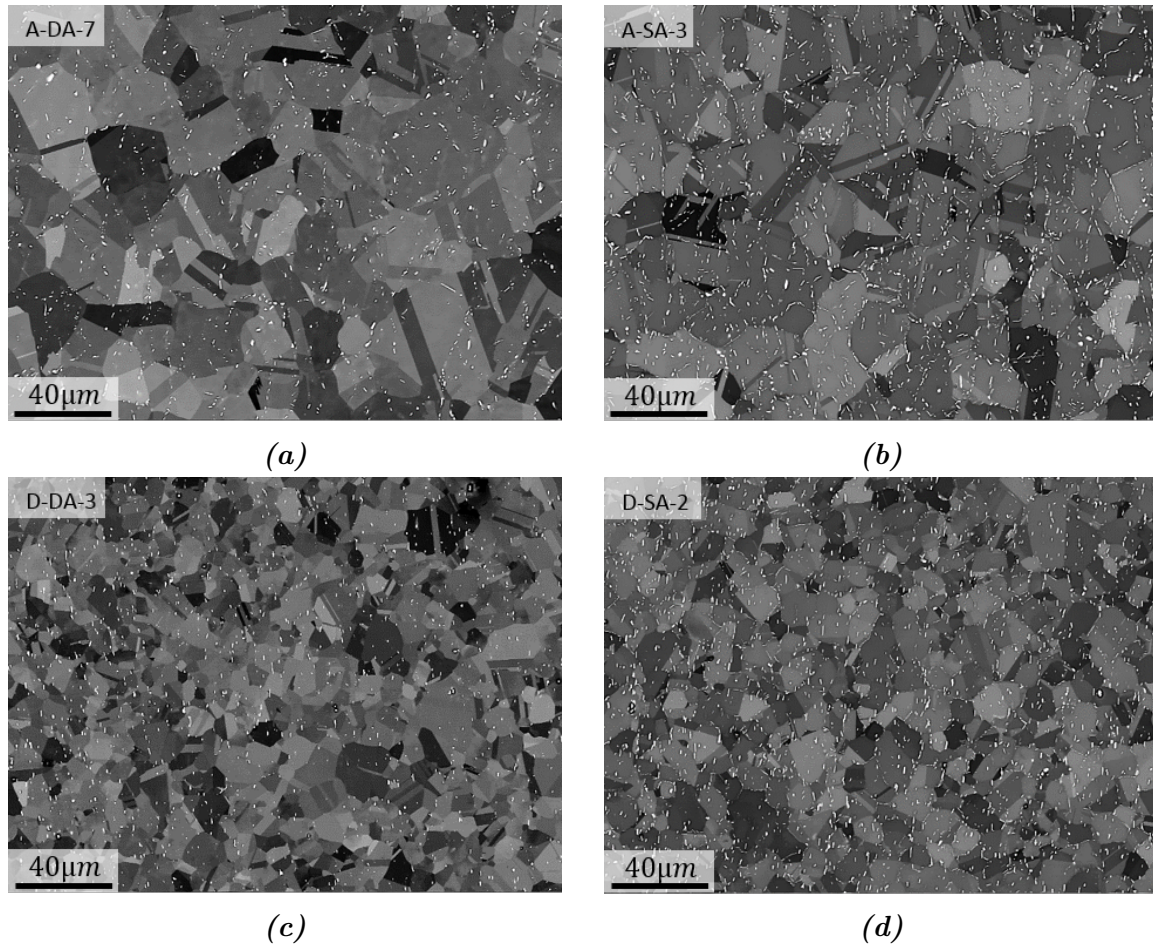


Figure 6.22 – Images BSE des microstructures testées en fluage dont la référence est précisée sur chaque image.

De tels résultats sont en accord avec ceux établis par le passé dans les travaux de Desvallées et al. [151] ainsi que dans ceux de Takahashi et al. [153]. Ces auteurs rapportent en effet des durées de vie plus faibles pour les microstructures qui sont constituées de quantité de phase δ plus élevées, et ce pour des conditions de sollicitations non loin de celles appliquées ici. Cependant, les résultats adressés par Chen et al. [157, 158] ne vont pas du tout dans ce sens. Pour des essais menés à 625 °C/795 MPa et pour des tailles de grains constantes, ils obtiennent une tendance inverse : les durées de vie augmentent avec la quantité de phase δ . Il est cependant important de préciser que, à la différence des microstructures considérées dans cette section (voir **Figure 6.22**) et de celles utilisées dans les travaux de Desvallées et al. [151] et de Takahashi et al. [153] pour lesquelles la précipitation δ est majoritairement intragranulaire, la précipitation des microstructures testées par Chen et al. [157, 158] est exclusivement intergranulaire. Cela suggère donc fortement qu’au-delà de la quantité de phase δ qui a indéniablement un fort impact sur les propriétés en fluage, la répartition des particules peut également jouer un rôle significatif. Les microstructures testées en fluage dans cette étude ne permettent cependant pas de conclure sur ce point. Mais il ne fait aucun doute qu’en fonction du mécanisme de fluage activé, une même quantité de phase δ peut avoir des conséquences différentes selon que ces particules sont plutôt situées aux joints de grains ou plutôt intragranulaires. Il se pourrait même que la répartition de ces particules puisse modifier le mécanisme de fluage prépondérant pour des conditions identiques. Par conséquent, il est nécessaire d’être prudent concernant les conclusions déduites de la **Figure 6.20**. Retenons simplement que la phase δ est néfaste pour les propriétés en fluage lorsque le fluage est principalement de type dislocations et que la précipitation δ est majoritairement intragranulaire **6.22**.

6.2.4 Influence de l'écroissage résiduel de forgeage

Sur les propriétés en traction

A notre connaissance, l'écroissage résiduel de forgeage, c'est-à-dire l'écroissage fourni par la présence de grains DRX dans la microstructure dans des proportions plus ou moins grandes et avec des densités de dislocations plus ou moins élevées, n'a jamais été étudié de manière directe dans la littérature. Son effet sur les propriétés mécaniques n'est généralement mesuré qu'indirectement, au travers des évolutions de propriétés obtenues entre une séquence de traitements thermiques classique qui intègre une étape de mise en solution avant le traitement de vieillissement (SA), et la séquence DA, pour laquelle le traitement de vieillissement est appliqué directement à la suite du forgeage (voir chapitre 1). Il est en effet considéré que, contrairement à la séquence SA, l'application du traitement DA permet de préserver l'écroissage résiduel de forgeage dans la microstructure, conférant à l'alliage des propriétés mécaniques supérieures [2, 25, 27–29]. Bien qu'une discussion plus détaillée concernant l'efficacité du traitement DA soit menée dans la section 6.4, retenons simplement ici que les travaux entrepris dans la littérature ont conclu que l'écroissage résiduel de forgeage est bénéfique pour les propriétés mécaniques, notamment en traction.

Tout comme pour l'étude de l'influence de la structure de précipitation, mesurer l'impact du niveau d'écroissage résiduel de forgeage sur les propriétés en traction indépendamment de celui des autres caractéristiques microstructurales n'est pas chose aisée. Dans l'idéal, cela nécessite de pouvoir mettre en relation les propriétés obtenues sur des éprouvettes déformées dans les mêmes conditions et dont les microstructures ne diffèrent que par leur valeur moyenne de KAM. Même si de telles éprouvettes ne peuvent être identifiées au sens strict du terme, un certain nombre d'entre-elles se rapprochent de cette exigence. C'est notamment le cas pour le trio d'éprouvettes A-SA-1/C-SA-1/D-SA-1 déformées à température ambiante, dont les tailles de grains sont comparables (11,1 *ASTM*, 11,0 *ASTM*, et 11,4 *ASTM* respectivement), les fractions de phase δ mesurées sont relativement proches (4,6%, 4,3%, et 4,2% respectivement), alors que les valeurs moyennes de KAM diffèrent (0,23°, 0,13°, et 0,14° respectivement). La microstructure de chacune de ces éprouvettes est illustrée sur la **Figure 6.23**. Conformément à une valeur moyenne de KAM élevée, la microstructure de l'éprouvette A-SA-1 est principalement constituée de grains DRX (fraction DRX surfacique évaluée aux alentours de 85%). Seuls quelques grains PDRX isolés peuvent en effet être identifiés sur la cartographie du KAM de la **Figure 6.23a**. En accord avec des valeurs moyennes de KAM proches du bruit de mesure (aux alentours de 0,12° pour rappel), les microstructures des éprouvettes C-SA-1 et D-SA-1 sont essentiellement composées de grains PDRX. Les rares grains DRX présents dans ces microstructures (voir les **Figures 6.23c et e**) n'ont quasiment pas d'impact sur les valeurs \overline{KAM} résultantes. Bien que les fractions de phase δ contenues dans ces trois microstructures soient proches, il peut tout de même être noté que la structure de précipitation n'est pas strictement identique, notamment vis à vis de la distribution spatiale des particules ainsi que de leur caractère inter ou intragranulaire (voir les **Figures 6.23b, d, et f**). Ce point n'est cependant pas gênant pour identifier l'influence de l'écroissage résiduel avec sérénité puisqu'il a été démontré dans la section précédente que la fraction de phase δ est le paramètre influent de premier ordre devant les autres caractéristiques de la structure de précipitation sur les propriétés en traction. Une répartition des particules différente ne devrait donc pas gêner la mise en évidence d'un éventuel impact significatif de l'écroissage résiduel de forgeage.

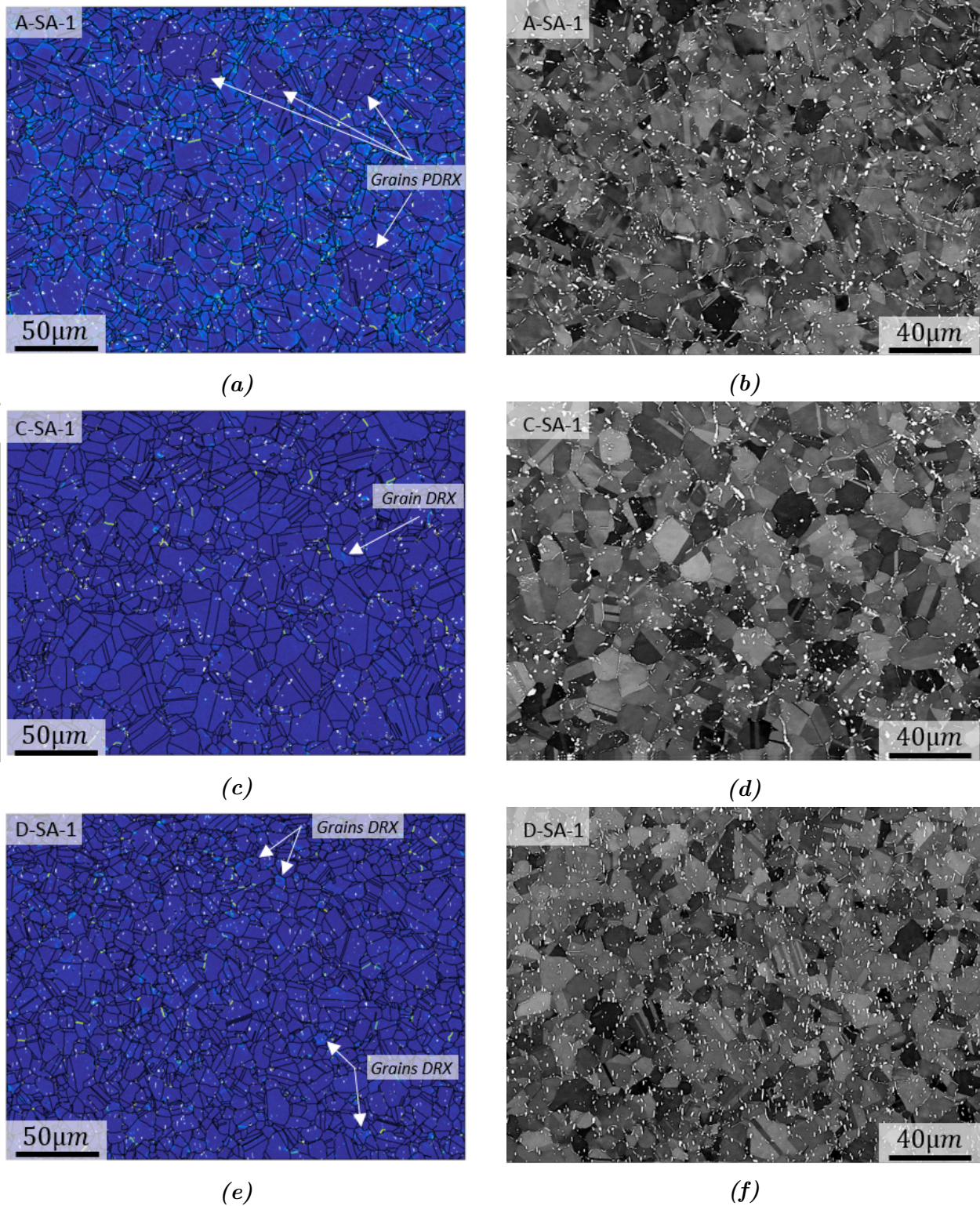


Figure 6.23 – Cartographies du KAM (colonne de gauche) et images BSE (colonne de droite) de la microstructure de trois éprouvettes déformées à température ambiante et pour lesquelles les tailles de grains et les fraction de phase δ mesurées sont proches.

La mise en relation des caractéristiques obtenues pour les éprouvettes A-SA-1, C-SA-1, et D-SA-1 avec leurs microstructures démontre que l'écroissage résiduel n'a pas (ou peu) d'impact sur les propriétés en traction. Alors que le niveau d'écroissage résiduel est bien plus élevé pour la microstructure A-SA-1, aucune différence significative n'est relevée ni sur $R_{p0,2}$ ni sur R_m entre ces trois éprouvettes, comme en témoigne par exemple la **Figure 6.16a**.

Une conclusion assez similaire peut être tirée à partir des éprouvettes A-DA-1 et A-DA-2 qui n'ont pourtant pas la même taille de grains. Du fait de la présence d'une grande proportion de grains DRX dans la microstructure (fraction surfacique de l'ordre de 50%), le niveau d'écroutissage de A-DA-1 est bien plus important que celui de l'éprouvette A-DA-2 dont la microstructure est constituée uniquement de grains PDRX (voir les **Figures 6.24a et c**). La comparaison de ces deux éprouvettes présente ici l'avantage de pouvoir écarter tout impact potentiel de la structure de précipitation sur les conclusions tirées puisque celle-ci est identique entre les deux microstructures considérées. Comme en témoignent les images BSE des **Figures 6.24b et d**, les quantités de phase δ sont comparables, les particules sont majoritairement intragranulaires, et leur distribution spatiale est similaire. Malgré un niveau d'écroutissage résiduel supérieur et une taille de grains plus fine, on ne relève aucune différence sur $R_{p0,2}$ et une variation de la résistance mécanique tout juste significative entre ces deux éprouvettes ($\Delta R_m = 38$ MPa). En accord avec les conclusions tirées précédemment à partir du trio d'éprouvettes de la **Figure 6.23**, il est ici confirmé que l'écroutissage résiduel de forgeage joue un rôle mineur sur les propriétés en traction, d'autant plus que la légère différence sur R_m observée entre A-DA-1 et A-DA-2 est compatible avec la différence de taille de grains qu'il existe entre ces deux éprouvettes.

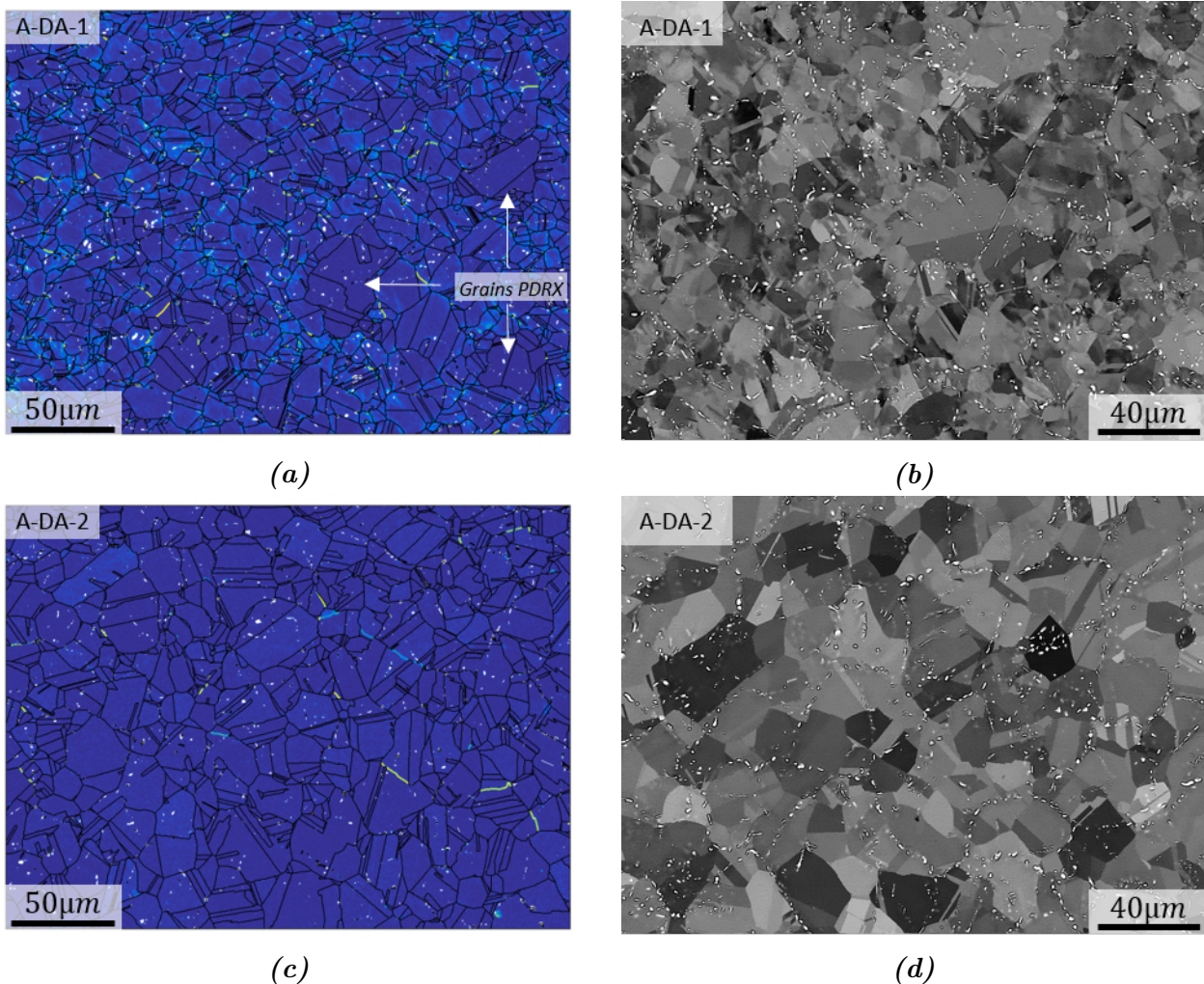


Figure 6.24 – Cartographies du KAM (colonne de gauche) et images BSE (colonne de droite) de la microstructure des éprouvettes A-DA-1 et A-DA-2 toutes deux déformées à température ambiante.

La nature des grains fournissant l'écroissage résiduel de forgeage à la microstructure semble cependant pouvoir jouer un rôle sur les caractéristiques en traction. Bien que les valeurs \overline{KAM} soient proches pour les microstructures B-DA-1 et B-DA-2 (voir **tableau 6.1**), les cartographies du KAM correspondantes (**Figure 6.25a et b**) témoignent que l'écroissage résiduel de forgeage est principalement dû à la présence de grains non-recristallisés dans la microstructure B-DA-2 (quelques grains DRX peuvent également être identifiés, mais en moins grande proportion que dans la microstructure B-DA-1). Au contraire, l'écroissage résiduel de B-DA-1 (légèrement plus faible que celui de B-DA-2) est entièrement assuré par la présence de grains DRX (fraction surfacique d'environ 30%). Aucun grain non-recristallisé n'est détecté dans la cartographie du KAM de cette microstructure (**Figure 6.25a**). Par ailleurs, il a précédemment été remarqué que l'unique caractéristique de la structure de précipitation distinguant ces deux éprouvettes était la fraction de phase δ . Puisqu'il a été démontré que dans une telle configuration la quantité de phase δ influe essentiellement sur la limite d'élasticité, cela suggère que la présence de grains non-recristallisés dans la microstructure aurait un effet néfaste sur la résistance mécanique. On relève en effet une valeur de R_m inférieure de 34 MPa pour l'éprouvette B-DA-2 par rapport à B-DA-1.

Une tendance similaire mais plus modérée semble se dessiner pour le couple d'éprouvettes B-DA-4/B-DA-5. Un effet nocif de la présence de grains non-recristallisés dans la microstructure B-DA-4 (voir **Figure 6.25c**) pourrait également être à l'origine de la subtile différence de résistance mécanique entre ces deux éprouvettes. Il est cependant ici difficile d'être affirmatif puisque la différence sur la valeur de R_m mesurée ($\Delta R_m = 21$ MPa) ne peut pas être considérée comme significative au sens défini en début de chapitre (à partir de 30 MPa). Une taille de grains plus fine mesurée sur B-DA-4 est cependant susceptible d'atténuer le réel effet de la présence des grains non-recristallisés sur la valeur de R_m . C'est d'ailleurs pour cette raison que ce couple d'éprouvettes est exceptionnellement considéré.

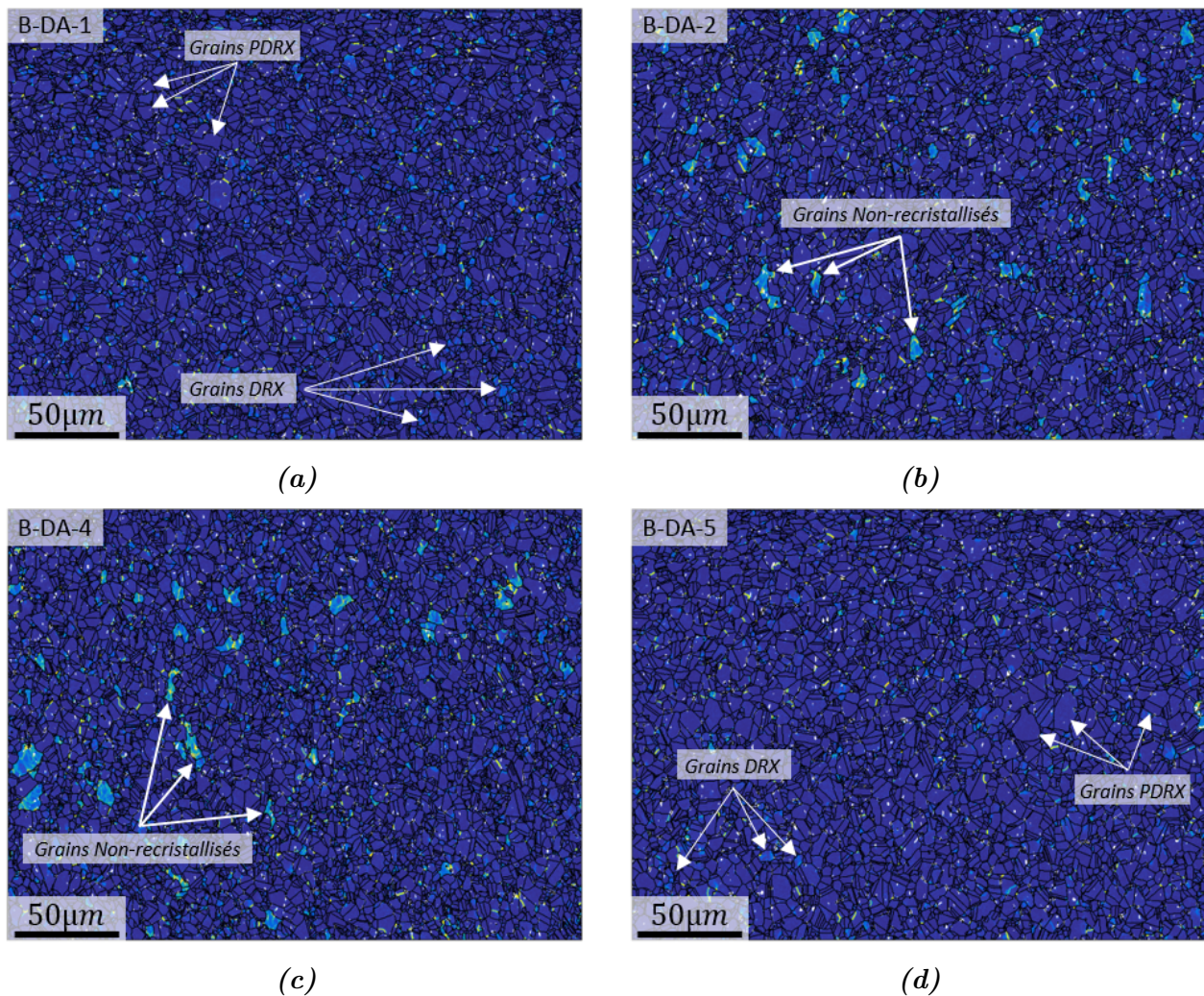


Figure 6.25 – Cartographies du KAM pour les microstructures a) B-DA-1, b) B-DA-2, c) B-DA-4, et d) B-DA-5.

Sur les propriétés en fluage

Les conclusions qui peuvent être tirées concernant l'influence du niveau d'érouissage résiduel de forgeage sur les propriétés en fluage sont très limitées. Parmi les éprouvettes testées dans les mêmes conditions, il n'existe effectivement pas de couple pour lequel les caractéristiques microstructurales ne diffèrent que par la valeur \overline{KAM} mesurée (voir **tableau 6.2**).

Même s'il est difficile d'évaluer directement l'effet de l'érouissage résiduel sur le comportement en fluage, certaines conclusions peuvent tout de même être tirées. Pour cela, considérons les éprouvettes B-DA-7 et B-DA-8 pour lesquelles le niveau d'érouissage résiduel est le plus élevé parmi les éprouvettes testées à 650 °C/750 MPa et à 650 °C/800 MPa respectivement. Comme le montre la cartographie du KAM de la **Figure 6.26a**, la microstructure B-DA-7 est composée d'environ 40% de grains non-recristallisés, d'où la valeur \overline{KAM} très élevée qui lui est associée. Malgré ce niveau d'érouissage résiduel très élevé, on note que c'est cette éprouvette qui a les moins bonnes propriétés parmi l'ensemble des éprouvettes testées à 650 °C/750 MPa. Notons qu'il convient tout de même d'être vigilant concernant les conclusions tirées sur l'influence de l'érouissage résiduel lorsque celui-ci est conféré par la présence de grains non-recristallisés. Il a en effet été suggéré précédemment que ces grains pouvaient être néfastes dans le cas des propriétés en traction. Il pourrait donc en être de même pour les propriétés en fluage. Cependant, un constat similaire concernant l'influence de l'érouissage résiduel sur les propriétés en fluage

peut être dressé pour l'éprouvette B-DA-8 testée à 650 °C/800 MPa et pour laquelle l'écrouissage résiduel de forgeage est dû à la présence de grains DRX comme en témoigne la **Figure 6.26b** (fraction surfacique DRX d'environ 25%). Le doute sur un éventuel fort effet bénéfique de l'écrouissage résiduel sur les propriétés en fluage qui serait biaisé par la présence de grains non-recristallisés est donc levé.

Ainsi, on se limitera donc à la conclusion suivante : Ni un niveau d'écrouissage résiduel conféré par la présence de grains DRX d'une part, ni un niveau d'écrouissage résiduel plus élevé conféré par la présence de grains non-recristallisés d'autre part ne semble améliorer les propriétés en fluage au point de contrebalancer les effets néfastes cumulés d'une taille de grains plus fine et d'une fraction de phase δ plus élevée. Il n'est au contraire pas à exclure que l'écrouissage résiduel puisse être pénalisant s'il est conféré par la présence de grains non-recristallisés, comme le suggèrent les résultats en traction.

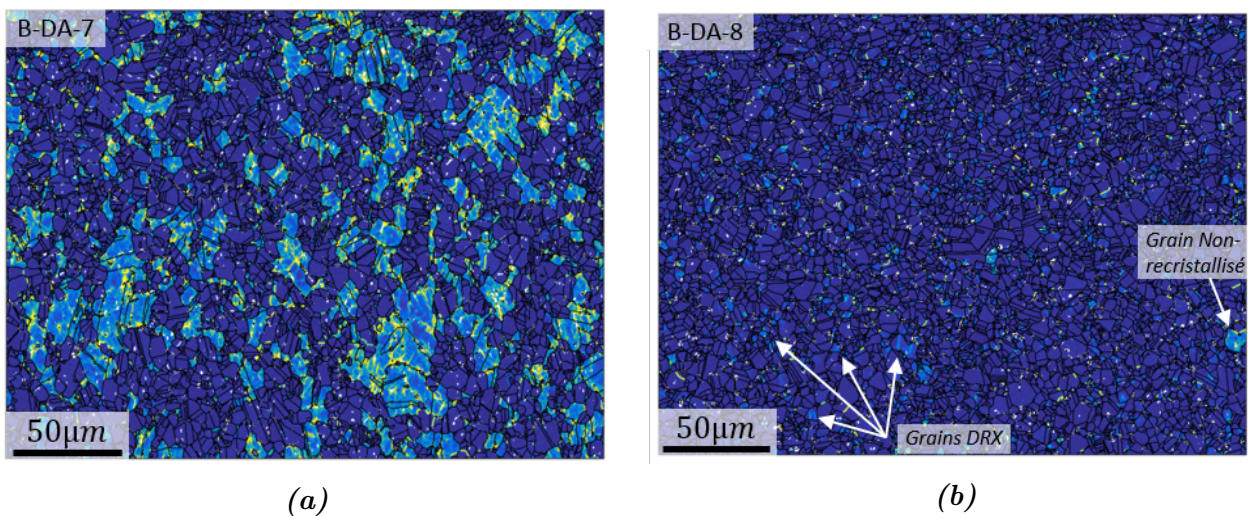


Figure 6.26 – Cartographies du KAM pour les microstructures a) B-DA-7 testée en fluage à 650 °C/750 MPa, et b) B-DA-8 650 °C/800 MPa.

6.3 Durcissement structural γ''

6.3.1 Éléments de bibliographie

On entend par durcissement structural, toute précipitation fine intragranulaire dont les précipités jouent le rôle d'obstacles au passage des dislocations, engendrant un durcissement de l'alliage. On parle ainsi également de durcissement par précipitation. L'efficacité du durcissement structural (ou pouvoir durcissant) est généralement évaluée à l'aide de la contrainte dite « critique » τ_c nécessaire au franchissement des précipités par les dislocations. L'expression τ_c dépend des caractéristiques de la structure de précipitation et diffère en fonction des mécanismes de franchissement qui opèrent au cours de la déformation plastique. Parmi eux, le contournement (également connu sous le nom de « contournement d'Orowan » en référence à la personne l'ayant mis en évidence) et le cisaillement des précipités sont connus comme étant les deux principaux mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations [159]. En règle générale, pour une structure de précipitation donnée, c'est le mécanisme nécessitant la contrainte critique la plus faible qui sera activé. Pour une fraction volumique de précipités f donnée, la contrainte critique pour le contournement (variant comme l'inverse du diamètre des particules) devient plus faible que celle pour le cisaillement (variant comme la racine carré du diamètre des particules) lorsque la taille des précipités augmente (voir la **Figure 6.27**). Autre-

ment dit, les précipités de petite taille sont favorables à un franchissement par cisaillement alors que le franchissement des précipités de grosse taille se fait de préférence par contournement.

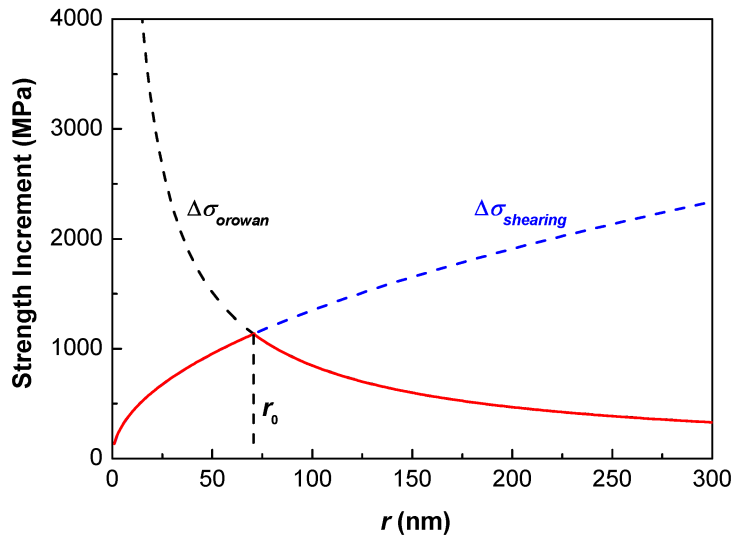


Figure 6.27 – Illustration de l’influence de la taille des précipités sur le mécanisme activé pour leur franchissement par les dislocations. Sur ce graphe tiré des travaux de Wang et al. [160], $\Delta\sigma_{Orowan}$ et $\Delta\sigma_{shearing}$ sont proportionnelles aux contraintes critiques τ_c nécessaires pour le franchissement des précipités selon ces deux mécanismes. Les contraintes critiques τ_c calculées dans le cas d’un monocristal pour ces deux mécanismes ont simplement été extrapolées au cas d’un polycristal via le facteur de Taylor. Il est précisé ici que ce graphe est à considérer uniquement pour illustrer la dépendance de la taille des précipités au mécanisme de franchissement actif. Celui-ci reste en effet simpliste par rapport à la réalité (plus complexe), notamment en ce qui concerne l’évolution de $\Delta\sigma_{shearing}$ en fonction de r . En toute rigueur, l’expression de $\Delta\sigma_{shearing}$ devrait aussi dépendre du couplage (lui-même fonction de la taille des précipités) des dislocations franchissant les précipités (voir [161]). Il en résulte que l’allure de la courbe rouge devrait être légèrement différente au voisinage de $r = r_0$.

Comme brièvement évoqué en introduction de ce manuscrit, l’Inconel 718 est durci par des précipités sphériques de phase γ' et par des précipités en forme de disque de phase γ'' , tous deux cohérents avec la matrice γ . Sauf cas exceptionnel, pour les applications industrielles le traitement permettant la précipitation intragranulaire de ces particules est normalisé. Il s’agit du traitement thermique de vieillissement de l’alliage, qui est réalisé en deux paliers 8 h/720 °C puis 8 h/620 °C entre lesquels la vitesse de refroidissement pour passer de l’un à l’autre est fixée à 50 °C h⁻¹ (voir la **Figure 1.10** du chapitre 1). Les tailles des précipités γ' et γ'' obtenues à la suite d’un tel traitement n’excèdent pas les 30 nm [10, 162, 163], ce qui justifie que ces particules soient essentiellement franchies par cisaillement. De nombreux travaux ont démontré par le passé que l’essentiel du durcissement structural de l’alliage est assuré par la précipitation γ'' et que les précipités γ' n’y contribuent que faiblement [164–166]. Cela s’explique non seulement par le fait que la fraction volumique de particules γ' est plus faible (seulement $\approx 25\%$ de la fraction volumique $\gamma' + \gamma''$ totale), mais également par le fait que le pouvoir durcissant d’une particule γ' est inférieur à celui d’une particule γ'' .

Plusieurs propriétés d’une particule peuvent affecter le fait qu’elle soit franchie plus ou moins facilement par cisaillement. Dieter et Bacon [159] en dénombrent 6 différentes dont font par exemple partie son énergie de faute d’empilement, son énergie d’interface, sa morphologie, ou encore ses déformations de cohérence. Dans le cas des particules γ'' de l’Inconel 718, les travaux de Oblak et al. [164], dont les conclusions ont été confirmées ultérieurement pas Chaturvedi

et al. [166], ont montré que l'effet durcissant de ces précipités provenait essentiellement des déformations de cohérence. Celles-ci sont directement liées aux écarts de paramètres de maille (auxquels on fait souvent référence sous le nom de « misfit » en anglais) qu'il existe entre les précipités γ'' et la matrice ($\approx 3\%$ selon leur axe \vec{c} et $\approx 0,5\%$ selon leurs axes \vec{a} et \vec{b}). L'expression du durcissement par déformations de cohérence a été établie et adaptée à l'Inconel 718 dans les travaux de Oblak et al. [164, 167]. L'équation 6.3 qui résulte de ces travaux, permet d'exprimer la contrainte critique résolue $\tau_{c\gamma''}$ due aux déformations de cohérence entre les précipités γ'' et la matrice γ en fonction des caractéristiques de la structure de précipitation γ'' (sa fraction volumique $f_{\gamma''}$, le diamètre des précipités $d_{\gamma''}$, ainsi que leur épaisseur $e_{\gamma''}$).

$$\tau_{c\gamma''} = 1,7\mu|\varepsilon_{\gamma''}|^{\frac{3}{2}} \left(e_{\gamma''}^2 \frac{f_{\gamma''}(1-\beta)}{4bd_{\gamma''}} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (6.3)$$

avec :

$\varepsilon_{\gamma''}$: les déformations de cohérence entre les précipités γ'' et la matrice γ . $\varepsilon_{\gamma''} \approx 0,03$ [164, 168].

β : la fraction de particules γ'' dont l'axe \vec{c} est normal à \vec{b} . $\beta = \frac{1}{3}$ lorsque le traitement thermique de vieillissement de l'alliage ne se fait pas sous contrainte [164]

Comme récemment mis en évidence dans les travaux de post-doctorat de M. Perrais [169], la précipitation fine (et donc essentiellement la précipitation γ'') joue un rôle considérable sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Il a par exemple mis en évidence pour les caractéristiques mécaniques en traction à l'ambiante que l'impact de la précipitation fine était bien plus important que celui de la taille de grains. Ce résultat est illustré par les courbes de traction de la **Figure 6.28** obtenues sur trois microstructures qui se différencient uniquement par leur taille de grains et qui ont été testées avant puis après le traitement de précipitation $\gamma' + \gamma''$ (traitement de vieillissement). Sur cette figure, les courbes de traction obtenues sur la microstructure à grains fins peuvent être directement comparées à celles de la **Figure 6.1a**. La taille de grains de la microstructure dénommée FG (≈ 9 ASTM) est en effet comparable à celles des éprouvettes testées dans ces travaux de thèse et dont les courbes de traction à l'ambiante sont montrées sur la **Figure 6.1a**. Au vu de l'impact respectif de la précipitation δ et de l'écroutissage résiduel de forgeage sur les propriétés en traction établies dans la section 6.2, les conclusions tirées de la **Figure 6.28** peuvent être étendues : la précipitation fine est, à minima sur les propriétés en traction, la caractéristique microstructurale la plus influente, loin devant les autres caractéristiques de la microstructure.

De plus, il est certain que cette précipitation fine joue également un rôle majeur sur les propriétés en fluage, surtout lorsque celui-ci est piloté par le mouvement des dislocations, comme c'est le cas dans les conditions de sollicitation opérées dans cette étude. Charturvedi et al. [170] ont notamment démontré que la taille des précipités γ'' , et donc leur pouvoir durcissant (voir l'équation 6.3), modifiait significativement la vitesse de fluage stationnaire (**Figure 6.29**). Dans le cas du fluage dislocations, la vitesse de fluage secondaire est directement liée à la facilité qu'ont les dislocations à se déplacer, donc à leur aptitude à franchir les précipités plus ou moins facilement. Il est alors logique que cette vitesse de fluage stationnaire dépende du pouvoir durcissant du γ'' .

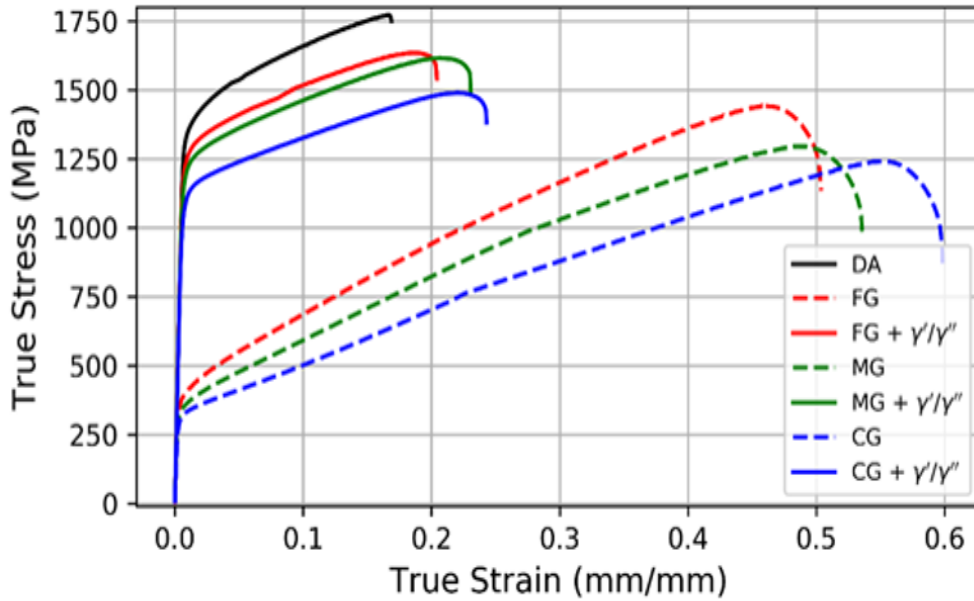


Figure 6.28 – Courbes de traction à température ambiante pour des microstructures de taille de grains différentes avant et après le traitement thermique de vieillissement induisant la précipitation des phases γ' et γ'' . Trois tailles de grains différentes ont été testées. Une microstructure à grains fins (FG) pour laquelle la taille de grains est d'environ 9 ASTM, une microstructure à gros grains (CG) pour laquelle la taille de grains est de l'ordre de 3 ASTM, ainsi qu'une microstructure intermédiaire (MG) pour laquelle la taille de grains se situe aux alentours de 5,5 ASTM. Ces données sont issues des travaux de post-doctorat de M.Perrais réalisés à l'Institut Pprime [169].

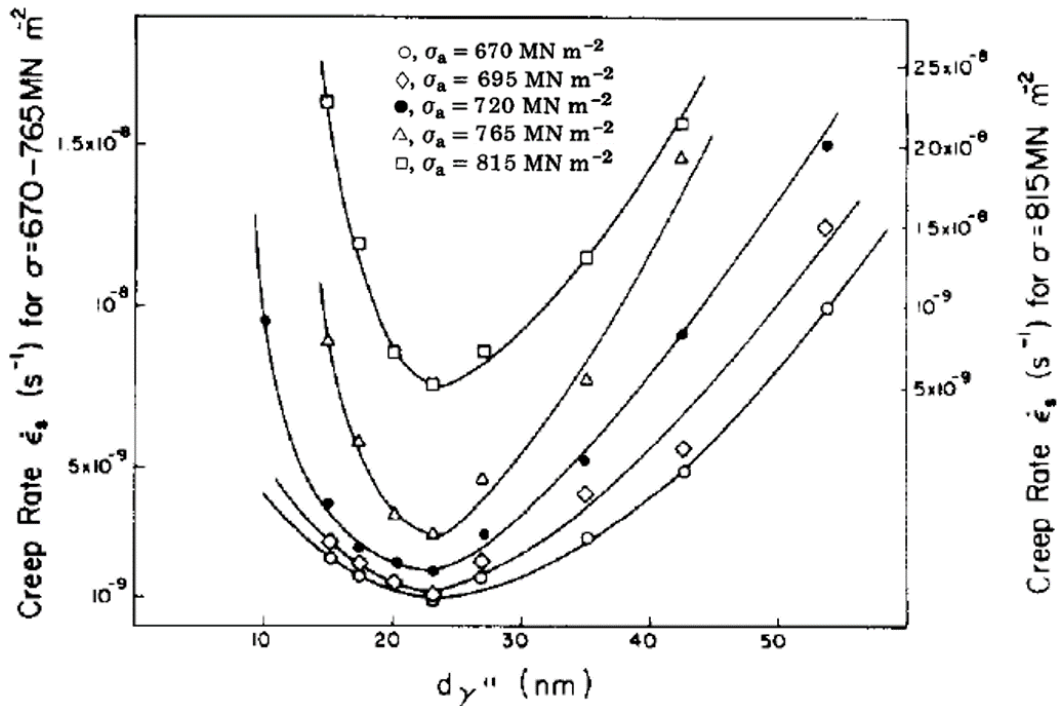


Figure 6.29 – Evolution de la vitesse de fluage stationnaire en fonction de la taille des précipités γ'' dans l'Inconel 718 pour des essais réalisés à 600°C et pour $\sigma \in [670; 815]$ MPa. Cette figure est tirée des travaux de Chaturvedi et al. [170].

Enfin, bien que cet aspect sorte quelque peu du cadre de cette thèse, il est important de préciser que, de part son caractère métastable, la phase γ'' continue d'évoluer lors de maintiens prolongés à des températures bien inférieures à sa température de solvus ($\approx 920^\circ\text{C}$). C'est donc par exemple le cas pour de longues expositions à la température d'utilisation des disques ($\approx 650^\circ\text{C}$) au cours desquelles les précipités γ'' ont tendance à grossir et à se transformer en leur forme stable, la phase δ [9, 171–176]. Une telle instabilité de la microstructure à haute température constitue le gros point faible de l'Inconel 718⁴. Elle intervient pour des temps d'autant plus courts que la température d'exposition est élevée. En résultat des dégradations de la structure de précipitation γ'' , son pouvoir durcissant est ainsi réduit comme le traduit la dépendance de $\tau_{c\gamma''}$ à $d_{\gamma''}$, $e_{\gamma''}$ et $f_{\gamma''}$ dans l'équation 6.3. Par conséquent, pour des temps d'exposition en température prolongés, un affaissement des propriétés est observé. Pour un maintien de 25 000 h à une température de 650°C , un abattement significatif ($\approx 10\%$) de la limite d'élasticité par rapport à l'état non exposé est par exemple relevé dans les travaux de Radavich et Korth [174]. Lorsque la température de maintien est élevée à 700°C , un même abattement est observé pour des temps d'exposition beaucoup plus courts (dès 1000 h selon cette même étude [174]). Il s'agit ici d'une autre raison⁵ pour laquelle un poids plus important est accordé depuis quelques années pour le développement des superalliages γ/γ' en vue d'une utilisation des disques à des températures jusqu'à 700°C (voire 750°C) dans les moteurs de nouvelles générations.

6.3.2 Influence de la précipitation δ et de l'écrouissage résiduel sur le pouvoir durcissant du γ''

Il a été démontré précédemment que la précipitation fine γ'' est le facteur influent de premier ordre sur les propriétés en traction. Mais il a également été mis en évidence que la précipitation δ ainsi que l'écrouissage résiduel de forgeage, lorsqu'il est conféré par la présence de grains non-recristallisés, sont eux-aussi en mesure d'impacter les propriétés en traction et en fluage. Puisque ces deux caractéristiques microstructurales sont fixées à la fin du forgeage des pièces industrielles, il est pertinent de se questionner sur le potentiel impact qu'elles peuvent avoir sur la structure de précipitation γ'' qui intervient lors du traitement de vieillissement ultérieur. Autrement dit, il s'agit ici de comprendre si les propriétés en traction et en fluage sont impactées de manière directe par la précipitation δ et l'écrouissage résiduel, ou bien, si elles peuvent l'être de manière indirecte, via l'influence qu'ont ces caractéristiques microstructurales sur la structure de précipitation γ'' .

Afin de poursuivre la discussion de l'influence de la précipitation δ et de l'écrouissage résiduel de forgeage sur les propriétés en traction, l'influence de ces deux paramètres microstructuraux sur la précipitation γ'' et son pouvoir durcissant en sortie de traitement de vieillissement⁶ a donc été investigué. Pour cela, 3 microstructures dites « modèles » ont été produites :

- La microstructure $\rho^-\delta^-$, qui ne contient pas de phase δ et qui n'est pas écrouie. Cette microstructure servira donc de référence pour l'évaluation de l'impact respectif de la précipitation δ et de l'écrouissage résiduel sur la précipitation γ'' .
- La microstructure $\rho^-\delta^+$, qui contient des particules de phase δ (fraction volumique à hauteur de $\approx 3,4\%$) et qui n'est pas écrouie.

4. Vrai aussi pour l'Inconel 625 également durci par précipitation de la phase γ'' [177]

5. En plus de l'abattement conséquent des propriétés en traction également observé à cette température (en section 6.1.1)

6. On évalue le pouvoir durcissant du γ'' à l'issue du traitement des disques, c'est-à-dire avant toute utilisation. Il n'est ici pas question de mesurer l'impact de ces mêmes caractéristiques microstructurales sur l'évolution de la structure de précipitation γ'' en conditions d'utilisation des disques (maintiens prolongés à température d'utilisation) comme cela peut parfois être fait dans la littérature.

- La microstructure $\rho^+\delta^-$, qui ne contient pas de phase δ mais qui a été écrouie à froid (déformation macroscopique en compression d'environ 5%).

Ces trois microstructures modèles ainsi que l'historique thermomécanique à partir duquel chacune a été obtenue sont présentés sur la **Figure 6.30**. Les microstructures $\rho^-\delta^-$, $\rho^-\delta^+$, et $\rho^+\delta^-$ ont ensuite subi le traitement de vieillissement standard rappelé sur la **Figure 6.30**, permettant de faire précipiter les phases γ' et γ'' . La précipitation fine ainsi obtenue est illustrée sur la **Figure 6.31** pour chacune des microstructures modèles. Pour la microstructure contenant des particules de phase δ ($\rho^-\delta^+$), les zones à proximité de ces particules et celles qui en sont éloignées sont différenciées. Pour les trois microstructures modèles, la structure de précipitation γ'' a été caractérisée dans les conditions d'analyse et selon la procédure décrite dans la section 2.1.4. Les caractéristiques $f_{\gamma''}$, $d_{\gamma''}$, et $e_{\gamma''}$ obtenues pour ces microstructures et le pouvoir durcissant $\tau_{e_{\gamma''}}$ associé sont reportés dans le **Tableau 6.3**.

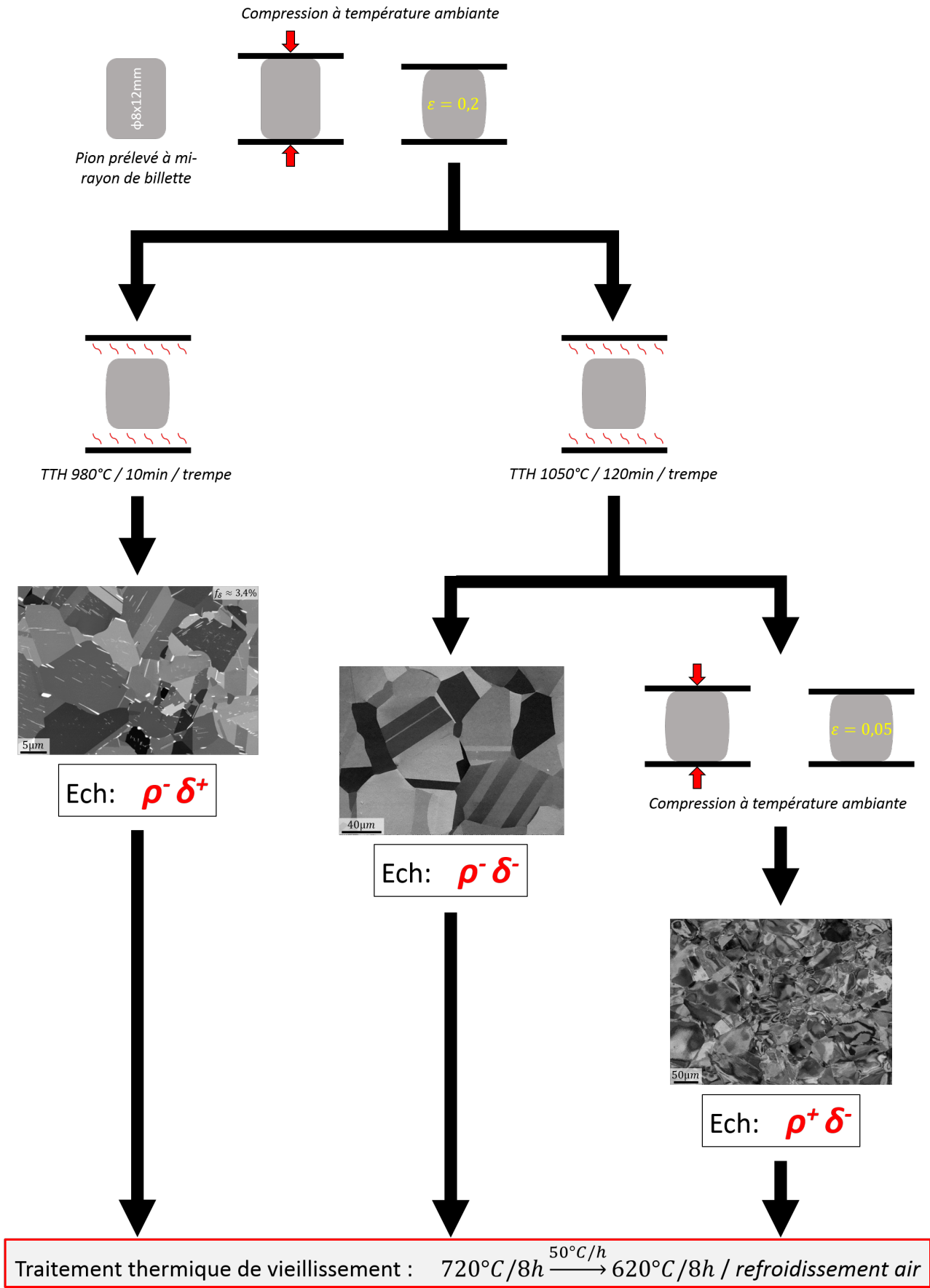


Figure 6.30 – Obtention des 3 microstructures modèles pour évaluer l’impact de la précipitation δ et de l’écrouissage sur le pouvoir durcissant de la précipitation γ'' , de manière indépendante.

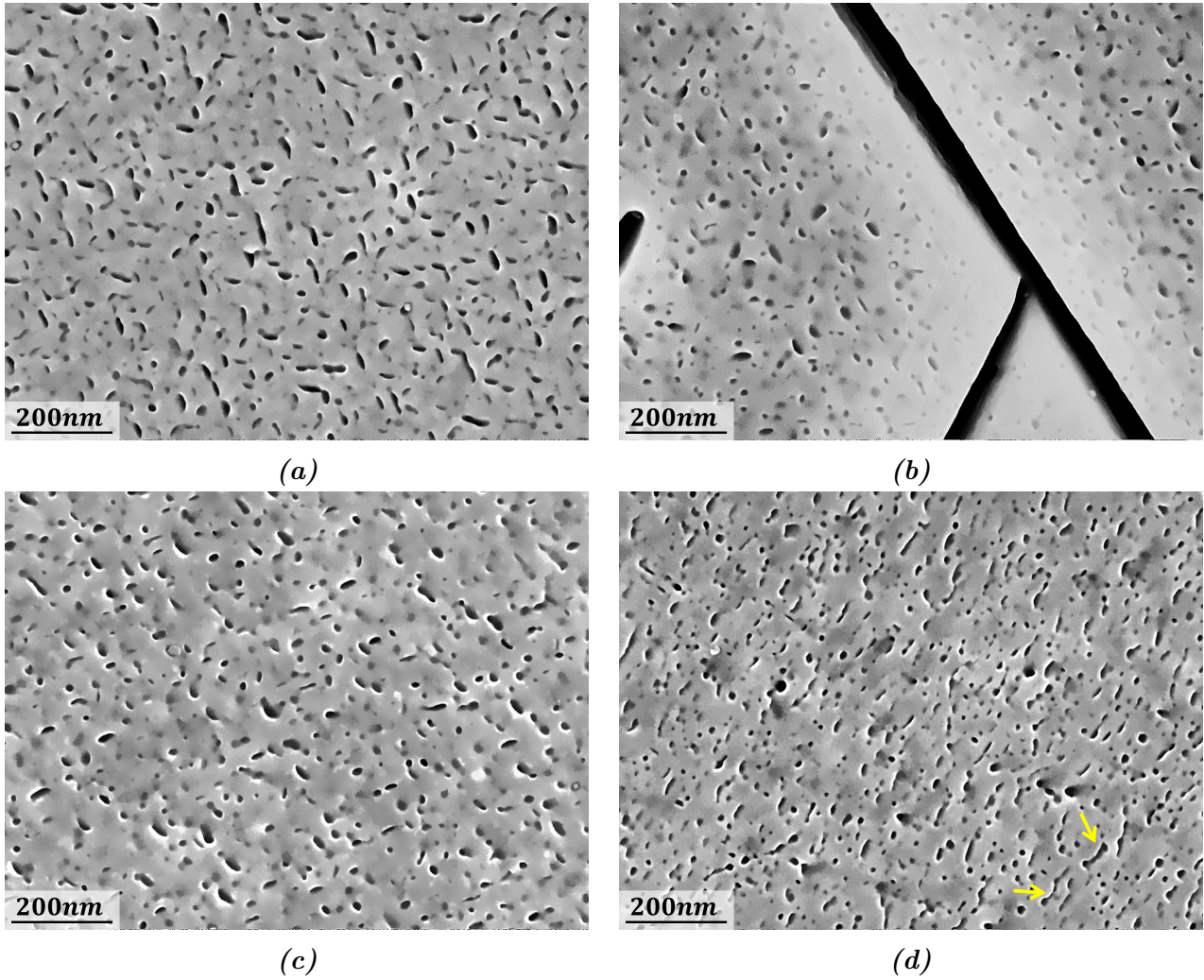


Figure 6.31 – Micrographies mettant en évidence la précipitation fine obtenue à la suite du traitement de vieillissement standard sur les microstructures a) $\rho^- \delta^-$, b) $\rho^- \delta^+$ à proximité de particules δ , c) $\rho^- \delta^+$ à distance des particules δ , et d) $\rho^+ \delta^-$.

Microstructure modèle	$\rho^- \delta^-$	$\rho^- \delta^+$ (proche δ)	$\rho^- \delta^+$ (loin δ)	$\rho^+ \delta^-$
Illustration Figure	6.31a	6.31b	6.31c	6.31d
$f_{\gamma''}$ [%]	4,5	2,3	3,1	4,1
$d_{\gamma''}$ [nm]	19	18	18	19
$e_{\gamma''}$ [nm]	8	9	9	8
$\tau_{c\gamma''}$ [MPa]	197	162	189	188

Tableau 6.3 – Caractéristiques de la précipitation γ'' et pouvoir durcissant associé (calculé via l'équation 6.3) pour les 3 microstructures modèles de la **Figure 6.30** à l'issue du traitement de vieillissement. Les valeurs $f_{\gamma''}$, $d_{\gamma''}$, et $e_{\gamma''}$ reportées dans ce tableau pour chaque microstructure correspondent aux valeurs moyennes qui résultent du traitement de 5 images dans les conditions et selon la procédure spécifiée dans la section 2.1.4. A noter que pour les analyses menées sur la microstructure modèle $\rho^- \delta^+$, les mesures faites dans des zones à proximité et éloignées des particules δ sont traitées de manière indépendante. Il est également précisé que pour les micrographies contenant des particules δ , la surface occupée par ces particules n'est pas incluse dans la surface totale analysée pour l'expression de $f_{\gamma''}$.

Influence de la précipitation δ

La **Figure 6.31b** montre clairement qu'il existe des zones dépourvues de précipités γ'' aux alentours des particules δ . Celles-ci s'étendent sur une distance dont l'ordre de grandeur est la centaine de nanomètres autour des particules δ , engendrant une baisse conséquente de la fraction volumique $f_{\gamma''}$ mesurée (voir **Tableau 6.3**). Toutefois, la présence de particules δ n'affecte pas la taille des précipités γ'' . Un tel phénomène de déplétion en γ'' à proximité des particules δ a non seulement déjà été évoqué dans la littérature à plusieurs reprises [151, 154, 156, 165], mais a parfois également été directement observé [152, 178, 179]. Il s'explique simplement par le fait que ces deux phases ont la même composition chimique (Ni_3Nb). La présence de particules δ dans la microstructure engendre donc un appauvrissement local en niobium dans la matrice. Il en résulte qu'une quantité de niobium en solution solide inférieure au voisinage des particules δ est disponible pour la précipitation γ'' au cours du traitement de vieillissement. Le pouvoir durcissant de la précipitation γ'' est donc directement impacté par la présence de particules δ . Un abattement de 35 MPa sur la valeur de $\tau_{c\gamma''}$ est effectivement relevé entre la microstructure de référence $\rho^-\delta^-$ et la microstructure $\rho^-\delta^+$ dans les zones contenant des particules δ (voir le **Tableau 6.3**). En revanche, comme le suggèrent la **Figure 6.31c** et le **Tableau 6.3**, la précipitation γ'' est moins affectée par la présence de phase δ dans des zones plus éloignées de ces particules. Ceci confirme le caractère relativement local de l'appauvrissement en niobium dans la matrice dû à la présence de précipités de phase δ .

Bien que le phénomène de déplétion en γ'' n'ait lieu que localement, il est clair que la multiplication de telles zones dans la microstructure, engendrée par la présence d'une quantité de plus en plus importante de particules δ , n'est pas sans conséquence pour les propriétés mécaniques. Plus la fraction de phase δ est élevée, plus le pouvoir durcissant de la précipitation γ'' moyenné sur l'ensemble de la microstructure est réduit. L'analyse menée dans cette section semble donc pouvoir expliquer l'influence de la fraction de phase δ sur les propriétés en traction et en fluage établie plus tôt dans ce chapitre. Il y a en effet de grandes chances pour que l'effet néfaste de la quantité de phase δ sur les propriétés en traction et en fluage rapporté en section 6.2.3 soit en réalité dû à l'impact qu'ont ces particules sur la précipitation γ'' (et son pouvoir durcissant), connue comme étant un facteur extrêmement important pour les propriétés mécaniques de l'alliage.

Influence de l'écroissage

Dans la littérature, seulement quelques études se sont penchées sur la question de l'influence du niveau d'écroissage sur la précipitation γ'' dans l'Inconel 718 [124, 180]. En réalisant d'abord des laminages à l'ambiante jusque différents taux de réduction, puis des traitements thermiques permettant la précipitation de la phase γ'' (8 h à 800 °C pour Mei et al. [124] et le traitement de vieillissement standard pour Rongbin et al. [180]), ces auteurs aboutissent au même constat : l'écroissage accélère la cinétique de précipitation γ'' . Deux raisons sont évoquées pour justifier un tel effet. D'une part, les dislocations sont des sites privilégiés pour la germination des précipités γ'' . La germination cohérente est effectivement favorisée à proximité des dislocations puisqu'elle permet une relaxation du champ de contrainte élastique induit par ces dislocations elles-mêmes [181]. Sundararaman et al. [182], ainsi que Pai et al. [183] plus récemment (**Figure 6.32**), ont notamment pu observer ce phénomène sur l'Inconel 625 dans certaines conditions (très faible densité de dislocations, température de traitement pour laquelle la sursaturation en niobium de la matrice est faible, et temps de vieillissement relativement faible). D'autre part, les dislocations sont connues pour faciliter la diffusion des éléments chimiques dans un cristal (on parle parfois de « diffusion par effet tunnel », ou « pipe diffusion »). Un phénomène de diffusion accélérée du niobium le long des dislocations constitue donc le second argument avancé dans

la littérature pour expliquer l'accélération de la cinétique de précipitation γ'' lorsque la densité de dislocations (i.e. le niveau d'écroutissage) augmente. Cependant, en mettant en relation les résultats obtenus dans ses travaux de thèse sur l'influence des dislocations sur la précipitation γ'' dans l'Inconel 625 avec ceux rapportés dans la littérature, Seret [184] arrive à la conclusion que ce phénomène de diffusion accélérée semble être secondaire par rapport à celui de germination préférentielle.

Bien que cela s'écarte quelque peu de la problématique étudiée dans cette section, notons enfin que différents auteurs ont aussi montré que la densité de dislocations accélère également la transformation des précipités γ'' en leur forme stable, la phase δ [124, 180, 185, 186], impliquant par la même occasion une déplétion en γ'' similaire à celle mise en évidence dans la section précédente (voir **Figure 6.31b**). En d'autres termes, la dégradation des propriétés mécaniques pour des temps d'exposition prolongés à température d'utilisation des disques est susceptible d'intervenir plus rapidement pour des microstructures contenant des densités de dislocations plus élevées.

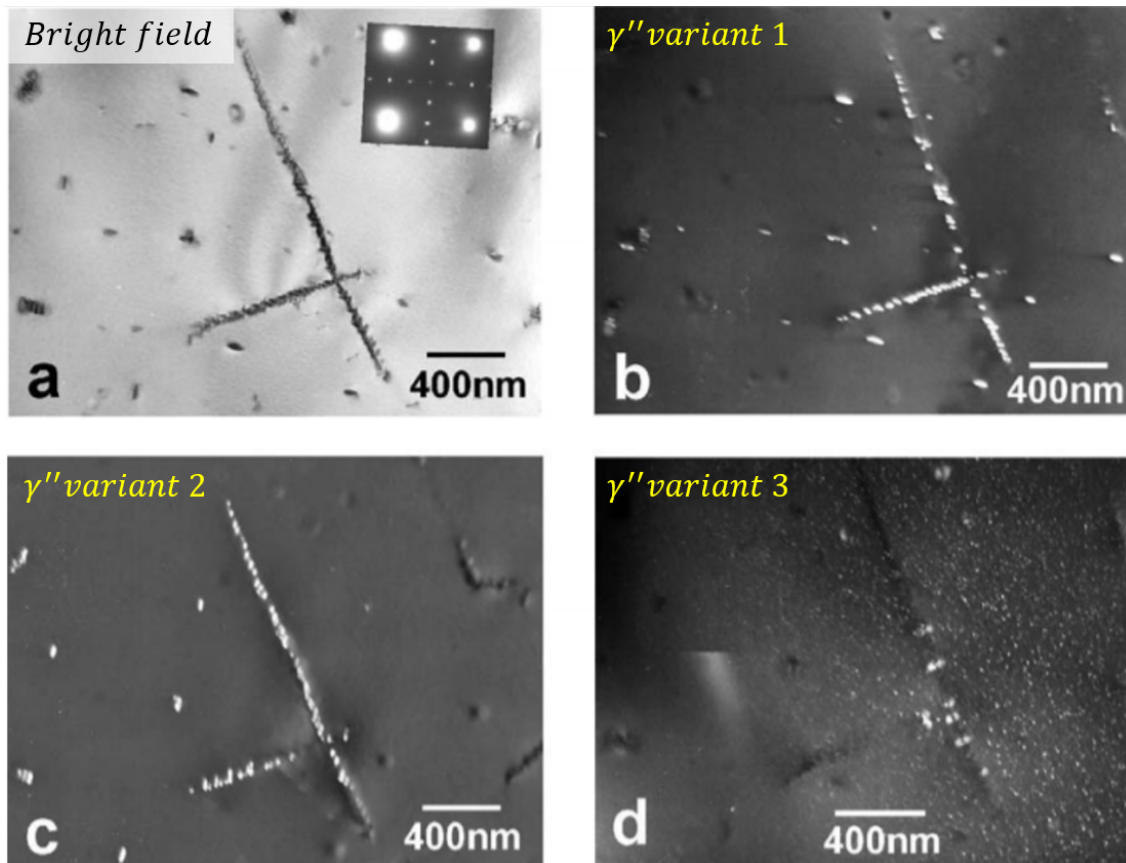


Figure 6.32 – Observation MET illustrant la localisation préférentielle des précipités γ'' à proximité de dislocations (mises en évidence en a)) dans l'Inconel 625 après un traitement thermique de 24h à 700°C. Cette figure est tirée des travaux de Pai et al [183].

Mei et al [124] et Rongbin et al. [180] ont également rapporté une modification de la morphologie des précipités γ'' lorsque le taux de réduction est de plus en plus élevé. Comme illustré sur la **Figure 6.33** tirée des travaux de Mei et al. [124], ceux-ci deviennent de plus en plus sphériques lorsque que le niveau d'écroutissage augmente.

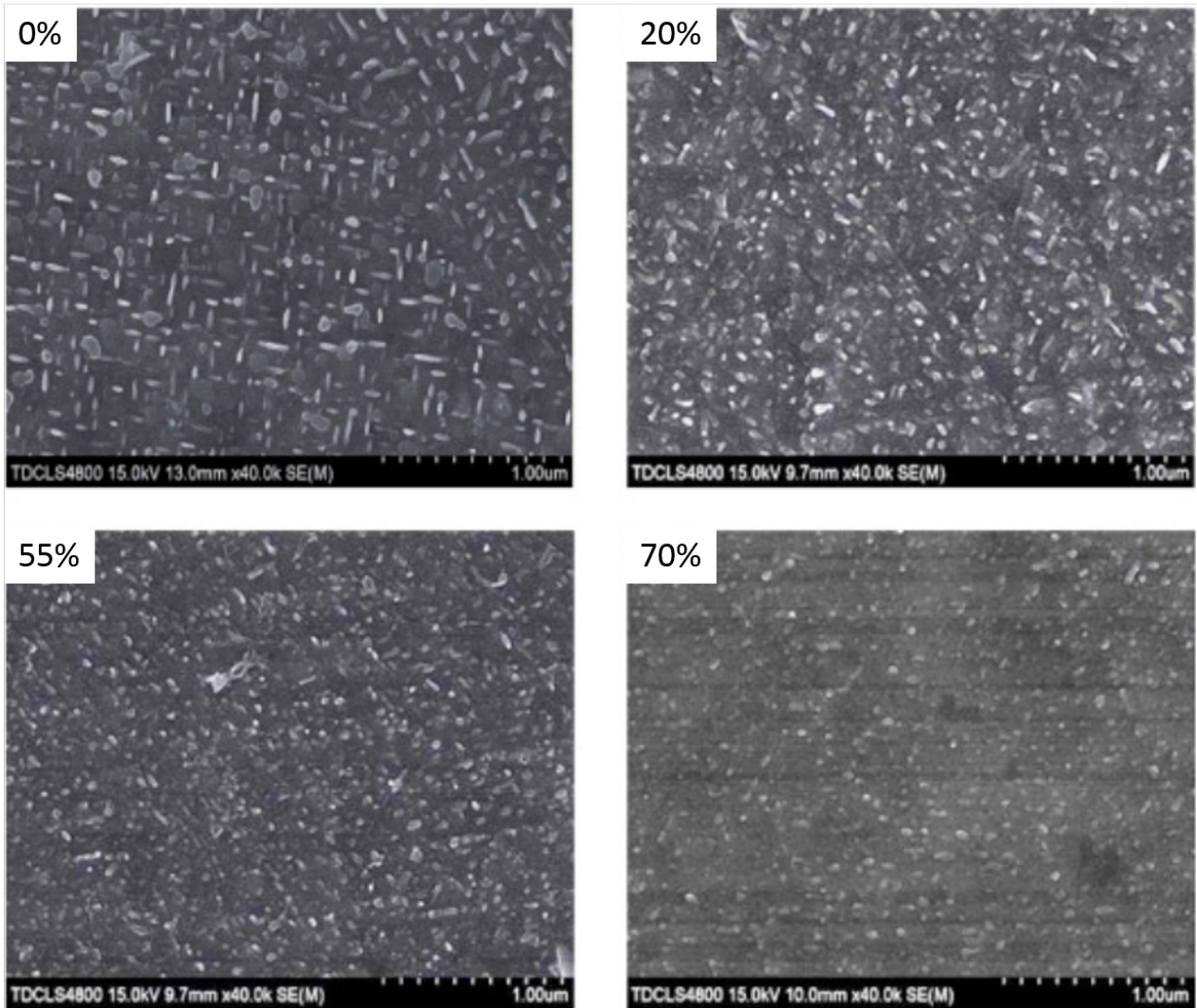


Figure 6.33 – Micrographies illustrant la précipitation fine γ' + γ'' à l'issue d'un traitement thermique de 8h à 800° sur de l'Inconel 718 préalablement laminé à froid jusque différents taux de réduction (indiqué sur chaque micrographie). Cette figure est tirée des travaux de Mei et al [124].

Les résultats obtenus dans cette étude à partir de l'échantillon $\rho^+\delta^-$ diffèrent de ceux obtenus dans les travaux de Mei et al. [124] ainsi que Rongbin et al. [180] rapportés précédemment. Comme le montrent la **Figure 6.31d** (à comparer à la **Figure 6.31a**) et les données du **Tableau 6.3**, une densité de dislocations supérieure n'a pas d'effet significatif sur les caractéristiques de la précipitation γ'' . En moyenne, une fraction $f_{\gamma''}$ et des dimensions $d_{\gamma''}$ et $e_{\gamma''}$ similaires à celles obtenues sur la microstructure de référence non écrouie $\rho^-\delta^-$ sont effectivement mesurées pour la microstructure $\rho^+\delta^-$. Toutefois, même si les valeurs moyennes des caractéristiques de la précipitation γ'' reportées dans le **Tableau 6.3** sont similaires, quelques petites différences peuvent être observées entre ces deux structures de précipitations. On note par exemple que les dimensions des particules ($d_{\gamma''}$ et $e_{\gamma''}$) semblent plus hétérogènes ou encore que certains précipités γ'' sont incurvés (voir les précipités mis en évidence par des flèches sur la **Figure 6.31d**) dans le cas de la microstructure $\rho^+\delta^-$, probablement en conséquence des distorsions du réseau cristallin induites par les dislocations⁷.

7. D'une part, la croissance des précipités dans la matrice distordue selon les relations d'épithaxie présentées au chapitre 1 explique la présence de précipités incurvés. D'autre part, puisque l'orientation cristalline évolue du fait de la présence de dislocations, les conditions d'observation de la précipitation fine ne sont pas strictement

Il est cependant important de noter que l'influence de l'érouissage sur la précipitation γ'' rapporté pour l'Inconel 718 [124, 180] a été établie pour des niveaux d'érouissage très élevés. Il ne fait effectivement aucun doute que les densités de dislocations introduites lors d'un laminage à température ambiante jusqu'au plus petit taux de réduction opéré dans la littérature (20%) sont très supérieures à celles introduites dans l'échantillon $\rho^+\delta^-$ lors sa compression à température ambiante jusque $\varepsilon = 5\%$. Ceci constitue l'argument principal pour expliquer qu'aucun effet significatif de la densité de dislocations sur la précipitation γ'' n'est observé dans cette étude, contrairement aux travaux cités précédemment. Le niveau d'érouissage induit lors de la déformation à froid de l'échantillon $\rho^+\delta^-$ a volontairement été choisi faible pour se rapprocher au maximum du niveau d'érouissage peu élevé des grains DRX pouvant constituer la microstructure des pièces forgées. En effet, le niveau d'érouissage atteint sur cet échantillon dans la zone où les observations de la précipitation fine ont été réalisées a été évalué par analyse EBSD⁸ (voir **Figure 6.34**) ; on relève $\overline{KAM} = 0,36^\circ$. Ce niveau d'érouissage est bien comparable à celui pouvant être atteint dans les grains DRX qui constituent les microstructures industrielles puisqu'on relève $\overline{KAM} = 0,31^\circ$ pour les grains DRX de la microstructure B-DA-1 (microstructure pour laquelle les grains DRX sont les plus écouis) ou encore $\overline{KAM} = 0,25^\circ$ pour ceux de la microstructure A-SA-1 (microstructure composée de grains DRX dans sa quasi totalité, voir **Figure 6.23a**).

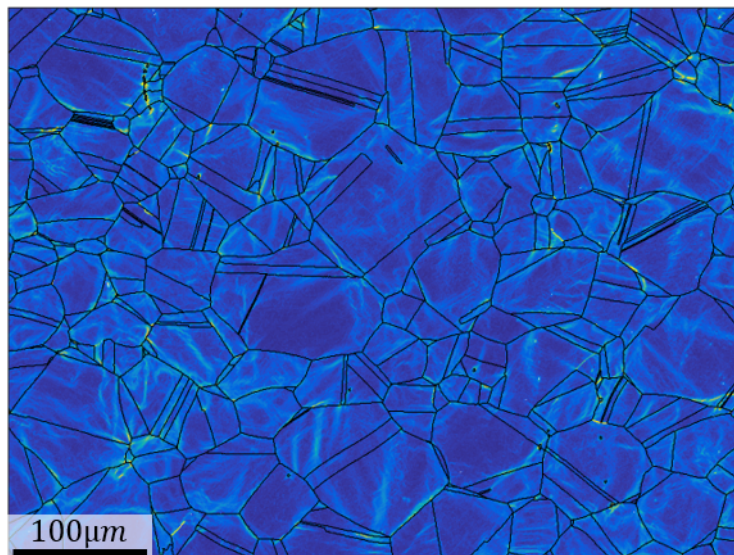


Figure 6.34 – Cartographie du KAM de la zone où la précipitation fine a été caractérisée dans l'échantillon $\rho^+\delta^-$.

Au vu des résultats obtenus pour l'échantillon $\rho^+\delta^-$, il peut ici être conclu qu'un érouissage résiduel de forgeage fourni par la présence de grains DRX ne modifie pas de manière significative le pouvoir durcissant du γ'' précipitant lors du traitement de vieillissement post-forgeage. Par conséquent, il en est donc également déduit que les conclusions tirées en section 6.2.4 concernant l'impact de l'érouissage fourni par des grains DRX sur les propriétés en traction et en fluage ne sont pas biaisées par un phénomène compensatoire. En effet, un phénomène compensatoire entre, d'une part, une densité de dislocations plus élevée qui durcirait l'alliage, et d'autre part, un pouvoir durcissant du γ'' plus faible qui masquerait l'effet direct de la densité de dislocations sur les propriétés, aurait très bien pu être à l'origine des résultats obtenus en

identiques en tout point de l'image (voir la section 2.1.4 du chapitre 2 pour plus de détails), ce qui est une explication possible à l'observation des hétérogénéités dans les dimensions des précipités

8. Réalisée strictement dans les mêmes conditions que celles menées dans l'intégralité de ce chapitre pour l'analyse des têtes d'éprouvette.

section 6.2.4. Comme le démontrent les résultats obtenus dans cette section, ce n'est pas le cas. Définitivement, que ce soit de manière directe ou indirecte via son impact sur le pouvoir durcissant du γ'' , l'érouissage résiduel conféré à la microstructure par la présence de grains DRX n'affecte pas les propriétés en traction et en fluage.

Il est cependant impossible d'être aussi affirmatif concernant le pouvoir durcissant des précipités γ'' contenus dans les grains non-recristallisés qui sont parfois présents dans les microstructures des pièces forgées (voir les microstructures B-DA-2 et B-DA-4 sur les **Figures 6.25b et c**, ainsi que la microstructure B-DA-7 sur la **Figure 6.26a**). Les densités de dislocations atteintes dans ces grains non-recristallisés sont plus élevées que celles atteintes dans les grains DRX ou dans ceux de la microstructure $\rho^+\delta^-$. On relève par exemple $\overline{KAM} = 0,67^\circ$ pour les grains non-recristallisés de la microstructure B-DA-4 voire même $\overline{KAM} = 1,00^\circ$ pour ceux de la microstructure B-DA-7, soit des valeurs environ deux à trois fois plus élevées que pour la microstructure $\rho^+\delta^-$ ($\overline{KAM} = 0,36^\circ$). Au vu des résultats rapportés dans la littérature concernant l'effet de densités de dislocations plus élevées⁹ sur la précipitation γ'' [124, 180] (voir **Figure 6.33**), on ne peut objectivement pas écarter le fait que la structure de précipitation ne soit pas sensible à l'érouissage résiduel lorsque celui-ci est dû à la présence de grains non-recristallisés. Au contraire, l'effet néfaste des grains non-recristallisés sur les propriétés en traction relevé en section 6.2.4 (voir les microstructures et les propriétés des éprouvettes B-DA-1 / B-DA-2 et B-DA-4 / B-DA-5) semble suggérer que le pouvoir durcissant du γ'' est fortement dégradé sous l'impact des densités de dislocations aussi élevées que celles atteintes dans de tels grains. Dans ce cas, l'effet bénéfique attendu d'une densité de dislocations élevée sur les propriétés en traction serait plus que contre-balancé par l'effet néfaste que celle-ci a indirectement via la précipitation γ'' .

6.4 L'effet du traitement Direct Ageing (DA)

6.4.1 Impact d'une mise en solution avant le vieillissement sur les propriétés en traction et en fluage

Comme évoqué plus tôt dans ce chapitre de manière relativement succincte, il a été démontré à plusieurs reprises dans la littérature qu'il était bénéfique pour les propriétés mécaniques de réaliser le traitement de vieillissement de l'Inconel 718 directement après son forgeage (traitement DA), sans passer par une étape de mise en solution préalable (traitement SA). L'amélioration des propriétés mécaniques obtenues en réalisant un tel traitement plutôt que le traitement SA a principalement été rapporté pour la traction et la fatigue [2, 25–29].

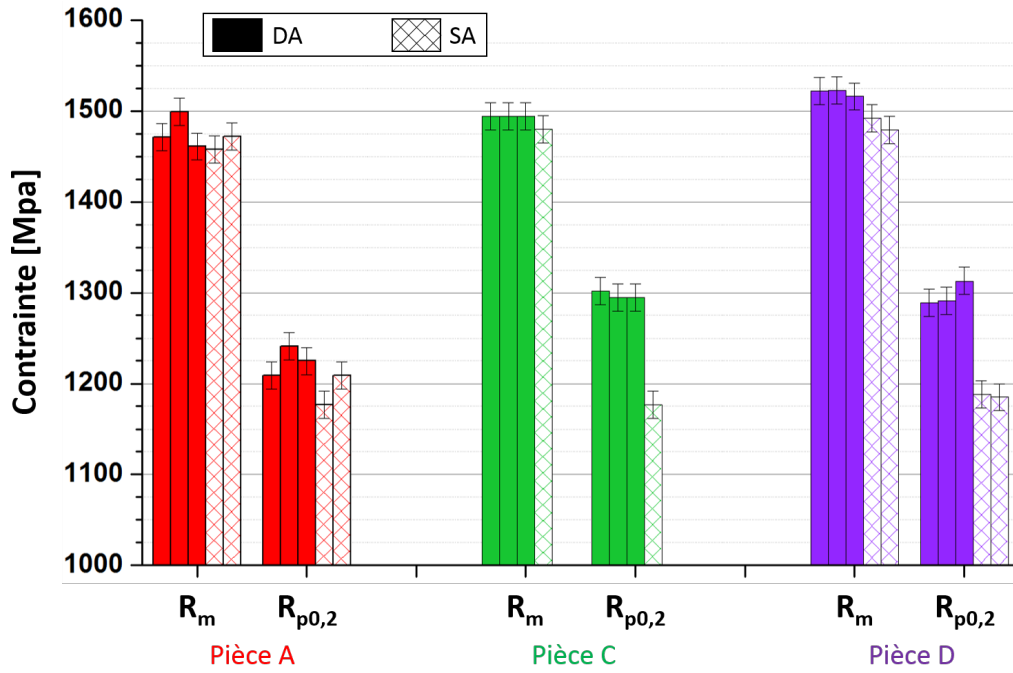
Dans ces travaux, l'effet du DA sur les propriétés en traction à température ambiante ainsi que sur la tenue en fluage à 650 °C/750 MPa peut être discuté puisqu'une partie des éprouvettes testées dans ces conditions a subi le traitement SA¹⁰ qui, pour rappel, inclut un traitement de mise en solution de 1 h à 955 °C en amont du traitement thermique de vieillissement standard. Les propriétés mécaniques ainsi que les caractéristiques microstructurales de ces éprouvettes ont déjà été présentées dans la section 6.2 de ce chapitre. Simplement, la discussion n'avait jusqu'alors pas été orientée sur la comparaison traitement DA - traitement SA, mais uniquement sur les relations entre les caractéristiques microstructurales et les propriétés mécaniques, indépendamment du fait que l'éprouvette ait subi un traitement DA ou SA¹¹.

9. En comparaison à celles atteintes dans les grains DRX ou dans ceux de la microstructure $\rho^+\delta^-$

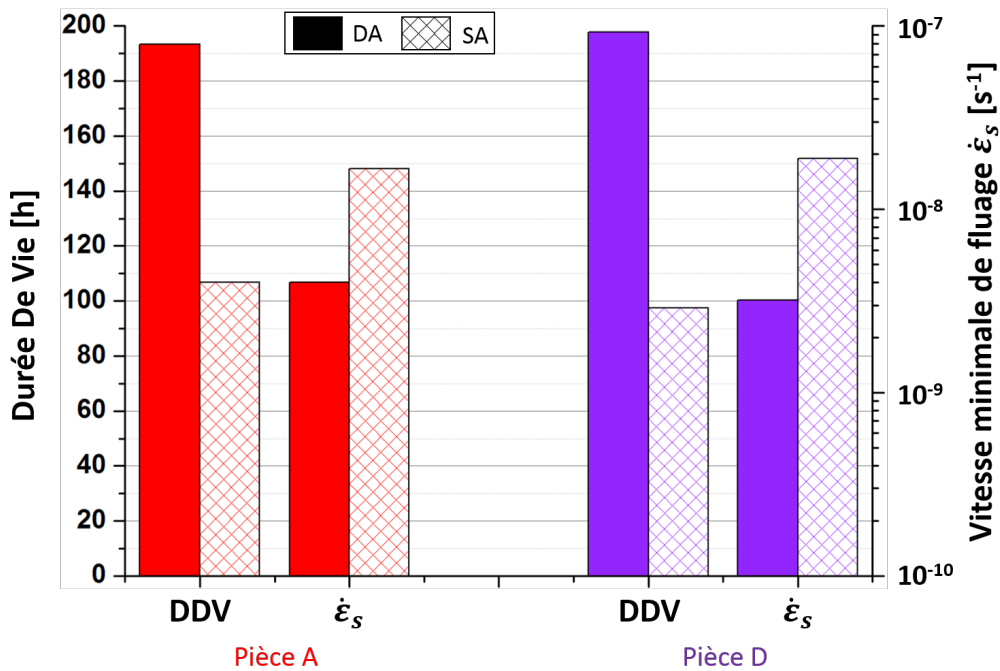
10. En toute rigueur, il est ici précisé que les éprouvettes traitées SA sont des éprouvettes ayant été prélevées sur les pièces industrielles forgées et traitées DA auxquelles la séquence SA a ensuite été imposée.

11. Pour rappel, sur les graphiques de la section 6.2, les données associées aux éprouvettes SA sont repérées par des symboles vides, contrairement à celles des éprouvettes DA représentées par des symboles pleins

En total accord avec les résultats de la littérature, des caractéristiques mécaniques $R_{p0,2}$ et R_m plus élevées sont obtenues sur les éprouvettes traitées DA par rapport à celles SA pour une même pièce de prélèvement et pour des tailles de grains proches (**Figure 6.35a**). Comme en témoigne la **Figure 6.35b**, le constat est le même avec les propriétés en fluage. Pour la durée de vie tout comme pour la vitesse de fluage stationnaire, le traitement SA engendre des propriétés moins bonnes que le traitement DA.



(a)



(b)

Figure 6.35 – Comparaison des propriétés obtenues sur des éprouvettes traitées DA et SA a) en traction à température ambiante, et b) en fluage à 650 °C/750 MPa.

Cet effet DA est souvent attribué à un niveau d'écroissage plus élevé sur les pièces traitées de cette manière. En effet, il est généralement admis que, contrairement au traitement standard (SA), avoir recours au traitement DA permet de préserver l'écroissage résiduel de forgeage dans la microstructure des pièces forgées. C'est d'ailleurs pour cela que la comparaison entre les propriétés obtenues à l'issue de traitements DA et SA est habituellement employée pour évaluer l'impact de l'écroissage résiduel de forgeage sur les propriétés mécaniques. L'amélioration des propriétés mécaniques grâce au traitement DA est donc couramment attribuée à l'effet direct d'une densité de dislocations plus élevée dans le matériau [27, 28], ou bien à l'effet indirect d'une densité de dislocations plus élevée sur la cinétique de précipitation γ'' au cours du traitement de vieillissement [2]. Manifestement, de tels arguments pour justifier l'effet bénéfique du traitement DA sont contradictoires avec les résultats présentés en section 6.3.2 concernant l'influence de l'écroissage résiduel sur les propriétés mécaniques. De plus amples investigations sont donc requises afin de mieux comprendre l'origine microstructurale de l'effet bénéfique du traitement DA. C'est ce à quoi est dédié la section suivante.

6.4.2 Évolutions microstructurales au cours de l'étape de mise en solution et relations avec les propriétés mécaniques

Dans cette section, les évolutions microstructurales intervenant au cours de la mise en solution de 1 h à 955 °C ont été analysées plus en détails. Pour chacune des éprouvettes SA testées mécaniquement, le couple $(\overline{KAM}, f_\delta)$ associé à la microstructure dans les têtes a été intégré au diagramme de la **Figure 6.36** déjà présenté au chapitre 4 (**Figure 4.14**) mais en considérant uniquement les microstructures traitées DA. Afin d'évaluer l'impact de la mise en solution sur l'écroissage résiduel de forgeage et la quantité de phase δ , les caractéristiques \overline{KAM} et f_δ peuvent directement être confrontées à celles des microstructures DA. En effet, l'écroissage résiduel de forgeage tout comme la précipitation δ ne sont pas impactés au cours du traitement de précipitation de la phase γ'' (traitement de vieillissement). Par conséquent, le niveau d'écroissage résiduel et la quantité de phase δ mesurés sur les éprouvettes DA peuvent être assimilés à ceux obtenus à la fin du forgeage.

La répartition des points $(\overline{KAM}, f_\delta)$ des microstructures SA sur la **Figure 6.36** suggère fortement que le passage par une étape de mise en solution de 1 h à 955 °C avant le traitement de vieillissement induit une augmentation de la fraction de phase δ dans la microstructure. Pour une pièce de prélèvement donnée, c'est effectivement sur les éprouvettes traitées SA que les fractions δ les plus élevées sont mesurées ; f_δ est en moyenne supérieure de 1 à 2 points par rapport aux éprouvettes prélevées sur les mêmes pièces mais ayant subi un traitement DA. Même si les valeurs \overline{KAM} mesurées sur les éprouvettes SA sont faibles (à l'exception d'une), il est difficile d'évaluer l'impact de la mise en solution sur l'écroissage résiduel. Au vu de la dispersion des valeurs \overline{KAM} pour les microstructures traitées DA, il est impossible de se faire un avis objectif sur le niveau d'écroissage des microstructures traitées SA avant le traitement de 1 h à 955 °C. En effet, pour une pièce de prélèvement donnée, toutes ou une partie des microstructures DA ont un écroissage résiduel faible voir inexistant. Il y a donc dans ce cas peu de chance de capter l'effet éventuel de la mise en solution sur l'écroissage résiduel. Il est alors difficile de décider si les faibles valeurs \overline{KAM} généralement obtenues pour les éprouvettes SA sont une conséquence de la mise en solution ou bien si elles étaient déjà faibles initialement. De la même manière, pour l'éprouvette A-SA à la valeur \overline{KAM} élevée, rien ne permet de dire que celle-ci n'était pas plus élevée avant la mise en solution.

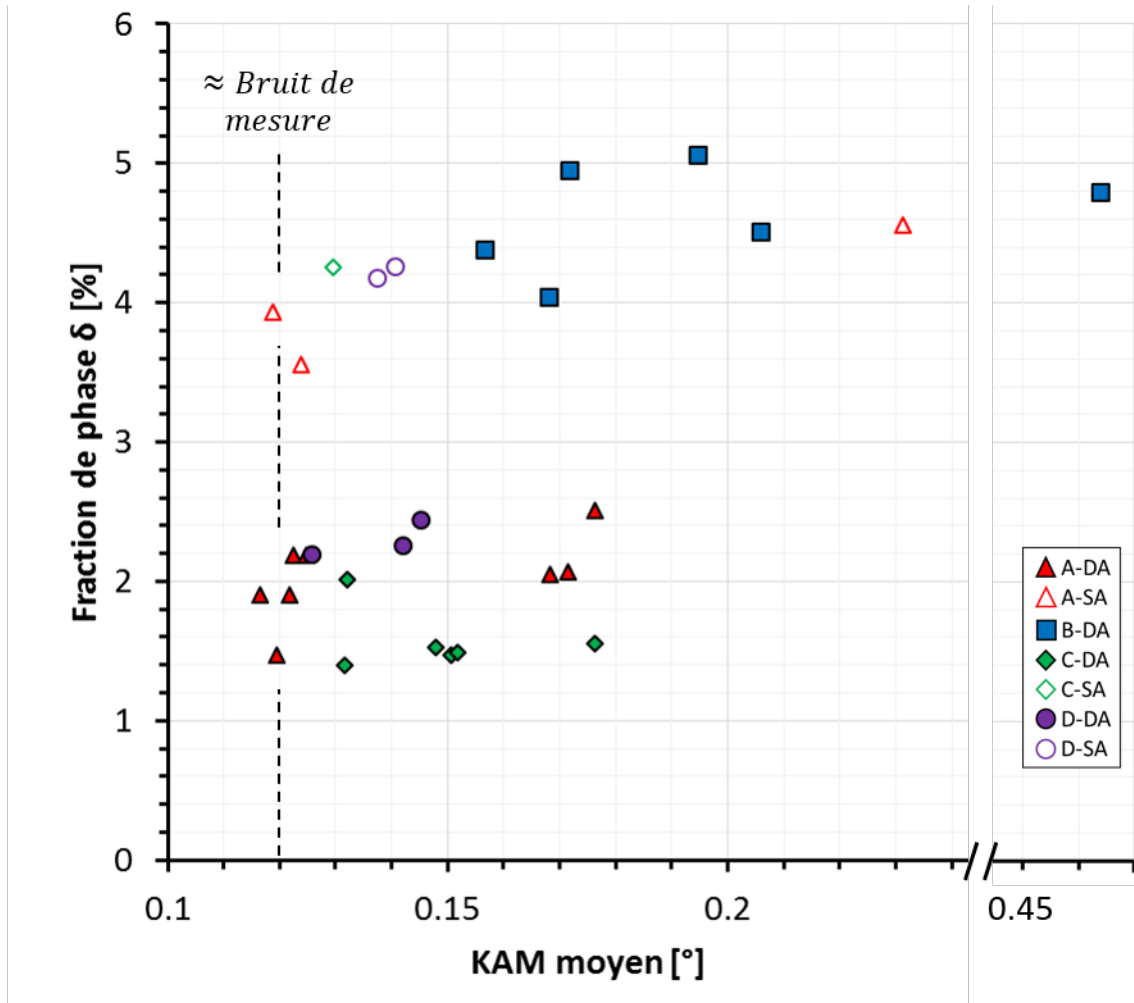


Figure 6.36 – Répartition des microstructures industrielles testées puis analysées dans les têtes dans un diagramme représentant la fraction de phase δ en fonction du KAM moyen. Ce diagramme est le même que celui présenté sur la **Figure 4.14** à la différence que les microstructures des éprouvettes ayant subi le traitement SA ont été ajoutées.

Afin de conclure définitivement sur les évolutions de microstructure induites par une mise en solution de 1 h à 955 °C, un tel traitement a été réalisé sur une microstructure dont les caractéristiques initiales (niveau d'écroissage et quantité de phase δ notamment) sont connues. La cartographie du KAM et une image BSE de cette microstructure initiale sont présentées sur les **Figures 6.37a et b**. De la même manière, la cartographie du KAM et une image BSE obtenues sur cette même microstructure à l'issue du traitement de mise en solution (microstructure finale) sont présentées sur les **Figures 6.37c et d**.

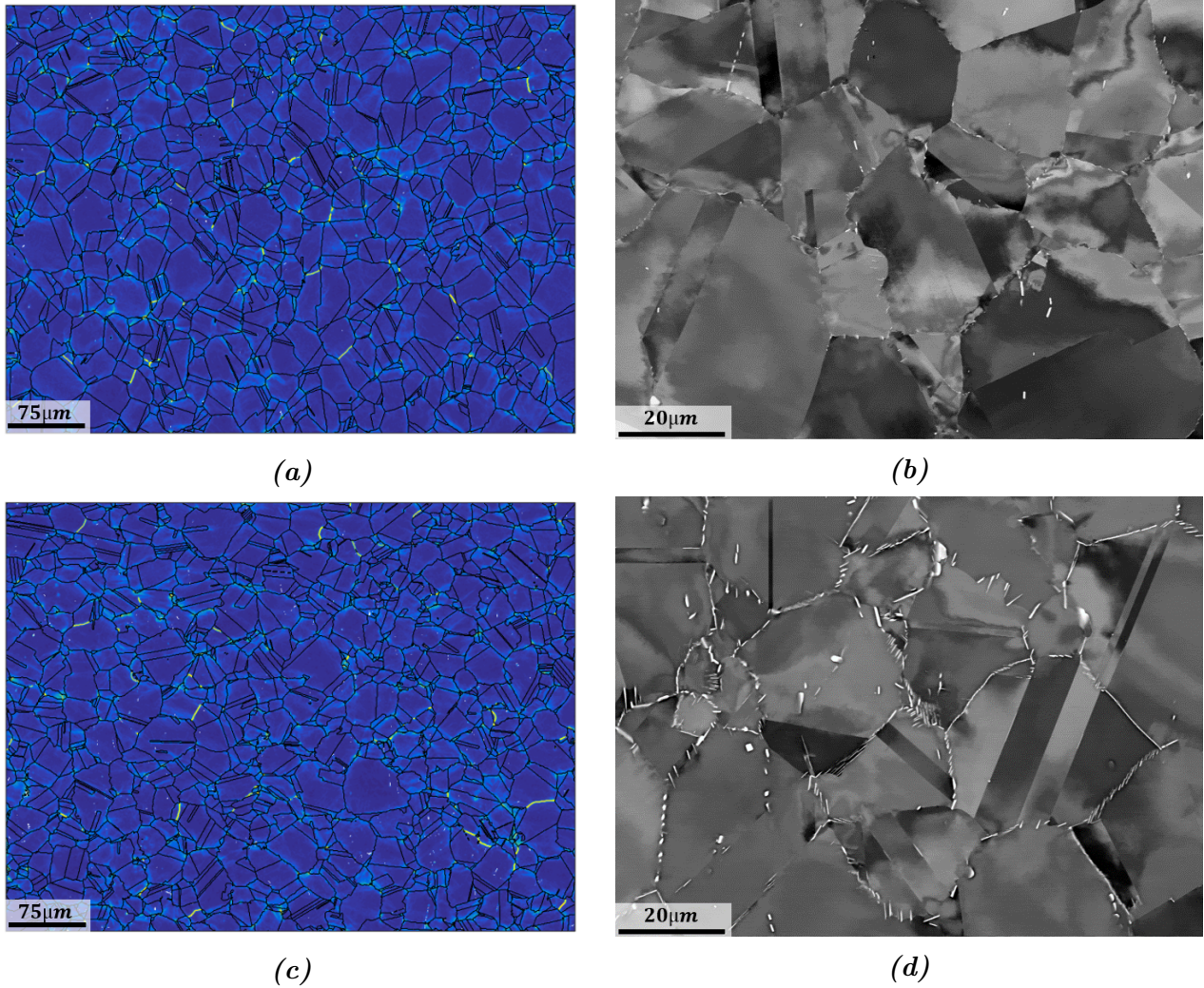


Figure 6.37 – a) Cartographie du KAM et b) image BSE de la microstructure avant un traitement de mise en solution de 1 h à 955 °C (état initial). c) Cartographie du KAM et d) image BSE de la microstructure après un traitement de mise en solution de 1 h à 955 °C (état final). Les caractéristiques des microstructures initiales et finales sont reportées dans le **Tableau 6.4**.

Etat	Initial	Final
Figures	6.37a et b	6.37c et d
Indice ASTM	8,2	8,4
f_{δ} [%]	0,5	1,6
\overline{KAM} [°]	0,17	0,17

Tableau 6.4 – Caractéristiques de la microstructure initiale (avant traitement) et de la microstructure finale (après traitement), présentées sur la **Figure 6.37**.

Comme suggéré précédemment par le diagramme de la **Figure 6.36**, il est ici confirmé que la phase δ précipite de manière assez abondante dans la microstructure au cours du traitement de 1 h à 955 °C, ayant pour conséquence une augmentation significative de la fraction f_{δ} mesurée. Une augmentation de l'ordre du pour cent est relevée entre l'état initial et l'état final (voir **Figures 6.36b et c** ainsi que le **Tableau 6.4**). Notons qu'une telle augmentation f_{δ} est donnée à titre indicatif, pour illustrer les évolutions de microstructures dans le cas particulier de la microstructure initiale présentée sur les **Figures 6.37a et b**. Elle ne peut être associée de manière systématique à ce traitement. En effet, cette augmentation de f_{δ} au cours du traitement

thermique de 1 h à 955 °C est amenée à changer en fonction de la quantité de phase δ initiale (la différence entre la fraction initiale et la fraction d'équilibre à 955 °C donne la force motrice pour la précipitation) mais également en fonction du niveau d'écrouissage de la microstructure initiale (l'écrouissage accélère la cinétique de précipitation δ). Ainsi, il convient donc de nuancer le terme « mise en solution » employé pour faire référence à ce traitement de 1 h à 955 °C. En effet, le terme « mise en solution » n'est adapté que lorsque le traitement thermique induit une dissolution, même partielle (on parle alors de « mise en solution partielle »), des particules de seconde phase δ .

En revanche, bien que la microstructure initiale contienne une densité de dislocations typique de celles obtenues dans les microstructures industrielles composées de grains DRX ($\overline{KAM} = 0,17^\circ$), aucun effet du traitement de 1 h à 955 °C n'est observé sur l'écrouissage de la microstructure. Sur l'état final, la valeur \overline{KAM} mesurée est strictement identique à celle de la microstructure initiale ($\overline{KAM} = 0,17^\circ$). Notons tout de même que cette conclusion pourrait être différente pour une microstructure qui contiendrait encore des grains non-recristallisés en fin d'étape de forgeage. Dans ce cas particulier (observé que rarement sur les microstructures industrielles), le traitement de 1 h à 955 °C pourrait éventuellement permettre de compléter la recristallisation de la microstructure et donc diminuer le niveau d'écrouissage résiduel.

En définitive, effectuer un traitement dit (abusivement) de « mise en solution » à 955 °C pendant 1 h augmente la quantité de phase δ dans la microstructure mais n'a aucune conséquence vis à vis du niveau d'écrouissage résiduel atteint à l'issue de l'étape de forgeage. L'abattement des propriétés sur les microstructures traitées SA par rapport à celles traitées DA est, de fait, associé à une fraction de phase δ plus élevée (donc un pouvoir durcissant du γ'' plus faible) connue pour son effet néfaste sur les propriétés mécaniques (voir section 6.2.3). En d'autres termes, contrairement à ce qui est couramment admis dans la littérature, l'effet bénéfique du traitement DA sur les propriétés mécaniques n'est en fait pas ici lié à la conservation d'un niveau d'écrouissage résiduel supérieur dans la microstructure, mais à une quantité de phase δ plus faible que celle qui est atteinte si un traitement thermique intermédiaire de 1 h à 955 °C est opéré avant le traitement de vieillissement.

Conclusion

Les propriétés en traction entre l'ambiante et 650 °C ainsi que celles en fluage à 650 °C pour $\sigma = 750$ MPa et $\sigma = 800$ MPa ont été évaluées à partir d'éprouvettes prélevées dans différentes pièces industrielles forgées en presse à vis ou en presse hydraulique. Aucun signe d'une forte influence du mode de forgeage sur les propriétés mécaniques n'a été détecté dans les conditions de sollicitation considérées.

Indépendamment du mode de forgeage et du traitement thermique ultérieur (DA ou SA), l'impact des caractéristiques microstructurales sur les propriétés mécaniques obtenues a été analysé avec précaution par une approche comparative. La mise en relation des caractéristiques mécaniques et microstructurales entre certaines éprouvettes judicieusement choisies a souvent permis de mettre en évidence l'influence des paramètres microstructuraux de manière indépendante. Bien que l'influence de la taille de grains, déjà largement considérée dans la littérature, ait été également discutée, une attention toute particulière a notamment été accordée à l'influence de la précipitation δ et de l'écrouissage résiduel de forgeage. Ce sont en effet ces deux paramètres qui ont été identifiés au chapitre 4 comme étant les marqueurs microstructuraux d'une déformation qui serait réalisée dans des conditions de forgeage en presse hydraulique (une passe à faible vitesse), par rapport à une déformation qui serait réalisée dans des conditions de forgeage en presse à vis (deux passes à vitesse élevée).

Il peut être conclu que, en traction comme en fluage, l'écrouissage résiduel de forgeage n'a strictement aucun effet sur les propriétés lorsqu'il est conféré à la microstructure par la présence de grains DRX. Les densités de dislocations atteintes dans de tels grains sont probablement trop faibles pour impacter les propriétés mécaniques soit directement, soit indirectement, via un quelconque effet sur la précipitation γ'' et son pouvoir durcissant associé. En revanche, lorsque des grains non-recristallisés constituent au moins en partie la microstructure, une dégradation des propriétés est observée (surtout en traction). Cet effet néfaste de la présence de grains non-recristallisés est contre-intuitif puisqu'une densité de dislocations plus élevée est généralement connue pour durcir le matériau (durcissement de type « arbres de la forêt »¹²). Il serait en fait dû à un pouvoir durcissant plus faible du γ'' dans ces grains très écrouis. Sur base des résultats de la littérature, il est effectivement rapporté qu'une densité de dislocations élevée modifie considérablement la structure de précipitation γ'' , et donc son pouvoir durcissant.

En revanche, la précipitation δ a un fort impact sur les propriétés mécaniques, que ce soit pour la traction ou le fluage. Il a notamment été conclu que la quantité de phase δ est le paramètre influent d'ordre un si on considère une microstructure en sortie de forgeage. Il a en effet été démontré que l'effet néfaste de la phase δ était indirect puisque directement relié à l'impact de cette phase elle-même sur la précipitation de la phase γ'' intervenant au cours du traitement de vieillissement post-forgeage. Il a été démontré que, en résultat d'un appauvrissement local en niobium en solution solide, une zone de déplétion en précipités γ'' est associée à chaque particules δ . Il en résulte que les dislocations vont pouvoir glisser plus facilement dans les zones de déplétion autour des particules δ , et donc, en d'autres termes, que le pouvoir durcissant du

12. Certaines dislocations jouent le rôle d'obstacles au mouvement d'autres dislocations.

γ'' est réduit dans ces zones qui constituent le maillon faible de la microstructure. Cela est en mesure de pouvoir expliquer pourquoi les propriétés mécaniques obtenues sont moins bonnes sur les microstructures qui contiennent le plus de phase δ (multiplication des zones de déplétion). La morphologie et la répartition des particules δ semblent également pouvoir jouer un rôle sur les propriétés, mais dans une bien moindre mesure par rapport à la fraction volumique.

L'effet classique de la taille de grains sur les propriétés en traction et en fluage est obtenu, mais il n'a manifestement pas un impact prédominant par rapport aux autres caractéristiques microstructurales. Son influence est aussi importante, voire secondaire, par rapport à celle de la précipitation δ (et donc par rapport à celle de la phase γ''). Il reste donc très simpliste de considérer en priorité la taille de grains pour se faire un avis sur les propriétés mécaniques d'une microstructure donnée.

Un effet bénéfique du traitement « Direct Ageing » est également observé par rapport au traitement standard (SA) comportant une étape dite « de mise en solution » à 955 °C pendant 1 h, en accord total avec ce qui avait été rapporté jusqu'à présent dans la littérature. Il s'avère cependant que cet effet bénéfique obtenu en réalisant un tel traitement n'est en fait pas dû à la préservation d'un écrouissage supérieur dans la microstructure comme c'est couramment admis dans la littérature, mais plutôt à une quantité de phase δ moins élevée. Cela soulève donc la question de pertinence du terme « mise en solution » employé pour qualifier le traitement de 955 °C pendant 1 h puisque, même partielle, une mise en solution devrait mener à une diminution de la quantité de phase δ .

Enfin, il est très important de garder en tête que les conclusions tirées pour le fluage sont valables pour le domaine de sollicitation investigué. Même si elles peuvent, à priori, être étendues au domaine de sollicitation pour lequel le fluage est majoritairement piloté par le mouvement des dislocations (fluage dislocations), il n'est pas à exclure que celles-ci pourraient être différentes dans le cas où le fluage est contrôlé par le glissement des joints de grains (fluage diffusion).

Synthèse, perspectives, et conclusion générale

Les travaux de thèse qui ont été présentés tout au long de ce manuscrit s'intéressent aux microstructures et aux propriétés mécaniques (ainsi qu'aux liens qui existent entre-elles) qui résultent du forgeage en presse à vis de l'Inconel 718 dans le domaine subsolvus δ . Ils visent notamment à évaluer la viabilité de ce type de forgeage par rapport au forgeage conventionnel en presse hydraulique, aujourd'hui largement employé pour l'obtention des disques de turbine en superalliage base nickel. Cette conclusion générale est divisée en deux parties :

- Une synthèse qui reprend les principales conclusions tirées dans ce manuscrit à partir des essais en laboratoire (liens entre vitesse de déformation et évolutions microstructurales d'une part, et liens entre caractéristiques microstructurales et propriétés mécaniques d'autre part).
- Une conclusion qui répond spécifiquement à la problématique industrielle en s'appuyant sur les résultats des essais de laboratoire. Un schéma bilan qui décrit l'influence du mode de forgeage sur le couple microstructure - propriétés résultant a été construit sur base de ce travail et permet d'en illustrer les conclusions.

Synthèse et perspectives

Relations procédé - microstructure

L'influence de la vitesse de déformation (donc du mode de forgeage) sur les évolutions de microstructure se produisant au cours des étapes de forgeage a pu être établie au moyen d'essais de compression à 980 °C. Ces essais ont pu être menés dans une gamme de vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} \in [0,001; 50]s^{-1}$ couvrant à la fois celles atteintes en forgeage conventionnel (typiquement $\dot{\varepsilon} \in [0,001; 0,1]s^{-1}$) et à la fois une bonne partie de celles atteintes en forgeage en presse à vis (typiquement $\dot{\varepsilon} \in [1; 100]s^{-1}$).

Il a été démontré que la recristallisation dynamique se manifeste de moins en moins lorsque la vitesse de déformation augmente, jusqu'à être complètement inhibée au-delà d'une certaine vitesse ($\dot{\varepsilon} > 0,1s^{-1}$ pour $T = 980\text{ °C}$ et $\bar{\varepsilon} \approx 1,0$). Ces résultats sont en désaccord avec la majorité des travaux de la littérature traitant du même sujet qui rapportent l'existence d'une vitesse critique au-delà de laquelle la fraction DRX ne diminue plus mais ré-augmente avec la vitesse de déformation. Une telle contradiction entre les résultats obtenus dans cette étude et ceux de la littérature provient très probablement de l'approche employée pour caractériser les évolutions dynamiques. Dans les travaux de la littérature la fraction DRX est classiquement assimilée à la fraction recristallisée totale mesurée sur les échantillons trempés rapidement à l'issue de leur déformation, faisant ainsi l'hypothèse que les évolutions post-dynamiques sont négligeables au cours du délai de trempe. Or, il a été démontré que cette hypothèse n'est plus vérifiée lorsque la vitesse de déformation devient trop importante (à partir de $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$

pour $T = 980\text{ °C}$ et $\bar{\varepsilon} \approx 1,0$). Dans ce cas, l'analyse des cinétiques de recristallisation post-dynamiques a effectivement montré que la recristallisation post-dynamique pouvait modifier significativement la microstructure en seulement quelques secondes après la déformation. Dans nos travaux, une telle hypothèse n'a pas été faite : les grains DRX ont pu être identifiés dans les microstructures trempées rapidement après déformation. Cela nécessite cependant d'avoir accès à des données EBSD dont le bruit de mesure est inférieur ($\approx 0,2^\circ$) à celui des données EBSD conventionnelles ($0,5^\circ$).

La phase δ est également très impactée par la vitesse de déformation. Alors qu'aux plus basses vitesses de déformation (typiquement $\dot{\varepsilon} = 0,001\text{ s}^{-1}$ pour les conditions appliquées et la microstructure initiale employée dans cette étude) les particules de phase δ précipitent au cours de la déformation, l'effet inverse est cependant observé lorsque la vitesse augmente. En raison d'un auto-échauffement de plus en plus important lorsque la vitesse de déformation augmente, une dissolution quasi totale de ces précipités peut même être obtenue à partir d'une certaine vitesse ($\dot{\varepsilon} = 1\text{ s}^{-1}$ pour les conditions de déformation considérées).

Lorsque les conditions de déformation sont favorables au déclenchement de la DRX ($\varepsilon \leq 0,1\text{ s}^{-1}$ pour $T = 980\text{ °C}$ et $\bar{\varepsilon} \approx 1,0$), la taille des grains DRX diminue lorsque la vitesse de déformation augmente. En revanche, pour les conditions appliquées, la taille de grains (TG) des microstructures maintenues en température plus longtemps pour simuler les vitesses de refroidissement industrielles reste peu sensible à la vitesse de déformation, probablement en raison de phénomènes compensatoires.

Enfin, il est important de souligner que le chauffage par effet Joule parfois employé lors des essais de compression simulant les opérations de forgeage peut significativement modifier les évolutions microstructurales en comparaison à un chauffage conventionnel par rayonnement. Même si l'origine physique de ce phénomène semble être directement liée aux interactions entre les électrons et les éléments de la microstructure (les défauts cristallins notamment), il reste néanmoins très mal compris à ce jour. Une meilleure compréhension des mécanismes physiques responsables des modifications des évolutions de microstructure lors du chauffage par effet Joule est donc requise. Cela constitue une des perspectives importante de ces travaux de thèse.

Relations microstructures - propriétés

Les propriétés en traction entre l'ambiante et 700 °C ainsi que les propriétés en fluage à $650\text{ °C}/750\text{ MPa}$ et à $650\text{ °C}/800\text{ MPa}$ ont été évaluées à partir d'éprouvettes prélevées dans différentes zones de pièces industrielles forgées soit en presse à vis soit en presse hydraulique. La caractérisation fine des microstructures testées a permis de faire le lien entre les caractéristiques microstructurales et les propriétés en traction et en fluage. L'effet de la taille de grains, de l'érouissage résiduel de forgeage et de la précipitation δ , caractéristiques microstructurales fixées à la fin des étapes de forgeage, a été évalué de manière la plus indépendante possible.

Bien que discuté succinctement, l'effet classique de la taille de grains sur les propriétés en traction et en fluage a été obtenu. La dépendance des propriétés mécaniques à la taille de grains ayant été largement établie dans la littérature, l'accent a plutôt été mis sur l'impact des deux autres caractéristiques microstructurales : l'érouissage résiduel de forgeage, et la précipitation δ , tous deux très impactés par la vitesse de déformation lors du forgeage.

Il a été démontré que la quantité de phase δ est le facteur influant de premier ordre sur les propriétés en traction et en fluage. Une quantité de phase δ plus importante implique un abaissement significatif de la limite d'élasticité et de la durée de vie en fluage, ainsi qu'une

augmentation de la vitesse minimale de fluage. L'effet néfaste de la phase δ sur les propriétés mécaniques serait cependant indirect. En effet, plus la quantité de phase δ (Ni_3Nb) dans la microstructure en sortie de forgeage est élevée, plus la quantité de niobium en solution solide disponible pour la précipitation de la phase durcissante γ'' (Ni_3Nb) lors du traitement dit aéronautique est faible. Cela se traduit par des zones appauvries en précipités γ'' aux alentours des particules de phase δ , dans lesquelles le glissement des dislocations est plus aisé.

Il a en revanche été démontré que l'écroissage résiduel de forgeage n'a strictement aucun effet ni sur les propriétés en traction ni sur les propriétés en fluage lorsque celui-ci est conféré à la microstructure par la présence en plus ou moins grande quantité de grains DRX contenant des densités de dislocations qui restent relativement modérées. Il peut par contre devenir néfaste lorsqu'il est conféré à la microstructure par la présence de grains non-recristallisés, probablement sous l'effet de l'influence de densités de dislocations élevées (beaucoup plus élevées que dans les grains DRX) sur la structure de précipitation γ'' et le pouvoir durcissant qui lui est associé. Contrairement à ce qui est systématiquement admis dans la littérature, il a également été démontré que l'effet bénéfique du traitement DA sur les propriétés mécaniques ne pouvait être associé au fait que celui-ci permette de retenir un niveau d'écroissage résiduel de forgeage supérieur dans la microstructure (en comparaison au traitement SA).

Enfin, notons que les conclusions tirées concernant l'influence des caractéristiques microstructurales sur les propriétés mécaniques sont valables pour les sollicitations étudiées (traction et fluage) et pour les conditions appliquées. Dans le cas du fluage, l'investigation des relations microstructures-propriétés dans le domaine des basses contraintes pour lequel les mécanismes de fluage sont probablement différents de ceux actifs pour les conditions testées dans cette étude (fluage dislocations) est une des perspectives de ce travail. Bien que très importantes pour le dimensionnement des disques, les propriétés en fatigue n'ont pas été étudiées dans ces travaux. Contrairement aux propriétés en traction et en fluage qui sont sensibles à « la microstructure moyenne » de l'alliage, les propriétés en fatigue sont généralement plus sensibles aux hétérogénéités de microstructure. Si aucune influence de l'écroissage résiduel de forgeage conféré à la microstructure par la présence de grains DRX n'a été détectée en traction et en fluage, il n'est pas à exclure que la présence de ces grains, même en faibles quantités, puisse impacter les propriétés en fatigue. Cela constitue donc une autre perspective de ces travaux de thèse.

Conclusion générale

Étant donné les résultats obtenus en simulant les opérations de forgeage au moyen d'essais de laboratoire (essais de compression à chaud), il est attendu que les microstructures résultant d'un forgeage en presse à vis ou d'un forgeage conventionnel diffèrent principalement selon deux caractéristiques :

- Leurs niveaux d'écroissage résiduel se traduisant par la présence d'une densité de dislocations $\rho_{rés}$: Contrairement aux microstructures issues d'un forgeage conventionnel (i.e. à faible vitesse de déformation) favorable au déclenchement et au développement de la DRX, les microstructures issues d'un forgeage en presse à vis sont essentiellement composées de grains PDRX. L'écroissage résiduel de forgeage est donc attendu plus faible sur les microstructures forgées en presse à vis.
- Leurs quantités de phase δ : L'élévation de la vitesse de déformation s'accompagnant d'une augmentation de la température de plus en plus importante (auto-échauffement), une quantité de phase δ plus faible est attendue sur les microstructures déformées en presse à vis. Dans ce cas, la température effective de déformation s'éloigne de la température nominale et se rapproche du solvus δ au cours de la déformation. Il se pourrait que le

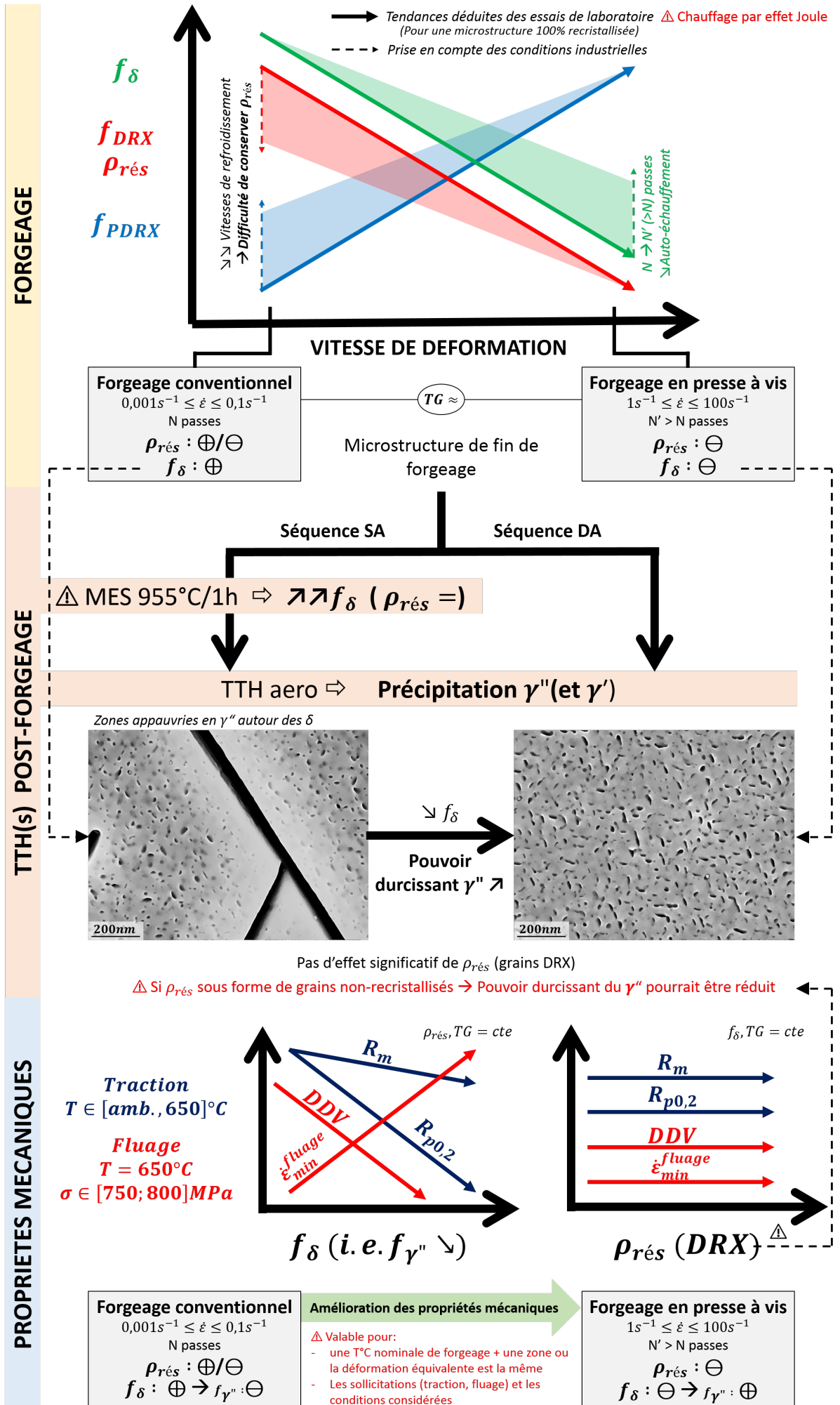
forgeage se termine dans des conditions supersolvus δ . Dans le cas du forgeage conventionnel, les longs temps de déformation et une température de déformation qui reste proche de la température nominale favorisent la précipitation dynamique de la phase δ .

Il convient tout de même de modérer ces conclusions en remettant les forgeages industriels dans leur contexte par rapport aux conditions des essais de laboratoire desquels elles découlent. D'une part, afin de limiter l'auto-échauffement et donc une dissolution trop importante de la phase δ (mais également une taille de grains finale trop élevée), le nombre d'étapes de forgeage est plus élevé dans le cas du forgeage en presse à vis par rapport au forgeage conventionnel. Les différences de quantité de phase δ entre une pièce industrielle forgée en presse à vis et une pièce industrielle forgée en presse hydraulique sont donc attendues plus faibles que ce qui est suggéré à partir des essais compression à chaud en une passe réalisés en laboratoire. D'autre part, il est de manière générale difficile de conserver de l'écrouissage résiduel dans les microstructures industrielles. Même si les vitesses du forgeage en presse hydraulique sont favorables au déclenchement et au développement de la DRX, les vitesses de refroidissement relativement lentes des pièces industrielles laissent le temps à la PDRX de modifier significativement la microstructure au cours du refroidissement et de consommer tout ou partie des grains DRX formés pendant la déformation.

Au vu des relations entre les caractéristiques microstructurales et les propriétés mécaniques établies dans ces travaux, le fait que les microstructures qui résultent d'un forgeage conventionnel soient susceptibles de contenir des niveaux d'écrouissage résiduels supérieurs par rapport à celles qui résultent d'un forgeage en presse à vis n'est pas en mesure de modifier les propriétés mécaniques entre les deux modes de forgeage. Par contre, le fait que des quantités de phase δ légèrement différentes (i.e. pouvoir durcissant du γ'' plus élevé) puissent être obtenues selon le mode de forgeage pourrait engendrer des propriétés mécaniques différentes entre le forgeage conventionnel et le forgeage en presse à vis. Pour une même température nominale de déformation et pour un même niveau de déformation, les résultats obtenus dans ces travaux suggèrent que des caractéristiques mécaniques légèrement meilleures pourraient être obtenues sur une microstructure qui serait forgée en plus d'étapes à une vitesse relativement élevée (typique d'un forgeage en presse à vis) par rapport à une microstructure forgée en N étapes à une vitesse relativement faible (typique d'un forgeage conventionnel). Le forgeage en presse à vis semble ainsi pouvoir être une bonne alternative au forgeage conventionnel.

Un schéma bilan qui décrit, de manière synthétique, l'influence du mode de forgeage sur le couple microstructure - propriétés résultant, est proposé ci-après.

SCHEMA BILAN : Relations Mode de forgeage – Microstructure – Propriétés mécaniques



Communications scientifiques

Articles dans des journaux avec comité de lecture :

- **A. Nicolaÿ**, J.M. Franchet, J. Cormier, H. Mansour, M. De Graef, A. Seret, N. Bozzolo, *Discrimination of dynamically and post-dynamically recrystallized grains based on EBSD data : application to Inconel 718*, Journal of Microscopy, Vol 273, pp 135-147, 2018.
- **A. Nicolaÿ**, G. Fiorucci, J.M. Franchet, J. Cormier, N. Bozzolo, *Influence of strain rate on subsolvus dynamic and post-dynamic recrystallization kinetics of Inconel 718*, Acta Materialia, Vol 174, pp 406-417, 2019.
- **A. Nicolaÿ**, J.M. Franchet, N. Bozzolo, J. Cormier, *Metallurgical analysis of direct aging effect on tensile and creep properties in Inconel 718 forgings*, Proceedings of Superalloys 2020 : 14th International Symposium on Superalloys.
- Les résultats concernant l'influence du chauffage par effet Joule sur les évolutions microstructurales présentés au chapitre 5 seront prochainement synthétisés sous la forme d'un article.

Communications dans un congrès international :

- **A. Nicolaÿ**, J.M. Franchet, R.E. Logé, J. Cormier, N. Bozzolo, *Experimental assessment of dynamic and post-dynamic recrystallization kinetics of Inconel 718 deformed in the δ subsolvus domain*, The 3rd European Symposium on Superalloys and their Applications, Oxford, United Kingdom, 9-13 September 2018. **Poster**
- **A. Nicolaÿ**, G. Fiorucci, J.M. Franchet, J. Cormier, N. Bozzolo, *Strain rate influence on dynamic recrystallization kinetics of Inconel 718*, The 7th International Conference on Recrystallization and Grain Growth, Ghent, Belgium, 4-9 August 2019. **Oral**
- H. Mansour, P. Trimby, **A. Nicolaÿ**, N. Bozzolo, *Recent developments in high speed, high angular resolution EBSD and implications for characterising the processes of grain growth and recrystallization*, The 7th International Conference on Recrystallization and Grain Growth, Ghent, Belgium, 4-9 August 2019. **Oral**
- **A. Nicolaÿ**, J.M. Franchet, N. Bozzolo, J. Cormier, *Metallurgical analysis of direct aging effect on tensile and creep properties in Inconel 718 forgings*, Superalloys 2020 : 14th International Symposium on Superalloys, Seven Springs, USA, 13-17 September 2020. **Oral ou Poster**

Communications dans un congrès national :

- **A. Nicolaÿ**, J.M. Franchet, R.E. Logé, J. Cormier, N. Bozzolo, *Détermination de la cinétique de recristallisation post-dynamique de l'Inconel 718 forgé dans le domaine sub-solvus δ* , Journées Annuelles SF2M 2017, Lyon, France, 23-25 October 2017. **Poster**
- A. Seret, **A. Nicolaÿ**, J.M. Franchet, C. Moussa, M. Bernacki, N. Bozzolo, *Lissage de cartographies EBSD pour quantifier la densité de dislocations géométriquement nécessaires - Application à la différenciation de différents types de grains recristallisés dans l'Inconel® 718*, La métallurgie, Quel avenir !, Nancy, France, 8-12 April 2019. **Oral**

- **A. Nicolăy**, J.M. Franchet, J. Cormier, N. Bozzolo, *Influence of strain rate on dynamic and post-dynamic recrystallization of Inconel 718*, Journées Annuelles SF2M 2019, Paris, France, 21-23 October 2019. **Oral**

Annexe A

Modélisation du profil de température radial dans les éprouvettes cylindriques chauffées sur la Gleeble 3800

A.1 Système et hypothèses considérés

L'objectif est d'évaluer le profil de température radial $T(r)$ induit lors du chauffage par effet Joule des éprouvettes cylindriques sur la machine Gleeble 3800. Pour cela, le système considéré (semblable à celui de la publication de Semiatin et al. [137]) est schématisé sur la **Figure A.1**.

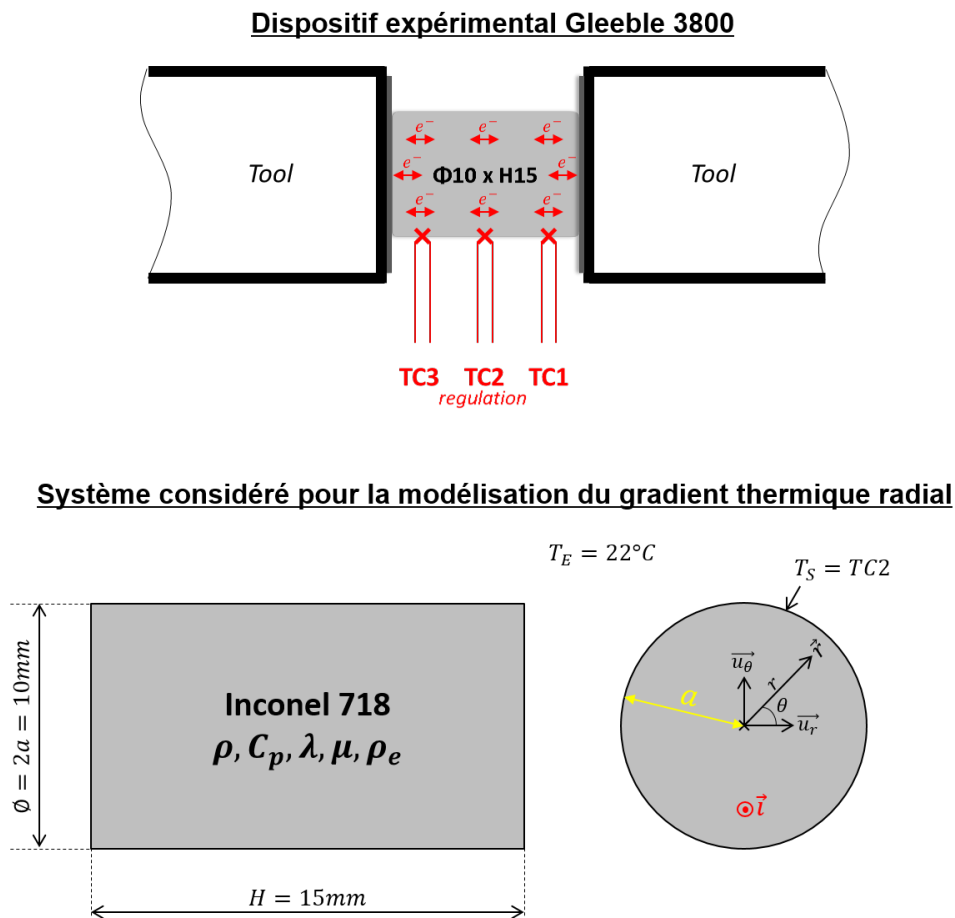


Figure A.1 – Schéma du dispositif Gleeble 3800 et paramétrage du système considéré pour la modélisation de l'évolution de la température T le long du rayon r des éprouvettes cylindriques chauffées par effet Joule sur la machine Gleeble 3800.

Les hypothèses et conditions aux limites suivantes sont considérées pour établir l'expression de l'évolution de la température le long du rayon $T(r)$:

- Problème 2D axisymétrique : pour une position r donnée, $T(\theta) = cte$.
- La température en surface de l'éprouvette (à $r = a$) T_S est connue. Pour les applications numériques, elle sera prise égale à celle mesurée sur le thermocouple TC2 soudé à mi-hauteur d'échantillon (thermocouple utilisé pour la régulation de la température).
- Le gradient de température selon la longueur de l'éprouvette est négligé. En pratique, cette hypothèse n'est pas strictement vérifiée puisque dans le cadre de nos essais, un écart de $\pm 5^\circ\text{C}$ entre la température de régulation (TC2) et les températures mesurées en périphérie (TC1 et TC3) est toléré. Elle permet cependant de simplifier les calculs pour l'obtention de $T(r)$ dans une première approche.

A.2 Établissement de l'équation $T(r)$ en régime stationnaire

L'équation de la chaleur est donnée par :

$$\rho C_p \frac{\partial T(r, t)}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot \vec{j}(r, t) = A(r, t) \quad (\text{A.1})$$

avec :

- ρ : la masse volumique
- C_p : la chaleur spécifique
- \vec{j} : le flux thermique
- A : la source de chaleur induite par effet Joule (caractérisée par la densité de courant \vec{i} sur la **Figure A.1**)

Le flux thermique \vec{j} est donné par :

$$\vec{j} = -\lambda \vec{\nabla} T \quad (\text{A.2})$$

avec :

- λ : la conductivité thermique

En combinant les **équations A.1 et A.2**, l'équation de la chaleur devient alors :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - \lambda \Delta T = A \quad (\text{A.3})$$

En régime stationnaire, $\frac{\partial T}{\partial t} = 0$, ce qui revient donc, pour l'équation de la chaleur, à :

$$\Delta T(r) + \frac{A(r)}{\lambda} = 0 \quad (\text{A.4})$$

Soit, en développant le laplacien ΔT , l'**équation A.4** devient :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{A}{\lambda} = 0 \quad (\text{A.5})$$

En remarquant que $\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right)$ l'**équation A.5** peut aussi s'écrire sous la forme :

$$\frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) = -\frac{A}{\lambda} r \quad (\text{A.6})$$

En intégrant l'équation **A.6** une première fois par rapport à r , il vient :

$$\int_0^r \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) dr = -\frac{1}{\lambda} \int_0^r A r dr \quad (\text{A.7})$$

A est la source de chaleur générée par le passage d'un courant alternatif à travers l'échantillon (effet Joule). Lorsqu'un conducteur est traversé par ce type de courant, il est soumis à l'effet de peau, phénomène selon lequel le courant a tendance à circuler principalement en périphérie du conducteur, sur une épaisseur δ . En fonction de cette épaisseur δ (également appelée épaisseur de peau), la densité de courant \vec{i} , et donc la source A , peut être hétérogène le long du rayon. Pour un courant alternatif de fréquence f , l'épaisseur de peau δ est donnée par l'équation **A.8** :

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho_e}{\pi f \mu}} \quad (\text{A.8})$$

avec :

μ : la perméabilité magnétique ($\approx 1,26 \cdot 10^{-6} \text{ H m}^{-1}$ pour l'Inconel 718)

ρ_e : la résistivité électrique ($\approx 1,25 \cdot 10^{-6} \text{ } \Omega \text{ m}$ pour l'Inconel 718)

Dans le cas des essais sur Gleeble 3800, la fréquence du courant alternatif f est de 50 Hz. La profondeur de peau associée à un tel courant est bien plus élevée que le rayon $a = 5 \text{ mm}$ des éprouvettes utilisées. Elle est évaluée à $\delta \approx 80 \text{ mm}$. Il peut donc être conclu que les éprouvettes chauffées sur la Gleeble 3800 ne sont pas soumises à l'effet de peau, et donc, que la densité de courant \vec{i} peut être considérée constante le long du rayon. Par conséquent, la source A peut être considérée comme indépendante de r , et peut donc être sortie de l'intégrale dans le membre droit de l'équation **A.7**, ce qui donne :

$$\int_0^r \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) dr = -\frac{A}{\lambda} \int_0^r r dr \quad (\text{A.9})$$

Ce qui, après intégration, devient :

$$r \frac{\partial T}{\partial r} = -\frac{A}{2\lambda} r^2 \iff \frac{\partial T}{\partial r} = -\frac{A}{2\lambda} r \quad (\text{A.10})$$

L'intégration de l'équation **A.10** par rapport à r et la prise en compte des conditions aux limites de la **Figure A.1** permet d'exprimer $T(r)$ en fonction des paramètres du modèle :

$$T(r) = \frac{A}{4\lambda} (a^2 - r^2) + T_S \quad (\text{A.11})$$

La source A correspond à la puissance électrique dissipée par effet Joule P par unité de volume. Pour un courant alternatif d'intensité efficace I_{eff} , elle s'exprime par :

$$A = \frac{P}{V} = \frac{R I_{eff}^2}{V} = \frac{\rho_e I_{eff}^2}{\pi^2 a^4} \quad (\text{A.12})$$

avec :

V : le volume de l'éprouvette

R : la résistance électrique de l'éprouvette $R = \frac{\rho_e H}{\pi a^2}$

Finalement, le profil de température le long du rayon $T(r)$ s'exprime en fonction des paramètres du modèle, des caractéristiques matériaux, et des caractéristiques du courant électrique appliqué par :

$$T(r) = \frac{\rho_e I_{eff}^2}{4\lambda \pi^2 a^4} (a^2 - r^2) + T_S \quad (\text{A.13})$$

Références bibliographiques

- [1] F. H. S. Froes, “Current and emerging opportunities in titanium’s expanding market,” *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, vol. 59, no. 6, pp. 27–27, 2007.
- [2] 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*, pp. 1–11, TMS, 2001.
- [3] D. Locq and P. Caron, “On some advanced nickel-based superalloys for disk applications,” *AerospaceLab*, no. 3, pp. 1–9, 2011.
- [4] H. Eiselstein, “Metallurgy of a columbium-hardened nickel-chromium-iron alloy,” *American Society for Testing and Materials*, pp. 28–39, 1965.
- [5] S. Mahadevan, S. Nalawade, J. B. Singh, A. Verma, B. Paul, and K. Ramaswamy, “Evolution of δ phase microstructure in alloy 718,” in *Proceedings of the 7th International Symposium Superalloys 718 & Derivatives*, pp. 737–750, TMS, 2010.
- [6] G. Camus, B. Pieraggi, and F. Chevet, “Hot deformation and recrystallization of Inconel 718,” *Formability and Metallurgical Structure*, pp. 305–325, 1986.
- [7] S. Coste, *Détermination des lois d’évolution microstructurale de l’alliage 718 lors du matriçage*. PhD thesis, Institut Nationale Polytechnique de Toulouse, 2003.
- [8] A. Chamanfar, L. Sarrat, M. Jahazi, M. Asadi, A. Weck, and A. K. Koul, “Microstructural characteristics of forged and heat treated Inconel-718 disks,” *Materials and Design*, vol. 52, pp. 791–800, 2013.
- [9] M. Jouiad, E. Marin, R. S. Devarapalli, J. Cormier, F. Ravaux, C. Le Gall, and J.-M. Franchet, “Microstructure and mechanical properties evolutions of alloy 718 during isothermal and thermal cycling over-aging,” *Materials and Design*, vol. 102, pp. 284–296, 2016.
- [10] D. F. Paulonis, J. M. Oblak, and D. S. Duvall, “Precipitation in nickel-base alloy 718,” *Transactions of the ASM*, vol. 62, pp. 611–622, 1969.
- [11] D. Texier, J. Cormier, P. Villechaise, J.-C. Stinville, C. J. Torbet, S. Pierret, and T. M. Pollock, “Crack initiation sensitivity of wrought direct aged alloy 718 in the very high cycle fatigue regime : the role of non-metallic inclusions,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 678, pp. 122–136, 2016.
- [12] D. Texier, A. C. Gómez, S. Pierret, J. M. Franchet, T. M. Pollock, P. Villechaise, and J. Cormier, “Microstructural features controlling the variability in low-cycle fatigue properties of alloy Inconel 718DA at intermediate temperature,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47, no. 3, pp. 1096–1109, 2016.
- [13] M. S. Lewandowski and R. A. Overfelt, “High temperature deformation behavior of solid and semi-solid alloy 718,” *Acta Materialia*, vol. 47, no. 18, pp. 4695–4710, 1999.
- [14] J. De Jaeger, D. Solas, T. Baudin, O. Fandeur, J.-H. Schmitt, and C. Rey, “Inconel 718 single and multipass modelling of hot forging,” in *Superalloys 2012 : 12th international symposium on superalloys*, pp. 663–672, John Wiley & Sons Inc., 2012.
- [15] X. Xie, C. Xu, G. Wang, J. Dong, W.-D. Cao, and R. Kennedy, “TTT diagram of a newly developed nickel-base superalloy–Allvac® 718plus™,” in *6th International Special Emphasis Symposium on Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, pp. 193–202, TMS, 2005.

- [16] C. R. Brooks, *Heat treatment : structure and properties of nonferrous alloys*. American Society for Metals, 1982.
- [17] L. M. Suave, J. Cormier, P. Villechaise, A. Soula, Z. Hervier, D. Bertheau, and J. Laigo, “Microstructural evolutions during thermal aging of alloy 625 : impact of temperature and forming process,” *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 45, no. 7, pp. 2963–2982, 2014.
- [18] A. Niang, B. Viguier, and J. Lacaze, “Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718,” *Materials Characterization*, vol. 61, no. 5, pp. 525–534, 2010.
- [19] A. Niang, *Contribution à l’étude de la précipitation des phases intermétalliques dans l’alliage 718*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2010.
- [20] E. O. Hall, “The deformation and ageing of mild steel : III discussion of results,” *Proceedings of the Physical Society. Section B*, vol. 64, no. 9, p. 747, 1951.
- [21] N. J. Petch, “The cleavage strength of polycrystals,” *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 174, pp. 22–28, 1953.
- [22] H. P. Lieurade, *La pratique des essais de fatigue*. LYC Edition, 1982.
- [23] B. Pieraggi and J. F. Uginet, “Fatigue and creep properties in relation with alloy 718 microstructure,” in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 1–11, TMS, 2001.
- [24] J. C. Williams and E. A. Starke Jr, “Progress in structural materials for aerospace systems,” *Acta Materialia*, vol. 51, no. 19, pp. 5775–5799, 2003.
- [25] Y. C. Fayman, “Microstructural characterization and elemental partitioning in a direct-aged superalloy (DA 718),” *Materials Science and Engineering*, vol. 92, pp. 159–171, 1987.
- [26] J. Y. Guedou, G. Simon, and J. M. Rongvaux, “Development of damage tolerant Inco 718 for high temperature usage,” in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 509–522, TMS, 1994.
- [27] W. Horvath, W. Zechner, J. Tockner, M. Berchthaler, G. Weber, and E. A. Werner, “The effectiveness of direct aging on Inconel 718 forgings produced at high strain rates as obtained on a screw press,” in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 223–228, TMS, 2001.
- [28] B. Oberwinkler, A. Fishersworing-Bunk, M. Hüller, and M. Stockinger, “Integrated process modeling for the mechanical properties optimization of Direct Aged alloy 718 engine disks,” in *Proceedings of 13th International Symposium on Superalloys*, pp. 513–521, 2016.
- [29] F. Theska, A. Stanojevic, B. Oberwinkler, S. P. Ringer, and S. Primig, “On conventional versus direct ageing of alloy 718,” *Acta Materialia*, vol. 156, pp. 116–124, 2018.
- [30] G. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 3rd edition*. Elsevier Ltd, 2017.
- [31] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. J. Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, and A. D. Rollett, “Current issues in recrystallization : a review,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 238, no. 2, pp. 219–274, 1997.
- [32] K. Huang and R. E. Logé, “A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials,” *Materials and Design*, vol. 111, pp. 548–574, 2016.
- [33] 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, pp. 130–207, 2014.
- [34] C. Zener and J. H. Hollomon, “Effect of strain rate upon plastic flow of steel,” *Journal of Applied physics*, vol. 15, no. 1, pp. 22–32, 1944.
- [35] D. Raabe, *Physical Metallurgy, Fifth edition*, ch. Recovery and Recrystallization : Phenomena, Physics, Models, Simulation. Elsevier, 2014.
- [36] A. Manonukul and F. P. E. Dunne, “Initiation of dynamic recrystallization under inhomogeneous stress states in pure copper,” *Acta Materialia*, vol. 47, no. 17, pp. 4339–4354, 1999.
- [37] S. M. Fatemi-Varzaneha, A. Zarei-Hanzakia, and H. Beladi, “Dynamic recrystallization in AZ31 magnesium alloy,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 456, no. 1, pp. 52–57, 2007.

- [38] H. Beladi, P. Cizek, and P. D. Hodgson, “Dynamic recrystallization of austenite in Ni-30 pct Fe model alloy : Microstructure and texture evolution,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 40, no. 5, pp. 1175–1189, 2009.
- [39] Y. Xu, C. Chen, X. Zhang, H. Dai, J. Jia, and Z. Bai, “Dynamic recrystallization kinetics and microstructure evolution of an AZ91D magnesium alloy during hot compression,” *Materials Characterization*, vol. 145, pp. 39–52, 2018.
- [40] M. Azarbarmas, M. Aghaie-Khafri, J. M. Cabrera, and J. Calvo, “Dynamic recrystallization mechanisms and twinning evolution during hot deformation of Inconel 718,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 678, pp. 137–152, 2016.
- [41] Y. Wang, W. Z. Shao, L. Zhen, and X. M. Zhang, “Microstructure evolution during dynamic recrystallization of hot deformed superalloy 718,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 486, no. 1-2, pp. 321–332, 2008.
- [42] H. Zhang, K. Zhang, H. Zhou, Z. Lu, C. Zhao, and X. Yang, “Effect of strain rate on microstructure evolution of a nickel-based superalloy during hot deformation,” *Materials and Design*, vol. 80, pp. 51–62, 2015.
- [43] M. Zouari, N. Bozzolo, and R. E. Logé, “Mean field modelling of dynamic and post-dynamic recrystallization during hot deformation of Inconel 718 in the absence of δ phase particles,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 655, pp. 408–424, 2016.
- [44] 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.
- [45] R. P. Guest and S. Tin, “The dynamic and metadynamic recrystallisation of IN718,” in *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, pp. 373–383, TMS, 2005.
- [46] Y.-S. Na, J.-T. Yeom, N.-K. Park, and J.-Y. Lee, “Simulation of microstructures for alloy 718 blade forging using 3D FEM simulator,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 141, no. 3, pp. 337–342, 2003.
- [47] D.-G. He, Y. C. Lin, M.-S. Chen, and L. Li, “Kinetics equations and microstructural evolution during metadynamic recrystallization in a nickel-based superalloy with δ phase,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 690, pp. 971–978, 2017.
- [48] Y. C. Lin, X.-M. Chen, M.-S. Chen, Y. Zhou, D.-X. Wen, and D.-G. He, “A new method to predict the metadynamic recrystallization behavior in a typical nickel-based superalloy,” *Applied Physics A*, vol. 122, no. 6, p. 601, 2016.
- [49] G. Gottstein and L. S. Shvindlerman, *Grain boundary migration in metals : thermodynamics, kinetics, applications*. CRC press, 2009.
- [50] E. Nes, N. Ryum, and O. Hunderi, “On the zener drag,” *Acta Metallurgica*, vol. 33, no. 1, pp. 11–22, 1985.
- [51] N. Nayan, N. P. Gurao, S. V. S. N. Murty, A. K. Jha, B. Pant, and K. M. George, “Microstructure and micro-texture evolution during large strain deformation of Inconel alloy IN718,” *Materials Characterization*, vol. 110, pp. 236–241, 2015.
- [52] Y. Wang, W. Z. Shao, L. Zhen, L. Yang, and X. M. Zhang, “Flow behavior and microstructures of superalloy 718 during high temperature deformation,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 497, no. 1-2, pp. 479–486, 2008.
- [53] Y. C. Lin, D. G. He, M. S. Chen, X. M. Chen, C. Y. Zhao, X. Ma, and Z. L. Long, “EBSD analysis of evolution of dynamic recrystallization grains and δ phase in a nickel-based superalloy during hot compressive deformation,” *Materials and Design*, vol. 97, pp. 13–24, 2016.
- [54] S. C. Medeiros, Y. V. R. K. Prasad, W. G. Frazier, and R. Srinivasan, “Microstructural modeling of metadynamic recrystallization in hot working of IN718 superalloy,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 293, no. 1-2, pp. 198–207, 2000.
- [55] Y. C. 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, 2015.

- [56] D. Zhao and P. K. Chaudhury, “Effect of starting grain size on as-deformed microstructure in high temperature deformation of alloy 718,” in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 303–313, TMS, 1994.
- [57] N. K. Park, I. S. Kim, Y. S. Na, and J. T. Yeom, “Hot forging of a nickel-base superalloy,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 111, pp. 98–102, 2001.
- [58] L. X. Zhou and T. N. Baker, “Effects of strain rate and temperature on deformation behaviour of IN718 during high temperature deformation,” *Materials Science and Engineering*, vol. 177, no. 1-2, pp. 1–9, 1994.
- [59] D. Jia, W. Sun, D. Xu, L. Yu, X. Xin, W. Zhang, and F. Qi, “Abnormal dynamic recrystallization behavior of a nickel based superalloy during hot deformation,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 787, pp. 196 – 205, 2019.
- [60] M. Azarbarmas, M. Aghaie-Khafri, J. M. Cabrera, and J. Calvo, “Microstructural evolution and constitutive equations of Inconel 718 alloy under quasi-static and quasi-dynamic conditions,” *Materials and Design*, vol. 94, pp. 28–38, 2016.
- [61] C. Gupta, J. S. Jha, B. Jayabalan, R. Gujrati, A. Alankar, and S. Mishra, “Correlating hot deformation parameters with microstructure evolution during thermomechanical processing of Inconel 718 alloy,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 50, no. 10, pp. 4714–4731, 2019.
- [62] X. Wang, C. Huang, B. Zou, H. Liu, H. Zhu, and J. Wang, “Dynamic behavior and a modified Johnson - Cook constitutive model of Inconel 718 at high strain rate and elevated temperature,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 580, pp. 385–390, 2013.
- [63] J. Gubicza, L. Farbaniec, G. Csiszár, T. Sadat, H. Couque, and G. Dirras, “Microstructure and strength of nickel subjected to large plastic deformation at very high strain rate,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 662, pp. 9–15, 2016.
- [64] S. S. S. Kumar, T. Raghu, P. P. Bhattacharjee, G. A. Rao, and U. Borah, “Strain rate dependent microstructural evolution during hot deformation of a hot isostatically processed nickel base superalloy,” *Journal of Alloys and Compounds*, pp. 28–42, 2016.
- [65] H. Jiang, J. Dong, M. Zhang, and Z. Yao, “A study on the effect of strain rate on the dynamic recrystallization mechanism of alloy 617B,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47, no. 10, pp. 5071–5087, 2016.
- [66] N. R. Jaladurgam and A. K. Kanjarla, “Hot deformation characteristics and microstructure evolution of hastelloy C-276,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 712, pp. 240–254, 2018.
- [67] Z. X. Shi, X. F. Yan, C. H. Duan, and M. H. Zao, “Effect of strain rate on hot deformation characteristics of GH690 superalloy,” *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 27, no. 3, pp. 538 – 550, 2017.
- [68] Y. Fang, X. Chen, B. Madigan, H. Cao, and S. Konovalov, “Effects of strain rate on the hot deformation behavior and dynamic recrystallization in china low activation martensitic steel,” *Fusion Engineering and Design*, vol. 103, pp. 21–30, 2016.
- [69] S. Mandal, A. K. Bhaduri, and V. S. Sarma, “Role of twinning on dynamic recrystallization and microstructure during moderate to high strain rate hot deformation of a Ti-modified austenitic stainless steel,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, no. 6, pp. 2056–2068, 2012.
- [70] Y. Cao, H. Di, J. Zhang, J. Zhang, T. Ma, and R. D. K. Misra, “An electron backscattered diffraction study on the dynamic recrystallization behavior of a nickel–chromium alloy (800H) during hot deformation,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 585, pp. 71–85, 2013.
- [71] X. Wang, D. Wang, J. Jin, and J. Li, “Effects of strain rates and twins evolution on dynamic recrystallization mechanisms of austenite stainless steel,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 761, p. 138044, 2019.
- [72] G. He, F. Liu, L. Huang, Z. Huang, and L. Jiang, “Controlling grain size via dynamic recrystallization in an advanced polycrystalline nickel base superalloy,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 701, pp. 909–919, 2017.

- [73] S. L. Dudarev, P. Rez, and M. J. Whelan, “Theory of electron backscattering from crystals,” *Physical Review B*, vol. 51, no. 6, p. 3397, 1995.
- [74] F. Bachmann, R. Hielscher, and H. Schaeben, “Grain detection from 2D and 3D EBSD data—specification of the MTEX algorithm,” *Ultramicroscopy*, vol. 111, no. 12, pp. 1720–1733, 2011.
- [75] C. Moussa, M. Bernacki, R. Besnard, and N. Bozzolo, “Statistical analysis of dislocations and dislocation boundaries from EBSD data,” *Ultramicroscopy*, vol. 179, pp. 63–72, 2017.
- [76] 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 and Engineering : A*, vol. 527, no. 10-11, pp. 2738–2746, 2010.
- [77] A. Seret, C. Moussa, M. Bernacki, R. Signorelli, and N. Bozzolo, “Estimation of geometrically necessary dislocation density from filtered EBSD data by a local linear adaptation of smoothing splines,” *Journal of Applied Crystallography*, 2019.
- [78] R. Lawitzki, S. Hassan, L. Karge, J. Wagner, D. Wang, J. von Kobylinski, C. Kremphaszky, M. Hofmann, R. Gilles, and G. Schmitz, “Differentiation of γ' and γ'' precipitates in Inconel 718 by a complementary study with small-angle neutron scattering and analytical microscopy,” *Acta Materialia*, vol. 163, pp. 28–39, 2019.
- [79] D. C. Joy, D. E. Newbury, and D. L. Davidson, “Electron channeling patterns in the scanning electron microscope,” *Journal of Applied Physics*, vol. 53, no. 8, pp. 81–122, 1982.
- [80] S. Zaefferer and N.-N. Elhami, “Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions,” *Acta Materialia*, vol. 75, pp. 20–50, 2014.
- [81] P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley, and M. J. Whelan, *Heat treatment : structure and properties of nonferrous alloys*. Butterworths, 1966.
- [82] E. M. Schulson, “Electron channelling patterns in scanning electron microscopy,” *Journal of Materials Science*, vol. 12, no. 6, pp. 1071–1087, 1977.
- [83] H. Mansour, *Caractérisation des défauts cristallins au MEB par canalisation d'électrons assistée par diagrammes pseudo-Kikuchi haute résolution : Application à l'acier IF, UO₂ et TiAl*. PhD thesis, Université de Lorraine, 2016.
- [84] M. A. Crimp, B. A. Simkin, and B. C. Ng, “Demonstration of the $g \cdot b_{\text{ux}} = 0$ edge dislocation invisibility criterion for electron channelling contrast imaging,” *Philosophical magazine letters*, vol. 81, no. 12, pp. 833–837, 2001.
- [85] M. A. Crimp, “Scanning electron microscopy imaging of dislocations in bulk materials, using electron channeling contrast,” *Microscopy research and technique*, vol. 69, no. 5, pp. 374–381, 2006.
- [86] H. Mansour, J. Guyon, M. A. Crimp, N. Gey, B. Beausir, and A. N. Maloufi, “Accurate electron channeling contrast analysis of dislocations in fine grained bulk materials,” *Scripta Materialia*, vol. 84, pp. 11–14, 2014.
- [87] A. Nicolaÿ, J.-M. Franchet, J. Cormier, H. Mansour, M. De Graef, A. Seret, and N. Bozzolo, “Discrimination of dynamically and post-dynamically recrystallized grains based on ebsd data : application to Inconel 718,” *Journal of microscopy*, vol. 273, no. 2, pp. 135–147, 2019.
- [88] H. Mansour, J. Goulden, P. Trimby, and A. Bewick, “Symmetry CMOS – New detector technology for EBSD,” *Journées Annuelles SF2M 2017*, 2017.
- [89] Y. H. Chen, S. U. Park, D. Wei, G. Newstadt, M. A. Jackson, J. P. Simmons, M. De Graef, and A. O. Hero, “A dictionary approach to electron backscatter diffraction indexing,” *Microscopy and Microanalysis*, vol. 21, no. 3, pp. 739–752, 2015.
- [90] P. G. Callahan and M. De Graef, “Dynamical electron backscatter diffraction patterns. Part I : Pattern simulations,” *Microscopy and Microanalysis*, vol. 19, no. 5, pp. 1255–1265, 2013.
- [91] S. Singh and M. De Graef, “Orientation sampling for dictionary-based diffraction pattern indexing methods,” *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 24, no. 8, p. 085013, 2016.

- [92] M. Powell, “The BOBYQA algorithm for bound constrained optimization without derivatives,” tech. rep., Department of Applied Mathematics and Theoretical Physics, University of Cambridge, UK, 2009.
- [93] H. Conrad, “Effects of electric current on solid state phase transformations in metals,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 287, no. 2, pp. 227–237, 2000.
- [94] Z. S. Xu, Z. H. Lai, and Y. X. Chen, “Effect of electric current on the recrystallization behavior of cold worked $\alpha - Ti$,” *Scripta Metallurgica*, vol. 22, no. 2, pp. 187 – 190, 1988.
- [95] A. T. Krawczynska, M. Lewandowska, R. Kuziak, and K. J. Kurzydowski, “Recrystallization and grain growth in nano-structured austenitic stainless steel under electric current heating,” *physica status solidi c*, vol. 7, no. 5, pp. 1380–1383, 2010.
- [96] D. Fabregue, B. Mouawad, and C. R. Hutchinson, “Enhanced recovery and recrystallization of metals due to an applied current,” *Scripta Materialia*, vol. 92, pp. 3–6, 2014.
- [97] K. Huang, C. Cayron, and R. E. Logé, “The surprising influence of continuous alternating electric current on recrystallization behaviour of a cold-rolled aluminium alloy,” *Materials Characterization*, vol. 129, pp. 121–126, 2017.
- [98] S. G. R. Brown, J. D. James, and J. A. Spittle, “A 3D numerical model of the temperature - time characteristics of specimens tested on a Gleeble thermomechanical simulator,” *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 5, no. 6, pp. 539–548, 1997.
- [99] S. D. Norris and I. Wilson, “Application of 3D numerical modelling for thermal profile optimization on the Gleeble thermomechanical simulator,” *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 7, no. 3, pp. 297–309, 1999.
- [100] C. Zhang, M. Bellet, M. Bobadilla, H. Shen, and B. Liu, “A coupled Electrical–Thermal–Mechanical modeling of Gleeble tensile tests for Ultra-High-Strength (UHS) steel at a high temperature,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 41, no. 9, pp. 2304–2317, 2010.
- [101] S. L. Semiatin, D. W. Mahaffey, D. J. Tung, W. Zhang, and O. N. Senkov, “A comparison of the plastic-flow response of a powder-metallurgy nickel-base superalloy under nominally-isothermal and transient-heating hot-working conditions,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 48, no. 4, pp. 1864–1879, 2017.
- [102] T. Altan, G. Ngaile, and G. Shen, *Cold and hot forging : fundamentals and applications*, vol. 1. ASM international, 2004.
- [103] R. L. Goetz and S. L. Semiatin, “The adiabatic correction factor for deformation heating during the uniaxial compression test,” *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 10, no. 6, pp. 710–717, 2001.
- [104] M. C. Mataya and V. E. Sackschewsky, “Effect of internal heating during hot compression on the stress-strain behavior of alloy 304L,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 25, no. 12, pp. 2737–2752, 1994.
- [105] J. Zhang, H. Di, X. Wang, Y. Cao, J. Zhang, and T. Ma, “Constitutive analysis of the hot deformation behavior of Fe-23Mn-2Al-0.2C twinning induced plasticity steel in consideration of strain,” *Materials and Design*, vol. 44, pp. 354–364, 2013.
- [106] J. Zhang, H. Di, and X. Wang, “Flow softening of 253 MA austenitic stainless steel during hot compression at higher strain rates,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 650, pp. 483–491, 2016.
- [107] A. I. Fernández, B. López, and J. M. Rodríguez-Ibabe, “Relationship between the austenite recrystallized fraction and the softening measured from the interrupted torsion test technique,” *Scripta Materialia*, vol. 40, no. 5, pp. 543–549, 1999.
- [108] Y. C. Lin, X. Fang, and Y. P. Wang, “Prediction of metadynamic softening in a multi-pass hot deformed low alloy steel using artificial neural network,” *Journal of Materials Science*, vol. 43, no. 16, pp. 5508–5515, 2008.
- [109] Y. C. Lin, M.-S. Chen, and J. Zhong, “Study of metadynamic recrystallization behaviors in a low alloy steel,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, no. 5, pp. 2477–2482, 2009.

- [110] Y. C. Lin, L.-T. Li, and Y.-C. Xia, “A new method to predict the metadynamic recrystallization behavior in 2124 aluminum alloy,” *Computational Materials Science*, vol. 50, no. 7, pp. 2038–2043, 2011.
- [111] S. Gu, C. Zhang, L. Zhang, and W. Shen, “Characteristics of metadynamic recrystallization of Nimonic 80A superalloy,” *Journal of Materials Research*, vol. 30, no. 4, pp. 538–546, 2015.
- [112] U. F. Kocks and H. Mecking, “Physics and phenomenology of strain hardening : the fcc case,” *Progress in Materials Science*, vol. 48, no. 3, pp. 171–273, 2003.
- [113] C. Kienl, A. Casanova, O. M. D. M. Messé, C. Argyrakis, and C. M. F. Rae, “Characterization of the initial stages of dynamic recrystallization in ati 718plus®,” in *Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloy 718 & Derivatives : Energy, Aerospace, and Industrial Applications*, pp. 405–420, Springer International Publishing, 2018.
- [114] 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.
- [115] D. Huber, C. Stotter, C. Sommitsch, S. Mitsche, P. Pöelt, B. Buchmayr, and M. Stockinger, “Microstructure modeling of the dynamic recrystallization kinetics during turbine disc forging of the nickel based superalloy Allvac 718 plus,” in *Proceedings of the 11th International Symposium on Superalloys*, pp. 855–861, TMS, 2008.
- [116] V. Beaubois, J. Huez, S. Coste, O. Brucelle, and J. Lacaze, “Short term precipitation kinetics of delta phase in strain free Inconel* 718 alloy,” *Materials Science and Technology*, vol. 20, no. 8, pp. 1019–1026, 2004.
- [117] D. X. Wen, Y. C. Lin, X. H. Li, and S. K. Singh, “Hot deformation characteristics and dislocation substructure evolution of a nickel-base alloy considering effects of δ phase,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 764, pp. 1008–1020, 2018.
- [118] Y. Wang, L. Zhen, W. Z. Shao, L. Yang, and X. M. Zhang, “Hot working characteristics and dynamic recrystallization of delta-processed superalloy 718,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 474, no. 1, pp. 341–346, 2009.
- [119] Y. C. Lin, H. Min, M.-s. Chen, D.-x. Wen, and C. Jian, “Effects of initial δ phase (Ni_3Nb) on hot tensile deformation behaviors and material constants of Ni-based superalloy,” *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 26, no. 1, pp. 107–117, 2016.
- [120] M. Cheng, H. Y. Zhang, and S. H. Zhang, “Microstructure evolution of delta-processed IN718 during holding period after hot deformation,” *Journal of Materials Science*, vol. 47, no. 1, pp. 251–256, 2012.
- [121] W. C. Liu, F. R. Xiao, M. Yao, Z. L. Chen, Z. Q. Jiang, and S. G. Wang, “The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in Inconel 718 alloy,” *Scripta materialia*, vol. 37, no. 1, pp. 53–57, 1997.
- [122] W. C. Liu, F. R. Xiao, M. Yao, Z. L. Chen, Z. Q. Jiang, and S. G. Wang, “Relationship between the lattice constant of γ phase and the content of δ phase, γ'' and γ' phases in Inconel 718,” *Scripta materialia*, vol. 37, no. 1, pp. 59–64, 1997.
- [123] W. C. Liu, F. R. Xiao, M. Yao, H. Yuan, Z. L. Chen, Z. Q. Jiang, S. G. Wang, and W. H. Li, “Influence of cold rolling on the precipitation kinetics of γ'' and δ phases in Inconel 718 alloy,” *Journal of materials science letters*, vol. 17, no. 3, pp. 245–247, 1998.
- [124] Y. Mei, Y. Liu, C. Liu, C. Li, L. Yu, Q. Guo, and H. Li, “Effects of cold rolling on the precipitation kinetics and the morphology evolution of intermediate phases in Inconel 718 alloy,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 649, pp. 949–960, 2015.
- [125] Y. Wang, W. Z. Shao, L. Zhen, and B. Y. Zhang, “Hot deformation behavior of delta-processed superalloy 718,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 528, no. 7, pp. 3218–3227, 2011.
- [126] D.-G. He, Y. C. Lin, X.-Y. Jiang, L.-X. Yin, L.-H. Wang, and Q. Wu, “Dissolution mechanisms and kinetics of δ phase in an aged Ni-based superalloy in hot deformation process,” *Materials and Design*, vol. 156, pp. 262–271, 2018.

- [127] M.-A. Charpagne, *Evolutions de microstructure au cours du forgeage de l'alliage René 65*. PhD thesis, Ecole Nationale des Mines de Paris, 2016.
- [128] D. Prokoshkina, V. A. Esin, G. Wilde, and S. V. Divinski, "Grain boundary width, energy and self-diffusion in nickel : effect of material purity," *Acta Materialia*, vol. 61, no. 14, pp. 5188–5197, 2013.
- [129] Q. Xu, G. Tang, and Y. Jiang, "Thermal and electromigration effects of electropulsing on dynamic recrystallization in Mg–3Al–1Zn alloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 528, no. 13-14, pp. 4431–4436, 2011.
- [130] W. Bao, X. Chu, S. Lin, and J. Gao, "Electro-plastic effect on tensile deformation behaviour and microstructural mechanism of AZ31B alloy," *Materials Science and Technology*, vol. 33, no. 7, pp. 836–845, 2017.
- [131] E. I. Poliak, S. W. Lee, D. H. Seo, and W. Y. Choo, "Effect of electric current heating on hot deformation resistance and microstructure of steels," *Metals and Materials*, vol. 5, no. 6, pp. 563–570, 1999.
- [132] T. J. Koppenaal and C. R. Simcoe, "Effect of electric current on aging of an Al-4 pct Cu alloy," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 227, no. 3, p. 615, 1963.
- [133] M. C. Shine and S. R. Herd, "Effect of direct current on precipitation in quenched Al+ 4% Cu thin films," *Applied Physics Letters*, vol. 20, no. 6, pp. 217–219, 1972.
- [134] Y. Onodera and K.-I. Hirano, "The effect of direct electric current on precipitation in a bulk Al-4wt% Cu alloy," *Journal of Materials Science*, vol. 11, no. 5, pp. 809–816, 1976.
- [135] Y. Onodera, J. I. Maruyama, and K. I. Hirano, "Retardation of the precipitation reaction by dc stress in an Al-12.5wt% Zn alloy," *Journal of Materials Science*, vol. 12, no. 6, pp. 1109–1114, 1977.
- [136] Y. Onodera and K. Hirano, "The effect of ac frequency on precipitation in Al-5.6at% Zn," *Journal of materials science*, vol. 19, no. 12, pp. 3935–3939, 1984.
- [137] S. L. Semiatin, D. W. Mahaffey, N. C. Levkulich, and O. N. Senkov, "The radial temperature gradient in the gleeble® hot-torsion test and its effect on the interpretation of plastic-flow behavior," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 48, no. 11, pp. 5357–5367, 2017.
- [138] R. C. Reed, *The superalloys : fundamentals and applications*. Cambridge university press, 2008.
- [139] F. Saint-Antonin, "Essais de fluage," *Techniques de l'ingénieur*, 1995.
- [140] F. H. Norton, *The creep of Steel at high temperature*. McGraw-Hill Book Company, Incorporated, 1929.
- [141] F. R. Larson and J. Miller, "Time-temperature relationship for rupture and creep stresses," *Transactions of ASME*, vol. 74, pp. 765–771, 1952.
- [142] F. C. Monkman and F. J. Grant, "An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests," in *ASTM 1956*, vol. 56, pp. 593–620, 1956.
- [143] E. Tsitsiris and J.-M. Gatt, "Modélisation du fluage par diffusion dans une céramique poreuse," in *20^{ème} Congrès français de mécanique*, 2011.
- [144] S. M. Copley, B. H. Kear, and G. M. Rowe, "The temperature and orientation dependence of yielding in Mar-M200 single crystals," *Materials Science and Engineering*, vol. 10, pp. 87–92, 1972.
- [145] F. Nabarro and F. de Villiers, *Physics of creep and creep-resistant alloys*. Taylor & Francis, London, 1995.
- [146] Y. Han and M. C. Chaturvedi, "Steady state creep deformation of superalloy Inconel 718," *Materials Science and Engineering*, vol. 89, pp. 25–33, 1987.
- [147] R. Molins, E. Andrieu, and A. Pineau, "Overaging, deformation and rupture micromechanisms of alloy 718 in relation to notch creep rupture strength," in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 589–602, TMS, 1991.

- [148] A. Devaux, *Etude de l'influence des traitements thermomécaniques et thermiques sur la microstructure et la tenue en fluage de l'alliage 718*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007.
- [149] A. Soula, *Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à haute température d'un superalliage à base nickel polycristallin*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2010.
- [150] L. Thébaud, *Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aéronautique, 2017.
- [151] Y. Desvallées, M. Bouzidi, F. Bois, and N. Beaupe, "Delta phase in Inconel 718 : mechanical properties and forging process requirements," in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 281–291, TMS, 1994.
- [152] S. Li, J. Zhuang, J. Yang, Q. Deng, and J. Du, "The effect of δ -phase on crack propagation under creep and fatigue conditions in alloy 718," in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 545–555, TMS, 1994.
- [153] T. Takahashi, T. Ishiguro, K. Orita, J. Taira, T. Shibata, and S. Nakata, "Effects of grain boundary precipitation on creep rupture properties of alloys 706 and 718 turbine disk forgings," in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 557–565, TMS, 1997.
- [154] L. C. M. Valle, L. S. Araújo, S. B. Gabriel, J. Dille, and L. H. de Almeida, "The effect of δ phase on the mechanical properties of an Inconel 718 superalloy," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 22, no. 5, pp. 1512–1518, 2013.
- [155] M. Anderson, A.-L. Thielin, F. Bridier, P. Bocher, and J. Savoie, " δ phase precipitation in Inconel 718 and associated mechanical properties," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 679, pp. 48–55, 2017.
- [156] H. Zhang, C. Li, Q. Guo, Z. Ma, Y. Huang, H. Li, and Y. Liu, "Hot tensile behavior of cold-rolled Inconel 718 alloy at 650°C : The role of δ phase," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 722, pp. 136–146, 2018.
- [157] W. Chen and M. C. Chaturvedi, "The effect of grain boundary precipitates on the creep behavior of Inconel 718," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 183, no. 1-2, pp. 81–89, 1994.
- [158] W. Chen and M. C. Chaturvedi, "Dependence of creep fracture of Inconel 718 on grain boundary precipitates," *Acta Materialia*, vol. 45, no. 7, pp. 2735–2746, 1997.
- [159] G. E. Dieter and D. J. Bacon, *Mechanical metallurgy*, vol. 3. McGraw-hill New York, 1986.
- [160] Q. Wang, Z. Li, S. Pang, X. Li, C. Dong, and P. Liaw, "Coherent precipitation and strengthening in compositionally complex alloys : A review," *Entropy*, vol. 20, no. 11, pp. 878–900, 2018.
- [161] W. Huther and B. Reppich, "Interaction of dislocations with coherent, stress-free ordered particles," *Zeitschrift Fur Metallkunde*, vol. 69, no. 10, pp. 628–634, 1978.
- [162] D. W. Worthem, I. M. Robertson, F. A. Leckie, D. F. Socie, and C. J. Altstetter, "Inhomogeneous deformation in Inconel 718 during monotonic and cyclic loadings," *Metallurgical Transactions A*, vol. 21, no. 12, pp. 3215–3220, 1990.
- [163] S. Kalluri, K. B. S. Rao, G. R. Halford, and M. A. McGaw, "Deformation and damage mechanisms in Inconel 718 superalloy," in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 593–606, TMS, 1994.
- [164] J. M. Oblak, D. F. Paulonis, and D. S. Duvall, "Coherency strengthening in Ni base alloys hardened by DO₂₂ γ'' precipitates," *Metallurgical Transactions*, vol. 5, no. 1, pp. 143–153, 1974.
- [165] Y. Han, P. Deb, and M. C. Chaturvedi, "Coarsening behaviour of γ'' and γ' particles in Inconel alloy 718," *Metal Science*, vol. 16, no. 12, pp. 555–562, 1982.
- [166] M. C. Chaturvedi and Y. Han, "Strengthening mechanisms in Inconel 718 superalloy," *Metal Science*, vol. 17, no. 3, pp. 145–149, 1983.

- [167] J. M. Oblak, D. S. Duvall, and D. F. Paulonis, “An estimate of the strengthening arising from coherent, tetragonally-distorted particles,” *Materials Science and Engineering*, vol. 13, no. 1, pp. 51–56, 1974.
- [168] C. Slama, C. Servant, and G. Cizeron, “Aging of the Inconel 718 alloy between 500 and 750°C,” *Journal of materials research*, vol. 12, no. 9, pp. 2298–2316, 1997.
- [169] M. Perrais, *Rôle de la taille de grains et de la précipitation sur le durabilité en fatigue de l’Inconel 718*. PhD thesis, 2018.
- [170] M. C. Chaturvedi and Y. Han, “Effect of particle size on the creep rate of superalloy Inconel 718,” *Materials Science and Engineering*, vol. 89, pp. L7–L10, 1987.
- [171] J. W. Brooks and P. J. Bridges, “Metallurgical stability of Inconel alloy 718,” in *Proceedings of 6th International Symposium on Superalloys*, pp. 33–42, 1988.
- [172] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, and S. Banerjee, “Deformation behaviour of γ'' strengthened Inconel 718,” *Acta Metallurgica*, vol. 36, no. 4, pp. 847–864, 1988.
- [173] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, and S. Banerjee, “Precipitation of the δ -Ni₃Nb phase in two nickel base superalloys,” *Metallurgical Transactions A*, vol. 19, no. 3, pp. 453–465, 1988.
- [174] J. F. Radavich and G. E. Korth, “High temperature degradation of alloy 718 after longtime exposures,” in *Proceedings of 7th International Symposium on Superalloys*, pp. 497–506, 1992.
- [175] J. Dong, X. Xie, Z. Xu, S. Zhang, M. Chen, and J. P. Radavich, “TEM study on microstructure behavior of alloy 718 after long time exposure at high temperatures,” in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 649–658, TMS, 1994.
- [176] D. Srinivasan, “Effect of long-time exposure on the evolution of minor phases in alloy 718,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 364, no. 1-2, pp. 27–34, 2004.
- [177] L. M. Suave, J. Cormier, D. Bertheau, P. Villechaise, A. Soula, Z. Hervier, and F. Hamon, “High temperature low cycle fatigue properties of alloy 625,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 650, pp. 161–170, 2016.
- [178] C. Slama and M. Abdellaoui, “Structural characterization of the aged Inconel 718,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 306, no. 1-2, pp. 277–284, 2000.
- [179] S. Azadian, L.-Y. Wei, and R. Warren, “Delta phase precipitation in Inconel 718,” *Materials characterization*, vol. 53, no. 1, pp. 7–16, 2004.
- [180] L. Rongbin, H. Xianchang, Y. Mei, and L. Wenchang, “Effects of cold rolling on precipitates in Inconel 718 alloy,” *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 11, no. 5, pp. 504–508, 2002.
- [181] C. Dollins, “Nucleation on dislocations,” *Acta Metallurgica*, vol. 18, no. 11, pp. 1209–1215, 1970.
- [182] M. Sundararaman, R. Kishore, and P. Mukhopadhyay, “Some aspects of the heterogeneous precipitation of the metastable γ'' phase in alloy 625,” in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 407–417, TMS, 1994.
- [183] H. C. Pai and M. Sundararaman, “A comparison of the precipitation kinetics of γ'' particles in virgin and re-solutioned alloy 625,” in *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 487–495, TMS, 2005.
- [184] A. Seret, *Influence de la mise en forme sur les cinétiques de précipitation durcissante dans les superalliages base nickel Inconel 625 et AD730*. PhD thesis, Ecole Nationale des Mines de Paris, 2019.
- [185] M. Clavel, D. Fournier, and A. Pineau, “Plastic zone sizes in fatigued specimens of Inco 718,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 6, no. 12, pp. 2305–2307, 1975.
- [186] D. Fournier and A. Pineau, “Low cycle fatigue behavior of Inconel 718 at 298K and 823K,” *Metallurgical Transactions A*, vol. 8, no. 7, pp. 1095–1105, 1977.

RÉSUMÉ

En raison de leurs bonnes propriétés à haute température, les superalliages base nickel polycristallins sont largement employés pour la fabrication des disques de turbine des moteurs d'avion. Parmi eux, l'Inconel 718 est actuellement le plus employé pour les disques des moteurs civils. De telles pièces sont obtenues par forgeage à chaud. Les évolutions microstructurales se produisant au cours de ce procédé sont très sensibles aux conditions de forgeage (température, vitesse et niveau de déformation). Puisque microstructure et propriétés mécaniques sont directement liées, il est de la plus grande importance d'établir l'influence des conditions de forgeage sur les évolutions de microstructure. Cela permet de pouvoir maîtriser la microstructure finale des pièces, et donc, leurs propriétés mécaniques. Ces travaux s'intéressent au forgeage en presse à vis de l'Inconel 718, procédé qui est caractérisé par des vitesses de déformation relativement élevées (1s^{-1} à 100s^{-1}). Ils visent notamment à étudier ce mode de forgeage au regard de celui plus conventionnel réalisé à des vitesses relativement plus faibles ($0,001\text{s}^{-1}$ à $0,1\text{s}^{-1}$), pour lequel les mécanismes et les cinétiques des évolutions microstructurales sont relativement bien connues, et les propriétés mécaniques contrôlées. L'objectif de ces travaux de thèse est d'établir les liens qui existent entre le mode de forgeage (i.e. la vitesse de déformation), les microstructures résultantes, et les propriétés mécaniques qu'elles impliquent. Des essais de compression à chaud simulant les opérations de forgeage ont été mis en œuvre. La caractérisation fine des microstructures produites lors de ces essais a permis d'établir l'influence de la vitesse de déformation sur les évolutions de microstructure. En particulier, des cinétiques de recristallisation différentes de celles rapportées dans la littérature sont obtenues. Les propriétés en traction et en fluage ont été évaluées sur des éprouvettes prélevées dans des pièces industrielles forgées. L'analyse fine des microstructures dans les têtes a permis d'établir les relations entre les caractéristiques microstructurales et les propriétés mécaniques, puis, de faire le lien avec le mode de forgeage.

MOTS CLÉS

Superalliages base nickel, forgeage, recristallisation, propriétés mécaniques.

ABSTRACT

Due to their desirable properties at high temperature, polycrystalline nickel-based superalloys are widely used for aircraft engine turbine disk manufacturing. Among the nickel-based superalloys family, Inconel 718 is currently the most popular for civil aircraft engine disks. Such parts are obtained by a hot forging process. Microstructural evolutions occurring during this process are very sensitive to forging conditions (temperature, strain rate and strain level). Given that the microstructure and subsequent mechanical properties are strongly coupled, it is of utmost importance to establish the influence of forging conditions on microstructural evolutions. This relationship, once provided, makes it possible to control the final microstructure of industrial parts, and so their mechanical properties. This work deals with the screw press forging of Inconel 718, a process characterized by relatively high strain rates (1s^{-1} to 100s^{-1}). In particular, this project aims at studying this kind of forging process compared to conventional forging performed at relatively lower strain rates (0.001s^{-1} to 0.1s^{-1}). Microstructural evolution mechanisms and kinetics are relatively well known for these conventional methods, and so, the mechanical properties of forged components are controlled. The purpose of this current PhD thesis is to investigate the links that exist between the forging mode (i.e. the strain rate), the resulting microstructures, and, the mechanical properties they generate. Hot compression tests simulating forging operations have been performed. Accurate characterizations of microstructures produced during these compression tests have allowed the finding of the strain rate's influence on microstructural evolutions. In particular, recrystallization kinetics differing from those reported in the literature have been elucidated. Tensile and creep properties were also evaluated on specimens taken from industrial forged parts. Accurate microstructural characterizations performed in these samples have led to discovering relationships between microstructural features and mechanical properties, and subsequently, have clarified connections to the forging mode.

KEYWORDS

Nickel-based superalloys, forging, recrystallization, mechanical properties.