



HAL
open science

Évolutions des précipités de phase γ' au cours des opérations de forgeage de l'alliage René 65

Ilusca Soares Janeiro

► **To cite this version:**

Ilusca Soares Janeiro. Évolutions des précipités de phase γ' au cours des opérations de forgeage de l'alliage René 65. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2023. Français. NNT : 2023UPSLM061 . tel-04546810

HAL Id: tel-04546810

<https://pastel.hal.science/tel-04546810>

Submitted on 15 Apr 2024

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 Paris-PSL

Évolutions des précipités de phase γ' au cours des opérations de forgeage de l'alliage René 65

Soutenue par

Ilusca SOARES JANEIRO

Le 30 Juin 2023

Ecole doctorale n° 364

**Sciences Fondamentales et
Appliquées - SFA**

Spécialité

**Mécanique Numérique et
Matériaux**

Composition du jury :

Franck TANCRET *Président*
Professeur, Nantes Université

Florence PETTINARI STURMEL *Rapporteur*
Professeure, Université de Toulouse – CEMES

Denis DELAGNES *Rapporteur*
Maître-Assistant HDR, Ecole des Mines
D'Albi

Madeleine BIGNON *Examineur*
Chargée d'Enseignement et de Recherche,
Ecole des Mines de Paris - CEMEF

Jonathan CORMIER *Co-directeur de thèse*
Maître de Conférences HDR, ISAE ENSMA
- Institut Pprime

Nathalie BOZZOLO *Co-directrice de thèse*
Professeure, Ecole des Mines de Paris
- CEMEF

Table des matières

1. Introduction	10
1.1 Contexte Industriel	10
1.2 Motivations applicatives et scientifiques	11
1.3 Objectifs de la thèse et plan du manuscrit.....	14
2. État de l'art : caractéristiques et évolutions de la phase γ'	16
2.1 Désignation classique des précipités de phase γ'	16
2.2 Évolutions de la phase γ' en conditions statiques	17
2.2.1 Précipitation	17
2.2.1.1 <i>Cinétique de précipitation γ'</i>	19
2.2.1.2 <i>Cinétique de précipitation dans les superalliages base Ni</i>	21
2.2.1.3 <i>Influence de la vitesse de refroidissement sur la taille et la morphologie des précipités γ'</i>	23
2.2.1.4 <i>Évolutions de morphologie en conditions isothermes</i>	28
2.2.1.5 <i>Précipitation Inverse</i>	30
2.2.2 Dissolution	33
2.2.2.1 <i>Modélisation de la cinétique de dissolution γ' en conditions isothermes</i>	37
2.2.2.2 <i>Modélisation de la cinétique de dissolution de la phase γ' en conditions non-isothermes</i>	39
2.2.2.3 <i>Dissolution de précipités γ' accélérée par la présence de dislocations</i>	40
2.2.3 Évolutions des précipités après vieillissement de longue durée.....	41
2.2.3.1 <i>Modélisation de la cinétique de mûrissement de la phase γ'</i>	46
2.2.4 Interactions entre les précipités γ' et une interface mobile	48
2.2.4.1 <i>L'ancrage de Smith-Zener</i>	49
2.2.4.2 <i>Changement de la cohérence et de la morphologie des précipités γ'</i>	52
2.2.4.3 <i>Dissolution et re-précipitation de la phase γ' après le passage d'un front de recristallisation</i>	53
2.3 Évolutions dynamiques de la phase γ'	56
2.3.1 Transformation de phase en dynamique - DPT	56
2.3.2 Mise en radeaux de la phase γ'	60
2.4 Conclusion.....	64
3. Méthodologie expérimentale et caractérisation microstructurale.....	65
3.1 L'alliage René 65	65
3.2 Essais de mise en solution en conditions isothermes	66
3.3 Essais Thermomécaniques	67

3.3.1	Compression isotherme et simulations FORGE®.....	67
3.3.2	Traction et fluage isothermes	70
3.4	Caractérisation par microscope électronique à balayage (MEB)	75
3.4.1	Préparation métallographique et conditions d'imagerie.....	75
3.4.2	Quantification de la phase γ'	78
3.4.3	Cartographies EBSD	82
4.	Évolutions des précipités γ' au cours du chauffage.....	88
4.1	Cinétiques de dissolution des précipités γ' primaires	88
4.1.1	Plan d'expériences et données collectées.....	88
4.1.2	Évolution de la fraction de phase γ' en fonction de la température.....	90
4.2	Influence de la vitesse de chauffage sur l'état de précipitation avant déformation.....	102
4.3	Conclusions et perspectives	113
5	Évolution des précipités γ' en régime dynamique et post-dynamique	115
5.1	Plan d'expériences	115
5.2	Essais de compression, de traction et de fluage à chaud	120
5.3	Les précipités γ' observés après déformation à chaud.....	121
5.3.1	Mise en évidence de la précipitation dynamique de phase γ'	121
5.3.2	Influence des conditions de déformation (T, ϵ , $\dot{\epsilon}$) sur la précipitation dynamique ..	127
5.3.3	Précipitation dynamique et recristallisation dynamique.....	132
5.4	Évolutions post-dynamiques des différentes populations de précipités γ'	136
5.5	Force motrice et mécanismes de la précipitation dynamique.....	141
5.5.1	Discussion sur l'effet de la contrainte et de la déformation sur la précipitation dynamique	141
5.5.2	Force motrice pour la précipitation dynamique de la phase γ'	144
5.5.3	Évolution post-dynamique des précipités γ' formés dynamiquement	146
5.5.4	Influence de la topologie initiale sur la précipitation dynamique de la phase γ' et rôle des dislocations	150
5.6	Précipitation dynamique dans l'alliage AD730™ et dans une version monogranulaire de l'alliage René 65	151
5.6.1	Précipitation dynamique dans l'alliage AD730™.....	151
5.6.2	Précipitation dynamique dans l'alliage René 65 monogranulaire.....	156
5.7	Résultats préliminaires : l'influence des précipités γ' dynamiques sur la contrainte d'écoulement	159
5.7.1	Comparaison des courbes contrainte-déformation pour l'alliage AD730™ et les alliages René 65 monocristallin et polycristallin	159
5.7.2	Influence de l'état de précipitation γ' dans l'alliage René 65 polycristallin.....	160
5.8	Conclusions et perspectives.....	165

6	Évolution des précipités γ' au cours de la mise en solution	168
6.1	Précipités γ' qui contrôlent la taille de grains durant le traitement de mise en solution (MES).....	168
6.1.1	Plan d'expériences.....	168
6.1.2	Microstructures après mise en solution	169
6.1.3	Recherche de l'origine des précipités γ' primaires de petite taille	178
6.1.4	Discussion : origine des précipités γ' primaires de petite taille	186
6.2	Conclusions et perspectives.....	192
7.	Conclusions générales et perspectives	194
	Conclusions	194
	Perspectives.....	199

« Plus votre vie se confondra avec votre rêve et votre plan, plus les contraintes elles-mêmes seront devenues une raison d'être, plus vos progrès seront spectaculaires et plus vous irez loin. »

François Ducasse, livre *Champion dans la tête*

Remerciements

Trois années de travail acharné et de dévouement m'ont permis d'arriver jusqu'ici, mais cette réalisation n'aurait pas été possible sans le réseau de contribution et de soutien que j'ai le plaisir de remercier dans cette section.

Je tiens à remercier infiniment mes encadrants académiques, Nathalie BOZZOLO et Jonathan CORMIER, ainsi que mon encadrant industriel Jean-Michel FRANCHET. Merci beaucoup pour tout le temps investi, pour toutes les conversations, la patience, les conseils, le dévouement et la confiance en moi et en mon travail. Aujourd'hui je regarde en arrière et je réalise à quel point j'ai évolué depuis octobre 2019, et cette énorme évolution, tant personnelle que professionnelle, n'aurait pas été possible sans vous.

Je tiens également à remercier les laboratoires de recherche dont j'ai eu le plaisir de travailler tout au long de ces trois années de thèse, en particulier le CEMEF (Mines ParisTech), qui m'a accueillie et mis à ma disposition les meilleurs professionnels et équipements, qui m'a aidée dans les démarches administratives et m'a offert d'excellentes conditions de travail. Mes remerciements se portent également sur deux autres laboratoires, l'Institut P' (ISAE-ENSMA) et le CRHEA (Université Côte d'Azur) où l'accueil et le soutien ont été indiscutables. Je tiens aussi à manifester ma plus sincère et chaleureuse reconnaissance aux professionnels qui ont contribué à ce grand travail expérimental, Gilbert FIORUCCI, Cyrille COLLIN, Suzanne JACOMET, Alexis NICOLAY, ainsi que Philippe VENNEGUES. Bien au-delà des essais/manipulations réalisés, vous m'avez appris la rigueur scientifique, à réaliser un travail impeccable et à donner le meilleur de nous-même. Je promets que les leçons apprises me serviront toute ma vie.

Je tiens à remercier la grande opportunité de pouvoir participer à une chaire industrielle, où j'ai eu le plaisir de partager mon travail devant de grands chercheurs académiques et industriels, ainsi que l'ambiance très conviviale avec mes collègues doctorants dedans et dehors les réunions. Je suis fière d'avoir fait partie de la chaire TOPAZE. Dans ce contexte, je voulais remercier en spécial à Patrick VILLECHAISE, Christian DUMONT, Jérôme BLAIZOT, Daniel GALY, Anne-Laure ROUFFIE, Chi Toan NGUYEN et Julien DE JAEGER pour les précieux échanges lors des réunions qui ont beaucoup apporté à l'évolution de ce travail. Une mention spéciale à Jean-Hubert SCHMITT et Olivier HUBERT que j'ai eu la chance d'avoir comme encadrants de stage,

c'était ma première expérience dans la recherche scientifique et c'est grâce à nos échanges et leur passion pour la recherche que m'ont aidé à prendre la décision faire une thèse en France, merci pour cela.

Je suis très reconnaissant aux professeurs Florence PETTINARI STURMEL et Denis DELAGNES d'avoir accepté l'invitation d'être mes rapporteurs de thèse, d'avoir consacré une partie de leur temps à lire, comprendre et proposer des suggestions d'amélioration à ce travail. Je tiens également à remercier aux autres membres du jury Madeleine BIGNON, Franck TRANCRET, et Julien DE JAEGER, pour leur participation à ce moment très important dans mon parcours professionnel ainsi que les précieuses contributions scientifiques apportées à mon sujet de thèse lors de la soutenance.

Je remercie également mes collègues doctorants et post-doctorats du CEMEF d'avoir vécu une partie de cette grande aventure avec moi, à Matheus, Ghaniyya, Meghana, Franco, Karen, Brayon, Juhi, Malik, Anthony, Romeo, Marion, Victor, Elie, Baptiste, Cait et mon cher ami et collègue de bureau Federico. Merci pour les fous rires, pour les messages de motivation dans les moments les plus difficiles, pour le soutien et pour l'échange d'expériences. Je n'aurais pas pu aller aussi loin sans vous. Dans ce même esprit, je remercie mes collègues de l'institut P' : Fabio, Julien, Guillaume, Mélanie, Emmanuel et Adèle pour les rires et les moments très chaleureux lors des réunions TOPAZE.

Ma plus sincère gratitude à ma famille au Brésil pour le soutien apporté pendant toutes ces années de thèse, en particulier à ma mère, une femme battante qui a fait de son mieux pour m'éduquer, malgré toutes les difficultés, et m'a appris à ne jamais renoncer à ses rêves et à aider tous ceux qui en ont besoin en cours de route. Je remercie aussi à mon père qui malheureusement nous a quittés tôt, mais qui serait, j'en suis sûre, très fier de sa fille. Je remercie mes grands-parents, qui ont cru en moi et m'ont soutenu pour aller étudier en France comme personne d'autre a fait. Enfin, j'adresse mon plus profond remerciement à celui qui me tient le plus à cœur, à mon mari Reynan. Il m'a soutenue dès le début, lorsque faire un doctorat en France n'était qu'une possibilité. Il a cru en moi et a décidé de quitter sa vie au Brésil pour construire une nouvelle vie avec moi en France. Il m'a toujours écoutée et m'a soutenue, mon partenaire, mon meilleur ami, celui qui me tient la main et m'aide à me relever à chaque fois. Merci pour tout, mon chéri.

Liste des acronymes

γ : Matrice

γ' : Précipités

CFC : Cubique à Faces Centrées

γ'_{I} , γ'_{II} et γ'_{III} : Précipités γ' primaires, secondaires et tertiaires

ε : Déformation

$\dot{\varepsilon}$: Vitesse de déformation

σ : Contrainte

\dot{T} : Vitesse de refroidissement / chauffage

$f_{\gamma'}$: Fraction surfacique de phase γ'

\bar{d} : Diamètre du cercle équivalent définissant la taille des précipités

\bar{D} : Diamètre du cercle équivalent définissant la taille des grains

FEG : Field Emission Gun

MEB : Microscope Electronique à Balayage

SE : Secondary Electrons

SE-In Lens : détecteur SE situé dans la colonne

BSE : Back-Scattered Electrons

EDS : Energy Dispersive Spectroscopy

\overrightarrow{DS} : Direction de Sollicitation thermomécanique

\overrightarrow{DR} : Direction Radiale

KAM : Kernel Average Misorientation

GAM : Grain Average Misorientation

REX : recristallisé(s)

MET : Microscope Electronique en Transmission

ρ : Densité de dislocations

SX : Single Crystal

Chapitre 1

1. Introduction

1.1 Contexte Industriel

Les moteurs d'avion sont des produits de haute performance où certaines pièces peuvent être soumises à des températures de gaz qui peuvent aller jusqu'à 1700 °C (**Figure 1-1**). Les alliages employés pour la fabrication des moteurs doivent, par conséquent, être capables de résister à des températures assez élevées. Les superalliages (base Ni et Co) sont utilisés dans les parties le plus chaudes des turboréacteurs. De plus, l'industrie aéronautique cherche toujours à réduire la consommation de carburant des moteurs ainsi que leurs émissions de gaz à effet de serre, pour des raisons environnementales bien connues. Pour atteindre ces exigences, il faut chercher des alliages de plus en plus résistants, et il faut augmenter la température en sortie de chambre de combustion des moteurs. Dans ce contexte, le superalliage à base de Ni appelé René 65, développé par General Electric et ATI Allvac [1], a été choisi pour remplacer l'alliage Inconel 718 pour la fabrication des disques de turbine basse pression (carré en rouge sur la **Figure 1-1**) des turboréacteurs de nouvelle génération (LEAP). Un gain de 50 °C de la température de service a été recherché entre les moteurs CFM56 (disques en Inconel 718) et LEAP (disques en René 65), associés à une réduction en 15% de consommation spécifique.

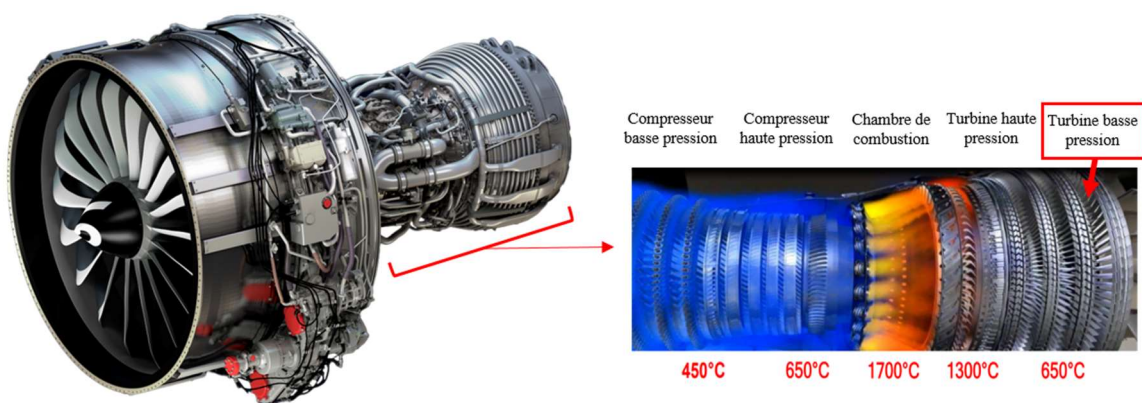


Figure 1-1 : Turboréacteur LEAP-1A ainsi qu'une illustration des parties le plus chaudes et les plus sollicitées dans un moteur d'avion civil. Les différents modules du moteur sont indiqués par des flèches rouges ainsi que les températures de flux d'air (en ordre de grandeur) correspondantes. Images fournies par Safran.

L'alliage René 65, objet de cette étude, est un superalliage de microstructure γ - γ' . La microstructure γ - γ' est constituée d'une matrice γ (solution solide de nickel), avec une structure cristalline cubique à face centrée (CFC) et de précipités γ' qui sont des particules de seconde phase de formule $Ni_3(Ti, Al)$ et de structure ordonnée $L1_2$ [2]. Ces particules de seconde phase se présentent selon différentes tailles, morphologies, orientations avec la matrice et positions dans la microstructure.

1.2 Motivations applicatives et scientifiques

Différences métallurgiques entre les alliages Inconel 718 et René 65 et l'impact sur la mise en forme

L'alliage Inconel 718 est composé également d'une matrice γ à base de Ni, de structure cristalline cubique à face centrée (CFC), et des précipités qui assurent le durcissant de l'alliage. En plus des éléments Ti et Al pour former la phase $\gamma' Ni_3(Ti, Al)$, l'addition de Nb permet la formation d'une phase métastable des précipités appelés γ'' de formule Ni_3Nb . Les particules de seconde phase γ'' et γ' sont donc les garants du durcissement et de la tenue mécanique de l'alliage Inconel 718. La phase δ (formule Ni_3Nb) correspond à la version stable (après longs temps de vieillissement) de la phase γ'' .

La mise en forme des disques est réalisée par forgeage à chaud, procédé qui comporte plusieurs étapes de chauffage - déformation à chaud, à des températures de l'ordre de 1000 °C - refroidissement. Des différences métallurgiques assez importantes sont observées entre les microstructures des alliages René 65 et Inconel 718, surtout en ce qui concerne la cinétique d'évolution des précipités, qui ont des conséquences directes sur la forgeabilité des disques. Selon la **Figure 1-2a**, au moins une vingtaine de minutes sont nécessaires pour initier la germination de la phase δ , responsable du contrôle de la taille de grains, aux alentours de 950 °C dans l'alliage Inconel 718. La diffusion lente de Nb est la principale raison de la cinétique de germination lente des phases δ [3-5] et γ'' [6].

Dans le cas des alliages γ - γ' , la cinétique d'évolution de la phase γ' est au contraire très rapide, tellement rapide que la phase γ' précipite même pendant une trempe à l'eau comme illustré dans la **Figure 1-2b**. De plus, il a été montré par Vernier [7] que les germes formés lors de la trempe ont tendance à grossir lorsque le matériau est réchauffé,

selon la vitesse de chauffage appliquée. La complexité microstructurale de ces alliages ainsi que des cinétiques d'évolution très rapides rendent évidemment la mise en forme des disques beaucoup plus difficile. Comprendre l'évolution de la phase γ' au cours du forgeage permettra, d'un point de vue industriel, de mieux contrôler et puis d'améliorer les étapes de déformation dans la gamme de fabrication.

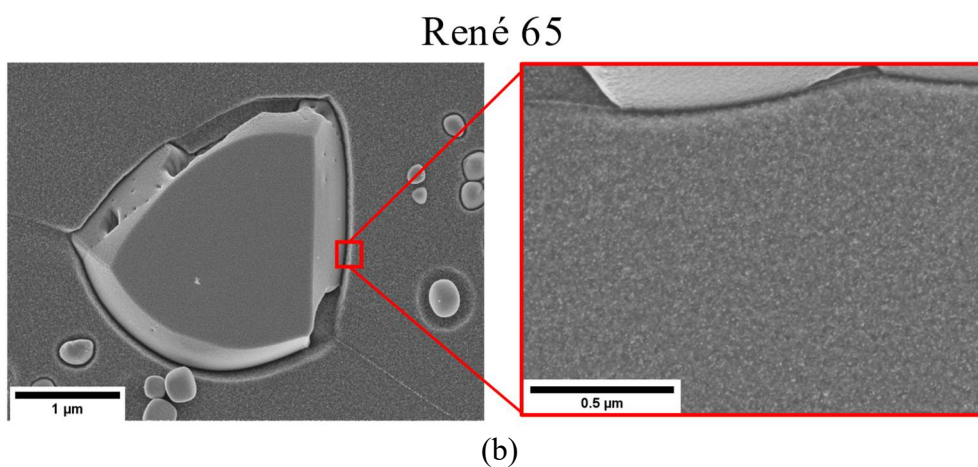
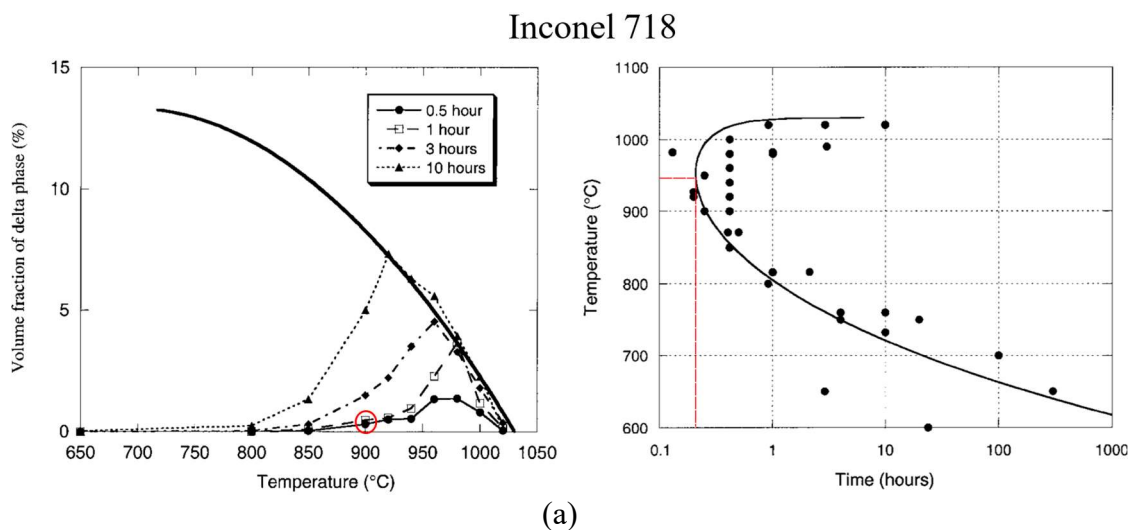


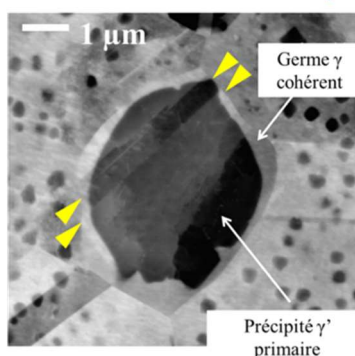
Figure 1-2 : Comparaison entre les cinétiques d'évolution des précipités dans les superalliages Inconel 718 et René 65. (a) Fraction volumique de la phase δ en fonction de la température et courbe TTT de précipitation δ pour l'alliage Inconel 718. Environ une vingtaine de minutes sont nécessaires observer la germination de la phase δ à environ 950 °C (signalés en rouge sur les deux graphiques). Images adaptées de [3]. (b) Micrographie de l'alliage René 65 après mise en solution de 4h à 1050 °C suivi par trempé à l'eau. Précipitation de la phase γ' même pendant une trempé à l'eau.

Évolutions complexes entre phase γ' et les mécanismes de recristallisation

Des travaux récents ont montré la complexité des interactions entre la phase γ' et les mécanismes de recristallisation, dans les alliages γ - γ' . Charpagne [8] a observé des précipités primaires à l'intérieur de certains grains et de même orientation que la matrice autour (i. e. cohérents avec la phase γ). La **Figure 1-3a** montre un précipité primaire qui est entouré par un germe de grain recristallisé en hétéroépitaxie (phase plus claire autour du précipité plus sombre). Vernier [7] a par ailleurs découvert des précipités γ' avec une morphologie inhabituelle et une relation d'orientation assez particulière avec la matrice, appelés de type C et type T pour l'alliage AD730TM (voir section 2.2.4.3). Il a été montré que les grains où cette précipitation intragranulaire est observée sont des gros grains recristallisés qui ont consommé des grains restaurés (**Figure 1-3b**). D'autres types d'interactions entre la précipitation γ' et le front de recristallisation ont été étudiés par Seret dans l'alliage AD730TM[9]. Ces quelques exemples mettent en évidence l'impact assez important de la précipitation γ' sur la recristallisation qui, à la fois, peut stimuler la formation de nouveaux grains recristallisés et qui, dans d'autres configurations, peut empêcher la recristallisation de certains grains. Par ailleurs les évolutions de tailles de grains au cours du traitement de mise en solution sub-solvus appliqué sur les pièces forgées, sont également contrôlées par la précipitation γ' .

Pour maîtriser la taille de grains finale, il va donc falloir dans un premier temps décrire comment la phase γ' évolue au cours des opérations de forgeage pour ensuite analyser l'impact de ces évolutions sur la recristallisation et la taille finale des grains, qui conditionne les propriétés mécaniques du matériau.

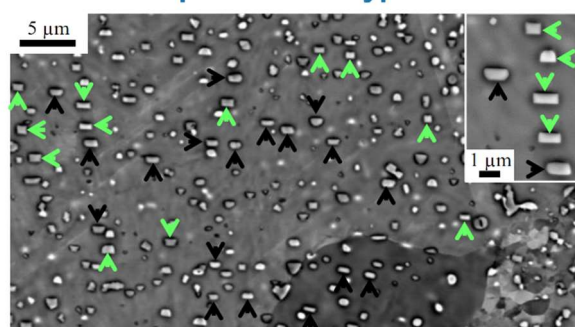
Recristallisation en hétéro-épitaxie



Thèse M-A. CHARPAGNE / 2016

(a)

Précipitation des type T et C



Thèse de S. VERNIER / 2018

Type T – flèches vertes
Type C – flèches noires

(b)

Figure 1-3 : Des interactions très complexes entre la phase γ' et les phénomènes de recristallisation. (a) Précipité γ' primaire entouré par un germe γ cohérent avec le précipité observé dans une microstructure René 65 après déformation à 1000 °C ; $0,1\text{ s}^{-1}$; $\varepsilon = 0,05$. Image adaptée de [8] (b) Microstructure de l'alliage AD730™ avec des gros grains équiaxes recristallisés (flèche jeune) qui présentent des précipités γ' intragranulaires de type T (en relation de macles avec la matrice) et de type C (désorientés de quelques degrés par rapport à la matrice). Image adaptée de [7].

1.3 Objectifs de la thèse et plan du manuscrit

Cette thèse vise à décrire les évolutions de la phase γ' au cours de la mise en forme de l'alliage René 65, dans le contexte de la fabrication des disques de la partie basse pression de turbines de moteurs civils. Cette thèse s'inscrit dans le cadre de la chaire industrielle ANR-Safran TOPAZE qui étudie les superalliages polycristallins de microstructure γ - γ' , en termes d'évolution microstructure au cours de la mise en forme, et en termes d'impact sur les propriétés mécaniques, dans le contexte de la fabrication des moteurs d'avions de nouvelle génération. Dans le cadre de la précédente chaire industrielle ANR-Safran OPALÉ, l'alliage René 65 avait déjà fait l'objet de deux thèses [8,10] et un post-doctorat [A. SERET, 2019]. Ces travaux ont montré la complexité de cet alliage, avec des cinétiques d'évolution γ' très rapides ainsi que de fortes interactions entre les précipités γ' et les mécanismes de recristallisation.

Afin de mieux comprendre les évolutions de la phase γ' au cours de la mise en forme, des essais de laboratoire ont été conduits en utilisant des conditions thermomécaniques représentatives d'une gamme industrielle. Une revue des évolutions de la phase γ' en conditions statiques et dynamiques reportées dans la littérature est présentée dans la *chapitre 2*. Le *chapitre 3* de ce manuscrit contient une brève description des matériels et des essais thermomécaniques utilisés dans cette étude, ainsi que l'ensemble des méthodes

de caractérisation microstructurale qui ont permis l'analyse et quantification des phases γ et γ' .

L'étude des évolutions de la phase γ' a été divisée en trois parties – selon le schéma générique de la **Figure 1-4** – qui correspondent à une version simplifiée de la dernière séquence d'un procédé de mise en forme industriel (procédé au cours duquel la pièce subit un refroidissement lent). Le *chapitre 4* décrit les évolutions de la phase γ' au cours du chauffage et d'un maintien isotherme. La cinétique de dissolution des précipités γ' primaires et l'impact de la vitesse de chauffage sur la dissolution des précipités secondaires et tertiaires sont également abordés dans ce chapitre. Le *chapitre 5* présente, quant à lui, les évolutions de la phase γ' en régime dynamique (c'est-à-dire en cours de la déformation à chaud) et post-dynamique (juste après déformation à chaud). Ce chapitre montre l'existence d'un phénomène de précipitation dynamique et étudie les évolutions des précipités γ' dynamiques au cours de maintiens isothermes après déformation. Enfin, les évolutions de la phase γ' au cours de la mise en solution sont analysées dans le *chapitre 6*. Il y est discuté, selon les conditions thermomécaniques préalablement appliquées, la possible existence de distributions multimodales de précipités γ' après mise en solution et son impact sur les tailles de grains résultantes. Un scénario d'évolution microstructurale est également proposé afin d'expliquer l'origine d'une des populations de précipités γ' .

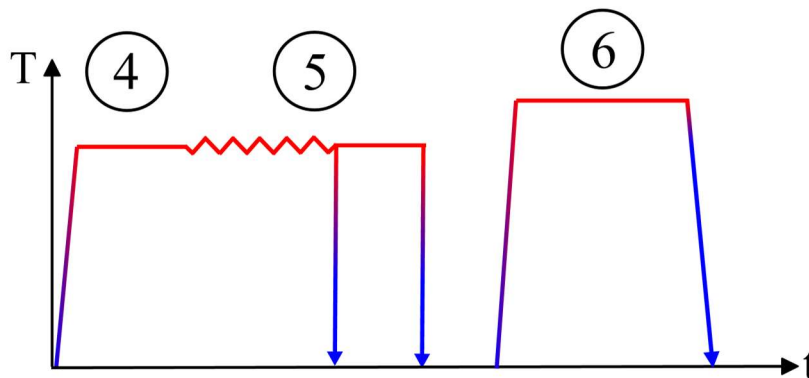


Figure 1-4 : Schéma générique représentant les dernières séquences du procédé industriel de fabrication d'un disque de turbine (chauffage, déformation à chaud, refroidissement puis traitement thermique de mise en solution partielle avant refroidissement contrôlé pour optimiser la précipitation durcissante) sur la base duquel le plan de ce manuscrit est organisé : Évolutions de la phase γ' au cours du chauffage (*chapitre 4*), en régime dynamique et post-dynamique (*chapitre 5*) et au cours de la mise en solution (*chapitre 6*).

Chapitre 2

2. État de l'art : caractéristiques et évolutions de la phase γ'

Ce chapitre vise à présenter les caractéristiques des précipités γ' dans les microstructures de superalliages base nickel γ - γ' et à décrire les principaux mécanismes d'évolution de ces précipités en régime statique ou dynamique reportés dans la littérature.

2.1 Désignation classique des précipités de phase γ'

Classiquement, les précipités γ' sont classifiés comme primaires (γ'_I), secondaires (γ'_{II}) et tertiaires (γ'_{III}) [2,11], comme illustré par la **Figure 2-1**. Pour autant, des références plus récentes [7,12] ainsi que les résultats qui seront présentés dans les chapitres 5 et 6 montrent que la classification des précipités γ' est beaucoup plus compliquée que celle portée dans la littérature [11].

Les précipités γ'_I ont une taille de quelques microns (typiquement 2 – 5 μm), une morphologie sphéroïdale, ou du moins nodulaire, et sont généralement incohérents avec la matrice γ . Ils sont situés aux joints de grains et ont pour fonction principale de bloquer les joints de grains et d'empêcher ainsi la croissance des grains lors d'un traitement thermique sub-solvus [8, 9]. Ce phénomène est connu sous le nom d'ancrage de Smith-Zener et sera décrit dans la section 2.2.4.1. Les précipités primaires se trouvent dans la microstructure à la température ambiante et à toutes températures inférieures à la température de solvus de la phase γ' (environ 1110 °C pour l'alliage René 65 [14]). L'origine exacte de ces précipités γ'_I micrométriques observés est encore mal comprise.

Dans le cadre de la mise en forme, les précipités γ'_{II} et γ'_{III} précipitent successivement au cours du refroidissement, ils sont intragranulaires et cohérents avec la matrice γ . La taille des précipités γ' secondaires varie de 100 à 300 nm et elle est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres pour les γ' tertiaires [2, 11]. Les précipités γ' tertiaires sont situés dans les espaces entre les précipités γ'_{II} et autour des précipités γ' primaires (voir **Figure 2-1**). Les γ'_{III} présentent généralement une forme sphéroïdale et, les γ'

secondaires peuvent se présenter sous différentes morphologies. Ces précipités γ' intragranulaires gênent le mouvement des dislocations et par conséquent ont une relation directe avec la tenue mécanique, notamment à haute température, de ces alliages. Beaucoup des travaux dans la littérature [11–14] analysent la fraction volumique et la cinétique de précipitation des γ'_{II} et γ'_{III} après mise en solution puisque leur taille et fraction volumique sont directement reliés aux propriétés mécaniques des pièces finales. Les températures de mise en forme sont en revanche en principe choisies de telle sorte que ces précipités durcissants soient dissous, de manière à abaisser la contrainte d'écoulement.

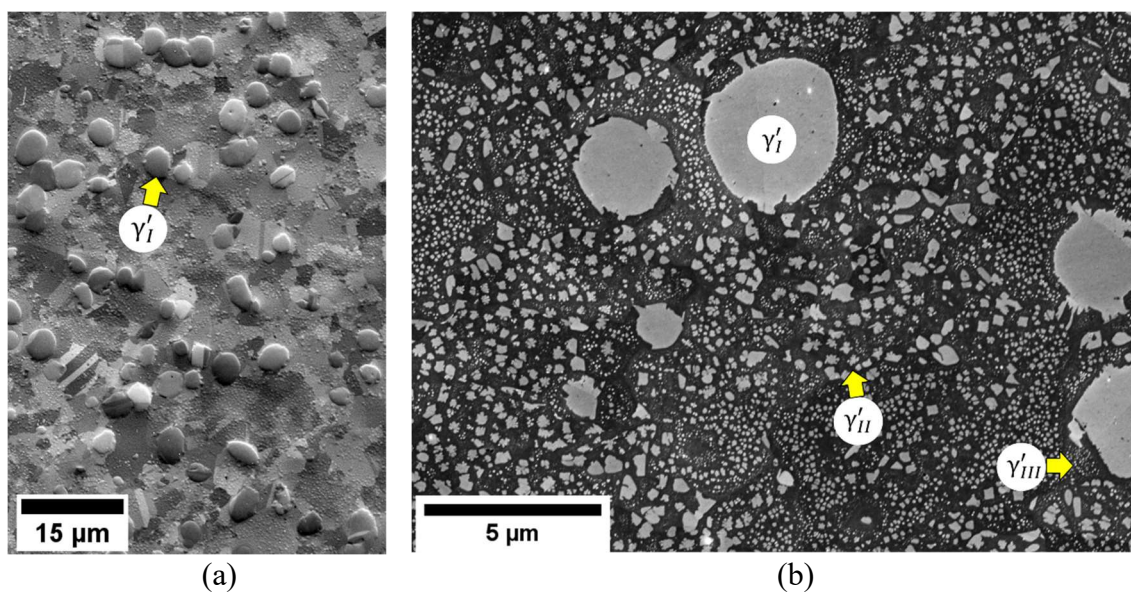


Figure 2-1 : a) Micrographie MEB-SE à faible grossissement qui présente les précipités γ' primaires (flèche en jaune en (a)) et b) les trois populations classiques de précipités γ' (flèches en jaune) pour l'alliage René 65 à l'état de réception (matière forgée).

2.2 Évolutions de la phase γ' en conditions statiques

2.2.1 Précipitation

La précipitation ($\gamma \rightarrow \gamma + \gamma'$) représente la transformation durant laquelle la phase γ se décompose en une microstructure biphasée, composée d'une matrice γ et des particules de seconde phase γ' dispersées dans la matrice. Ce mécanisme progresse par germination, croissance et éventuellement mûrissement après que la fraction volumique d'équilibre ait été atteinte. Au cours d'un refroidissement depuis les températures de mise en forme ou de mise en solution, la fraction de phase γ' augmente avec, en parallèle, des changements

successifs de taille et morphologie. Il a été montré par Radis et al. [17] que deux effets concurrents agissent sur la sursaturation d'éléments γ' -gènes et sont responsables pour la formation de distributions multimodales des précipités : l'augmentation de la sursaturation en raison de la réduction de la température et la diminution de la sursaturation dans la matrice due à la formation de précipités γ' . De plus, la diffusivité des éléments diminue également avec la température, ce qui rend la migration des éléments de plus en plus lente et l'étendue du champ de diffusion de plus en plus petite. Les précipités tertiaires se forment lorsque la diffusion n'est plus suffisante pour nourrir la croissance des précipités secondaires.

La **Figure 2-2** montre l'effet du refroidissement et de la formation des γ' sur la sursaturation de la matrice γ . Lorsque la température de refroidissement est en dessous de la température de solvus, une première germination des précipités γ' se produit, caractérisée par une faible sursaturation et donc une faible densité de germes (**Figure 2-2a**). Lorsque la température diminue, l'étendue du champ de diffusion diminue et, dans les couloirs entre les précipités de la première germination, la sursaturation dans la matrice augmente à nouveau (**Figure 2-2b**). Cela provoque une deuxième germination à des températures plus basses et une deuxième distribution des précipités γ' entre les précipités de la première germination (**Figure 2-2c**) [17,20]. Plus la sursaturation est importante, plus la densité de germes formés est forte. La diffusivité étant beaucoup plus faible à plus faible température, la croissance des précipités formés dans un deuxième temps ralentit et leur taille moyenne reste beaucoup plus petite. Selon la vitesse de refroidissement, une nouvelle température critique, plus basse, peut être atteinte, conduisant à une troisième germination et donc une troisième population de précipités γ' entre les précipités de la première et de la deuxième population. Selon Radis et al. [17], ce processus peut se répéter jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de germination.

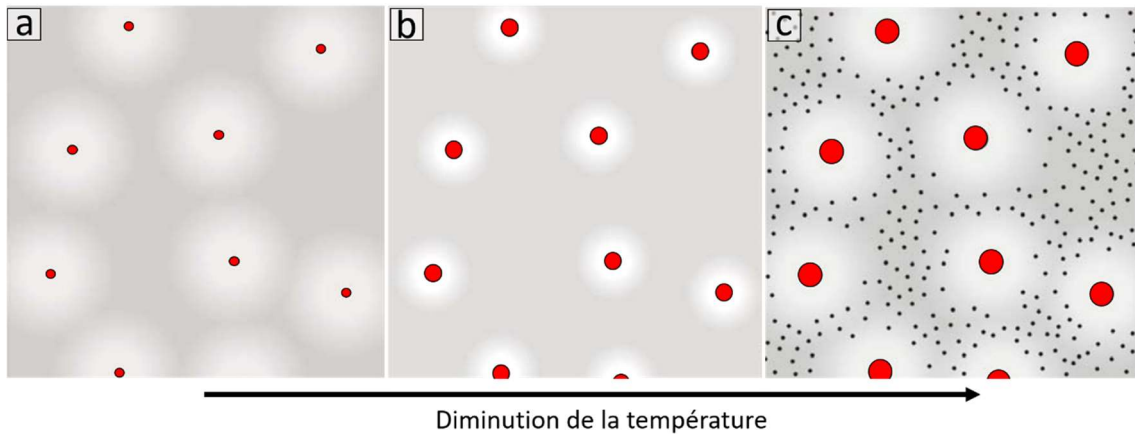


Figure 2-2 : Schéma qui illustre la formation de précipités γ' au cours d'un refroidissement. a) Formation des premiers germes (en rouge sur les trois figures) lors du refroidissement à des températures inférieures à la température de solvus. b) Plus la température diminue, plus la sursaturation d'éléments γ' -gènes dans la matrice favorise la croissance des précipités existants. Le nuage autour des particules représente le champ de diffusion qui diminue de plus en plus au cours du refroidissement. c) A des températures encore plus basses, la sursaturation d'éléments γ' -gène dans les couloirs entre les précipités de la première germination provoque une deuxième germination. Image adaptée de [17].

Il est à noter que ce scénario est en principe capable de rendre compte de l'existence des précipités primaires, secondaires et tertiaires, mais qu'en pratique il ne s'applique qu'aux secondaires et tertiaires. Les précipités primaires se forment initialement avec des morphologies très allongées et évoluent ensuite en taille et morphologie au cours des recristallisations successives que subit le matériau lors des opérations de conversion dans le domaine sub-solvus [21,22].

Une variation de la composition chimique entre les multiples générations de précipités formés dans l'alliage René 88DT a été analysée par Singh et al. [20] pendant refroidissement contrôlé de 24°C/min depuis 1150 °C. Il a été relevé que la première génération de précipités suivait une trajectoire classique de nucléation et de croissance, mais que les précipités de deuxième et troisième génération présentaient des compositions éloignées de l'équilibre, avec de larges interfaces γ/γ' de composition chimique diffuse.

2.2.1.1 Cinétique de précipitation γ'

La cinétique de précipitation γ' a été établie par Masoumi et al.[23] pour l'alliage AD730™ en conditions non-isothermes (i.e. au cours du refroidissement) à partir du modèle de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [24,25] :

$$X = 1 - \exp \left[- \left[\left[\frac{2,1 \cdot 10^{-5} T^2}{\varphi} \right] k(T) (1 - 4,2 \cdot 10^{-5} T) \right]^{1,8} \right] \quad (2.1)$$

Où X représente la fraction volumique transformée, l'exposant 1,8 correspond à l'exposant d'Avrami moyen observé (plage entre 1,5 – 2,3), T la température, φ est la vitesse de refroidissement en °C/min et $k(T)$ est le paramètre d'Avrami qui traduit la vitesse de germination et de croissance et qui varie en fonction de la température, selon l'équation 2.2 :

$$k(T) = \left[k_0 + A_1 \exp \left(\frac{-(T - T_0)}{t_1} \right) + A_2 \exp \left(\frac{-(T - T_0)}{t_2} \right) + A_3 \exp \left(\frac{-(T - T_0)}{t_3} \right) \right] \exp \left(\frac{-Q}{RT} \right) \quad (2.2)$$

Les constantes k_0 , T_0 , A_1 , t_1 , A_2 , t_2 , A_3 , t_3 ont été déterminées dans la référence [23] pour des vitesses de refroidissement de 15 °C/min et 120 °C/min, à partir de 1200 °C (au-dessus de T_{solvus}). Une énergie d'activation Q de 396 kJ/mol a été obtenue pour l'alliage AD730™. Les auteurs ont également constaté que plus le refroidissement est lent, plus la précipitation γ' démarre tôt (donc à plus haute température) à partir d'un traitement supersolvus. Par exemple, la température de précipitation maximale (à partir des courbes DTA (*Differential Thermal Analysis*)) pour le refroidissement à 10 °C/min était de 1060 °C et à 1035 °C pour le refroidissement plus rapide à 120 °C/min. Un modèle de précipitation pour l'alliage AD730™ a été proposé par A. Seret [9,26], qui permet de décrire les distributions de taille de précipités γ' lors des phénomènes de germination, évolution de taille et agglomération.

A. Laurence [10] a observé que la charge mécanique lors des essais de fluage à 700 °C et 800 °C (i.e. la présence des dislocations) accélère la cinétique de croissance des précipités γ' pour l'alliage René 65. En revanche, A. Seret [9,27] dans l'étude sur l'effet des dislocations sur la croissance des précipités pour l'alliage AD730™ n'a pas observé des différences de taille de précipités γ' entre l'échantillon simplement vieilli (900 °C, 30 min) et l'échantillon comprimé à 10% à froid avant le vieillissement à 900 °C.

2.2.1.2 Cinétique de précipitation dans les superalliages base Ni

En ce qui concerne la cinétique de précipitation isotherme, Rafiei et al. [6] ont pu déterminer la cinétique de précipitation de la phase γ'' pour le superalliage Inconel 718 sur la base du modèle JMAK modifié (équation 2.3) [28,29]. Des traitements thermiques à 700 °C, 740 °C et 780 °C ont été mis en œuvre, pour des durées d'isotherme allant jusqu'à 24h. Des mesures de dureté pendant le vieillissement (**Figure 2-3a**) et des analyses DTA lors du chauffage ont été utilisées pour estimer la fraction transformée X (**Figure 2-3b**) et puis établir les paramètres pour la cinétique de précipitation. Les auteurs déterminent X dans une approche indirecte, à partir de la mesure de l'effet de la précipitation γ'' sur la dureté. Il est possible voir que la cinétique de précipitation est plus rapide à plus haute température.

$$\begin{aligned} X &= 1 - \exp(-(kt)^n) \\ k &= k_0 \exp(-Q/RT) \end{aligned} \quad (2.3)$$

Le coefficient d'Avrami n et l'énergie d'activation Q ont été calculés pour l'alliage Inconel 718 à 0,64 et 203,2 kJ/mol respectivement. La valeur de l'énergie d'activation obtenue est très proche de l'énergie d'activation associée à la diffusion de l'élément Nb dans la matrice ($Q = 202,6$ kJ/mol) [30], ce qui suggère que la cinétique de précipitation de la phase γ'' est contrôlée par la diffusion du Nb dans la matrice.

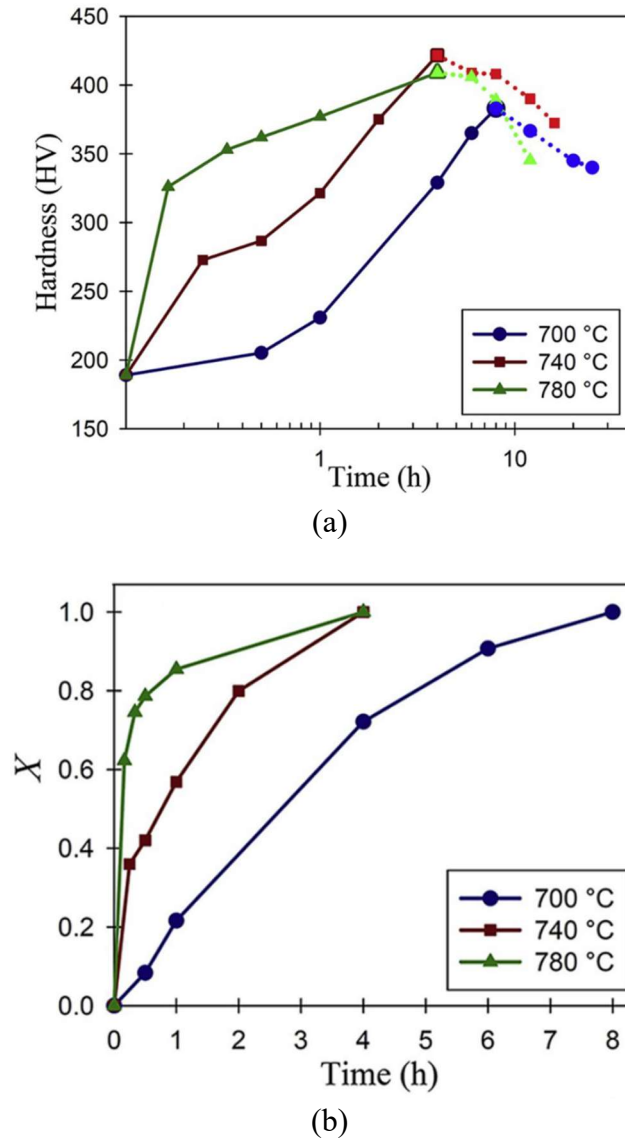


Figure 2-3 : a) Évolution de la dureté et b) de la fraction transformée X en fonction du temps de vieillissement à différentes températures. Images adaptées de [6].

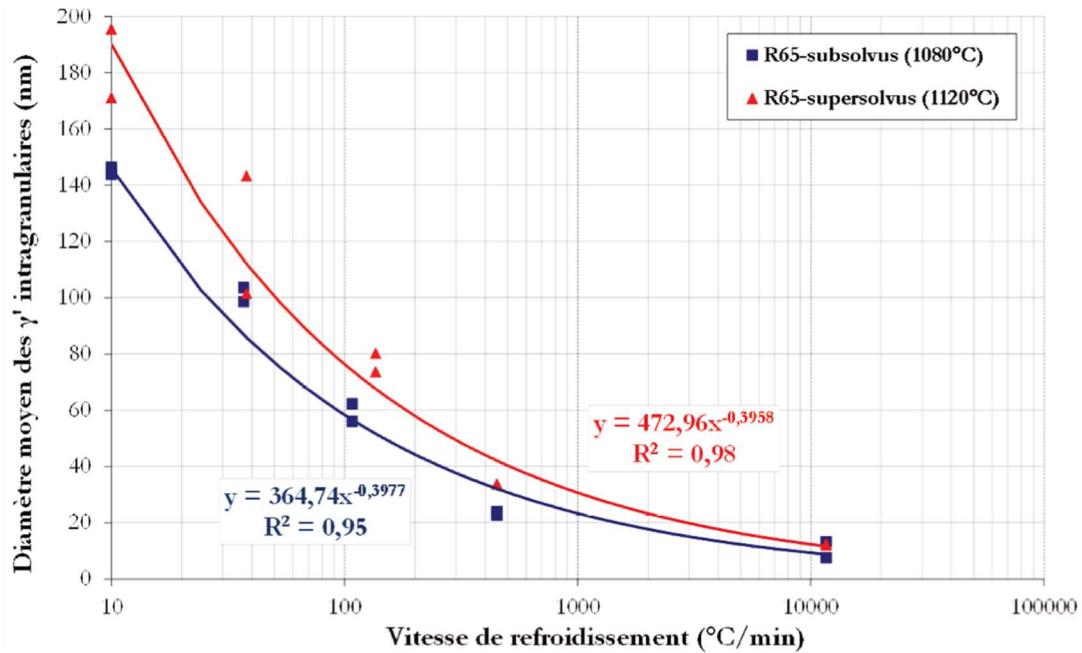
D'autres travaux se sont concentrés sur les simulations en champ moyen dans le but de décrire la cinétique de précipitation (i.e. germination, croissance et mûrissement) des populations multimodales observées dans les superalliages base de nickel comme l'alliage RR1000 [31], IN738LC [32], Inconel 718 [33], Inconel 625 [34], en s'appuyant sur des modèles de précipitation encore plus génériques [35,36].

2.2.1.3 Influence de la vitesse de refroidissement sur la taille et la morphologie des précipités γ'

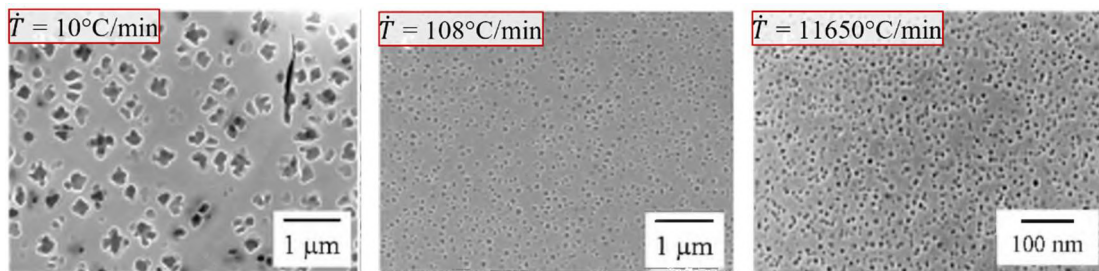
Il est connu que, pour des refroidissements lents, la sursaturation de la matrice en éléments γ' -gène sera faible et par conséquent la densité de germes et le nombre de précipités par unité de volume seront faibles. D'autre part, un refroidissement lent permet une diffusivité plus élevée, ce qui favorise la croissance des précipités germés. Un refroidissement plus lent mène donc à des précipités moins nombreux et plus gros [10,37,38]. Inversement, une microstructure avec une forte densité de précipités de plus petite taille devrait être observée pour une vitesse de refroidissement rapide. Les micrographies de la **Figure 2-4** illustrent ces aspects de morphologie, de taille et de densité de précipités en fonction de la vitesse de refroidissement. L'évolution du diamètre moyen des précipités $\bar{d}_{\gamma'}$ en fonction de la vitesse de refroidissement contrôlée \dot{T}_c pour l'alliage René 65 a été établie par A. Laurence [10], après une mise en solution sub-solvus ou super-solvus (**Figure 2-4**), et décrite phénoménologiquement au moyen de l'équation 2.4 [19]:

$$\bar{d}_{\gamma'} = \alpha(\dot{T}_c)^{-\beta} \quad (2.4)$$

où α et β sont des paramètres à ajuster en fonction de la température de mise en solution. A partir de la **Figure 2-4** on voit que la taille des précipités est très similaire pour des vitesses de refroidissement très élevées (11650 °C/min, correspondant à une trempe à l'eau). Plus la vitesse diminue, plus les différences de taille entre les états initiaux sub-solvus ou super-solvus s'accroissent.



(a)



(b)

Figure 2-4 : a) Évolution du diamètre moyen des précipités γ' en fonction de la vitesse de refroidissement pour l'alliage René 65, après mise en solution sub-solvus (courbe bleue) et super-solvus (courbe rouge). b) Micrographies qui montrent la morphologie des précipités γ' en fonction de la vitesse de refroidissement à partir d'un traitement sub-solvus à 1080 °C pendant 4h. Image tirée de [13].

La morphologie des précipités γ' , en particulier les γ'_{II} , évoluent selon la vitesse de refroidissement et selon leur taille. La **Figure 2-5** présente des résultats expérimentaux tirés de la thèse de Malik Durand [15] qui montrent la morphologie des précipités secondaires dans l'alliage AD730™ pour deux vitesses de refroidissement, donc deux tailles moyennes différentes. Les précipités γ'_{II} de l'image A ($\dot{T} = 100$ °C/min) ont une taille moyenne de 95 nm et morphologie presque sphérique. En revanche, une taille moyenne de 250 nm et morphologie assez irrégulière des précipités γ'_{II} sont observés pour l'échantillon refroidi à une vitesse plus lente ($\dot{T} = 10$ °C/min). Une densité de précipités plus importante est remarquée dans l'échantillon refroidi à une vitesse plus élevée (image

A, $\dot{T} = 100 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$), comme attendue. Les précipités γ'_{III} sont qualitativement visibles sur les deux microstructures, mais pas assez grands pour la quantification (taille $< 5 \text{ nm}$).

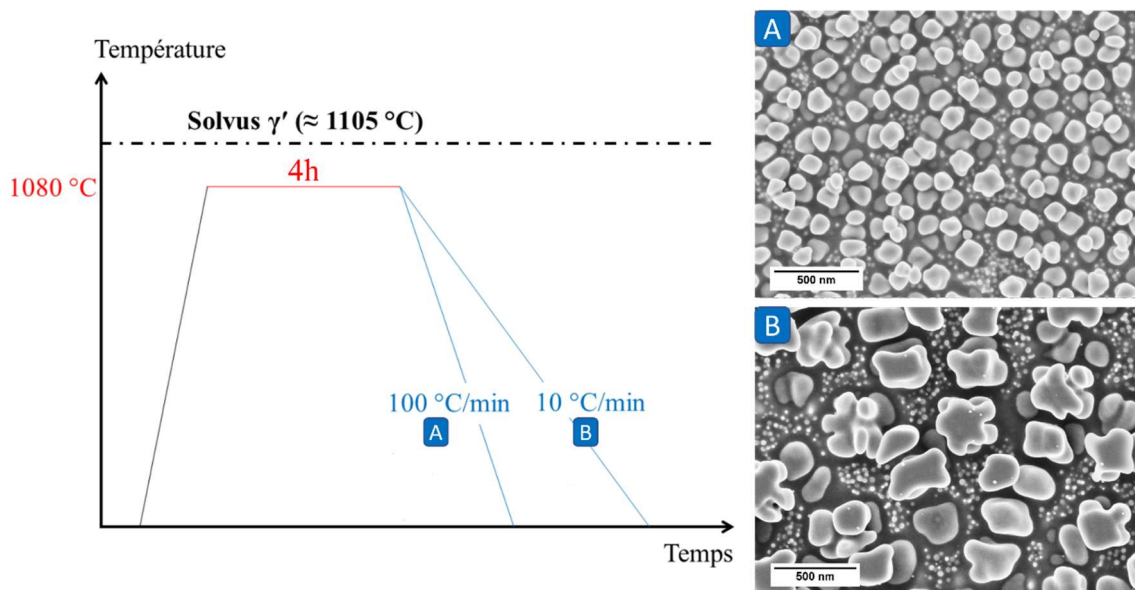


Figure 2-5 : L'effet de la vitesse de refroidissement sur la taille et la morphologie des précipités γ'_{II} dans l'alliage l'AD730TM. Figure adaptée de [15].

Grosdidier et al. [39] ont analysé la transition de la morphologie des précipités γ' , allant des formes les plus simples aux plus complexes, comme illustré par la **Figure 2-6**. Cette évolution résulte d'une balance entre les énergies interfaciale et élastique. L'énergie interfaciale vise à promouvoir les formes compactes et isotropes car elle est proportionnelle à l'aire d'interface γ/γ' . Il est connu que pour les précipités γ' cohérents, la composante de distorsion élastique liée au désaccord de paramètre de mailles à l'interface γ/γ' – ou *lattice misfit* – doit être prise en compte dans le bilan énergétique. L'énergie élastique, qui résulte de la différence de paramètre de maille entre le précipité et la matrice, est anisotrope et augmente avec la taille du précipité. Ainsi, diminuer la vitesse de refroidissement mène à des précipités plus gros et de morphologie de plus en plus irrégulière [39].

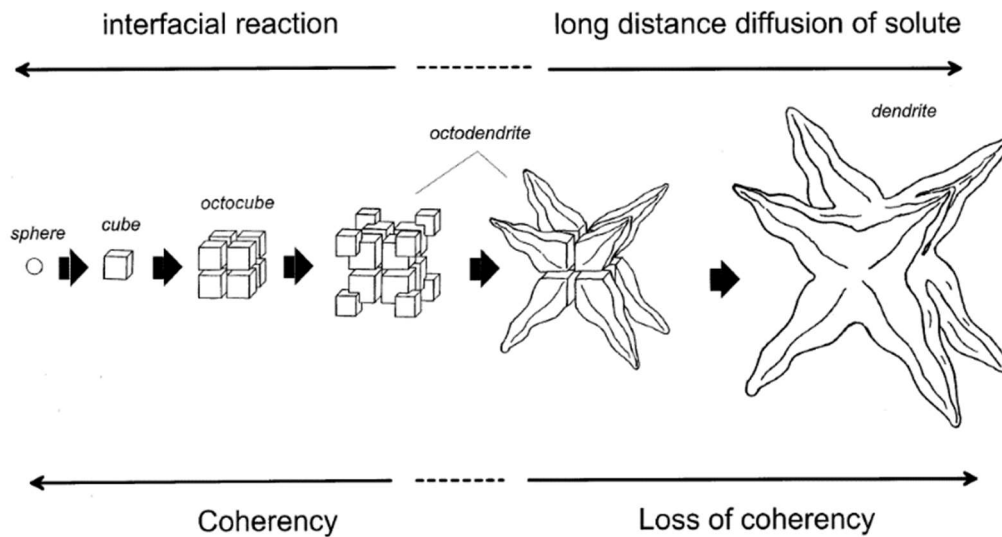


Figure 2-6 : Représentation schématique des morphologies rencontrées lors de la croissance d'un précipité γ' initialement cohérent à une faible densité de germes (i.e. les précipités évoluent indépendamment les uns des autres). Figure tirée de [39].

Lors de la germination, la contribution de l'énergie de surface est importante et l'énergie élastique est faible du fait de la petite taille des précipités [40]; la morphologie sphérique minimise de l'énergie totale. Lors de la croissance des précipités, l'énergie de distorsion élastique augmente par rapport à l'énergie d'interface, ainsi le système adopte une morphologie cubique délimitée par des plans $\{001\}$ qui minimise l'énergie élastique [39,41].

Lorsque la taille du précipité augmente et atteint une valeur critique, il adopte ensuite une morphologie d'octocube, par division en huit petits cubes, qui a été observée par exemple par Yeom et al. [42] ou Seret [9]. Cette évolution est possible, bien qu'elle augmente considérablement d'interface γ/γ' car l'énergie élastique d'un octocube est inférieure à celle d'un cube de même volume. Les transitions de morphologie sphérique \rightarrow cubique \rightarrow octocubique sont très rapides car la croissance est contrôlée par des réactions d'interface, où la diffusion est élevée [39]. Lorsque la croissance se poursuit, des morphologies octodendritiques apparaissent. Le premier stage de sa formation se produit lors d'une forte sursaturation de la matrice γ associé à une interface γ/γ' qui est encore cohérente. Selon Grosdidier et al. [39], bien que le mécanisme de croissance aura tendance à pousser les huit branches dans les directions $\langle 111 \rangle$, les bras de dendrite présentent des marches le long des plans $\{001\}$ pour accommoder également la contrainte élastique [9]. En poursuivant le vieillissement, les huit branches des précipités

octodendritiques deviennent plus grossières et réduisent la surface d'interaction γ/γ' , ce qui conduit à la des morphologies dendritiques (dessin le plus à droite de la **Figure 2-6**).

Lorsque les précipités grossissent non seulement ils changent de morphologie mais également ils perdent leur cohérence par la formation de dislocations interfaciales (qui permettent de réduire l'énergie élastique mais induisent progressivement une désorientation avec la matrice et donc une perte de cohérence). Si les précipités sont incohérents, la contribution élastique diminue en raison de l'accommodation plastique qui se produit autour des précipités.

Les évolutions de morphologie produites par la réduction de l'énergie élastique dépendent de la taille des précipités γ' mais également de leur fraction volumique, ou plus précisément de la distance entre précipités. Lorsque la densité de germes est faible, les précipités évoluent indépendamment les uns des autres, suivant la séquence morphologique décrite ci-dessus, illustrée dans la **Figure 2-6**. En revanche, si la fraction des germes est élevée, la croissance des précipités va être influencée par celle des voisins et leur morphologie suivra une séquence différente, comme illustrée par la **Figure 2-7**. Yeom et al. [42] considèrent que les huit cubes dans les précipités octocubiques (**Figure 2-7c**) sont réorganisés par la formation de doublets de plaquettes (**Figure 2-7d**). Lorsque la distance entre précipités est petite, une superposition des champs de déformation des précipités se produit et donne comme résultat un champ de déformation anisotrope (contrairement le champ isotrope d'un seul précipité). Le champ anisotrope conduit à la formation de morphologies en plaquettes que cubiques, et ces plaquettes présentent deux grandes faces $\{100\}$ afin de minimiser l'énergie de distorsion élastique.

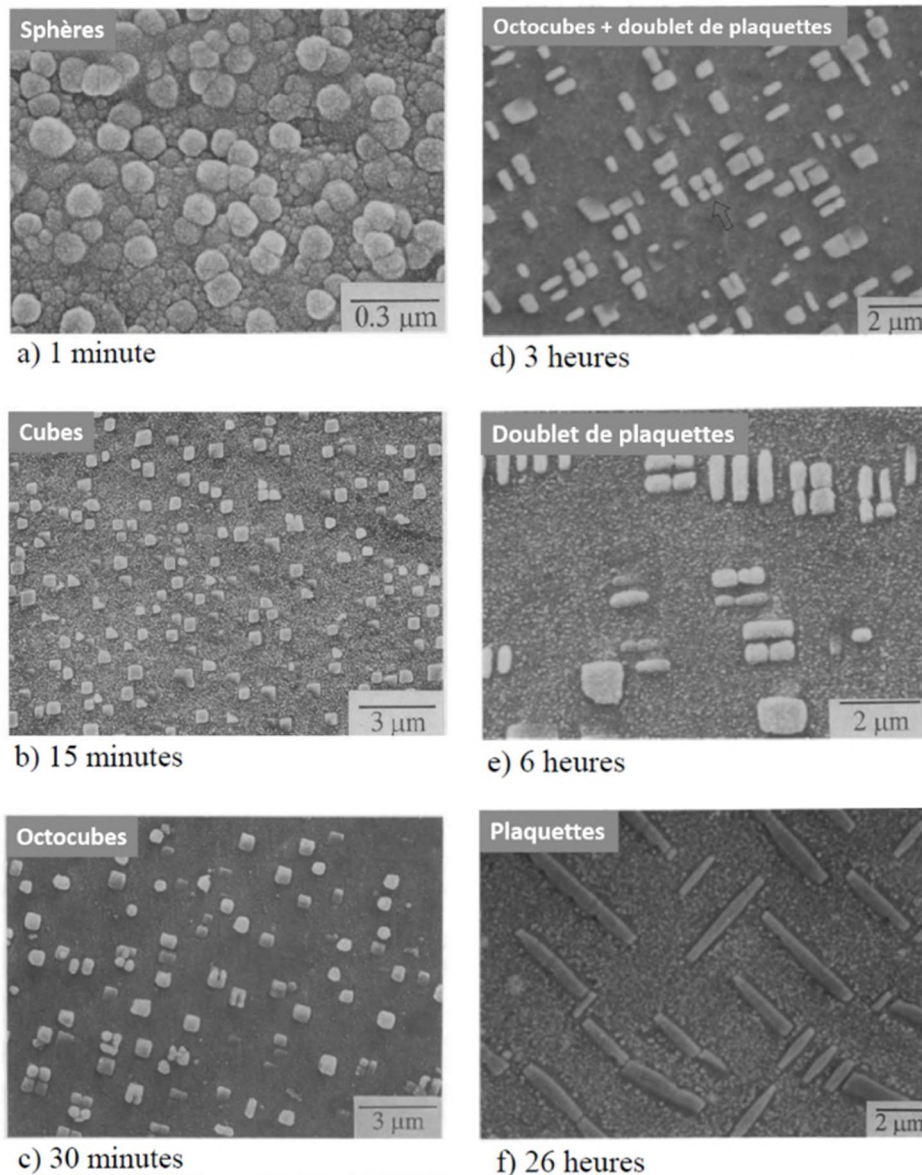


Figure 2-7 : Micrographies MEB qui montrent les différentes morphologies des précipités en cas d'un grand nombre de germes cohérents dans l'alliage binaire Ni-8wt%Al. Observations réalisées après traitements à 1020 °C à différents temps de maintien, suivant une mise en solution de deux heures à 1200 °C ($T_{\text{solvus}} = 1050$ °C). Images tirées de [42].

2.2.1.4 Évolutions de morphologie en conditions isothermes

L'effet d'un vieillissement isotherme sur les évolutions morphologiques de la phase γ' a été analysé en détail par Xu et al. [43] sur un superalliage Ni-Co. À partir d'une morphologie irrégulière (obtenue par refroidissement lent à 5 °C/min), des vieillissements à 900 °C et 1100 °C ont été appliqués pendant différents temps. Il a été observé que les précipités γ' évoluent vers une morphologie stable, soit sphérique, soit cubique, selon la température du traitement thermique appliquée (**Figure 2-8**). Des valeurs de misfit de 0,36% et 0,14% ont été mesurées pour les échantillons vieillis à 900 °C | 2500h (**Figure**

2-8c) et à 1100 °C | 200h, respectivement. Les auteurs considèrent que l'énergie d'interface reste constante en fonction de la température et l'énergie de distorsion élastique diminue une fois que la température augmente [11] . Pour une température élevée (1100 °C), la phase γ' adopte une forme sphérique afin de réduire l'énergie d'interface (prédominante à cette température). Cependant, à basse température (900 °C), la forme cubique est adoptée afin de diminuer l'énergie de distorsion élastique. En ce qui concerne la fraction volumique de phase γ' dans cette étude, qui représente en effet les fractions surfaciques mesurées de phase γ' , ils ont constaté au cours du temps une diminution de la fraction, suivie par une augmentation. La fraction volumique des précipités à 1100 °C était initialement de 52% (**Figure 2-8d**), elle passe à 11,5% après 15 min (**Figure 2-8e**), puis remonte à 15,4% après 48h de vieillissement (**Figure 2-8f**). A 900 °C, la fraction volumétrique de 44,8% après 4h (**Figure 2-8a**) et 64,0% après 2500h (**Figure 2-8c**). Les auteurs associent la chute de la fraction γ' , à des temps courts de vieillissement, au mécanisme de dissolution en raison d'une solubilité très élevée à la température élevée. En revanche, l'augmentation de la fraction γ' à des temps de vieillissement plus longs a été conduite par la minimisation de la surface totale du précipité au fur et à mesure du vieillissement [43].

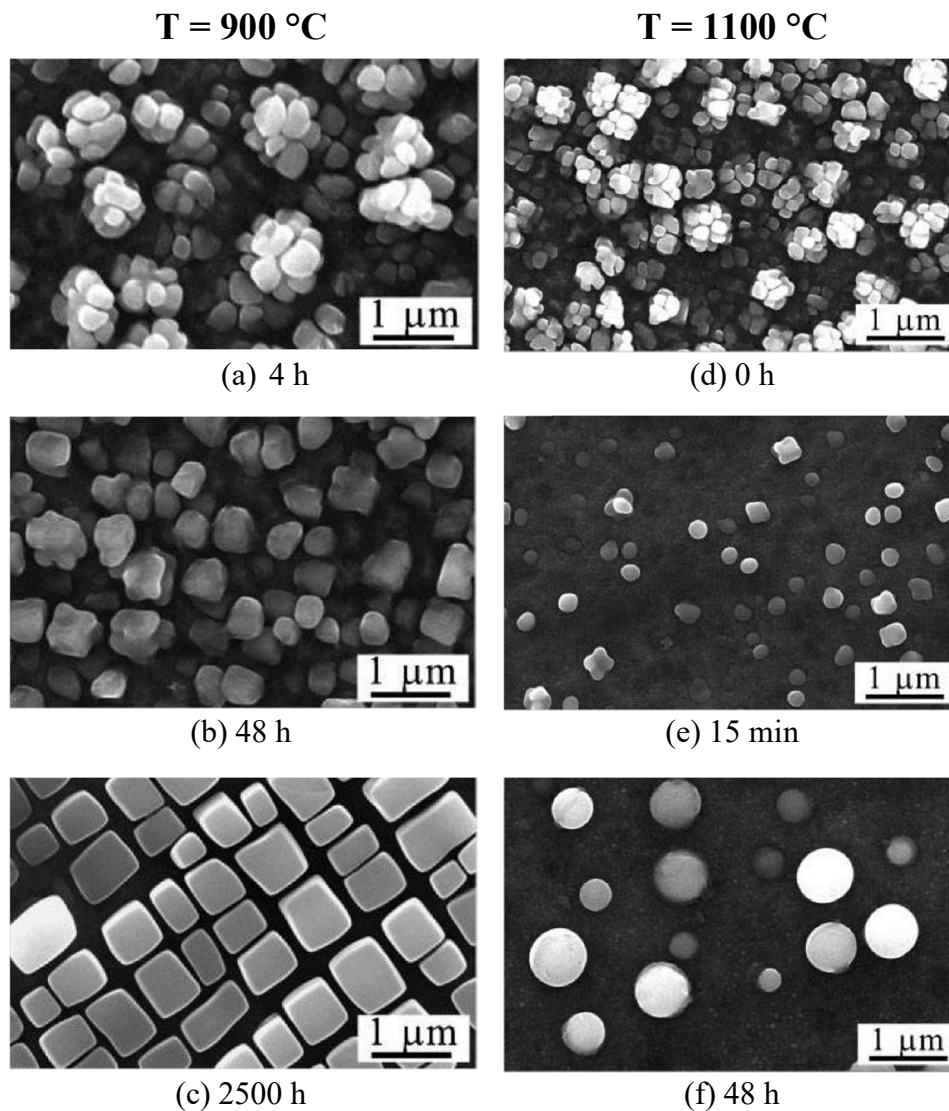


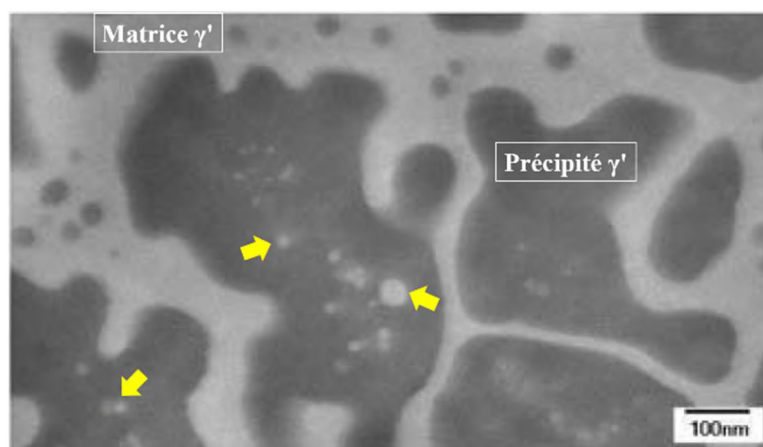
Figure 2-8 : Micrographies MEB tirées de [43] qui illustrent l'évolution de la phase γ' dans l'alliage Ni-Co pendant un traitement isotherme. Tous les échantillons ont été préalablement soumis à un traitement super-solvus (1200 °C pendant 8h) suivi d'un refroidissement à 5 °C /min jusqu'à 850 °C, afin d'obtenir une morphologie irrégulière. Les figures a- c) correspondent à des vieillissements à 900 °C et les figures d-f) à 1100 °C. Les temps de maintien étaient a) 4h, b) 48h, c) 2500h, d) 0h (i.e. la microstructure avant vieillissement), e) 0,25h et f) 48h.

2.2.1.5 Précipitation Inverse

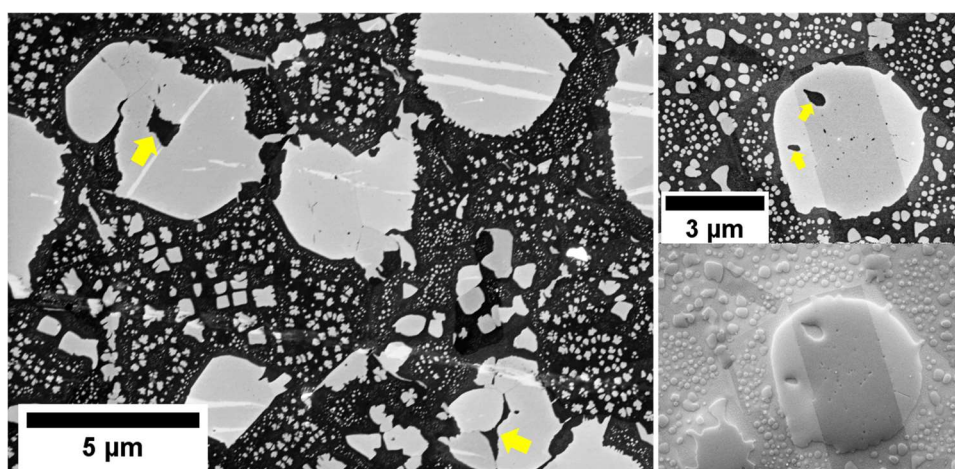
Comme discuté dans la section précédente, la précipitation dans un alliage γ - γ' consiste en la formation de précipités de phase γ' dans une matrice γ . La précipitation de phase γ à l'intérieur des précipités γ' est également rapportée dans la littérature sous le nom de précipitation inverse. La **Figure 2-9** illustre la microstructure typique de la précipitation inverse pour une nuance monogranulaire [44], ainsi que pour l'alliage René 65 polycristallin. Charpagne [8] a constaté que le chemin thermique appliqué dans tous les cas où la précipitation inverse a été observée débute par un traitement à température

T1 sub-solvus suivi d'un traitement de vieillissement à T2 inférieure à T1 ou suivi d'un refroidissement lent après T1. Oblak et al. [45] expliquent que la sursaturation en éléments γ -gènes dans les précipités γ' est la force motrice pour la précipitation inverse. Lors du premier traitement à la température T1 les éléments d'alliage se dissolvent pour se rapprocher des fractions de phases γ et γ' d'équilibre thermodynamique. Pendant le refroidissement lent après T1 ou le maintien à la température T2 < T1, une sursaturation des éléments γ' -gènes se produit dans la matrice ainsi qu'une sursaturation des éléments γ -gènes dans les précipités, conformément aux évolutions de composition d'équilibre prédites en fonction de la température par calculs ThermoCalc sur l'alliage René 65 [8]. Par conséquent, la réduction de la température favorise non seulement la précipitation de la phase γ' dans la matrice, mais aussi la formation de la phase γ à l'intérieur des précipités. Les précipités γ' ont tendance à rejeter les éléments γ -gènes et, de manière analogue à la précipitation γ' , plus la sursaturation est importante et la diffusion est petite, plus la force motrice pour la précipitation inverse est élevée [46,47].

Vogel et al. [48] ont observé qu'une forte densité de particules γ nanométriques est présente dans les précipités γ' primaires dans l'alliage 86.1Ni-8.5Al-5.4Ti. Cependant ce qui est le plus souvent observé est la présence d'une phase CFC riche en chrome au sein des gros précipités γ' primaires [47,49,50], y compris pour l'alliage René 65 [10]. La phase identifiée par Cadet et al. [47] à l'intérieur des γ' primaires contenait plus de Cr et moins de Mo que la phase γ . Katnagallu et al. [51] et Lilensten et al. [52] ont à leur tour observé des concentrations plus élevées d'éléments tels que Cr, Co et Fe dans la phase γ présente au sein des γ' primaires par rapport à la matrice γ . L'analyse par tomographie à sonde atomique a révélé des ségrégations sur les dislocations des mêmes éléments trouvés en forte concentration dans la phase métastable [51]. Ces auteurs considèrent que la phase en question, qu'ils appellent γ -like du fait de la différence de composition chimique, est une version métastable de la phase γ , formée lors du refroidissement lent (sursaturation des éléments γ -gène comme force motrice) et dont la cinétique de croissance est accélérée par la présence de dislocations à l'intérieur des gros précipités γ' . Par ailleurs Flageolet et al. [50] ont observé via des analyses MET que les particules γ présentes à l'intérieur des précipités γ' primaires peuvent agir comme sources de dislocations lors de la déformation à chaud.



(a)



(b)

Figure 2-9 : a) Microstructure de l'alliage RRHT1 après un traitement de vieillissement de 16 heures à 850 °C (matrice γ en gris claire et précipités γ' en gris foncé). Des particules γ à l'intérieur des précipités γ' sont indiquées par des flèches jaunes. Image tirée de [44]. b) Micrographies dont la précipitation inverse est observée à l'intérieur d'un précipité γ' primaire de l'alliage René 65 après refroidissements lents (< 20 °C/min) à partir de 1050°C.

La **Figure 2-10** illustre le résultat de la précipitation inverse au sein des précipités γ'_I de l'alliage RRHT1 [44] ainsi qu'une micrographie de l'alliage René 65 après un refroidissement lent (4 °C/min) à partir de 1050 °C. Charpagne et al. [8,53] ont proposé la précipitation inverse comme étant le mécanisme responsable à l'origine de la recristallisation en hétéroépitaxie. Tout comme la précipitation de phase γ' dans la matrice γ , la précipitation inverse, de phase γ dans un précipité γ' , assure la cohérence des deux réseaux cristallographiques. La précipitation inverse ne produit pas seulement des particules de phase γ (ou de phase γ -like CFC) à l'intérieur des précipité γ' mais également

à leur surface, initiant la formation d'une couche continue (« γ -like shell » sur la Figure 2-10) dont la croissance donnera le grain recristallisé en hétéroépitaxie.

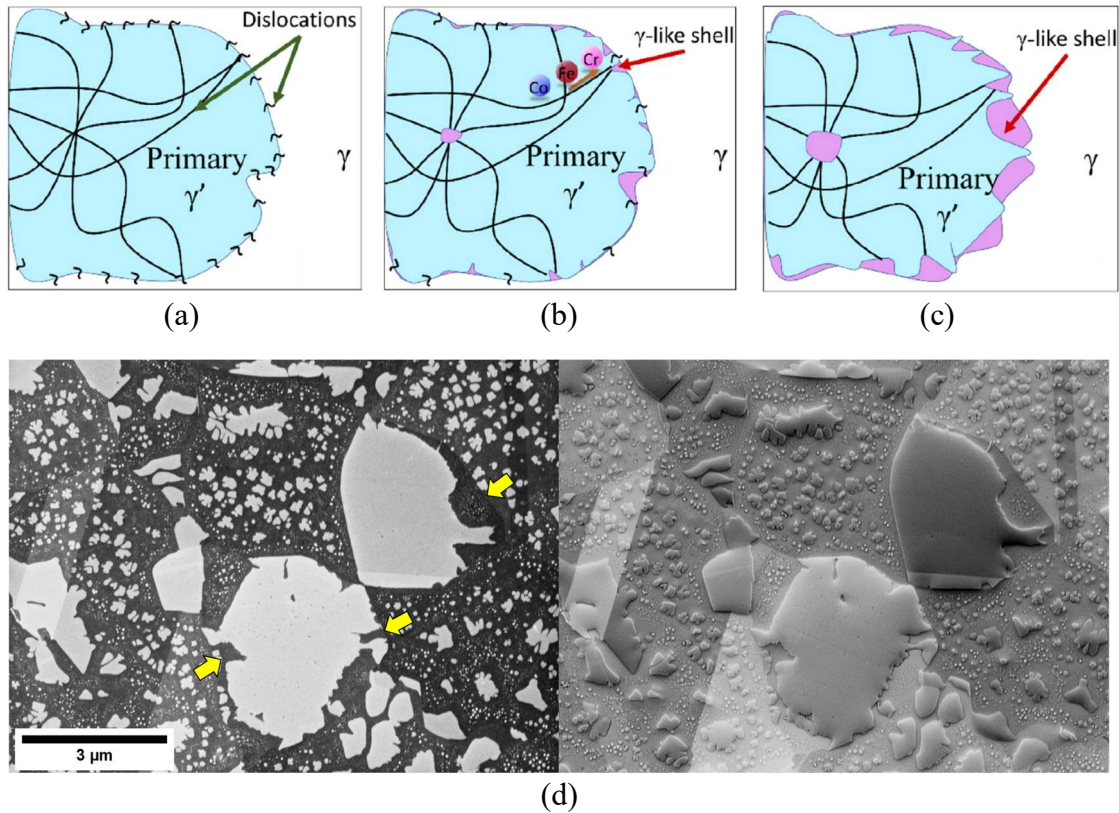


Figure 2-10 : a-c) Schéma illustrant la croissance accélérée de la phase « γ -like » métastable par la présence de dislocations à l'intérieur des précipités γ' primaires et à l'interface γ - γ' . b) Le point de croisement de plusieurs dislocations constitue un site préférentiel pour la germination de la phase γ -like, du fait de la diffusion des éléments γ -gènes plus rapide sur les dislocations. c) Au *cours* d'un refroidissement lent, la phase métastable γ -like continue de croître par apport des éléments tels que Cr, Co et Fe le long des dislocations. Image adaptée de [51]. d) Micrographies MEB-In Lens et MEB-SE d'un échantillon d'alliage René 65 refroidi à 4 °C/min à partir de 1050 °C, qui illustrent la phase « γ -like » autour des précipités γ' primaires.

2.2.2 Dissolution

Lorsque la température augmente et approche de la température de solvus, la fraction volumique de phase γ' à l'équilibre diminue progressivement (**Figure 2-11**) obtenue par calculs ThermoCalc) [54]. Selon ces calculs ThermoCalc, la température de solvus de la phase γ' -serait de 1093 °C pour l'alliage René 65.

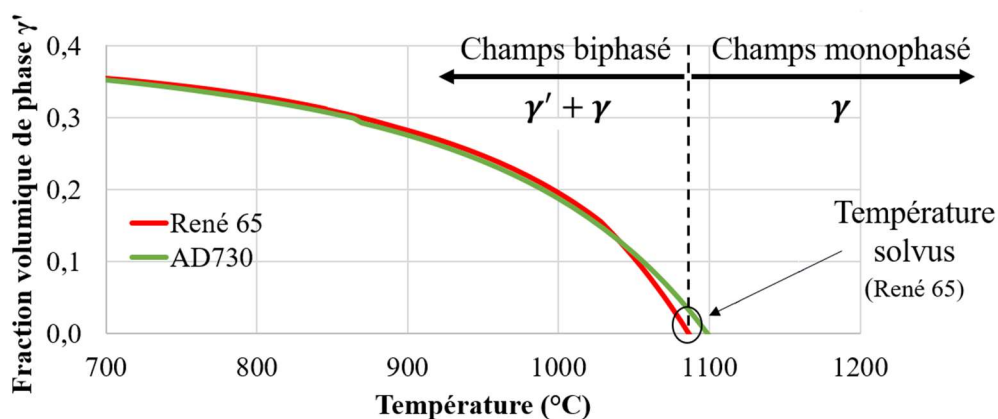


Figure 2-11 : Fraction volumique de phase γ' à l'équilibre thermodynamique dans les alliages René 65 et AD730TM, en fonction de la température. Calculs réalisés par Safran avec le logiciel ThermoCalc et la base TCNI9.

Grosdidier et al. [39,55] ont observé que la dissolution de la phase γ' dans un alliage à forte fraction volumique (70%) de précipités cuboïdaux cohérents se fait par une sélection des précipités qui seront d'abord dissous et non par un amincissement continu de chaque précipité d'une même population γ' . Dans une microstructure, il y avait certaines zones où les précipités s'étaient déjà dissous ou étaient en train de se dissoudre, tandis que dans d'autres régions, il y avait des précipités stables alignés le long de la direction $\langle 001 \rangle$ (**Figure 2-12a**). Après une analyse MET des précipités cubiques alignés, il a été constaté qu'il n'y avait aucun signe de dislocations à l'interface γ/γ' , c'est-à-dire que ces précipités présentaient une forte cohérence avec la matrice. Selon Grosdidier et al., le mécanisme de dissolution des précipités γ' est fortement influencé par les distorsions élastiques locales, et le critère de sélection des précipités qui seront d'abord dissous est déterminé par les différences au niveau de désaccord de paramètres de mailles (*misfit* en anglais). Il semblerait que plus la cohérence des précipités est élevée, plus ces précipités seront résistants à la dissolution [39]. Cet effet de dissolution inhomogène décrit par Grosdidier et al. en 1994 dans les alliages AM1 et CMSX2 a été par la suite observé par d'autres auteurs dans les alliages Udimet® 720 [56] et MC2 [57]. En revanche, lorsque la cohérence a été perdue, par exemple par un réseau de dislocations interfaciale, le processus de dissolution est beaucoup plus continu et uniforme [55]. Dans ce cas les précipités incohérents sont beaucoup plus sphériques et leur dissolution résulte de mécanismes qui minimisent l'énergie interfaciale, contrôlés par la diffusion locale et la taille de chacun des précipités (**Figure 2-12b**).

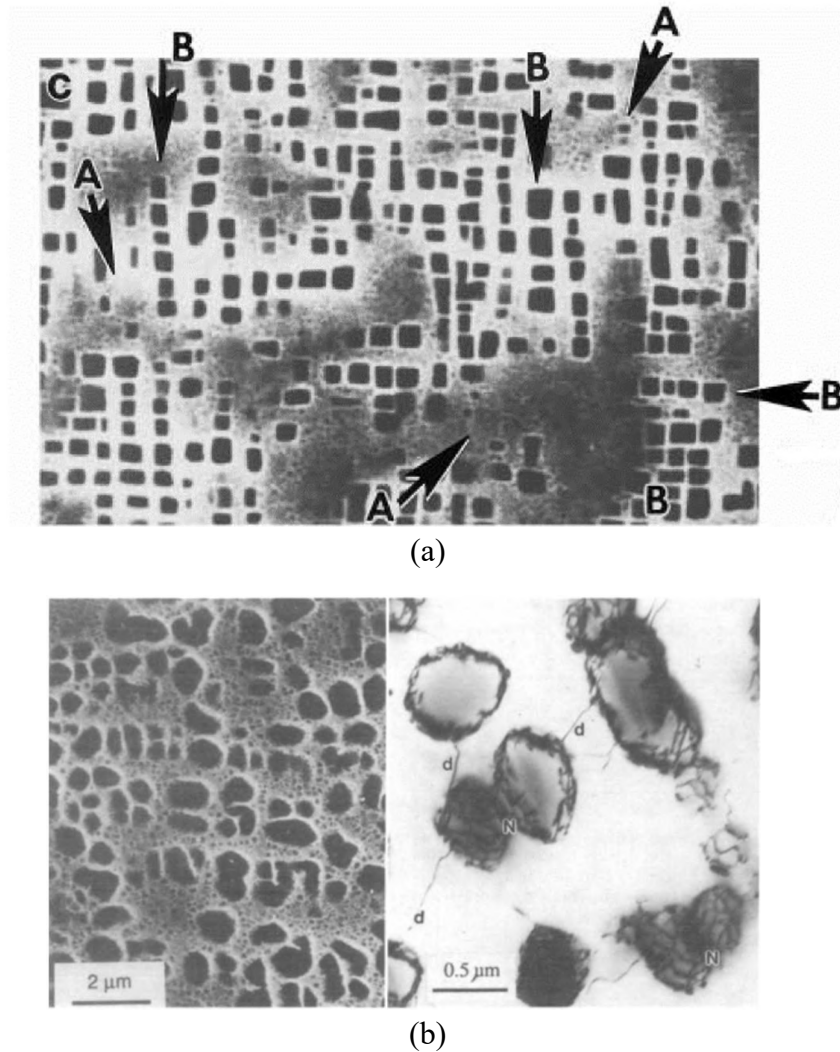


Figure 2-12 : a) Micrographies après traitement thermique à vitesse de chauffage de $0,16 \text{ }^\circ\text{C/s}$ jusqu'à $1255 \text{ }^\circ\text{C}$, suivi d'un traitement isotherme de 80 min toujours à $1255 \text{ }^\circ\text{C}$ et interrompu par une trempé à l'hélium. Les flèches A représentent des régions en cours de dissolution et les zones B pointent vers les précipités cubiques stables alignés sur la direction $\langle 001 \rangle$. Image adaptée de [39]. b) Micrographies obtenues après compression à $1220 \text{ }^\circ\text{C}$, vitesse de déformation de $1,3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et niveau de déformation jusqu'à 3% de l'alliage CMSX2. Images adaptées de [55].

Les différentes populations de précipités γ' (i.e. γ'_{I} , γ'_{II} et γ'_{III}) se dissolvent progressivement lorsque la température augmente. Masoumi et al. [58] ont identifié par analyse thermique différentielle (DTA) les pics de dissolution des différentes classes de précipités pour l'alliage AD730TM en fonction de la température (**Figure 2-13**). Le pic A représente la dissolution des précipités γ' tertiaires à $615 \text{ }^\circ\text{C}$, le pic B celle des γ' secondaires à environ $800 \text{ }^\circ\text{C}$ et le pic C la dissolution des γ' primaires à environ $1107 \text{ }^\circ\text{C}$. Par conséquent, les températures de dissolution des précipités γ' primaires, secondaires et tertiaires de l'alliage AD730TM ont par ailleurs été déterminées expérimentalement à 1110

°C, 800 °C et 615 °C respectivement, pour une vitesse de chauffage de 1°C/s. La température de dissolution des γ' ultrafins et fins est inférieure à celle des précipités primaires, plus grossiers et plus difficiles à dissoudre. Cette difficulté à dissoudre s'exprime par l'augmentation de l'énergie d'activation nécessaire pour que le mécanisme se produise (de 204 kJ/mol à 273 kJ/mol). Ce résultat met en évidence le fort impact de la taille des précipités γ' sur le mécanisme et la cinétique de dissolution, également observé par [59].

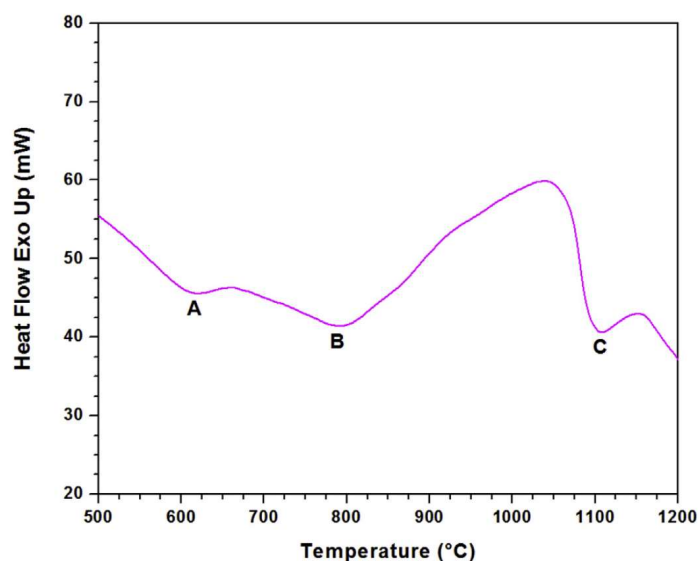


Figure 2-13 : Courbe d'analyse thermique différentielle qui présente les pics de dissolution des précipités γ' tertiaires (pic A), secondaires (pic B) et primaires (pic C) de l'alliage AD730™. Vitesse de chauffage à 1°C/s. Image tirée de [58].

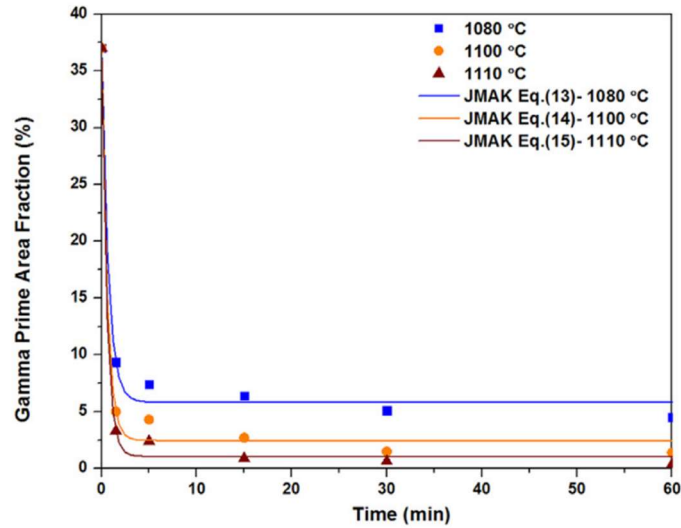
L'évolution microstructurale pendant les traitements isothermes et non-isothermes (i.e. l'effet des vitesses de chauffage et de refroidissement) dans les superalliages de Ni a été largement étudiée à l'aide de moyens expérimentaux et de simulation [14,55,59–61]. Savoir quand, à quelle température et à quel moment, les précipités durcissants vont se dissoudre est essentiel pour le contrôle microstructural et de propriétés mécaniques des superalliages de Ni. Les deux sous-sections suivantes présentent certaines études qui portent sur la modélisation des cinétiques de dissolution dans des conditions isothermes et non-isothermes pour cette classe de matériau.

2.2.2.1 Modélisation de la cinétique de dissolution γ' en conditions isothermes

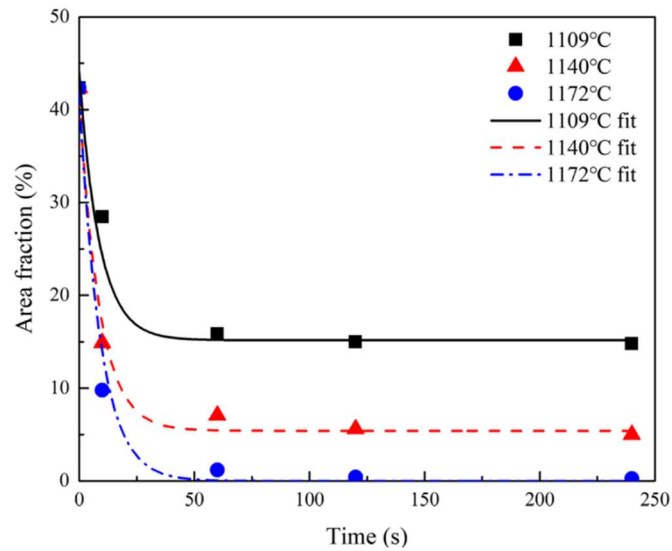
Dans leur étude sur la cinétique de dissolution de la phase γ' en conditions isothermes, Masoumi et al. [58] ont également établi, sur la base du modèle JMAK [24], une équation décrivant l'évolution de la fraction surfacique en fonction du temps :

$$f_{s,\gamma'} = f_{s_lim} + f_1 \exp\left(\frac{-t}{t_1}\right) \quad (2.5)$$

Les termes t_1 et f_1 sont des constantes qui dépendent respectivement du temps et de la température, où f_1 correspond à la différence entre la fraction surfacique initiale et la fraction à l'équilibre, et le terme f_{s_lim} représente la fraction surfacique de précipités γ' à l'équilibre. L'équation 2.5 a été appliquée pour trois températures et comparée aux fractions de phase γ' obtenues expérimentalement (**Figure 2-14a**). Par la suite Huang et al. [59], dans leur étude pour le superalliage de métallurgie de poudres FGH98 (**Figure 2-14b**), ont également utilisé l'équation 2.5 pour décrire les cinétiques de dissolution mesurées expérimentalement. Dans les deux cas, la cinétique de dissolution est très rapide dès les premières secondes de traitement thermique, puis ralentit et atteint un plateau correspondant la fraction de phase γ' à l'équilibre thermodynamique à la température considérée. En 90 sec, la fraction totale de phase γ' initialement à 37% pour l'alliage AD730™ (des précipités γ'_{I} , γ'_{II} et γ'_{III}) passe à 8% à $T = 1080$ °C, 5% à $T = 1100$ °C et 3,3% à $T = 1110$ °C. Pour l'alliage FGH98, qui avait initialement 43% de phase γ' , il en reste une fraction d'environ 1% après 1 min à 1172 °C. Le **Tableau 2-1** regroupe les coefficients f_1 et t_1 de l'équation 2.5 obtenus expérimentalement par [58,59]



(a)



(b)

Figure 2-14 : Fraction surfacique totale de précipites γ' (i.e. γ'_{I} , γ'_{II} et γ'_{III}) en fonction du temps pour trois températures a) pour l'alliage AD730™ (Image tirée de [58]) et b) pour l'alliage FGH98 (Image tirée de [59]).

Tableau 2-1 : Coefficients f_1 et t_1 de l'équation 2.5 obtenus expérimentalement pour les alliages AD730™ et FGH98.

Température (°C)	f_1	t_1	Référence / alliage
1080	31,16	0,69	[58] / AD730™
1100	34,53	0,57	
1110	35,92	0,54	
1109	28,88	8,69	[59] / FGH98
1140	35,98	8,83	
1172	41,77	9,12	

Monajati et al. [56] ont étudié l'évolution de la taille et fraction volumique des précipités γ'_I à différents temps en isotherme et températures pour l'alliage Udimet 720Li. Une augmentation de la taille moyenne des précipités γ'_I accompagnée d'une diminution de la fraction volumique a été observée lorsque le temps et la température augmentent, jusqu'à la T_{solvus} . La température a eu un effet plus significatif que le temps de maintien sur les évolutions, étant considérée comme le paramètre le plus efficace pour la dissolution des précipités [56]. Ce résultat est attendu car c'est la température qui fixe la fraction d'équilibre et donc la force motrice pour la transformation. Par ailleurs, dans le cadre de la dissolution, une température plus haute conduit à une fraction d'équilibre plus faible, et donc une force motrice plus élevée.

Une forte dépendance de la fraction volumique et de la distribution de taille initiales des précipités γ' sur la cinétique de dissolution a été observée par Wang et al. [61], à partir de simulations de champs de phase 3D par le modèle KKS (Kim-Kim-Suzuki) [62–64] sur un alliage Ni-Al. La distribution de taille uniforme (i.e. tous les précipités avec exactement la même taille) présente la cinétique de dissolution la plus rapide, en termes d'évolution de la fraction volumique et de taille moyenne. La distribution bimodale en revanche, mène à la cinétique la plus lente parmi toutes les distributions analysées.

2.2.2.2 Modélisation de la cinétique de dissolution de la phase γ' en conditions non-isothermes

Quelques études portent sur l'influence de la vitesse de chauffage sur la cinétique de dissolution [65–68]. De manière générale, ces études ont observé que les températures de début de dissolution et de dissolution complète des précipités γ' augmentent avec la vitesse de chauffage. Hormis la vitesse de chauffage, la taille initiale des précipités γ' secondaires a également été identifiée comme un paramètre important pour l'initiation de la dissolution de la phase γ' [65]. Plus la taille de précipités γ'_{II} est importante, plus le début de la dissolution est retardé (i.e. observé à plus haute température). En conséquence d'un chauffage à haute vitesse et hors équilibre, il est possible d'observer des précipités qui persistent à des températures bien supérieures à T_{solvus} [66].

Un modèle phénoménologique de dissolution qui prend en compte les chemins thermiques de courte durée à haute température (i.e. les vitesses de chauffage et de refroidissement) a été établi par Cormier et al. [57]. Une approximation du chemin

thermique « chauffage + temps en isotherme + refroidissement » a été faite pour une température T_m , qui représente le T en isotherme, plus un temps t_{equ} , qui symbolise la somme des temps de chauffage, de refroidissement et en isotherme (**Figure 2-15**). Pour des traitements thermiques où le temps de maintien à T_m est suffisamment long (i.e. $\left| \frac{T-T_m}{T_m} \right| \ll 1$) par rapport à la durée des rampes de chauffage et de refroidissement, l'équation 2.6 est capable d'estimer avec précision le temps t_{equ} , où \dot{T}_h , \dot{T}_c , t_m , Q et R sont, respectivement, les vitesses de chauffage et de refroidissement, le temps de maintien en isotherme, l'énergie d'activation et la constante des gaz parfaits ($R = 8,314 \text{ J/K.mol}$). Une fois que t_{equ} est connu, il est possible de déterminer la fraction surfacique des précipités γ' en fonction du temps pour une température T donnée, en appliquant la relation de l'équation 2.6 dans le terme t de l'équation 2.5. Le modèle établi par Cormier et al. [57] permet donc d'estimer la fraction de précipités γ' pour diverses conditions non-isothermes dans la plage de température où la dissolution de phase γ' se produit.

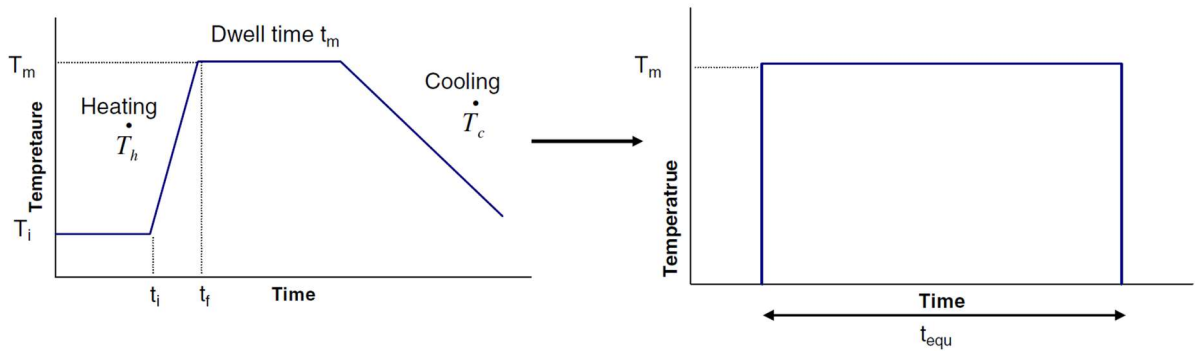


Figure 2-15 : Équivalence entre un chemin traditionnel - composé d'une rampe de chauffage, d'un régime à température constante et d'une rampe de refroidissement (figure de gauche) - par un cycle thermique à une température T_m et un temps total t_{equ} .

$$t_{equ} = \frac{T_m^2 R}{Q} \left(\frac{1}{\dot{T}_h} + \frac{1}{\dot{T}_c} \right) + t_m \quad (2.6)$$

2.2.2.3 Dissolution de précipités γ' accélérée par la présence de dislocations

La densité de dislocations a un fort impact sur la cinétique de dissolution des précipités γ' dans les microstructures γ - γ' . Des essais de fluage à 1200 °C et 1250 °C sur l'alliage CMSX-4 ont été réalisés avant les essais de dissolution. Giraud et al. [69] ont vu que plus le niveau de déformation plastique augmente, plus la cinétique de dissolution γ'

est importante. Une cinétique de dissolution 5 fois plus rapide pour des échantillons extrudés a été observé par Semiatin et al. [70] dans l'alliage LSHR, en comparaison à une microstructure à gros grains ($\sim 15 \mu\text{m}$) et gros précipités γ' ($\sim 2 \mu\text{m}$) (**Figure 2-16**). Les auteurs attribuent cette cinétique de dissolution accélérée à l'effet de la densité de dislocations restante de l'opération d'extrusion, via le mécanisme de pipe diffusion. La taille initiale de précipités γ' plus petite ($1.6 \mu\text{m}$) dans l'échantillon extrudé pourrait aussi contribuer à la cinétique de dissolution plus rapide.

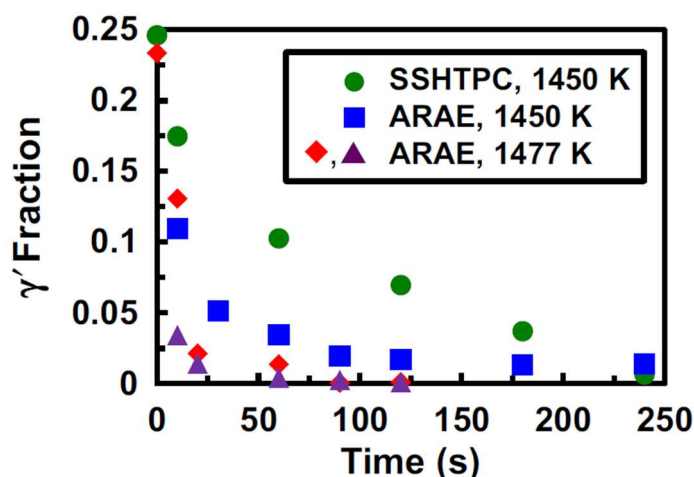


Figure 2-16 : Fraction de la phase γ' en fonction du temps pour l'alliage LSHR. Le terme « SSHTPC » correspond à deux traitements thermiques, super-solvus et sub-solvus, qui ont produit une microstructure de grains grossiers ($\sim 15 \mu\text{m}$) et précipités intragranulaires de $\sim 2 \mu\text{m}$ de diamètre moyen. Le terme « ARAE » vient de l'expression *As-Received As-Extruded* en anglais, et correspond au matériau déformé. Les températures « 1450 K » et « 1477 K » (i.e. 1177°C et 1204°C) correspondent aux températures super-solvus appliqués lors du traitement de dissolution. Le diamètre initial des précipités γ' dans l'échantillon « ARAE » (i.e. avant les essais de dissolution) est de $1.6 \mu\text{m}$.

2.2.3 Évolutions des précipités après vieillissement de longue durée

Une configuration de précipités fins dispersés dans la matrice n'est pas à l'équilibre thermodynamique car une grande énergie interfaciale γ est associée. Le matériau, en retour, cherchera à minimiser cette énergie au cours du vieillissement. Les deux mécanismes principaux responsables de la réduction l'énergie interfaciale sont le mûrissement d'Ostwald (*Ostwald ripening* en anglais) et l'agglomération des précipités (*coalescence* en anglais). Ces deux mécanismes conduisent à une diminution de la densité des précipités (ou nombre par unité de volume) au cours du vieillissement sans modification de la fraction volumique totale, et partage la même force motrice qui est la

minimisation de l'énergie libre l'interfaciale [58,71]. À l'échelle macroscopique, l'ensemble des évolutions des précipités γ' lors d'un vieillissement, surtout l'augmentation de la taille, sont responsables d'une perte de propriétés mécaniques après longs temps de vieillissement [72,73]. La **Figure 2-17** illustre l'effet de la température et du temps de vieillissement, qui impactent directement la taille des précipités γ' , sur les propriétés en traction. Une légère augmentation du diamètre moyen \bar{d} des précipités γ'_{II} a conduit à une diminution de la résistance à la rupture (**Figure 2-17a**). Un abattement des propriétés mécaniques est également observé lorsque le temps de vieillissement augmente (**Figure 2-17b**). Plusieurs études sur le contrôle de la température et du temps de vieillissement ont été conduites [74–78] car la maîtrise de ces paramètres est cruciale pour éviter le survieillissement des précipités ainsi que pour obtenir des précipités de taille et de fraction volumique optimales.

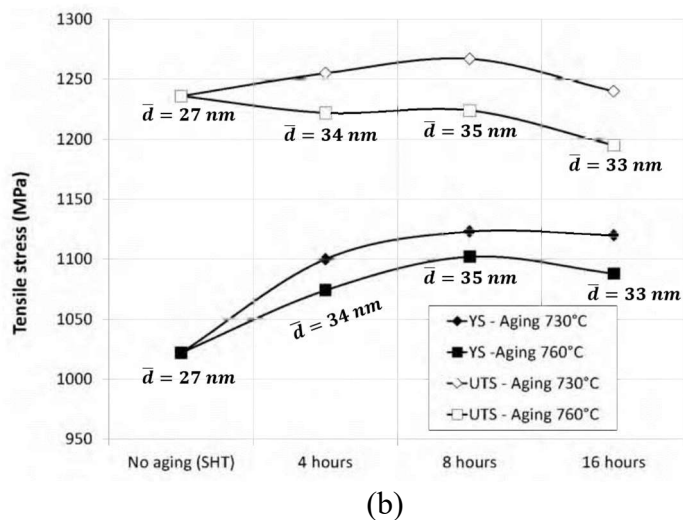
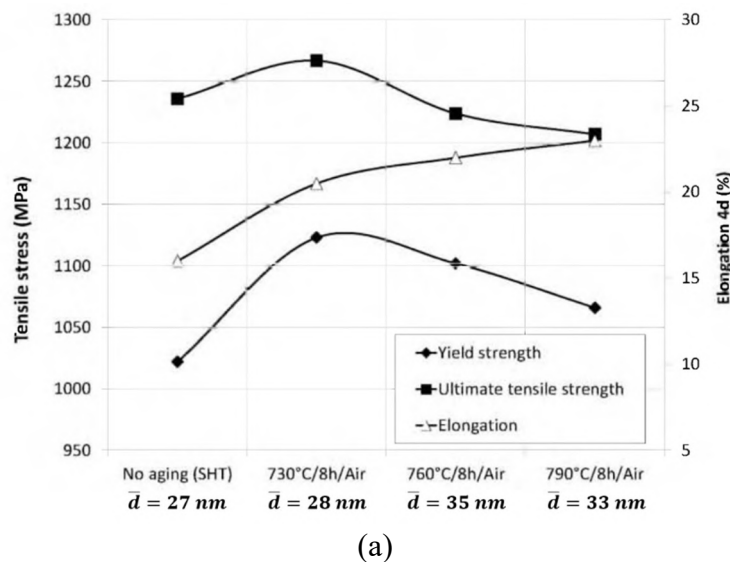


Figure 2-17 : Effet de la a) température et du b) temps de vieillissement sur les propriétés en traction à 700 °C pour l'alliage AD730™. Image adapté de [72,73]. Les vieillissements de la figure b) ont été faits à 730 °C et 760 °C à différents temps de vieillissement suivis par un refroidissement à l'air.

Le mûrissement des particules de seconde phase, également connue sous le nom de mûrissement d'Ostwald, est un mécanisme contrôlé par diffusion et responsable de l'évolution de la distribution de taille de précipités après traitements isothermes de longue durée à une température donnée. Le processus s'observe par le grossissement des plus grands précipités au détriment des plus petits. Il résulte de l'effet Gibbs-Thomson [79], c'est-à-dire de la diffusion des éléments γ' -gènes, des régions à forte courbure interfaciale (précipités de petite taille) vers les régions à faible courbure interfaciale (précipités de grande taille) [71,79]. La taille des précipités plus gros augmente au prix de la disparition des petits précipités qui ont un coût interfacial plus élevé. Par conséquent, lorsque le

matériau est exposé à haute température pour de longues durées de vieillissement, le système évolue vers des états où l'énergie d'interface est de plus en plus faible, ce qui produira une microstructure avec de moins en moins de précipités mais de taille croissante. Pour distinguer les précipités qui vont croître de ceux qui vont rétrécir jusqu'à dissolution complète, un critère de rayon critique R_c peut être établi (**Figure 2-18**) [80]. Les précipités qui ont $R > R_c$ vont croître au détriment des précipités qui possèdent un rayon $R < R_c$ [71,80,81].

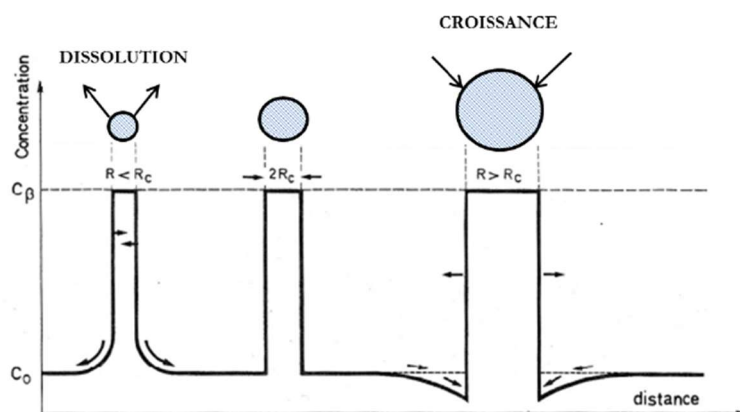


Figure 2-18 : Relation entre la taille de précipités (i.e. courbure interfaciale) et les évolutions de dissolution ($R < R_c$) et croissance ($R > R_c$) selon l'effet Gibbs-Thomson. Les termes R_c , C_0 et C_β correspondent au rayon critique, la concentration loin du précipité et la concentration des éléments γ' -gènes. Image tirée de [10].

Le mécanisme d'agglomération peut aussi être observé après de longues durées de vieillissement, il mène également à une réduction de l'énergie interfaciale [40,82,83]. Il consiste en un regroupement de deux précipités ou plus en un seul agglomérat de plus grande taille plus grossier. Il se produit à condition que les précipités soient suffisamment proches les uns des autres et que leur croissance réduise la distance qui les sépare initialement, comme illustré par la **Figure 2-19** Seret et al. [26] ont proposé un modèle d'évolution de la distribution de tailles de précipités qui prend en compte ce phénomène d'agglomération. L'agglomération, comme le mûrissement d'Ostwald, est un mécanisme diffusif produit par un processus de « *necking* », avec la formation d'un cou ou allongement d'un précipité vers l'autre. Mao et al.[83] après leurs simulations sur le mécanisme d'agglomération sur un alliage Ni(Al, Cr) ont constaté que le cou entre les précipités adjacents, qui se produit en grand nombre dans les étapes initiales de vieillissement (1 min à 550 °C), résulte de l'interaction des champs de diffusion lorsque

deux précipités γ' adjacents interagissent. Un chevauchement des champs de diffusion peut être observé lorsque les profils de concentration observés aux interfaces sont des profils hors-équilibre, i.e. l'énergie libre interfaciale γ/γ' est supérieure à celle des précipités γ' totalement équilibrés. La formation d'un cou vise à réduire l'énergie de la région de chevauchement des champs de diffusion.

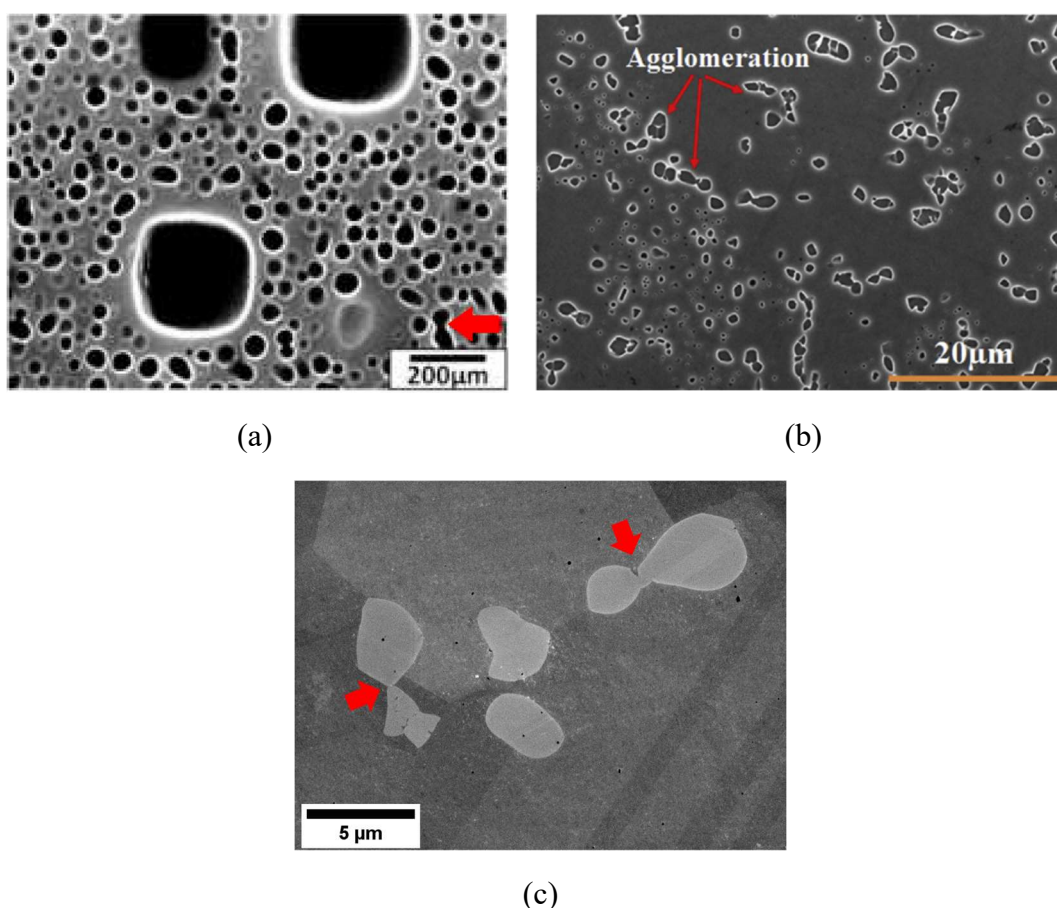


Figure 2-19 : Micrographies illustrant le mécanisme de coalescence sur les superalliages AD730™ et René 65. a) Échantillon après vieillissement pendant 429h à 750 °C, alliage AD730™. Image tirée de [82]. b) microstructure après traitement thermique à 1080 °C pendant 15 min, alliage AD730™. Image tirée de [58]. c) Micrographie de l'alliage René 65 après 4h de traitement thermique à 1090 °C.

Certains travaux ont observé les mécanismes de murissement et d'agglomération apparaissent de façon concomitante au cours du vieillissement [82] et qu'ils se produisent aussi pendant le processus de dissolution, avant la dissolution complète des précipités [58]. Enfin, le mécanisme d'agglomération apparaît comme le mécanisme prédominant

lors du vieillissement de l'alliage AD730™, observé par Masoumi et al. [58] après vieillissements de 1080 °C à 1110 °C.

2.2.3.1 Modélisation de la cinétique de mûrissement de la phase γ'

Le mécanisme de mûrissement a été décrit qualitativement en 1901 par W. Ostwald. Cependant, la plus grande avancée dans la théorie a été faite par Lifshitz, Slyozov et Wagner (LSW) en 1961, lorsque ces auteurs ont pu établir un modèle qui décrit quantitativement la cinétique de coalescence des précipités. Le modèle met en relation le rayon moyen d'une population de précipités \bar{r} avec le temps de vieillissement t :

$$\bar{r}^3 - \bar{r}_0^3 = kt \quad (2.7)$$

\bar{r}_0 correspond au rayon moyen initial des particules de seconde phase et le paramètre k traduit la cinétique de mûrissement. Le paramètre k dépend de l'énergie à l'interface γ/γ' et du désaccord des paramètres de maille entre les deux phases, en plus de la température de vieillissement [17]. Le modèle LSW est largement employé, sous sa forme classique ou des formes adaptées, pour décrire l'évolution des précipités dans différents alliages [78,84,85]. Masoumi et al. [58] introduit l'idée selon laquelle la variable k dans l'équation 2.7 représente la somme de deux termes relatifs au mûrissement d'Ostwald k_{LSW} et au mécanisme d'agglomération k_{agg} :

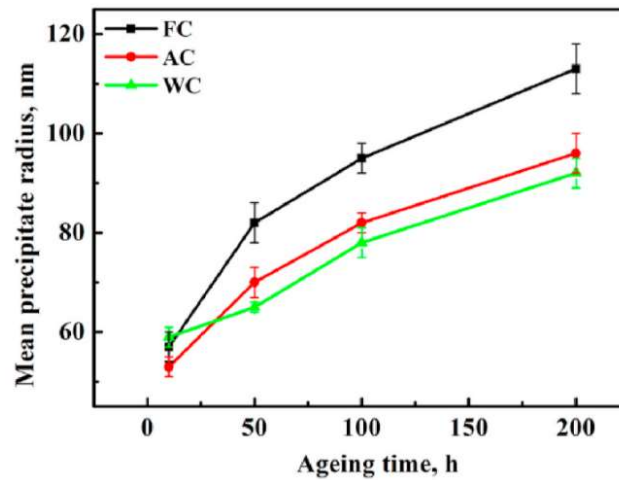
$$k = k_{LSW} + k_{agg} \quad (2.8)$$

Cette nouvelle interprétation de k suppose que les deux mécanismes induisent chacun une évolution de la taille moyenne des précipités γ' qui se décrit par une loi de même type. À partir de ces éléments, les auteurs ont pu définir une équation qui décrit l'évolution de la taille du précipité γ' en fonction du temps pour l'alliage AD730™, calibrée à partir de données expérimentales pour une plage de températures de 1080 °C à 1110 °C :

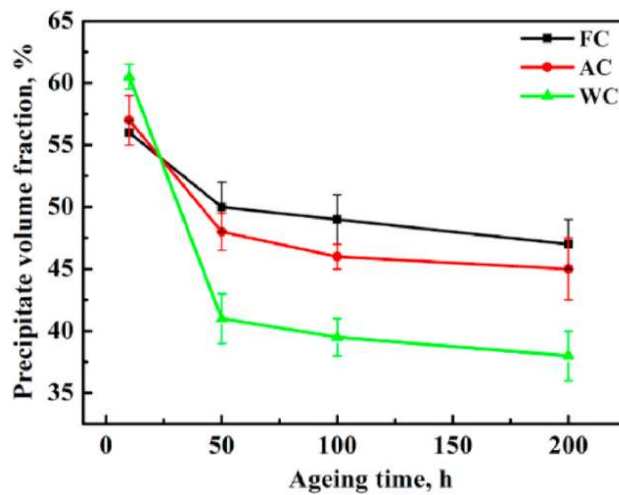
$$\bar{r}^3 - \bar{r}_0^3 = \frac{1.53 \times 10^{-11} k(f_v)}{T} \exp\left(\frac{-273000}{RT}\right) t \quad (2.9)$$

Où T , f_v et R représentent la température, la fraction volumique et la constante des gaz parfaits ($R = 8,314 \text{ J/K mol}$).

Mrozowski et al.[82] ont constaté que la cinétique de mûrissement augmentait lorsqu'on introduisait un cycle de déformation (par des essais de fatigue) lors du vieillissement de l'alliage AD730™ à 750 °C. Plus le niveau de déformation ou la vitesse de déformation appliquée est élevée, plus la cinétique de mûrissement est importante. Selon Mrozowski et al., la déformation facilite la diffusion des éléments γ' -gènes, par l'augmentation de la densité de lacunes et par la présence des dislocations qui peuvent agir comme chemins de diffusion des éléments γ' -gènes. Récemment une étude conduite par Chu et al. [77] a montré le fort impact de l'état de précipitation γ' (i. e. taille moyenne et densité de précipités) sur la cinétique de mûrissement, pour un superalliage Co-Ni vieillis à 900 °C. La microstructure avec précipitation γ' fine et dense, formée lors d'un refroidissement rapide à 240 °C/s post-mise en solution (courbe verte sur la **Figure 2-20**), a montré une cinétique de coalescence plus rapide que la microstructure avec des précipités γ' grossiers et en faible densité, formés lors d'un refroidissement lent à 0,1°C/s après mise en solution (courbe noire sur la **Figure 2-20**). Ce résultat est logique dans la mesure où la force motrice (liée à la réduction de l'énergie interfaciale) est nécessairement plus élevée dans le cas où les précipités sont plus fins.



(a)



(b)

Figure 2-20 : Évolution du rayon moyen et de la fraction volumique des précipités γ' - $Co_3(Al, W)$ en fonction du temps de vieillissement d'un superalliage Co-Ni à 900 °C. La ligne FC (en noir) correspond au refroidissement dans le four (0,1 °C/s), la ligne AC (en rouge) représente un refroidissement à l'air (60 °C/s) et la ligne WC (en vert) à une trempe à l'eau (240 °C/s). Images tirées de [77].

2.2.4 Interactions entre les précipités γ' et une interface mobile

Contrairement aux mécanismes présentés ci-dessus qui se produisent de manière intragranulaires, cette section décrit les évolutions des précipités γ' causées par l'interaction avec une interface mobile. L'interface en mouvement peut être un joint de grains ou un front de recristallisation, avec laquelle les particules de seconde phase interagissent et cette interaction impacte fortement la microstructure et l'état de précipitation.

Dans un agrégat polycristallin, le joint de grains est défini comme un défaut bidimensionnel constituant l'interface entre des cristaux d'orientation cristalline différente. Cette interface peut se déplacer sous l'effet des forces capillaires qui vise à minimiser l'énergie interfaciale du système, évolution appelée de croissance des grains (*Grain Growth*, GG en anglais). La section suivante parlera spécifiquement de l'interaction entre la croissance de grains et les précipités γ' , mécanisme dénommé ancrage Smith-Zener. Dans un matériau écroui, donc avec une énergie stockée élevée du fait de la présence de défauts (principalement des dislocations,) plusieurs mécanismes thermiquement activés peuvent se mettre en place pour consommer l'énergie stockée et que le matériau retourne à un état de plus faible énergie. La restauration est le phénomène par lequel les dislocations peuvent s'annihiler et s'arranger pour former des sous-structures ou parois de dislocations intergranulaires, voire même des germes de recristallisation [86]. La recristallisation quant à elle se traduit par la formation de nouveaux grains qui remplacent la matrice écrouie.

La recristallisation peut se produire en régime statique (c'est-à-dire au cours d'un traitement thermique appliqué à un matériau préalablement déformé), en régime dynamique (i.e. pendant la déformation à chaud) ou en régime post-dynamique (i.e. juste après la déformation à chaud). La recristallisation peut par ailleurs être un processus discontinu (formation de germes puis croissance par migration de l'interface délimitant la partie recristallisée et la partie écrouie, ou front de recristallisation) ou un processus continu (par restauration poussée, les cellules de restauration se transformant progressivement en grains recristallisés à mesure que leur désorientation augmente). Dans les superalliages base nickel polycristallin, la recristallisation dynamique est le plus souvent discontinue, avec un front de recristallisation bien défini. Le front de recristallisation est donc l'interface entre un grain recristallisé et un grain écroui, la force motrice pour sa migration est la consommation de l'énergie stockée. C'est son mouvement vers les régions écrouies qui induit la croissance des grains recristallisés.

2.2.4.1 L'ancrage de Smith-Zener

Les précipités γ' dans les microstructures γ - γ' ont un rôle important pour contrôler la taille de grains qui impacte directement les propriétés mécaniques. Le phénomène est connu sous le nom d'ancrage de Smith-Zener (*Smith-Zener pinning* en anglais) : les

particules de seconde phase de rayon r et fraction volumique f sont capables de gêner puis bloquer les joints des grains. L'ensemble des hypothèses considérées par Zener sont exposées par Manohar et al. [87] et la **Figure 2-21** présente le schéma de l'interaction particule-joint de grains.

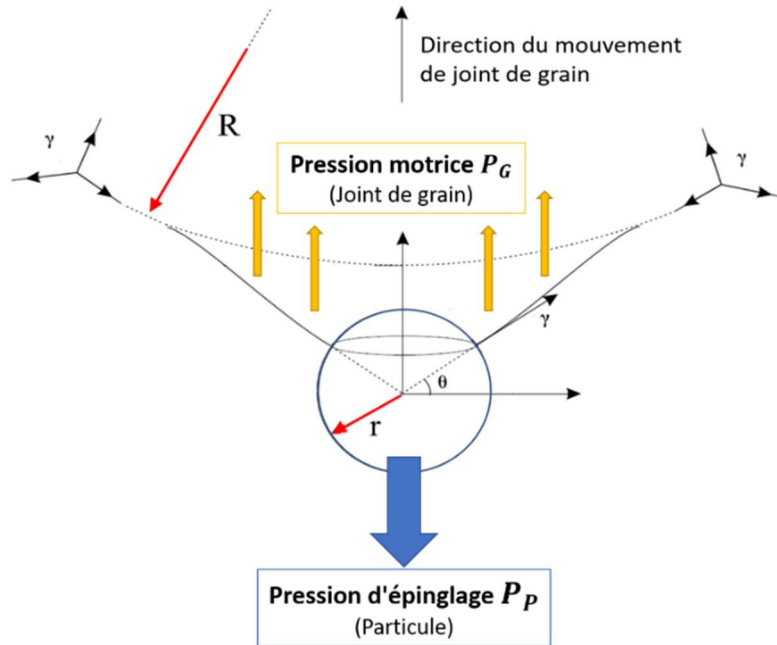


Figure 2-21 : Schéma de l'interaction d'une particule de seconde phase sphérique avec le joint de grain. Image adaptée de [88].

Les pressions motrice P_G et pression d'épinglage P_P s'expriment, en moyenne sur toute la microstructure, comme suit :

$$P_G = \frac{2\gamma}{\bar{R}} \quad (2.10)$$

$$P_P = \frac{3\gamma f}{2\bar{r}} \quad (2.11)$$

Où γ représente l'énergie du joint de grains, \bar{R} est la taille de grains moyenne, \bar{r} représente le rayon moyen des particules qui interagissent avec le joint de grains et f est leur fraction volumique.

La croissance de grains (due à la courbure des joint de grains, en l'absence d'énergie stockée) est inhibée lorsque la pression motrice pour la croissance des grains est

contrebalancée par la pression d'épinglage exercée par les particules sur les joints [87]. Une taille de grains limite est alors atteinte qui s'exprime [87,89,90] :

$$\bar{R}^* = 4\bar{r}/3f \quad (2.12)$$

Certaines hypothèses ont été considérées par Smith et Zener pour l'établissement de l'équation 2.12 [82] :

- Les grains et les particules sont sphériques ;
- Toutes les particules sont incohérentes, de même taille et distribuées de manière aléatoire ;
- Les particules interagissent avec un seul joint de grain ;
- Considéré la tension interfaciale entre les grains (γ de la Figure 2-21) mais pas la tension entre les grains et les particules ;
- Une forme précise de l'interface particule-joint de grains n'a pas été prise en compte.

La relation 2.12, dérivée du modèle original proposé par Smith-Zener en 1948, a ensuite été généralisée sous la forme :

$$\bar{R} = K \frac{\bar{r}}{f^m} \quad (2.13)$$

où K et m sont des coefficients qui dépendent des hypothèses considérées ou des variables d'ajustement du modèle à des données expérimentales. En pratique, l'identification de ces paramètres à partir de données expérimentales permet de prendre en compte des effets qui ne sont pas considérés dans les hypothèses de base du modèle, par exemple la nature de l'interface, la forme, la distribution spatiale des particules ou encore des effets liés un rapport de taille élevé entre les particules et les grains ou une fraction volumique de seconde phase élevée [86].

Il est à noter que le modèle de Smith-Zener ne s'applique que si le matériau n'a pas d'énergie stockée, la pression motrice considérée dans l'équation 2.10 étant simplement celle associée à la courbure moyenne des joints de grains. En régime de recristallisation, pilotée par la consommation d'énergie stockée, la force motrice du front de recristallisation (P_{G_e}) est supérieure à la force motrice de la croissance des grains par capillarité (P_{G_c}) et la pression d'épinglage (P_p) de particules de seconde phase [91,92].

Agnoli [93] a estimé les ordres de grandeurs de P_{G_e} , P_{G_c} et P_P , pour de l'alliage Inconel 718 (**Figure 2-22**). Par conséquent, pendant le processus de recristallisation où le niveau d'énergie stockée est non nul, les particules γ' ne peuvent pas toujours freiner le mouvement du front de recristallisation.

	Pressure [kPa]
Pinning [Eq.(1.5), $r=0.3 \mu\text{m}$, $f=3.6\%$]	-120
Capillarity [Eq.(2.15), $2R=6 \mu\text{m}$]	50
Stored energy [Eq.(2.16), $\Delta G_{AM}>0.5^\circ/1.3 \mu\text{m}$]	>70

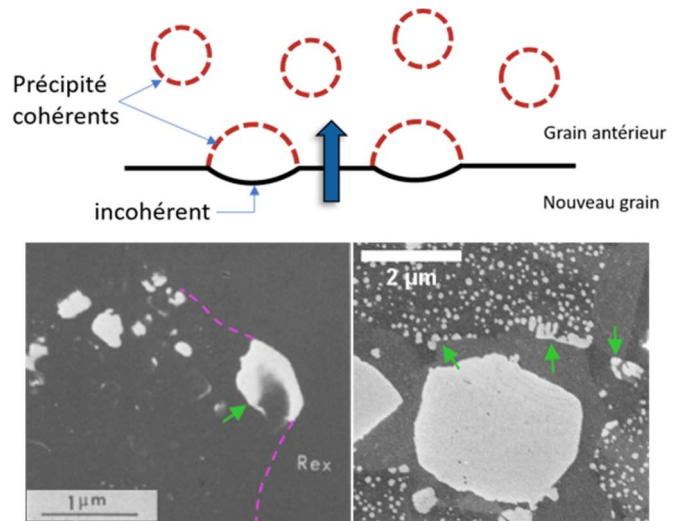
Figure 2-22 : Valeurs en ordre de grandeur des pressions motrices du front de recristallisation (P_{G_e} / *stored energy*), de la croissance des grains par capillarité (P_{G_c} / *capillarity*) et la pression d'épinglage (P_P / *pinning*). Valeurs obtenues des échantillons avec taille de grains ($\sim 10 \mu\text{m}$) et de la phase δ ($\sim 0.5 \mu\text{m}$) similaires mais des valeurs d'énergie stockée différentes (GOS de 0.9° et 1.2°). Image tirée de [93].

Une des considérations initiales de Smith-Zener est que les particules soient incohérentes, de morphologie sphérique et dispersées dans la matrice γ de manière aléatoire. L'interaction d'une particule cohérente avec le joint de grain a été analysée par Ashby et al. [94], montrant que les particules cohérentes sont deux fois plus efficaces que les particules incohérentes de même taille en gênant le mouvement d'un joint de grains. Ringer et al. [95] ont par ailleurs étudié l'effet de la morphologie des précipités sur l'ancrage de Smith-Zener et montré qu'un précipité cubique présente environ le double de la force d'ancrage par rapport à un précipité sphérique de même volume.

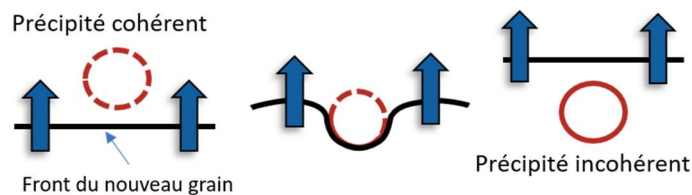
2.2.4.2 Changement de la cohérence et de la morphologie des précipités γ'

Les particules de seconde phase peuvent présenter des évolutions de morphologie et de cohérence avec la matrice en raison de leur interaction avec le joint de grain qui arrive à leur contact. Un précipité cohérent devient nécessairement incohérent d'un côté du joint. En conséquence, sa morphologie change pour assurer l'équilibre des tensions interfaciales, en produisant une augmentation du rayon de courbure du côté cohérent (**Figure 2-23a**). Un rayon de courbure plus grand favorise, par effet Gibbs-Thompson, la croissance du précipité au détriment de ses voisins cohérents, sphériques et de plus petit rayon de courbure plus petits. Ce mûrissement accéléré des précipités sur le joint augmente, à son tour, la pression d'épinglage exercée par les particules [86,96].

Si la pression motrice est suffisante (l'ancrege étant deux fois supérieur par rapport à celui exercé par une particule incohérente), l'interface mobile peut franchir une particule cohérente et cette dernière devient alors incohérente pour le grain dans lequel elle a été absorbée (**Figure 2-23b**) [96,97].



(a)



(b)

Figure 2-23 : Schémas et illustrations des mécanismes par lesquels les précipités γ' peuvent changer de morphologie et/ou d'orientation par interaction avec un joint de grain ou front de recristallisation. a) Ancrage par des précipités γ' cohérents (schéma inspirée par [86]). Micrographies illustrant le mécanisme : à gauche une micrographie d'un alliage de Ni fabriquée par métallurgie des poudres tirée de [96] ; à droite une micrographie de l'alliage René 65 de cette étude. b) Perte de cohérence par franchissement.

2.2.4.3 Dissolution et re-précipitation de la phase γ' après le passage d'un front de recristallisation

Un autre mécanisme de franchissement des précipités par un joint en mouvement, avec dissolution et re-précipitation des petits précipités, peut être déclenché. La dissolution des précipités de petite taille sur le front peut être justifiée par l'effet Gibbs-Thomson. Une petite particule incohérente sera moins stable que celle cohérente car, par

effet de Gibbs-Thomson, l'énergie interfaciale et la solubilité d'un précipité augmentent une fois qu'il passe de cohérent à incohérent [86,98].

Dans les années 1980, des auteurs ont observé expérimentalement la dissolution de petites particules cohérentes à proximité du joint de grain, notamment dans des superalliages base nickel [96–100]. Porter et al. [98] dans leur étude sur l'influence de la recristallisation sur la distribution des précipités γ' , ont observé deux variations du mécanisme de dissolution puis re-précipitation de la phase γ' . Pour des matériaux à faible fraction volumique de précipités γ' , une solubilité élevée provoque une dissolution complète de la phase γ' devant le joint mobile, suivie d'une re-précipitation continue à une certaine distance à l'arrière du front [97] (**Figure 2-24a**). En revanche, pour les matériaux à forte fraction volumique de précipités γ' , la re-précipitation de la phase γ' se produit de manière discontinue immédiatement derrière le front, formant des précipités de forme allongée caractéristique [96] (**Figure 2-24b**). Selon Porter et al., la dissolution d'une fraction élevée d'éléments γ' -gènes implique que l'interface devient rapidement sursaturée en solutés, et cette sursaturation est soulagée par la production de grosses particules γ' discontinues. De plus, la phase γ' une fois reprécipitée, de façon continue ou discontinue, sera cohérente avec le nouveau grain auquel elle appartient [86,99,100].

Plus récemment, Vernier [101,102] a identifié à l'intérieur de grains recristallisés dans des échantillons d'alliage AD730TM après déformation et mise en solution à 1070 °C, deux types de précipités appelés type C et type T, de morphologie rectangulaire sur les micrographies (**Figure 2-24c**). Les précipités de type T sont proches d'une relation de macle avec la matrice et les précipités de type C présentent une faible désorientation (de quelques degrés) avec la matrice. Ces précipités se forment par dissolution et re-précipitation sur le front de recristallisation dans le cas particulier où le grain recristallisé partage un axe $\langle 111 \rangle$ avec le grain écroui qu'il consomme, c'est-à-dire lorsque le front est un joint de torsion autour de la direction $\langle 111 \rangle$. Le processus de re-précipitation se fait en favorisant alors une orientation du précipité qui minimise l'énergie interfaciale avec chacun des deux grains, recristallisé et écroui : interfaces de faible désorientation avec les deux grains pour les précipités de type C ; faible désorientation et relation de macle pour les précipités de type T. La morphologie « rectangulaire » correspond en réalité à la section de cylindres plats délimités par des facettes étendues le long de plans $\{111\}$ [21,101], qui sont les plans de moindre énergie interfaciale. Il ne semble pas que

l'énergie élastique participe à la morphologie adoptée dans ce cas particulier, puisque celle-ci favoriserait la morphologie classique, cubique délimitée par des facettes $\{100\}$ [42].

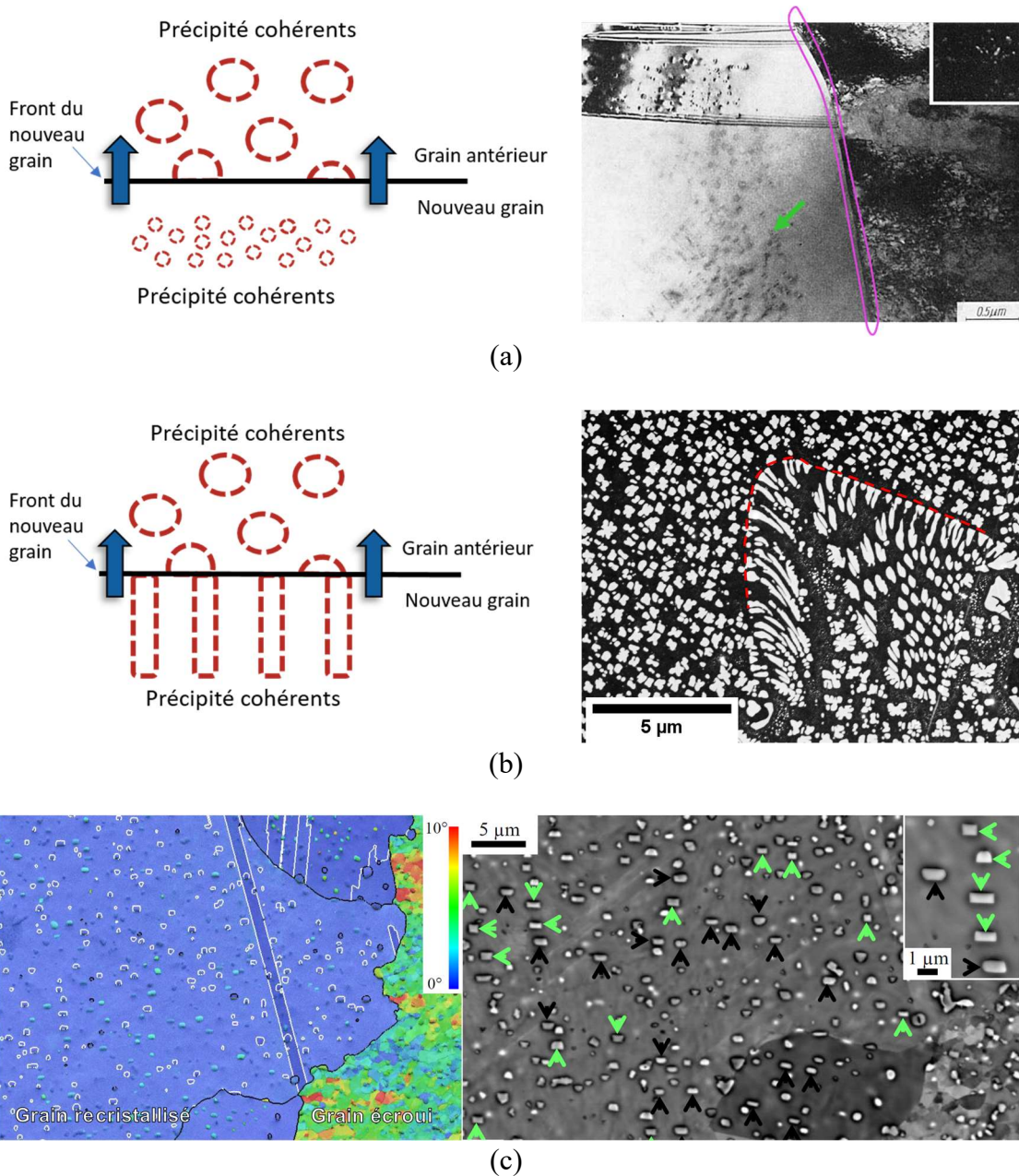


Figure 2-24 : Schémas et illustrations des mécanismes de dissolution et re-précipitation de la phase γ' après le passage d'un front de recrystallisation. a) Dissolution et re-précipitation continue. Image adaptée de [97]. b) Dissolution et re-précipitation discontinue. Micrographie d'un échantillon René 65 (état débouchure) traité thermiquement à 1090 °C pendant 4h puis refroidissement contrôlé de 4°C/min montrant des précipités de morphologie typique de la précipitation discontinue. Schémas (a, b) inspirées par [86]. c) Cartographie EBSD de désorientation par rapport la moyenne du grain sur l'alliage AD730™ et joints de macles tracés en blanc où la présence des précipités de type T et C sont observés. A droite une image BSE où les précipités type T sont signalés par des flèches vertes et de type C par des flèches noires [7].

2.3 Évolutions dynamiques de la phase γ'

On qualifie de dynamiques les évolutions microstructurales qui se produisent au cours de la déformation à chaud. Les travaux sur les opérations de forgeage à chaud des superalliages à base de Ni γ - γ' analysent principalement les phénomènes de recristallisation et leur impact sur la taille des grains [14,21,27,51,53,101,103–108]. Très peu des travaux [27,101,102,109–112] sont orientés vers les évolutions des précipités γ' pendant les opérations de forgeage, qui ont pourtant un grand impact sur la limite d'élasticité et la mise en forme de ces alliages, en plus d'influencer les mécanismes et la cinétique de recristallisation. Deux mécanismes majeurs d'évolution des précipités dans le régime dynamique seront introduits dans cette section : la Transformation de Phase Dynamique (*Dynamic Phase Transformation – DPT* en anglais) et la mise en radeaux (*rafting* en anglais).

2.3.1 Transformation de phase en dynamique - DPT

Dans la mesure où les phénomènes de DPT ont très peu été abordés dans la littérature pour les alliages de nickel, les travaux sur d'autres familles d'alliage seront considérés également dans cette section. Des transformations de phase au cours des étapes de déformation à chaud sont très fréquentes dans les aciers [113,114], les alliages de titane [115–117], d'aluminium [118–121], de magnésium [122], parmi d'autres. La température et le niveau de déformation sont des paramètres très sensibles pour la DPT, la fraction de phase formée dynamiquement augmentant avec l'augmentation chacun d'entre eux. La vitesse de déformation [123] et la microstructure initiale [117] ont également un impact sur la fraction et la morphologie de la phase formée dynamiquement ou des précipités.

Plusieurs travaux dans les alliages d'aluminium [118–121] portent sur la germination de précipités en régime dynamique. Huang et al.[119] ont observé une microstructure après déformation avec la présence de précipités à l'intérieur des sub-grains, dont la taille de précipités est associée au paramètre Z de l'équation Zener-Hollomon [124,125]. Pour une faible valeur de Z (i.e. échantillon déformé à 450 °C et 0,01/s), des précipités Al_3Zr de taille grossière sont observés (**Figure 2-25a**), et inversement une population de précipités fins (~ 10 nm) intragranulaires (**Figure 2-25b**) ont été constatés sur l'échantillon dont les conditions de déformation correspondent à une grande valeur de Z (i.e. déformé à 300 °C et 10/s). Les auteurs considèrent que la taille grossière dans le

cadre d'un Z petit est associée à une certaine précipitation statique pendant le préchauffage et lors de la stabilisation à la température de déformation relativement élevée (proche du solvus), que se traduit par une faible quantité de solute pour la précipitation dynamique (DPN). De plus, une faible vitesse de déformation permet la croissance des précipités pendant la déformation. À une vitesse de déformation de $10 /s$, la DPN est renforcée en raison d'une densité de dislocations plus importante, mais beaucoup moins de coalescence est observé car le temps de déformation est plus court.

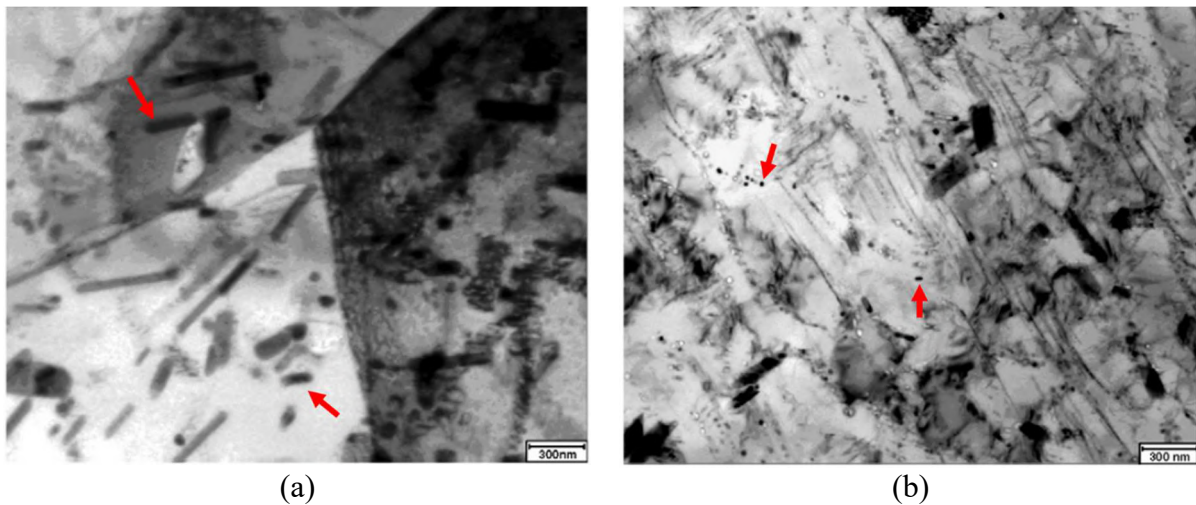


Figure 2-25 : Micrographies MET des échantillons après déformation a) à $450\text{ °C} | 0,01 /s$ et b) $300\text{ °C} | 10 /s$ pour l'alliage d'aluminium 2026. Images adaptées de [119].

Pour les alliages de titane, une augmentation de la fraction de phase β a été observée lors d'essais de compression à chaud à des températures bien inférieures à la température de β -transus (T_β) : $765\text{ °C} - 900\text{ °C}$ pour l'alliage de Ti pur (T_β de 915 °C) et $720\text{ °C} - 955\text{ °C}$ pour l'alliage commercial Ti-6Al-4V (T_β de 1015 °C) [113,115,126,127]. Lorsque la température de déformation augmente, tout en restant inférieure à T_β , la fraction volumique de phase β mesurée juste après la déformation augmente, pouvant atteindre 55% à 900 °C pour l'alliage de Ti pur (**Figure 2-26**). En revanche, les échantillons non déformés ont présenté aucune transformation de phase $\alpha \rightarrow \beta$ en fonction de la température. Pour une température donnée, plus le niveau de déformation est élevé (de 0 à 0,7), plus la fraction volumique de la phase β formée dynamiquement est importante. En outre, la plage optimale pour observer la DPT dans les alliages de titane a été signalée comme étant comprise entre des vitesses de déformation de $10^{-2} s^{-1}$ et $10^{-3} s^{-1}$ [123].

Parallèlement à la germination de la phase β , une coalescence dynamique de la phase α a été observée, sensible principalement à la vitesse de déformation [123].

L'influence de la microstructure avant déformation sur la DPT a été analysée par Ji et al. [117] dans un alliage Ti-6Al-4V, où les échantillons qui avaient des gros grains de phase α (GG) ont montré une transformation dynamique accélérée par rapport aux grains α fins (GF). Un essai de compression à 900 °C et une déformation de 1,2 a permis de transformer la microstructure en 100% de phase β pour l'échantillon à GG, tandis qu'une fraction volumique résiduelle de phase α a été trouvée dans l'échantillon GF, testé dans les mêmes conditions. Il convient toutefois de noter que certains articles étudiant les évolutions dynamiques lors de la déformation à chaud des alliages de Ti n'ont pas mentionné l'augmentation de la fraction β après déformation [128,129].

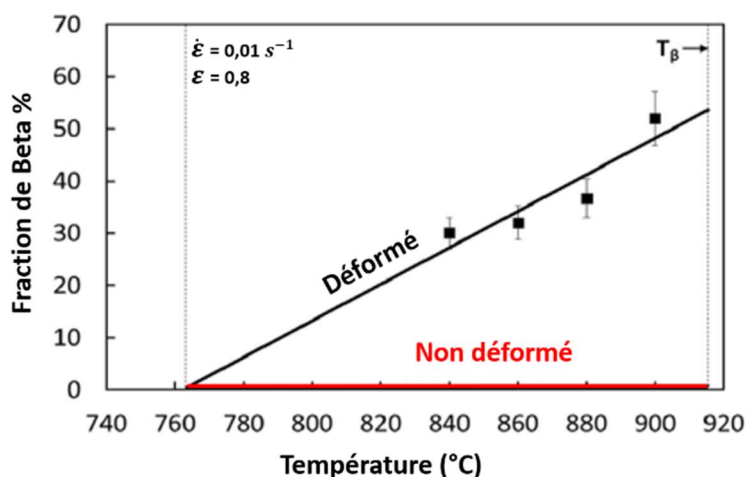


Figure 2-26 : Évolution de la fraction de la phase beta en fonction de la température pour l'alliage de Ti pur (grade 2) non déformé (courbe en rouge) et déformés en compression à $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$ et $\epsilon = 0,8$. Image adaptée de [115].

La précipitation dynamique, également appelée précipitation induite par la déformation [114], est l'une des formes possibles de la DPT. Ce mécanisme a été signalé dans le cas d'une déformation à haute température (> 800 °C) suivie d'une trempe à l'eau après des temps de maintien très courts (1s ou 10s) [110,114] ou dans le cas où un traitement thermique à haute température est suivi d'une déformation à plus basse température [109,122]. La microstructure caractéristique, observée dans les aciers, les alliages de Ni ou de Mg, qui ont subi une précipitation dynamique, est une précipitation intragranulaire dense et ultrafine de morphologie sphérique [109,110,114,122] et, près

des joints de grains (GB), soit une large zone GB avec des précipités grossiers (par exemple, les précipités γ'' dans l'alliage Inconel 718 [110]) soit une zone GB beaucoup plus fine mais présentant également des précipités grossiers ($Mg_{17}Al_{12}$ dans l'alliage Mg-9%wt) [122]. Une observation commune à tous les travaux sur la précipitation dynamique est que plus le niveau de déformation appliqué est élevé, plus la fraction de précipités observés après déformation est importante. Dans le superalliage Inconel 718, la déformation à chaud favorise la précipitation des phases γ'' et γ' [109,110] et dans certaines conditions la précipitation séquentielle des phases γ' et γ'' [109]. Une précipitation intragranulaire ultrafine de particules γ'' de morphologie sphérique a été obtenue pour des températures de déformation de 700 °C à 900 °C. En revanche, la déformation à 600 °C a favorisé une fraction volumique élevée de précipités γ' .

La justification attribuée à la précipitation dynamique présentée dans tous les travaux cités ci-dessus est liée à la densité des dislocations qui augmente avec le niveau de déformation, et qui servent de sites préférentiels pour la germination des précipités [119,130–132], en plus d'être un chemin de diffusion plus rapide accélérant la croissance des précipités [110,114,122]. Ces précédents travaux suggèrent une influence de l'étape de déformation à chaud à la fois sur la cinétique de germination des particules de seconde phase ainsi que sur leur croissance.

En ce qui concerne les évolutions microstructurales en conditions dynamiques et le comportement mécanique des superalliages base Ni, une forme assez courante des courbes de contrainte-déformation a été reporté par certains auteurs [133–135], caractérisée par un pic de contrainte à des valeurs de déformation très faibles, un adoucissement de l'écoulement et parfois un régime permanent de la contrainte (quelques exemples sur la **Figure 2-27**). Guo et al. [123] ont listé les phénomènes pouvant conduire à l'abaissement de la contrainte d'écoulement dans les matériaux métalliques, parmi lesquelles la restauration dynamique [136,137], l'échauffement adiabatique [138,139], la transformation dynamique [140–142], le murissement dynamique [109,143] et l'évolution de la texture [144–146]. L'adoucissement est généralement attribué aux mécanismes de restauration et de recristallisation dynamiques [133–135,147–150].

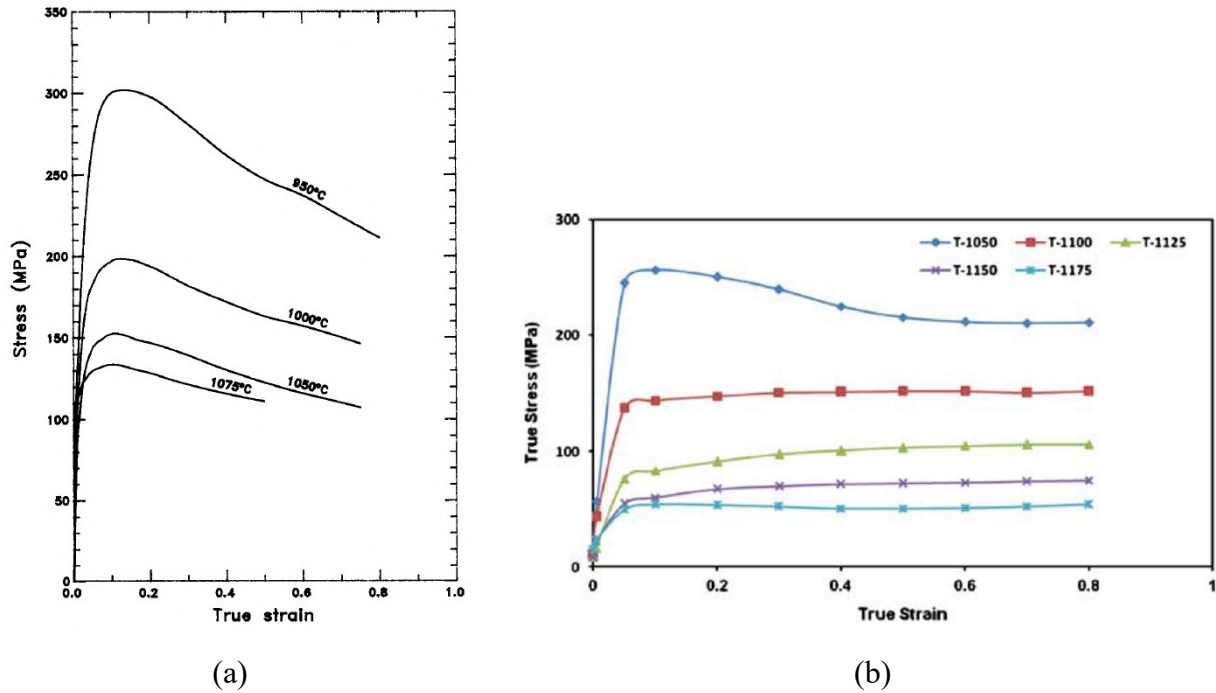


Figure 2-27 : Courbes contrainte-déformation de superalliages base Ni : a) alliage Inconel 718 déformé à $5 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ à différentes températures (de 950 °C à 1075°C). Image tirée de [133]. b) alliage Nimonic 115 déformé à 10^{-2}s^{-1} à différentes températures (de 1050 °C à 1175°C). Image tirée de [150].

2.3.2 Mise en radeaux de la phase γ'

La coalescence orientée des précipités γ' induite par la déformation est un autre mécanisme dynamique communément observé dans les superalliages à base de nickel monogranulaires et connu sous le nom de mise en radeaux (*rafting* en anglais) [150–152]. La mise en radeaux est une coalescence directionnelle observée dans les microstructures γ/γ' associée aux interactions entre les dislocations et le champ de distorsion élastique autour des précipités γ' . Ce mécanisme est largement observé dans les superalliages de nickel monocristallins, lorsque le matériau est sollicité en fluage, i.e. sous une charge constante à haute température ($T > 750 \text{ °C}$) [15]. Les paramètres qui impactent le mécanisme sont les conditions de sollicitation externe (i.e. la valeur et la direction de charge), la température ainsi que la valeur absolue et le signe de l'écart de paramètres de mailles [152,153]. La force motrice de la mise en radeaux provient de l'interaction des contraintes liées au désaccord paramétrique, des contraintes externes et de celles induites par les dislocations [151]. Pour un matériau qui présente un écart de paramètres négatif (c'est-à-dire avec un paramètre de maille de la phase γ' inférieur à celui de la matrice γ)

soumis un essai de fluage en traction, la superposition des contributions de la distorsion élastique à l'écart de paramètre et de la contrainte externe favorise le glissement des dislocations vers les couloirs de matrice γ et parois qui sont perpendiculaires à l'axe de contrainte. La présence des dislocations dans ces régions conduit à une relaxation des contraintes liées aux distorsions élastiques de la maille et donc à une réduction de l'énergie élastique. L'élargissement des couloirs de matrice perpendiculaires et le rétrécissement de ceux parallèles à l'axe de charge rend ce mécanisme plus efficace, ce qui produit la coalescence directionnelle observée après longs temps en fluage.

Kontis et al.[154] après avoir observé des ségrégations de Cr et Co sur les dislocations à l'interface des précipités γ' , ont proposé un schéma qui décrit la mise en radeau via le mécanisme de *pipe diffusion* (Figure 2-28). Lorsque le matériau est soumis à des conditions de fluage, des dislocations sont générées et se déplacent dans les couloirs de matrice γ perpendiculairement à l'axe de charge, afin de relaxer les distorsions élastiques à l'interface γ/γ' (**Figure 2-28a**). Au fil du temps, une accumulation de dislocations est observée, résultant en un réseau de dislocations interfaciales perpendiculaires à l'axe de charge (**Figure 2-28b**). Les éléments γ -gènes (i.e. le Cr et le Co) qui se trouvent dans les couloirs γ parallèles à l'axe de chargement sont attirés par le réseau interfacial de dislocations et ils commencent à ségréger sur les dislocations (**Figure 2-28c**). La diffusion (via *pipe diffusion*) et la ségrégation des éléments γ -gènes dans les dislocations perpendiculaires à l'axe de charge favorise un appauvrissement de ces mêmes éléments dans les régions parallèles à l'axe de charge, agissant comme force motrice pour la croissance de la phase γ' dans la direction appauvrie en Co et Cr (**Figure 2-28d**).

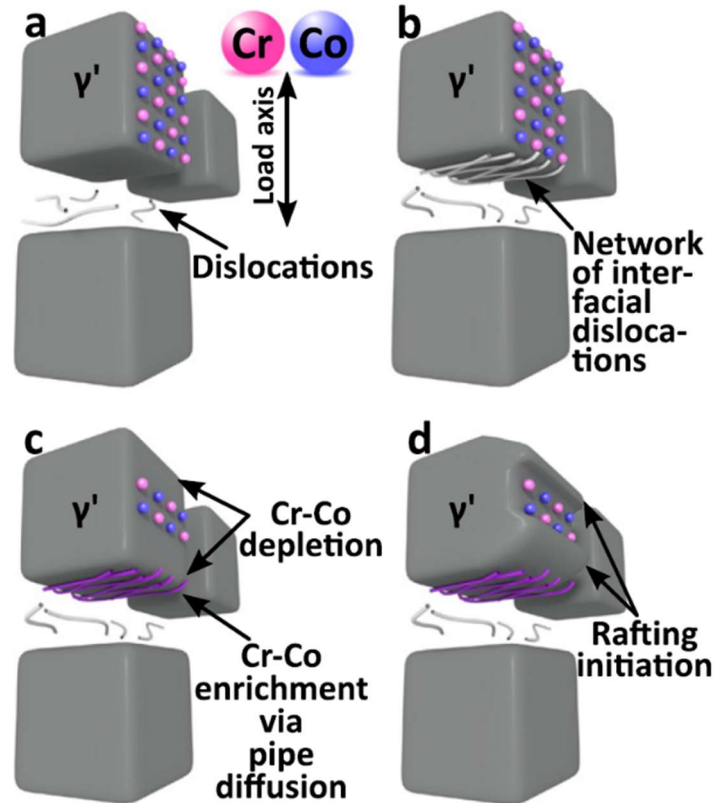


Figure 2-28 : Schéma illustrant le début du mécanisme de mise en radeaux par *pipe diffusion*. a) Génération et mouvement des dislocations vers les régions de la matrice γ perpendiculaires à la direction de la charge ; b) Réseau interfacial de dislocations provoqué par l'accumulation des dislocations dans ces régions ; c) Diffusion et ségrégation des éléments du γ -gènes sur les dislocations (e.g. Cr, Co) ; d) Appauvrissement du Cr et Co dans les régions parallèles à l'axe de la charge, favorisant la coalescence directionnelle des précipités γ' . Image adaptée de [154].

En ce qui concerne la cinétique de mise en radeaux, plusieurs auteurs ont montré à l'aide de modèles viscoplastiques que la déformation plastique (i.e. la densité de dislocations) accélère la cinétique de la mise en radeaux en provoquant un désalignement des précipités γ' [155–158]. Plus la densité de dislocations augmente et s'accumule aux interfaces γ/γ' , plus le degré de mise en radeaux est important [151]. Matan et al. [159] ont réalisé l'expérience d'appliquer une précharge en fluage à 950 °C et avec une charge constante de 185 MPa conduisant à des déformations plastiques comprises entre 0,07 et 0,27%. Ces échantillons ont ensuite été traités thermiquement pendant une longue période (plus de 600h) à 950 °C sans charge et il s'est avéré que l'échantillon précontraint à 0,27% présentait des signes de mise en radeaux après recuit, même sans charge externe [153] (**Figure 2-29c**). La précharge appliquée a initialement généré un réseau de dislocations autour des précipités γ' (**Figure 2-29d**) et a favorisé la coalescence directionnelle de ces particules pendant le traitement thermique ultérieur. Ces résultats rendent très claire

l'influence mutuelle de la contrainte et de la déformation (interactions des dislocations) sur les évolutions dynamiques de la phase γ' , même s'il reste très difficile de décorrélérer les rôles exacts de ces deux facteurs dans le mécanisme.

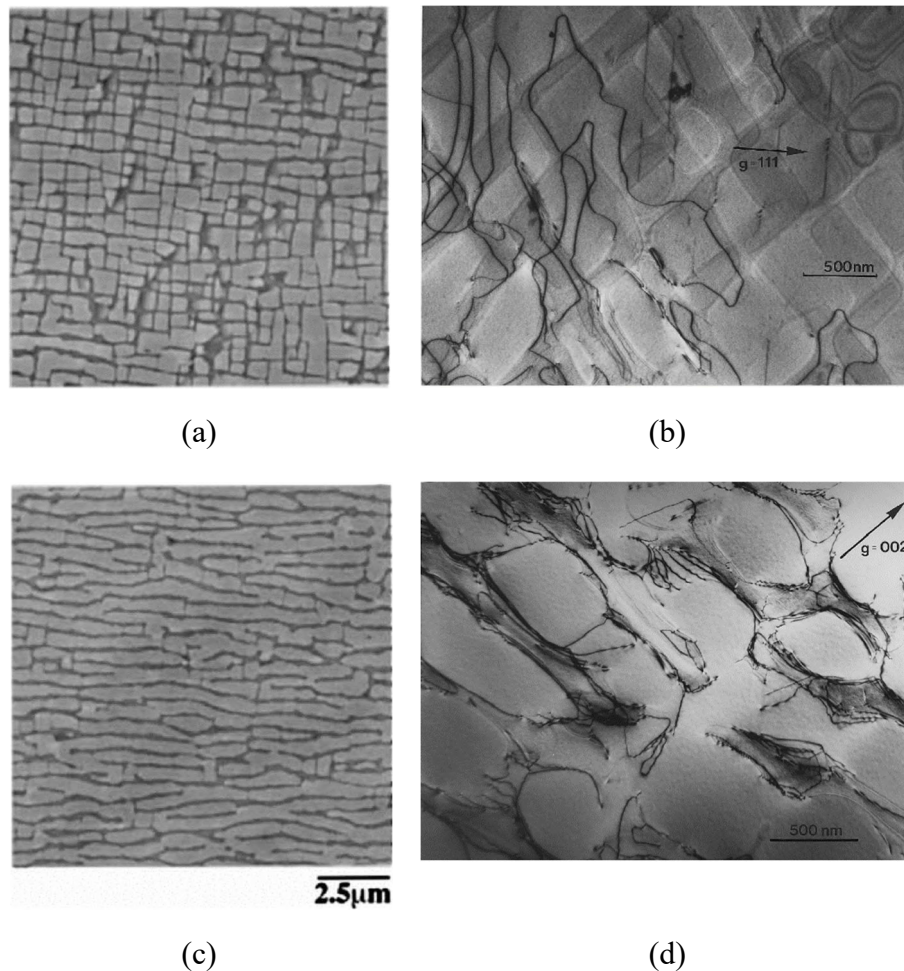


Figure 2-29 : Micrographies MEB (a, c) et MET (b, d) de l'alliage monocristallin CMSX-4 soumis à un essai de fluage à une tension de 185 MPa, une température de 950 °C et des niveaux de déformation de fluage de (a, b) 0,07% et (c, d) 0,27%. Ensuite, les deux échantillons ont été réchauffés à 950 °C (traitement isotherme) pendant plus de 600h. Le mécanisme de mise en radeaux a pu être observé même sans l'application de charge externe sur l'échantillon qui a été déformé à 0,27% à cause du réseau de dislocations interfaciales au précipités γ' . Images adaptées de [159].

2.4 Conclusion

Ce chapitre a présenté les différents types des précipités γ' rencontrés dans les superalliages base nickel, les mécanismes par lesquels ils se forment et évoluent – statiquement ou et dynamiquement – rapportés dans la littérature.

Lorsque la phase γ' se forme, par le mécanisme de précipitation (section 2.2.1), elle peut adopter diverses morphologies, tailles et distributions dans la matrice γ , en fonction de paramètres tels que la température et la vitesse de refroidissement qui conditionnent la densité de germes. La dissolution (section 2.2.2) et le mûrissement (section 2.2.3) sont deux autres mécanismes majeurs qui décrivent les transformations subies par la phase γ' . Tous ces phénomènes sont sensibles à la présence de dislocations ou de joints de grains. Par ailleurs, la phase γ' peut donner lieu à une précipitation, dite précipitation inverse, de phase γ au sein de certains précipités (section 2.2.2.4) et, enfin, présente de multiples mécanismes d'interaction avec les joints de grains ou fronts de recristallisation en mouvement (section 2.2.5). Toutes ces évolutions ont un fort effet sur la tenue mécanique, sur la croissance de grains, et surtout sur les mécanismes de recristallisation, de sorte que les évolutions des précipités γ' constituent un sujet très vaste et particulièrement complexe.

Relativement peu d'études dans la littérature parlent de l'évolution dynamique (donc en cours de déformation) des précipités pour les superalliages polycristallins base nickel de type γ - γ' . En sachant que l'étape de déformation est essentielle dans les procédés de fabrication de pièces en superalliage de Ni, l'étude de l'évolution des précipités γ' et leur impact sur les évolutions microstructurales en régime dynamique est importante pour le contrôle de la microstructure à l'issue de la mise en forme et donc des propriétés de ces alliages. Cette thèse vise à apporter une contribution à ce large domaine d'étude, par la description des évolutions de la phase γ' en conditions statiques et dynamiques, depuis les étapes de chauffe avant déformation et jusqu'au traitement de mise en solution. L'approche adoptée est expérimentale et les éléments bibliographiques présentés dans ce chapitre serviront à interpréter les résultats expérimentaux qui seront détaillés dans les chapitres 4, 5 et 6.

Chapitre 3

3. Méthodologie expérimentale et caractérisation microstructurale

L'objectif de ce chapitre est de décrire plus en détail les méthodes d'exécution des essais thermomécaniques et des traitements thermiques, ainsi que de présenter les différentes techniques de caractérisation appliquées aux échantillons à la suite des essais. Une brève description du post-traitement appliqué aux données expérimentales pour l'analyse quantitative des microstructures sera ensuite présentée, pour calculer, par exemple, la fraction surfacique et la taille des précipités γ' ou la fraction recristallisée à partir de cartographies EBSD (*Electron BackScattered Diffraction*).

3.1 L'alliage René 65

La matière à l'état reçu de l'alliage René 65 était dans un état brut de forge provenant d'une débouchure, c'est à dire la partie centrale d'un galet forgé, fournie par Safran. Cette matière forgée représente un bon état microstructural de départ puisqu'elle provient d'une étape intermédiaire de la gamme de fabrication et que sa microstructure a donc une histoire thermomécanique qui est proche à la matière des disques. Des manipulations ont été faites de manière ponctuelle sur une version monocristalline de l'alliage René 65, qui a été spécialement développée pour la recherche académique. En plus, des essais complémentaires sur l'alliage polycristallin AD730™ ont été également conduits, afin de vérifier si les conclusions obtenues sont spécifiques à l'alliage René 65 ou s'ils peuvent être généralisés à d'autres alliages γ - γ' . La composition chimique nominale de l'alliage René 65 et AD730™, sont indiquées dans le **Tableau 3-1**.

Tableau 3-1 : Composition chimique nominale des alliages René 65 [1] et AD730™ [160] en % massique.

wt. %	Ni	Cr	Co	Ti	Al	Mo	W	Fe	Nb	Zr	B	C
René 65	Bal.	16,0	13,0	3,7	2,1	4,0	4,0	1,0	0,7	0,05	0,016	0,010
AD730™	Bal.	15,7	8,5	3,4	2,3	3,1	2,7	4,0	1,1	0,03	0,010	0,015

3.2 Essais de mise en solution en conditions isothermes

Des traitements thermiques visant à étudier l'évolution de la phase γ' en régime statique, c'est-à-dire sans déformer le matériau, ont été réalisés dans le four à résistance électrique Carbolite 1200 qui peut monter jusqu'à 1200°C (**Figure 3-1**). Pour mesurer la température de l'échantillon lors du traitement thermique, une petite cavité de 1,1 mm de diamètre et 2 mm de profondeur (minimum) est percé pour l'insertion du thermocouple. Une fois que le four atteint la température du traitement thermique, il est rapidement ouvert et l'échantillon est positionné sur la sole en céramique. Une chute de la température du four est observée, de l'ordre de 20 °C à 30 °C, provoquée par l'ouverture du four. Une fois que le four atteint à nouveau la température souhaitée, le chronomètre est déclenché pour compter la durée du maintien isotherme. Des traitements thermiques de courte (30 min) et de longue durée (3h - 4h) ont été effectués, suivis soit par une trempe à l'eau pour figer la microstructure soit par un refroidissement à vitesse très lente (4 °C/min) pour observer la précipitation des populations γ' lors du refroidissement. Il convient de noter que le four arrive à suivre la consigne de vitesse de refroidissement constante, programmée dans le régulateur, jusqu'à 300 °C. Une fois l'échantillon est arrivé à cette température, lors d'un refroidissement contrôlé, une trempe à l'eau est réalisée.

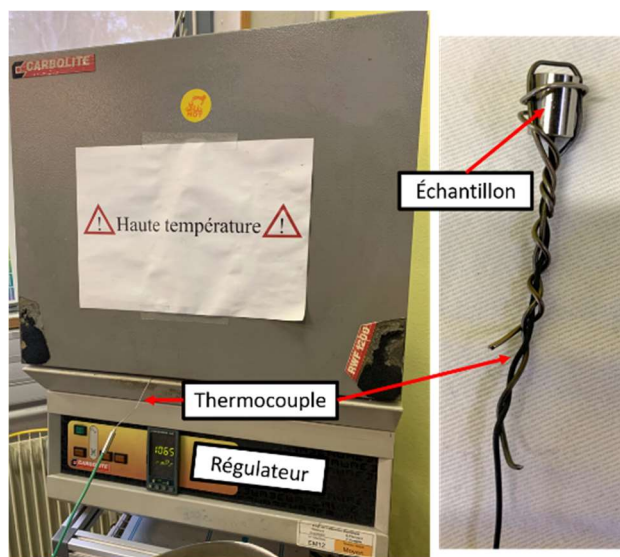


Figure 3-1 : Four Carbolite 1200 utilisé pour réaliser les traitements thermiques et l'instrumentation du thermocouple dans échantillon.

3.3 Essais Thermomécaniques

3.3.1 Compression isotherme et simulations FORGE®

Des essais de compression isothermes à des températures de 990 °C à 1050 °C ont été réalisés sur des pions de géométrie cylindrique ou biconique (**Figure 3-2**). Les pions à géométrie biconique présentent l'avantage de contenir, une fois déformés, un gradient du niveau de déformation contrôlé le long du rayon. Du point de vue de l'étude des microstructures, les pions biconiques ont l'avantage de réduire le nombre d'essais nécessaires pour décrire les évolutions en fonction du niveau de déformation appliqué. En revanche, le calcul de la contrainte est difficile du fait de la géométrie non homogène. Les pions droits, de géométrie cylindrique simple, ont donc également été employés lorsque le calcul de la contrainte réelle était nécessaire, notamment pour l'analyse du comportement rhéologique de l'alliage. La "déformation équivalente macroscopique" et la "vitesse de déformation" sont calculées pour les échantillons biconiques comme pour les échantillons cylindriques, en considérant $\varepsilon = \ln(l_f/l_0)$, où l_0 et l_f désignent respectivement la hauteur initiale et finale, faisant ainsi abstraction de la géométrie biconique réelle.

Le niveau de déformation varie le long de l'axe radial pour les deux géométries d'échantillons utilisées. Pour estimer les valeurs de déformation locale à l'endroit où les microstructures ont été analysées, le long de la direction radiale pour les échantillons biconiques et au centre pour les échantillons cylindriques, des essais de compression à chaud ont été simulés à l'aide du logiciel par éléments finis FORGE® NxT 3.1, en prenant en compte les géométries de la **Figure 3-2**, à 1050 °C à une vitesse de déformation de 10^{-2}s^{-1} . Les données d'entrée du matériau ont été décrites par une loi de comportement de Hansel-Spittel [161], dont les paramètres ont été fournis par Safran. Dans les échantillons biconiques déformés, des images MEB ont été prises à mi-hauteur et à une distance radiale de 12,5 mm, 9,5 mm, 6,5 mm et 2 mm du bord, ce qui, après les simulations FORGE®, correspond à une déformation locale d'environ 1,3, 1,1, 0,7 et 0,2 respectivement (**Figure 3-3a**). Dans les échantillons cylindriques, les images ont toujours été acquises au centre des échantillons, avec une déformation locale de 1,2 (voir **Figure 3-3b**).

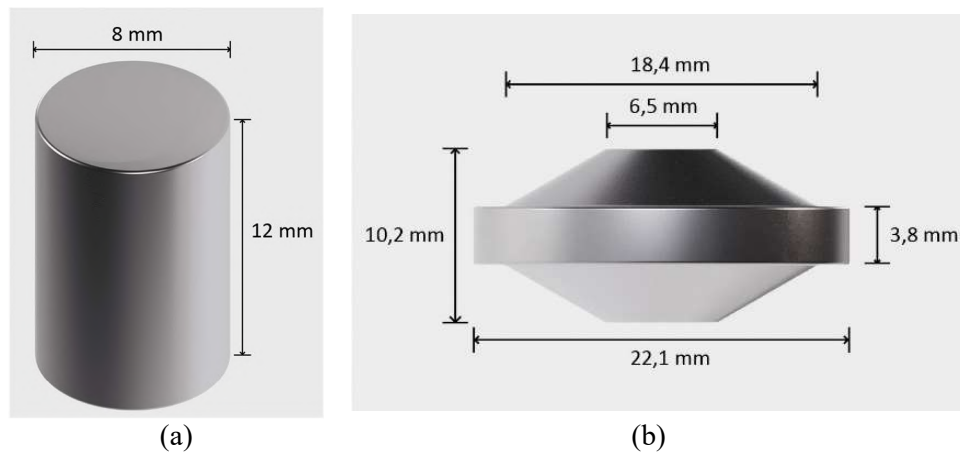


Figure 3-2 : Dimensions des pions a) cylindriques et b) biconiques utilisés pour les essais de compression.

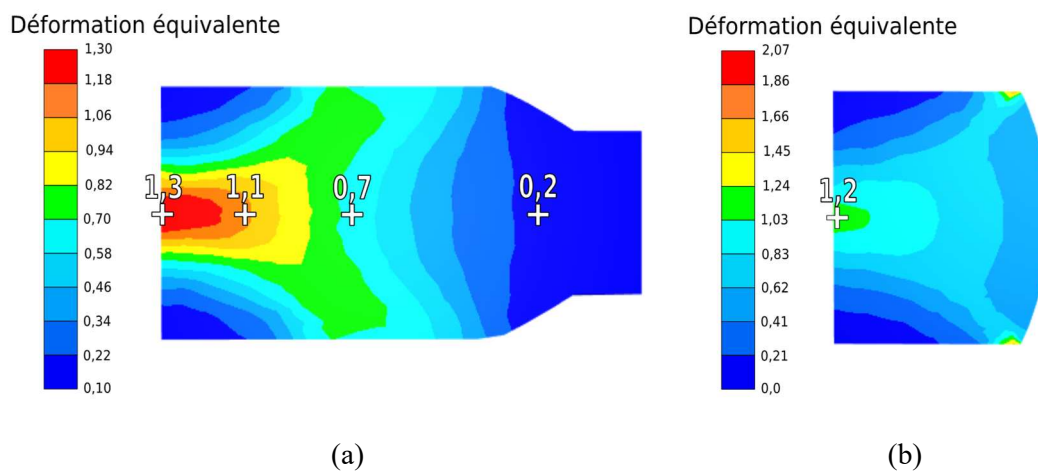


Figure 3-3 : Champ de déformation obtenue à partir de simulations FORGE® pour des essais de compression à chaud sur (a) des échantillons biconiques et (b) des échantillons cylindriques déformés à la fois à 1050 °C à une vitesse de déformation de $10^{-2} s^{-1}$ et 0,6 "déformation équivalente macroscopique".

Une machine MTS Landmark de 250 kN de capacité maximale a été utilisée pour tous les essais de compression. Elle est équipée d'un four tubulaire coulissant positionné autour des outils de compression entre lesquels est placé l'échantillon (**Figure 3-4a**). Les outils sont faits d'un acier réfractaire et d'une partie en superalliage base nickel (Udimet 720Li) à l'extrémité dans laquelle est inséré un disque en céramique (Si_3Ni_4) (**Figure 3-4b**). L'outil du haut est fixe et l'outil du bas se déplace. Du fait que le four coulisse verticalement et qu'il y a très peu d'espace entre le four et les outils, l'instrumentation d'un pion avec des thermocouples est techniquement très compliquée, et pourrait être dangereuse pour le manipulateur. En conséquence, le suivi de la température ne se fait que par les thermocouples placés au niveau des deux outils qui sont en contact avec le

pion, et non pas sur l'échantillon lui-même. Un spray lubrifiant à base de nitrure de bore est appliqué sur toute la surface du pion avant de le placer entre les outils. Pour le démarrage de l'essai le logiciel qui pilote la machine nécessite comme paramètres d'entrée la vitesse de déformation, le niveau de déformation, la vitesse d'acquisition des données, la hauteur initiale du pion et le mode de pilotage, soit en vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) constante soit en vitesse de déplacement de l'outil (v) constante. Tous les essais de compression ont été pilotés en vitesse de déformation macroscopique constante.

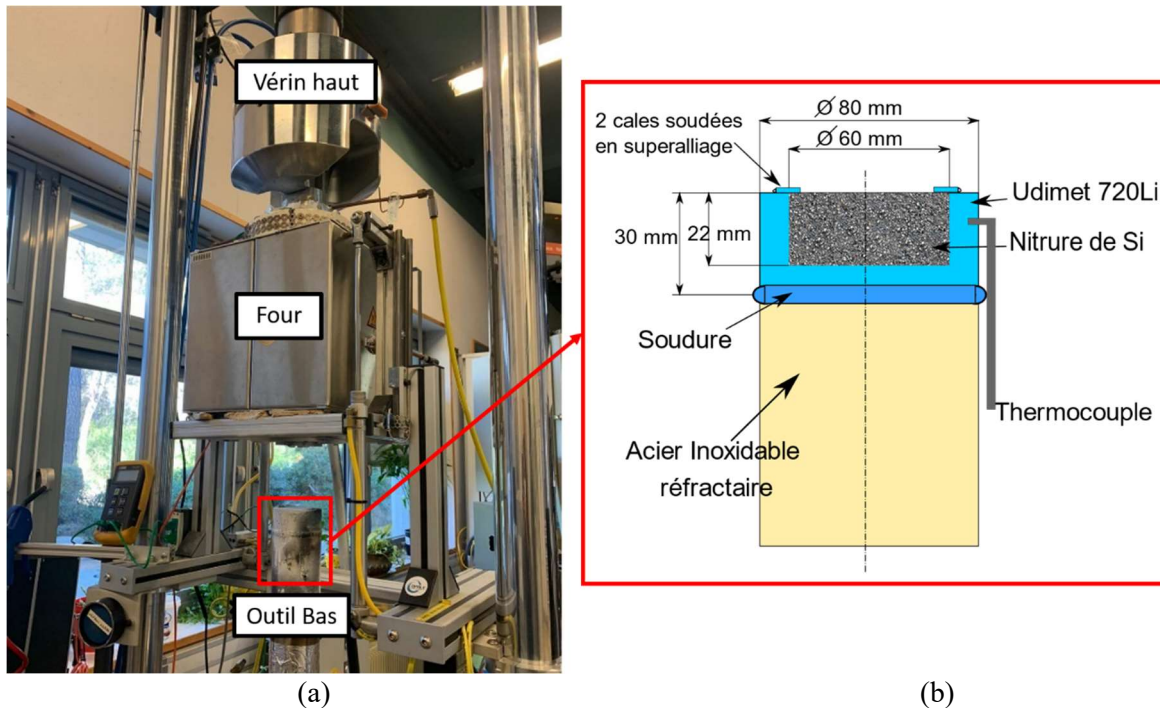


Figure 3-4 : a) Machine + four tubulaire pour les essais de compression isotherme. b) Schéma avec les dimensions et configuration de l'outil bas de compression.

Comme pour les traitements thermiques, le four tubulaire est (sauf cas particulier) préalablement chauffé à la température de compression. Ensuite il s'ouvre rapidement pour poser l'échantillon sur l'outil du bas et il se referme ensuite. Le comptage du temps en isotherme démarre une fois que la température mesurée sur les outils revient à la température nominale de l'essai. On s'assure également que la différence de température mesurée entre les deux outils ne soit pas supérieure à 5°C (précision des thermocouples K utilisés). Un maintien isotherme d'au moins 5 min a été appliqué sur tous les pions avant compression, pour assurer que la température soit la même sur les outils et sur l'échantillon. A la fin de l'étape de compression, pour l'analyse des évolutions microstructurales en régime dynamique, le pion est soumis à une trempe à l'eau aussi

rapide que possible. Compte-tenu de la configuration expérimentale, le délai de trempe ne peut pas être réduit à zéro. La fin de l'essai est donc filmée afin de le mesurer objectivement a posteriori et il a toujours été inférieur à 3 secondes. Pour étudier les évolutions en régime post-dynamique, le délai de trempe est prolongé d'une durée contrôlée par le logiciel de pilotage de la machine.

À la fin de la compression un fichier .txt est généré, contenant les valeurs d'effort, de déplacement de l'outil du bas, du temps ainsi que les températures mesurées sur les deux outils au cours de l'essai. A partir de ces données de sortie il est possible, pour les essais faits avec des pions droits, d'obtenir la contrainte vue par le matériau ainsi que la "déformation équivalente macroscopique", selon les formules ci-dessous :

$$\sigma = \sigma_n \left(1 + \frac{F}{S_0} \right) \quad (3.1)$$

$$\varepsilon = \ln \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0} \right) \quad (3.2)$$

S_0 et l_0 sont la section et la longueur initiales du pion droit, F la force, Δl l'allongement et ε et σ les déformation et contrainte vraies appliquées sur le pion. Les contrainte et déformation vraies se démarquent des valeurs nominales car elles prennent en compte l'évolution de la section utile de l'éprouvette ($S(t)$) et de la longueur utile ($l(t)$) en fonction du temps. En revanche ce calcul ne prend pas en compte l'hétérogénéité du champ de déformation induit par le frottement entre le pion et les outils, visible sur la **Figure 3-3**.

3.3.2 Traction et fluage isothermes

Des essais de traction à chaud et de fluage à 1050 °C ont été réalisés sur des échantillons cylindriques prélevés au sein de la matière forgée de l'alliage René 65, dont les dimensions sont illustrées dans la **Figure 3-5**. Afin d'enlever la couche d'écrouissage généré à la surface de l'échantillon lors de son usinage, un polissage avec papier abrasif SiC du grade 320 a été fait sur toutes les éprouvettes. La direction de polissage a été perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette. A la fin du polissage le diamètre d'environ 3,96 mm a été mesuré et pris en compte pour le calcul des contraintes. Les essais de traction et fluage à chaud ont été réalisés à l'institut Pprime à l'ISAE-ENSMA.

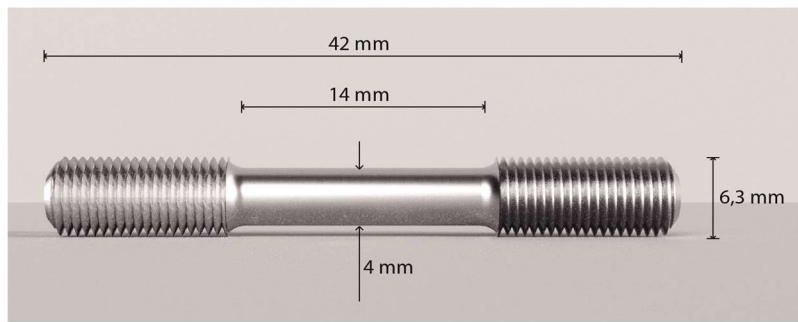


Figure 3-5 : Géométrie de l'éprouvette utilisée pour les essais de traction et fluage.

3.3.2.1 Traction isotherme

La machine Instron 8562-100 kN équipé d'un four bi-zone à résistances en Kantal Super ($MoSi_2$) (**Figure 3-6a**) a été employée pour les essais de traction monotone à chaud à des vitesses de déformation constantes de $10^{-3}s^{-1}$, $10^{-2}s^{-1}$ et $3 \times 10^{-2}s^{-1}$. Un lubrifiant en poudre d'oxide de magnésium a été appliqué sur les filets de l'éprouvette pour faciliter le retrait de l'échantillon après essai. Les chemins thermiques pour la montée en température et refroidissement vus par les échantillons testés en traction sont schématisés dans la **Figure 3-6b**. La montée en température est lancée une fois que l'éprouvette de traction et l'extensomètre à couteaux céramiques sont installés. L'extensomètre est placé pour enregistrer plus précisément l'allongement Δl vue par l'échantillon en début d'essai en permettant de remonter au comportement élastique du matériau.

Les valeurs de force et déplacement de l'extensomètre ainsi que du vérin sont enregistrés pendant toute la durée de l'essai en permettant le calcul de la contrainte et de la déformation à partir des équations précédemment présentés (équations 3.1 et 3.2) dans la section 3.3.1.

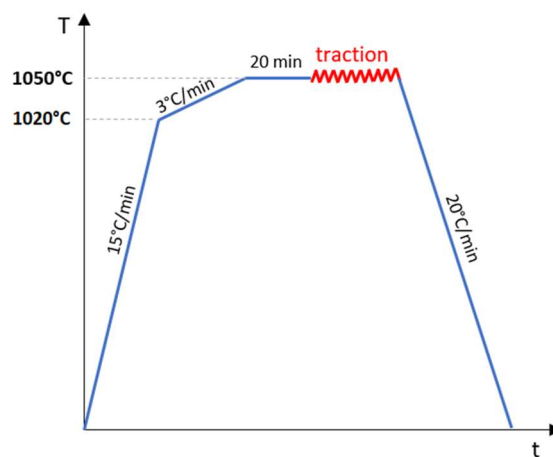
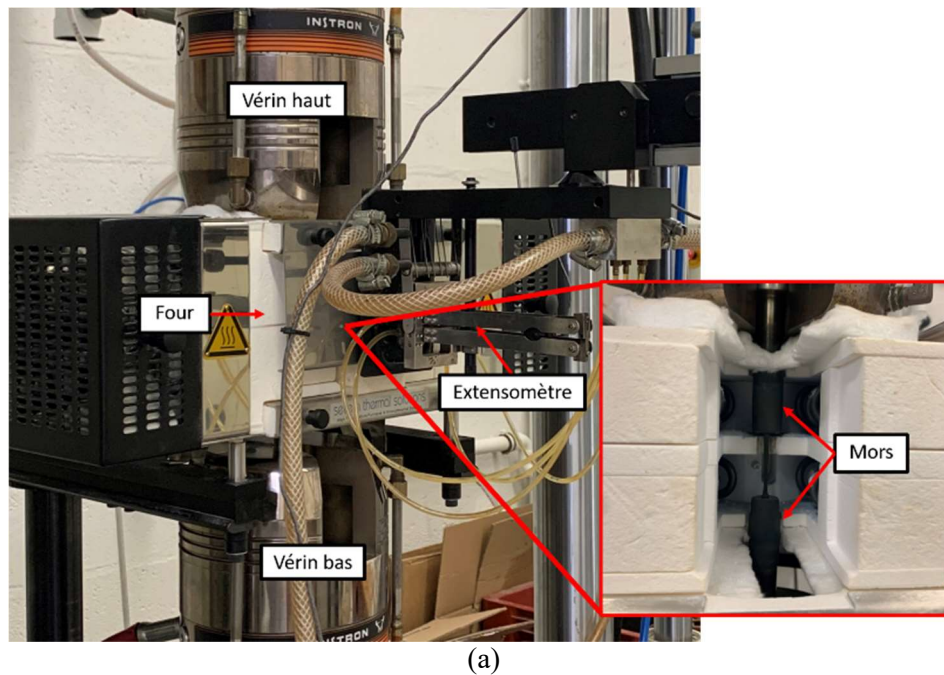


Figure 3-6 : a) Disposition de la machine pour les essais de traction à chaud. b) Chemin thermomécanique appliqué sur tous les essais de traction.

3.3.2.2 Fluage isotherme

Des essais de fluage à charge constante ont été effectués sur une machine type SETRA couplé à un four à lampe de 8kW fait sur mesure par Research Inc. (**Figure 3-7a**), avec une contrainte initiale de 50 MPa. Pour contrôler et mesurer la température pendant l'essai, deux thermocouples ont été soudés sur la section utile de l'échantillon. Le chemin thermique pour la montée en température et refroidissement vus par les échantillons essayés en fluage sont schématisés dans la **Figure 3-7b**. Afin de comprendre des

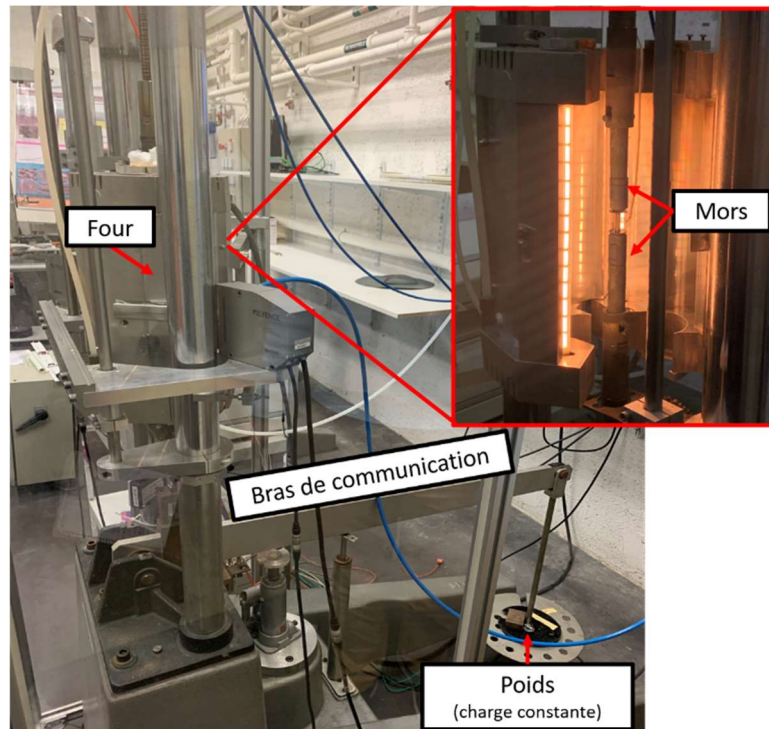
mécanismes purement liés au fluage à 1050°C, un essai purement thermique (sans charge) a été également réalisé. La mesure de l'allongement a été faite à l'aide des extensomètres laser qui suit le déplacement de deux points de la longueur utile au cours d'essais via des cales. En complément, un capteur LVDT (*Linear Variable Displacement Transducer*) a été également mis en place cette fois-ci pour suivre le déplacement du vérin, étant capable de remonter à des niveaux de déformation plus importants.

Lors des essais de fluage la force est constante et la déformation évolue au cours d'essai. Cependant la déformation obtenue correspond à la déformation totale (ε_{tot}) vue par l'échantillon, c'est-à-dire la somme des contributions thermique (ε_{th}), élastique (ε_e) et plastique (ε_p), selon l'équation 3.3. Par conséquent, pour observer l'évolution de la déformation de fluage au cours de temps (courbes de fluage) il ne faudra prendre en compte que la contribution plastique, selon l'équation 3.4.

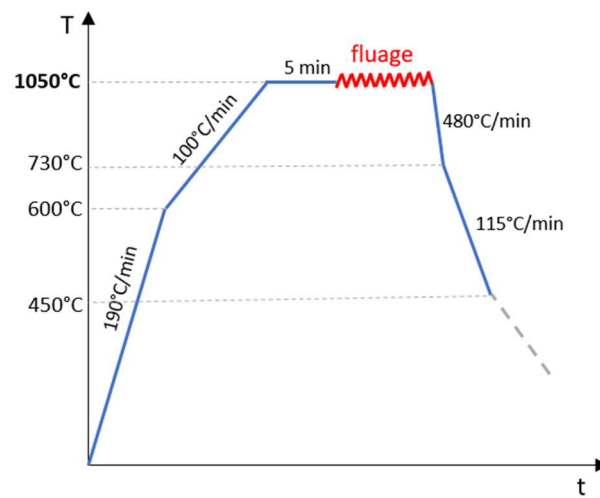
$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_e + \varepsilon_{th} + \varepsilon_p \quad (3.3)$$

$$\varepsilon_p = \varepsilon_{tot} - \varepsilon_e - \varepsilon_{th} \quad (3.4)$$

La contribution élastique de la déformation est déterminée à partir du module d'Young et de la pente de contrainte en régime élastique, et la contribution thermique correspond au niveau de déformation différent de zéro après maintien isotherme sans charge.



(a)



(b)

Figure 3-7 : a) Configuration pour les essais de fluage à chaud. Disposition des machines b) Chemin thermomécanique appliqué sur les essais de fluage.

3.4 Caractérisation par microscope électronique à balayage (MEB)

3.4.1 Préparation métallographique et conditions d'imagerie

Afin d'observer les différentes populations de précipités γ' et de les quantifier de manière précise, un protocole a été mis en place, permettant d'obtenir le meilleur contraste entre les précipités et la matrice de l'alliage René 65. Après l'essai, l'échantillon est toujours coupé de manière à pouvoir analyser la section perpendiculaire à la direction de sollicitation mécanique. Ensuite, un plan parallèle à la surface d'observation est produit, qui facilite la fixation et manipulation ultérieures dans le MEB, et le nom de l'échantillon est marqué dessus pour la traçabilité. L'enrobage des échantillons est ensuite effectué car il permet le polissage semi-automatique de plusieurs échantillons en même temps. Une fois polis, les échantillons sont extraits de l'enrobage et nettoyés par ultrasons à l'éthanol avant l'étape d'électro-polissage. Les équipements utilisés pour les différentes étapes de préparation métallographique sont décrits dans le **Tableau 3-2**, ainsi que les conditions employées pour le pré-polissage et polissage mécaniques. Le **Tableau 3-3** détaille les paramètres d'électro-polissage, étape finale pour avoir des images assez contrastées pour l'analyse quantitative de précipités γ' . De plus, une attaque chimique supplémentaire a été mise en place pour la préparation des échantillons de superalliage AD730™ et René 65 monogranulaire, décrite dans le **Tableau 3-4**, qui permet la quantification des précipités γ' les plus fins [15].

CHAPITRE 3 : MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE ET CARACTÉRISATION
MICROSTRUCTURALE

Tableau 3-2 : Protocole de préparation métallographique pour l'analyse qualitative et quantitative des précipités γ' pour l'alliage René 65. Nom des équipements employés pour la préparation métallographique et les paramètres appliqués lors du pré-polissage et polissage des échantillons.

	Nom de l'équipement
Découpe	Micro-tronçonneuse Presi Mecatome T180
Enrobage	Presi Mecapress 3
Pré-polissage et polissage	Polisseuse semi-automatique Presi Mecatech 334
Électro-polissage et attaque chimique	Polisseuse électrolytique Struers LectroPol-5

Pré-polissage : Papier abrasif Presi SiC grain 600 et 1200			
Polissage : Solution diamantée de 3 μm et 1 μm			
	Pré-polissage	Polissage 3 μm	Polissage 1 μm
Temps	60 s	120 s	240 s
Rotation du feutre	250 rpm	200 rpm	160 rpm
Rotation de la tête	150 rpm	100 rpm	80 rpm
Force	2,50 DaN	2,20 DaN	1,60 DaN

Tableau 3-3 : Conditions utilisées lors de l'électro-polissage, étape que suit le polissage mécanique décrit dans le Tableau 3-2. Exemples de micrographies obtenues sur l'état reçu de l'alliage René 65 polycristallin.

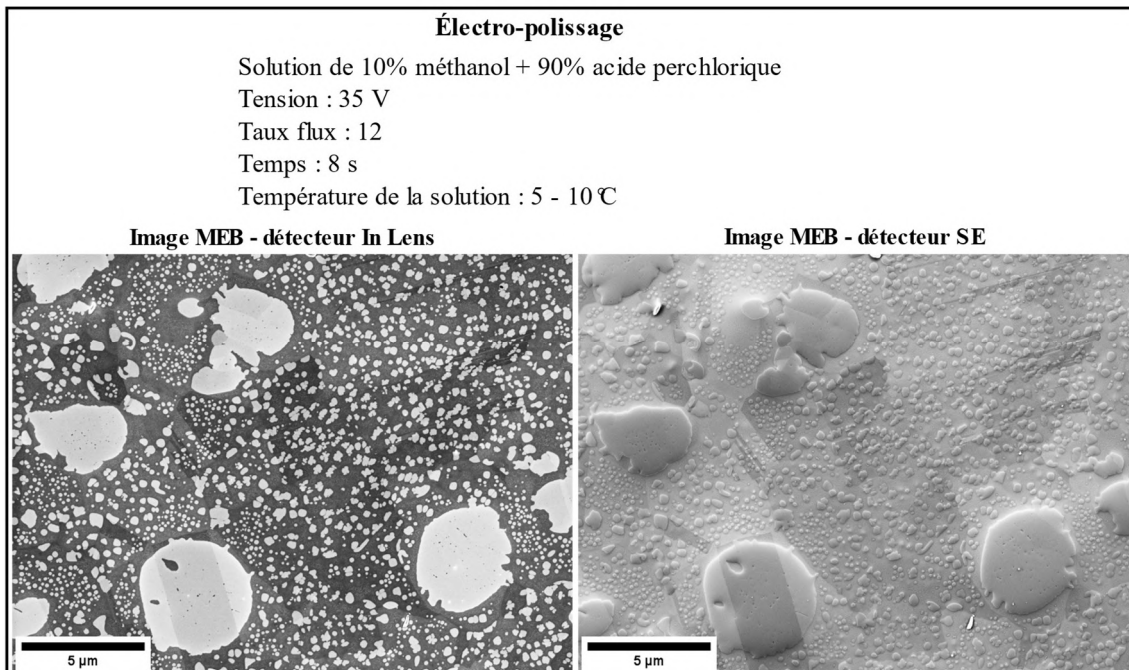
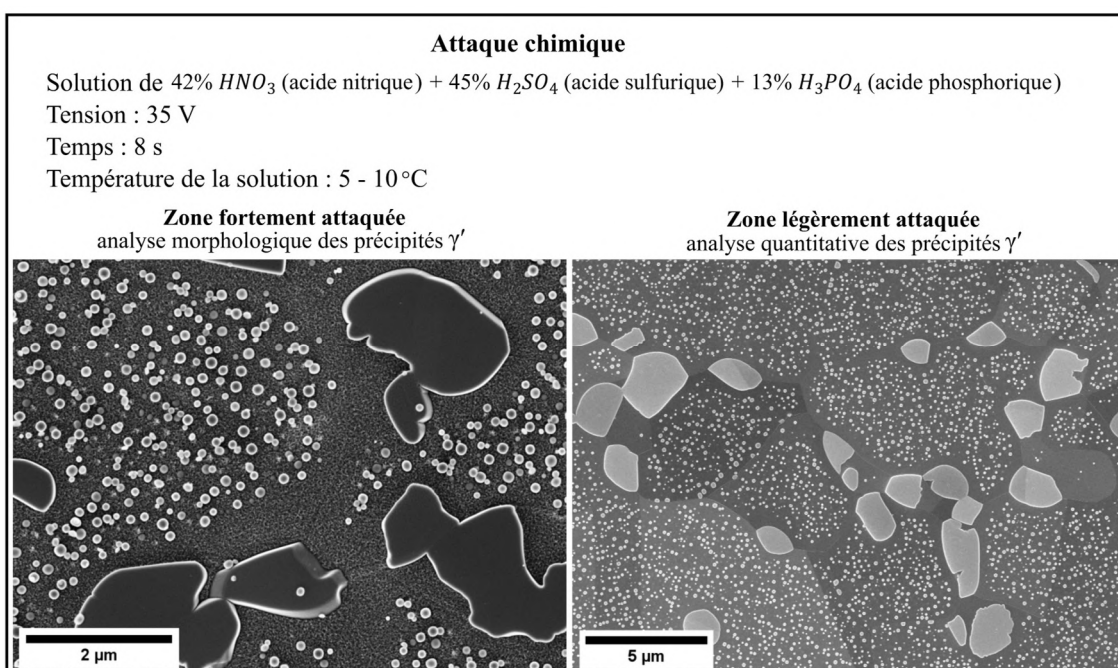


Tableau 3-4 : Attaque chimique supplémentaire au protocole de préparation décrit dans les Tableaux 3-2 et 3-3 pour l'analyse qualitative et quantitative des précipités γ' de l'alliage AD730™ et René 65 monogranulaire. Exemple des micrographies de l'alliage AD730™, matière forgée, après 30 min de mise en solution à 1050 °C et trempe à l'eau.



Toutes les préparations décrites ci-dessus ont été conçues pour l'acquisition d'images d'électrons secondaires (SE) au moyen d'un détecteur « In-Lens » sur un microscope électronique à balayage muni d'un canon à électrons à émission de champ (FEG-SEM : Field Emission Gun - Scanning Electron Microscope) de type Carl Zeiss SUPRA40. Les conditions opératoires retenues pour l'acquisition de ces images en favorisant la résolution spatiale sont les suivantes : tension d'accélération de 3 kV, distance de travail entre 2 et 3 mm, diaphragme de 60 μm et mode fort courant activé.

3.4.2 Quantification de la phase γ'

Après l'acquisition d'images convenablement contrastées entre matrice/précipité, le logiciel d'analyse d'image Fiji – ImageJ est utilisé pour la binarisation et la quantification des différentes populations de précipités γ' , comme illustré sur la **Figure 3-8**. Le logiciel ImageJ est utilisé pour le calcul de la fraction surfacique de chaque classe de particules, d'estimer le diamètre du cercle équivalent et de tracer la distribution de taille de chaque population définie par une plage de taille fixée.

En pratique, une fois l'image importée dans ImageJ, la première étape consiste à insérer l'information de l'échelle de l'image, c'est-à-dire, la valeur dans une unité de mesure, en microns par exemple, qui correspond la taille d'un pixel. L'échelle par conséquent, varie en fonction de la zone d'analyse/grandissement choisie (**Figure 3-8a**). Si nécessaire, le contraste et la luminosité peuvent être ajustés pour faciliter l'étape de seuillage ultérieure. Ensuite, une fenêtre s'affiche pour la définition d'un seuil (**Figure 3-8b** et **Figure 3-8e**) afin de pouvoir binariser l'image (**Figure 3-8c**), où tout ce qui est blanc correspond aux précipités et le fond noir à la matrice. Avant la quantification, il est nécessaire de définir d'abord, dans la section « *Analyse Particles* », quelles informations le logiciel doit calculer pour chaque particule identifiée. L'aire, la fraction d'aire et le périmètre des particules sont quelques exemples de résultats remontés après la quantification sur ImageJ (**Figure 3-8d** et **Figure 3-8f**).

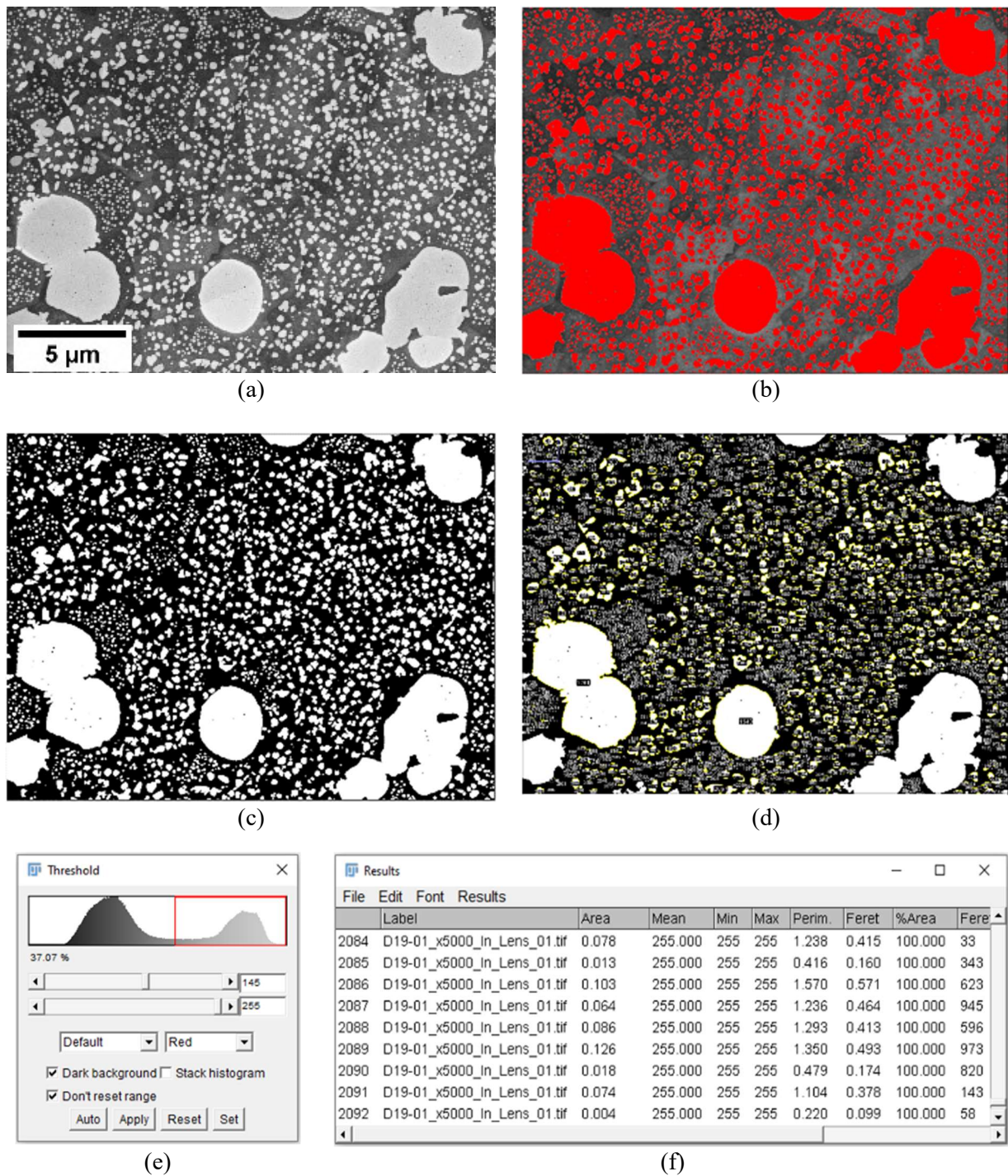


Figure 3-8 : Binarisation et quantification des précipités γ' fins (diamètre < 700 nm) via logiciel d'analyse d'images Fiji - ImageJ. a) Image SE- In Lens assez contrasté entre les phases γ et γ' . b) Seuillage de l'image en niveau de gris. c) Image binarisée après application du seuil défini en e). d) Sélection d'une population (représentée en jaune) correspondant à une plage de tailles de particules donnée. f) Tableau avec les informations de chaque une des particules sélectionnées à partir d'un critère de taille appliqué.

Pour la quantification des différentes populations de précipités γ' observés dans cette étude, la taille des images a été choisie de manière à avoir un compromis entre la

résolution spatiale des objets et un nombre statistiquement représentatif de particules. Le **Tableau 3-5** résume la taille d'une image individuelle en fonction des critères de taille appliqués aux différentes populations γ' pour les alliages René 65 polycristallin, monocristallin et l'alliage AD730TM. Pour obtenir des valeurs statistiquement représentatives de la taille moyenne des précipités et de la fraction surfacique, un nombre minimum de 10 images (nombre de précipités analysés entre 2000 et 4000) prises aléatoirement dans une région donnée (c'est-à-dire dans une zone présentant un niveau de déformation local homogène) d'un échantillon donné est retenu.

Tableau 3-5 : Taille d'une image individuelle adaptée aux différentes populations de précipités γ' pour les alliages René 65 polycristallin, AD730TM polycristallin et René 65 monocristallin.

Taille d'une image individuelle / Grandissement		
René 65 Polycristallin		
d > 700 nm(γ' primaires)	227,6 μm x 170,7 μm	X500
d < 700 nm(γ' secondaires et tertiaires)	22,8 μm x 17,1 μm	X5.000
AD730 Polycristallin		
d > 620 nm(γ' primaires)	56,9 μm x 42,7 μm	X2.000
140 nm < d < 620 nm(γ' secondaires)	22,8 μm x 17,1 μm	X5.000
20 nm < d < 140 nm(γ' tertiaires)	4,5 μm x 3,4 μm	X25.000
René 65 Monocristallin		
d > 110 nm (γ' secondaires)	11,4 μm x 8,5 μm	X10.000
20 nm < d < 110 nm(γ' tertiaires)	2,5 μm x 1,9 μm	X45.000

La dernière étape pour la quantification consiste en l'application d'un critère de taille sur l'image binarisée, ce qui permet la quantification des différentes populations de précipités γ' indépendamment les unes des autres. La **Figure 3-9** montre de manière résumée les critères de taille employés pour la quantification des précipités γ' dans l'alliage René 65 polycristallin. Les critères de taille pour les alliages AD730TM et monocristal René 65 sont également présentés dans le **Tableau 3-5**. A la fin du calcul, le logiciel produit un tableau listant toutes les particules identifiées selon les critères choisis et les valeurs associées. La terminologie « taille moyenne », utilisée partout dans ce manuscrit correspond au diamètre du cercle équivalent moyenné sur plusieurs images, sans prendre en compte les particules en bord d'image. La fraction surfacique est calculée en faisant la somme de l'aire des précipités sélectionnés divisée par l'aire totale de l'image.

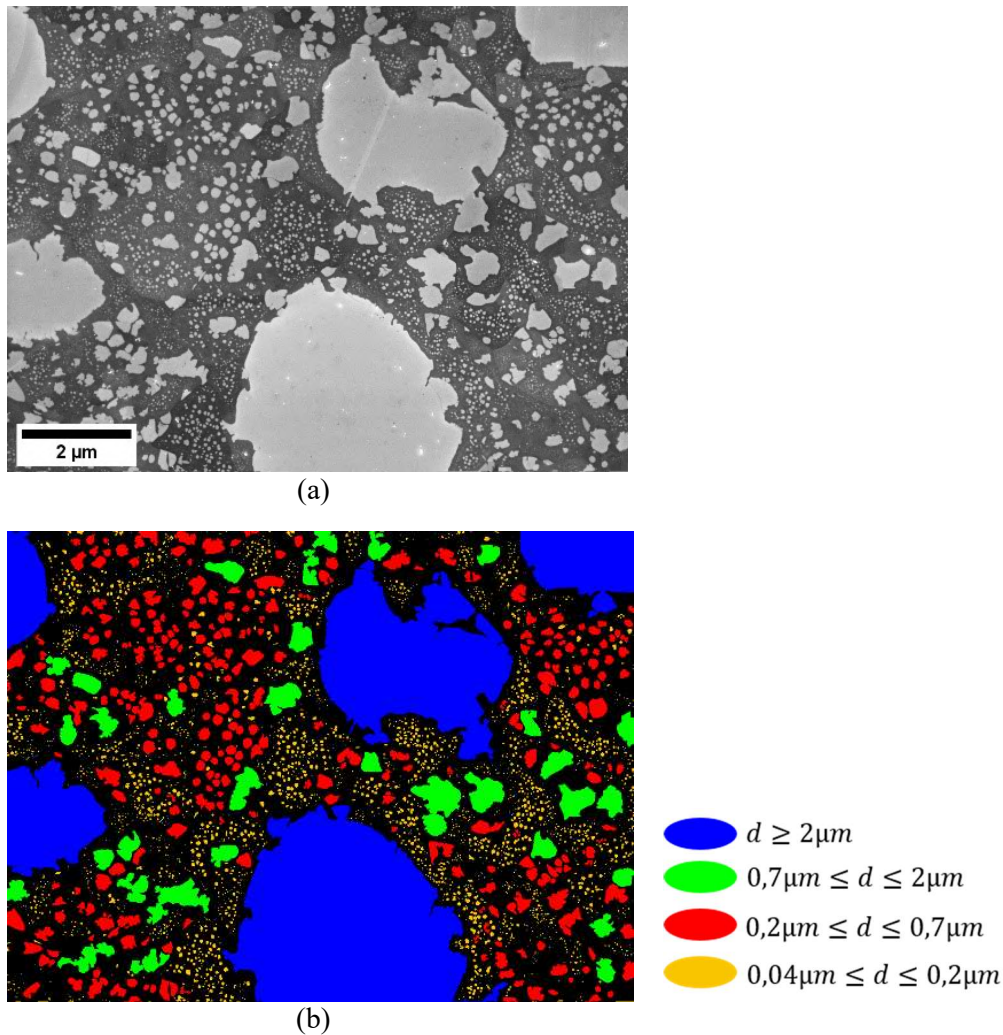


Figure 3-9 : Résultat de la détection de différentes populations de précipités définies par des critères de taille pour l'alliage René 65. Micrographie obtenue d'un échantillon déformé à 1050 °C, 1,3 de déformation locale, vitesse de déformation de $10^{-2} s^{-1}$ puis refroidi à 5 °C/min.

L'incertitude de mesure relative au choix du seuil a été déterminée de manière similaire à ce qui était réalisé dans les travaux de M. DURAND [15]. Cinq utilisateurs ont défini le seuil pour dix images fixées, 5 images pour la quantification des γ'_I ($d > 700$ nm, environ 2200 précipités) et 5 images pour la quantification des γ'_{II} et γ'_{III} ($d < 700$ nm, environ 4600 précipités) dans l'état de réception de l'alliage René 65 polycristallin. Les deux dimensions des images choisies sont détaillées dans le **Tableau 3-5**. Une valeur de fraction surfacique et taille moyenne γ' de chaque population est obtenue par chaque utilisateur, dont les valeurs min., max. et moyenne ont été déterminées (**Tableau 3-6**). La moyenne des écarts entre la valeur moyenne et les valeurs min. et max. seront considérées comme une estimation de l'erreur de mesure. L'incertitude relative à la fraction surfacique de précipités γ' correspond à la somme de l'erreur associé à l'opérateur (choix

du seuil au moment de la binarisation) plus de l'erreur lié à la représentativité statistique des images sur la microstructure. Le **Tableau 3-7** résume tous les détails relatifs aux images utilisées pour la quantification de la phase γ' , ainsi que les incertitudes de mesure définies pour chaque population de précipités γ' .

Tableau 3-6 : Valeurs maximales, moyennes et minimales obtenus à partir du seuil défini par les cinq utilisateurs. Les écarts obtenus seront considérés comme une estimation de l'erreur de mesure.

	d > 2 μm		0,7 μm < d < 2 μm	
	Fraction surfacique γ' (%)	Taille moyenne (μm)	Fraction surfacique γ' (%)	Taille moyenne (μm)
Valeur max.	11,0	3,8	5,5	1,0
Valeur moyenne	10,5	3,8	3,7	1,0
Valeur min.	10,2	3,7	2,6	1,0
	0,2 μm < d < 0,7 μm		0,04 μm < d < 0,2 μm	
	Fraction surfacique γ' (%)	Taille moyenne (μm)	Fraction surfacique γ' (%)	Taille moyenne (μm)
Valeur max.	15,6	0,3	6,0	0,09
Valeur moyenne	14,5	0,3	5,9	0,09
Valeur min.	13,3	0,3	5,7	0,09

Tableau 3-7 : Valeurs d'incertitude relatives aux choix du seuil de binarisation pour la mesure de fraction surfacique et taille moyenne des précipités γ' . Sur 10 images fixées, 5 utilisateurs ont défini leurs seuils qui donnent des fractions surfaciques et des tailles moyenne légèrement différentes. La variabilité des résultats permet de remonter à l'erreur de mesure liée à l'utilisateur. Analyse faite sur l'état reçu de l'alliage René 65 polycristallin.

Taille de précipité γ' :	γ'_{I} > 0,7 μm	γ'_{II} 0,1 - 0,7 μm	γ'_{III} 0,04 - 0,1 μm	γ'_{fin} ~ 20 nm
Taille d'une image individuelle	227,6 μm x 170,7 μm	22,8 μm x 17,1 μm		4,5 μm x 3,4 μm
Taille d'un pixel	0,05 μm	0,005 μm		0,02 nm
Taille de la plus petite particule détectable	0,2 μm	0,02 μm		0,01 μm
Incertitude de taille	± 30 nm	± 5 nm	± 3 nm	
Nombre de précipités	environ 3000			
Nombre d'images	au moins 10, plus si nécessaire pour les états de précipitation hétérogène			

3.4.3 Cartographies EBSD

La technique EBSD exploite les électrons rétrodiffusés qui sont diffractés par le réseau cristallin lors de l'interaction du faisceau d'électrons incident avec l'échantillon. Les électrons diffractés seront collectés sur le détecteur EBSD placé en face de

l'échantillon tilté à 70° , sous la forme de clichés de diffraction constitués de bandes de Kikuchi dont l'indexation permet de remonter à l'orientation du cristal au point d'impact. Pour acquérir une cartographie d'orientation, une grille de mesure est définie à la surface de l'échantillon, avec un pas qui conditionne la résolution spatiale de la cartographie. Le cliché de diffraction est acquis et indexé en chaque point de la grille de mesure. L'indexation des clichés de diffraction repose sur les angles entre les bandes détectées dans le cliché, comparés aux angles théoriques entre plans diffractants de la structure cristalline pré-supposée projetés dans le plan du détecteur.

La discrimination des phases γ et γ' à partir des bandes de kikuchi pour les superalliages γ - γ' est très difficile, en pratique impossible, car les signaux de surstructure présents du fait du caractère ordonné de la structure de la phase γ' sont de très faible intensité et du fait que la matrice contient très souvent de très fins précipités γ' cohérents non résolus. Dans cette étude les deux phases (et en particulier les précipités γ') seront discriminées grâce au couplage de la technique EBSD avec la mesure de composition chimique par EDS (*Energy Dispersive Spectrometry*) [162]. La **Figure 3-10** illustre le résultat obtenu par cette méthode de couplage. Cette technique permet de reconnaître les précipités γ' plus gros qu'environ $1\ \mu\text{m}$ qui est l'ordre de grandeur de la taille de la poire d'interaction d'où provient le signal EDS (i.e. la résolution spatiale) à la tension de 20 kV pour les alliages base Ni. Elle est donc adaptée pour les précipités primaires mais pas pour les précipités secondaires ou tertiaires.

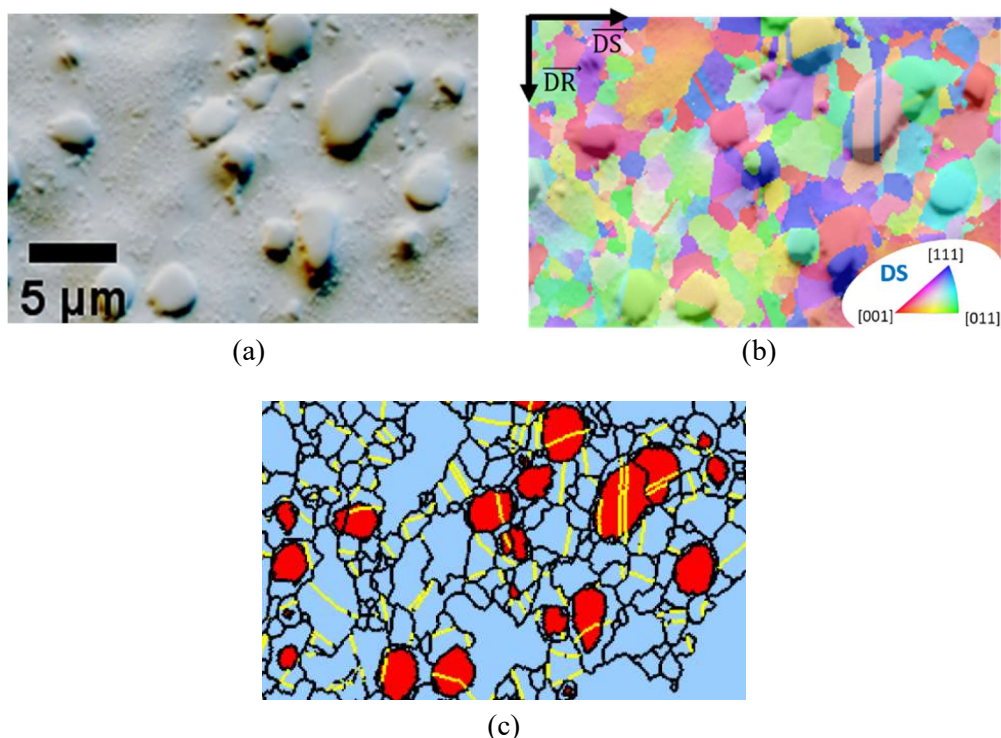


Figure 3-10 : Technique de caractérisation par couplage EDS-EBSD. a) Micrographie d'électrons secondaires, b) Cartographie d'orientation de la zone présentée en a) et c) Cartographie de phases superposée à l'image SE où les points attribués à la phase γ' sont représentés en rouge et ceux de la phase γ en bleu. Les joints de macles sont représentés en jaune (tolérance : 2°).

Le système Quantax de marque Bruker a été utilisé pour l'acquisition des données EBSD de cette étude, monté sur le microscope MEB-FEG Supra 40. La caméra EBSD modèle *e-Flash^{HR}* et le détecteur EDS modèle XFlash 5030 ont été utilisés, ainsi que le logiciel Esprit 2.1 pour réaliser les analyses. Les conditions pour l'acquisition des cartographies EDS-EBSD sont une tension d'accélération de 20 kV, une distance de travail de 15 mm, un diaphragme de 120 μm , un temps d'exposition de 8 millisecondes par pixel, frame de 2 et un mode fort courant activé. La taille des champs cartographiés et le pas de la grille de mesure ont été adaptés pour prendre en compte un nombre statistiquement représentatif de grains, selon l'étape thermomécanique vue par les échantillons. Pour les échantillons analysés après le traitement de mise en solution (section 6.1.2), ont été fixés une taille de champ de 227,6 μm x 170,7 μm et un pas de mesure de 0,3 μm . En revanche, pour les échantillons observés juste après la déformation (section 5.3.3) ou après un maintien post-dynamique (section 5.5.3), la taille du champ et le pas de mesure sont précisés dans la légende. Le taux d'indexation obtenus (i. e. le pourcentage de pixels non indexés) a toujours été inférieur à 2 %. Des analyses EDS en

mode pointé ont été réalisées pour estimer la composition chimique des précipités γ' en appliquant une tension d'accélération de 15 kV, un taux de comptage (i. e. le nombre de photons intégrés) de 60 kcps, une distance de travail (WD) de 10 mm, la méthode d'analyse quantitative P/B ZAF.

Le post-traitement des données est fait sur Matlab R2020b avec les outils de post-traitement EBSD disponibles dans la librairie MTEX. Tous les calculs sont réalisés uniquement avec les points indexés de la cartographie. Sont considérés comme des joints de grains (*High Angle Grain Boundary* en anglais) les frontières entre points de mesure voisins avec une désorientation cristalline supérieure à 10° , représentées en noir sur les cartographies. Une taille minimale d'environ $1,0 \mu\text{m}$ (i.e. 7 pixels pour un pas de $0,15 \mu\text{m}$ par exemple) a été fixée pour les grains. Les joints de macle (*Twin Boundary* en anglais) sont des joints avec une désorientation équivalente à 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$; ils seront tracés sur les cartographies avec une couleur différente précisée dans chaque légende, ainsi que la valeur de tolérance choisie pour son identification. Pour la reconnaissance des grains, les joints de macles ne sont pas considérés comme des joints de grains mais comme des défauts internes aux grains. Afin de filtrer les données brutes et de réduire le bruit dans les données d'orientation, le filtre *Half Quadratic Filter* de la librairie MTEX (basée sur le processus *total variation desoining* [163]) a été employé.

La taille de grains \bar{D} est définie comme le diamètre du cercle de même aire que le grain. La taille moyenne de grains est la moyenne arithmétique de la taille des grains. Pour le calcul de taille de grains ni les macles ni les grains de taille inférieur à 5 pixels sont pris en compte. Le repère de toutes les cartographies est défini en \overrightarrow{DS} (Direction de Sollicitation thermomécanique) pour la direction verticale et \overrightarrow{DR} (Direction Radiale) pour la direction horizontale (**Figure 3-10b**). Le triangle standard stéréographique où est défini le code de couleurs pour la représentation des cartographies d'orientation représente toujours la projection de l'axe de sollicitation thermomécanique \overrightarrow{DS} .

Conditions de Post-traitement et calcul de la fraction recristallisée

Les paramètres KAM (*Kernel Average Misorientation*) et GAKAM (*Grain Average KAM*) ont été utilisés pour quantifier les désorientations cristallines, pour séparer les grains recristallisés des grains écrouis et pour estimer la fraction recristallisée (RX). Le paramètre KAM a une valeur définie en chaque pixel (**Figure 3-11a**), il correspond à la

moyenne des angles de désorientation θ_{ij} entre le pixel i considéré et ses n pixels voisins j appartenant le même grain (équation 3.5). L'ordre du paramètre KAM va dépendre de la proximité des pixels voisins par rapport au pixel i . Par exemple, une cartographie KAM d'ordre 1 correspond à la désorientation moyenne entre un pixel et ses premiers voisins, KAM d'ordre 2 à ces deuxièmes voisins, et ainsi de suite. Dans le présent travail, seulement des cartographies KAM d'ordre 2 seront présentés. Il est à noter que les valeurs de KAM, et donc sa valeur moyenne sur les N points constituant un grain GAKAM (équation 3.6), sont fortement dépendantes du pas de mesure. Il ne sera donc pas possible de comparer leurs valeurs absolues entre des cartographies acquises avec un pas de mesure différent. De même, la valeur seuil employée pour séparer les grains recristallisés peut être amenée à être modifiée en fonction du pas de mesure employée.

$$KAM_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \theta_{ij} \quad (3.5)$$

$$GAKAM_K = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N KAM_i \quad (3.6)$$

Dans cette étude, le pas de mesure ainsi que la taille du champ d'analyse seront précisés dans chaque légende, pour les analyses EDS-EBSD qui visent à estimer la fraction recristallisée. L'échelle de désorientation KAM et GAKAM sont fixées à $[0, 2]^\circ$ et $[0, 1]^\circ$ respectivement pour la représentation des cartographies correspondantes. La **Figure 3-11** illustre les étapes de mesure de la fraction recristallisée et les modes de représentations des cartographies associées.

Les grains non-recristallisés NRX présentent une densité de dislocations plus élevée que les grains recristallisés RX. La présence de dislocations géométriquement nécessaires (GND) entraîne une désorientation cristallographique locale [4, 5]. Ainsi, à partir de la mesure des désorientations locales par cartographie KAM, il est possible de différencier les grains selon leur niveau de désorientation intragranulaire (et donc leur niveau de densité de dislocations) et d'estimer la fraction surfacique occupée par les grains recristallisés. La méthode appliquée dans cette étude pour la détermination de la fraction recristallisée est basée sur celle proposée par A. NICOLAY [166].

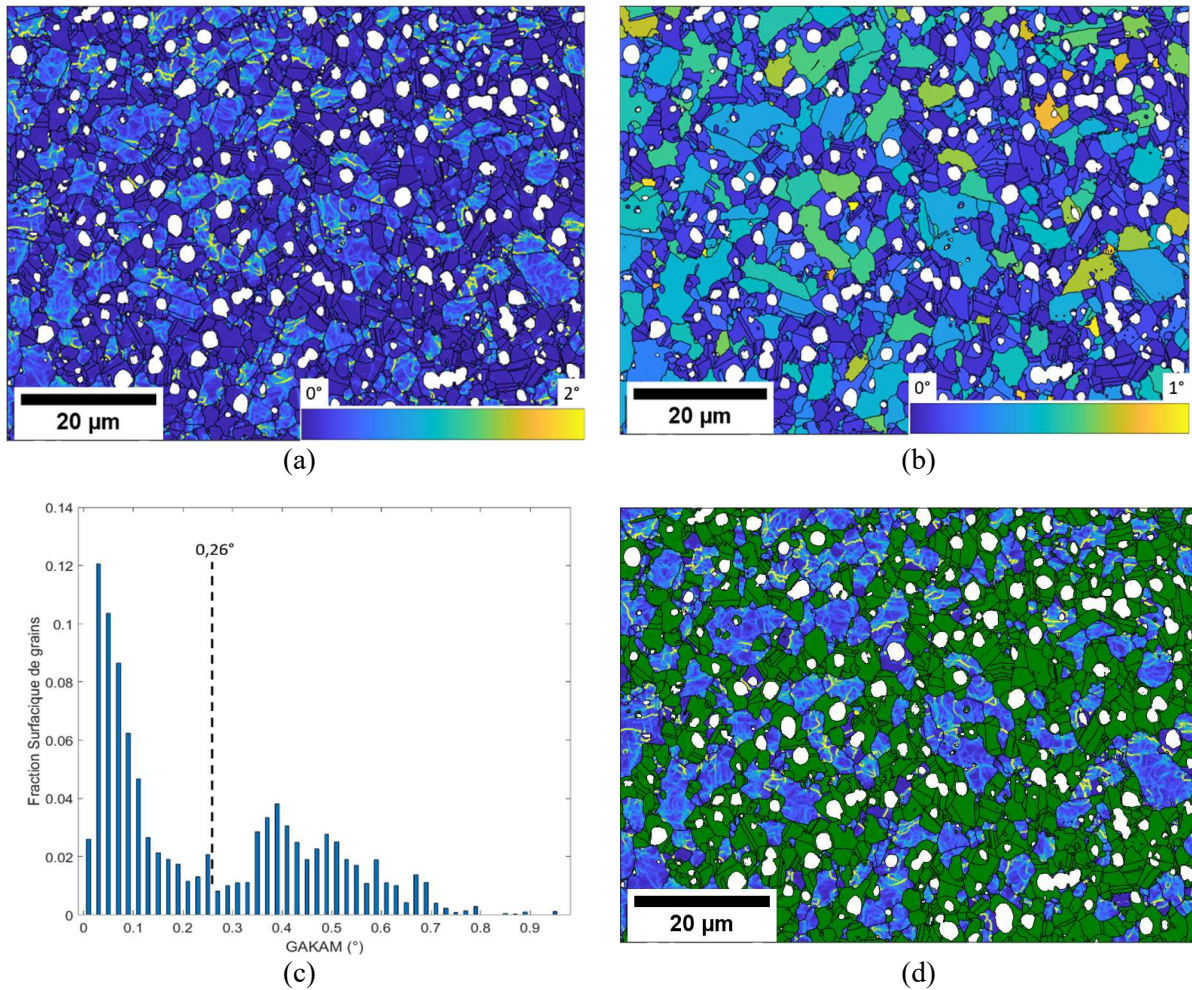


Figure 3-11 : Illustration du traitement d'une cartographie EDS-EBSD pour la séparation de la partie recristallisée. a) Cartographie du paramètre KAM d'ordre 2 et b) Cartographie du paramètre GAKAM avec les joints de grains en noir (également les joints de macles) et les précipités γ' détectés par EDS qui sont représentés en blanc. c) Distribution des valeur GAKAM correspondantes et valeur seuil choisie pour séparer les grains recristallisés et non-recristallisés. d) Cartographie KAM après l'application du seuil GAKAM où les grains recristallisés sont représentés en vert. Pas de mesure de 130 nm ; champ de 113,42 μm x 85,08 μm.

Chapitre 4

4. Évolutions des précipités γ' au cours du chauffage

Ce chapitre vise à décrire l'évolution des précipités γ' lors d'un maintien en température sub-solvus. Plus précisément deux volets sont abordés.

Le premier concerne la cinétique de dissolution des précipités γ' primaires lors des traitements thermiques isothermes à différents temps et températures proches du solvus γ' , mais surtout au-dessous du solvus. Ce volet est en lien avec le contrôle de la taille de grains par ancrage des joints de grains. Un modèle phénoménologique qui décrit la fraction surfacique des précipités γ' primaires en fonction du temps et de la température sera présenté en suivant une approche similaire à celle employée pour l'AD730™ [14].

Le second volet est plus en lien avec les étapes de forgeage en tant que telles, il porte sur la dissolution des précipités durcissants au cours du chauffage et l'impact de la vitesse de montée en température. La présence de fins précipités qui ne se seraient pas dissouts lors du chauffage pourrait gêner la recristallisation dynamique, il est donc important d'établir les conditions dans lesquelles des précipités secondaires pourraient subsister au moment du forgeage.

4.1 Cinétiques de dissolution des précipités γ' primaires

4.1.1 Plan d'expériences et données collectées

Différents traitements isothermes ont été effectués, comme on peut le voir sur la **Tableau 4-1**. Dans un premier temps, des maintiens de 4h à différentes températures - de 1010 °C à 1120 °C - ont été réalisés. La durée de 4h a été choisie pour permettre de négliger l'effet de la vitesse de chauffage sur la fraction surfacique mesurée et pour s'assurer de la dissolution complète des précipités γ' secondaires et tertiaires. En raison de la grande similarité entre les alliages René 65 et AD730™, des données expérimentales fournies par Safran sur l'alliage AD730™ ont été intégrées à l'étude. Une fois le modèle phénoménologique pour décrire la fraction de précipités γ' en fonction de la température établie, le modèle JMAK est utilisé afin de décrire l'évolution de la fraction γ' au cours

du temps. Des essais supplémentaires avec des temps de maintien plus courts, entre 5 min et 90 min, ont été réalisés afin de valider le modèle qui prend en compte l'effet de la température et du temps sur la dissolution des précipités γ' . En plus, les valeurs de quantification de phase γ' réalisés lors de la thèse de Marie Agathe Charpagne [8] sur l'alliage René 65 ont été également repris à titre de comparaison, des traitements thermiques isothermes à des températures entre 900 °C à 1090 °C et pour une durée de 120 min. Les traitements thermiques ont été interrompus soit par une trempe à l'eau soit par un refroidissement à 100 °C/min (pour les données fournies par Safran). L'évolution des précipités γ' primaires est négligeable pendant le refroidissement à 100 °C/min comme a été confirmé par comparaison avec les fractions surfaciques obtenus après trempe à l'eau.

Tableau 4-1 : Ensemble des conditions de traitement thermique considérées pour déterminer la cinétique de dissolution des précipités primaires dans les alliages René 65 et AD730™ : issues de la thèse de Marie-Agathe Charpagne [8] (croix rouges), issues des traitement thermiques réalisés dans le cadre des présents travaux (rond rouge) et fournies par Safran pour l'alliage AD730™ (croix bleues). La ligne épaisse orange représente la température de solvus de la phase γ' , selon les références [8,160].

T (°C)	Temps (min)								
	5	10	15	20	30	60	90	120	240
900								x	
950								x	
975								x	
1000								x	
1010									o
1025								x	
1030									o
1040								x	
1050								x	o
1060		x		x		x			x
1065					o		o	x	o
1070		x		x		x			x
1080		x		x		x		x	x
1090		x		x	o	x		x	x o
1100			x		x	x			x o
1110	o	x		x	o	x			x o
1115									o
1120					x	x			o

4.1.2 Évolution de la fraction de phase γ' en fonction de la température

La **Figure 4-1** illustre les microstructures obtenues après 4h à différentes températures. La dissolution progressive de la phase γ' à mesure que la température s'approche du solvus apparait clairement sur ces micrographies, où les précipités apparaissent plus clairs que la matrice. Ces images permettent également de distinguer le contraste cristallographique et ainsi la taille de grains de la matrice. Plus la fraction des γ' primaires diminue – lorsque la température augmente – plus la taille de grains est importante. Ce résultat a déjà été observé de nombreuses fois pour différents alliages [8,39,42,87,167,168] et peut être expliqué par le fait que les joints de grains, initialement ancrés par les précipités γ' primaires par mécanisme de Smith-Zener, sont progressivement libérés au fur et à mesure que les précipités se dissolvent.

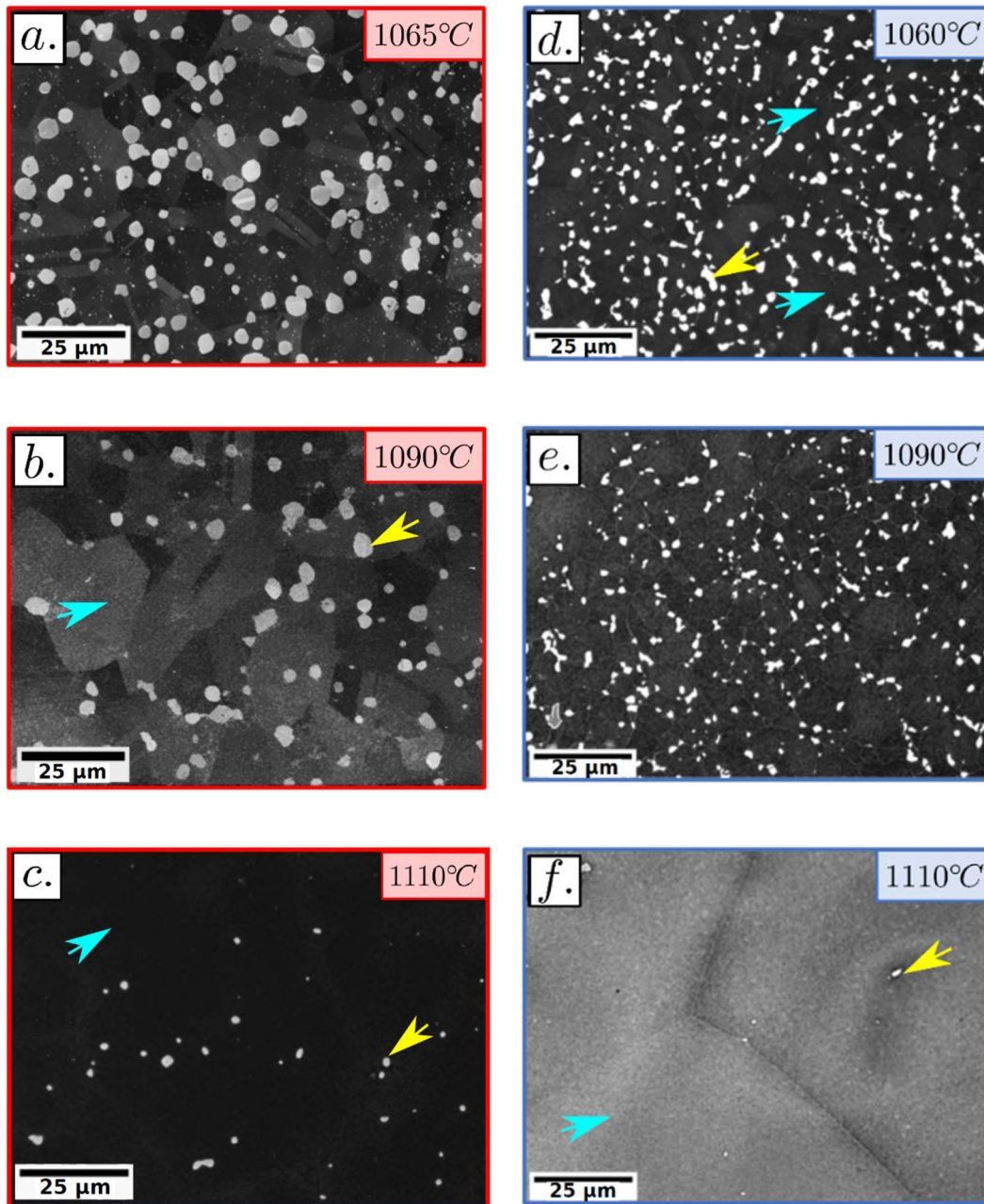


Figure 4-1 : Micrographies MEB-SE obtenues après 4 h de traitement thermique à (a) 1065 °C ; (b) 1090 °C ; (c) 1110 °C pour l’alliage René 65 et à (d) 1060 °C ; (e) 1090 °C ; (f) 1110 °C pour l’alliage AD730™. Les particules en gris plus clair (flèches jaunes) sont les précipités γ' primaires et la matrice est en gris foncé (flèches bleues). Les conditions d’obtention de ces images sont celles présentées dans la section 3.4.1.

La fraction surfacique de phase γ' ainsi que la taille des précipités ont été mesurées à partir d’images du type de celles de la **Figure 4-1**. Les données sont présentées sur les **Figure 4-2** et **Figure 4-3** respectivement.

Pour 4 h de traitement thermique, la fraction de précipités γ' primaires évolue de manière significative à partir de 50 °C sous la température de solvus et reste constante lorsque la température est plus faible, pour les deux alliages (**Figure 4-2(a, b)**). Ici, l'éventuelle présence de précipités γ' secondaires, voire tertiaires, n'a pas été prise en compte dans la mesure de la fraction de phase γ' . Les fractions surfaciques considérées correspondent uniquement aux précipités de taille supérieure à 0,7 μm , c'est-à-dire uniquement aux précipités primaires. La raison pour laquelle la fraction surfacique de précipités γ' primaires est stable aux plus faibles températures est liée à la présence de précipités secondaires qui se dissolvent d'abord ; leur présence est indiquée par une étiquette sur les graphiques de la **Figure 4-2a**. La **Figure 4-2a** montre également l'évolution de fraction volumique de phase γ' simulée via ThermoCalc. À noter que les valeurs issues de la simulation thermodynamique ne correspondent pas exactement aux valeurs expérimentales de T_{solvus} obtenues pour l'alliage René 65, avec un décalage de 17 °C. Pour l'alliage AD730™ (**Figure 4-2b**) en revanche, la correspondance entre les points expérimentaux et les résultats de ThermoCalc est meilleure.

A partir de ces résultats, une T_{solvus} expérimentale ou effective peut être déterminée à partir de ces données comme étant la température à laquelle la fraction surfacique de précipités γ' primaires est égale à zéro après 4h de maintien isotherme : 1110 °C pour l'alliage René 65 et 1108 °C pour l'alliage AD730™, en bon accord avec la littérature [10,23,58].

Il est à noter que les fractions mesurées dans ce travail proviennent d'une coupe 2D (i.e. des fractions surfaciques) et que les fractions données par ThermoCalc correspondent à des fractions volumiques. Dans la comparaison qui est faite ici, les fractions surfaciques mesurées sont considérées égales aux fractions volumiques associées, ce qui suppose que la qualité statistique des données soit suffisante.

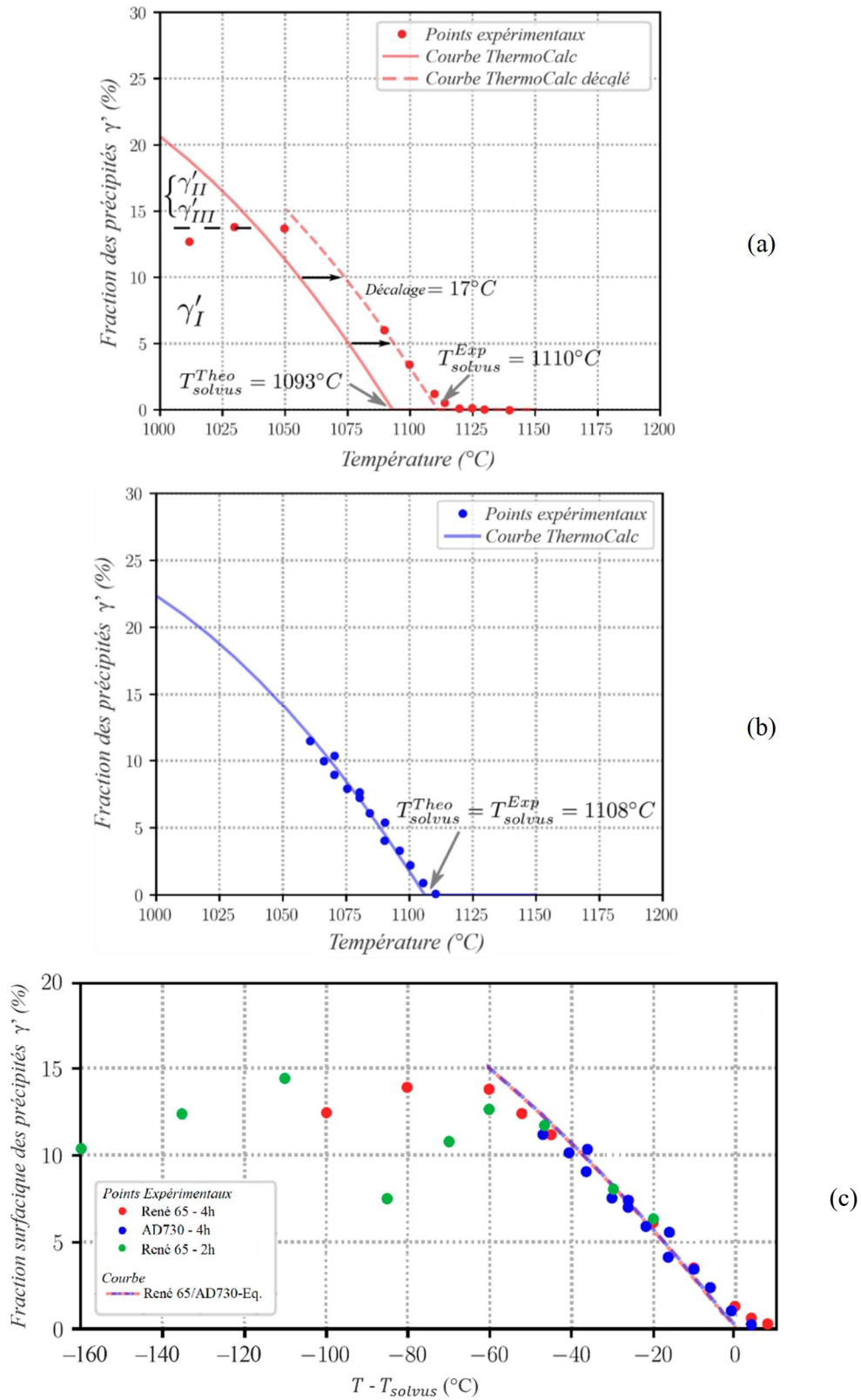


Figure 4-2 : Fraction surfacique de précipités γ' de taille supérieure à $0,7 \mu\text{m}$ mesurée après des traitements thermiques de 4h en fonction de la température, pour les alliages a) René 65 et b) AD730TM et courbe d'évolution prédite par ThermoCalc (Calculs réalisés par Safran avec la base TCNI9). c) Fraction surfacique des précipités γ' primaires après des traitements en isotherme de 120 min (points en vert) et de 240 min (points en rouge) pour l'alliage René 65, et des traitements

en isotherme de 240 min pour l'alliage AD730TM (points en bleu). En plus, courbe qui reprend la forme des courbes ThermoCalc, décrite par l'équation (4.1). Les fractions mesurés après 120 min de mise en solution sont des données supplémentaires issus de la thèse de Charpagne [8].

L'ensemble des points expérimentaux à 4h de traitement thermique ainsi que les courbes issues de ThermoCalc (décalée de 17°C pour l'alliage René 65) sont présentés sur la **Figure 4-2c**, dont la fraction surfacique de précipités est exprimée en fonction de l'écart à la température de solvus, donc en fonction de la différence de $T - T_{solvus}$. Ce mode représentation permet de visualiser que, même si leurs compositions chimiques sont légèrement différentes, l'évolution de la fraction de phase γ' est très similaire pour les deux alliages à l'approche de la température de solvus, au moins pour une durée de traitement suffisamment longue pour atteindre (ou s'approcher de) l'état d'équilibre. Pour l'alliage René 65, des données correspondant à 2h de traitement thermique et tirées de la thèse de M-A. Charpagne [8] ont été ajoutées sur la **Figure 4-2c**. Dans la plage de température de 50 °C sous le solvus, la fraction de γ' primaires mesurée après 2h (points en vert) est très proche de la fraction obtenue après 4h de traitement (points en rouge), indiquant que la fraction d'équilibre serait déjà atteinte au bout de 2h. La dispersion plus importante sur les points à 2h de recuit est liée à une statistique plus faible de la quantification faite par M-A. Charpagne (2 images de 45,7 μm x 34,3 μm pour chaque température).

La **Figure 4-3** illustre l'évolution de la taille moyenne des précipités γ' primaires (diamètre moyen supérieur à 0,7 μm) pour les alliages René 65 et AD730TM. Pour des temps de maintien courts (< 2000s), la taille moyenne des précipités γ' diminue, comme attendu suite au processus de dissolution. Cependant, après 1 heure de traitement thermique (> 3600s), une légère augmentation de la taille moyenne du précipité peut être observée. Ce comportement suggère la présence du phénomène de mûrissement d'Ostwald ([14], voir section 2.2.3), pour lequel les grands précipités γ' augmentent et les petits diminuent et disparaissent, tout en gardant la fraction volumique constante.

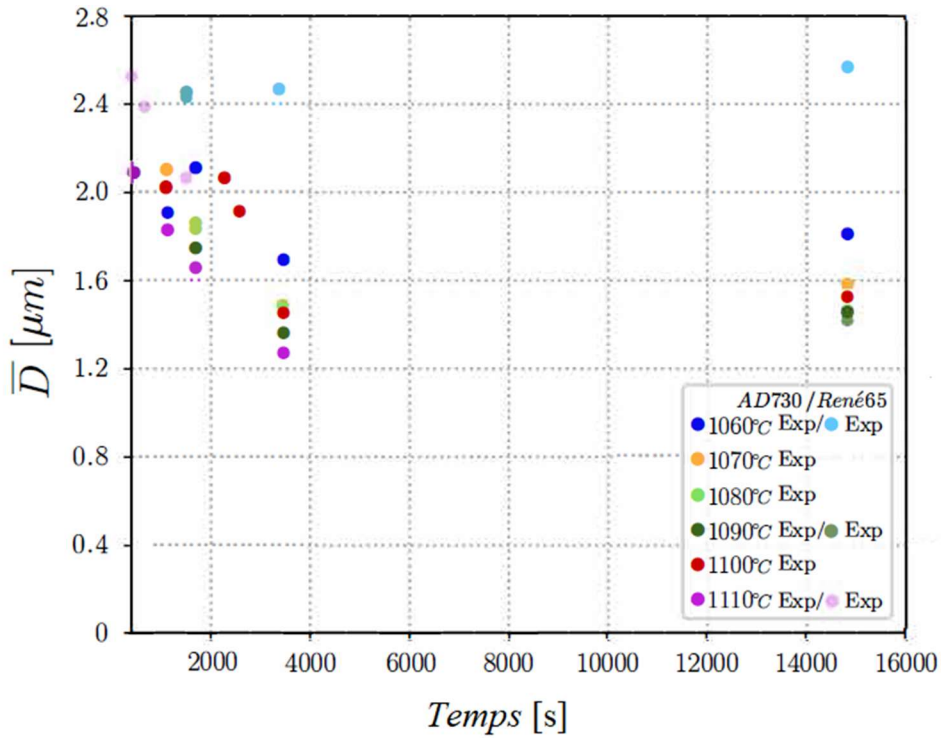


Figure 4-3 : Diamètre moyen de précipités γ' de taille supérieure à $0,7 \mu\text{m}$ mesuré après des traitements thermiques à différents temps de maintien en fonction de la température, pour les alliages René 65 et AD730TM.

Une loi phénoménologique, qui s'applique pour les deux alliages dans la plage de 50°C en dessous de leurs températures de solvus respectives, a été établie pour décrire l'évolution de la fraction d'équilibre [14]:

$$f_{eqRené65/AD730}(T) = -0,00084(T - T_{solvus})^2 - 0,3(T - T_{solvus}) \quad (4.1)$$

où $T_{solvus} = 1110^\circ\text{C}$ pour l'alliage René 65 ou 1108°C pour l'alliage AD730TM et $f_{eqRené65/AD730}(T)$ est la fraction volumique d'équilibre, en pratique la fraction de précipité γ' primaires mesurée après 4h de traitement. Il existe des modèles d'évolution de la fraction volumique de phase γ' en fonction de la température dans la littérature, établis pour des alliages de métallurgie des poudres et des alliages monocristallins [65,70,169,170], mais très peu pour des alliages corroyés polycristallins [23]. Ici, il a été choisi en première approche de simplement décrire les données au moyen d'une loi purement phénoménologique sous la forme d'une approximation polynomiale du second ordre. L'allure des courbes, ainsi que les valeurs des coefficients de second ordre obtenus,

suggèrent qu'une approximation linéaire, bien que légèrement moins précise, auraient également été acceptable.

4.1.3 Fraction surfacique de γ' primaires en fonction du temps et de la température

Le but principal de cette partie est de décrire la cinétique avec laquelle les précipités primaires se dissolvent, dans la plage de 50 °C sous le solvus, pour atteindre la fraction d'équilibre définie dans la section précédente et décrite par l'équation (4.1). Le modèle JMAK est utilisé ici pour décrire cette cinétique de dissolution :

$$f_{\gamma'}(t, T) = f_{eq}(T) + (f_o - f_{eq}(T)) \exp\left(\frac{-t}{t_1}\right) \quad (4.2)$$

Cette relation a déjà été utilisée dans plusieurs travaux pour représenter la dissolution de la phase γ' pour les superalliages à base de nickel [57–59]. La fraction surfacique des précipités à l'équilibre thermodynamique est représentée par $f_{eq}(T)$, t_1 est une constante de temps et f_o correspond à la fraction surfacique de précipités γ' primaires à $t = 0$ s (i.e. la fraction au moment où l'échantillon atteint la T de consigne, à $t = 0$ s de l'évolution isotherme). En supposant que l'équation (4.2) est valable pour décrire la dissolution de la phase γ' des deux alliages, et que l'équation (4.1) est valable sur la plage $T_{solvus} - 50$ °C < T < T_{solvus} pour fournir la fraction surfacique d'équilibre des précipités γ' primaires ($f_{eqRené65/AD730}(T) = f_{eq}(T)$), l'expression suivante est obtenue :

$$f_{\gamma'}(t, T) = f_{eqRené65/AD730}(T) + (f_o - f_{eqRené65/AD730}(T)) \exp\left(\frac{-t}{t_1}\right) \quad (4.3)$$

La **Figure 4-4a** montre les résultats expérimentaux obtenus pour différentes durées de traitement thermique variant de 5 min à 240 min, à différentes températures et pour chacun des deux alliages étudiés ; ainsi que les prédictions par l'équation (4.3). La fraction surfacique initiale des précipités γ' primaires f_o étaient de 12,5% et la valeur de la constante t_1 identifiée pour l'ensemble de ces données expérimentales est 1300 s. On avait fait le choix de utiliser la valeur t_1 pour reproduire la cinétique de dissolution pour toutes les températures, contrairement au travail présenté dans [58], où le paramètre t_1 a

été identifié pour chaque température. Par ailleurs, des simulations en champs complets (par méthode Level Set - LS) réalisées par ALVARADO et al. [14] ont donné des résultats très similaires à ceux du modèle phénoménologique présenté dans cette section et permis également la prédiction de la taille de grains au cours d'un traitement thermique en prenant compte l'évolution réaliste des précipités γ' primaires.

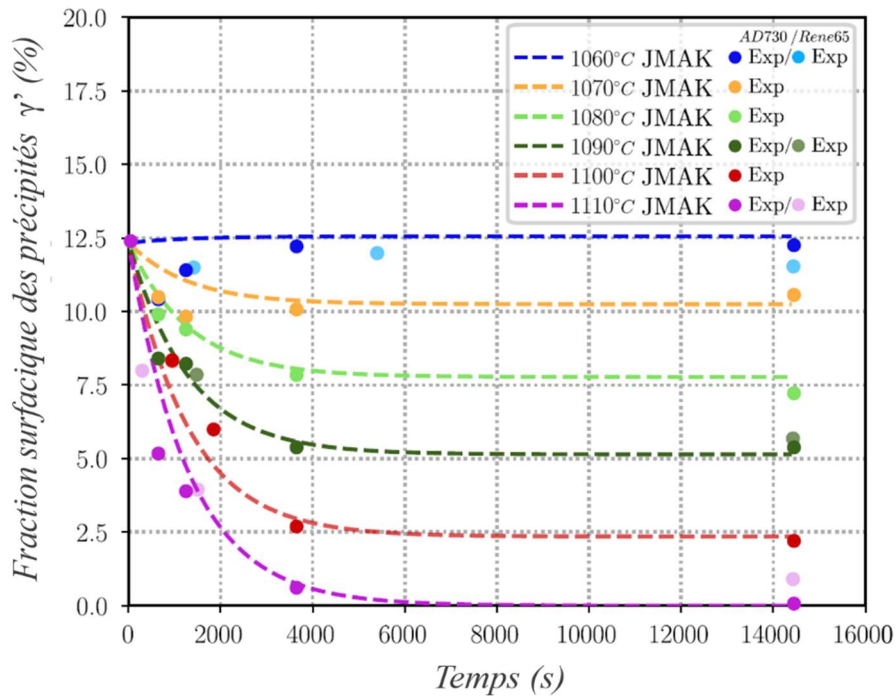


Figure 4-4 : Comparaison entre le modèle phénoménologique décrit par l'équation 4.3 (lignes pointillées) et les résultats expérimentaux (points) de la fraction des γ' primaires à différents temps et températures pour les alliages René 65 et AD730TM.

Les évolutions démontrées dans ce chapitre correspondent aux précipités γ' primaires de la matière à l'état de débouchure décrite en section 3.1. Des résultats préliminaires sur les précipités γ' primaires dans la billette (état matériau plus amont du procédé) ont été réalisés à 1065 °C pour différents temps isothermes, et sont présentés dans la section suivante.

4.1.4. Résultats préliminaires : comparaison entre les précipités γ' primaires de la débouchure et ceux de l'état billette

Afin de vérifier si la cinétique de dissolution établie pour les précipités γ' primaires d'un état forgé (état débouchure, sections 4.2.1 à 4.2.3) serait également valable sur un état amont représentatif du demi-produit, quelques traitements thermiques supplémentaires ont été appliqués à des échantillons prélevés dans une billette, pour des durées de 25 min, 90 min et 240 min de maintien isotherme à 1065 °C. La **Figure 4-5** présente les différentes microstructures obtenues ainsi que le critère de taille utilisé pour quantifier les deux populations de précipités γ' primaires sur la billette et débouchure.

Les deux états billette et débouchure ayant un historique thermomécanique différent, il a d'abord été vérifié, par analyse EDS en microscopie électronique à balayage (MEB), si les précipités primaires avaient des compositions chimiques similaires dans les deux états. En raison de la résolution spatiale de la technique EDS mise en œuvre en MEB, il n'est pas possible de mesurer la composition chimique de précipités de taille inférieure au micromètre. Ces analyses ont donc été faites, dans la billette et dans la débouchure, au centre des précipités γ' primaires les plus gros ($d > 2 \mu\text{m}$) afin de limiter l'effet de matrice. Sept précipités ont été analysés pour chaque état. Les résultats présentés dans le **Tableau 4-2** correspondent à la moyenne de la composition chimique obtenue pour les 7 précipités. Ces mesures n'ont pas révélé de différence de composition chimique significative entre les précipités primaires des deux états reçus (billette et débouchure).

Tableau 4-2 : composition chimique des précipités primaires mesurée par analyse EDS en microscopie électronique à balayage (moyennes sur 7 mesures réalisées au centre de gros précipités pour minimiser les effets de matrice).

Phase γ' (%wt.)	Al	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Nb	Mo	W
Billette	4,0	9,7	2,7	0,3	6,5	60,4	1,1	0,6	0,0
Écart-type	0,05	0,09	0,08	0,04	0,2	1,2	0,02	0,04	0
Débouchure	4,0	9,8	2,6	0,2	6,3	59,8	1,0	0,6	0,0
Écart-type	0,04	0,2	0,1	0,03	0,04	0,2	0,03	0,04	0

La microstructure de la billette (**Figure 4-5a**) est en fait différente de celle de la débouchure (**Figure 4-5c**) en terme de distribution de précipités, avec deux types de zones distincts: des zones avec des précipités γ' primaires de diamètre supérieur à 2 μm où les

grains sont équiaxes, que l'on qualifiera donc de zones équiaxes, et des zones sous forme des bandes très allongées dans la direction axiale, avec des précipités γ' de plus petite taille ($0,7 \mu\text{m} < d < 2 \mu\text{m}$), dans lesquelles la matrice n'est pas recristallisée mais seulement restaurée qu'on nommera donc zones de grains restaurés. La nomenclature des zones adoptées font référence aux types de grains observés dans chaque zone, selon les travaux de Charpagne [8]. Les précipités γ' primaires des zones équiaxes dans la débouchure (en blanc sur la **Figure 4-5d**) sont comparables aux précipités γ' primaires observés dans la zone équiaxe de la billette (**Figure 4-5b**), dont la taille moyenne est également supérieure à $2 \mu\text{m}$. C'est donc essentiellement sur ces zones que portera la comparaison de cinétique de dissolution des primaires abordée dans cette section.

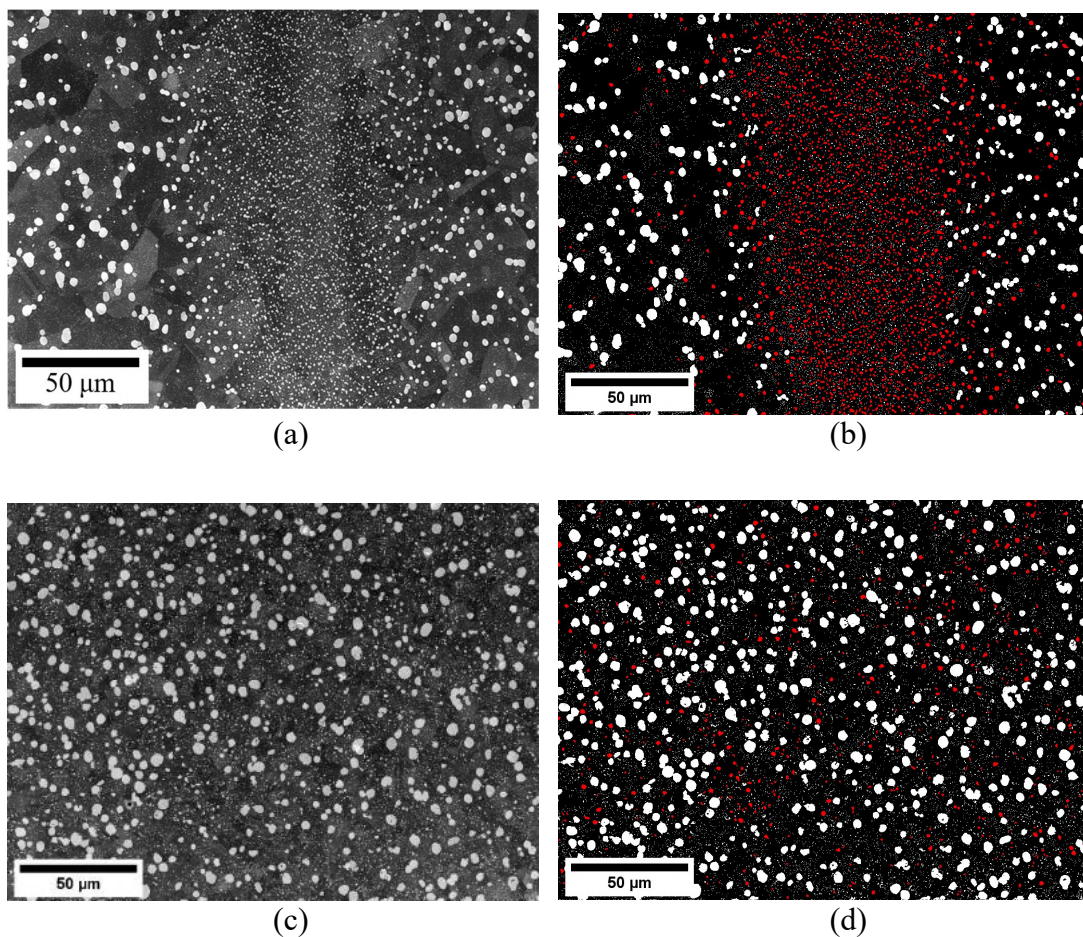


Figure 4-5 : Micrographies SEM-In Lens SE (a, c) et critère de taille appliqué pour distinguer les deux populations de précipités γ' primaires (a, b) dans la billette et (c, d) dans la débouchure/matière forgée. (a) Etat billette après 90 min à $1065 \text{ }^\circ\text{C}$ (c) Etat débouchure après 240 min à $1030 \text{ }^\circ\text{C}$. Les précipités en blanc dans les figures (b, d) ont diamètre moyen égal ou supérieur à $2 \mu\text{m}$ et les précipités en rouge ont un diamètre entre $0,7 \mu\text{m}$ et $2 \mu\text{m}$.

La **Figure 4-6** montre l'évolution des deux populations de précipités γ' , de taille supérieure à $2 \mu\text{m}$ et de petite taille (entre $0,7 \mu\text{m}$ et $2 \mu\text{m}$), en fonction du temps pour la température de $1065 \text{ }^\circ\text{C}$. Il semblerait que, dans les premières 50 min de traitement isotherme, les fractions γ' ont tendance à se stabiliser, autant dans la billette que dans la débouchure. A partir de 90 min, les fractions γ' évoluent en suivant la même tendance. Ce résultat nous permet de conclure qu'à $1065 \text{ }^\circ\text{C}$, les précipités γ' primaires présents à la fois en début et au cours de gamme de fabrication évolueront de manière similaire pour les traitements thermiques de durée supérieure à 90 min. Cette évolution est valable pour la population de précipités γ' primaires plus gros (i.e. de diamètre supérieur à $2 \mu\text{m}$). Pour les précipités γ' de plus petite taille ($0,7 \mu\text{m} < d < 2 \mu\text{m}$), les fractions ont tendance à se stabiliser à des valeurs de fraction distinctes (**Figure 4-6b**) liés à distribution hétérogène de ces précipités. La **Figure 4-6b** se réfère à ce que se passe spécifiquement dans les zones mal recristallisées de la billette et qui disparaissent dans la débouchure, donc ces données ne sont pas pertinentes pour la comparaison avec la matière forgée. La **Figure 4-7** montre les distributions de taille de précipités γ' primaires, pour la billette et débouchure, qui correspondent aux évolutions de la **Figure 4-6a**. Des variations négligeables sont observées entre les distributions de taille de la billette et de la débouchure à $1065 \text{ }^\circ\text{C}$.

D'après ces premiers résultats, il semblerait qu'à $1065 \text{ }^\circ\text{C}$, les précipités γ' primaires observés peuvent être considérés comme identiques en termes de composition chimique et il semblerait qu'ils suivront la même évolution à partir de 90 min de maintien. En revanche, ce résultat doit être également validé pour d'autres températures de traitement, surtout pour celles plus proches de la T_{solvus} où l'effet diffusionnel et les évolutions sur les γ' primaires sont plus conséquents. Une fois validé pour une plage plus large de températures, cela signifie que le modèle établi dans la section 4.1 de ce manuscrit sera également capable de prédire l'évolution du taux de précipités γ' primaires présents dans la billette et sur d'autres états intermédiaires de la gamme de fabrication, en fonction du temps et pour des températures proches du solvus.

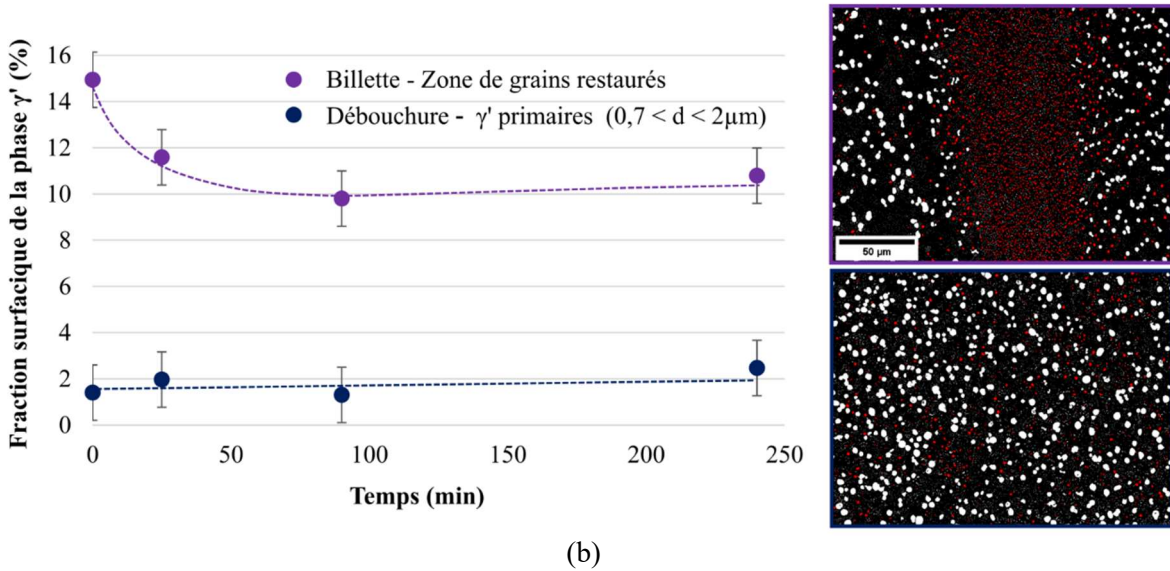
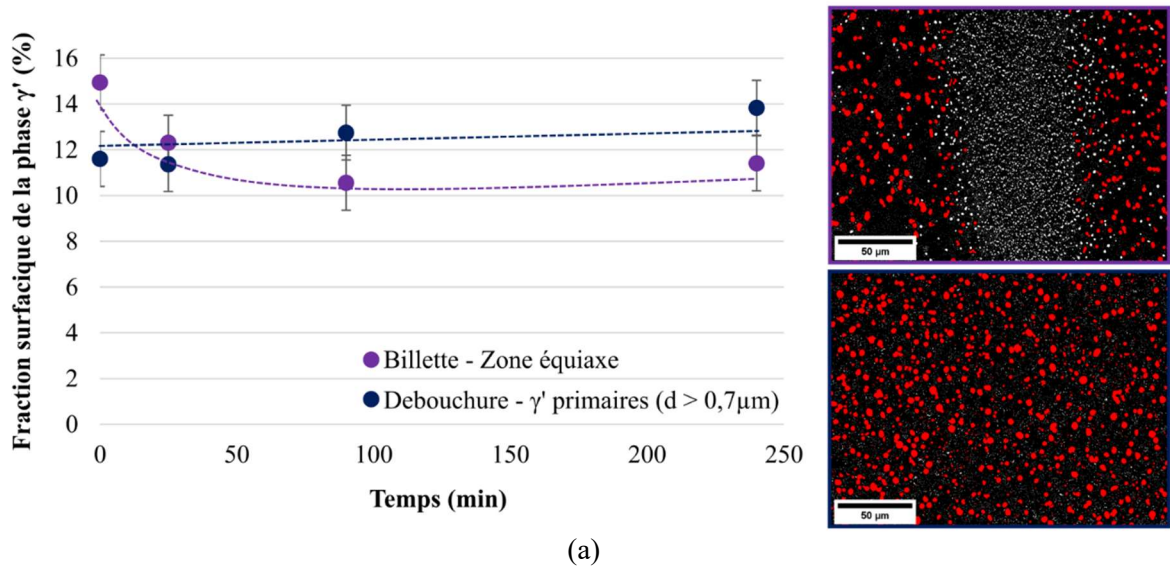


Figure 4-6 : Fraction surfacique de précipités γ' en fonction du temps pour la température fixée à 1065 °C, séparés par (a) zones de gros précipités γ' primaires et (b) par zone de petits précipités γ' pour la billette et pour la débouchure. Images binarisés que sélectionnent en rouge les particules qui sont prises en compte dans le calcul. Les barres d'incertitudes sont déterminées par rapport à la variabilité des résultats en fonction du nombre d'images prise en compte (section 3.4.2).

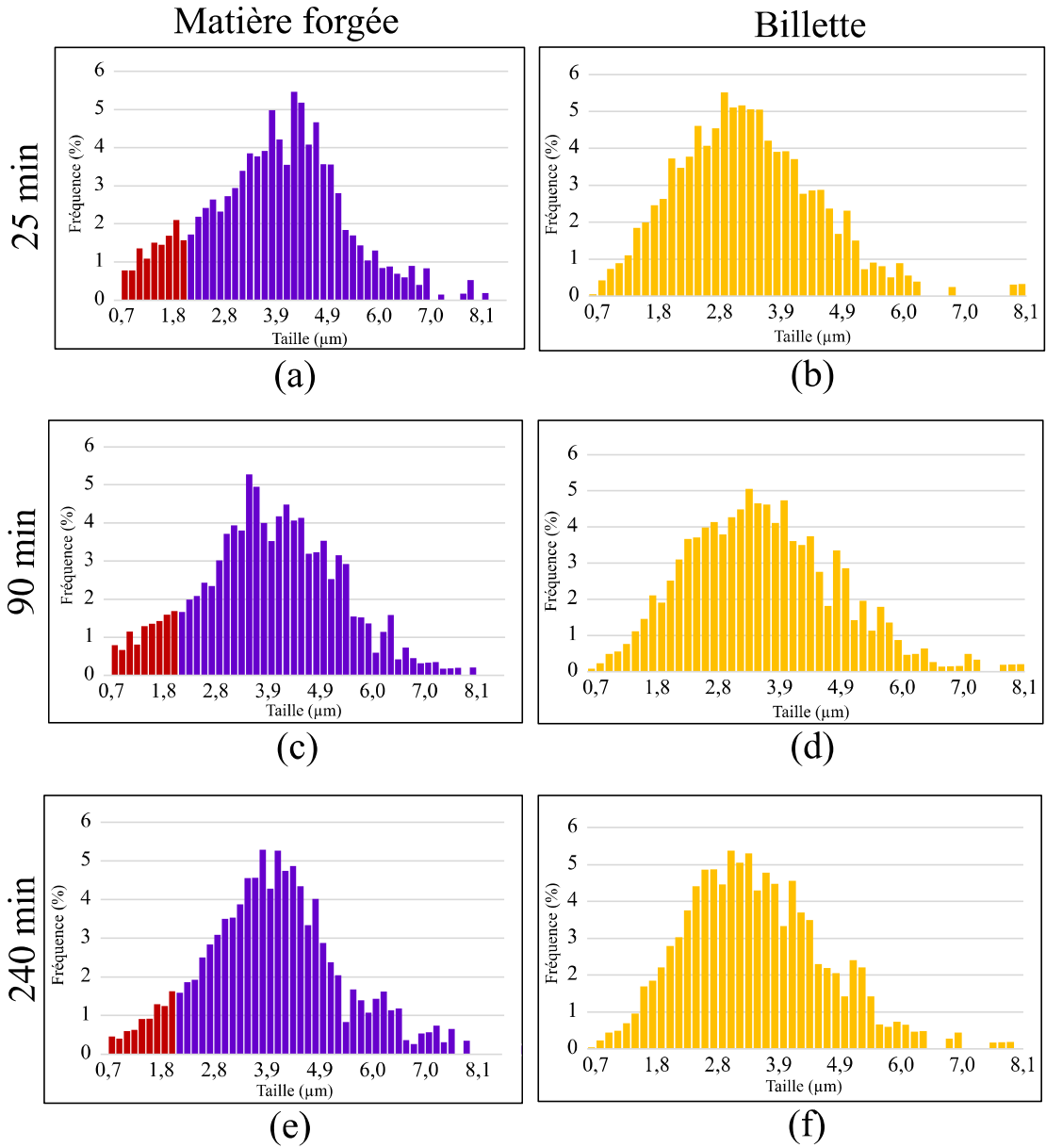


Figure 4-7 : Distributions de taille de précipités γ' primaires dans la (a, c, e) matière forgée (diamètre moyen supérieur à 0,7 μm) et dans la (b, d, f) billette (zone équiaxe) après traitement thermique à 1065 °C pendant (a, b) 25 min, (c, d) 90 min et (e, f) 240 min. Les barres en rouge correspondent aux précipités qui ont diamètre entre 0,7 μm et 2 μm , et les barres violettes aux précipités de diamètre moyen égal ou supérieur à 2 μm , tous les deux dans la matière forgée.

4.2 Influence de la vitesse de chauffage sur l'état de précipitation avant déformation

En principe les températures de forgeage sont choisies suffisamment hautes pour que les précipités durcissants soient dissouts et abaisser ainsi la contrainte d'écoulement. Des

références de la littérature [65,66,68,171] ainsi que des observations expérimentales présentées dans ce manuscrit (**Figure 4-8**) montrent néanmoins la présence de précipités γ' secondaires à des températures auxquelles, dans des conditions d'équilibre thermodynamique, ne devraient pas être observés, lorsque le matériau est chauffé à des vitesses de chauffage élevées. Une analyse sur les états de précipitation γ' obtenus dans les échantillons avant compression a été faite afin de vérifier si la vitesse de chauffage porte une influence. Les échantillons de la **Figure 4-8** sont des échantillons de taille centimétrique qui ont été introduits dans le four préalablement chauffé (vitesse de chauffage évaluée à 330 °C/min). Ils ont été maintenus en température pendant 25 min puis trempés à l'eau. La présence de précipités plus petits que les précipités γ' primaires et en quantité variable selon la température de maintien apparaît clairement sur ces micrographies. Une telle densité de précipités relativement fins est susceptible d'interagir fortement avec les phénomènes de recristallisation et d'influencer la contrainte d'écoulement. Ces observations soulèvent donc la question de l'influence de la vitesse de chauffage sur la dissolution des précipités γ' secondaires et tertiaires, qui fait l'objet de cette section du manuscrit.

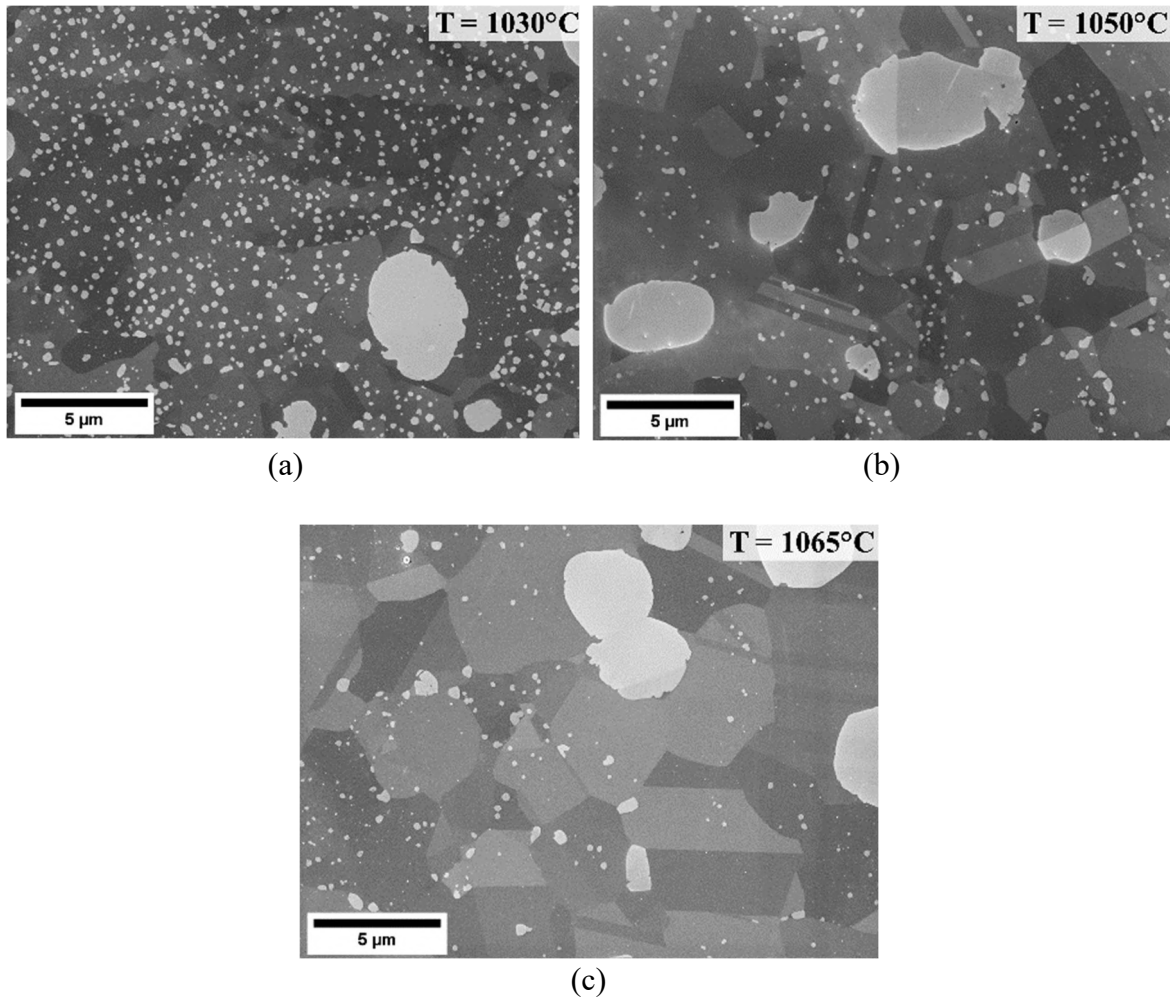


Figure 4-8 : Micrographies MEB-In Lens des échantillons de la débouchure après chauffage à 330 °C/min et mise en solution pendant 25 min à (a) 1030 °C, (b) 1050 °C, (c) 1065 °C, suivis par trempe à l'eau. Vitesse de chauffage d'environ 330 °C/min, obtenue par l'introduction de l'échantillon de petites dimensions dans le four préalablement chauffé.

Les essais ont été effectués à des températures de 990 °C, 1010 °C, 1030 °C et 1050 °C, avec des vitesses de chauffage d'environ 330 °C/min et 7 °C/min ont été choisies (**Figure 4-9**), ce qui correspondent à l'insertion de l'échantillon dans un four préchauffé ($\dot{T} \approx 330^\circ\text{C}/\text{min}$) ou à l'insertion de l'échantillon dans le four à température ambiante qui chauffe ensuite à une vitesse imposée plus faible ($\dot{T} \approx 7^\circ\text{C}/\text{min}$). Une fois arrivé à la température cible, un maintien de 5 min en isotherme est appliqué avant la trempe à l'eau. La vitesse de chauffage a été calculée en prenant la température de 800 °C jusqu'à la température cible. Pour mieux apprécier l'effet de la vitesse de chauffage, un temps de maintien relativement court a en effet été appliqué ici.

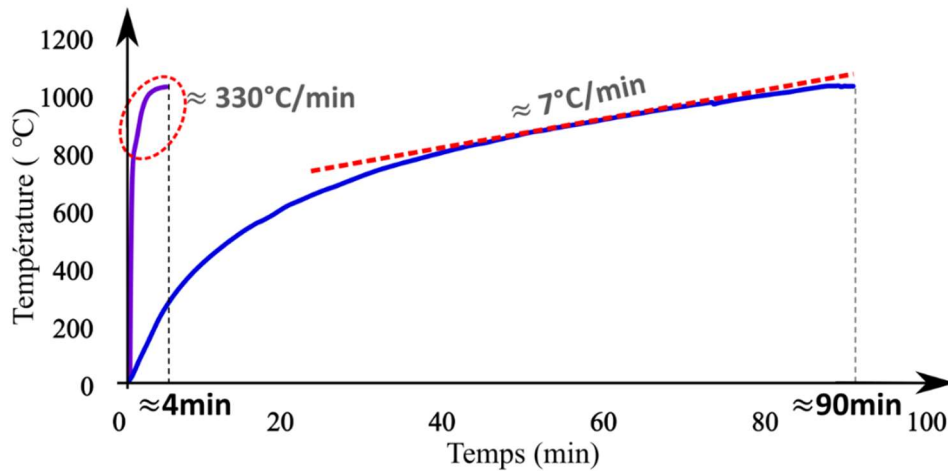


Figure 4-9 : Schéma thermique qui représente les deux vitesses de chauffage appliqués pour attendre les températures de 990 °C, 1010 °C, 1030 °C et 1050 °C.

La **Figure 4-10** présente la microstructure de départ (débouchure) avec des valeurs de fraction surfacique et taille moyenne pour chaque population γ' . Les **Figure 4-11** et **Figure 4-12** présentent respectivement les micrographies et les fractions surfaciques de phase γ' obtenues avec les deux vitesses de chauffage pour chacune des températures testées. Lorsque la température augmente, pour les deux vitesses de chauffage, la fraction totale de phase γ' atteinte après chauffage et maintien de 5 min diminue, via un mécanisme de dissolution de plus en plus rapide, comme attendu. Les fractions de phase γ' mesurées après chauffage et maintien de 5 min sont systématiquement supérieures aux fractions d'équilibre estimées par calculs ThermoCalc, mais elles s'en approchent lorsque le chauffage est plus rapide (**Figure 4-12**).

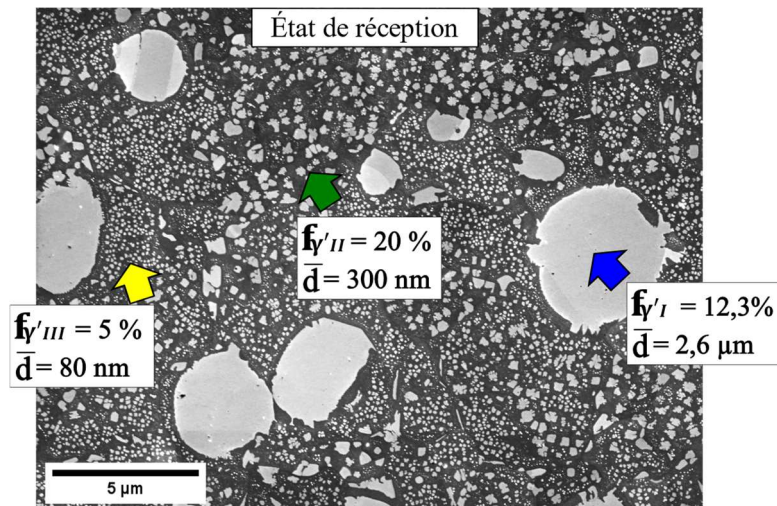


Figure 4-10 : Micrographie MEB-In Lens SE de l'état de réception de l'alliage René 65.

A 990 °C, les fractions obtenues pour les deux vitesses de chauffage sont très similaires, indiquant que dans le domaine de température de l'ambiante à 990 °C, la vitesse de chauffage a relativement peu d'influence. Plus la température de traitement augmente, plus l'écart entre la fraction des précipités γ' entre les deux vitesses de chauffage est visible, dont la fraction des précipités γ' d'environ 300 nm (γ' secondaires) et plus fins que 300 nm (**Figure 4-11**) est plus importante pour la vitesse de chauffage plus lente, ce qui est a priori assez surprenant. En effet si le chauffage est plus lent, le matériau passe plus de temps à hautes températures et, comme la dissolution est favorisée à haute température, on attendrait donc une fraction volumique de phase γ' plus faible pour une vitesse de chauffage plus rapide, est ce qui n'est pas le cas. Il est possible qu'un *overshoot* pour la vitesse de chauffage de 330 °C/min ait été produit et que l'échantillon ait donc vu momentanément une température supérieure à la consigne. Une dissolution plus importante à plus haute température pourrait justifier la fraction plus faible après une vitesse de chauffage de 330 °C/min.

Une autre explication possible à ce comportement est une possible croissance des γ' durcissants avant leur dissolution complète lorsqu'on chauffe lentement. Masoumi et al. [58], dans leur étude sur la cinétique de dissolution et coalescence des précipités γ' pour l'alliage AD730™, ont observé une augmentation de la taille moyenne de précipités γ' primaires, par rapport à l'état de réception, dans les premiers 20 min de traitement thermique à 1100 °C, suivi par une diminution de la taille assez conséquente. Selon les auteurs, avant la dissolution complète, un grossissement par agglomération et un

mûrissement d'Ostwald se produit lorsque des temps de maintien courts à des températures proches de la température de solvus. De plus, ils ont mesuré une cinétique de coalescence (i.e. variation du volume moyen de précipités en fonction du temps) plus élevée à plus haute température, mesurée à $3.24 \times 10^{-23} m^3 s^{-1}$ à 1080 °C et $6.31 \times 10^{-23} m^3 s^{-1}$ à 1100 °C. Le comportement de mûrissement (i.e. augmentation de taille à fraction volumique constante) au lieu de la dissolution d'une population fine de précipités a été également reporté par Anderson et al. [31] lors d'un vieillissement à 700 °C sur l'alliage RR1000. Les auteurs expliquent que les atomes de solutés qui forment les précipités sont piégés dans les zones de déplétion lors de la trempe puis diffusent lentement vers les précipités environnants pendant le vieillissement, permettant aux précipités fins de croître plutôt que de se dissoudre. De plus, on observe que la fraction des précipités γ' primaires est toujours légèrement plus élevée sous des vitesses de chauffage plus rapides et qu'elle semble baisser légèrement en même temps que la fraction des précipités γ' secondaires et tertiaires augmente pour des vitesses plus lentes. A partir de ces résultats, il semblerait que la dissolution des précipités γ' secondaires et tertiaires va être plus lente pour des vitesses de chauffage plus petites.

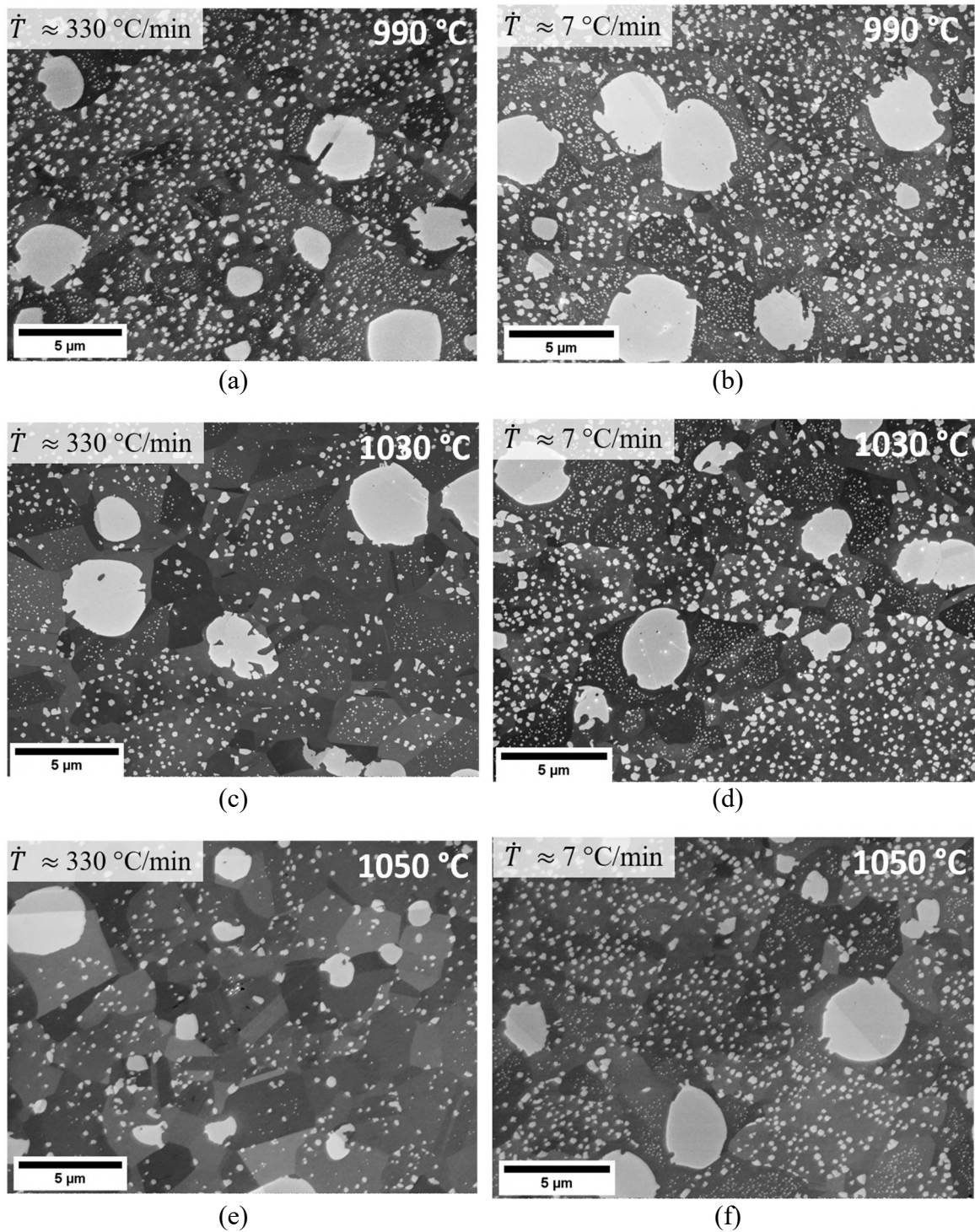


Figure 4-11 : Micrographies MEB-In Lens des échantillons chauffés à des vitesses de chauffage d'environ $330 \text{ }^\circ\text{C/min}$ (a, c, e) et de $7 \text{ }^\circ\text{C/min}$ (b, d, f), suivies de 5 min en isotherme à $990 \text{ }^\circ\text{C}$ (a, b), $1030 \text{ }^\circ\text{C}$ (c, d) et $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ (e, f).

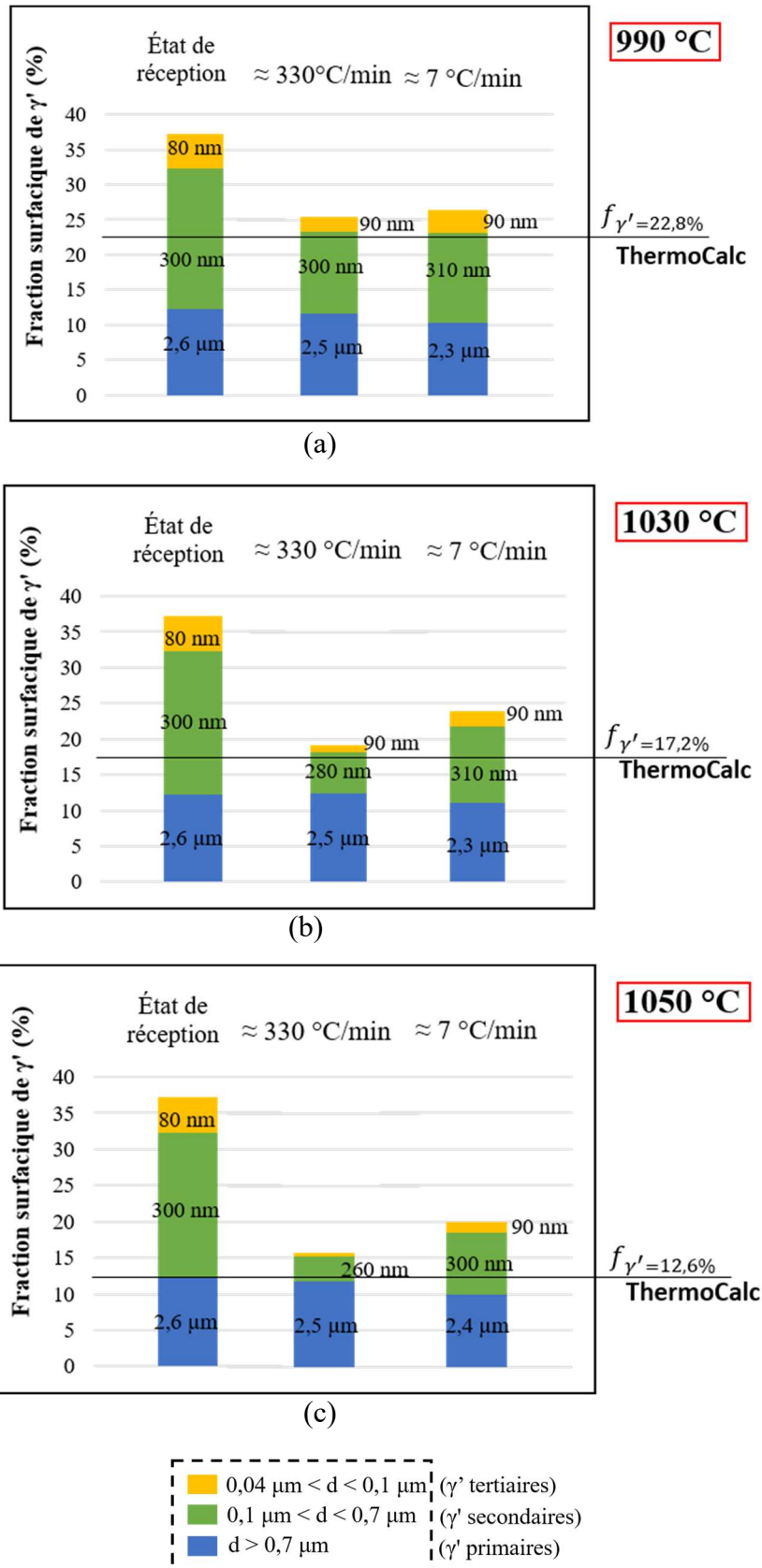
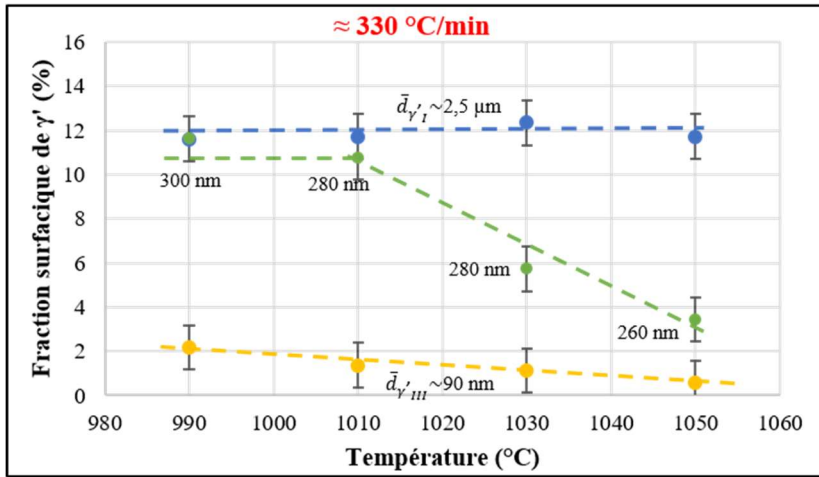
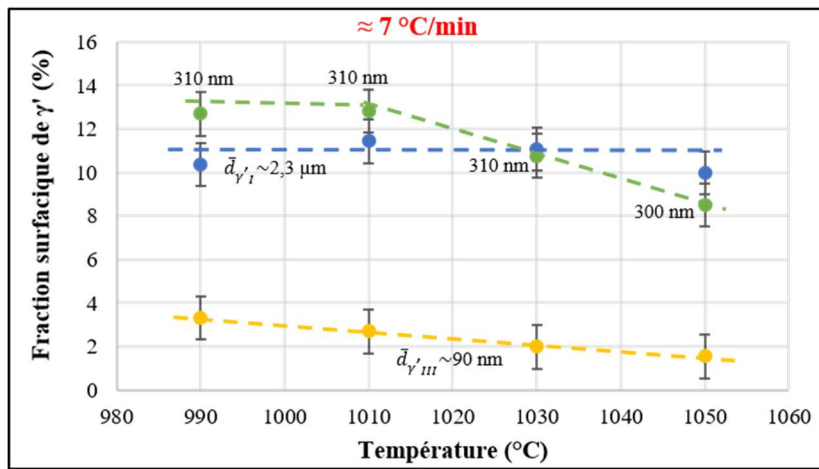


Figure 4-12 : Comparaisons entre les fractions surfaciques des précipités γ' pour les deux vitesses de chauffage, à (a) 990 °C, (b) 1030 °C et (c) 1050 °C avec un trait qui représente la fraction à l'équilibre thermodynamique donné par ThermoCalc.

L'évolution de la fraction surfacique est tracée en fonction de la température pour les différentes populations de précipités à chacune des deux vitesses de chauffage appliquées (**Figure 4-13**). La fraction des précipités γ' primaires semble être constante pour les deux vitesses de chauffage observées (**Figure 4-13**). En revanche, des cinétiques de dissolution différentes ont pu être observées en fonction de la vitesse de chauffage pour les précipités γ' secondaires. Pour des températures inférieures à 1010 °C, leurs fractions restent à peu près constantes pour les deux vitesses de chauffage, mais au-delà de cette température les précipités γ' secondaires se dissolvent progressivement. La dissolution des précipités γ' secondaires est plus rapide plus la vitesse de chauffage est élevée (points et courbe verts dans la **Figure 4-13**), ce qui est inattendu. Une légère décroissance linéaire de la fraction des précipités γ' tertiaires est observée sur la plage de température 1010 -1050 °C, pour les deux vitesses de chauffage appliquées.



(a)



(b)

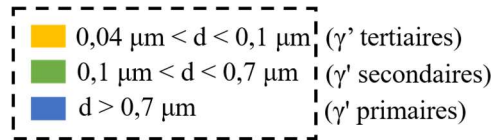


Figure 4-13 : Évolution de la fraction surfacique de différentes populations de précipités γ' en fonction de la température, pour des échantillons chauffés à des vitesses de (a) ≈ 330 °C/min et (b) ≈ 7 °C/min.

Pour des températures supérieures à 1010 °C, la fraction des précipités γ' secondaires et tertiaires peut être décrite par les équations :

$$f_{\gamma'_{II}}(T)^{\dot{T} \approx 330^\circ\text{C}/\text{min}} = -0,183T + 194,6 \quad (4.4)$$

$$f_{\gamma'_{II}}(T)^{\dot{T} \approx 7^\circ\text{C}/\text{min}} = -0,108T + 121,9 \quad (4.5)$$

$$f_{\gamma'_{III}}(T)^{\dot{T} \approx 330^\circ\text{C}/\text{min}} = -0,025T + 27,01 \quad (4.6)$$

$$f_{\gamma'_{III}}(T)^{\dot{T} \approx 7^\circ\text{C}/\text{min}} = -0,030T + 33,24 \quad (4.7)$$

Où $f_{\gamma'_{II}}(T)^{\dot{T}}$ et $f_{\gamma'_{III}}(T)^{\dot{T}}$ correspondent à la fraction surfacique des précipités γ' secondaires et tertiaires, qui dépendent de la température T et également de la vitesse de chauffage appliquée \dot{T} . Ces résultats montrent que, pour garantir la dissolution plus rapide des précipités durcissants avant la compression, il vaut mieux chauffer les échantillons à une haute vitesse de chauffage. S'il n'était question que de la dissolution, on s'attendrait à l'inverse (i.e. une vitesse de chauffage lente produisant une dissolution plus rapide), étant donné que les précipités γ' auraient plus de temps pour se dissoudre avec une vitesse plus lente.

La **Figure 4-14** compare l'état de précipitation γ' des éprouvettes chauffées à une vitesse d'environ 330 °C/min jusqu'à 1030 °C et 1050 °C, à de temps de maintien de 5 min (**Figure 4-11(c, e)**) et 25 min (**Figure 4-8(a, b)**). Un temps de maintien un plus long (25 min) permet de voir si l'effet de la vitesse de chauffage tend à disparaître avec un maintien prolongé. La fraction totale de précipités γ' réduit, de 37% à l'état de réception vers 19,2% à 1030 °C et 15,7% à 1050 °C, et s'approche de la fraction d'équilibre pour le maintien de 5 min. La dissolution est prépondérante et responsable de la diminution de fraction γ' , d'autant plus élevée à plus haute température. Une fraction totale et taille plus importantes de précipités γ' sont observées pour le temps maintien de 25 min, par rapport au maintien à 5 min, pour les deux températures. Cette augmentation n'est pas attendue une fois que la fraction de phase γ' à 25 min de recuit s'éloigne de la fraction à l'équilibre. Un temps de maintien plus long devrait dissoudre plus de précipités et réduire encore plus la fraction de phase γ' , afin d'atteindre la fraction d'équilibre thermodynamique. Il semblerait que le maintien isotherme pendant 25 min favorise la croissance des précipités γ' secondaires et tertiaires plutôt que la dissolution complète.

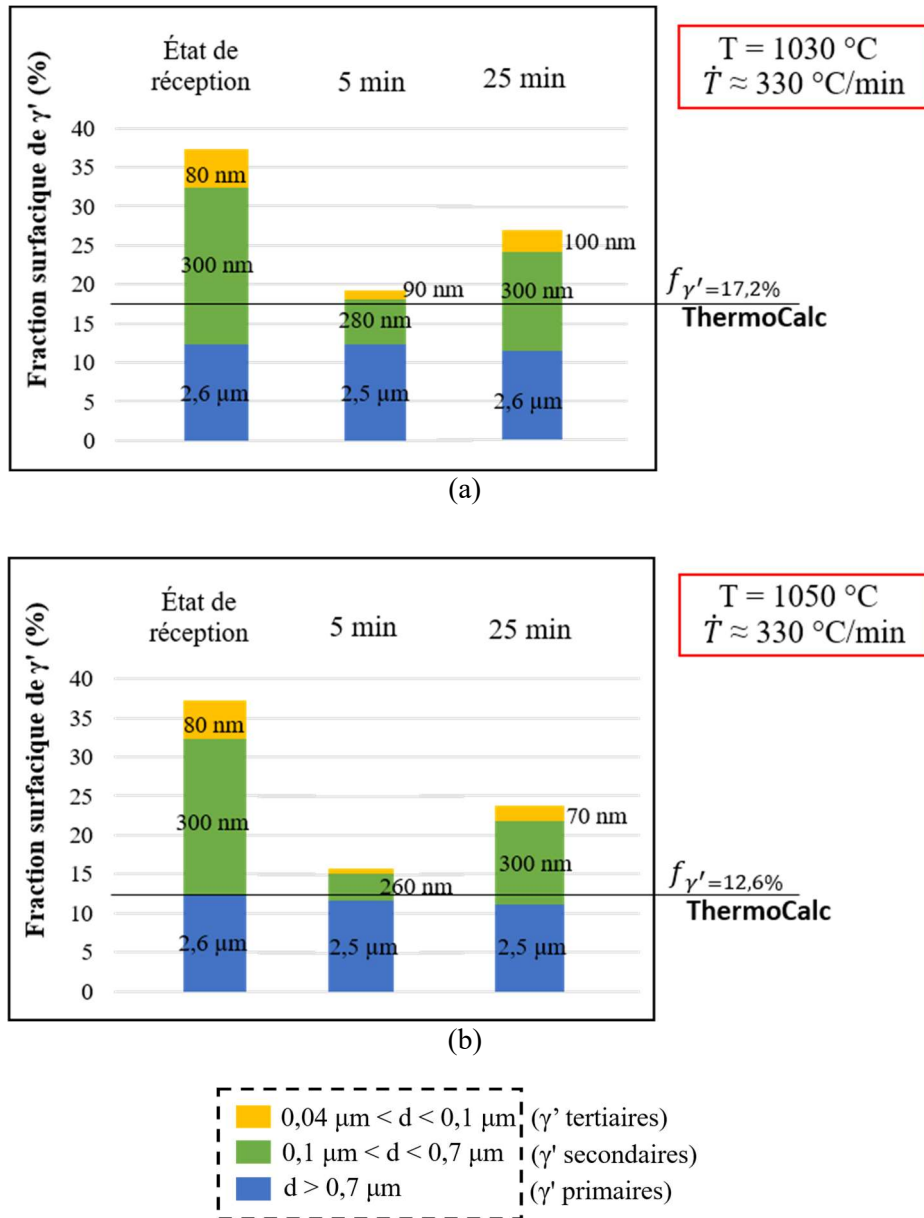


Figure 4-14 : Comparaisons entre les fractions surfaciques des précipités γ' à la vitesse de chauffage ≈ 330 °C/min, après des maintiens isothermes de 5 min et 25 min à (a) 1030 °C et (b) 1050 °C, avec un trait qui représente la fraction à l'équilibre thermodynamique donné par ThermoCalc.

4.3 Conclusions et perspectives

Ce chapitre comporte deux volets en avec les évolutions statiques de l'état de précipitation : au cours du chauffage d'un échantillon avant essai de compression et au cours de traitements thermiques isothermes à des températures proches du solvus de la phase γ' .

Un modèle phénoménologique a été établi pour décrire la cinétique de dissolution des précipités γ' primaires pour une plage de température qui va depuis T_{solvus} jusqu'à 50 °C en dessous du solvus. Comme perspective, ce modèle peut être appliqué à d'autres alliages de microstructure γ - γ' et, une fois les coefficients ajustés au nouvel alliage. Par ailleurs, ces précipités contrôlant la croissance des grains par effet de d'ancrage des joints de grains, le modèle pourra également être couplé à un modèle de croissance de grains et au modèle de Smith-Zener pour la prédiction de la taille de grains obtenue à l'issue de traitements en isotherme.

L'impact de la vitesse de chauffage sur la cinétique de dissolution des précipités γ' secondaires et tertiaires a par ailleurs été étudié, pour comprendre l'état de précipitation des échantillons qui seront soumis à des essais de compression dans la suite du manuscrit. Il a été vu que, pour des températures jusqu'à 990 °C, l'effet de la vitesse de chauffage était très faible voir même négligeable. En revanche lorsque la température augmente (jusqu'à 1050 °C), l'écart entre les fractions surfaciques de phase γ' mesurées à différentes vitesses de chauffage devient de plus en plus marqué. Il a été également observé que, plus la vitesse de chauffage est importante, plus la cinétique de dissolution des précipités γ' secondaires est élevée, ce qui semble contre-intuitif et mériterait des analyses supplémentaires. Il est bien de préciser que les microstructures qui seront déformées après chauffage rapide (échantillons introduits dans le four chaud et maintenus 5 min avant déformation) dans les chapitres suivants seront toujours hors-équilibre. Un maintien plus long de 25 min après une vitesse de chauffage rapide a induit une augmentation de la fraction de phase γ' , ce qui est inattendu car un temps de maintien plus long devrait dissoudre plus de précipités pour s'approcher de la fraction d'équilibre thermodynamique, ce qui reste à expliquer.

Ces résultats confirment l'importance de l'étape de chauffage - i.e. la vitesse, la température et le temps de maintien - sur l'état de précipitation observé juste avant la mise en forme. De plus, il serait intéressant de reprendre quelques essais à des températures de plus en plus proches de la T_{solvus} , afin de pouvoir déterminer les cinétiques de coalescence et de dissolution des précipités γ' durcissants pour l'alliage René 65 en fonction des cinétiques de chauffage appliquées.

Chapitre 5

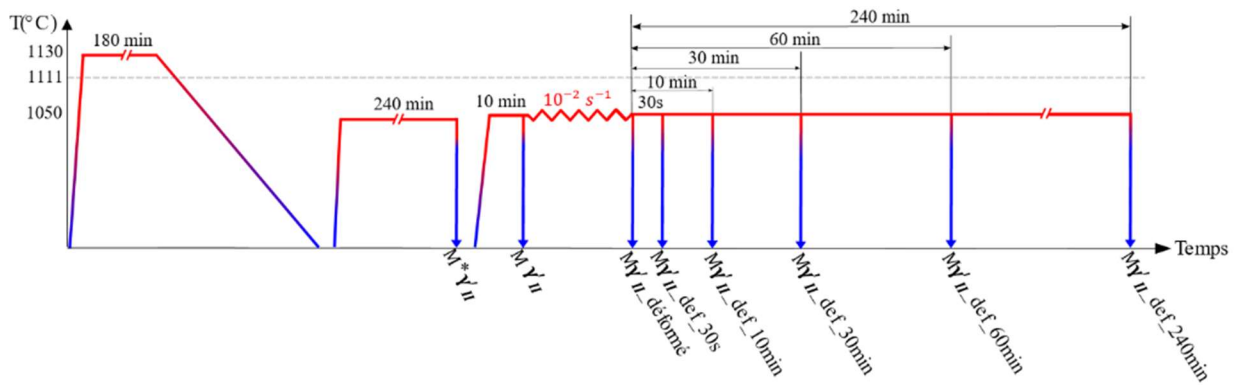
5 Évolution des précipités γ' en régime dynamique et post-dynamique

Ce chapitre vise à décrire l'évolution de la phase γ' pendant et juste après la déformation à chaud. Des essais de compression et de traction à chaud ainsi que des essais de fluage sous différentes conditions ont été réalisés en dessous de la température de solvus de la phase γ' , et mettent en évidence la précipitation (dynamique) de phase γ' pendant la déformation.

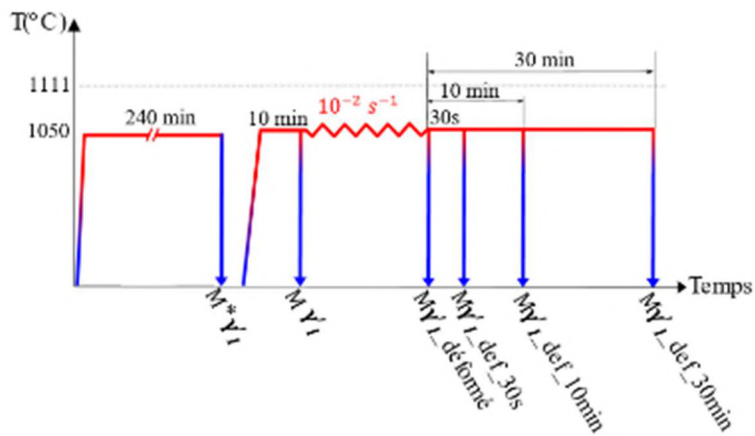
5.1 Plan d'expériences

Trois chemins thermomécaniques différents ont été appliqués à des échantillons d'alliage René 65 avant déformation pour modifier la distribution des précipités γ' . Le premier chemin (**Figure 5-1a**) commence par un traitement thermique super-solvus à 1130 °C, environ 20 °C au-dessus de la T_{solvus} , pendant 180 min suivi d'une vitesse de refroidissement de 4 °C/min. Un maintien isotherme sub-solvus est ensuite effectué à 1050 °C pendant 240 min pour obtenir la phase γ' sous forme de précipités γ' secondaires uniquement. La microstructure résultante sera appelée $M^*\gamma'_{II}$. Le deuxième chemin (**Figure 5-1b**) consiste en un traitement thermique sub-solvus direct à 1050 °C pendant 240 min, permettant d'obtenir principalement des précipités γ' primaires. La microstructure correspondante sera donc appelée $M^*\gamma'_I$. Les **Figure 5-3(a, b)** confirment que $M^*\gamma'_{II}$ et $M^*\gamma'_I$ correspondent aux distributions initiales de précipités γ' souhaitées. Notons que les microstructures $M\gamma'_{II}$ et $M\gamma'_I$ juste avant déformation ont été observées et caractérisées après un traitement thermique supplémentaire de dix minutes, afin de reproduire exactement ce que les échantillons déformés ont vu juste avant d'être déformés. Ces microstructures $M\gamma'_{II}$ et $M\gamma'_I$ sont en fait très proches de leurs variantes M^* . Les distributions de taille des précipités γ' pour les microstructures $M\gamma'_I$ et $M\gamma'_{II}$ sont représentées sur la **Figure 5-4**. Le troisième chemin thermomécanique (**Figure 5-1c**) consiste en un maintien à 1050 °C ou 1030 °C (même température que la déformation ultérieure) pendant 30 min pour obtenir une distribution bimodale (c'est-à-dire, avec présence de précipités γ' primaires et secondaires) conduisant aux microstructures appelées ci-après $M\gamma'_I-\gamma'_{II}$ (**Figure 5-3(c, d)**). La vitesse de chauffage de toutes les montées en température de la **Figure 5-1** est d'environ 330 °C/min.

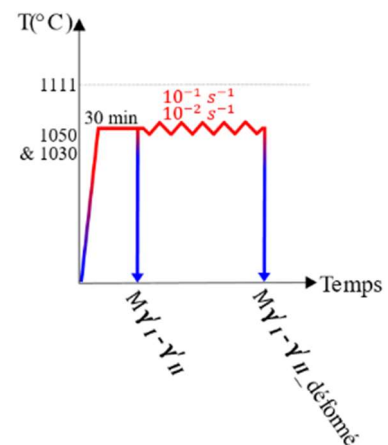
CHAPITRE 5 : ÉVOLUTIONS DES PRÉCIPITÉS γ'
EN RÉGIME DYNAMIQUE ET POST-DYNAMIQUE



(a)



(b)



(c)

Figure 5-1 : Chemins thermomécaniques appliqués pour faire varier l'état de précipitation γ' avant compression et obtenir : (a) une distribution monomodale de précipités γ' secondaires (microstructures désignées par $M\gamma'_{II}$), (b) une distribution constituée majoritairement des précipités γ' primaires (microstructures désignées par $M\gamma'_{I}$) et (c) une distribution bimodale contenant à la fois des précipités γ' primaires et secondaires (microstructures désignées par $M\gamma'_{I}-\gamma'_{II}$). Les échantillons ont été trempés à différents moments pour aider à comprendre l'évolution des précipités γ' pendant le forgeage (régime dynamique) et après la déformation (régime post-dynamique).

Pour comprendre la morphologie et fraction de précipités γ' observés dans la **Figure 5-3a**, il va falloir suivre les évolutions depuis le premier chemin thermique de la **Figure 5-1**. Le traitement thermique super-solvus à 1130 °C suivi par un refroidissement lent a permis de mettre toute la phase γ' en solution et puis, lors du refroidissement lent, de produire une population monomodale de précipités γ' de 330 nm en taille moyenne (diamètre de cercle équivalent), occupant une fraction surfacique de 34% et présentant une morphologie fleurie (voir **Figure 5-2a**). La deuxième étape est un traitement subsolvus (de 240 min à 1050 °C) qui a fait évoluer les précipités vers une morphologie

cuboïdale (**Figure 5-2b**), et la fraction surfacique diminuer de 34% à 17,6%. Cette évolution morphologique peut être justifiée par un désaccord de paramètre de maille à 1050°C qui serait relativement élevé (en valeur absolue). Durand [15] a établi l'évolution du désaccord de paramètre de maille en fonction de la température pour l'alliage AD730TM monocristallin. Il a vu que plus la température augmente à partir de 20 °C, plus la valeur (positive) du désaccord de paramètre de maille diminue, jusqu'à devenir nulle à 700 °C. Pour les températures supérieures à 700 °C le désaccord de paramètre de maille est négatif (i.e. paramètre de maille de la matrice supérieur à celui de la phase γ') et augmente en valeur absolue lorsque la température augmente. Considérant la similitude entre cet alliage AD730TM et l'alliage René 65 considéré ici, la distorsion élastique à l'interface γ/γ' peut donc être relativement élevée 1050 °C et piloter la morphologie des précipités. Donc, il semblerait que la morphologie cubique soit la plus stable lors d'un traitement en isotherme à 1050 °C pour l'alliage René 65, afin de minimiser son énergie de distorsion élastique (voir section 2.2.1.3).

Le traitement isotherme sub-solvus à 1050 °C pendant 240 min de la **Figure 5-1b** appliqué sur la matière de départ (débouchure) permet la dissolution complète des précipités γ' secondaires et tertiaires et produit une microstructure avec seulement des précipités γ' primaires. La taille des précipités observés sur la **Figure 5-3b** va de 0,7 μm jusqu'à 8 μm (**Figure 5-4a**). Les précipités de taille plus petite que les primaires classiques (i.e. 0,7 μm – 2 μm) sont détaillés plus loin dans le chapitre 6. Enfin les traitements à 1030 °C et 1050 °C pendant 30 min (**Figure 5-1c**) sur la débouchure ne sont pas suffisants pour dissoudre complètement les précipités γ' secondaires (d'autres exemples dans la **Figure 4-8**). Une fraction de précipités γ'_{II} plus importante est observée à 1030 °C qu'à 1050 °C, comme attendu.

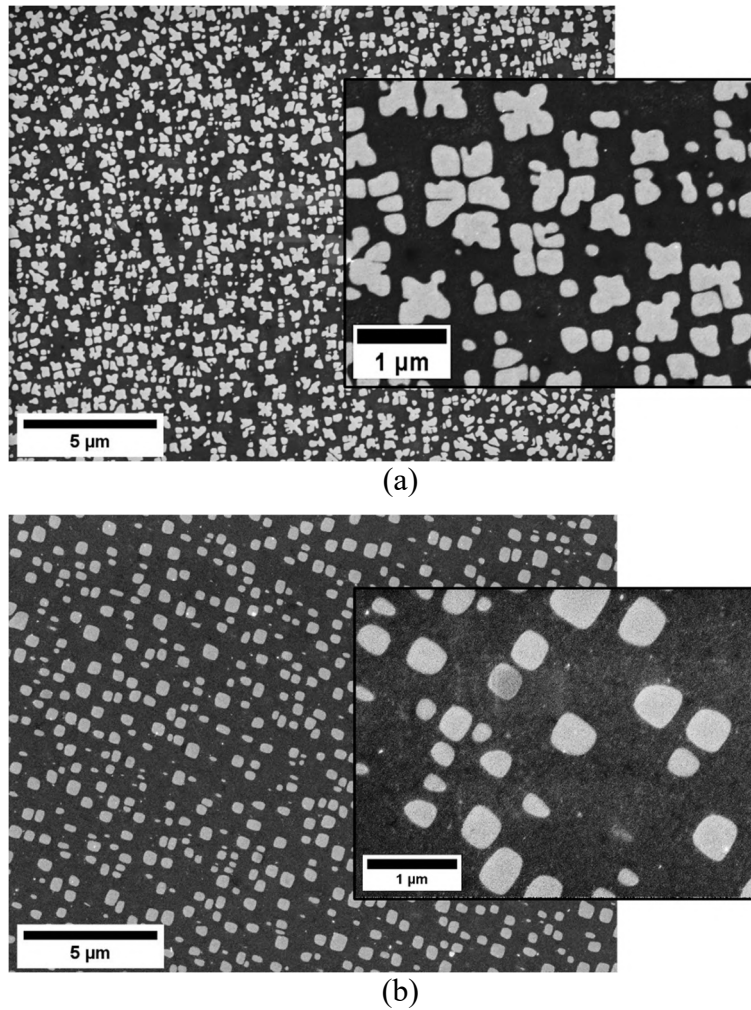


Figure 5-2 : Micrographies MEB - In Lens SE de l'échantillon (a) après traitement super-solvus à 1130 °C pendant 180 min puis refroidissement à 4 °C/min. (b) échantillon qui a vu le même traitement que celui de la figure (a) puis un traitement sub-solvus à 1050 °C pendant 240 min (état $M^*\gamma'_{II}$ de la Figure 5-1a).

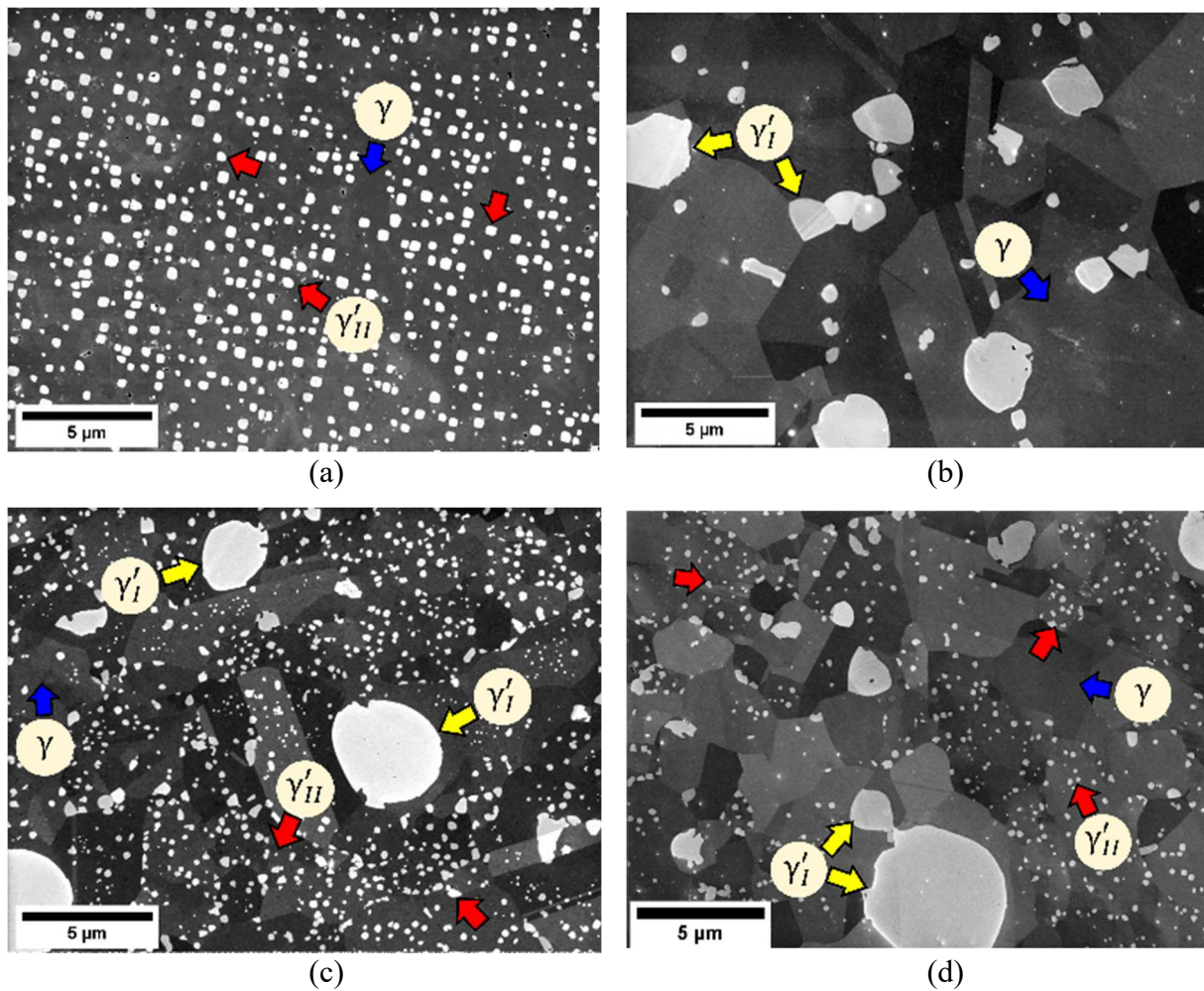


Figure 5-3 : Micrographies MEB-In Lens SE après les différents chemins thermiques de la Figure 5-1 : (a) Échantillon $M\gamma'_{II}$ obtenu après un traitement thermique super-solvus à 1130 °C pendant 180 min puis un maintien isotherme sub-solvus à 1050 °C pendant 240 min et une trempe (chemin thermique de la **Figure 5-1a**). (b) Échantillon $M\gamma'_I$ après traitement thermique à 1050 °C pendant 240 min et trempe (chemin thermique de la **Figure 5-1b**). (c), (d) Échantillons $M\gamma'_I-\gamma'_{II}$ obtenus après traitement thermique pendant 30 min à (c) 1030 °C et (d) 1050 °C. Les flèches bleues indiquent la matrice γ , les flèches jaunes les précipités γ' primaires et les flèches rouges les précipités γ' secondaires.

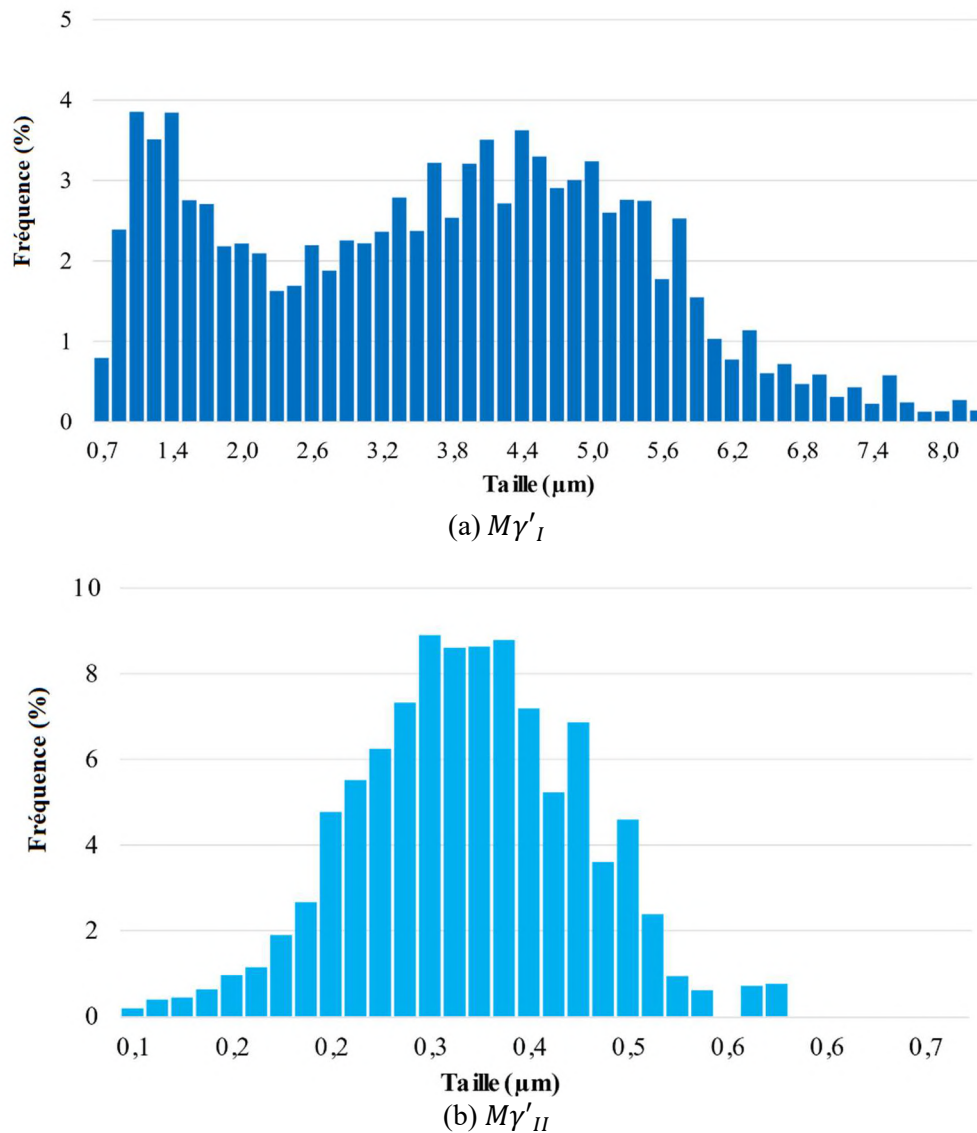


Figure 5-4 : Distributions de taille des précipités γ' pour les microstructures (a) $M\gamma'_I$ et (b) $M\gamma'_{II}$.

5.2 Essais de compression, de traction et de fluage à chaud

Des essais de compression sur des éprouvettes cylindriques ont été réalisés avec des vitesses de déformation de $10^{-2}s^{-1}$ or $10^{-1}s^{-1}$, à 1030 °C et 1050 °C, en suivant uniquement le chemin thermomécanique de la **Figure 5-1c**. Des essais sur éprouvettes biconiques ont été réalisés à 1050 °C ou 1030 °C et à une "vitesse de déformation" de $10^{-2}s^{-1}$ et une "déformation équivalente macroscopique" de 0,6, en suivant les trois chemins thermomécaniques définis sur la **Figure 5-1**. Des essais de traction ont été conduits à des vitesses de $10^{-3}s^{-1}$ allant jusqu'à $3.10^{-2}s^{-1}$, en suivant le chemin thermomécanique de la **Figure 3-6b**.

Des essais de fluage à charge constante ont été également réalisés à 1050 °C, jusqu'à des niveaux de déformation de 0,2 et 0,5 et avec une contrainte initiale de 50 MPa. Afin de comprendre les mécanismes purement liés à l'application d'une contrainte à 1050 °C, un essai qui suit le chemin thermomécanique subi par l'échantillon de fluage (mais sans charge) a également été réalisé. Une fois l'essai lancé (c'est-à-dire l'application d'une charge constante), les durées de l'essai ont été de 3 min et 4 min pour les essais de fluage jusqu'à 0,2 et 0,5 déformation respectivement. Les conditions de mise en œuvre des essais de compression et de fluage et le post-traitement des données issues de ces essais sont détaillés dans la section 3.3.

5.3 Les précipités γ' observés après déformation à chaud

5.3.1 Mise en évidence de la précipitation dynamique de phase γ'

Avant et après les essais de compression, les microstructures ont été comparées pour tous les chemins thermiques présentés dans la **Figure 5-1**. Ces observations ont été réalisées dans des régions où le niveau de déformation locale est d'environ 1,3. La fraction de phase γ' a augmenté au cours de la déformation pour toutes les configurations, comme l'illustre la **Figure 5-5** et la **Figure 5-6**. La présence d'une population supplémentaire de précipités γ' fins après déformation est particulièrement évidente en comparant les **Figure 5-5c** et **Figure 5-5d**, où une fraction surfacique totale de précipités γ' d'environ 13,7% a été mesurée avant déformation ($M\gamma'_I$) et de 21,5% après déformation ($M\gamma'_{I_déformé}$). Les précipités γ' fins dynamiques représentent donc 7,5% surfaciques et leur diamètre moyen est d'environ 80 nm. En supposant que cette population supplémentaire de précipités n'a pas été formée au cours de la trempe, ce qui semble peu probable au regard de leur taille et de leur fraction volumique, elle peut être interprétée comme résultant d'un processus de précipitation dynamique.

Pour les microstructures contenant des précipités γ' secondaires juste avant déformation ($M\gamma'_{II}$ et $M\gamma'_{I-\gamma'_{II}}$), la fraction surfacique mesurée après déformation est aussi systématiquement plus élevée. La microstructure $M\gamma'_{II_déformé}$ a une fraction de surface totale de phase γ' de 24,0%, tandis que l'état $M\gamma'_{II}$ possède une fraction de 17,6% (**Figure 5-5a** et **Figure 5-5b**). De même, des différences de 5,1% et 7,3% sur la fraction surfacique totale ont été observées entre les échantillons $M\gamma'_{I-\gamma'_{II}}$ et $M\gamma'_{I-\gamma'_{II_déformé}}$

à 1030 °C (**Figure 5-6 (a, b)**) et à 1050 °C (**Figure 5-6 (c, d)**), respectivement. Il est important de mentionner que la microstructure $M\gamma'_{II_déformé}$ a montré à la fois une augmentation de la fraction γ'_{II} et la présence de fins précipités γ' apparus dynamiquement (**Figure 5-5b**). La taille moyenne des précipités γ' secondaires a augmenté au cours de la déformation de 340 nm (**Figure 5-5a**) à 390 nm (**Figure 5-5b**), et la population de précipités γ' fins a une taille moyenne identique à celle de l'état $M\gamma'_{I_déformé}$ (en **Figure 5-5d**), soit environ 80 nm. Un effet de la déformation locale sur la morphologie des précipités γ' dans l'échantillon $M\gamma'_{II_déformé}$ est également observé, comme le montre l'encart de la **Figure 5-5b**. A ce niveau de déformation locale de 1,3, une forme irrégulière des précipités γ'_{II} est en effet observée, par rapport à l'état non déformé de la **Figure 5-5a**. Ce changement de morphologie peut s'expliquer par le développement d'un réseau de dislocations aux interfaces γ - γ' plus dense lorsque le niveau de déformation appliqué augmente [151,172].

Les microstructures $M\gamma'_{I-\gamma'_{II}}$ (**Figure 5-6 (a, c)**) présentent à peu près la même fraction surfacique de précipités primaires γ'_I et la fraction de γ'_{II} quantifiée dans l'échantillon maintenu à 1030 °C est plus élevée qu'à 1050 °C (8,3% contre 3,8%), comme attendu. Les précipités fins (formés dynamiquement) observés dans les microstructures $M\gamma'_{I-\gamma'_{II_déformé}}$ ont une fraction surfacique d'environ 1% et une taille moyenne de 100 nm. Il faut souligner que la population de γ' fins observée dans les états $M\gamma'_{I-\gamma'_{II_déformé}}$ sont un peu différents de ceux observés dans les états $M\gamma'_{I_déformé}$ et $M\gamma'_{II_déformé}$ (**Figure 5-5(b, d)**). Ils sont légèrement plus grands (100 nm au lieu de 80 nm) et ils se trouvent à l'intérieur de certains grains seulement au lieu d'être distribués uniformément dans la microstructure. La fraction surfacique des précipités γ' primaires n'a pas évolué pendant la déformation puisque la variation de la fraction γ'_I mesurée avant et après déformation (**Figure 5-5(c, d)** et **Figure 5-6 (a-d)**) n'est pas significative.

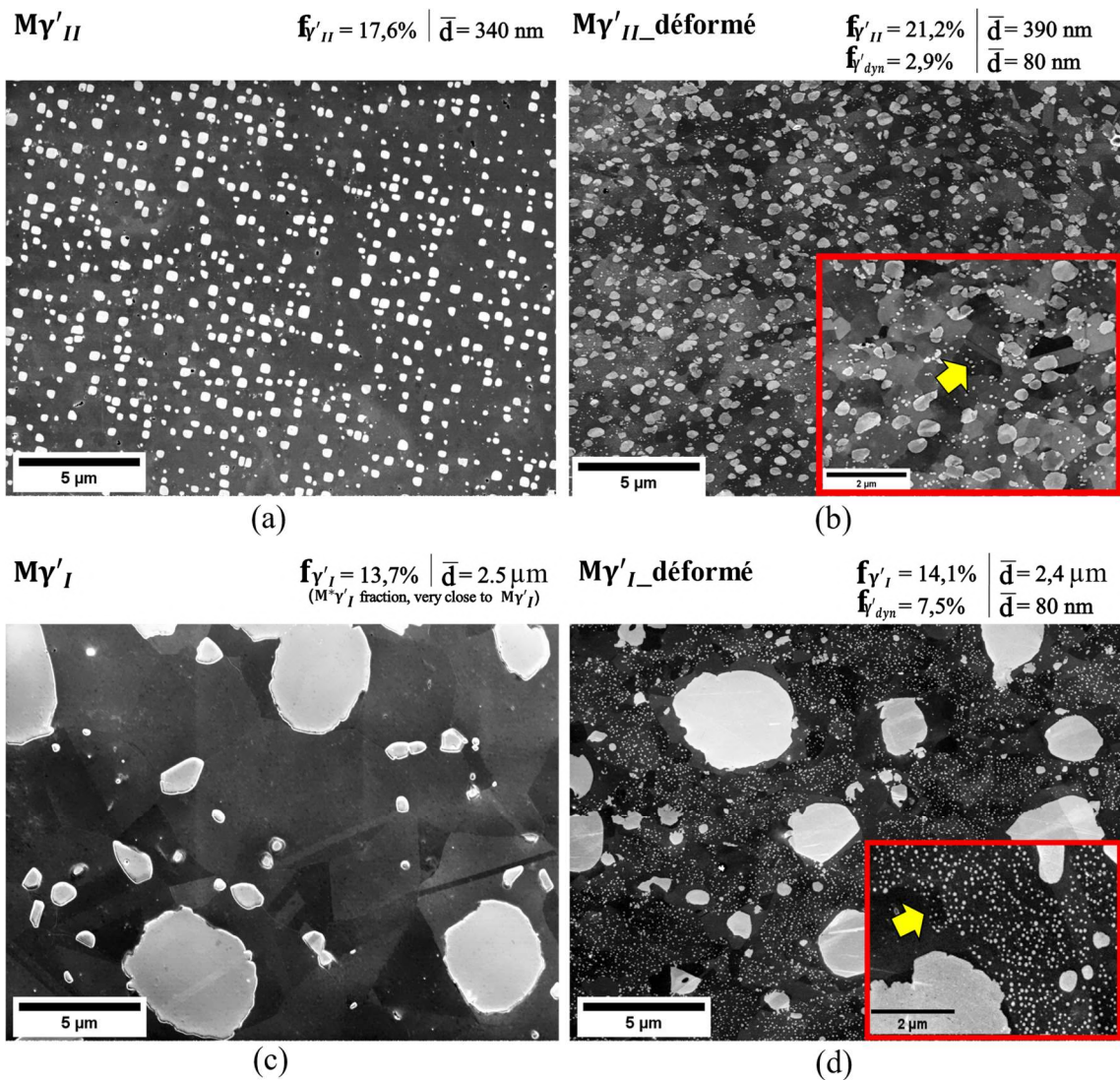


Figure 5-5 : Micrographies MEB-In Lens SE des échantillons soumis à un traitement thermique à 1130 °C pendant 180 min puis à un maintien isotherme à 1050 °C pendant 240 + 10 min (chemin de la **Figure 5-1a**) : (a) avant déformation ($M\gamma'_{II}$, avec une fraction surfacique totale de 17,6%) et (b) après compression à chaud ($M\gamma'_{II_déformé}$, avec une fraction surfacique totale de 24,0%) ; Échantillons maintenus à 1050 °C pendant 240 + 10 min (chemin de la **Figure 5-1b**) : (c) avant ($M\gamma'_I$, avec une fraction surfacique totale très proche de 13,7%) et (d) après compression à chaud ($M\gamma'_I_déformé$, avec une fraction surfacique totale de 21,6%). La déformation est appliquée à 1050 °C et 10^{-2} s^{-1} , toutes ces micrographies sont issues de pions biconiques ou cylindriques, observés dans des zones à respectivement 1,3 et 1,2 de déformation locale (voir Figure 3-3). Les flèches jaunes indiquent les précipités fins γ' apparus dynamiquement.

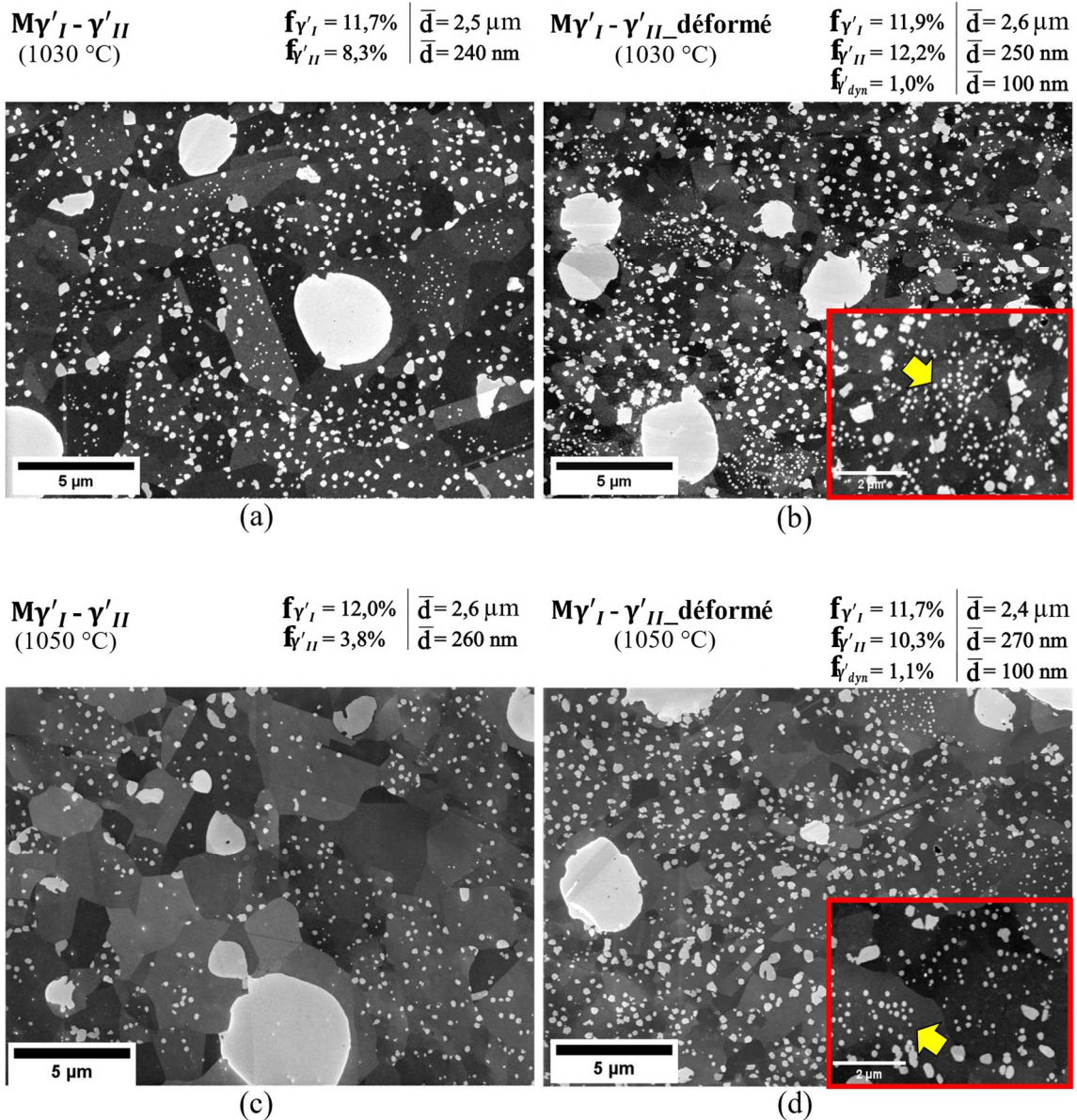


Figure 5-6 : a,b) Micrographies MEB-In Lens SE des échantillons maintenus à 1030 °C pendant 30 min (chemin de la Figure 5-1c) : (a) avant déformation ($M\gamma'_I - \gamma'_{II}$, avec une fraction surfacique totale de 20,0%) et (b) après compression à chaud ($M\gamma'_I - \gamma'_{II_déformé}$, avec une fraction surfacique totale de 25,1%). c,d) Échantillons maintenus à 1050 °C pendant 30 min (chemin de la Figure 5-1c) : (c) avant déformation ($M\gamma'_I - \gamma'_{II}$, avec une fraction surfacique totale de 15,8%) et (d) après compression à chaud ($M\gamma'_I - \gamma'_{II_déformé}$, avec une fraction surfacique totale de 23,1%). La déformation est appliquée à 1050 °C et 10^{-2} s^{-1} , toutes ces micrographies sont issues de pions biconiques ou cylindriques, observés dans des zones à respectivement 1,3 et 1,2 de déformation locale (voir Figure 3-3). Les flèches jaunes indiquent les fins précipités γ' apparus dynamiquement.

Après déformation, dans les microstructures contenant initialement des précipités γ' primaires ($M\gamma'_I_déformé$ dans la Figure 5-5d et $M\gamma'_I - \gamma'_{II_déformé}$ dans les Figure 5-6 (b, d)), il existe des grains avec une absence totale de précipités γ' détectables à l'échelle

du MEB. Ces grains sont principalement situés autour des grands précipités γ' primaires et sont susceptibles d'être des grains recristallisés dynamiquement par le mécanisme de recristallisation en hétéroépitaxie [53] ou par une recristallisation discontinue plus classique [21,27]. De plus, une analyse MET sur un précipité γ' primaire après compression ($M\gamma'_{I_déformé}$) a révélé un réseau de dislocations à l'intérieur du précipité (**Figure 5-7**). Ces dislocations peuvent accélérer la diffusion des éléments γ -gènes vers la matrice (autour du précipité) ou vers un germe de phase de composition chimique très proche de celle de la matrice γ formé à l'intérieur du précipité (voir section 2.2.1.5).

Le nombre de précipités par unité d'aire a également été calculé avant et après déformation (**Tableau 5-1**), afin d'exclure la possibilité que seule la croissance des γ'_{II} existants avant déformation soit responsable de l'augmentation de la fraction surfacique de γ'_{II} pendant la déformation. Le nombre de précipités par unité de surface est plus élevé après compression dans les deux microstructures, avec une augmentation plus substantielle (de $0.6 \mu m^{-2}$ à $1.7 \mu m^{-2}$) pour la microstructure sans précipités γ' primaires. Ce résultat suggère que la précipitation dynamique est également responsable de la formation des précipités dont la taille moyenne est de 260 nm dans l'état $M\gamma'_{I-}\gamma'_{II_déformé}$ ou de 390 nm dans l'état $M\gamma'_{II_déformé}$, et pas seulement des précipités fins de 80 nm. Dans l'ensemble, une augmentation de la fraction surfacique totale de phase γ' d'environ 7 % a été observée entre les états avant et après déformation pour les trois différentes microstructures initiales déformées à 1050 °C (**Figure 5-5(b, d)** et **Figure 5-6d**).

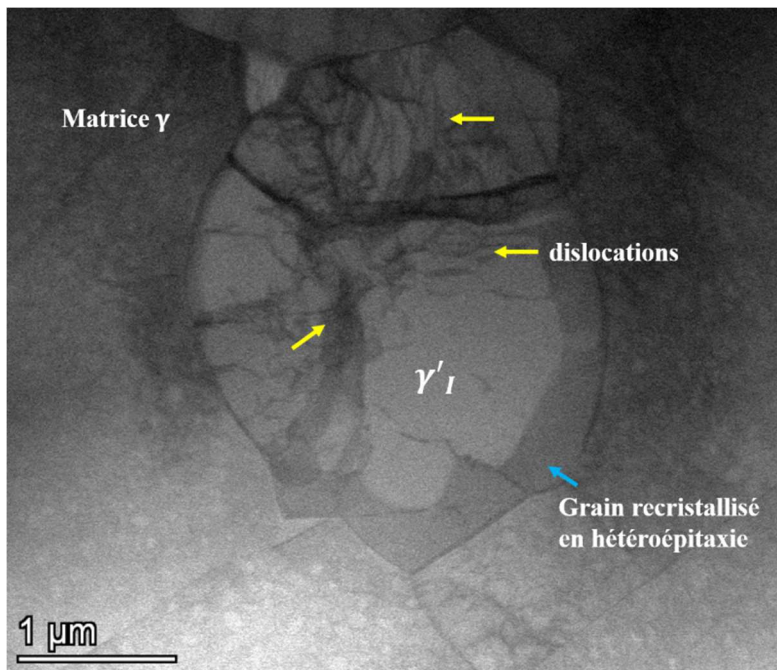


Figure 5-7 : Micrographie MET en champ clair d'un précipité primaire γ' dans un échantillon de microstructure $M\gamma'_{I}$ déformé selon le chemin thermomécanique de la Figure 5-1. La lame mince a été obtenue par étapes successives de polissage mécanique et amincissement ionique final à l'aide d'un polisseur ionique de type PIPS (*Precision Ion Polishing System*) Gatan 691. Le microscope Thermo Fisher Spectra 200 a été employé pour l'analyse. Cette observation a été réalisée grâce au concours de Philippe Vennéguès du CRHEA.

Tableau 5-1 : Nombre de précipités γ' secondaires par unité de surface.

Microstructure	Nombre moyen de précipités $\gamma'_{II}/\mu\text{m}^2$	
	Avant déformation	Après déformation
γ'_{II}	0.6	1.7
$\gamma'_{I}-\gamma'_{II}$	2.0	2.8

Pour résumer cette section, il a été montré que la précipitation dynamique se produit dans le superalliage polycristallin René 65, au cours de la déformation (compression) à chaud, à 1030 ou 1050 °C et à la vitesse de 10^{-2} s^{-1} . Ce mécanisme conduit à la formation de deux populations de précipités γ' dynamiques : des précipités fins formés dynamiquement, de diamètre moyen d'environ 80 nm, uniformément répartis dans la matrice, qui seront appelés $\gamma'_{fin-dyn}$, et une population de précipités γ' de morphologie irrégulière et dont la taille est assez similaire à celle des précipités γ'_{II} , qui sera appelée γ'_{II-dyn} . La population γ'_{II-dyn} comprend la fraction totale de précipités dans la gamme de taille γ'_{II} mesurée après déformation, c'est-à-dire, la fraction de précipités

γ'_{II} déjà présents avant la déformation, qui ont évolué dynamiquement, plus la fraction de précipités γ' formés dynamiquement avec une taille dans la fourchette définie pour les γ'_{II} . Dans la suite de ce chapitre, notre attention se portera principalement sur l'évolution des populations γ'_{fin_dyn} et γ'_{II_dyn} en fonction des paramètres de déformation (niveau de déformation, température, taux de déformation) et pendant le régime post-dynamique.

5.3.2 Influence des conditions de déformation (T, ϵ , $\dot{\epsilon}$) sur la précipitation dynamique

La **Figure 5-8** présente la fraction surfacique des précipités γ' dans les microstructures $M\gamma'_I\text{-}\gamma'_{II_déformé}$, $M\gamma'_I_déformé$ et $M\gamma'_{II_déformé}$, triées par plages de taille, en fonction du niveau de déformation locale appliquée. On constate que plus l'amplitude de déformation est élevée, plus la fraction de précipités γ'_{fin_dyn} et γ'_{II_dyn} est importante. En comparant la fraction surfacique de la phase γ' des échantillons déformés à différents niveaux de déformation avec les échantillons non déformés (barres "avant déformation" dans la **Figure 5-8**), on constate que la précipitation dynamique est observée même pour de petites déformations (0,2 de déformation locale). La précipitation dynamique semble donc être plus importante pour des niveaux de déformation plus élevés, mais seulement jusqu'à une certaine amplitude de déformation. Par exemple, dans la **Figure 5-8c**, élever la déformation au-delà d'environ 1,0 ne conduit pratiquement plus à aucune évolution de la fraction γ' dynamique. La raison pour laquelle la fraction surfacique de phase γ' semble stagner sur la **Figure 5-8c** pourrait être liée au mécanisme de recristallisation qui consomme une partie de l'énergie stockée et dissout les fins précipités γ' au sein des grains écrouis [86,96–100,173].

CHAPITRE 5 : ÉVOLUTIONS DES PRÉCIPITÉS γ'
EN RÉGIME DYNAMIQUE ET POST-DYNAMIQUE

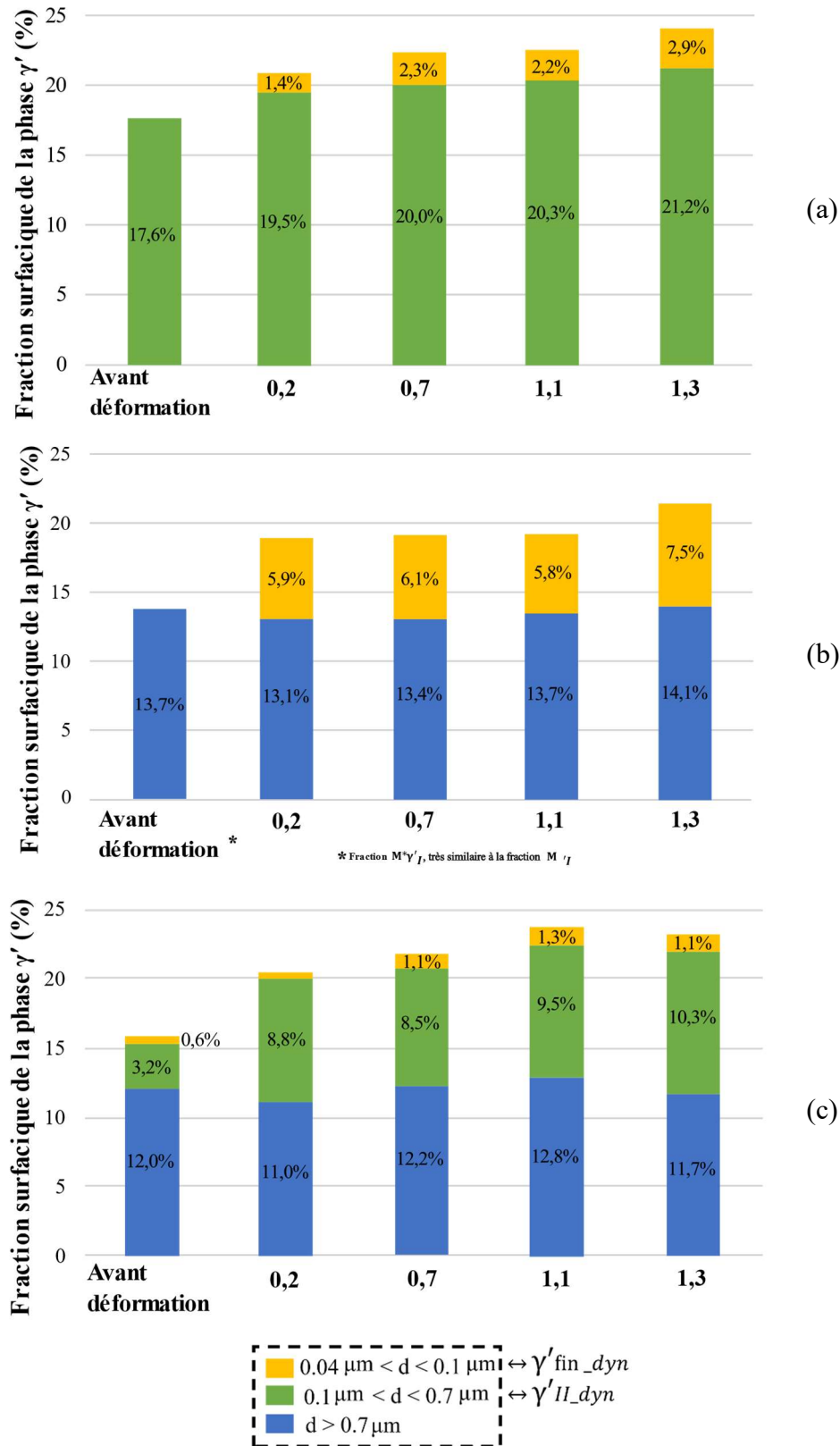


Figure 5-8 : Quantification de la fraction surfacique des précipités γ' en fonction du niveau de déformation locale. Tous les échantillons (biconiques) ont été traités thermiquement et comprimés à 1050 °C, à une vitesse de déformation de $10^{-2} s^{-1}$ et à 0,6 de "déformation équivalente macroscopique". (a) Microstructures $M\gamma'_{II_déformé}$, (b) $M\gamma'_{I_déformé}$ et (c) $M\gamma'_{I}-\gamma'_{II_déformé}$. Les chiffres représentent les fractions surfaciques de chaque type de précipités.

Des essais de compression à chaud ont été réalisés à 1030 °C et 1050 °C pour des vitesses de déformation de $10^{-2}s^{-1}$ et $10^{-1}s^{-1}$ (chemin présenté dans la **Figure 5-1c**) afin d'analyser l'effet de la température et de la vitesse de déformation sur la précipitation dynamique. La **Figure 5-9** montre l'évolution de la fraction surfacique totale de phase γ' en fonction local du niveau de déformation pour la même vitesse de déformation de $10^{-2}s^{-1}$ et pour les deux températures. Plus la température est élevée, plus la fraction volumique de phase γ' à l'équilibre est faible et plus la dissolution est rapide (pendant le maintien avant la déformation), conduisant par conséquent à une fraction totale de précipités γ' plus faible [2,65]. La fraction volumique de phase γ' à l'équilibre prédite par ThermoCalc pour l'alliage René 65 [8] est d'environ 17 % à 1030 °C et 13% à 1050 °C, ce qui correspond aux valeurs mesurées avant la déformation. L'augmentation de la fraction surfacique de précipités γ' après déformation observée à 1050 °C (**Figure 5-8c**) peut également être observée à 1030 °C, et suit la même tendance avec le niveau de déformation appliqué (**Figure 5-9**). La fraction totale des précipités γ' atteinte après déformation est légèrement plus élevée à 1030 °C qu'à 1050 °C, mais l'augmentation de la fraction dynamique est plus faible (environ ~7 % d'augmentation à 1050 °C et ~4 % à 1030 °C, pour une déformation locale de 1,3), ce qui indique que la précipitation dynamique est sensible à la température. Plus la température est élevée, plus la précipitation dynamique γ' est importante pendant la déformation, pour un niveau de déformation donné.

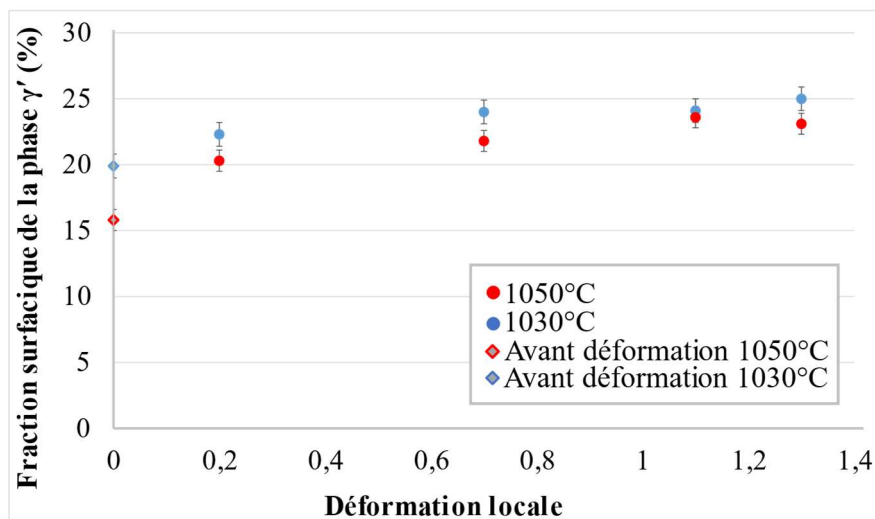


Figure 5-9 : Influence de la température de déformation sur la fraction surfacique totale de phase γ' en fonction du niveau de déformation dans les états $M\gamma'_I-\gamma'_{II_déformé}$, échantillons biconiques déformés à $10^{-2}s^{-1}$, à 1050 °C (points rouges) ou 1030 °C (points bleus). Les barres d'erreur

correspondent à la somme de l'erreur associé à l'opérateur (choix du seuil au moment de la binarisation) plus de l'erreur lié à la représentativité statistique des images sur la microstructure.

L'effet de la vitesse de déformation sur la précipitation dynamique à 1050 °C et à 1030 °C est visible sur la **Figure 5-10**. En comparant les micrographies après déformation à $10^{-2}s^{-1}$ et $10^{-1}s^{-1}$, une fraction de précipités γ' plus élevée est obtenue avec la vitesse de déformation plus lente. Il convient de mentionner ici que les échantillons déformés à une vitesse de déformation de $10^{-1}s^{-1}$ pourraient avoir subi une légère augmentation de température par auto-échauffement. Cela pourrait également affecter la cinétique de précipitation dynamique comme un effet secondaire de l'augmentation de la vitesse de déformation. L'effet de la vitesse de déformation est plus net à 1050 °C, avec une fraction surfacique totale atteinte après déformation jusqu'à un niveau de déformation de 1,3 de 22 % à $10^{-2}s^{-1}$ contre 18 % à $10^{-1}s^{-1}$. La précipitation dynamique semble donc être favorisée à des températures plus élevées et à des vitesses de déformation plus lentes.

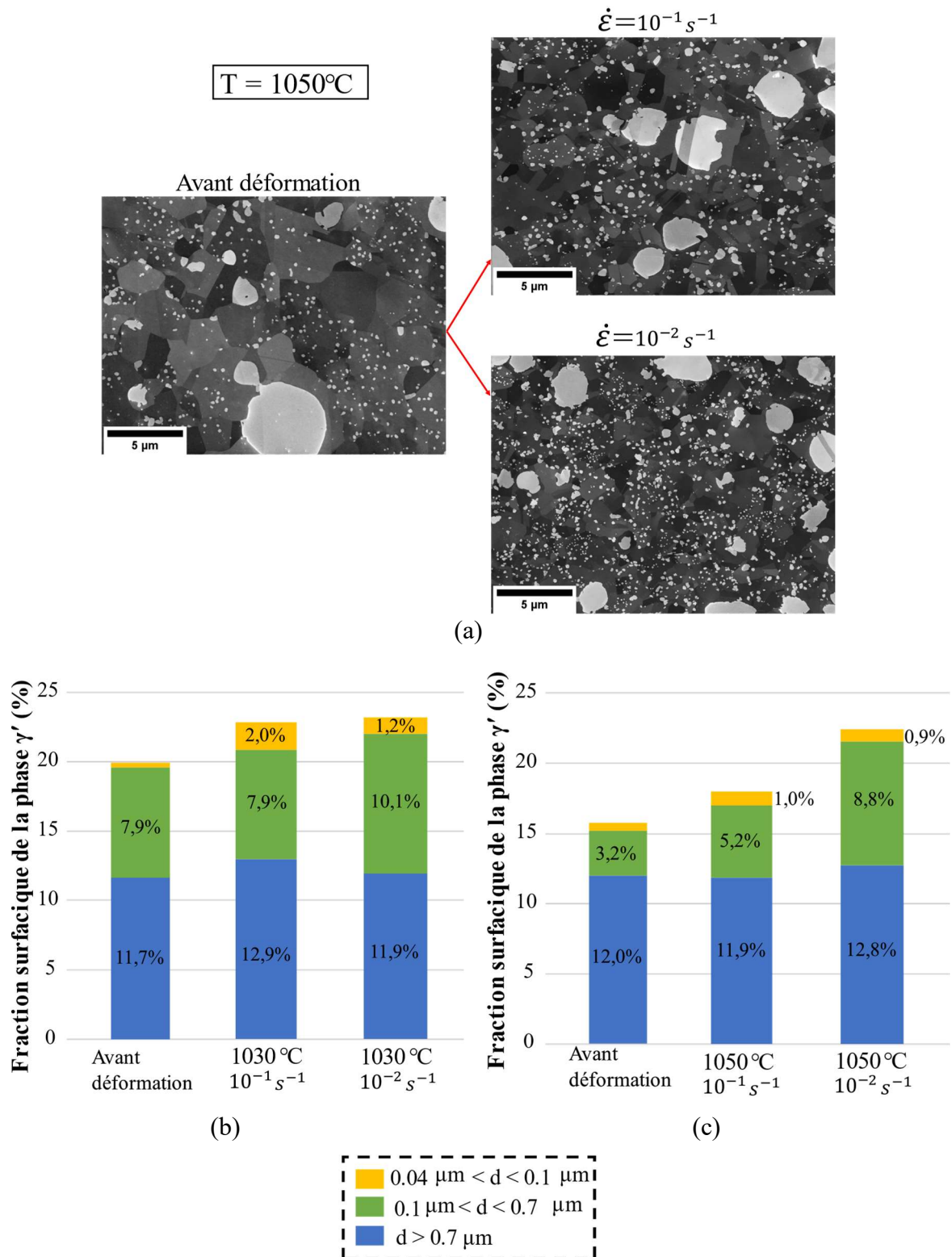


Figure 5-10 : (a) Micrographies avant ($M\gamma'_I-\gamma'_{II}$) et après ($M\gamma'_I-\gamma'_{II_déformé}$) compression à chaud à 1050°C à 10^{-1}s^{-1} et 10^{-2}s^{-1} jusqu'à un niveau de déformation de 1,3. Fractions surfaciques de précipités γ' avant et après déformation à (b) 1030°C et à (c) 1050°C

5.3.3 Précipitation dynamique et recristallisation dynamique

Cette section vise à déterminer l'état de recristallisation dans des échantillons où une précipitation dynamique a été observée et à analyser comment la fraction de grains recristallisés évolue en fonction des conditions de déformation et de la présence de précipités formés de manière dynamique. La **Figure 5-11** montre des cartographies de désorientations locales (mesurées par le paramètre KAM défini dans la section 3.4.3) de l'échantillon $M\gamma'_{I}-\gamma'_{II_déformé}$ (1050 °C) à différents niveaux de déformation, ainsi que la fraction recristallisée correspondante. Plus le niveau de déformation locale augmente, plus la fraction recristallisée augmente, résultat attendu car l'augmentation du niveau de déformation (i.e. de la densité de dislocations) favorise le mécanisme de recristallisation [86]. Des microstructures partiellement recristallisées ont été également reportées par Fu et al. [174] lors des essais de compression sub-solvus sur l'alliage René 88DT. Il est montré dans la **Figure 5-8** que la précipitation dynamique a été aussi plus importante pour des niveaux de déformation plus élevés. Donc la fraction recristallisée, aussi bien que la précipitation dynamique, sont favorisées à des niveaux de déformation plus importants.

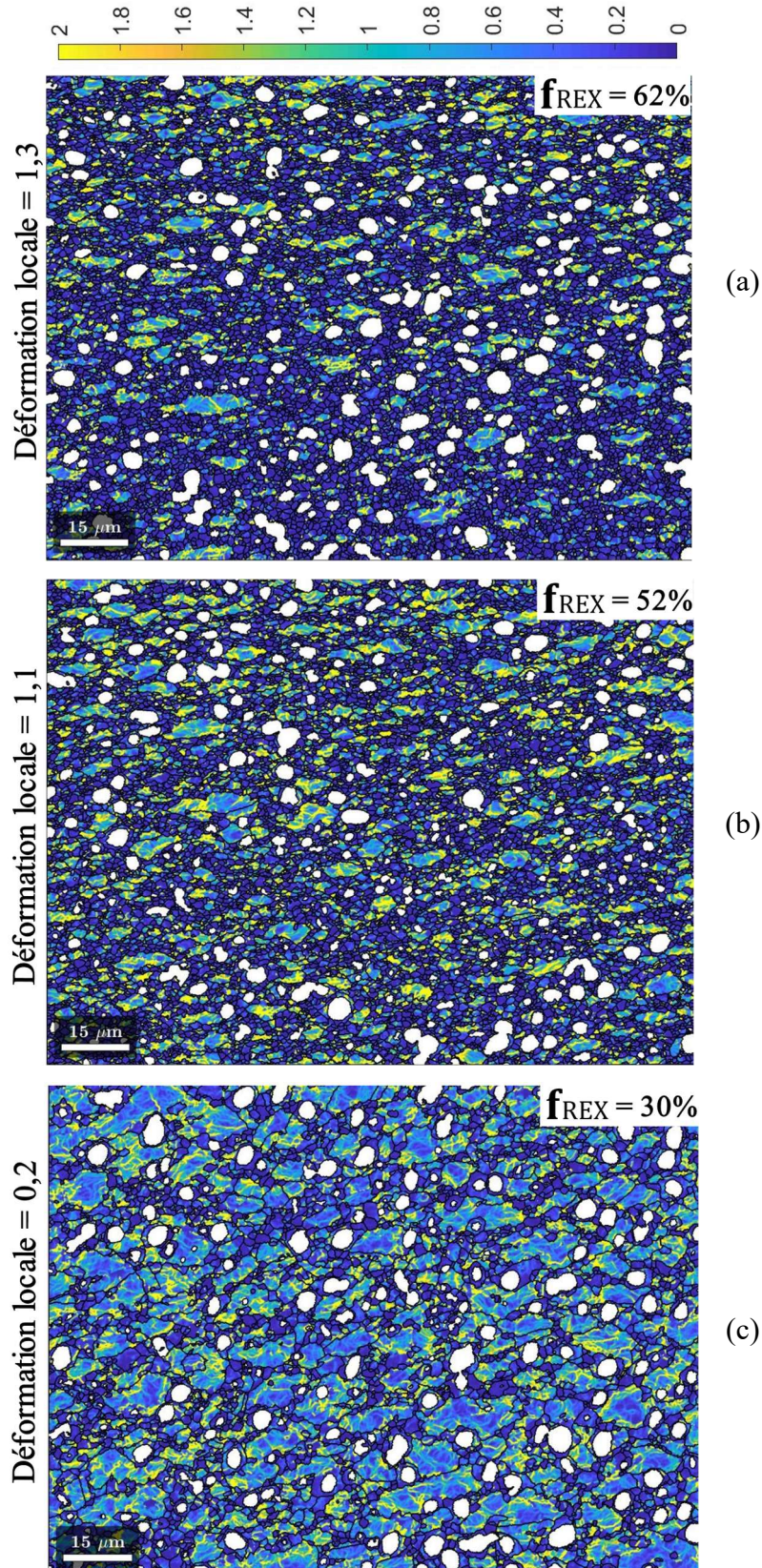


Figure 5-11 : Cartographies KAM de l'échantillon $M\gamma'_I-\gamma'_{II_déformé}$ après compression à chaud à 1050°C, vitesse de déformation de 10^{-2}s^{-1} et à des niveaux de déformation locale de a) 1,3, b) 1,1 et c) 0,2. Pas de mesure de 150 nm ; champ de 141,75 μm x 106,36 μm . Les précipités γ'_I détectables par EDS (donc de taille supérieure à 0,5 microns) sont représentés en blanc.

Les effets de la température et de la vitesse de déformation sur la recristallisation dynamique sont présentés dans les **Figure 5-12** et **5-13**. Une fraction recristallisée plus importante est observée à 1030 °C par rapport à 1050 °C (**Figure 5-12**), ce qui est assez surprenant. La recristallisation dynamique est un mécanisme thermiquement activé, donc favorisée à plus haute température [86,98]. De ce fait, il serait plus logique d'avoir une fraction recristallisée plus élevée à 1050 °C. Une fraction recristallisée plus élevée a été mesurée pour l'échantillon déformé à plus haute vitesse de déformation (**Figure 5-13**), ce qui est aussi inattendu. Une basse vitesse de déformation a tendance à favoriser la recristallisation dynamique car la durée de la déformation est longue et donc la microstructure a plus de temps pour recristalliser [86,98]. Étant donné que la précipitation dynamique est favorisée à plus haute température (**Figure 5-9**) et à basse vitesse de déformation (**Figure 5-10**), une possible explication est que la présence de précipités formés au cours de la déformation va gêner la recristallisation dynamique. Par conséquent, à haute température et à basse vitesse de déformation, une fraction recristallisée plus petite pourrait être justifiée par la présence d'une fraction plus importante de précipités dynamiques dans la microstructure, une hypothèse qui reste à vérifier. Il semblerait que les conditions qui favorisent la précipitation dynamique sont les mêmes qui inhibent ou empêchent la recristallisation dynamique, ce qui montre la concurrence entre ces deux processus pendant la déformation à chaud. Ce comportement a également été observé par d'autres auteurs [7,9] pour l'alliage AD730TM.

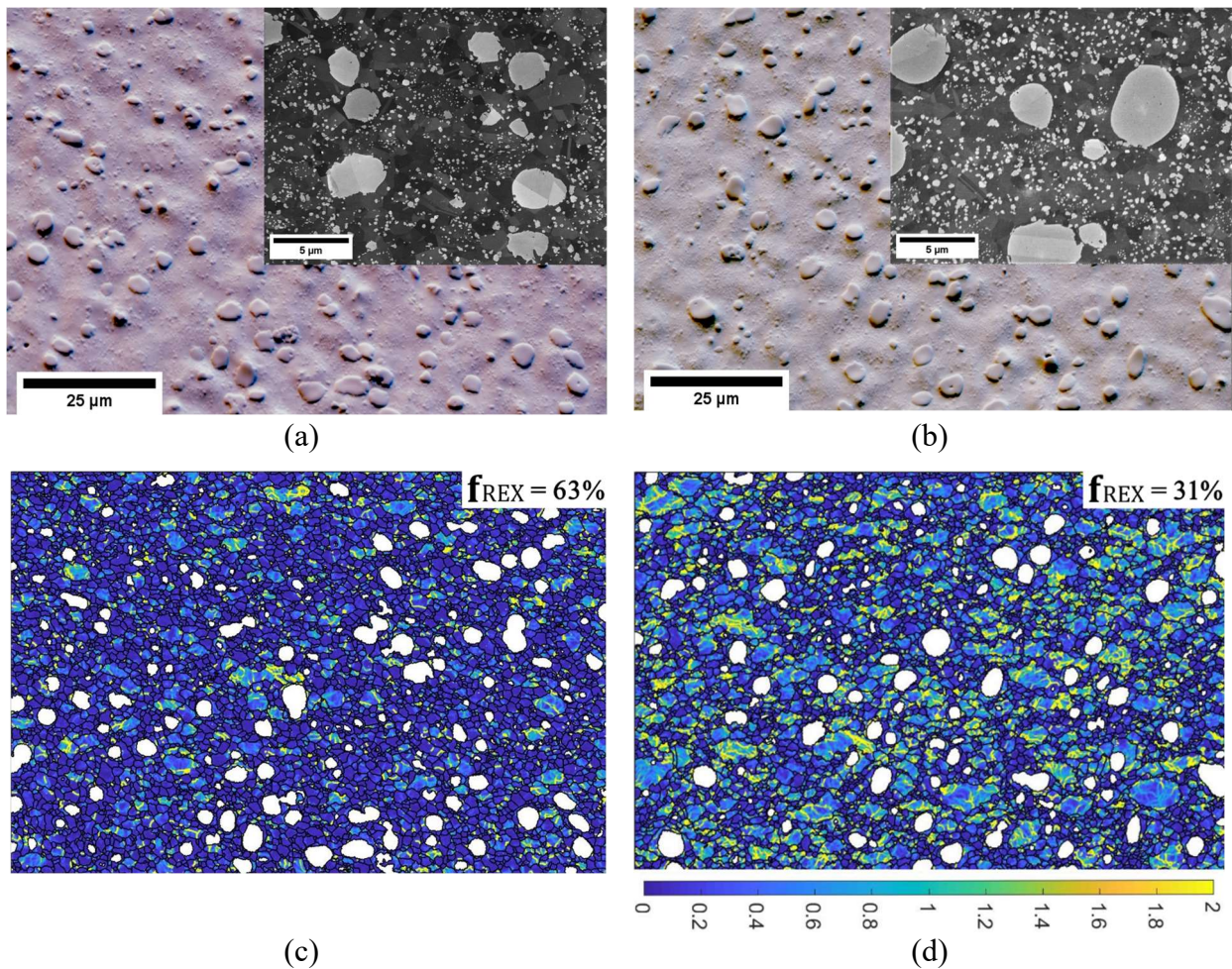


Figure 5-12 : Effet de la température de déformation sur la recristallisation et précipitation dynamiques. Micrographies et cartographies KAM de deux pions droits déformés à a) 1030 °C et b) 1050 °C, à une vitesse de déformation de 10^{-2}s^{-1} . Niveau de déformation locale fixé à 1,2. Pas de mesure de 125 nm ; champ de 113,42 μm x 85,07 μm . a) et b) Micrographies SE sous les conditions EBSD (juste avant l'analyse). c) et d) Cartographies KAM des zones présentées en a) et b), où les précipités γ' détectables par EDS (donc de taille supérieure à 0,5 microns) sont représentés en blanc.

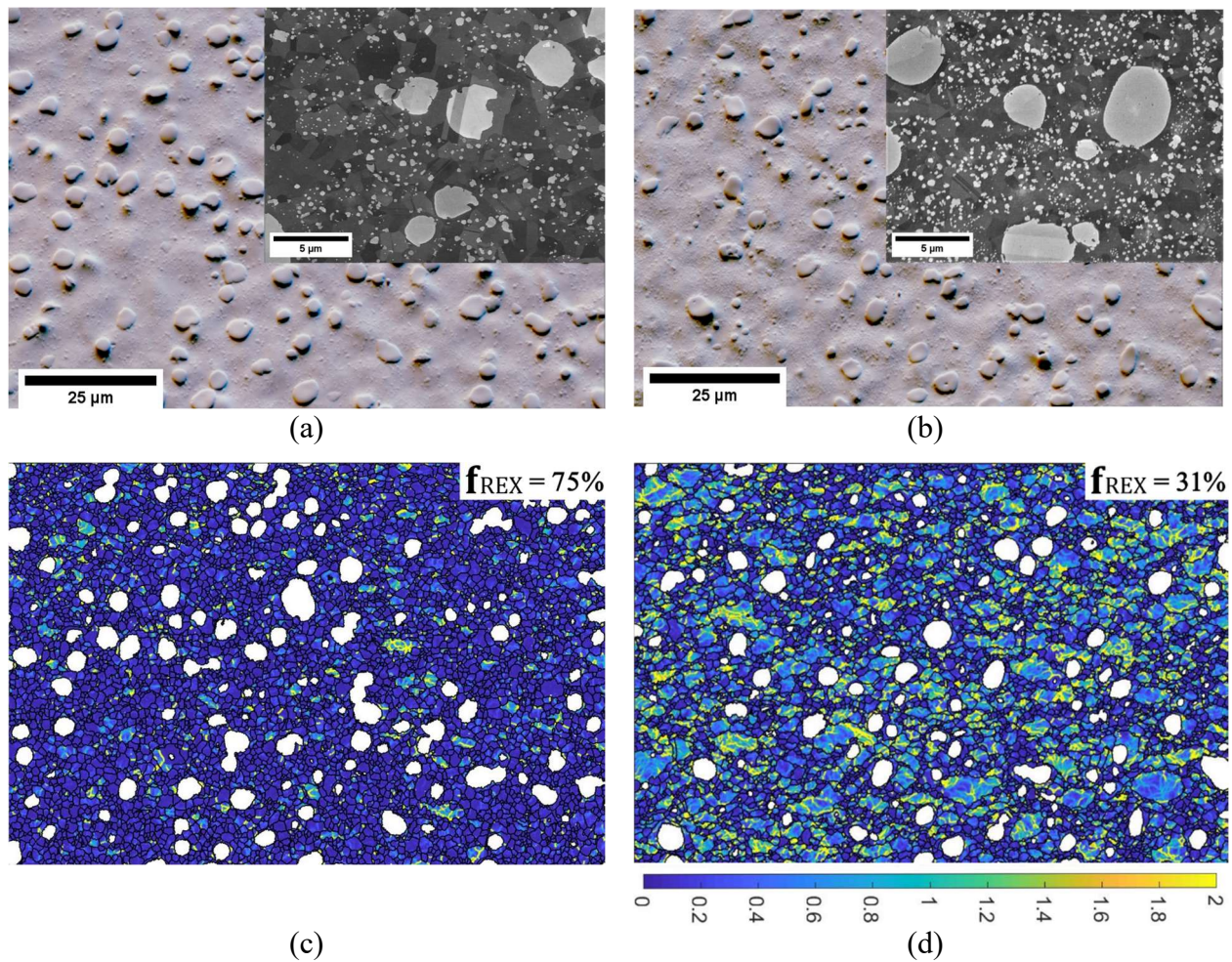


Figure 5-13 : Effet de la vitesse de déformation sur la recristallisation et précipitation dynamiques. Micrographies et cartographies KAM de deux pions droits déformés à 1050 °C à des vitesses de déformation de a), c) $10^{-1} s^{-1}$ et de b), d) $10^{-2} s^{-1}$. Niveau de déformation locale fixée à 1,2. Pas de mesure de 125 nm ; champs de 113,42 μm x 85,07 μm. a) et b) Micrographies SE sous les conditions EBSD (juste avant l'analyse). c) et d) Cartographies KAM des zones présentées en a) et b), dont les précipités γ' détectables par EDS (donc de taille supérieure à 0,5 microns) sont représentés en blanc.

5.4 Évolutions post-dynamiques des différentes populations de précipités γ'

Des essais de compression suivis de maintiens isothermes de 30 s jusqu'à 240 min ont été réalisés afin d'analyser l'évolution des précipités formés pendant la déformation. La **Figure 5-14** et la **Figure 5-15** montrent respectivement des micrographies des états $M\gamma'_{I_déformé}$ et $M\gamma'_{II_déformé}$, trempés à l'eau immédiatement après déformation (< 3s) ou après différents temps de maintien isotherme. Les conditions de déformation sont 1050 °C et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$ et le niveau de déformation est de 1,3.

La **Figure 5-16** montre l'évolution de la fraction surfacique de phase γ' en fonction du temps de maintien post-dynamique. La microstructure $M\gamma'_{II}$ présente une fraction surfacique avant déformation plus importante (17,6 %) par rapport à la $M\gamma'_I$ (13,8%), ce qui indique que la $M\gamma'_{II}$ a une fraction plus loin de la fraction d'équilibre estimée par ThermoCalc (d'environ 13% à 1050 °C). Les précipités fins formés dynamiquement $\gamma'_{fin-dyn}$ sont complètement dissous après 10 min de maintien post-dynamique, pour les deux microstructures. La fraction surfacique des précipités fins immédiatement après la compression a été quantifiée à 7,5% et 2,9% pour les échantillons $M\gamma'_I$ déformé (**Figure 5-16a**) et $M\gamma'_{II}$ déformé (**Figure 5-16b**), respectivement. Après seulement 30s de maintien, la fraction surfacique $\gamma'_{fin-dyn}$ tombe à 3,9% dans la microstructure $M\gamma'_I_{def_30s}$ et reste presque constante à 2,7% pour la microstructure $M\gamma'_{II}_{def_30s}$. Si on suppose que le front de recristallisation consomme une partie de l'énergie stockée et dissout les précipités γ' fins, il semble que la microstructure $M\gamma'_{II}$ présente plus de difficultés à recristalliser que l'état $M\gamma'_I$, car la fraction surfacique $\gamma'_{fin-dyn}$ sur l'échantillon $M\gamma'_{II}_{def_30s}$ n'a montré aucune variation perceptible.

La fraction surfacique γ'_{II-dyn} reste presque constante (de 21,2% à 20,5%) dans la microstructure $M\gamma'_{I}_{def_30s}$. La fraction de précipités γ' primaires reste constante après un temps de maintien de 30s, suivie d'une légère augmentation après un temps de maintien de 10 min (14,3% à 16,9% ; ce qui pourrait être dû à la croissance de certains précipités plus petits qui atteignent le seuil de taille pour entrer dans la classe des précipités primaires), et se terminant par une fraction surfacique équivalente à la fraction d'équilibre définie par ThermoCalc à 1050 °C (microstructure $M\gamma'_{I}_{def_30min}$). Aucun changement dans la taille moyenne des précipités γ' primaires n'a été observé pendant tous les traitements post-dynamiques, qui est restée à environ 2,5 μm . La fraction surfacique totale des microstructures $M\gamma'_{II}$, reste aux alentours de 20-22% depuis l'état juste après déformation (échantillon $M\gamma'_{II}_{déformé}$) jusqu'à 60 min de maintien post-dynamique, pour terminer à 13,8 % après 240 min de maintien. Notons que la fraction totale de phase γ' ne revient pas à la fraction observée avant la déformation (17,6 %), même après 60 min de recuit post-dynamique. Le diamètre moyen des γ'_{II-dyn} diminue après 30s de maintien (390 nm à 360 nm), reste relativement constant, entre 360 et 370 nm, pour les microstructures $M\gamma'_{II}_{def_10min}$ et $M\gamma'_{II}_{def_30min}$, augmente à 430 nm pour la

microstructure $M\gamma'_{II_def_60min}$ et atteint 360 nm après 240 min de maintien post-dynamique.

Il convient également de souligner l'évolution morphologique des précipités dans les **Figure 5-15(a-d)** et **Figure 5-17**, où les précipités cubiques (avant déformation) deviennent de plus en plus sphéroïdaux avec l'augmentation du temps de maintien post-dynamique (**Figure 5-17c**). Cette évolution de morphologie peut s'expliquer par la perte de cohérence des précipités γ' comme conséquence d'un réseau de dislocations formé aux interfaces γ - γ' au cours de la déformation. La contribution de l'énergie interfaciale devient prépondérante et pour la minimiser le système tend à augmenter la fraction volumique des précipités γ'_{II_dyn} et à les rendre de plus en plus sphériques.

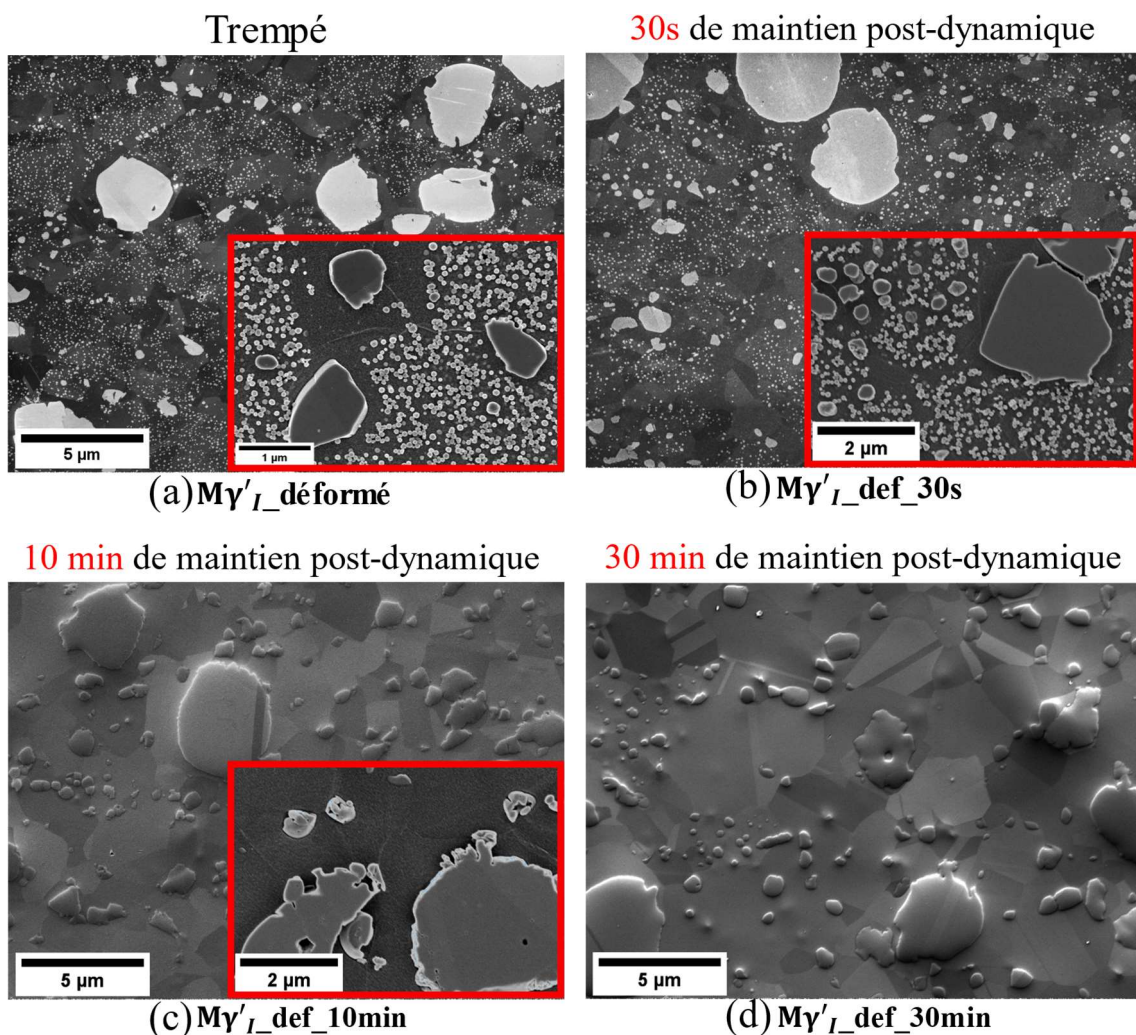


Figure 5-14 : Micrographies MEB-In-Lens SE d'échantillons biconiques qui correspondent au chemin thermomécanique de la Figure 5-1b, déformés à 1050 °C, à une vitesse de déformation de $10^{-2} s^{-1}$ et à une déformation locale de 1,3, suivies par une trempe à l'eau (a) immédiate ou après (b) un maintien de 30 s, (c) un maintien de 10 min et (d) un maintien de 30 min à 1050 °C.

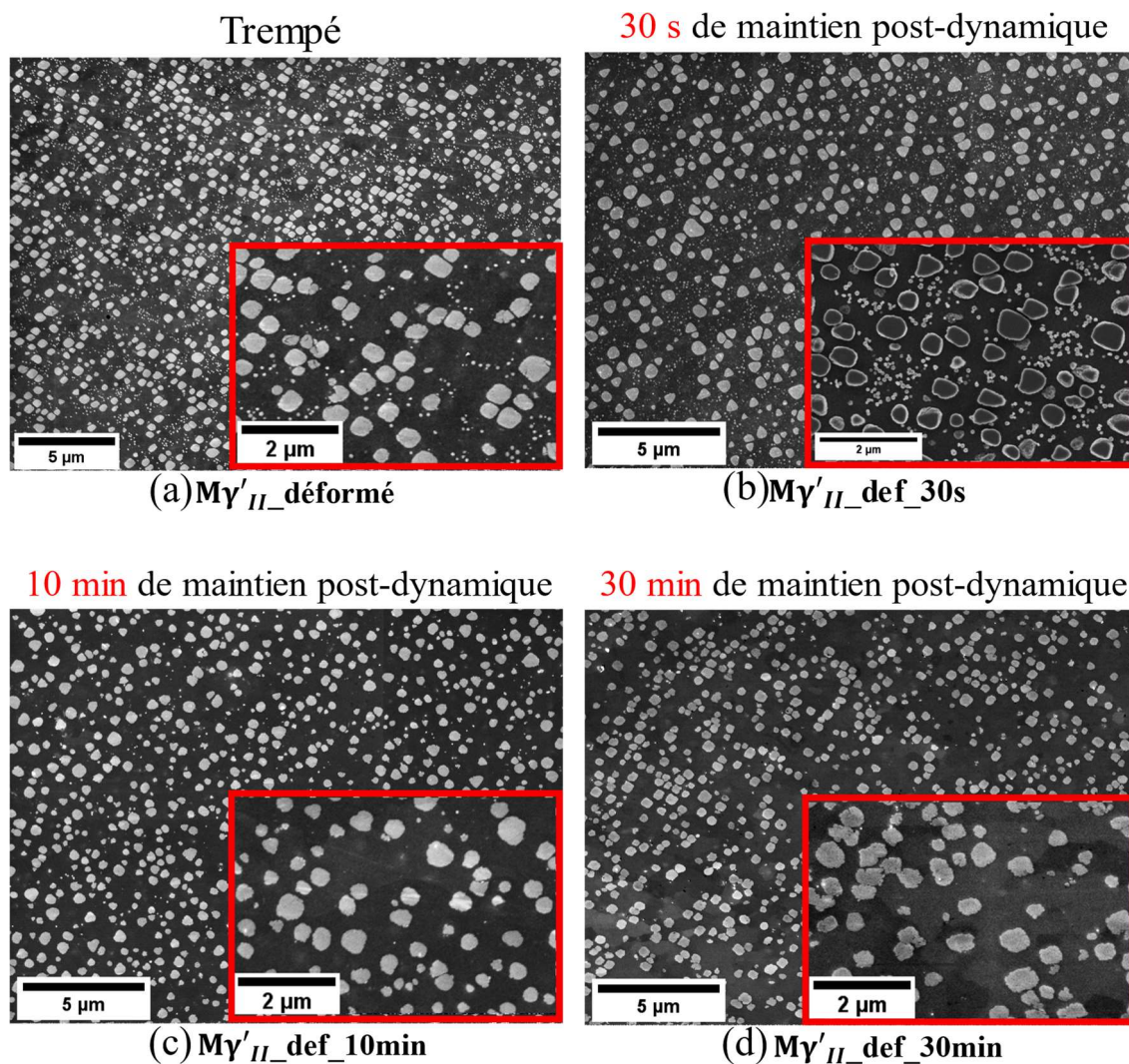


Figure 5-15 : Micrographies MEB-In-Lens SE d'échantillons biconiques qui sont issues du chemin thermomécanique de la Figure 5-1a, déformés à 1050 °C, à une vitesse de déformation de $10^{-2}s^{-1}$ et à une déformation locale de 1,3, suivies par (a) une trempe à l'eau (a) immédiate ou après (b) un maintien de 30 s, (c) un maintien de 10 min et (d) un maintien de 30 min à 1050 °C

CHAPITRE 5 : ÉVOLUTIONS DES PRÉCIPITÉS γ'
EN RÉGIME DYNAMIQUE ET POST-DYNAMIQUE

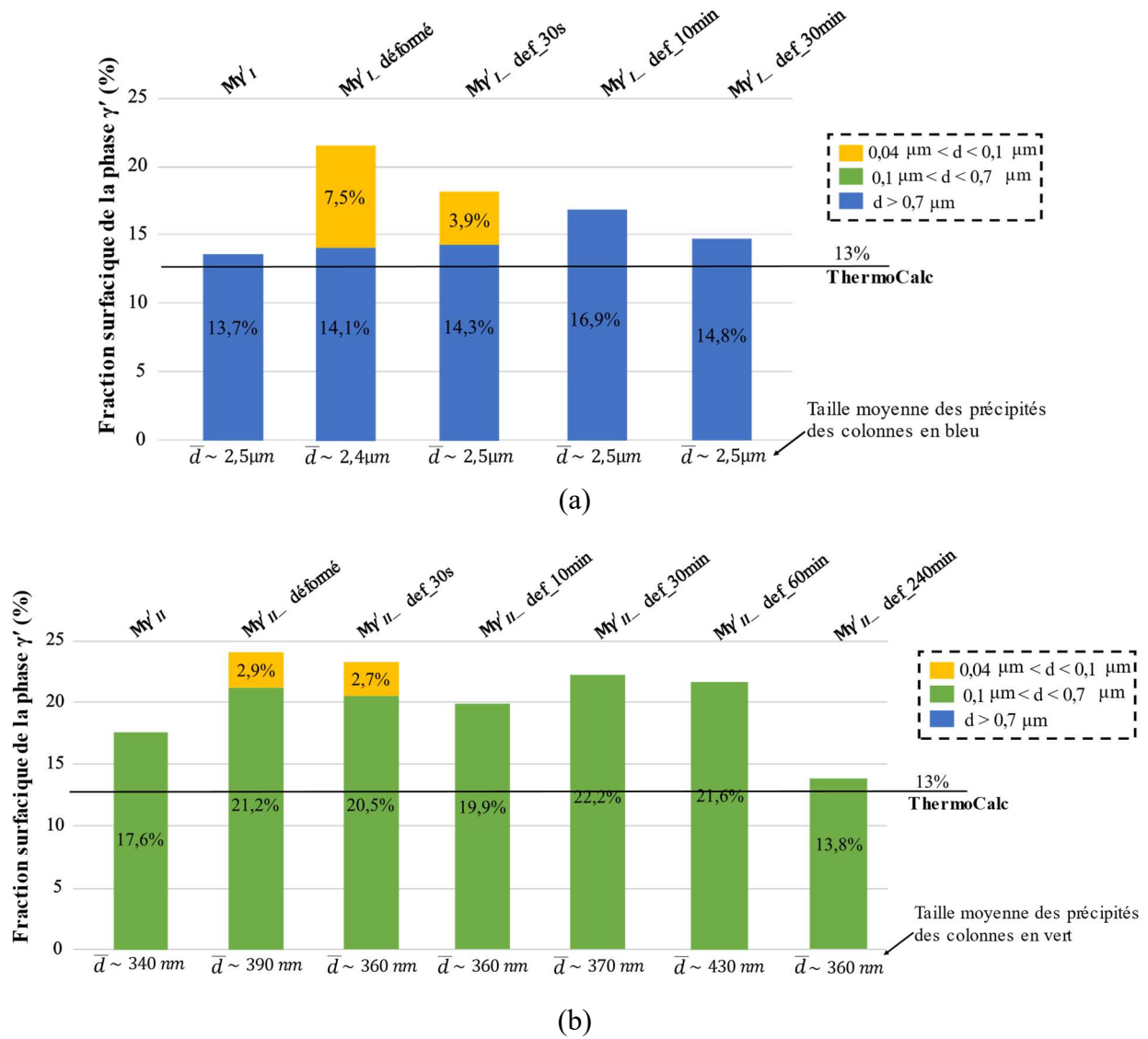


Figure 5-16 : Quantification de la fraction surfacique des précipités γ' en fonction du temps de maintien post-dynamique, au centre d'échantillons biconiques déformés à $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ et 10^{-2} s^{-1} jusqu'au niveau de déformation de 1,3. Familles microstructurales (a) $M\gamma'_I$ et (b) $M\gamma'_{II}$.

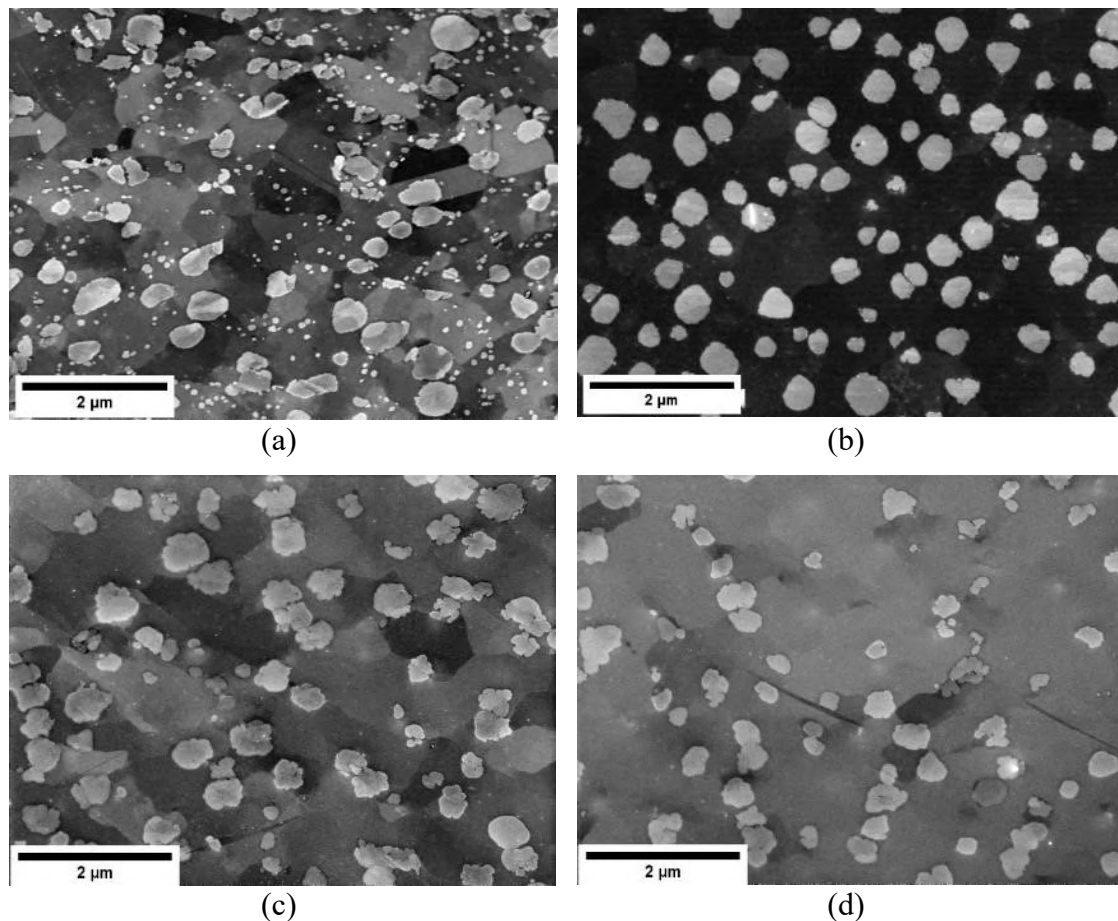


Figure 5-17 : Micrographies MEB-In Lens des échantillons de la famille Mg'_{11} (a) juste après déformation ($Mg'_{11_déformé}$) et après maintiens post-dynamiques de (b) 10 min ($Mg'_{11_def_10min}$), (c) 60 min ($Mg'_{11_def_60min}$) et (d) 240 min ($Mg'_{11_def_240min}$).

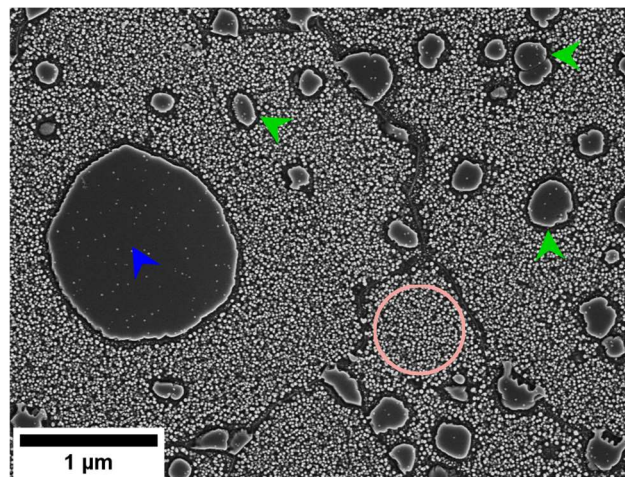
5.5 Force motrice et mécanismes de la précipitation dynamique

5.5.1 Discussion sur l'effet de la contrainte et de la déformation sur la précipitation dynamique

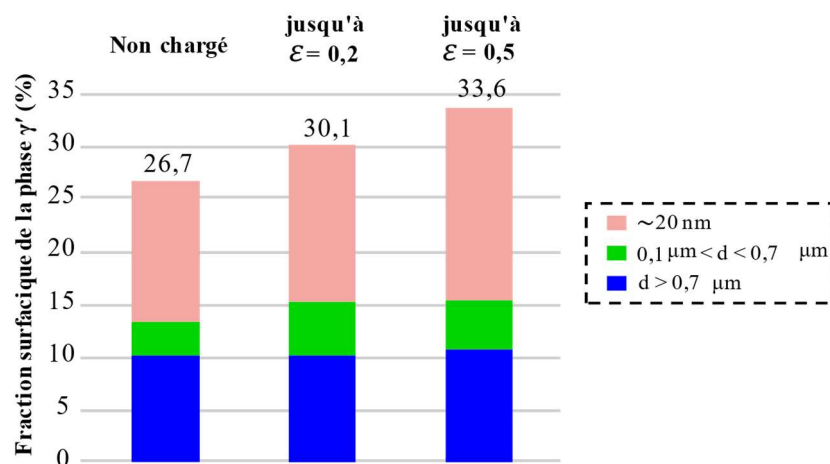
Afin de décorrélérer l'effet de la contrainte appliquée de celui de la déformation plastique (c'est-à-dire de densités de dislocations accrues), des essais de fluage ont été réalisés. La déformation de fluage se développe progressivement avec le temps, de sorte que l'interruption de l'essai à différents moments permet d'obtenir des échantillons avec une quantité différente de dislocations. La **Figure 5-18b** montre la fraction surfacique totale des précipités γ' obtenus après les essais de fluage à 1050 °C ou après le traitement thermique correspondant (avec le même parcours thermique mais sans appliquer aucune contrainte), où chacune des populations γ' quantifiée est indiquée sur la micrographie de la **Figure 5-18a**. Trois classes de précipités γ' peuvent être observées : des primaires (\bar{d}

$> 0,7 \mu\text{m}$), des secondaires ($0,1 \mu\text{m} < \bar{d} < 0,7 \mu\text{m}$) et une troisième population de précipités γ' très fins (environ 20 nm de diamètre moyen, identifiés par le cercle rose sur la **Figure 5-18a**), qui sont dispersés de manière homogène dans toute la matrice γ (sauf aux abords des joints de grains ou de précipités plus gros). Compte tenu de leur distribution et de leur taille, ces précipités γ' très fins se sont très probablement formés après la déformation, lors du refroidissement à 480 °C/min après l'essai de fluage. Néanmoins, il est possible de déduire de ces résultats une influence de la présence de dislocations sur la germination de la phase γ' . En effet, plus le niveau de déformation est élevé, plus la fraction de précipités γ' fins observée après l'essai de fluage est élevée (représentée par les colonnes roses dans la **Figure 5-18**). Cet effet peut être expliqué par la densité des dislocations qui augmente avec le niveau de déformation, si l'on admet que les dislocations servent de sites préférentiels pour la germination, comme souvent évoqué dans la littérature [27,131,132,175]. On considère donc que lors des essais de fluage, il existait seulement deux populations de précipités γ' , qui correspondent aux colonnes bleue et verte du graphique ci-dessous.

Lorsque l'on compare les fractions surfaciques obtenues pour l'échantillon non déformé mais soumis au même historique thermique, appelé "Non chargé", avec l'échantillon qui a subi un essai de fluage jusqu'à 0,2 déformation, on remarque une légère augmentation de la fraction surfacique des précipités de taille moyenne 260 nm (fraction verte de la **Figure 5-18**), qui ne s'accroît pas lorsque le niveau de déformation augmente. Cette augmentation pourrait donc traduire un effet supplémentaire de la contrainte sur la précipitation dynamique. Par ailleurs, Wu et al. [151] ont observé l'impact d'essais de fluage (i.e. charge constante à haute température) sur le grossissement des précipités γ' . Les précipités γ' secondaires présents avant l'essai peuvent donc potentiellement évoluer également par mûrissement dynamique (voir chapitre 2, section 2.3.2).



(a)

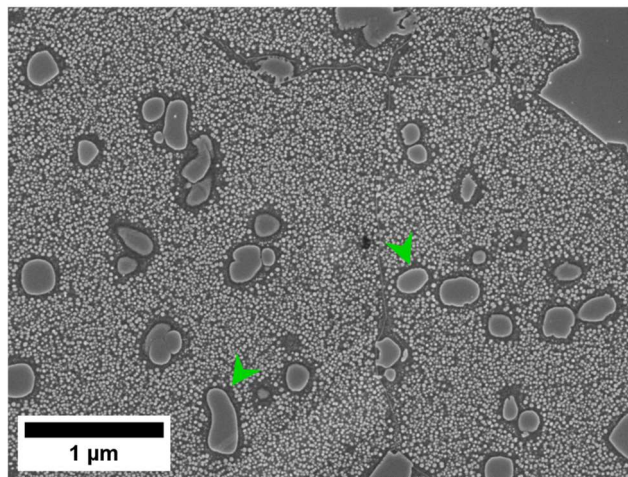


(b)

Figure 5-18 : (a) Microstructure de l'échantillon qui n'a pas été chargé mais seulement traité thermiquement montrant les trois populations γ' identifiées dans la série d'échantillons de fluage. Micrographie sélectionnée pour illustration qualitative (c'est-à-dire non utilisée pour la quantification de la fraction surfacique de la phase γ'). D'autres images sur une zone moins attaquée ont été utilisées pour la quantification. Les flèches bleues et vertes et le cercle rose aident à identifier qualitativement la morphologie et la distribution spatiale des trois populations de précipités. (b) Fraction surfacique des trois populations γ' , séparées par des critères de taille, dans l'état traité thermiquement et dans les états après déformation par fluage jusqu'à 0,2 ou 0,5.

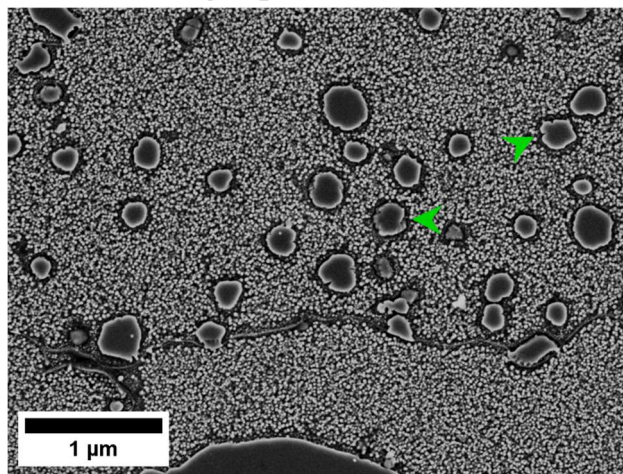
En comparant la microstructure des échantillons testés à 1050 °C, sans chargement et après 0,5 de déformation par fluage (**Figure 5-19**), on observe une légère différence d'aspect de l'interface γ/γ' des précipités γ' secondaires qui semble devenir rugueuse sous l'effet de la déformation. Cette « rugosité » peut s'expliquer par l'interaction des dislocations générées lors de l'essai de fluage avec la phase ordonnée. De plus, un nombre assez important de précipités fins peut être observé dans les deux configurations, dont la fraction ne peut pas être distinguée visuellement.

Non chargé



(a)

jusqu'à $\varepsilon = 0,5$



(b)

Figure 5-19 : Morphologie des précipités γ' secondaires de l'échantillon (a) qui n'a pas été chargé mais seulement traité thermiquement à 1050 °C et (b) après essai de fluage à 1050 °C jusqu'à $\varepsilon = 0,5$.

5.5.2 Force motrice pour la précipitation dynamique de la phase γ'

Pour qu'une transformation de phase soit observée, que ce soit dans le régime dynamique ou non, une force motrice (thermodynamique) pour la transformation et une cinétique suffisamment rapide sont nécessaires. Les résultats de fluage suggèrent que la cinétique de précipitation dynamique est influencée à la fois par la contrainte, qui favoriserait d'une certaine manière le grossissement dynamique des précipités préexistants, et par la déformation, les dislocations produites favorisant les cinétiques de germination et de croissance des nouveaux précipités. Cependant, il reste à expliquer

quelle est la force motrice d'une telle transformation. Selon la thermodynamique, toute transformation qui entraîne une diminution de l'énergie libre de Gibbs est théoriquement possible. Au cours de la déformation à chaud, les contributions de l'énergie élastique ΔG_{el} et de l'énergie de déformation plastique associé aux dislocations ΔG_p pourraient conduire à un déplacement de l'équilibre avec une augmentation de la fraction de phase γ' comme illustré schématiquement sur la **Figure 5-20**. Avec l'augmentation de la contrainte et du niveau de déformation, les contributions énergétiques ΔG_{el} et ΔG_p vont augmenter pour les deux phases, mais d'une quantité différente pour chacune.

ΔG_p représente la contribution énergétique liée à la densité de dislocations générée par déformation plastique. En supposant que la contrainte soit la même dans les deux phases, on s'attend à ce que ΔG_p soit plus grande pour la matrice que pour la phase γ' , puisque la phase γ' est beaucoup plus dure que la phase γ [2,176] (dureté de la phase γ' 42% plus importante par rapport à celle de la matrice γ , pour l'alliage CMSX-6 [176]). La phase moins dure (i.e. la matrice γ) se déformera plus (c'est-à-dire une densité de dislocation plus élevée) et par conséquent une contribution énergétique ΔG_p plus importante par rapport à la phase ordonnée γ' [104,177]. Les contributions de l'énergie élastique ΔG_{el} sont liées aux constantes d'élasticité de chaque phase [178,179]. En considérant que le module d'élasticité des phases γ et γ' , dans les alliages de Ni de microstructure γ - γ' , est légèrement différent [151,176] (253GPa pour la matrice γ et 275GPa pour la phase γ' , alliage Waspaloy à température ambiante [176]), on s'attend à ce que les contributions élastiques soit aussi assez proches pour les deux phases, voire légèrement supérieure pour la phase γ' .

En comparant les deux contributions énergétiques, la contribution ΔG_{el} est susceptible d'être plus petite que la contribution ΔG_p sur les changements d'équilibre thermodynamique. La somme des contributions des énergies élastique et plastique entraînera un déplacement local de l'équilibre thermodynamique, avec une fraction de phase γ' à l'équilibre dynamique supérieure à celle des conditions statiques.

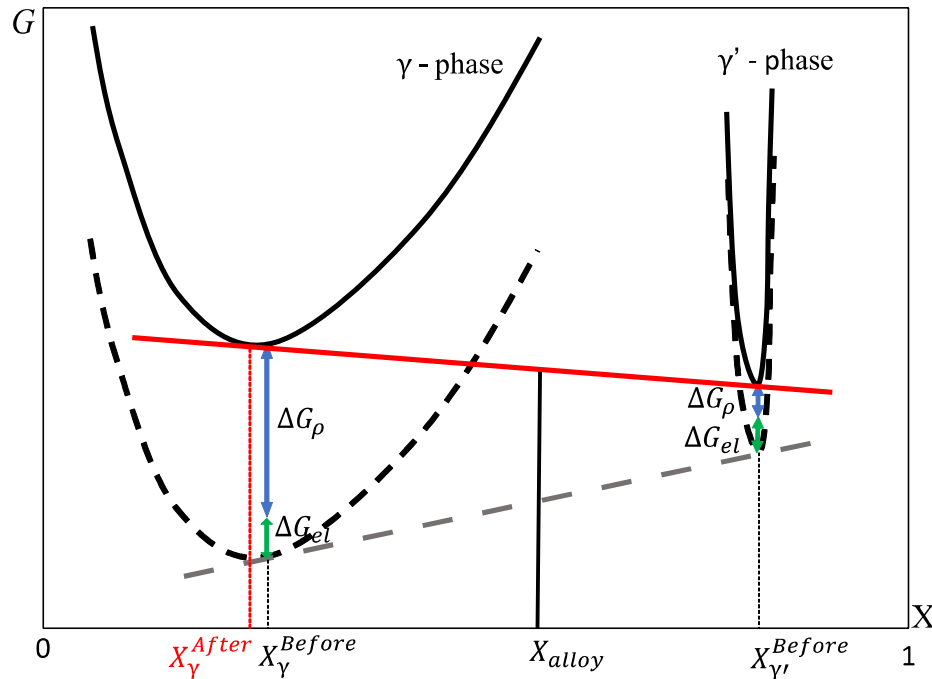


Figure 5-20 : Illustration schématique d'un diagramme d'énergie de Gibbs expliquant comment l'équilibre des phases peut être modifié sous l'effet de la contrainte (contribution de l'énergie élastique) et de la déformation (via une contribution de la densité de dislocations).

5.5.3 Évolution post-dynamique des précipités γ' formés dynamiquement

Lors du maintien post-dynamique, la contribution élastique serait supprimée une fois la contrainte relâchée, mais pas nécessairement la contribution plastique car la microstructure doit se régénérer (par le mécanisme de recristallisation post-dynamique) pour éliminer la densité de dislocations stockée. Dans ce cas, la contribution de la densité de dislocations ne serait entièrement dissipée qu'après la recristallisation complète ou la restauration significative de la matrice, permettant au matériau de revenir aux fractions d'équilibre statique. Les résultats de la **Figure 5-16a** suggèrent que 30 min de maintien post-dynamique sont suffisantes pour éliminer tous les effets provoqués par la déformation à chaud pour la microstructure $M\gamma'_{I_déf_xx}$. Ainsi, après 30 min de maintien, on tend vers l'équilibre statique pour lequel la fraction de phase γ' est d'environ 13 % à 1050 °C [8].

L'évolution post-dynamique observée dans la **Figure 5-16b** ($M\gamma'_{II_déf_xx}$) a cependant montré que même un recuit post-dynamique de 60 min est trop court pour ramener la fraction de phase γ' à sa valeur d'équilibre statique. Il a été observé que, depuis

l'état juste après déformation ($M\gamma'_{II_déformé}$), la fraction des précipités γ'_{II_dyn} reste à peu près constante (entre 20-22%) jusqu'à 60 min de temps de maintien, et ne s'approche des 13% de l'équilibre statique prévu par ThermoCalc qu'après 4h de traitement. Cette fraction constante des précipités γ'_{II_dyn} (de 0 à 60 min de maintien post-dynamique), en conservant la taille moyenne des précipités à peu près constante, ajoutée à l'évolution de la phase γ' vers une morphologie sphérique (**Figure 5-17**) peut être expliquée par la forte influence de l'énergie interfaciale à haute température, également constatée par Xu et al. [37] dans un alliage à base de Ni. Pour minimiser l'énergie interfaciale, le système tend à augmenter la fraction volumique des précipités γ'_{II_dyn} et à les rendre de plus en plus sphériques. Par ailleurs, les précipités de la microstructure $M\gamma'_{II_déformé}$ observés juste après la déformation, bien que présentant encore une taille similaire aux précipités γ' secondaires, ne peuvent plus vraiment être considérés comme tels. Il a en effet été constaté une morphologie irrégulière des précipités γ'_{II_dyn} après déformation, provoquée par les interactions avec les dislocations (voir **Figure 5-17a**). Ces évolutions ont conduit à l'obtention de précipités γ' qui ont perdu leur cohérence du fait de l'accumulation de dislocations (induites par la déformation) à leurs interfaces, de taille un peu plus grande que celle des précipités γ'_{II} classiques.

Des cartographies EBSD ont été acquises pour les microstructures $M\gamma'_{I_déf_30min}$ et $M\gamma'_{II_déf_30min}$ (**Figure 5-21**), afin de vérifier l'état de recristallisation après 30 min de maintien post-dynamique et de pouvoir relier la fraction recristallisée et l'état de précipitation observé. Qualitativement, on remarque que la microstructure $M\gamma'_{I_déf_30min}$, qui a une fraction de phase γ' proche de l'équilibre thermodynamique à 1050 °C (14,8% mesurés contre 13% prévus par ThermoCalc), présente une microstructure fortement recristallisée (**Figure 5-21e**). La microstructure $M\gamma'_{II_déf_30min}$ présente au contraire des sous-structures de restauration dans la matrice entre les précipités et des désorientations mesurables entre les précipités et matrice, de l'ordre de 4° (**Figure 5-21f**). La microstructure $M\gamma'_{II_déf_30min}$ est donc très peu recristallisée, nettement moins que la microstructure $M\gamma'_{I_déf_30min}$, bien les chemins thermomécaniques appliqués soient identiques. Ce résultat indique que le temps de maintien en post-dynamique permet ou non de recristalliser complètement la microstructure selon l'état de précipitation γ' initial et son évolution dynamique. Les précipités γ'_{II_dyn} (seuls présents dans l'état $M\gamma'_{II_déf_30min}$) gênent fortement la

recristallisation, beaucoup plus fortement que les précipités plus gros de l'état $M\gamma'_{I_d\acute{e}f_30min}$. Il semble par ailleurs que le retour à la fraction statique d'équilibre soit plus rapide pour l'échantillon qui recristallise plus facilement (**Figure 5-16**). Il est donc possible que la recristallisation assiste en quelque sorte ce retour à l'équilibre, par un mécanisme qui resterait à étudier. En particulier, pour conforter cette hypothèse, il aurait été intéressant de vérifier si la microstructure $M\gamma'_{II_d\acute{e}f_240min}$ est recristallisée ou non, mais cela n'a pas été fait.

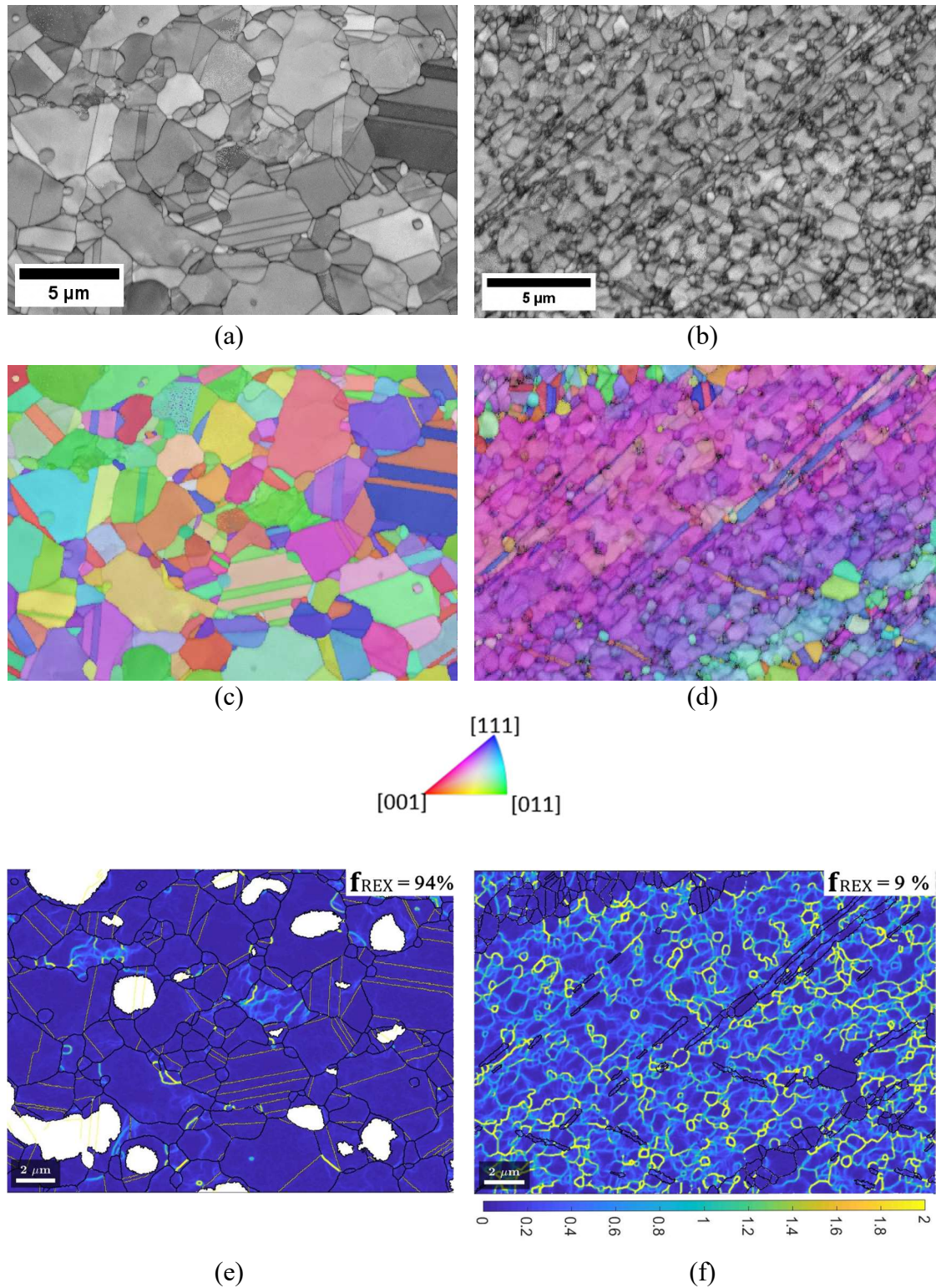


Figure 5-21 : Imagerie d'échantillons après 30 min de post-dynamique des microstructures (a) $Mg'_{I_d\acute{e}f_30min}$ et (b) $Mg'_{II_d\acute{e}f_30min}$. (c), (d) Cartographies d'orientation des phases γ et γ' confondues, représentées dans un code de couleur indiquant la projection de l'axe Z du repère macroscopique dans le repère du cristal. (e), (f) Cartographies du paramètre de désorientation locale KAM. Les précipités les plus gros, reconnus par analyse EDS, sont représentés en blanc et les joints macles en jaune (joints à $60^\circ \langle 111 \rangle$ avec une tolérance de 2°). Pas de mesure de 38 nm ; taille de champs de 22,76 μm x 17,01 μm .

5.5.4 Influence de la topologie initiale sur la précipitation dynamique de la phase γ' et rôle des dislocations

Avec l'augmentation du niveau de déformation, une plus grande densité de dislocations est générée, épinglées par les précipités initialement présents et enchevêtrées les uns avec les autres. Étant donné que la limite d'élasticité de la microstructure $M\gamma'_{II}$ est plus élevée que celle de la microstructure $M\gamma'_I$ (tendance illustrée dans la **Figure 5-28a**), une déformation plastique plus faible est attendue pour l'échantillon $M\gamma'_{II_déformé}$ (**Figure 5-5b**) pour une même déformation totale. Ainsi, pour une même taille de grains entre ces deux échantillons, il est fortement probable que la microstructure $M\gamma'_{II}$ présente une plus faible densité de dislocations que la microstructure $M\gamma'_I$. Dans le cas présent, la microstructure $M\gamma'_{II}$ a une très grande taille de grains (environ 200 μm) par rapport à $M\gamma'_I$ (environ 10 μm). Par conséquent, la majorité de la déformation dans l'échantillon $M\gamma'_{II_déformé}$ est assurée par la plasticité à l'intérieur du grain, tandis que pour la microstructure $M\gamma'_{I_déformé}$ à grains fins, les glissements de dislocation intergranulaires participent aussi largement à la déformation plastique. Par conséquent, on considère qu'une densité plus élevée de dislocations est attendue pour la microstructure $M\gamma'_{I_déformé}$ (**Figure 5-6b**).

On suppose que les points où les dislocations se croisent sont des points fixes ou moins mobiles favorisant ainsi la ségrégation des éléments γ' -gènes [154,180] et ensuite la germination et de croissance de la phase γ' à ces endroits. En admettant que les intersections entre dislocations sont des sites préférentiels pour la germination des précipités γ' comme proposé dans [131,132,175], cela expliquerait la fraction plus élevée de fins précipités dynamiques trouvés dans l'échantillon $M\gamma'_{I_déformé}$. La diffusion accélérée le long des dislocations expliquerait pourquoi les précipités dynamiques formés en premier peuvent croître (dans la microstructure $M\gamma'_{II_déformé}$), ce qui entraîne une augmentation apparente de la fraction γ'_{II} . En outre, la possibilité d'une légère croissance dynamique ou d'une coalescence des précipités γ' secondaires déjà existants pendant la déformation ne peut pas être écartée. La différence entre la distribution de tailles de précipités formés dynamiquement de la **Figure 5-5b** (γ' cubiques de 390 nm + γ' fins de 80 nm) et celle de la **Figure 5-6b** (uniquement γ' fins de 80 nm) peut être considérée comme une conséquence de la topologie initiale de phase γ' présente avant la déformation

et des interactions des dislocations avec les précipités pendant la compression. Il est important de préciser que la fraction après déformation ($M\gamma'_{I_déformé}$) est supérieure à la fraction d'équilibre statique (21,6% contre 13%), il y a donc une force motrice thermochimique pour faire disparaître les précipités dynamiques. La recristallisation semble avoir un effet favorable sur la cinétique de retour à l'équilibre de phase γ' (voir évolution post-dynamique de la **Figure 5-14**).

5.6 Précipitation dynamique dans l'alliage AD730TM et dans une version monogranulaire de l'alliage René 65

Puisque le mécanisme de précipitation dynamique a été observé pour le superalliage René 65, d'autres superalliages γ - γ' sont susceptibles de connaître des phénomènes similaires. Des essais de compression suivant le chemin thermique de la **Figure 5-1(b, c)** ont été menés sur l'alliage AD730TM et le chemin thermique de la **Figure 5-1c** pour l'alliage René 65 dans sa version monogranulaire. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques, à 1050 °C et à une vitesse de déformation de $10^{-2} s^{-1}$.

5.6.1 Précipitation dynamique dans l'alliage AD730TM

La **Figure 5-22** montre les microstructures et la quantification de phase γ' à l'état de réception (matière forgée) ainsi que les états après traitement thermique de 30 min et de 240 +10 min à 1050 °C pour l'alliage AD730TM. Après 30 min de chauffage à 1050 °C, la fraction totale de phase γ' a été mesurée à 21,5%, bien plus proche de la fraction d'équilibre à 13% (prévu par ThermoCalc à 1050 °C) que la fraction de 33,9% à l'état de réception, comme attendu. La fraction des précipités γ' fins des échantillons AD730TM a diminué de 26,1% (microstructure à l'état de réception) à 10,9% (**Figure 5-26a**) mais leur diamètre moyen a augmenté de 40 nm à 110 nm. La coalescence de cette classe de précipités en amont de leur dissolution pour l'alliage AD730TM a été également observée par Masoumi et al [50] et dans le chapitre 4 de ce manuscrit (voir section 4.2).

La fraction totale de précipités γ' reste constante (d'environ 21%) entre les maintiens de 30 min et 250 min à 1050 °C (**Figure 5-22b**). Une augmentation de la fraction surfacique ainsi que la taille de précipités γ' primaires est observée en fonction du temps de maintien à 1050 °C. Entre le maintien de 30 min et 250 min, le diamètre moyen de

précipités plus petits évolue de 100 nm à 220 nm, associée à une chute de la fraction surfacique (10,9% sur la **Figure 5-22c** contre 7,9% sur la **Figure 5-22d**). Lorsque le temps de maintien augmente, les deux distributions de précipités γ' augmentent en taille mais les fractions surfaciques changent d'une population à l'autre. Il semblerait que le maintien en isotherme favorise la fraction des précipités γ' primaires plutôt que des précipités secondaires. De plus, cette évolution de taille à fraction de phase γ' constante caractérise le mécanisme de mûrissement, lorsque le temps de maintien augmente pour l'alliage AD730TM (voir section 2.2.3).

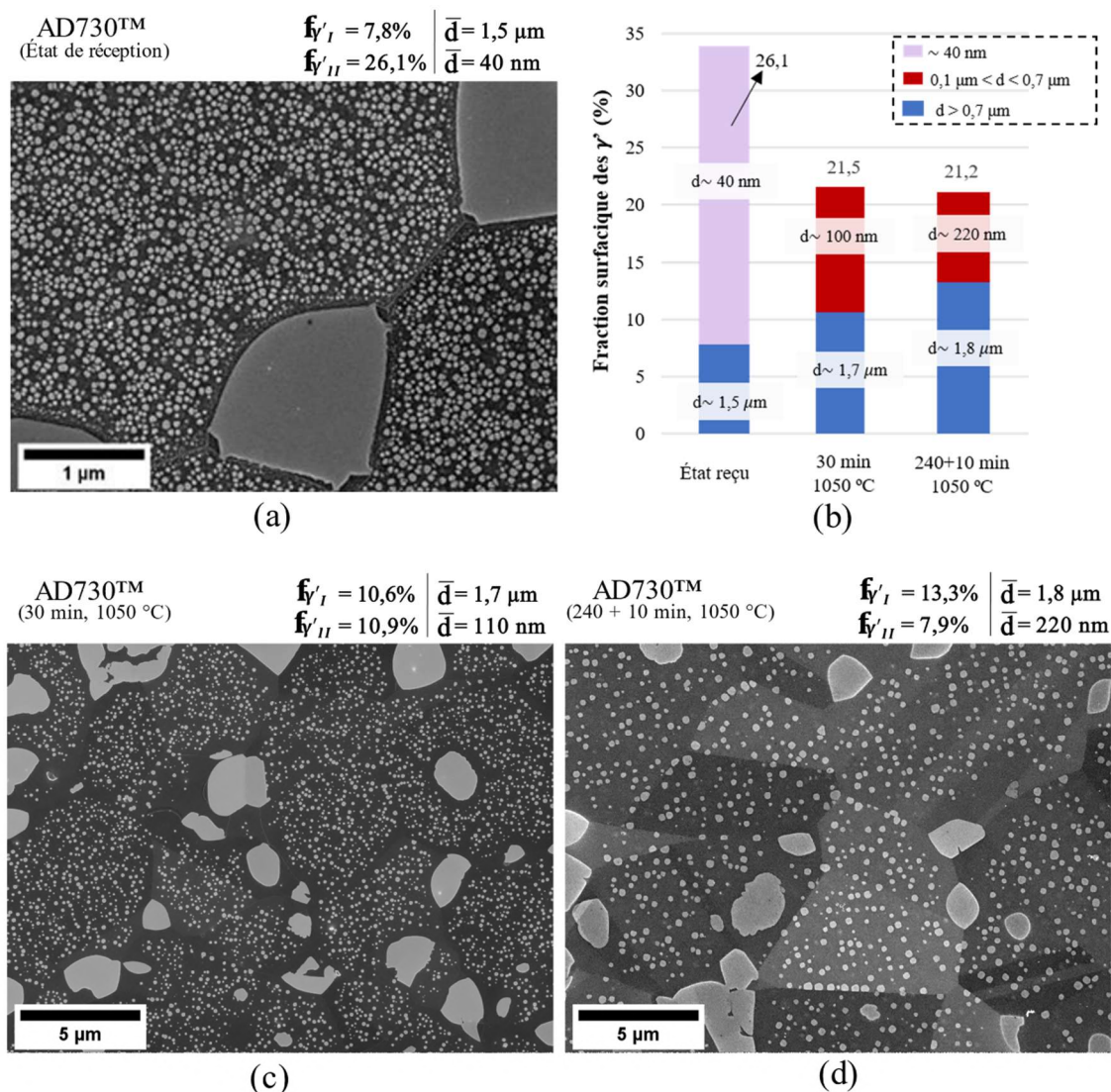


Figure 5-22 : Microstructures à (a) l'état de réception et après le traitement thermique de (c) 30 min et de (d) 250 min à 1050 °C pour l'alliage AD730TM. (b) Fraction surfacique et taille moyenne des précipités γ' pour les trois configurations.

La **Figure 5-23** compare les états juste avant et juste après déformation pour les alliages AD730™ et René 65, qui ont subi un traitement thermique de 240 + 10 min à 1050 °C avant compression et puis ont été déformés à 1050 °C | $10^{-2}s^{-1}$ (chemin thermomécanique de la **Figure 5-1b**). On observe qu'un même traitement thermique ne produit pas les mêmes résultats pour les alliages AD730™ et René 65 polycristallins, même si ceux-ci sont a priori très similaires. Le traitement pendant 250 min au total à 1050 °C a été capable de dissoudre tous les précipités durcissants présents dans l'état reçu de l'alliage René 65 polycristallin, et de produire ainsi une microstructure avec une distribution monomodale des précipités γ' primaires. En revanche, le même chemin thermique ne permet pas de dissoudre totalement la population fine ($d \sim 40$ nm) de précipités observés à l'état de réception de l'alliage AD730™ (**Figure 5-23a**), bien au contraire, il semblerait que les précipités aient grossi pendant le traitement thermique et soient passés de 40 nm | $f = 26,1$ % à 220 nm | 7,9 %. Les états de précipitation γ' avant déformation ne sont donc pas comparables entre les alliages AD730™ et René 65 polycristallins, même s'ils ont vu le même chemin thermique.

Similairement à ce qui a été montré pour l'alliage René 65 (section 5.3.1), la fraction surfacique totale de précipités γ' est supérieure après compression (25,8 %) que à l'état avant compression (21,3 %) pour l'alliage AD730™. Ce résultat confirme que le mécanisme de précipitation dynamique n'est pas spécifique à l'alliage polycristallin René 65, mais peut également se produire dans d'autres superalliages γ - γ' . Ce que l'on peut souligner cependant, c'est que la fraction de la phase γ' formée pendant la déformation varie selon l'alliage, puisque la fraction de la phase γ' formée pendant la déformation est plus faible dans l'alliage AD730™ que dans l'alliage René 65, pour les mêmes conditions de déformation. La différence de fraction γ' avant/après déformation pour l'alliage polycristallin René 65 est de 7,5% (voir **Figure 5-5**), alors que pour l'alliage AD730™ cette différence correspond à 4,5%. De plus, une transformation en termes de taille des précipités est observée sur les précipités γ' de l'alliage AD730™, qui ont évolués de 220 nm avant déformation à 310 nm après déformation. La morphologie des précipités juste après déformation reste assez similaire que celle avant déformation, inversement à ce qu'on a vu pour la microstructure bimodale de l'alliage René 65 polycristallin (**Figure 5-6(b, d)**).

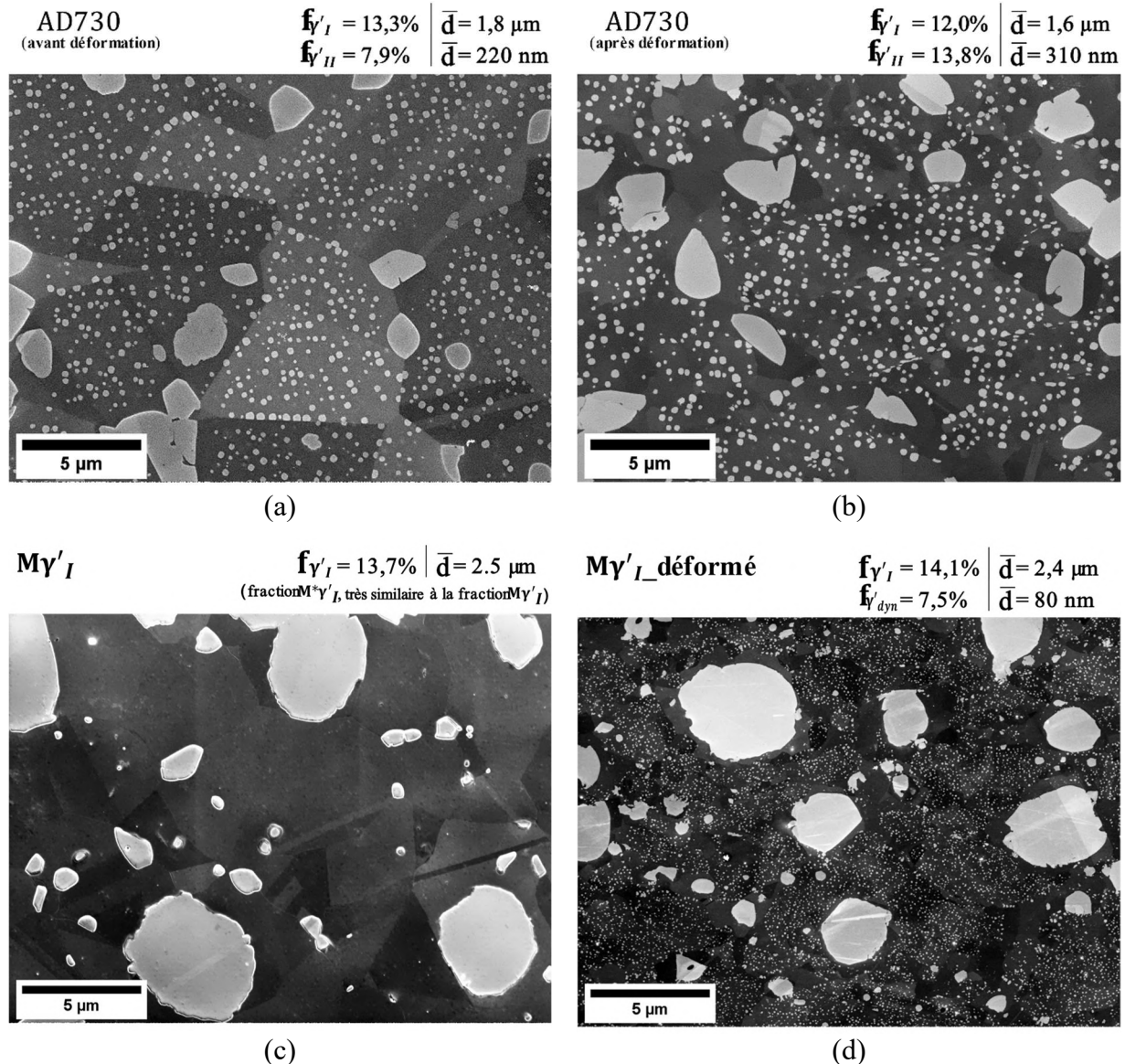


Figure 5-23 : États avant et après compression pour les alliages AD730TM et René 65 polycristallin après traitement de 240 + 10 min à 1050 °C (Figures a, c) et puis compression à chaud à 1050 °C et 10^{-2} s^{-1} de vitesse de déformation (Figures b, d).

La **Figure 5-24** montre des microstructures juste avant déformation et juste après déformation pour les alliages AD730TM et René 65 soumis à 30 min de mise en solution à 1050 °C (**Figure 5-24(a, c)**) puis déformés à 1050 °C | 10^{-2} s^{-1} , selon le schéma de la **Figure 5-1b**. La fraction totale de la phase γ' est toujours supérieure après déformation pour les deux alliages, une augmentation de de 3,6 % pour l'alliage AD730TM et de 7,3 % pour l'alliage René 65 par rapport à la fraction γ' avant déformation. Il semble que les différences de microstructure initiale (i.e. juste avant compression), et pas seulement la composition chimique des deux alliages, soient responsables des différences de cinétiques

de précipitation dynamique, comme montré dans la section 5.3.1. La fraction initiale de phase γ' obtenue dans l'AD730™ après 30 min de maintien (**Figure 5-24a**), étant encore assez élevée par rapport à la fraction d'équilibre d'environ 13%, pourraient contribuer à la différence dans leur comportement dynamique, ce qui mériterait des investigations supplémentaires.

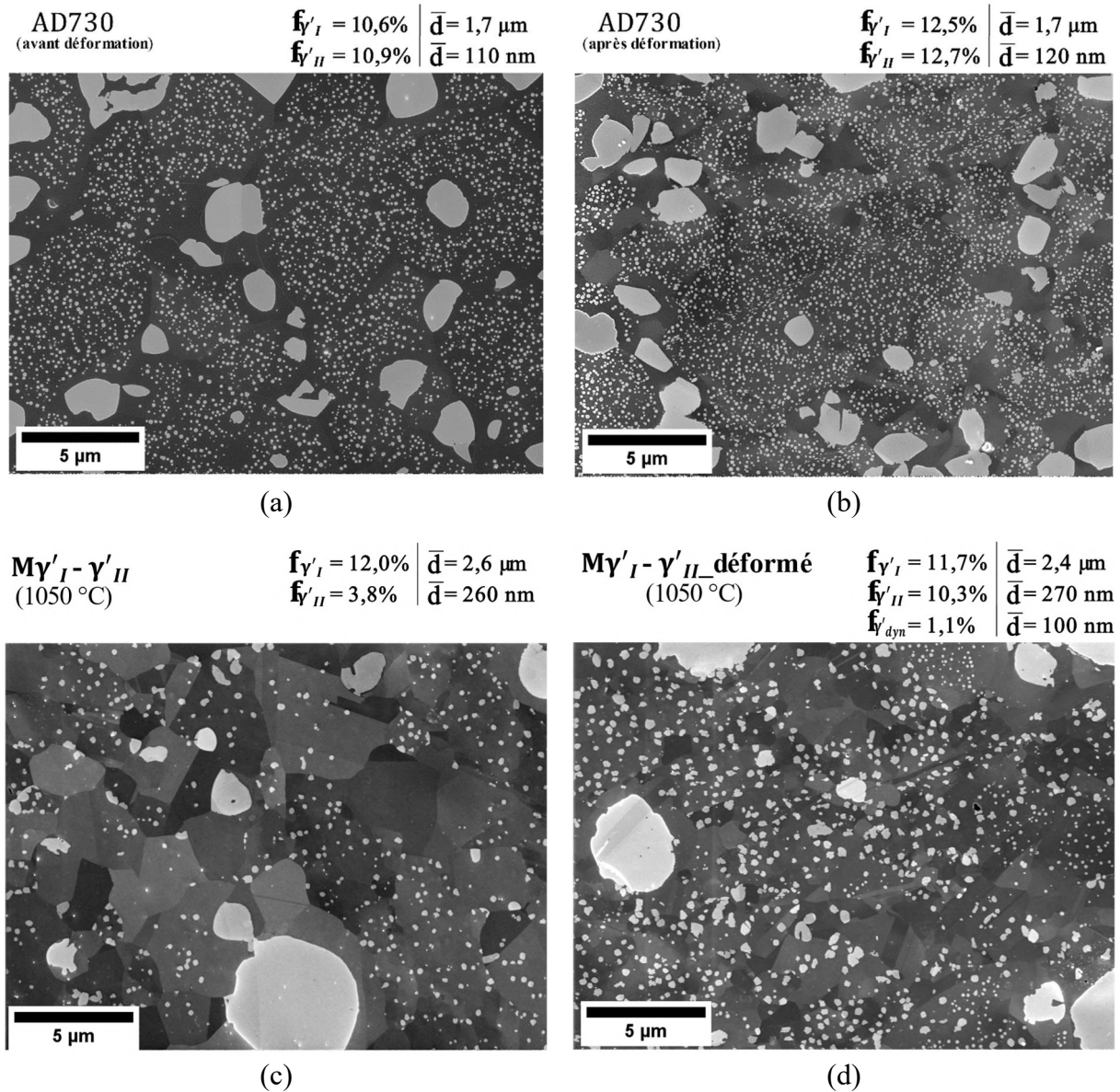


Figure 5-24 : Micrographies de l'alliage (a) AD730™ et (b) René 65 traités thermiquement à 1050 °C pendant 30 min et trempé à l'eau (parcours thermique de la Figure 5-1c). (b, d) échantillons traités thermiquement et puis comprimés à 10^{-2}s^{-1} et 0,7 de déformation équivalente macroscopique sur des échantillons cylindriques.

5.6.2 Précipitation dynamique dans l'alliage René 65 monogranulaire

La **Figure 5-25** montre les microstructures et la quantification de phase γ' à l'état de réception et après traitement thermique de 30 min à 1050 °C pour l'alliage René 65 monocristallin (SX). Une dissolution complète des précipités γ' les plus fins de la **Figure 5-25b** est observée après traitement thermique à 1050 °C pendant 30 min a été observé, suivie d'une légère augmentation de la fraction γ' secondaires (de 16,3% à 19,5%) sans changement significatif de la taille moyenne. La fraction totale de précipités γ' diminue après traitement thermique (**Figure 5-25b**), de 28,7% vers 19,5%, comme attendu. Par contre, la fraction de 19,5% juste avant déformation reste encore au-dessus de la fraction d'équilibre de 13% prévu par ThermoCalc à 1050 °C et donc hors équilibre thermodynamique.

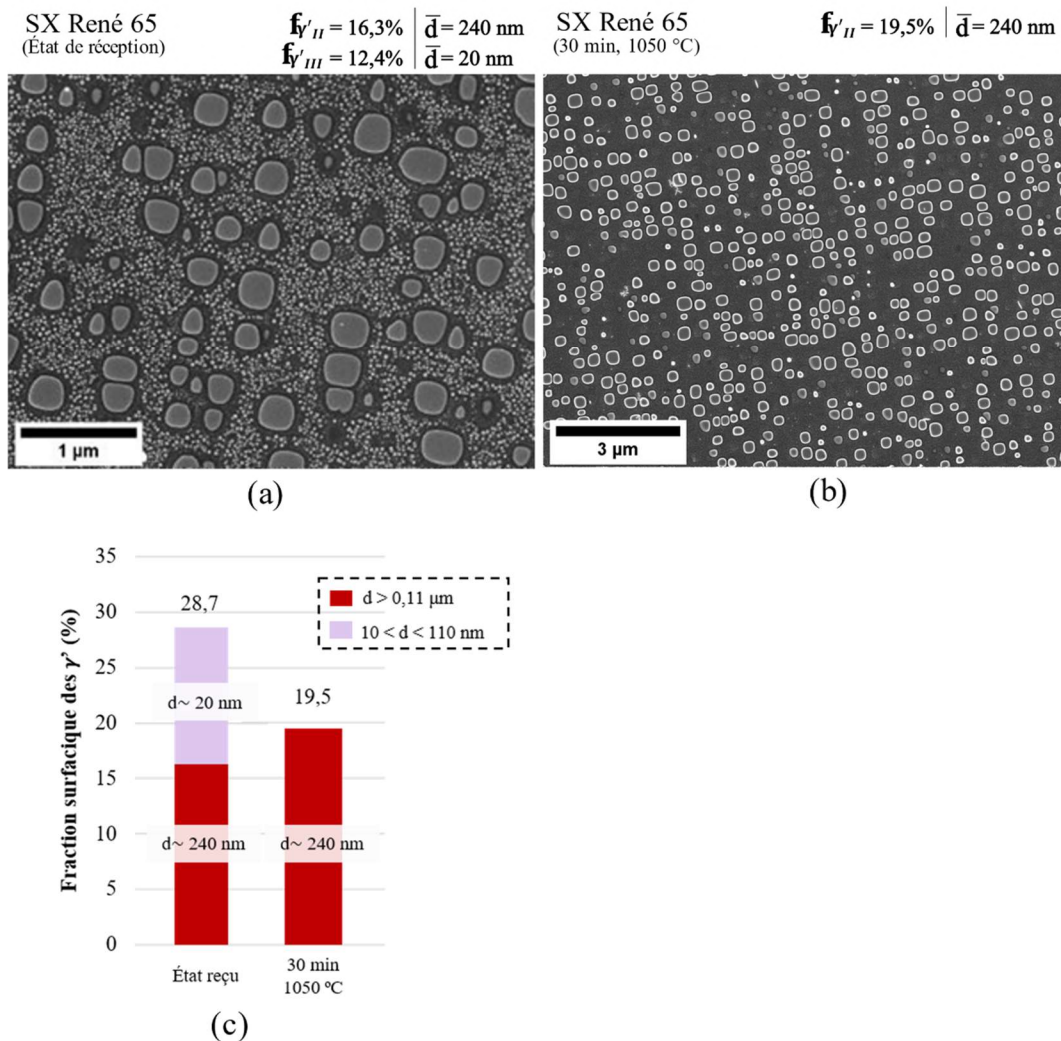


Figure 5-25 : Microstructures à (a) l'état de réception et (b) après le traitement thermique de 30 min à 1050 °C pour l'alliage René 65 monocristallin. (c) Fraction surfacique et taille moyenne des précipités γ' pour les deux configurations.

La **Figure 5-26** compare les microstructures juste avant déformation et juste après déformation pour l'alliage René 65 monocristallin et polycristallin, soumis à 30 min de mise en solution à 1050 °C (**Figure 5-26(a, c)**) puis déformés à 1050 °C | $10^{-2} s^{-1}$, selon le schéma de la **Figure 5-1c**. La fraction de phase γ' est toujours supérieure après déformation pour les deux matériaux. Une différence de 11,3% de fraction surfacique de la phase γ' a été mesuré avant/après déformation pour la microstructure monocristalline et de 7,3 % pour l'alliage René 65 polycristallin. Ces résultats mettent en évidence que la fraction volumique des précipités γ' formés lors de la déformation varie en fonction de la configuration de l'alliage (état de précipitation initial, taille de grains), et pas seulement en fonction de la composition chimique. Les résultats de la **Figure 5-26** confirment que le mécanisme de précipitation dynamique se produit également dans l'alliage René 65 monogranulaire. Les raisons pour une précipitation dynamique plus élevée pour l'alliage René 65 monogranulaire par rapport à la microstructure polycristalline ne sont pas encore éclaircies et méritent des investigations supplémentaires.

CHAPITRE 5 : ÉVOLUTIONS DES PRÉCIPITÉS γ'
EN RÉGIME DYNAMIQUE ET POST-DYNAMIQUE

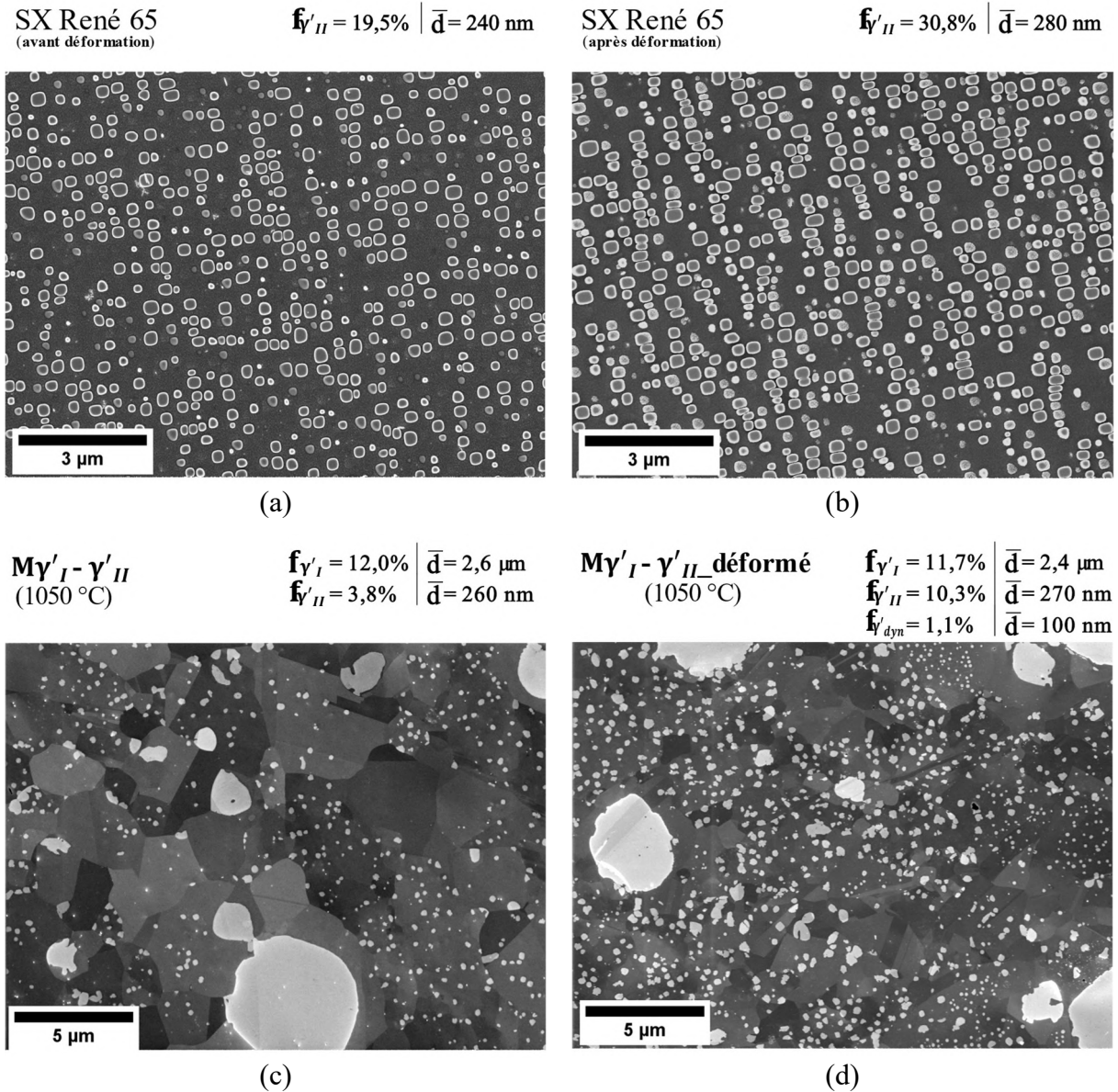


Figure 5-26 : Micrographies de l'alliage (a) René 65 monocristallin et (b) René 65 polycristallin traités thermiquement à 1050 °C pendant 30 min et trempé à l'eau (parcours thermique de la **Figure 5-1c**). (b, d) échantillons traités thermiquement et puis comprimés à 1050 °C | $10^{-2} s^{-1}$ et 0,7 de déformation équivalente macroscopique sur des échantillons cylindriques.

5.7 Résultats préliminaires : l'influence des précipités γ' dynamiques sur la contrainte d'écoulement

5.7.1 Comparaison des courbes contrainte-déformation pour l'alliage AD730TM et les alliages René 65 monocristallin et polycristallin

La **Figure 5-27** présente une comparaison des courbes contrainte vraie-déformation vraie pour les trois matériaux soumis aux mêmes conditions de déformation (chemin thermomécanique de la **Figure 5-1c**). Les différences de limite d'élasticité peuvent être expliquées par l'état de précipitation γ' ainsi que la taille de grains observés juste avant la compression (**Figure 5-24a** et **Figure 5-26 (a, c) et e**). Par exemple, la limite d'élasticité assez élevée pour le monocristal René 65 est principalement due à l'absence de joint de grains, qui supprime complètement la déformation par glissement aux joints de grains (caractère viscoplastique de l'alliage). De plus, la distribution monomodale γ' des précipités durcissants (environ 240 nm de diamètre) observée juste avant compression contribue également à une haute limite d'élasticité, car la totalité des précipités γ' sont utilisés pour bloquer les dislocations.

Pour les alliages polycristallins, la taille de grains assez fine (environ 10 μm) augmente les chances de glissement aux joints de grains et par conséquent diminue la résistance mécanique de l'alliage à haute température. En plus de l'effet taille de grains, une partie de la fraction surfacique γ' est représentée par des précipités γ' primaires qui agissent essentiellement en bloquant les joints de grains, soit 12 % pour l'alliage polycristallin René 65 et 10,6 % pour l'alliage AD730TM. Une autre explication du comportement mécanique supérieur de l'alliage monocristallin René 65 consiste en la fraction surfacique de précipités γ' plus élevée observée immédiatement après la déformation (30,8 %) par rapport aux alliages polycristallins René 65 (23 %) et AD730TM (28,6 %). Si l'on considère que la fraction de précipités s'est formée au début de la compression, l'augmentation du nombre de précipités dynamiques va gêner le mouvement de dislocations et augmenter la limite d'élasticité. Il devient clair à quel point le comportement mécanique de ces alliages est dépendant de la microstructure présente juste avant la déformation (taille de grains, l'état de précipitation).

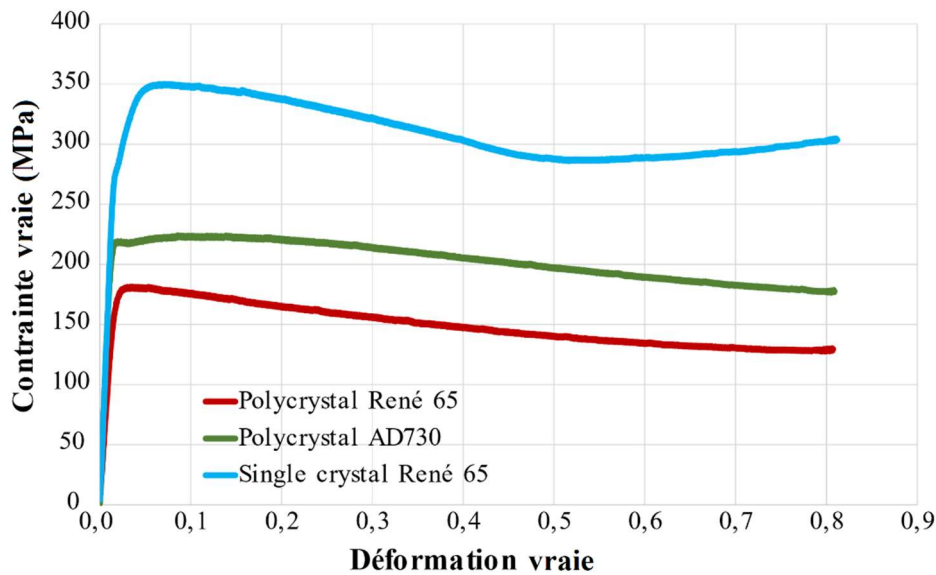


Figure 5-27 : Courbes de contrainte vraie-déformation vraie pour les alliages René 65 polycristallin (courbe rouge), AD730 polycristallin (courbe verte) et le monocristal René 65 (courbe bleue). Échantillons traités thermiquement (1050 °C pendant 30 min) et puis comprimés à 1050 °C | $10^{-2}s^{-1}$ et 0,7 de déformation équivalente macroscopique sur des échantillons cylindriques.

5.7.2 Influence de l'état de précipitation γ' dans l'alliage René 65 polycristallin

La **Figure 5-28** montre les courbes force-déplacement et contrainte-déformation pour les essais de compression avec des échantillons biconiques et cylindriques, respectivement. Les réponses mécaniques sont clairement différentes entre les courbes orange, verte et noire de la **Figure 5-28a**, dès le début des essais. Une taille de grains d'environ 200 μm pour l'échantillon $M\gamma'_{II}$ (courbe orange) contre 10 μm pour les microstructures $M\gamma'_I$ et $M\gamma'_I-\gamma'_{II}$ (courbes verte et noire) a été estimée, ce qui a un impact sur la contrainte d'écoulement. Le comportement viscoplastique des superalliages de Ni rend le mécanisme de résistance au fluage prédominant à haute température (donc en particulier à 1050 °C). Ainsi, une limite d'élasticité plus élevée est attendue pour une microstructure à gros grains, car elle aura moins de possibilités de se déformer par glissement des joints de grains (c'est-à-dire par un processus de fluage contrôlé par diffusion aux joints de grains). Avant la compression, la fraction surfacique totale des précipités γ' dans les trois microstructures était similaire (**Figure 5-8**), ce qui suggère que la fraction surfacique globale de la phase γ' n'est pas la raison des différences de comportement mécanique présentées dans la **Figure 5-28**. Il est plus probable que cela soit lié, à part la taille de grains, à la taille et à la cohérence des précipités.

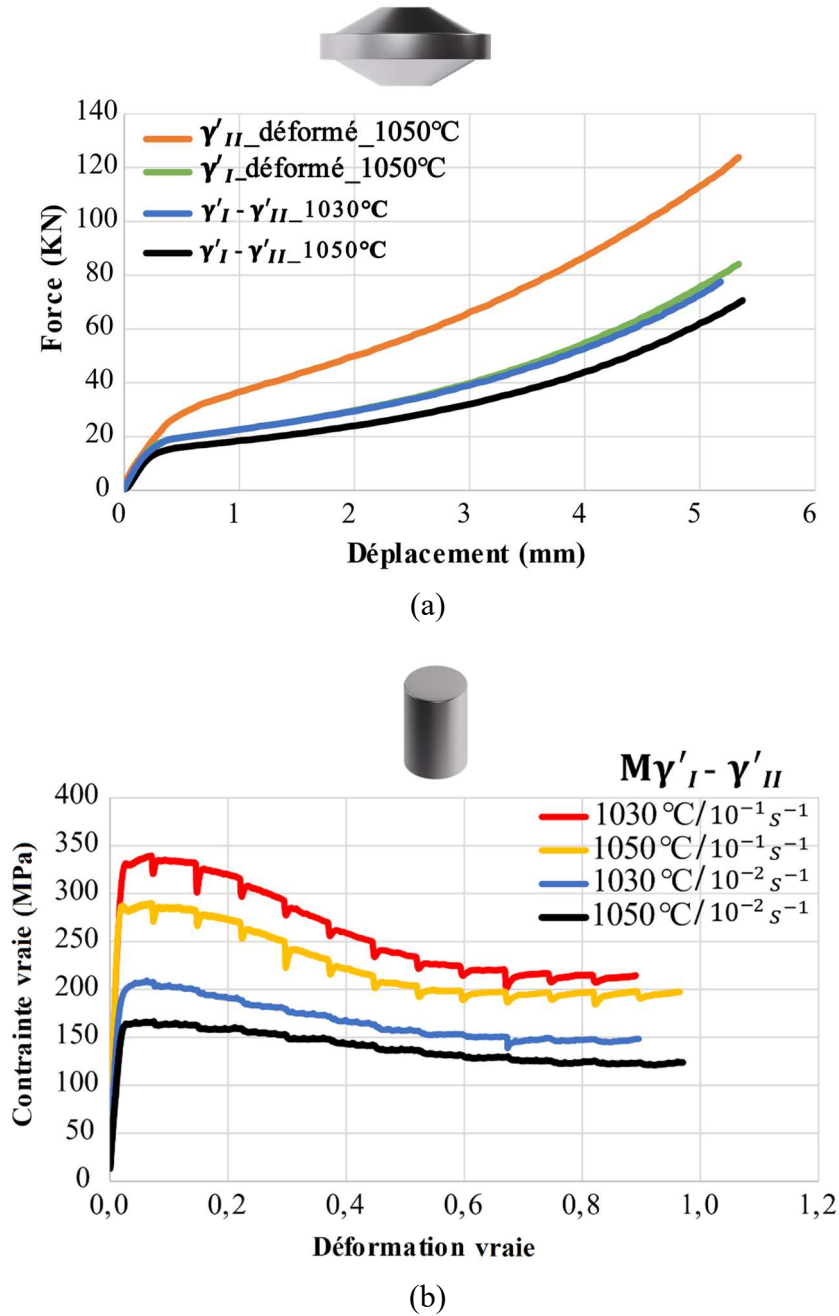


Figure 5-28 : (a) Courbes force-déplacement des essais de compression à chaud tous réalisés à 10^{-2} s^{-1} de "vitesse de déformation macroscopique nominale" sur des pions biconiques avec les microstructures $M\gamma'_{II}$, $M\gamma'_{I}$ ou $M\gamma'_{I}-\gamma'_{II}$. (b) Courbes de contrainte vraie-déformation vraie des essais de compression à chaud des échantillons $M\gamma'_{I}-\gamma'_{II}$ (parcours thermique de la Figure 5-1c) réalisée sur des pions cylindriques, à 1050 °C et 1030 °C et à une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} .

La courbe orange par exemple, dont la microstructure présentait une distribution monomodale γ'_{II} avant déformation ($M\gamma'_{II}$), montre une réponse mécanique près de 50% plus élevée par rapport aux courbes verte et noire (microstructures $M\gamma'_{I}$ et $M\gamma'_{I}-\gamma'_{II}$

respectivement). Ces résultats montrent de nouveau (voir section 5.7.1) l'effet combiné de la taille de grains et de l'état de précipitation γ' sur la réponse mécanique et que cet effet peut être assez significatif. Il est à noter que la réponse mécanique des courbes verte ($M\gamma'_I$) et bleue ($M\gamma'_{I-\gamma'_{II}}$) de la **Figure 5-28a** sont pratiquement identiques, bien qu'elles aient des distributions différentes de la phase γ' et qu'elles ne correspondent pas à la même température (l'échantillon de la courbe verte a été déformé à 1050 °C et celui de la courbe bleue à 1030 °C). En termes d'état de précipitation, l'échantillon $M\gamma'_{I-\gamma'_{II}}$ traité thermiquement à 1030 °C (courbe bleue dans la **Figure 5-28a**) possède 11,7% de précipités γ' primaires et 8,3% de précipités γ' secondaires avant déformation (**Figure 5-6a**), tandis que l'échantillon $M\gamma'_I$ traité thermiquement à 1050 °C (courbe verte dans la **Figure 5-28a**) a environ 13,7% de γ'_I avant déformation (**Figure 5-5c**). Une contrainte d'écoulement plus élevée était attendue pour l'échantillon $M\gamma'_{I-\gamma'_{II}}$ que $M\gamma'_I$ car il contient une fraction γ'_{II} durcissantes en plus d'être traitée à plus basse température, ce qui n'est pas été observé. Ceci reste à expliquer.

A noter que la forme des courbes de contrainte vraie-déformation vraie change en fonction de la vitesse de déformation appliquée (**Figure 5-28b**). L'écoulement dentelé observé dans les courbes de la **Figure 5-28b** n'est pas représentatif du comportement intrinsèque du matériau mais est lié au mode de contrôle de la machine de compression, et plus précisément aux changements de la vitesse de déplacement de l'outil pour obtenir une vitesse de déformation proche de constante. Pour une même température, plus la vitesse de déformation est élevée, plus la contrainte d'écoulement est élevée, comme attendu. L'augmentation de la contrainte d'écoulement entre les vitesses de déformation de 10^{-2} et 10^{-1} s^{-1} est de l'ordre de 120-130 MPa aux deux températures. Pour une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1} , une augmentation considérable de la contrainte d'écoulement (d'environ 70 %) est donc observée par rapport à 10^{-2} s^{-1} et elle est suivie d'un adoucissement très marqué. L'influence de la température sur la contrainte d'écoulement peut être évaluée en comparant les essais réalisés à 1050 °C et à 1030 °C. Pour une même vitesse de déformation, la contrainte d'écoulement est plus élevée à la température la plus basse (valeurs de force dans la **Figure 5-28a** et de contrainte d'écoulement dans la **Figure 5-28b**), comme attendu également. L'augmentation de température de 20 °C entre 1030 °C et 1050 °C entraîne une différence d'environ 50 MPa sur la contrainte d'écoulement, soit environ 20 %. Il a été montré dans la section 5.3.1 qu'une plus grande quantité de précipités γ'_{II} était présente avant la déformation à 1030 °C qu'à 1050 °C (**Figure 5-6a**

et **Figure 5-6c**), ce qui pourrait contribuer à l'augmentation de la contrainte d'écoulement en plus de l'effet de la température elle-même. En comparant les différences relatives entre les limites d'élasticité (ou charges) dans les conditions appliquées, on peut retenir que la vitesse de déformation a l'impact le plus important sur la réponse mécanique (+70% dans la contrainte d'écoulement entre 10^{-1} et 10^{-2} s^{-1}), suivie par l'action conjointe de la taille de grains et de l'état de précipitation (+50% entre $M\gamma'_{II}$ et $M\gamma'_{I}$ déformé à 1050 °C) puis la température (+20% entre 1030 °C et 1050 °C).

Des essais de traction ont été réalisés en complément des essais de compression, à des vitesses de déformation de 10^{-3} s^{-1} à 10^{-1} s^{-1} . Les courbes contrainte vraie-déformation vraie obtenues sont présentées sur la **Figure 5-29**. Une seule éprouvette a rompu parmi les tests réalisés, lors d'une déformation à $3 \cdot 10^{-2}$ s^{-1} en traction (courbe verte de la **Figure 5-29**). Un temps de maintien de 20 min pour les essais de traction contre 25 min pour les essais de compression a été imposé, une fois que la température des fours atteint 1050 °C. Une trempe à l'eau a été réalisée juste à la fin des essais de compression, en revanche les éprouvettes de traction ont subi un refroidissement lent (20 °C/min) après essai. Les états de précipitation γ' ne seront donc pas comparés entre les éprouvettes de traction et compression dans cette section (du fait des modes de refroidissement après déformation qui sont différents).

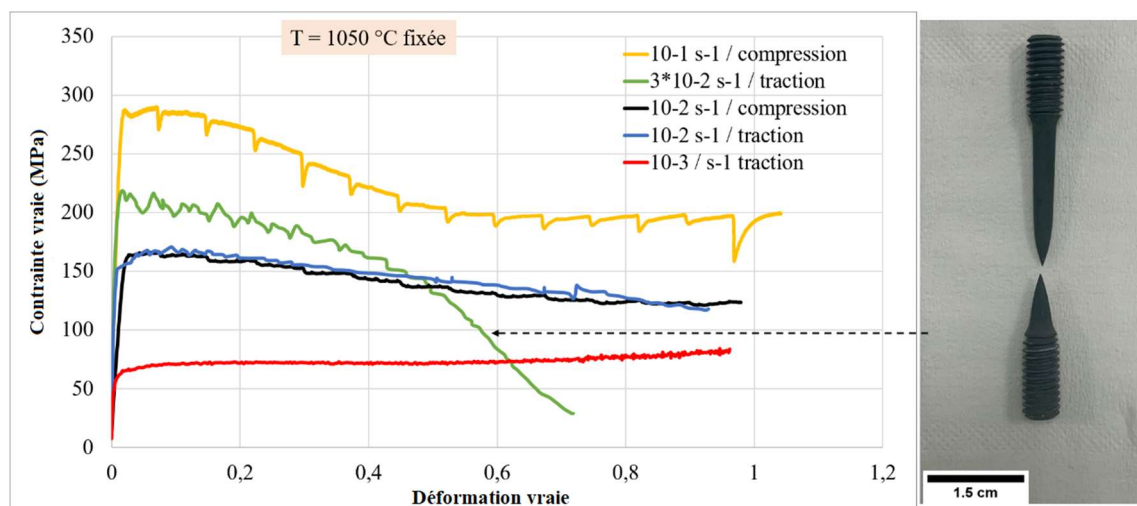


Figure 5-29 : Courbes contrainte vraie-déformation vraie des essais de traction et de compression à 1050 °C, et à différentes vitesses de déformation de 10^{-3} s^{-1} à 10^{-1} s^{-1} .

La courbe bleue et la courbe noire correspondent aux mêmes conditions nominales appliquées en traction ou en compression et montrent un excellent accord, ce qui valide d'une part la mise en œuvre des essais de compression réalisés au Cemef et de traction réalisés à l'Institut Pprime et d'autre part le fait que le comportement de l'alliage pourra être discuté en se basant sur l'ensemble des résultats, indépendamment du mode de déformation.

Plus la vitesse de déformation augmente, plus la contrainte d'écoulement est élevée. L'adoucissement des courbes est plus prononcé à plus haute vitesse de déformation. A $10^{-3}s^{-1}$, la contrainte est relativement constante jusqu'à $\varepsilon = 0,6$, puis augmente légèrement. Une différence assez importante (100 MPa) sur la contrainte d'écoulement est constatée en comparant les courbes à $10^{-3}s^{-1}$ et $10^{-2}s^{-1}$ (courbe rouge contre les courbes bleue et noire). L'effet de la vitesse de déformation est plus prononcé aux plus hautes vitesses (l'ordre de 60 MPa entre les courbes à $10^{-2}s^{-1}$ et $3 \cdot 10^{-2}s^{-1}$ et 120-130 MPa entre les courbes à $10^{-2}s^{-1}$ et $10^{-1}s^{-1}$).

Contrairement aux essais de compression, les instabilités observées sur des courbes de traction à $10^{-2}s^{-1}$ (courbe bleue) et $3 \cdot 10^{-2}s^{-1}$ (courbe verte), peuvent être associés au comportement de l'alliage. Il semblerait qu'un effet Portevin-Le Chatelier [181,182] apparaisse à des vitesses de déformation de l'ordre de $10^{-2}s^{-1}$. Ce phénomène est associé à une déformation hétérogène et à la propagation de bandes de déformation, il a également été observé dans d'autres superalliages de nickel [183–185]. De plus, le caractère viscoplastique de l'alliage René 65 apparaît de manière évidente lorsqu'on observe la morphologie de l'éprouvette rompue à $3 \cdot 10^{-2}s^{-1}$ (image à droite de la **Figure 5-29**).

Malgré les résultats analysés et discutés dans ce chapitre, le mécanisme de la précipitation dynamique est encore loin d'être entièrement compris. La relation entre une forme typique des courbes de contrainte-déformation, caractérisée par un pic de contrainte à des valeurs de déformation très faibles, un fort adoucissement de l'écoulement suivi par un régime permanent, avec une précipitation γ' concomitante pendant le forgeage n'est toujours claire. Outre les éventuels effets d'auto-échauffement à des vitesses de déformation élevées, l'explication la plus courante de l'adoucissement est associée aux mécanismes de restauration et de recristallisation dynamiques [147–149].

Cependant, des travaux récents ont identifié la transformation dynamique comme un mécanisme d'adoucissement possible [186,187]. Guo et al. [123] recensent plusieurs évolutions dynamiques conduisant à un adoucissement dans les matériaux métalliques, parmi lesquelles la restauration dynamique [136,137], le chauffage adiabatique [138,139], la transformation dynamique [140–142], le grossissement dynamique de précipités [109] et l'évolution de la texture [144–146]. Dans le cas des superalliages γ - γ' à base de Ni, la formation dynamique de fins précipités durcissants devrait conduire à une augmentation de la contrainte d'écoulement. Le comportement inverse, un adoucissement assez fort, est observé, ce qui reste à expliquer. Des recherches supplémentaires devraient donc être menées pour comprendre cet adoucissement assez prononcé observé dans les courbes contrainte-déformation de ces alliages et l'effet de la précipitation dynamique sur la contrainte d'écoulement.

5.8 Conclusions et perspectives

L'évolution de la phase γ' pendant la déformation à chaud du superalliage à base nickel René 65 a été étudiée au moyen d'essais de compression et de traction à chaud ainsi que de fluage, à des températures de 1050 °C et/ou 1030 °C et à des vitesses de déformation entre $10^{-3} s^{-1}$ à $10^{-1} s^{-1}$ et avec différents états initiaux de précipitation ajustés par différents chemins thermiques avant déformation. Les principaux points à retenir de ce travail sont les suivants :

- La fraction surfacique totale des précipités γ' mesurée après déformation est systématiquement supérieure à la fraction avant déformation, ce qui suggère que l'alliage René 65 est soumis à une précipitation dynamique. Le phénomène n'est pas une spécificité de ce seul alliage, puisque des essais supplémentaires ont été conduits pour montrer son occurrence dans un autre superalliage γ - γ' à base de nickel, à savoir l'alliage AD730™. Il a également été observé dans une version monocristalline de l'alliage René 65.
- Selon l'état de précipitation initial, la précipitation dynamique se traduit, dans les conditions étudiées, par la croissance des précipités secondaires préexistants et par la germination de deux populations supplémentaires de précipités, appelées

γ'_{II_dyn} et γ'_{fin_dyn} . En raison de la taille et de la quantité de ces précipités, il est très peu probable qu'ils aient pu se former pendant la trempe après déformation.

- Aucune évolution évidente n'a été observée concernant les précipités γ' primaires pendant la déformation.
- La précipitation dynamique semble être favorisée par des températures plus élevées et des vitesses de déformation plus faibles. Elle progresse au cours de la déformation mais ensuite une saturation de la fraction de phase γ' est observée au-delà d'un certain seuil de déformation (d'environ 1,0 dans les conditions investiguées), très probablement en raison de la progression de la recristallisation dynamique. La fraction recristallisée en revanche, semble être inhibée à des températures plus élevées et des vitesses de déformation plus lentes, ce qui pourrait indiquer que les précipités dynamiques inhibent la recristallisation dynamique. Cela reste une hypothèse et mérite des études supplémentaires.
- Un temps de maintien après déformation de 10 min est suffisant pour dissoudre complètement la population de précipités γ'_{fin_dyn} (taille d'environ 80 nm) formés dynamiquement à 1050 °C. Après déformation à chaud, la microstructure initialement exempte de précipités γ'_{II} présente une diminution de la fraction de phase γ' après 30 min de maintien, se rapprochant de la fraction d'équilibre. En revanche, dans la microstructure libre de γ'_I , les γ'_{II} formés (ou qui ont évolué) dynamiquement ont une fraction surfacique stable même après 60 min de traitement thermique. Il semblerait que ces derniers puissent même subsister après l'étape de mise en solution, comme cela sera présenté dans le chapitre 6.
- Des essais de fluage ont été réalisés afin de mettre en évidence l'influence de la contrainte et de la déformation sur la précipitation dynamique. Les résultats suggèrent que la contrainte elle-même a une influence sur l'évolution dynamique de la phase γ' , en plus de celle de la déformation (via la densité de dislocations stockée) qui favorise la germination de précipités fins supplémentaires et accélère la croissance des précipités, par diffusion accélérée le long des dislocations. En plus d'un tel effet cinétique, la déformation et la contrainte sont également susceptibles de contribuer à la force motrice thermodynamique de la précipitation dynamique. Cette dernière peut être rationalisée en considérant les contributions de l'énergie élastique et plastique à l'énergie de Gibbs de chacune des deux phases,

et un décalage résultant de l'équilibre des phases dans des conditions dynamiques par rapport à des conditions statiques et sans dislocations.

- La taille de grains ainsi que l'état de précipitation initial ont une influence assez importante sur la contrainte d'écoulement de l'alliage : jusqu'à 50% de variation de charge entre les pions biconiques testés dans les mêmes conditions, la réponse mécanique la plus élevée étant pour l'état initial avec une taille de grains grossière et distribution monomodale de précipités γ' secondaires. Cependant, les courbes de contrainte vraie-déformation vraie présentent un fort adoucissement, en opposition avec le durcissement auquel on aurait pu s'attendre du fait de l'apparition de précipités fins supplémentaires par précipitation dynamique. Des travaux dédiés devront être menés pour comprendre ce comportement.

Chapitre 6

6 Évolution des précipités γ' au cours de la mise en solution

Ce chapitre vise à étudier l'évolution de la phase γ' pendant le traitement de mise en solution, qui constitue l'une des dernières étapes de contrôle microstructural dans la gamme de fabrication des disques. L'influence de l'étape de déformation qui précède sur l'évolution au cours de la mise en solution est également étudiée.

6.1 Précipités γ' qui contrôlent la taille de grains durant le traitement de mise en solution (MES)

6.1.1 Plan d'expériences

Deux plans d'expériences (**Figure 6-1**) ont été conçus pour comprendre l'impact de l'histoire thermomécanique et plus précisément des évolutions de la phase γ' au cours de la mise en forme sur la microstructure obtenue après le traitement de mise en solution. Le premier schéma (**Figure 6-1a**) présente un traitement thermique isotherme sub-solvus de 25 min à 1030 °C ou 1050 °C, suivi d'une étape de compression à chaud à $10^{-2} s^{-1}$ ou $10^{-1} s^{-1}$ et 0,7 de "déformation équivalente macroscopique" (voir section 5.2) sur des pions de géométrie biconique. La compression à chaud a été suivie soit d'une trempe à l'eau soit d'un refroidissement lent à 5 °C/min jusqu'à 300 °C. Les échantillons refroidis lentement, étant plus proches d'un matériau traité industriellement qui ne peut pas être trempé, ont été soumis à un traitement thermique de mise en solution partielle pendant une heure à 1065 °C, suivi d'un refroidissement contrôlé d'environ 200 °C/min. Les échantillons trempés à l'eau ont permis de vérifier l'état microstructural intermédiaire juste après la déformation. Le deuxième schéma (**Figure 6-1b**) reproduit le même schéma décrit ci-dessus, mais uniquement pour la température de 1030 °C et sans l'étape de déformation à chaud. Une analyse microstructurale et la quantification de toutes les populations de précipités γ' ont été effectuées pour chaque étape thermomécanique (représentée par des carrés en couleurs différentes sur la **Figure 6-1**).

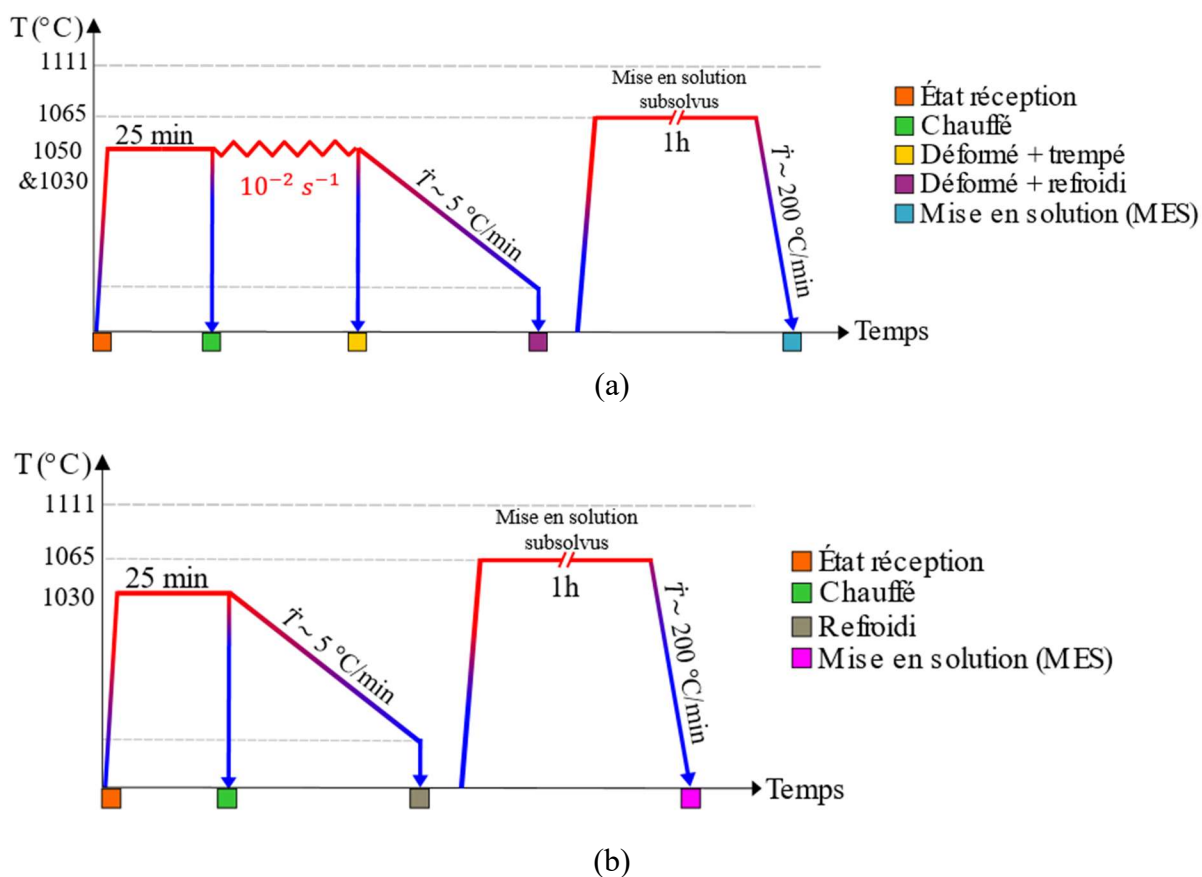


Figure 6-1 : Plan d'expériences visant à analyser l'impact de la fraction surfacique et de la taille moyenne des précipités γ' primaires sur la taille de grains γ au cours de la mise en solution. a) Plan d'expériences avec déformation à 1030 $^{\circ}\text{C}$ ou 1050 $^{\circ}\text{C}$ et à 10^{-2} s^{-1} ou 10^{-1} s^{-1} . b) Plan d'expériences sans déformation pour le chemin de 1030 $^{\circ}\text{C}$.

6.1.2 Microstructures après mise en solution

La **Figure 6-2** montre les micrographies obtenues après mise en solution pour les échantillons qui ont été soumis au chemin thermomécanique de la **Figure 6-1a**, déformés à 1030 $^{\circ}\text{C}$ ou 1050 $^{\circ}\text{C}$ à des vitesses de déformation de 10^{-2} s^{-1} ou 10^{-1} s^{-1} . Une distribution bimodale des précipités γ' est observée sur toutes les microstructures, le caractère bimodal étant plus évident pour les pions déformés à 10^{-2} s^{-1} (**Figure 6-2(a, b)**). La distribution est en effet constituée d'une population de précipités primaires γ' classique, dont la taille est comprise entre 2 - 5 μm , et une deuxième population dont la taille (comprise entre 700 nm et 2 μm) est à la fois plus petite que les précipités primaires γ'_{I} et plus grande que les secondaires γ'_{II} . Le contraste cristallographique de la matrice plus fort sur les micrographies des échantillons déformés à 10^{-1} s^{-1} (**Figure 6-2(c, d)**) rend difficile la segmentation des phases γ et γ' sur ces images, mais de manière

qualitative on constate une quantité moins importante de précipités γ' de plus petite taille que sur les micrographies de la **Figure 6-2(a, b)**. Ceci indique un possible effet de la vitesse de déformation des étapes antérieures sur la quantité de ces précipités retenus après mise en solution.

Des cartographies ont été réalisées par couplage EDS-EBSD sur les échantillons après mise en solution (carré bleu de la **Figure 6-1a**) dans les régions qui correspondent à des déformations locales de 1,0, 0,7 et 0,2 (voir section 5.2). La fraction surfacique de phase γ' $f_{\gamma'}$ et la taille moyenne de précipités \bar{d} ainsi que la taille moyenne des grains \bar{D} et la fraction recristallisée f_{REX} calculées à partir de ces cartographies sont indiquées dans le **Tableau 6-1**. Ces valeurs ont permis d'évaluer l'impact de la présence des précipités γ' primaires sur la taille de grains après la mise en solution. Des résultats d'analyse quantitative avec une meilleure précision et une meilleure qualité statistique concernant les précipités γ' seront fournis dans la section 6.1.3.

CHAPITRE 6 : ÉVOLUTION DES PRÉCIPITÉS γ'
AU COURS DE LA MISE EN SOLUTION

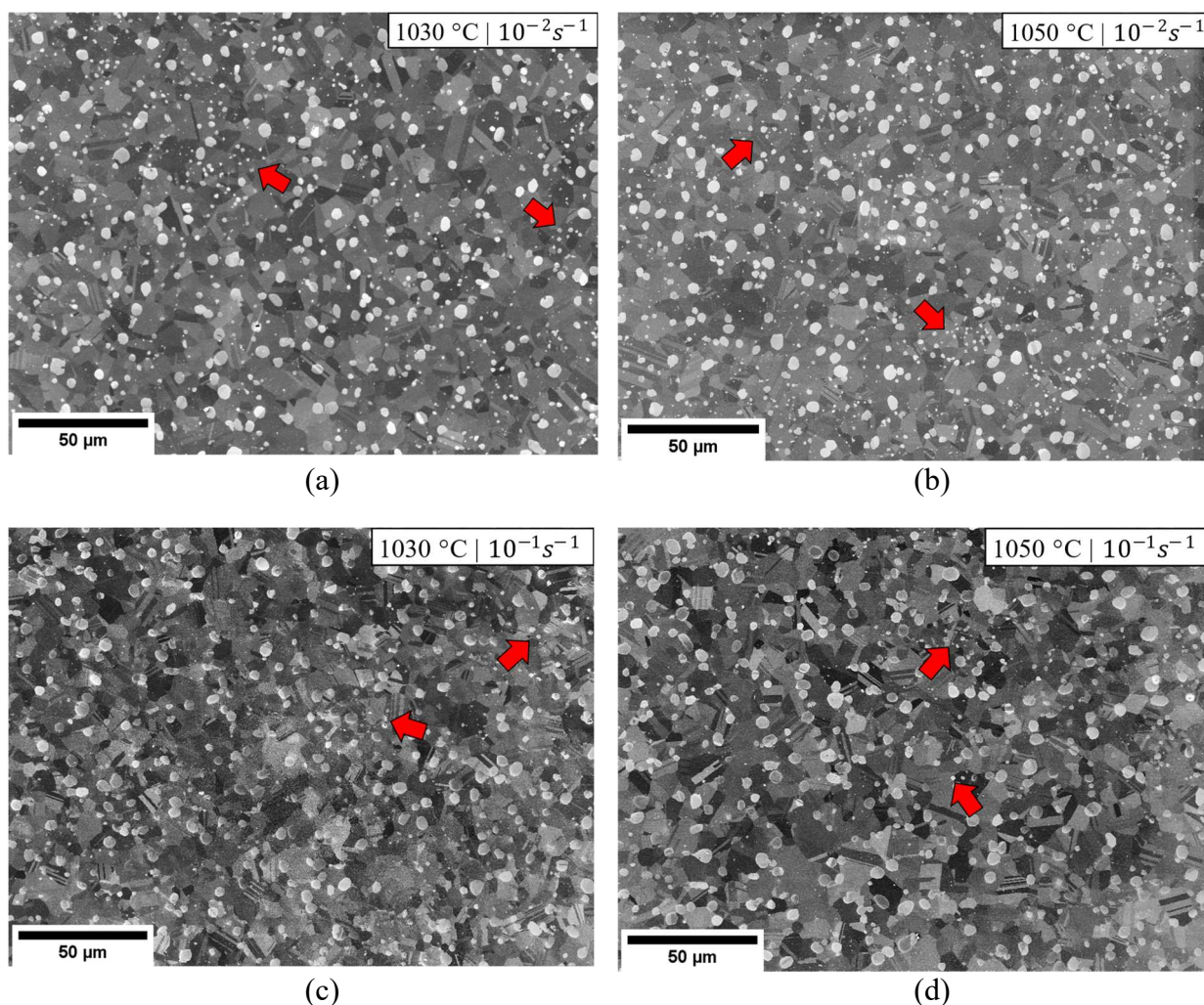


Figure 6-2 : Micrographies après la mise en solution, des échantillons qui ont été déformés à (a) 1030 °C | $10^{-2}s^{-1}$; (b) 1050 °C | $10^{-2}s^{-1}$; (c) 1030 °C | $10^{-1}s^{-1}$; (d) 1050 °C | $10^{-1}s^{-1}$, observés tous dans une zone dont le niveau de déformation locale est de 1,0.

Tableau 6-1 : Fraction surfacique $f_{\gamma'}$, taille moyenne des précipités primaires \bar{d} (μm) et des grains de la matrice \bar{D} (μm) calculés à partir des données EDS-EBSD pour trois zones des pions biconiques correspondant à des niveaux de déformation locale différents et pour les quatre conditions de compression à chaud appliquées (Figure 6-1a).

Niveau de déformation locale	T = 1030 °C				T = 1050 °C			
	$f_{\gamma'}(\%)$	$\bar{d}(\mu m)$	$\bar{D}(\mu m)$	f REX (%)	$f_{\gamma'}(\%)$	$\bar{d}(\mu m)$	$\bar{D}(\mu m)$	f REX (%)
1,0	8,7	3,1	8,6	98	12,1	3,9	9,0	96
0,7	9,2	3,1	8,1	96	13,7	3,9	8,8	97
0,2	7,9	2,8	9,2	96	10,2	3,5	8,6	90

Niveau de déformation locale	T = 1030 °C				T = 1050 °C			
	$f_{\gamma'}(\%)$	$\bar{d}(\mu m)$	$\bar{D}(\mu m)$	f REX (%)	$f_{\gamma'}(\%)$	$\bar{d}(\mu m)$	$\bar{D}(\mu m)$	f REX (%)
1,0	8,5	3,3	7,7	97	12,3	3,7	9,6	97
0,7	8,3	3,2	8,5	97	11,1	3,7	9,3	97
0,2	8,1	3,3	7,6	92	9,1	3,5	10,7	96

Les résultats du **Tableau 6-1** montrent que les échantillons déformés à 1030 °C ont majoritairement, après la mise en solution, une taille moyenne \bar{d} et une fraction surfacique de précipités $f_{\gamma'}$ qui sont inférieures à celles mesurées dans les échantillons déformés à 1050 °C. Pour les tailles de grains \bar{D} , cette même tendance est observée pour les échantillons déformés à $10^{-1}s^{-1}$ mais pas à $10^{-2}s^{-1}$. En particulier, la fraction surfacique de précipités après mise en solution pour les échantillons qui ont été déformés à 1030 °C est toujours inférieure à la fraction de ceux déformés à 1050 °C. En comparant les fractions obtenues avec la valeur à l'équilibre estimée à 8,6% par ThermoCalc à la température de mise en solution (1065 °C), les fractions les plus proches sont celles des échantillons préalablement déformés à 1030 °C. Les échantillons déformés à 1050 °C présentent après mise en solution une fraction supérieure de plusieurs % par rapport à cette valeur d'équilibre estimée par ThermoCalc, ce qui suggère que soit la fraction d'équilibre est sous-estimée, soit la durée du traitement de mise en solution (1h) n'était pas suffisante pour atteindre l'équilibre.

Il est à noter que les valeurs de tailles de précipités déterminées via le couplage EDS-EBSD (**Tableau 6-1**) sont surestimées, liée à la résolution spatiale limitée de la technique EDS (voir section 3.4.3). Les microstructures sont recristallisées à presque à 100% après mise en solution pour toutes les conditions, la fraction recristallisée étant néanmoins légèrement inférieure pour les régions où le niveau de déformation était faible lors de l'étape de compression (90% à 1050 °C | $10^{-2}s^{-1}$ | 0,2 par exemple).

En termes de grains γ , les valeurs de taille moyenne sont toujours entre 8-10 μm , pour toutes les conditions, indépendamment de la température, du niveau et de la vitesse de déformation. En termes de précipités γ' primaires, des petites variations de taille moyenne sont observés mais qui restent toujours entre 3 et 4 μm , sauf l'échantillon déformé à 1030 °C | $10^{-2}s^{-1}$ | 0,2 de déformation locale, qui a présenté une taille de 2,8 μm , ce qui reste très proche de 3 μm . De plus, une valeur de fraction surfacique distincte des autres a été observée ($f_{\gamma'} = 13,7\%$) pour l'échantillon déformé à 1050 °C | $10^{-2}s^{-1}$ | 0,7 de déformation locale. Visuellement, ces deux cartographies présentaient des distributions de taille de précipités les plus distinctes que les autres. Pour comprendre d'où vient cette variation, la **Figure 6-3** compare les microstructures où ont été mesurées la plus grande fraction surfacique (**Figure 6-3b**, 1050 °C | $10^{-2}s^{-1}$ | 0,7 de déformation locale) et la plus petite taille moyenne de précipités (**Figure 6-3a**, 1030 °C | $10^{-2}s^{-1}$ | 0,2 de

déformation locale) du **Tableau 6-1**, en montrant également les distributions de taille de précipités et des grains. Des différences notables sont observables sur les distributions de tailles de précipités, avec une distribution monomodale sur la **Figure 6-3(b, d)** tandis qu'une distribution bimodale est illustrée sur la **Figure 6-3(a, c)**. La distribution bimodale est caractérisée par la présence d'une population de 1-2 μm de diamètre et d'une population de précipités de 3-5 μm , alors que la distribution monomodale présente majoritairement de précipités γ'_I de 3-5 μm . Il est à noter que la taille des grains est localement plus petite dans les régions avec une concentration de précipités γ' de 1-2 μm . Ceci se traduit sur la distribution de la taille des grains qui plus large dans la microstructure avec une distribution bimodale des précipités (**Figure 6-3c**), et qui présente une fréquence plus élevée pour les tailles de grains plus fines et également pour les grains plus gros.

CHAPITRE 6 : ÉVOLUTION DES PRÉCIPITÉS γ'
AU COURS DE LA MISE EN SOLUTION

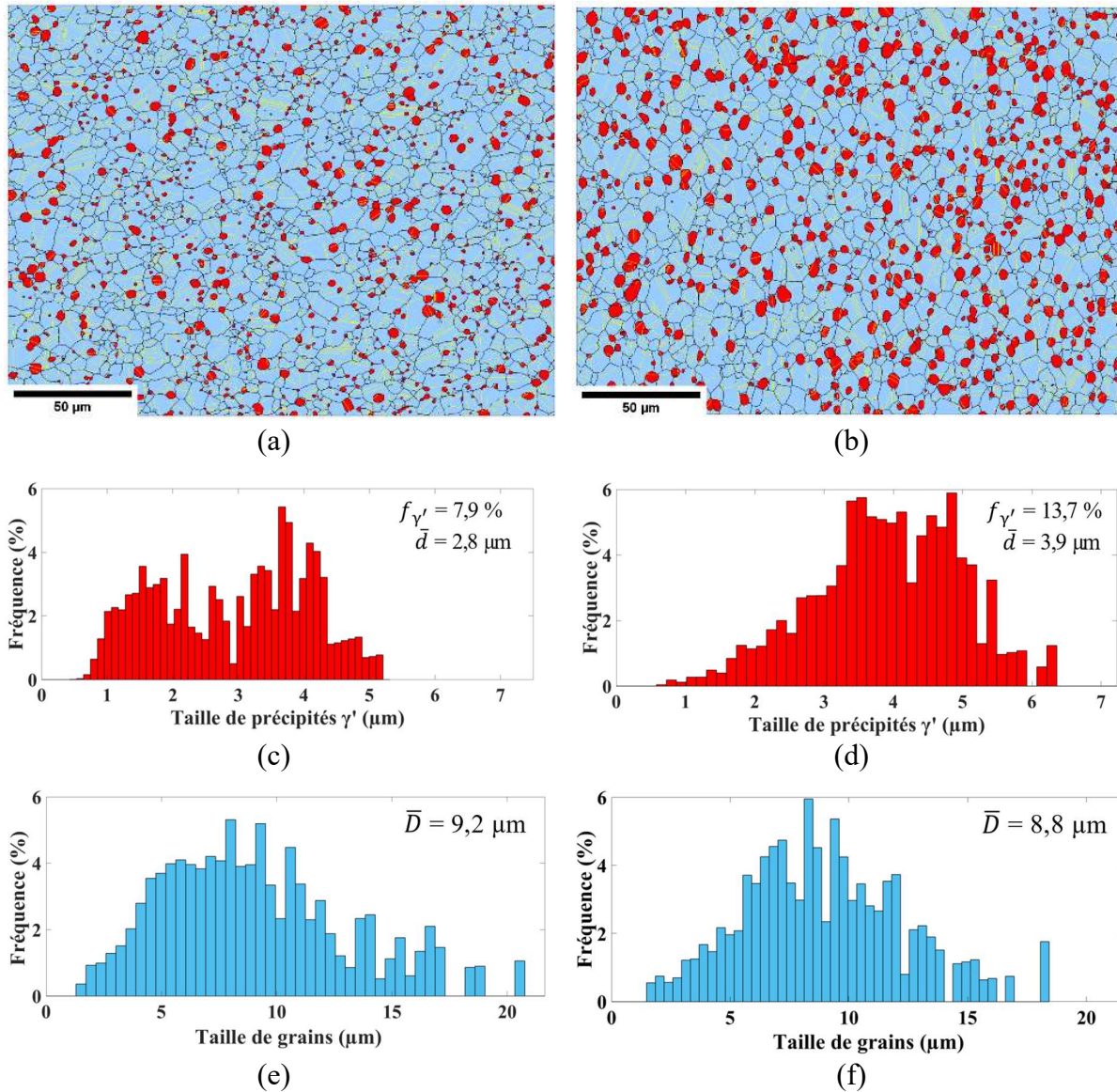


Figure 6-3 : Cartographies MEB-EBSD après mise en solution d'échantillons préalablement déformés à (a) $1030\ \text{°C} \mid 10^{-2}\text{s}^{-1} \mid 0,2$ de déformation locale et (b) $1050\ \text{°C} \mid 10^{-2}\text{s}^{-1} \mid 0,7$ de déformation locale. Les macles sont représentées en jaune (tolérance : 2°), les joints de grains en noir ($> 10^\circ$), la phase γ en bleu, la phase γ' en rouge. Pas de mesure de 300 nm. Taille de champs de $227,6\ \mu\text{m} \times 170,1\ \mu\text{m}$. (c, d) Histogrammes de distribution des tailles de précipités (en rouge) et (e, f) de tailles de grains (en bleu) mesurés à partir des analyses via couplage EDS-EBSD. Les histogrammes (c, e) correspondent à la microstructure (a) et les histogrammes (d, f) à la microstructure (b). Tous les histogrammes ont été calculés par fréquence normalisée.

La **Figure 6-4** montre la morphologie des précipités γ' observés après la mise en solution d'un échantillon préalablement déformé à $1030\ \text{°C}$, dont les flèches rouges pointent les précipités γ' de la population de plus petite taille que les γ' primaires classiques. Aucune différence en termes de morphologie n'est observée entre les deux types de précipités γ' . Les deux populations présentent des formes équiaxes et se trouvent

principalement aux joints de grains. Cette dernière observation soulève l'importance de comprendre l'origine de la population des précipités de plus petite taille car ils semblent participer au contrôle de la taille de grains pendant la mise en solution et, par conséquent, sont susceptibles d'influencer la taille de grains de la pièce finale.

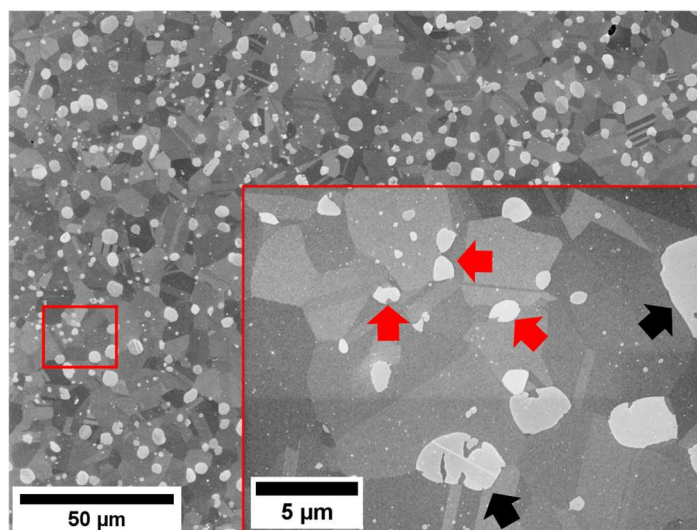


Figure 6-4 : Micrographie MEB-In Lens SE de l'échantillon déformé à 1030 °C | 10⁻² s⁻¹ | 1,0 de déformation locale après le traitement de mise en solution de 1065 °C pendant 1h. Les flèches rouges pointent les précipités γ' plus petits que les γ' primaires classiques (flèches noires) qui ont survécu au traitement de mise en solution.

Pour vérifier si les précipités γ' subsistant après le traitement de mise en solution sont cohérents ou non avec la matrice, une ligne bleue foncée a été tracée aux interfaces γ/γ' avec un angle de désorientation supérieur à 2° entre le précipité et la matrice, c'est-à-dire aux interfaces incohérentes (**Figure 6-5**). D'après les résultats, la plupart des interfaces semblent être incohérentes, aussi bien pour les précipités γ' primaires classiques que pour les plus petits.

Il est néanmoins possible de trouver quelques précipités γ' pour lesquels le seuil de désorientation de 2° n'est pas atteint (un exemple fléché sur la **Figure 6-5**), ce qui signifie qu'ils sont cohérents ou proches de la cohérence avec la matrice. De tels précipités γ' primaires, intragranulaires et ayant la même orientation que leur grain hôte ont déjà été signalés par M. A. Charpagne et al.[8,107]. De telles configurations proviennent du mécanisme de recristallisation hétéroépitaxie, dont on montre ainsi qu'il peut se produire, au moins localement, pendant le traitement de mise en solution dans ces travaux.

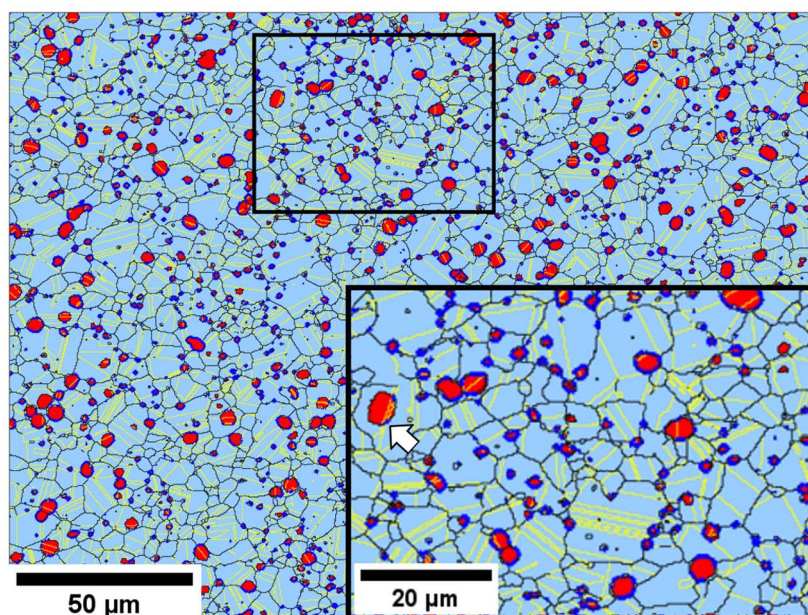


Figure 6-5 : Cartographie EBSD après mise en solution d'un échantillon préalablement déformé à 1050 °C | $10^{-2}s^{-1}$, observé à 0,2 déformation locale. Interfaces γ - γ' avec une désorientation supérieure à 2° en bleu. Pas de mesure de 300 nm. Taille de champs de 227,6 μm x 170,1 μm . Les précipités identifiés par EDS sont représentés en rouge, la matrice en bleu et les joints de macles en jaune (tolérance : 2°). La flèche blanche pointe vers un précipité γ' primaire intragranulaire avec la même orientation que son grain hôte, typique du mécanisme de recristallisation hétéroépitaxie.

Pour résumer la population de précipités γ' de taille plus petite que les précipités primaires classiques qui sont observés après le traitement en solution sub-solvus dans les échantillons préalablement déformés à 1030 °C et à 1050 °C présentent les caractéristiques suivantes :

- Ils ont une morphologie équiaxe similaire à celle des précipités γ' primaires ;
- Ils ont une taille typique d'environ 1,5 μm ;
- Ils sont principalement situés aux joints de grains ;
- Ils sont incohérents avec la matrice γ ;
- Ils participent au phénomène d'ancrage des joints de grains de Smith-Zener pendant le traitement thermique de mise en solution sub-solvus (1h à 1065 °C).

On notera que ces précipités sont donc similaires dans presque toutes les caractéristiques observées des précipités γ' primaires traditionnels, à l'exception de leur taille. C'est pourquoi, désormais dans ce travail, ils seront appelés « petits primaires ».

Il convient de souligner l'importance de l'étude de ces précipités, dans la mesure où ils sont présents lors du traitement de mise en solution qui détermine la taille de grains finale d'une pièce forgée. Leur effet sur la taille de grains obtenue après le traitement de mise en solution a été estimé en se basant sur le tracé linéarisé (dans la **Figure 6-6**) de la relation de Smith Zener (voir section 2.2.4.1), qui relie la taille de grains limite \bar{D} à la taille \bar{d} et à la fraction volumique des particules de seconde phase $f_{\gamma'}$ (équation 6.1). Si les conditions du modèle de Smith-Zener sont satisfaites et si la taille de grains limite a été atteinte, alors les tailles de grain mesurées dans les échantillons devraient donner des points tous alignés sur la même droite. Sur la **Figure 6-6**, des points rouges ont été utilisés pour les microstructures avec une distribution monomodale des précipités γ' primaires (comme celle de la **Figure 6-3(b, d)** indiquée par la flèche bleue), et des points noirs pour celles avec une population supplémentaire de petits précipités primaires (comme celle de la **Figure 6-3(a, c)**, indiquée par la flèche jaune).

$$\ln \bar{D} - \ln \bar{d} = \ln k - m \ln f_{\gamma'} \quad (6.1)$$

Les distributions bimodales conduisent globalement à des valeurs $\ln f_{\gamma'}$ plus petites, mais aussi à des points beaucoup plus dispersés par rapport aux cas monomodaux. Cela est conforme aux hypothèses de base du modèle de Smith-Zener, parmi lesquelles le caractère monomodal des particules de seconde phase, mais illustre également le fait que la prédiction de la taille des grains obtenue après le traitement en solution dans de tels alliages γ - γ' nécessite la description de la distribution complète de la taille des précipités, et pas seulement de leur taille moyenne. Il est donc nécessaire de comprendre l'origine de la population supplémentaire de petits précipités primaires décrite ci-dessus, et leur dépendance aux conditions thermomécaniques, ce qui sera abordé dans les sections suivantes.

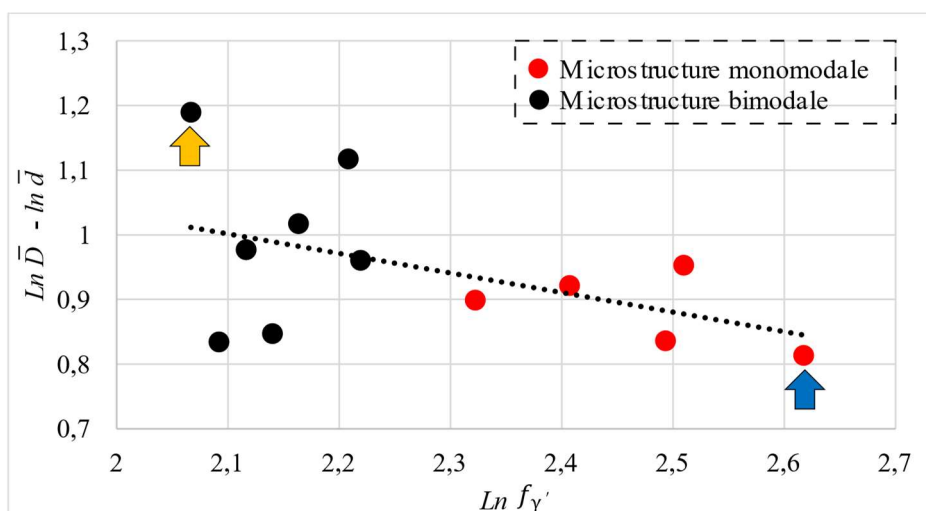


Figure 6-6 : Graphique selon le modèle de Smith-Zener à partir des valeurs de taille moyenne de grains et de précipités, mesurés après mise en solution d'échantillons préalablement déformés à différents niveaux de déformation (Tableau 6-1). Les flèches jaunes et bleues correspondent aux cartographies présentées dans la **Figure 6-3a** et **Figure 6-3b**, respectivement. Les points plus dispersés (en noir) par rapport la ligne correspondent aux distributions de tailles de précipités bimodales, et les points en rouge aux distributions monomodales.

6.1.3 Recherche de l'origine des précipités γ' primaires de petite taille

Les microstructures correspondant à chaque étape du chemin thermomécanique de la **Figure 6-1a** appliqué à 1030 °C ou à 1050 °C avec une vitesse de $10^{-2} s^{-1}$ sont présentées sur la **Figure 6-8**. L'état de départ, ou état de réception, pour ces expériences est quant à lui présenté sur la **Figure 6-7**.

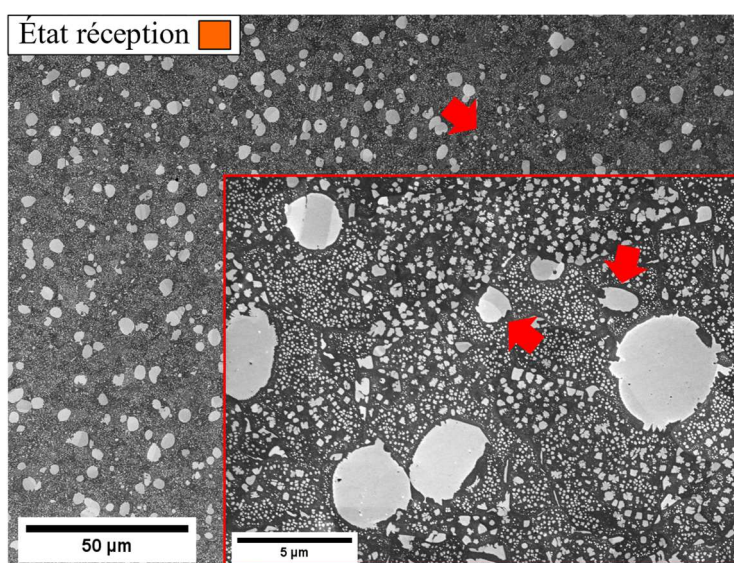


Figure 6-7 : Micrographie MEB-In Lens de l'alliage René 65 à l'état débouchure, dont la présence des précipités γ' petits primaires est déjà observée (flèches en rouges)

La présence de quelques précipités γ' primaires de petite taille peut déjà être observée à l'état réception (flèches rouges dans la **Figure 6-7**). Les fractions surfaciques mesurées à l'état réception (débouchure) pour les populations de précipités γ'_{I} , γ'_{II} et γ'_{III} sont de 12,3% ($\bar{d} \geq 0,7 \mu\text{m}$), 20% ($0,2 \mu\text{m} \leq \bar{d} \leq 0,7 \mu\text{m}$) et 5% ($0,04 \mu\text{m} \leq \bar{d} \leq 0,2 \mu\text{m}$) respectivement. La fraction surfacique totale de phase γ' mesurée à l'état de réception était d'environ 37 %, en accord avec la fraction volumique à l'équilibre estimée par les simulations ThermoCalc à température ambiante¹.

Qualitativement au vu de la **Figure 6-8**, l'état de précipitation évolue comme suit au cours du chemin thermomécanique de la **Figure 6-1**. Après chauffage à 1030 °C ou 1050 °C pendant 25 min (**Figure 6-8 (a, b)**), les microstructures présentent des précipités γ' primaires et des précipités beaucoup plus fins, de taille inférieure au micromètre, en quantité moindre à 1050 °C. Après déformation suivie d'une trempe (**Figure 6-8 (c, d)**), la densité de précipités fins a nettement augmenté. Si l'échantillon est refroidi lentement au lieu d'être trempé, il apparaît des précipités encore plus fins (**Figure 6-8 (e, f)**). Enfin, le traitement de mise en solution fait disparaître les populations les plus fines mais révèle la coexistence de deux populations de précipités primaires, celle de plus petite taille étant plus marquée dans le cas du chemin thermomécanique appliqué à 1050 °C. Ces évolutions sont plus précisément décrites et quantifiées ci-après.

¹ Calculs réalisés par Safran avec le logiciel ThermoCalc et la base TCNI9.

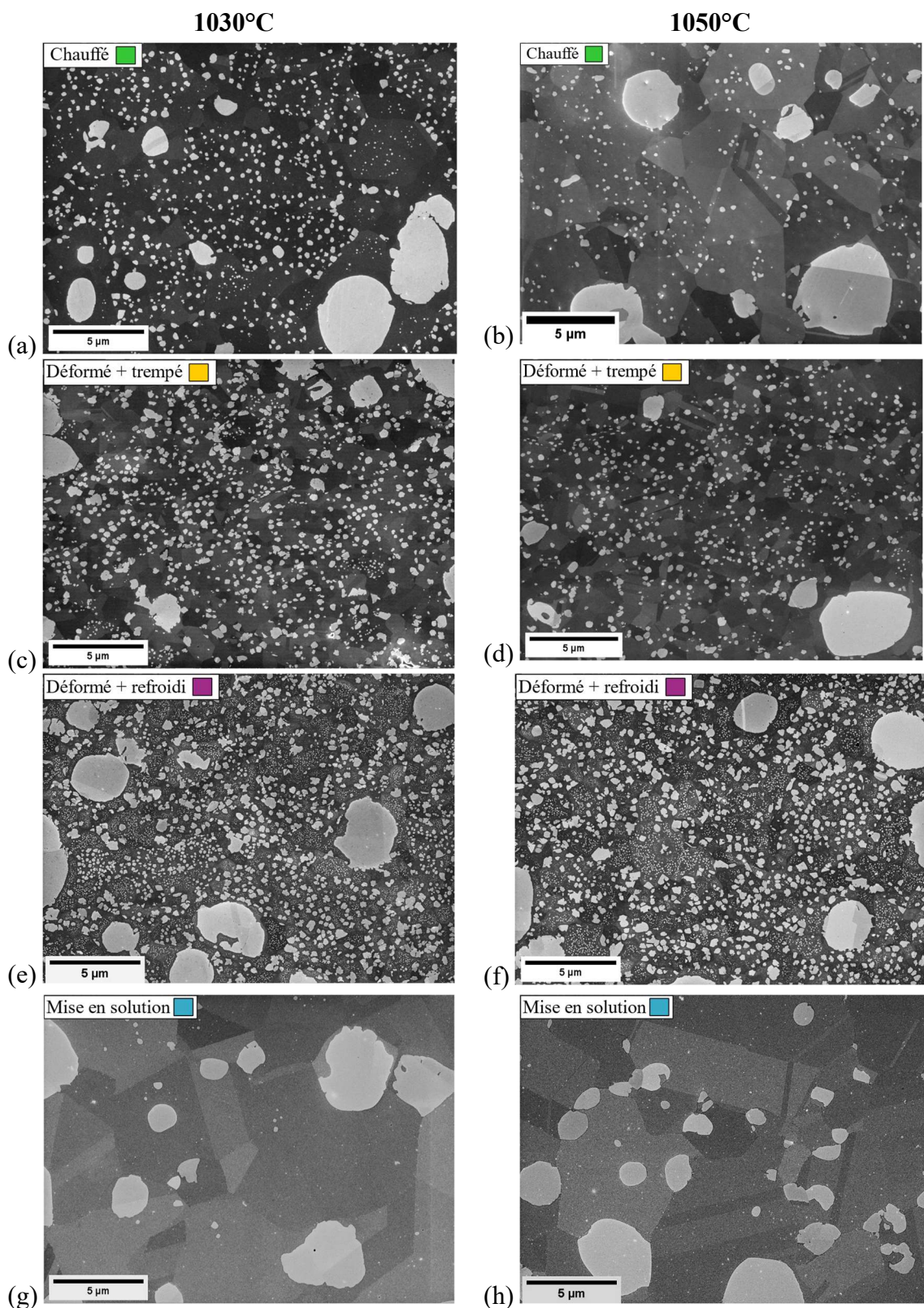


Figure 6-8 : Micrographies MEB-In Lens SE de chaque étape du plan d'expérience de la Figure 6-1a. (a, b) échantillons après 25 min de traitement thermique à 1030/1050 °C, juste avant la déformation. (c, d) échantillons déformés à 1030/1050 °C | $10^{-2} s^{-1}$ et puis trempé à l'eau. (e, f) échantillons déformés dans les mêmes conditions que (c, d) et ensuite refroidis lentement à 5 °C/min. (g, h) échantillons soumis à un traitement partiel en solution à 1065 °C pendant 1 h après

CHAPITRE 6 : ÉVOLUTION DES PRÉCIPITÉS γ'
AU COURS DE LA MISE EN SOLUTION

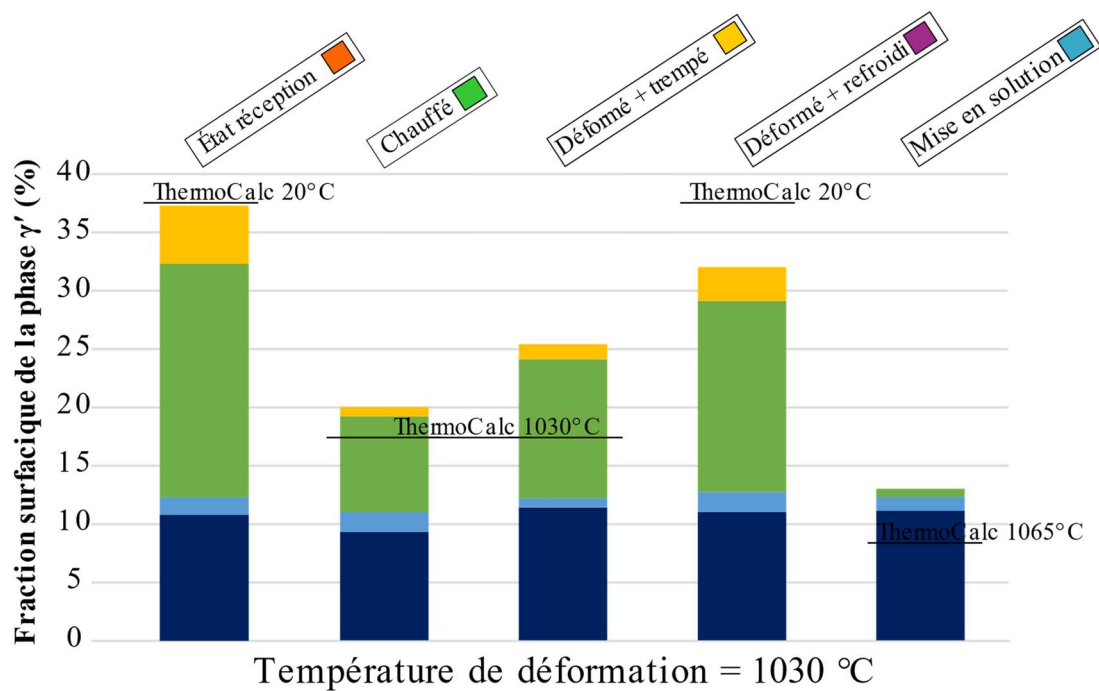
maintien et déformation à 1030/1050 °C suivi d'un refroidissement lent (c'est-à-dire après le traitement thermique des états (e, f)).

La fraction surfacique de la phase γ' et le diamètre moyen de chaque type de précipités γ' à chaque étape thermomécanique sont détaillés dans le **Tableau 6-2**. L'évolution de la fraction surfacique au cours des étapes thermomécaniques est représentée sur forme des barres cumulatives dans la **Figure 6-9**, construite à partir des valeurs du **Tableau 6-2**.

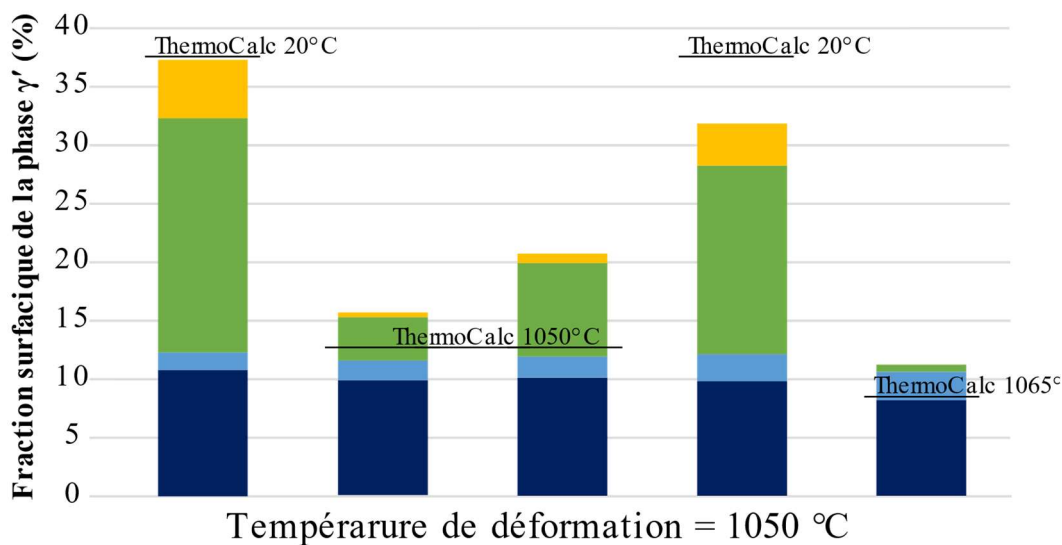
Tableau 6-2 : Fraction surfacique et taille moyenne des précipités de chaque étape du plan d'expérience présenté dans la Figure 6-1a, déformé à $10^{-2} s^{-1}$. Quatre classes de taille de précipité sont considérées dans cette analyse. Les valeurs sont issues des images SE.

	Température de déformation (°C)	$d > 2 \mu\text{m}$		$0,7 \mu\text{m} < d < 2 \mu\text{m}$		$0,2 \mu\text{m} < d < 0,7 \mu\text{m}$		$0,04 \mu\text{m} < d < 0,2 \mu\text{m}$	
		$f_{\gamma'}(\%)$	$\bar{d}(\mu\text{m})$	$f_{\gamma'}(\%)$	$\bar{d}(\mu\text{m})$	$f_{\gamma'}(\%)$	$\bar{d}(\mu\text{m})$	$f_{\gamma'}(\%)$	$\bar{d}(\mu\text{m})$
État de réception	-	10,8	3,9	1,5	1,3	20,0	0,3	5,0	0,08
Chauffé	1030	9,3	3,7	1,7	1,4	8,2	0,3	0,8	0,1
	1050	9,8	3,7	1,7	1,3	3,7	0,3	0,4	0,07
Déformé + trempé	1030	11,4	3,9	0,8	1,0	11,9	0,3	1,3	0,1
	1050	10,1	3,7	1,8	1,1	8,0	0,3	0,8	0,1
Déformé + refroidis	1030	11,0	3,7	1,7	1,1	16,4	0,3	2,9	0,06
	1050	9,8	3,5	2,3	1	16,1	0,3	3,6	0,07
Mise en solution	1030	11,1	3,8	1,2	1,3	0,7	0,3	-	-
	1050	8,2	3,5	2,4	1,3	0,6	0,3	-	-

CHAPITRE 6 : ÉVOLUTION DES PRÉCIPITÉS γ'
AU COURS DE LA MISE EN SOLUTION



(a)



(b)

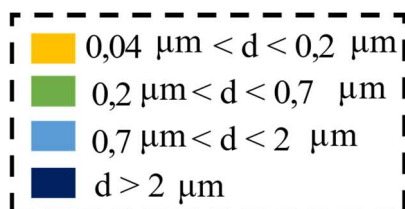


Figure 6-9 : Quantification de la fraction surfacique des précipités γ' en fonction des étapes thermomécaniques schématisés dans la Figure 6-1a. a) Chemin thermomécanique avec déformation à 1030 °C $| 10^{-2} s^{-1}$ et b) à 1050 °C $| 10^{-2} s^{-1}$. Les valeurs de fraction surfacique utilisées pour construire ces diagrammes sont celles du Tableau 6-2.

La température de dissolution a été déterminée comme étant proche de 800 °C pour les précipités γ' secondaires et 615 °C pour les tertiaires [58] après une analyse thermique différentielle (DTA en anglais) à vitesse de chauffage de $1^{\circ}\text{C}\text{s}^{-1}$ dans le superalliage AD730™, dont la composition est similaire à celle de l'alliage René 65. Ici, nos résultats montrent qu'il en subsiste après maintien de 25 min à des températures nettement supérieures (1030 °C et 1050 °C). La raison est très probablement le temps de maintien isotherme pas assez long (seulement 25 min), en plus du chauffage rapide (environ 330 °C/min) subi par les échantillons. Non seulement ces précipités ne sont pas dissouts après maintien de 25 min, mais leur fraction augmente au cours de la déformation. La fraction surfacique des précipités de taille comprise entre 0,2 μm et 0,7 μm a en effet été mesurée comme étant plus élevée après la déformation qu'avant la déformation pour les deux températures : de 8,2 % avant la déformation à 11,9 % après la déformation à 1030 °C (**Figure 6-8c** et **Figure 6-9a**) et de 3,7 % à 8,0 % à 1050 °C (**Figure 6-8d** et **Figure 6-9b**). Cette fraction de surface plus importante des précipités γ' fins après déformation a largement été détaillée et attribuée à un phénomène de précipitation dynamique dans le chapitre 5 (voir section 5.3.1).

Les **Figure 6-8 (e, f)** montrent l'état microstructural des échantillons qui, après la déformation à chaud, ont été soumis à un refroidissement contrôlé à 5 °C/min. Le refroidissement lent a entraîné la précipitation des populations de γ'_{II} et γ'_{III} , ce qui explique la forte augmentation de la fraction surfacique totale de la phase γ' (**Figure 6-9**). Par exemple, les précipités de γ' secondaires passent de 11,9% à 16,4% et de 6,7% à 16,1% après le refroidissement à 5 °C/min à partir de 1030 °C et 1050 °C respectivement. Cela fait apparaître la même fraction surfacique de γ'_{II} (d'environ 16%) pour les deux températures, en plus de valeurs très proches des fractions de γ' tertiaires (d'environ 3%). Avec ces valeurs, on observe que la fraction totale d'environ 32% obtenue pour les deux températures de déformation se rapproche de la fraction γ' d'équilibre à température ambiante, estimée via ThermoCalc à 37%.

Pour les échantillons qui ont été refroidis de manière contrôlée après compression, un traitement de mise en solution a été appliqué, dont les microstructures finales correspondent à les **Figure 6-8 (g, h)**. Les précipités γ' secondaires et tertiaires ont été complètement dissouts après 1h de recuit à 1065 °C. En revanche, la fraction de précipités γ' primaire de petite taille (0,7 à 2 microns) reste le même avant et après la mise en solution (environ 1,5 % pour le chemin thermomécanique à 1030 °C et 2,3 % pour celui

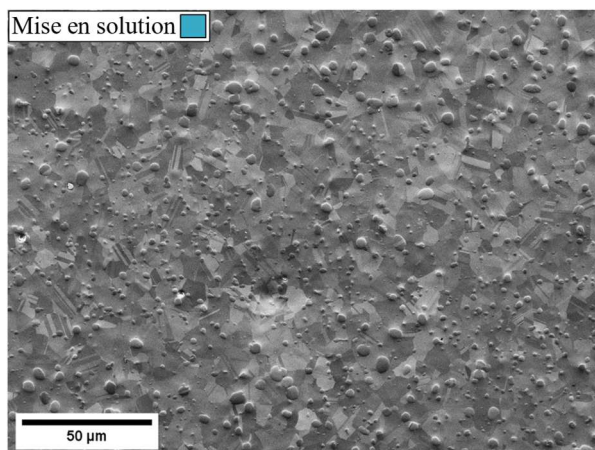
à 1050°C). Lors de la trempe après mise en solution, des précipités durcissants très fins reprécipitent dont la taille ne leur permet pas d'être pris en compte dans cette étude. La fraction surfacique de tous les précipités γ' de diamètre $\bar{d} \geq 0,7 \mu\text{m}$, incluant donc les primaires classiques et les plus petits, est toujours 11 – 12% (**Figure 6-9(a, b)**). Leur taille moyenne est entre 3,5 - 3,9 μm pour les précipités γ' primaires de taille classique (> 2 microns) et entre 1,0 – 1,4 μm pour les primaires de petite taille (0,7 à 2 microns) (**Tableau 6-2**).

Il est à noter que la quantité de ces petits précipités γ' primaires mesurée sur la cartographie EDS-EBSD de la **Figure 6-3a**, est supérieure à 1030 °C que à 1050 °C (**Figure 6-3b**) et la tendance opposée est observé dans le **Tableau 6-2** (i.e. plus de petits primaires à 1050 °C), qui est basé sur la quantification par imagerie d'électrons secondaires (MEB-In-Lens SE). La quantification des précipités γ' du **Tableau 6-2** prend en compte un nombre beaucoup plus important de particules (≥ 3000) et mieux résolues ; les valeurs du tableau et les tendances qui s'en dégagent sont donc plus fiables.

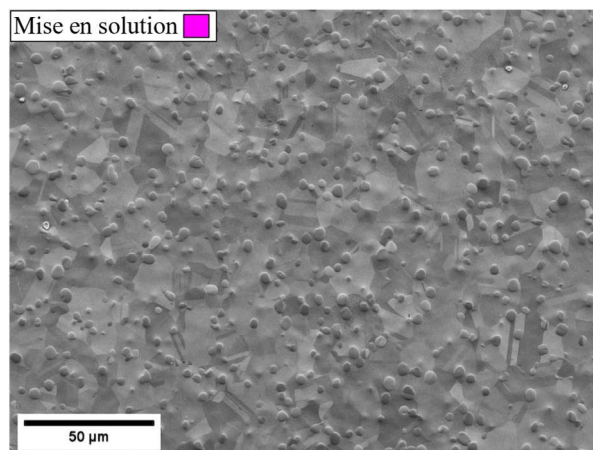
Comme déjà mentionné, la quantité de précipités γ' primaires de petite taille conservée après mise en solution dépend de la température à laquelle le parcours thermomécanique de la **Figure 6-1a** a été effectuée. Afin de vérifier un éventuel effet induit par la déformation elle-même, des échantillons ont été soumis au même chemin thermique mais sans déformation, comme illustré par la **Figure 6-1b**. Une seule température, 1030 °C, a été considérée dans cette série d'expériences. La **Figure 6-10(a-d)** compare les microstructures après le traitement de mise en solution en suivant les plans d'expérience avec et sans déformation, et les distributions des tailles de précipités primaires correspondantes sont présentées sur la **Figure 6-10(e, f)**.

Avec l'étape de compression

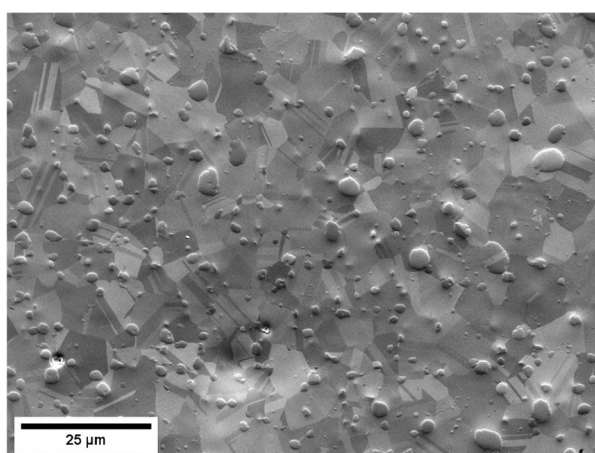
Sans l'étape de compression



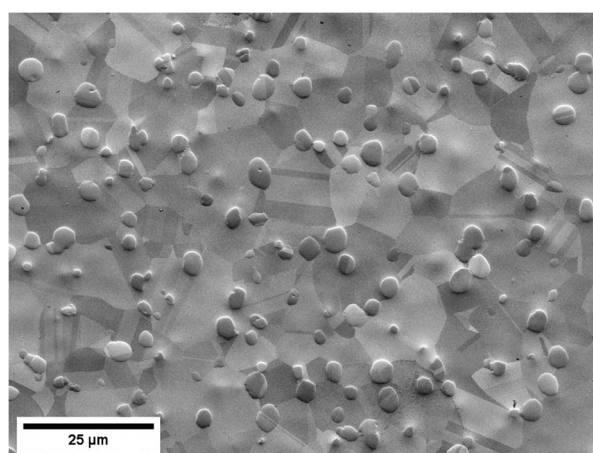
(a)



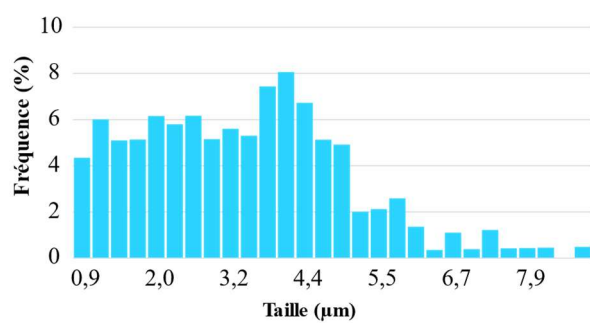
(b)



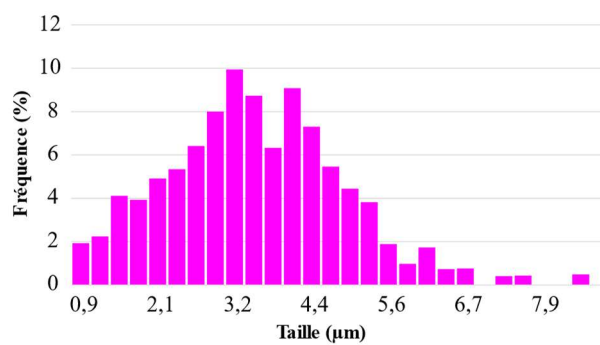
(c)



(d)



(e)



(f)

Figure 6-10 : Micrographies MEB-SE à différents grandissements des échantillons après la mise en solution. (a, c) Échantillon du plan d'expérience avec compression (Figure 6-1a), déformé à $1030\text{ °C} \mid 10^{-2}\text{ s}^{-1}$. (b, d) Échantillon qui a suivi le plan d'expérience sans déformation (Figure 6-1b). Histogrammes de distribution de taille des précipités γ' primaires après la mise en solution pour (e) l'échantillon du plan d'expériences avec compression (Figure 6-1a), déformé à $1030\text{ °C} \mid 10^{-2}\text{ s}^{-1}$, et (f) l'échantillon qui a suivi le plan d'expérience sans déformation (Figure 6-1b). Les données proviennent d'images SE.

La fraction surfacique totale des précipités γ' primaires mesurée après mise en solution pour l'échantillon qui a été préalablement déformé est de 12,3 % (**Figure 6-10a-c-e**, étiquette bleu) et de 12,1 % pour l'échantillon non déformé (**Figure 6-10b-d-f**, étiquette rose). Une taille moyenne de 2,8 μm de tous les précipités γ' primaires a été mesuré pour le matériau non déformé contre 2,5 μm pour le matériau qui a subi la déformation. Il est clair que le matériau non déformé comporte beaucoup moins de précipités γ' primaires de petite taille. Une large distribution, associée à la coexistence de deux populations de précipités primaires, de taille classique et de taille plus petite, est observée dans le matériau qui a été déformé (**Figure 6-10e**) tandis qu'une distribution monomodale est observée pour le matériau non déformé (**Figure 6-10f**). Il est à noter que la quantité de précipités γ' dont la taille est comprise entre $0,7 \mu\text{m} \leq \bar{d} \leq 2 \mu\text{m}$ n'est pas nulle pour le matériau non déformé, puisque l'état initial contenait déjà 1,5% d'une telle population avant tous les traitements thermiques. Cette fraction non nulle peut potentiellement correspondre simplement à un effet de couple 2D. En effet, même si les précipités sont tous de grande taille en 3D, ils peuvent être coupés proche du bord et apparaître avec une taille moindre dans le plan de coupe. Si la présence de précipités primaires de petite taille ne peut néanmoins pas être exclue dès l'état brut de réception qui lui-même a antérieurement subi de multiples déformations à chaud, la différence entre l'histogramme bimodal de la **Figure 6-10e** comparé à celui monomodal de la **Figure 6-10f** démontre que la déformation joue un rôle dans la genèse de la population supplémentaire de précipités primaires de petite taille. Un scénario concernant les mécanismes impliqués est proposé dans la section suivante.

6.1.4 Discussion : origine des précipités γ' primaires de petite taille

A partir des résultats présentés ci-dessus, il est clair que les précipités γ' primaires, qui survivent à un traitement de mise en solution sub-solvus de 1h à 1065 °C dans l'alliage René 65, peuvent inclure deux populations, caractérisées par des tailles différentes. Les précipités γ' primaires classiques ont des tailles typiques de l'ordre de quelques micromètres. Une population supplémentaire d'environ 1,5 μm en taille moyenne peut exister et contribuer au contrôle de la taille de grains obtenue après le traitement de mise en solution, ce qui les rend particulièrement pertinents à considérer.

Les précipités primaires de petite taille se développent pendant les étapes de déformation à chaud. Un mécanisme est proposé dans cette section pour expliquer leur origine, basé sur les phénomènes de précipitation dynamique rapportés dans le chapitre 5 et publiés [188]. Il a été décrit au chapitre 5 que la précipitation dynamique peut induire, en fonction de l'état initial avant déformation et des conditions de déformation, la formation d'une forte densité de précipités d'une taille de l'ordre de 80 nm et la croissance des précipités γ' secondaires préexistants. La section 5.3 a montré que ces derniers précipités ont une morphologie irrégulière et ne se sont pas dissous après 60 min de maintien isotherme post-dynamique (microstructure $M\gamma'_{II}$). De tels précipités formés dynamiquement pourraient être à l'origine de la population supplémentaire de précipités γ' d'environ 1,5 microns de taille conservée après mise en solution, selon le scénario schématisé sur la **Figure 6-11**.

La **Figure 6-11** montre une représentation schématique de l'évolution de chaque type de précipité γ' à chaque étape du chemin thermomécanique de la **Figure 6-1a**. Les précipités γ' primaires classiques sont représentés en bleu ; les précipités primaires supplémentaires, de plus petite taille, en vert ; les précipités dynamiques γ'_{II_dyn} en violet ; et les précipités γ' secondaires et tertiaires en rouge et jaune, respectivement. Les précipités incohérents sont représentés avec un contour noir, et les précipités cohérents sans contour. La morphologie irrégulière des précipités γ' observée après la compression dans les **Figure 6-8(c, d)** ainsi que les précipités γ'_{fin_dyn} n'ont pas été représentés pour alléger les schémas. L'effet de la température, qui impacte les fractions de précipités γ' notamment en régime dynamique, n'est pas considéré par simplification, et la température de déformation de 1030 °C a été choisie pour illustrer les évolutions.

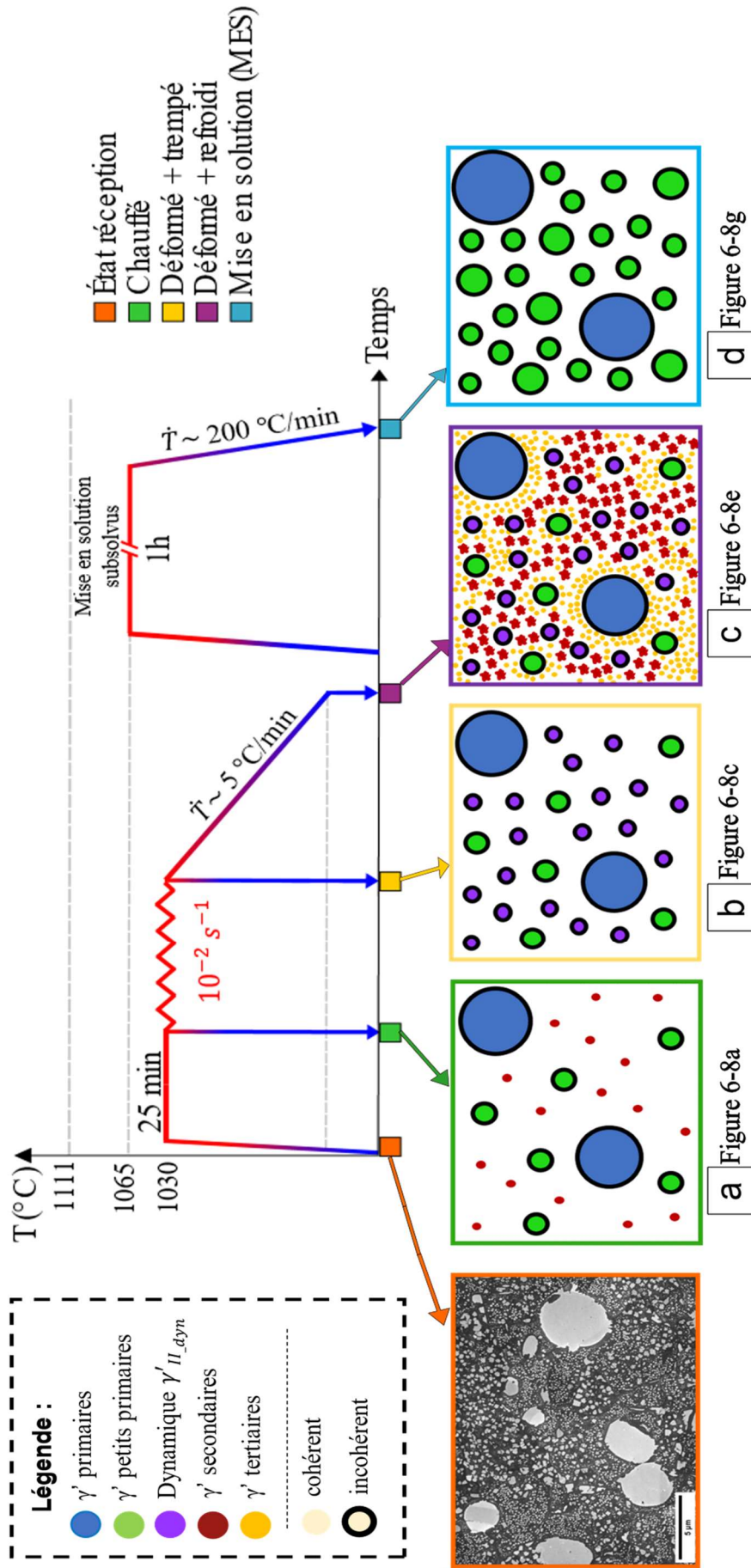


Figure 6-11 : Schéma qui illustre l'évolution des différents types de précipités γ' à chaque étape du chemin thermomécanique considéré dans ce chapitre (c'est-à-dire de la Figure 6-1a) et l'origine de la population supplémentaire de précipités γ' de environ 1,5 microns de taille conservée après mise en solution.

La **Figure 6-11a** représente la microstructure observée dans la section précédente après un recuit de 25 minutes à 1030 °C (**Figure 6-8a**). Par l'effet du maintien à haute température, beaucoup des précipités de l'état de réception se sont dissouts, en particulier les plus fins. La fraction surfacique de précipités γ' secondaires se réduit très fortement (de 20% à 8,2%) et les précipités γ' tertiaires disparaissent complètement.

Pendant la déformation, les précipités γ' évoluent dynamiquement amenant à l'état de précipitation schématisé sur la **Figure 6-11b**. De plus, les potentielles superdislocations qui sont à l'intérieur des précipités γ' primaires (**Figure 5-7**) vont accélérer la ségrégation chimique de certains éléments (i.e. Cr, Co, Fe), favorisant la précipitation inverse [46,47,51,189](voir section 2.2.1.5). En revanche, comme cela a été montré dans la section 5.3.1 et aussi rapporté par Chen et al. [104], aucune variation de la taille moyenne des précipités γ' primaires n'a été observée au cours de la déformation.

En ce qui concerne les précipités fins « durcissants » ($\bar{d} \leq 700$ nm), une augmentation de la fraction surfacique et des changements morphologiques se produisent pendant la déformation, selon les mécanismes de précipitation dynamique rapportés dans le chapitre 5. Même s'ils étaient initialement cohérents, ils perdent leur cohérence au cours de la déformation à chaud, car les dislocations s'accumulent au niveau et à proximité de leur interface avec la matrice. Comme présenté dans le chapitre 5, la précipitation dynamique peut générer, selon l'état de précipitation juste avant déformation, deux types de précipités dynamiques. Ici, on va s'intéresser spécifiquement aux précipités dynamiques appelés γ'_{II_dyn} , de taille plus grosse que les précipités γ' secondaires mesurés avant déformation (300 - 400 nm), de morphologie irrégulière et qui n'ont pas été dissous après 60 min de traitement post-dynamique (voir section 5.4). Bien que la fraction globale des précipités γ' soit supérieure à la fraction d'équilibre statique après déformation, à partir d'une certaine taille les précipités (notamment les dynamiques γ'_{II_dyn}) subsistent et potentiellement grossissent au cours des étapes suivantes. Les précipités incohérents γ'_{II_dyn} évolueront de manière à minimiser l'énergie d'interface par l'augmentation de leur volume individuel (voir section 2.2.1.3). Ils seront considérés comme des précipités γ' « primaires de petite taille » à partir du moment où leur taille sera suffisamment grande pour rentrer dans critère de taille fixé $\bar{d} \geq 700$ nm. Dans le scénario de la **Figure 6-11**, les γ'_{II_dyn} (violets et incohérents) deviennent des précipités γ' « primaires de petite

taille » (verts) au cours de la mise en solution. Il est bien entendu possible que cette transition au-delà du critère de taille fixé (plus ou moins arbitrairement) à 700 nm ait lieu au cours du refroidissement lent qui suit la déformation, voire même au cours de la déformation pour certains d'entre eux.

Ce scénario permettrait d'expliquer pourquoi il y a plus de « petits » précipités γ' primaires (après la mise en solution) pour les échantillons préalablement déformés à 1050 °C qu'à 1030 °C (**Tableau 6-2**), la précipitation dynamique étant favorisée à plus haute température ([188], et section 5.3.2) et la fraction de précipités γ'_{II_dyn} étant donc plus importante après la déformation à 1050 °C que à 1030 °C. D'autre part, la tendance d'avoir plus de « petits » γ'_I pour les échantillons préalablement déformés à 1050 °C que à 1030 °C, observée dans les résultats expérimentaux, est surprenante parce qu'étant donné qu'il y a une fraction plus importante de précipités γ'_{II} juste avant déformation à 1030 °C que à 1050 °C, on pourrait atteindre une quantité plus importante de γ'_{II_dyn} après déformation, et donc plus de précipités « petits primaires » à 1030 °C que à 1050 °C. En effet, dans le chapitre 5 (**Figure 5-9**) une fraction totale de précipités γ' est légèrement plus importante à 1030 °C que à 1050 °C, mais c'est la différence entre les états avant/après déformation que détermine la quantité de précipitation dynamique (de $\sim 7\%$ pour la déformation à 1050 °C et de $\sim 4\%$ à 1030 °C).

Le scénario proposé justifierait la fraction de « petits » précipités γ' primaires moins importante après mise en solution sur les échantillons déformés à $10^{-1} s^{-1}$ (section 6.1.2), la précipitation dynamique étant favorisée à plus faible vitesse de déformation ([188], et section 5.3.2) et avec moins de précipités γ'_{II_dyn} formés à $10^{-1} s^{-1}$ par rapport à $10^{-2} s^{-1}$.

Lors d'un refroidissement lent après déformation (**Figure 6-11c**), on s'attend à la croissance de tous les précipités déjà présents dans la microstructure (i.e. les précipités γ' primaires ainsi que les précipités dynamiques et en particulier les γ'_{II_dyn}) ainsi qu'à la germination et croissance des nouveaux précipités γ' secondaires et tertiaires pour tendre vers la fraction d'équilibre, qui est de plus en plus élevée lorsque la température diminue (voir section 2.2.2). Un refroidissement lent induit la précipitation de la phase γ' d'abord avec une faible densité de germes, une vitesse de croissance assez élevée du fait de la température encore élevée et une morphologie guidée par la réduction de l'énergie de distorsion élastique lorsque le volume de ces précipités augmente (voir section 2.2.1.3).

Ce sont les précipités dits secondaires. Ensuite, une autre population de précipités se forme dans la matrice, à des températures plus basses, qui ne grandissent pas beaucoup en raison de la température réduite ; ce sont les précipités tertiaires. Par conséquent, à la fin du refroidissement lent (**Figure 6-11c**) il existe quatre populations des précipités γ' : les précipités γ' primaires et les précipités γ' dont la taille est comprise entre 0,1 et 0,4 μm résultant d'évolutions dynamiques, soumis uniquement à la croissance, et les γ' secondaires et tertiaires formés au cours du refroidissement.

Finalement, lors de la mise en solution, effectuée ici à une température sub-solvus, 1065 °C, pendant 1 h, la phase γ' se dissout partiellement. Les précipités les plus fins, en particulier ceux classiquement définis comme les γ'_{II} et γ'_{III} (i. e. germés lors du refroidissement, cohérents avec la matrice) se dissolvent ; seuls les précipités γ' primaires et les ex-précipités γ'_{II_dyn} qui ont atteint une relativement grande taille (>700 nm), devenus « petits primaires » survivent à ce traitement de mise en solution partielle. La microstructure bimodale de précipités γ' primaires observée après mise en solution s'écarte du modèle d'ancrage de Smith-Zener (**Figure 6-6**), et mènent une taille de grains moyenne plus fine, mais avec des hétérogénéités de tailles de grains locales (zones à de grains plus gros là où existe essentiellement des primaires « classiques » et zones à grains plus fins là où se trouvent en plus des « petits primaires »). Cet effet est visible sur la **Figure 6-5a**.

À partir de ce raisonnement, il est possible d'imaginer que l'origine des gros précipités γ'_I classiques soit similaire à celles des « petits primaires », mais qu'ils se seraient formés à des stades plus en amont du procédé, puis auraient évolué et grossi progressivement, tout au long des étapes de mise en forme sub-solvus de conversion des billettes et de forgeage ultérieur. Cela reste néanmoins spéculatif à ce stade mais constitue une hypothèse à envisager pour élucider l'origine exacte des précipités primaires classiques, une question qui reste ouverte jusqu'à présent.

6.2 Conclusions et perspectives

L'étude de l'évolution de la phase γ' au cours d'un parcours thermomécanique typique des dernières étapes de fabrication d'une pièce industrielle (comprenant une déformation à chaud suivie d'un refroidissement lent et d'un traitement de mise en solution ultérieur, le tout réalisé à des températures sub-solvus) a été étudiée dans ce chapitre. Les principaux points à souligner sont :

- Une distribution bimodale des précipités γ' primaires a été trouvée après un traitement de mise en solution partielle de 1h à 1065 °C pour l'alliage René 65. En plus des précipités γ' primaires classiques (d'une taille moyenne d'environ 4 μm), une population distincte de précipités plus petits, appelés « petits primaires », d'une taille moyenne de 1,5 μm , a également résisté au traitement de mise en solution partielle. Les « petits primaires » sont incohérents avec la matrice γ , sont situés aux joints des grains et ont une morphologie similaire aux précipités γ' primaires classiques. Le seul paramètre qui les différencie vis-à-vis des précipités γ' primaires classiques est leur taille, d'où la terminologie choisie.
- Les « petits primaires » contribuent au contrôle de la taille des grains de la matrice par le phénomène Smith-Zener. Des tailles de grains plus fines sont atteintes aux endroits où la densité de « petits primaires » est plus élevée, ce qui conduit à une distribution plus large de la taille des grains.
- Les « petits primaires » proviennent des étapes antérieures de déformation à chaud, comme le démontre la comparaison d'échantillons soumis au même parcours thermomécanique, à l'exception de l'étape de compression à chaud appliquée ou non. La microstructure qui n'a pas subi de déformation à chaud présente une distribution monomodale de précipités γ' primaires classiques après le traitement de mise en solution, à la différence de la microstructure qui a été déformée à chaud avant la mise en solution sub-solvus où sont présentes les deux populations, de primaires classiques et de « petits primaires ».
- Un scénario d'évolution microstructurale a été proposé pour expliquer l'origine de ces « petits primaires ». Dans le chapitre 5 on a constaté que les précipités γ' secondaires (ou les précipités de taille similaire), s'ils ne sont pas dissous avant déformation à chaud, peuvent croître dynamiquement et perdre leur cohérence. Ils

continuent ensuite à croître pendant le refroidissement lent et atteignent des tailles suffisamment grandes pour survivre à un traitement de dissolution partielle (i.e. la mise en solution). En cohérence avec les tendances observées pour la précipitation dynamique, on a observé ici que les « petits primaires » étaient plus nombreux pour une température de traitement plus élevée (1050 °C par rapport à 1030 °C) et pour une vitesse de déformation plus faible (10^{-2} s^{-1} par rapport à 10^{-1} s^{-1}).

- Même si cela reste très spéculatif à ce niveau, ce mécanisme pourrait également être envisagé pour tenter d'expliquer l'origine des précipités primaires classiques qui auraient pu se former à des étapes de transformation plus en amont et se développer davantage tout au long des étapes de conversion et de forgeage ultérieures. Néanmoins, cette hypothèse reste à confirmer par des travaux dédiés.

7. Conclusions générales et perspectives

Les travaux présentés dans ce manuscrit visaient à comprendre les évolutions de la phase γ' au cours des opérations de mise en forme pour le superalliage polycristallin René 65, de microstructure γ - γ' . Des essais thermomécaniques de laboratoire ont été conduits pour étudier les évolutions au cours du chauffage, durant et juste après de la déformation à chaud et au cours du traitement de mise en solution. Les principales conclusions établies concernant chacune de ces étapes thermomécaniques sont résumées ci-dessous, en mettant en évidence les liens entre ces étapes vis à vis des évolutions de la phase γ' . Enfin, des perspectives sont proposées pour parfaire la description et la compréhension des phénomènes métallurgiques impliqués.

Conclusions

I. Évolutions au cours du chauffage

Le matériau reçu pour cette étude est issu de multiples opérations de forgeage industriel. Dans cet état de réception, la phase γ' est présente avec une fraction totale d'environ 37%, et une distribution multimodale de tailles de précipités (γ'_I , γ'_{II} et γ'_{III}) qui sont héritées de l'histoire thermomécanique. Lorsqu'on chauffe le matériau, la fraction volumique de la phase γ' diminue pour se rapprocher de l'équilibre thermodynamique. En plus de la température imposée, la vitesse de chauffage a également un impact assez conséquent sur l'état de précipitation obtenu après un temps de maintien donné à une température donnée. Il a été montré que l'effet de la vitesse de chauffage devient non négligeable pour des températures proches de la T_{solvus} , (i.e. dans la plage 1010 °C – 1110 °C, 1110 °C étant la T_{solvus} de la phase γ') pour un temps de maintien de 5 min. Dans la plage de température $T_{solvus} - 100 \text{ °C} < T < T_{solvus}$, il a été observé que plus la vitesse de chauffage est élevée, plus la cinétique de dissolution des précipités γ' secondaires au cours du chauffage est importante. De plus, pour des faibles vitesses de chauffage ($\dot{T} \approx 7 \text{ °C/min}$), il semblerait que les précipités γ'_{II} et γ'_{III} ont tendance à grossir avant de se dissoudre complètement. Ce résultat, également observé lors du chauffage sub-solvus à temps courts pour l'alliage AD730™, est associé à la coalescence qui est plus rapide à hautes températures. Par conséquent, selon la vitesse de chauffage choisie, la croissance des précipités γ' peut intervenir de manière concomitante à la

dissolution des précipités γ' pour des températures proches mais au-dessous du solvus et pour des temps de maintien courts.

Une fois la température cible atteinte, la fraction de phase γ' (surtout de précipités γ' de taille typique de précipités secondaires, $0,2 \mu\text{m} \leq \bar{d} \leq 0,7 \mu\text{m}$) mesurée après des courts temps de maintien en isotherme ($< 30 \text{ min}$) va dépendre non seulement de la température choisie mais également de la vitesse de chauffage. En revanche, pour des traitements thermiques sub-solvus plus longs ($> 2\text{h}$), toujours en isotherme, la dissolution de la phase γ' est observée, de façon complète pour les précipités γ'_{II} et γ'_{III} et progressive en fonction du temps et de la température pour les précipités γ' primaires. Un modèle phénoménologique a été établi pour décrire la cinétique de dissolution des précipités γ' primaires en fonction du temps et de la température pour une plage de température de $T_{\text{solvus}} - 100 \text{ }^\circ\text{C} < T < T_{\text{solvus}}$, applicable pour l'alliage René 65 mais également pour d'autres alliages γ - γ' [14].

II. Évolutions pendant et juste après la déformation à chaud

Lors de la déformation à chaud, une fraction de phase γ' supérieure à celle de l'équilibre thermodynamique a systématiquement été mesurée après compression. Cette augmentation de fraction surfacique résulte de l'apparition de deux types de précipités γ' , appelés γ'_{fin_dyn} et γ'_{II_dyn} , pendant la déformation. Ces phénomènes de précipitation dynamique ont été observés dans cette thèse pour des déformations à des températures sub-solvus de $1030 \text{ }^\circ\text{C}$ et $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ et pour des vitesses de déformation de 10^{-2}s^{-1} et 10^{-1}s^{-1} . L'occurrence de ce mécanisme a été démontré également dans l'alliage AD730™, permettant ainsi de considérer que ce mécanisme n'est pas particulier à l'alliage René 65 et qu'il peut potentiellement être étendu à d'autres superalliages de microstructure γ - γ' .

Les précipités γ'_{II_dyn} , mesurés juste après déformation sur base d'un critère de taille, ont une de taille moyenne plus grossière que les γ'_{II} classiques (d'environ 400 nm) et une morphologie irrégulière. La fraction surfacique des précipités γ'_{II_dyn} telle que déterminée dans ce travail correspond à la fois à des précipités γ' secondaires qui n'ont pas été dissous pendant la chauffe et qui ont grossi dynamiquement et possiblement à de nouveaux précipités formés lors de la compression. Une population supplémentaire de

précipités fins (80 nm, appelés $\gamma'_{fin-dyn}$) peut apparaître au cours de la compression. Ils sont distribués de manière homogène dans la matrice (i.e. dans les grains écrouis) et de morphologie sphéroïdale. La fraction totale de « précipités dynamiques » ainsi que la formation préférentielle de l'une ou des deux populations dépendent de l'état de précipitation juste avant déformation ainsi que de la température, de la vitesse et du niveau de déformation appliqués. Pour une microstructure avec uniquement des gros précipités γ' ($d > 0,7 \mu\text{m}$, i. e. précipités γ' primaires), seuls des précipités $\gamma'_{fin-dyn}$ ont été observés après compression. Une microstructure à distribution bimodale de précipités γ' (primaires et secondaires) avant déformation produit majoritairement des précipités de type γ'_{II-dyn} et une microstructure monomodale de précipités γ'_{II} avant essai a produit l'apparition des deux populations dynamiques, γ'_{II-dyn} et $\gamma'_{fin-dyn}$. La précipitation dynamique semble être favorisée à hautes températures, à faibles vitesses de déformation et se développe progressivement au cours de la déformation.

Si le matériau est maintenu en température après déformation, les précipités γ' formés dynamiquement connaissent des évolutions appelées post-dynamiques. Un maintien de 10 min à la température de déformation suffit pour dissoudre les précipités $\gamma'_{fin-dyn}$ dans tous les cas où ils ont été observés. En revanche, même 60 min n'ont pas permis de voir diminuer la fraction de précipités γ'_{II-dyn} dans la microstructure $M\gamma'_{II}$, qui présentait une fraction totale de phase γ' supérieure à la fraction d'équilibre. Ces résultats montrent que les deux populations de précipités γ' dynamiques évoluent différemment lorsque cesse la déformation, et surtout qu'une certaine classe de précipités γ' dynamiques (i. e. γ'_{II-dyn}) peut subsister pour les étapes suivantes du procédé.

Il semblerait que la contrainte ainsi que la densité de dislocations contribuent à la force motrice thermodynamique de la précipitation dynamique. Les contributions énergétiques liées à l'énergie élastique (associée à la contrainte) et plastique (associée à la densité de dislocations introduites via la déformation), considérées dans le bilan énergétique de chacune des deux phases, pourraient expliquer un déplacement de l'équilibre thermodynamique, favorisant la formation de la phase γ' en régime dynamique. Dans le cadre de cette hypothèse, la précipitation dynamique s'expliquerait donc par un équilibre dynamique qui serait différent de l'équilibre statique tel que prévu par calculs thermochimiques (par ThermoCalc par exemple). Les dislocations jouent également un

rôle dans l'accélération de la cinétique de germination et de croissance des précipités γ' dynamiques.

III. Évolutions au cours du traitement de mise en solution

Pour une mise en solution de 1h à 1065 °C, une dissolution complète des précipités γ' les plus fins est attendue pour ne conserver qu'une microstructure monomodale de précipités γ' primaires. Cependant, c'est une distribution bimodale de précipités γ' primaire qui est observée pour les échantillons préalablement déformés, avec des précipités γ' primaires de taille classique supérieure à 2 μm , et une population de précipités plus petits de taille comprise entre 700 nm et 2 μm qui ont donc été appelés « petits primaires ». Hormis leur taille, ces « petits primaires » ont les mêmes caractéristiques que les précipités primaires de taille classique. Ils sont de morphologie équiaxe, sont incohérents avec la matrice et se situent aux joints de grains après mise en solution, ce qui indique qu'ils participent au contrôle de la taille de grains.

A partir de la comparaison d'échantillons déformés et non déformés avant la mise en solution, il a été démontré que l'origine des précipités γ' « petits primaires » est associée à la déformation. La fraction surfacique de « petits primaires » (mesurée après la mise en solution) est plus importante pour des échantillons préalablement déformés à plus haute température et à des vitesses de déformation plus faibles.

Le scénario proposé pour expliquer leur origine est qu'ils seraient issus de précipités dynamiques de type γ'_{II_dyn} qui auraient grossi et atteint une taille suffisante. Cette hypothèse permet d'expliquer la fraction de précipités γ' « petits primaires » plus importante après déformation à températures de déformation plus élevées ou vitesses de déformation plus lentes, puisque ces conditions favorisent également celles la précipitation dynamique et donc, la formation de précipités γ'_{II_dyn} .

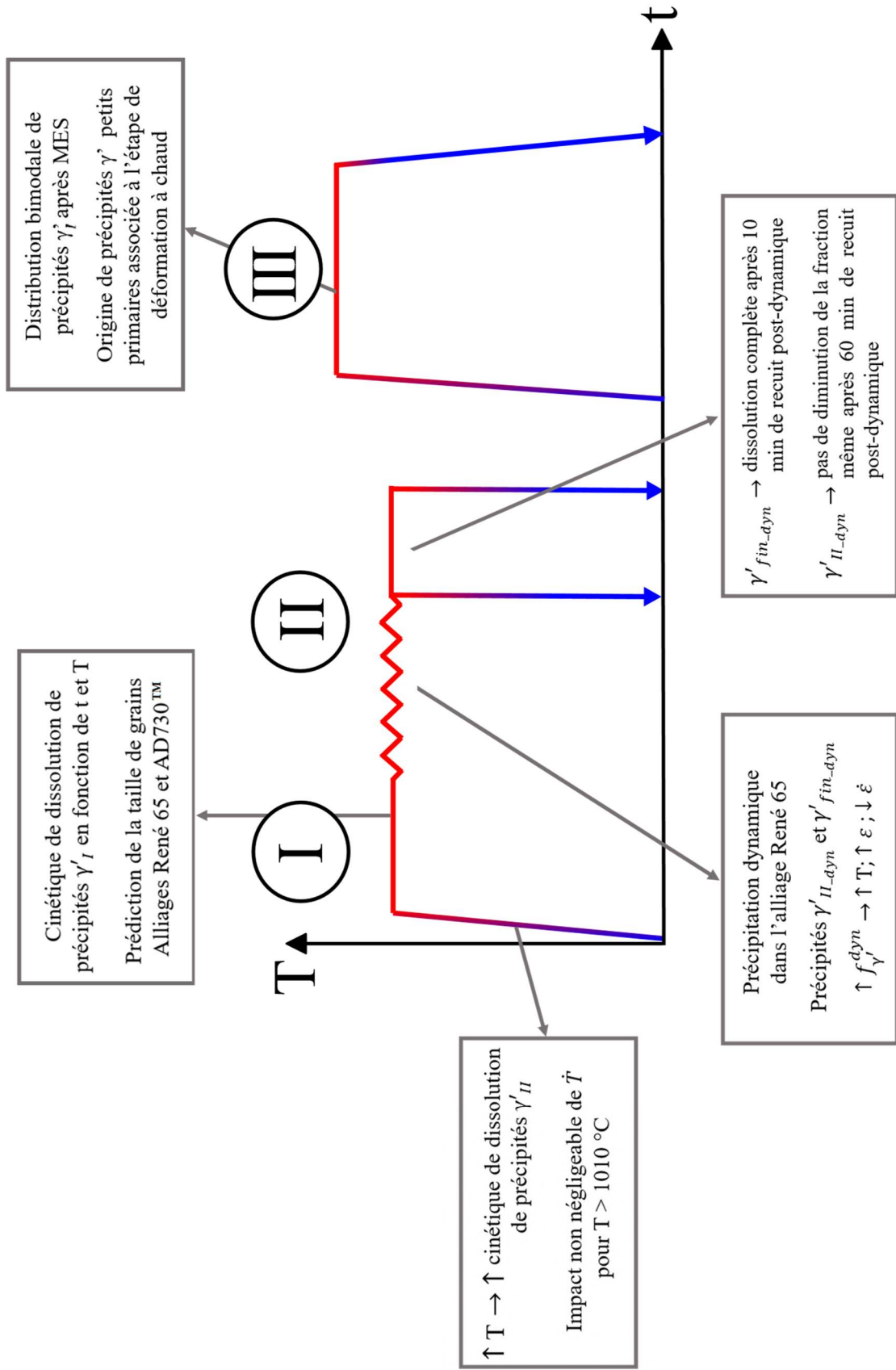


Figure 7-1 : Schéma qui résume les principales conclusions de ce manuscrit sur les évolutions de la phase γ' au cours des opérations de mise en forme.

Perspectives

Les perspectives proposées, de la même manière que dans la section précédente, seront divisées en trois parties qui correspondent aux trois étapes d'un procédé de mise en forme illustré par la **Figure 7-1**.

I.1 Compléter l'étude sur la cinétique de chauffage en reprenant quelques essais à des températures comprises dans la plage $T_{solvus} - 100\text{ °C} < T < T_{solvus}$, afin d'affiner et d'enrichir les équations qui décrivent la cinétique de dissolution de précipités γ'_{II} pour les deux vitesses choisies. De plus, il faudrait élargir l'analyse sur d'autres vitesses de chauffage intermédiaires (entre 330 °C/min et 7 °C/min) plus proches des vitesses de chauffage industrielles. Des simulations peuvent ensuite être conduites pour estimer la fraction de précipités γ' durcissants présents avant la déformation, en fonction de la température et vitesse de chauffage appliqués. On souligne que la connaissance et la maîtrise de la fraction volumique et distribution de précipités γ' avant déformation est d'extrême importance pour estimer ensuite les populations de précipités γ' dynamiques ainsi que leurs fractions volumiques correspondantes.

I.2 Des évolutions très similaires ont été observées en termes de cinétique d'évolution des précipités γ'_I dans la billette (matière de départ pour la fabrication de disques) que dans la matière forgée, pour la température de 1065 °C. Il serait très pertinent de vérifier si les mêmes cinétiques d'évolution sont également observées pour d'autres températures que 1065 °C, surtout pour celles plus proches de la T_{solvus} . Cette information permettrait d'appliquer le modèle décrit dans le chapitre 4 - qui prédit l'évolution de précipités γ' primaires en fonction du temps et de la température - à d'autres états microstructuraux plus amonts dans la gamme de fabrication comme la billette.

II.1 Un adoucissement assez important de la contrainte d'écoulement pour les courbes $\sigma \times \varepsilon$ a été trouvé dans des échantillons dont la précipitation dynamique a été mesurée. Cette allure des courbes est aussi observée pour d'autres alliages γ - γ' , où il est admis que la recristallisation dynamique est le mécanisme responsable pour cet adoucissement. Cependant, dans le contexte de la précipitation dynamique, la formation de précipités durcissants au cours de la déformation devrait conduire à une augmentation de la contrainte d'écoulement et non pas à un adoucissement, ce qui reste définitivement à expliquer.

II.2 Il serait intéressant d'avoir une étude approfondie sur la rhéologie de l'alliage René 65 (i.e. la description de la contrainte d'écoulement en fonction des conditions thermomécaniques), à des vitesses de déformation de $10^{-1}s^{-1}$ et $10^{-3}s^{-1}$ par exemple, afin de mieux comprendre l'effet de l'état de précipitation dynamique sur la réponse mécanique. À partir de ces résultats, il serait possible d'établir une loi de comportement qui prenne en compte l'état de précipitation γ' avant et au cours de la déformation. Cette loi de comportement, une fois intégrée dans un logiciel adapté, permettrait une simulation plus précise de la réponse mécanique des pièces lors du forgeage.

III.1 Afin de valider l'hypothèse sur les précipités dynamiques qui seraient à l'origine des « petits primaires », il serait intéressant d'appliquer sur un pion déformé – dont la fraction de précipités γ'_{II_dyn} aurait été quantifiée – un traitement isotherme pour dissoudre les éventuels γ'_{fin_dyn} et faire évoluer un peu en taille les γ'_{II_dyn} , pour ensuite appliquer une deuxième compression à chaud sur le même échantillon. Le but serait de suivre l'évolution de la distribution de taille de précipités et déterminer comment les γ' dynamiques formés dans la première passe évoluent au cours de la deuxième compression. Comment les γ'_{II_dyn} iront évoluer lors de la deuxième compression ? Est-ce qu'il y aura un impact sur la taille et morphologie des γ'_{II_dyn} ? Pourquoi les γ'_{II_dyn} mettent autant de temps à disparaître alors que la fraction totale de phase γ' reste au-dessus de la fraction d'équilibre ?

III.2 Il serait très intéressant de réaliser une étude pour mettre en évidence l'impact de la fraction de précipités γ' primaires pendant la mise en solution sur la distribution, morphologie et, bien évidemment la fraction de précipités γ'_{II} et γ'_{III} . Un plan d'expérience avec des traitements thermiques adaptés pour faire varier la fraction de précipités γ'_I initiale, suivis de différentes vitesses de refroidissement, devrait être mis en place afin d'observer les populations de précipités γ'_{II} et γ'_{III} résultantes. De plus, comprendre l'impact de ces différentes microstructures sur la contrainte d'écoulement serait de grande importance d'un point de vue industriel ainsi que scientifique.

Références

- [1] J.A. Heaney, M.L. Lasonde, A.M. Powell, B.J. Bond, C.M. O'Brien, Development of a new cast and wrought alloy (René 65) for high temperature disk applications, 8th Int. Symp. Superalloy 718 Deriv. 2014. (2014) 67–77. <https://doi.org/10.1002/9781119016854.ch6>.
- [2] Roger C. Reed, The superalloys Fundamentals and applications, Cambridge University press, 2006.
- [3] V. Beaubois, J. Huez, S. Coste, O. Brucelle, J. Lacaze, Short term precipitation kinetics of delta phase in strain free Inconel 718 alloy, Mater. Sci. Technol. 20 (2004) 1019–1026. <https://doi.org/10.1179/026708304225019830>.
- [4] J.P. Houvion, C. Frantz, M. Gantois, Mécanisme cellulaire de transformation des précipités métastables Ni₃Nb et Ni₃Ti dans quelques alliages de nickel, Mém. Sci. Rev. Metall. 72 (1975) 159–170.
- [5] A. Niang, B. Viguier, J. Lacaze, Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718, Mater. Charact. 61 (2010) 525–534. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2010.02.011>.
- [6] M. Rafiei, H. Mirzadeh, M. Malekan, Precipitation kinetics of γ'' phase and its mechanism in a Nb-bearing nickel-based superalloy during aging, Vacuum. 178 (2020) 0–3. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109456>.
- [7] S. Vernier, Evolution de la microstructure du superalliage base nickel AD730 au cours des opérations de forgeage industrielles, Thèse de doctorat, Université de recherche Paris Sciences et Lettres PSL, 2018.
- [8] M. Charpagne, Evolutions de microstructure au cours du forgeage de l'alliage René 65, Thèse de doctorat, Université de recherche Paris Sciences et Lettres, 2016.
- [9] A. Seret, Influence de la mise en forme sur les cinétiques de précipitation durcissante dans les superalliages base nickel Inconel 625 at AD730, Thèse de doctorat, Université de recherche Paris Sciences et Lettres, 2019.

- [10] A. Laurence, Impact du sur-vieillessement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65, Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA, 2015.
- [11] R.A. Ricks, A.J. Porter, R.C. Ecolb, The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys, *Acta Metall.* 31 (1983) 43–53. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(83\)90062-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90062-7).
- [12] M.A. Charpagne, P. Vennéguès, T. Billot, J.M. Franchet, N. Bozzolo, Evidence of multimetric coherent γ' precipitates in a hot-forged γ - γ' nickel-based superalloy, *J. Microsc.* 263 (2016) 106–112. <https://doi.org/10.1111/jmi.12380>.
- [13] C.R. BROOKS, Heat Treatment, Structure and Properties of NonFerrous Alloys, (1982) 403.
- [14] K. Alvarado, I. Janeiro, S. Florez, B. Flipon, J.M. Franchet, D. Locq, C. Dumont, N. Bozzolo, M. Bernacki, Dissolution of the primary γ' precipitates and grain growth during solution treatment of three nickel base superalloys, *Metals (Basel)*. 11 (2021) 1–30. <https://doi.org/10.3390/met11121921>.
- [15] M. Durand, Analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l'alliage AD730TM au cours du revenu de relaxation des contraintes, Thèse de doctorat, Université de recherche Paris Sciences et Lettres, 2021. https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03521628%0Ahttps://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03521628/file/2021UPSLM036_archivage.pdf.
- [16] M.P. Jackson, R.C. Reed, Heat treatment of UDIMET 720Li: The effect of microstructure on properties, *Mater. Sci. Eng. A.* 259 (1999) 85–97. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00867-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00867-3).
- [17] R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner, P. Pölt, E. Kozeschnik, Evolution of size and morphology of γ' precipitates in UDIMET 720 Li during continuous cooling, *Proc. Int. Symp. Superalloys.* (2008) 829–836. https://doi.org/10.7449/2008/superalloys_2008_829_836.
- [18] J. Mao, K.M. Chang, W. Yang, D.U. Furrer, K. Ray, S.P. Vaze, Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT, *Mater. Sci. Eng. A.* 332 (2002) 318–329. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01758-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01758-0).

- [19] J.R. Vaunois, J. Cormier, P. Villechaise, A. Devaux, B. Flageolet, Influence of both γ' distribution and grain size on the tensile properties of UDIMET 720Li at room temperature, 7th Int. Symp. Superalloy 718 Deriv. 2010. 1 (2010) 199–213. <https://doi.org/10.1002/9781118495223.ch14>.
- [20] A.R.P. Singh, S. Nag, S. Chattopadhyay, Y. Ren, J. Tiley, G.B. Viswanathan, H.L. Fraser, R. Banerjee, Mechanisms related to different generations of γ' precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy, *Acta Mater.* 61 (2013) 280–293. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.09.058>.
- [21] A. Coyne-Grell, J. Blaizot, S. Rahimi, I. Violatos, S. Nouveau, C. Dumont, A. Nicolaÿ, N. Bozzolo, Recrystallization mechanisms and associated microstructure evolution during billet conversion of a gamma-gamma' nickel based superalloy, *J. Alloys Compd.* 916 (2022) 165465. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.165465>.
- [22] A. Coyne-Grell, J. Blaizot, S. Rahimi, I. Violatos, S. Nouveau, C. Dumont, A. Nicolaÿ, N. Bozzolo, Evolution of γ' Precipitation During the Early Stages of Industrial Forging of a Nickel-Based Superalloy, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* (2022). <https://doi.org/10.1007/s11661-022-06878-w>.
- [23] F. Masoumi, D. Shahriari, M. Jahazi, J. Cormier, A. Devaux, Kinetics and Mechanisms of γ' Reprecipitation in a Ni-based Superalloy, *Sci. Rep.* 6 (2016). <https://doi.org/10.1038/srep28650>.
- [24] M. Avrami, Granulation, phase change, and microstructure kinetics of phase change. III, *J. Chem. Phys.* 9 (1941) 177–184. <https://doi.org/10.1063/1.1750872>.
- [25] E.J. Mittemeijer, Review - Analysis of the kinetics of phase transformations, *J. Mater. Sci.* 27 (1992) 3977–3987.
- [26] A. Seret, C. Moussa, M. Bernacki, N. Bozzolo, A mean field model of agglomeration as an extension to existing precipitation models, *Acta Mater.* 192 (2020) 40–51. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.04.029>.
- [27] A. Seret, C. Moussa, M. Bernacki, N. Bozzolo, On the Coupling between Recrystallization and Precipitation Following Hot Deformation in a γ - γ' Nickel-Based Superalloy, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 49 (2018) 4199–4213. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4707-z>.

- [28] M. Fanfoni, M. Tomellini, The Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov model: A brief review, *II Nuovo Cim. D.* 20 (1998) 1171–1182.
- [29] H. Mirzadeh, A. Najafizadeh, Aging kinetics of 17-4 PH stainless steel, *Mater. Chem. Phys.* 116 (2009) 119–124.
<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2009.02.049>.
- [30] M. Rafiei, H. Mirzadeh, M. Malekan, M.J. Sohrabi, Homogenization kinetics of a typical nickel-based superalloy, *J. Alloys Compd.* 793 (2019) 277–282.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.04.147>.
- [31] M.J. Anderson, F. Schulz, Y. Lu, H.S. Kitaguchi, P. Bowen, C. Argyrakis, H.C. Basoalto, On the modelling of precipitation kinetics in a turbine disc nickel based superalloy, *Acta Mater.* 191 (2020) 81–100.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.03.058>.
- [32] M.J. Anderson, A. Rowe, J. Wells, H.C. Basoalto, Application of a multi-component mean field model to the coarsening behaviour of a nickel-based superalloy, *Acta Mater.* 114 (2016) 80–96.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.05.024>.
- [33] M.J. Anderson, C. Panwisawas, Y. Sovani, R.P. Turner, J.W. Brooks, H.C. Basoalto, Mean-field modelling of the intermetallic precipitate phases during heat treatment and additive manufacture of Inconel 718, *Acta Mater.* 156 (2018) 432–445. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.07.002>.
- [34] M.J. Anderson, J. Benson, J.W. Brooks, B. Saunders, H.C. Basoalto, Predicting Precipitation Kinetics During the Annealing of Additive Manufactured Inconel 625 Components, *Integr. Mater. Manuf. Innov.* 8 (2019) 154–166.
<https://doi.org/10.1007/s40192-019-00134-7>.
- [35] J. Svoboda, F.D. Fischer, P. Fratzl, E. Kozeschnik, Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates I: Theory, *Mater. Sci. Eng. A.* 385 (2004) 166–174.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.06.018>.
- [36] H.J. Jou, P. Voorhees, G.B. Olson, Computer simulations for the prediction of microstructure/property variation in aeroturbine disks, *Proc. Int. Symp. Superalloys.* (2004) 877–886.

- https://doi.org/10.7449/2004/superalloys_2004_877_886.
- [37] R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner, P. Pölt, E. Kozeschnik, Multimodal size distributions of γ' precipitates during continuous cooling of UDIMET 720 Li, *Acta Mater.* 57 (2009) 5739–5747.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.08.002>.
- [38] H. Huang, G. Liu, H. Wang, Z. Wang, H. Zhang, Y. Shao, B. Hu, Effect of cooling rate and resulting microstructure on tensile properties and deformation mechanisms of an advanced PM nickel-based superalloy, *J. Alloys Compd.* 805 (2019) 1254–1259. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.07.221>.
- [39] T. Grosdidier, A. Hazotte, A. Simon, Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 256 (1998) 183–196. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(98\)00795-3](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(98)00795-3).
- [40] K. Mukherjee, T. -W Hsu, M. Kato, Fiber Morphology Resulting from Solid State Coalescence of Spherical Precipitates, *Phys. Status Solidi.* 81 (1984) 439–444. <https://doi.org/10.1002/pssa.2210810204>.
- [41] J. Tiley, G.B. Viswanathan, R. Srinivasan, R. Banerjee, D.M. Dimiduk, H.L. Fraser, Coarsening kinetics of γ' precipitates in the commercial nickel base Superalloy René 88 DT, *Acta Mater.* 57 (2009) 2538–2549.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.02.010>.
- [42] S.J. Yeom, D.Y. Yoon, M.F. Henry, The morphological changes of γ' precipitates in a Ni-8Al (wt pct) alloy during their coarsening, *Metall. Trans. A.* 24 (1993) 1975–1981. <https://doi.org/10.1007/BF02666332>.
- [43] L. Xu, C.G. Tian, C.Y. Cui, Y.F. Gu, X.F. Sun, Morphology evolution of unstable γ' in Ni-Co based superalloy, *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*. 30 (2014) 962–967. <https://doi.org/10.1179/1743284713Y.0000000381>.
- [44] S. Antonov, D. Isheim, D.N. Seidman, E. Sun, R.C. Helmink, S. Tin, γ' phase instabilities in high refractory content γ - γ' In-base superalloys, *Proc. Int. Symp. Superalloys. 2016–Janua* (2016) 199–208.
<https://doi.org/10.1002/9781119075646.ch22>.
- [45] J.M. Oblak, J.E. Doherty, A.F. Giamei, B.H. Kear, Precipitation of γ in the γ' of

- nickel-base superalloys, *Metall. Trans.* 5 (1974) 1252–1255.
<https://doi.org/10.1007/BF02644342>.
- [46] H.F. Merrick, Precipitation within γ' particles in nickel-base superalloys, *Metall. Trans.* 4 (1973) 885–887. <https://doi.org/10.1007/BF02643103>.
- [47] E. Cadel, D. Lemarchand, S. Chambreland, D. Blavette, Atom probe tomography investigation of the microstructure of superalloys N18, *Acta Mater.* 50 (2002) 957–966. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00395-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00395-0).
- [48] F. Vogel, N. Wanderka, Z. Balogh, M. Ibrahim, P. Stender, G. Schmitz, J. Banhart, Mapping the evolution of hierarchical microstructures in a Ni-based superalloy, *Nat. Commun.* 4 (2013). <https://doi.org/10.1038/ncomms3955>.
- [49] Y. Yuan, Y.F. Gu, Z.H. Zhong, Z. Shi, T. Osada, T. Yokokawa, H. Harada, γ precipitation in the primary γ' of a new Ni-Co-base disc superalloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 579 (2013) 35–40. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.05.011>.
- [50] B. Flageolet, M. Jouiad, P. Villechaise, J. Mendez, On the role of γ particles within γ' precipitates on damage accumulation in the P/M nickel-base superalloy N18, *Mater. Sci. Eng. A.* 399 (2005) 199–205.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.04.006>.
- [51] S. Katnagallu, S. Vernier, M.A. Charpagne, B. Gault, N. Bozzolo, P. Kontis, Nucleation mechanism of hetero-epitaxial recrystallization in wrought nickel-based superalloys, *Scr. Mater.* 191 (2021) 7–11.
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.09.012>.
- [52] L. Lilensten, P. Kürnsteiner, J.R. Mianroodi, A. Cervellon, J. Moverare, M. Segersäll, S. Antonov, P. Kontis, Segregation of Solute at Dislocations: A New Alloy Design Parameter for Advanced Superalloys, *Superalloys 2020*. Springer, Cham. (2020) 41–51. https://doi.org/10.1007/978-3-030-51834-9_4.
- [53] M.A. Charpagne, T. Billot, J.M. Franchet, N. Bozzolo, Heteroepitaxial recrystallization: A new mechanism discovered in a polycrystalline γ - γ' nickel based superalloy, *J. Alloys Compd.* 688 (2016) 685–694.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.07.240>.
- [54] G.E. Fuchs, Solution heat treatment response of a third generation single crystal

- Ni-base superalloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 300 (2001) 52–60.
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01776-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01776-7).
- [55] T. Grosdidier, A. Hazotte, A. Simon, On the dissolution mechanisms of γ' precipitates in nickel-based superalloys, *Scr. Metall. Mater.* 30 (1994) 1257–1262.
- [56] H. Monajati, M. Jahazi, R. Bahrami, S. Yue, The influence of heat treatment conditions on γ' characteristics in Udimet® 720, *Mater. Sci. Eng. A.* 373 (2004) 286–293. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.027>.
- [57] J. Cormier, X. Milhet, J. Mendez, Effect of very high temperature short exposures on the dissolution of the γ' phase in single crystal MC2 superalloy, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 7780–7786. <https://doi.org/10.1007/s10853-007-1645-3>.
- [58] F. Masoumi, M. Jahazi, D. Shahriari, J. Cormier, Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730™ Ni-based superalloy: Mechanisms and kinetics models, *J. Alloys Compd.* 658 (2016) 981–995. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.11.002>.
- [59] H. Huang, G. Liu, H. Wang, A. Ullah, B. Hu, Dissolution Behavior and Kinetics of γ' Phase During Solution Treatment in Powder Metallurgy Nickel-Based Superalloy, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 51 (2020) 1075–1084. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05581-7>.
- [60] F. Masoumi, M. Jahazi, J. Cormier, D. Shahriari, Dissolution kinetics and morphological changes of γ' in AD730™ superalloy, *MATEC Web Conf.* 14 (2014). <https://doi.org/10.1051/mateconf/20141413005>.
- [61] G. Wang, D.S. Xu, N. Ma, N. Zhou, E.J. Payton, R. Yang, M.J. Mills, Y. Wang, Simulation study of effects of initial particle size distribution on dissolution, *Acta Mater.* 57 (2009) 316–325. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.09.010>.
- [62] J. Tiaden, B. Nestler, H.J. Diepers, I. Steinbach, The multiphase-field model with an integrated concept for modelling solute diffusion, *J. Bronchol. Interv. Pulmonol.* 115 (1998) 73–86.
- [63] C. Beckermann, H.J. Diepers, I. Steinbach, A. Karma, X. Tong, Modeling Melt Convection in Phase-Field Simulations of Solidification, *J. Comput. Phys.* 154

- (1999) 468–496. <https://doi.org/10.1006/jcph.1999.6323>.
- [64] S.G. Kim, W.T. Kim, T. Suzuki, Phase-field model for binary alloys, *Phys. Rev. E - Stat. Physics, Plasmas, Fluids, Relat. Interdiscip. Top.* 60 (1999) 7186–7197. <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.60.7186>.
- [65] M. Soucail, Y. Bienvenu, Dissolution of the γ' phase in a nickel base superalloy at equilibrium and under rapid heating, *Mater. Sci. Eng. A.* 220 (1996) 215–222.
- [66] O.T. Ola, O.A. Ojo, M.C. Chaturvedi, Effect of deformation mode on hot ductility of a γ' precipitation strengthened nickel-base superalloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 585 (2013) 319–325. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.088>.
- [67] I.E. Benrabah, G. Altinkurt, M. Fèvre, M. Dehmas, B. Denand, F. Fossard, J.S. Mérot, G. Geandier, D. Locq, M. Perrut, Monitoring the kinetics of the γ' phase in the N18 superalloy using in situ electrical resistivity measurements, *J. Alloys Compd.* 825 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154108>.
- [68] A. Idhil Ismail, M. Dehmas, E. Aeby-Gautier, B. Appolaire, In situ monitoring of phase transformation kinetics under rapid heating of Ti–6Al–4V titanium alloy, *J. Mater. Res. Technol.* 17 (2022) 2518–2527. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.02.006>.
- [69] R. Giraud, Z. Hervier, J. Cormier, G. Saint-Martin, F. Hamon, X. Milhet, J. Mendez, Strain effect on the γ' dissolution at high temperatures of a nickel-based single crystal superalloy, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 44 (2013) 131–146. <https://doi.org/10.1007/s11661-012-1397-9>.
- [70] S.L. Semiatin, N.C. Levkulich, A.E. Saurber, D.W. Mahaffey, E.J. Payton, O.N. Senkov, The Kinetics of Precipitate Dissolution in a Nickel-Base Superalloy, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 48 (2017) 5567–5578. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4322-4>.
- [71] A. Baldan, Progress in Ostwald ripening theories and their applications to the γ' -precipitates in nickel-base superalloys Part I: Ostwald ripening theories, *J. Mater. Sci.* 37 (2002) 2379–2405. <https://doi.org/10.1023/A:1015408116016>.
- [72] A. Devaux, A. Helstroffer, J. Cormier, P. Villechaise, J. Douin, M. Hantcherli, F. Pettinari-Sturmel, Effect of aging heat-treatment on mechanical properties of

- AD730TM superalloy, 8th Int. Symp. Superalloy 718 Deriv. 2014. (2014) 521–535. <https://doi.org/10.1002/9781119016854.ch41>.
- [73] J. Telesman, P. Kantzos, J. Gayda, P.J. Bonacuse, A. Prescenzi, Microstructural variables controlling time-dependent crack growth in A P/M superalloy, Proc. Int. Symp. Superalloys. (2004) 215–224. https://doi.org/10.7449/2004/superalloys_2004_215_224.
- [74] R.A. Stevens, P.E.J. Flewitt, The effects of γ' precipitate coarsening during isothermal aging and creep of the nickel-base superalloy IN-738, Mater. Sci. Eng. 37 (1979) 237–247. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(79\)90157-5](https://doi.org/10.1016/0025-5416(79)90157-5).
- [75] D.J. Sauza, D.C. Dunand, R.D. Noebe, D.N. Seidman, γ' -(L12) precipitate evolution during isothermal aging of a Co–Al–W–Ni superalloy, Acta Mater. 164 (2019) 654–662. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.11.014>.
- [76] M. Doi, Coarsening Behaviour of Coherent Precipitates in Elastically Constrained Systems—With Particular Emphasis on Gamma-Prime Precipitates in Nickel-Base Alloys—, Mater. Trans. JIM. 33 (1992) 637–649. <https://doi.org/10.2320/matertrans1989.33.637>.
- [77] C. Chu, C. Li, Y. Guan, Y. Liu, Microstructure-dependent coarsening behavior of γ' precipitates in CoNi-based superalloys, Intermetallics. 140 (2022) 107396. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2021.107396>.
- [78] R.S. Moshtaghin, S. Asgari, Growth kinetics of γ' precipitates in superalloy IN-738LC during long term aging, Mater. Des. 24 (2003) 325–330. [https://doi.org/10.1016/S0261-3069\(03\)00061-X](https://doi.org/10.1016/S0261-3069(03)00061-X).
- [79] M. Perez, Gibbs-Thomson effects in phase transformations, Scr. Mater. 52 (2005) 709–712. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.12.026>.
- [80] G.. Greenwood, The growth of dispersed precipitates in solutions, Acta Metall. 4 (1956) 243–248. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(56\)90060-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(56)90060-8).
- [81] P. w. Voorhees, Ostwald ripening of two-phase mixtures, Annu. Rev. Mater. Sci. 22 (1992) 197–215.
- [82] N. Mrozowski, G. Hénaff, F. Hamon, A.-L. Rouffié, J.-M. Franchet, J. Cormier, P. Villechaise, Aging of γ' Precipitates at 750° C in the Nickel-Based Superalloy

- AD730TM: A Thermally or Thermo-Mechanically Controlled Process?, *Metals* (Basel). 10 (2020) 426.
- [83] Z. Mao, C.K. Sudbrack, K.E. Yoon, G. Martin, D.N. Seidman, The mechanism of morphogenesis in a phase-separating concentrated multicomponent alloy, *Nat. Mater.* 6 (2007) 210–216. <https://doi.org/10.1038/nmat1845>.
- [84] J. Tiley, G.B. Viswanathan, R. Srinivasan, R. Banerjee, D.M. Dimiduk, H.L. Fraser, Coarsening kinetics of γ' precipitates in the commercial nickel base Superalloy René 88 DT, *Acta Mater.* 57 (2009) 2538–2549. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.02.010>.
- [85] T. Wang, G. Sheng, Z.K. Liu, L.Q. Chen, Coarsening kinetics of γ' precipitates in the Ni-Al-Mo system, *Acta Mater.* 56 (2008) 5544–5551. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.07.024>.
- [86] F. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena*, Elsevier Ltd., 2004.
- [87] P.A. Manohar, M. Ferry, T. Chandra, Five Decades of the Zener Equation, *ISIJ Int.* 38 (1998) 913–924. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.38.913>.
- [88] N. Moelans, B. Blanpain, P. Wollants, A phase field model for the simulation of grain growth in materials containing finely dispersed incoherent second-phase particles, *Acta Mater.* 53 (2005) 1771–1781. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.12.026>.
- [89] T. Nishizawa, I. Ohnuma, K. Ishida, Examination of the Zener relationship between grain size and particle dispersion, *Mater. Trans. JIM.* 38 (1997) 950–956. <https://doi.org/10.2320/matertrans1989.38.950>.
- [90] M.A. Miodownik, *Zener Pinning*, Elsevier Ltd., 2001.
- [91] N. Bozzolo, A. Agnoli, N. Souai, M. Bernacki, R.E. Loge, Strain induced abnormal grain growth in nickel base superalloys, *Mater. Sci. Forum.* 753 (2013) 321–324. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.753.321>.
- [92] A. Agnoli, M. Bernacki, R.E. Logé, J. Franchet, J. Laigo, N. Bozzolo, A. Agnoli, M. Bernacki, R.E. Logé, J. Franchet, J. Laigo, I.E.S. Huron, R.C. Reed, M.C. Hardy, Understanding and modeling of grain boundary pinning in Inconel718,

- 12th Int. Symp. Superalloys. (2012).
- [93] A. Agnoli, Origine de l'éclatement de grain sur des pièces forgées en Inconel 718, Thèse de doctorat, Université de recherche Paris Sciences et Lettres, 2013.
- [94] M.F. Ashby, J. Harper, J. Lewis, The interaction of crystal boundaries with second-phase particles, *Trans Met Soc AIME*. 245 (1969) 413–420.
- [95] S.P. Ringer, W.B. Li, K.E. Easterling, On the interaction and pinning of grain boundaries by cubic shaped precipitate particles, *Acta Metall.* 37 (1989) 831–841. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(89\)90010-2](https://doi.org/10.1016/0001-6160(89)90010-2).
- [96] J. V. Bee, A.R. Jones, P.R. Howell, The interaction of recrystallizing interfaces with intragranular precipitate dispersions in a nickel-base superalloy, *J. Mater. Sci.* 16 (1981) 1471–1476. <https://doi.org/10.1007/BF02396865>.
- [97] H. Kreye, E. Hornbogen, F. Haessner, Recrystallization of supersaturated and plastically deformed solid solutions of nickel, *Phys. Status Solidi*. 1 (1970) 97–108.
- [98] A. Porter, B. Ralph, The recrystallization of nickel-base superalloys, *J. Mater. Sci.* 16 (1981) 707–713. <https://doi.org/10.1007/BF02402788>.
- [99] R.D. Doherty, Role of interfaces in kinetics of internal shape changes, *Met. Sci.* 16 (1982) 1–14. <https://doi.org/10.1179/030634582790427019>.
- [100] E. Nes, N. Ryum, O. Hunderi, On the Zener drag, *Acta Mater.* 33 (1985) 11–22.
- [101] S. Vernier, J.M. Franchet, C. Dumont, P. Vennéguès, N. Bozzolo, γ' Precipitates With a Twin Orientation Relationship To Their Hosting Grain in a γ - γ' Nickel-Based Superalloy, *Scr. Mater.* 153 (2018) 10–13. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.04.037>.
- [102] S. Vernier, J.M. Franchet, C. Dumont, N. Bozzolo, A Mechanism Leading to γ' Precipitates with $\{111\}$ Facets and Unusual Orientation Relationships to the Matrix in γ - γ' Nickel-Based Superalloys, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 49 (2018) 4308–4323. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4734-9>.
- [103] T. Konkova, S. Rahimi, S. Mironov, T.N. Baker, Effect of strain level on the evolution of microstructure in a recently developed AD730 nickel based

- superalloy during hot forging, *Mater. Charact.* 139 (2018) 437–445.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.03.027>.
- [104] F. Liu, J. Chen, J. Dong, M. Zhang, Z. Yao, The hot deformation behaviors of coarse, fine and mixed grain for Udimet 720Li superalloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 651 (2016) 102–115. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.10.099>.
- [105] Z. Wan, L. Hu, Y. Sun, T. Wang, Z. Li, Microstructure evolution and dynamic softening mechanisms during high-temperature deformation of a precipitate hardening Ni-based superalloy, *Vacuum.* 155 (2018) 585–593.
<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.06.068>.
- [106] B. Sun, T. Zhang, L. Song, L. Zhang, Microstructural evolution and dynamic recrystallization of a nickel-based superalloy PM EP962NP during hot deformation at 1150 °C, *J. Mater. Res. Technol.* 18 (2022) 1436–1449.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.033>.
- [107] M.A. Charpagne, J.M. Franchet, N. Bozzolo, Overgrown grains appearing during sub-solvus heat treatment in a polycrystalline γ - γ' Nickel-based superalloy, *Mater. Des.* 144 (2018) 353–360. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.02.048>.
- [108] M.A. Charpagne, A.T. Polonsky, M.P. Echlin, S. Jacomet, J. de Jaeger, M. De Graef, N. Bozzolo, T.M. Pollock, Growth accidents induced by primary γ' precipitates in a polycrystalline nickel-based superalloy, *Scr. Mater.* 186 (2020) 109–113. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.05.020>.
- [109] S.A. Nalawade, M. Sundararaman, J.B. Singh, A. Verma, R. Kishore, Precipitation of γ' phase in δ -precipitated Alloy 718 during deformation at elevated temperatures, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2010) 2906–2909.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.01.006>.
- [110] H. Zhang, C. Li, Y. Liu, Q. Guo, Y. Huang, H. Li, J. Yu, Effect of hot deformation on γ'' and δ phase precipitation of Inconel 718 alloy during deformation&isothermal treatment, *J. Alloys Compd.* 716 (2017) 65–72.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.05.042>.
- [111] K. Hou, M. Wang, P. Zhao, M. Ou, H. Li, Y. Ma, K. Liu, Temperature-dependent yield strength and deformation mechanism of a casting Ni-based superalloy containing low volume-fraction γ' phase, *J. Alloys Compd.* 905 (2022)

164187. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164187>.
- [112] M.-A. Charpagne, P. Vennéguès, T. Billot, J.-M. Franchet, N. Bozzolo, Evidence of multimicrometric coherent γ' precipitates in a γ - γ' Nickel-based superalloy, *J. Microsc.* 263 (2016) 106–112.
- [113] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, J.J. Jonas, Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions, *Prog. Mater. Sci.* 60 (2014) 130–207.
<https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.09.002>.
- [114] F.-H. An, D.-Q. Zhang, Peter Feng, Effect of strain on strain-induced precipitation behavior of MnS 3% Si steel, *Steel Res. Int.* 92 (2021) 2000224.
- [115] A. Foul, C. Aranas, B. Guo, J.J. Jonas, Dynamic transformation of $\alpha \rightarrow \beta$ titanium at temperatures below the β -transus in commercially pure titanium, *Mater. Sci. Eng. A.* 722 (2018) 156–159.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.02.097>.
- [116] B. Guo, S.L. Semiatin, J.J. Jonas, S. Yue, Dynamic transformation of Ti-6Al-4V during torsion in the two-phase region, *J. Mater. Sci.* 53 (2018) 9305–9315.
<https://doi.org/10.1007/s10853-018-2237-0>.
- [117] X. Ji, B. Guo, F. Jiang, H. Yu, D. Fu, J. Teng, H. Zhang, J.J. Jonas, Accelerated flow softening and dynamic transformation of Ti-6Al-4V alloy in two-phase region during hot deformation via coarsening α grain, *J. Mater. Sci. Technol.* 36 (2020) 160–166. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.08.005>.
- [118] M. Liu, Z. Wu, R. Yang, J. Wei, Y. Yu, P.C. Skaret, H.J. Roven, DSC analyses of static and dynamic precipitation of an Al-Mg-Si-Cu aluminum alloy, *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.* 25 (2015) 153–158.
<https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2015.02.004>.
- [119] X. Huang, H. Zhang, Y. Han, W. Wu, J. Chen, Hot deformation behavior of 2026 aluminum alloy during compression at elevated temperature, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2010) 485–490. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.09.042>.
- [120] N. Jin, H. Zhang, Y. Han, W. Wu, J. Chen, Hot deformation behavior of 7150 aluminum alloy during compression at elevated temperature, *Mater. Charact.* 60

- (2009) 530–536. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2008.12.012>.
- [121] L. Couturier, A. Deschamps, F. De Geuser, F. Fazeli, W.J. Poole, An investigation of the strain dependence of dynamic precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy, *Scr. Mater.* 136 (2017) 120–123. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.04.031>.
- [122] X.L. Ma, S. Eswarappa Prameela, P. Yi, M. Fernandez, N.M. Krywopusk, L.J. Kecskes, T. Sano, M.L. Falk, T.P. Weihs, Dynamic precipitation and recrystallization in Mg-9wt.%Al during equal-channel angular extrusion: A comparative study to conventional aging, *Acta Mater.* 172 (2019) 185–199. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.04.046>.
- [123] B. Guo, S.L. Semiatin, J.J. Jonas, Dynamic transformation during the high temperature deformation of two-phase titanium alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 761 (2019) 138047. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138047>.
- [124] J. Weertman, Zener-Stroh crack, Zener-Hollomon parameter, and other topics, *J. Appl. Phys.* 60 (1986) 1877–1887. <https://doi.org/10.1063/1.337236>.
- [125] S.F. Medina, C.A. Hernandez, General expression of the Zener-Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels, *Acta Mater.* 44 (1996) 137–148. [https://doi.org/10.1016/1359-6454\(95\)00151-0](https://doi.org/10.1016/1359-6454(95)00151-0).
- [126] T. Seshacharyulu, S.C. Medeiros, W.G. Frazier, Y.V.R.K. Prasad, Microstructural mechanisms during hot working of commercial grade Ti-6Al-4V with lamellar starting structure, *Mater. Sci. Eng. A.* 325 (2002) 112–125. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01448-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01448-4).
- [127] P.M. Souza, P.D. Hodgson, B. Rolfe, R.P. Singh, H. Beladi, Effect of initial microstructure and beta phase evolution on dynamic recrystallization behaviour of Ti6Al4V alloy - An EBSD based investigation, *J. Alloys Compd.* 793 (2019) 467–479. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.04.183>.
- [128] C. Poletti, L. Germain, F. Warchomicka, M. Dikovits, S. Mitsche, Unified description of the softening behavior of beta-metastable and alpha+beta titanium alloys during hot deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 651 (2016) 280–290. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.10.109>.

- [129] D.L. OuYang, M.W. Fu, S.Q. Lu, Study on the dynamic recrystallization behavior of Ti-alloy Ti-10V-2Fe-3V in β processing via experiment and simulation, *Mater. Sci. Eng. A.* 619 (2015) 26–34.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.09.067>.
- [130] S.Q. Xiao, P.-J. Wilbrandt, P. Haasen, HREM observation of the nucleation of γ' -precipitates at dislocations in a Ni-12at.%Al alloy, *Scr. Metall.* 23 (1989) 295–300.
- [131] W.P. Sun, M. Militzer, J.J. Jonas, Strain-induced nucleation of MnS in electrical steels, *Metall. Trans. A.* 23 (1992) 821–830.
<https://doi.org/10.1007/BF02675559>.
- [132] M. Militzer, W.P. Sun, J.J. Jonas, Modelling the effect of deformation-induced vacancies on segregation and precipitation, *Acta Metall. Mater.* 42 (1994) 133–141.
- [133] L.X. Zhou, T.N. Baker, Effects of strain rate and temperature on deformation behaviour of IN 718 during high temperature deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 177 (1994) 1–9. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)90472-3](https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)90472-3).
- [134] S.C. Medeiros, W.O. Frazier, Y.V.R.K. Prasad, Hot deformation mechanisms in a powder metallurgy nickelbase superalloy in 625, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 31 (2000) 2317–2325. <https://doi.org/10.1007/s11661-000-0147-6>.
- [135] H. Monajati, M. Jahazi, S. Yue, A.K. Taheri, Deformation characteristics of isothermally forged UDIMET 720 nickel-base superalloy, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 36 (2005) 895–905. <https://doi.org/10.1007/s11661-005-0284-z>.
- [136] I. Weiss, S.L. Semiatin, Thermomechanical processing of beta titanium alloys - An overview, *Mater. Sci. Eng. A.* 263 (1999) 243–256.
[https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(98\)01155-1](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(98)01155-1).
- [137] X. Ji, B. Guo, F. Jiang, H. Yu, D. Fu, J. Teng, H. Zhang, J.J. Jonas, Accelerated flow softening and dynamic transformation of Ti-6Al-4V alloy in two-phase region during hot deformation via coarsening α grain, *Blockchain Res. Appl.* (2019). <https://doi.org/10.1016/j.cogsc.2022.100630>.

- [138] S.L. Semiatin, V. Seetharaman, I. Weiss, Flow behavior and globularization kinetics during hot working of Ti-6Al-4V with a colony alpha microstructure, *Mater. Sci. Eng. A.* 263 (1999) 257–271. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(98\)01156-3](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(98)01156-3).
- [139] S.L. Semiatin, G.D. Lahoti, Deformation and unstable flow in hot torsion of Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si., *Metall. Trans. A (Physical Metall. Mater. Sci. 12 A* (1981) 1719–1728. <https://doi.org/10.1007/bf02643754>.
- [140] J. Koike, Y. Shimoyama, I. Ohnuma, T. Okamura, R. Kainuma, K. Ishida, K. Maruyama, Stress-induced phase transformation during superplastic deformation in two-phase Ti-Al-Fe alloy, *Acta Mater.* 48 (2000) 2059–2069. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00049-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00049-5).
- [141] B. Guo, S.L. Semiatin, J. Liang, B. Sun, J.J. Jonas, Opposing and Driving Forces Associated with the Dynamic Transformation of Ti-6Al-4V, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 49 (2018) 1450–1454. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4551-1>.
- [142] H. Oikawa, T. Oomori, Steady state deformation characteristics of α -TiAl solid solutions, *Mater. Sci. Eng.* 104 (1988) 125–130. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(88\)90413-2](https://doi.org/10.1016/0025-5416(88)90413-2).
- [143] S.L. Semiatin, T.R. Bieler, The effect of alpha platelet thickness on plastic flow during hot working of Ti-6Al-4V with a transformed microstructure, *Acta Mater.* 49 (2001) 3565–3573. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00236-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00236-1).
- [144] H. Mecking, U.F. Kocks, C. Hartig, Taylor factors in materials with many deformation modes, *Scr. Mater.* 35 (1996) 465–471. [https://doi.org/10.1016/1359-6462\(96\)00137-6](https://doi.org/10.1016/1359-6462(96)00137-6).
- [145] C.H. Park, J.H. Kim, Y.T. Hyun, J.T. Yeom, N.S. Reddy, The origins of flow softening during higher temperature deformation of a Ti-6Al-4V alloy with a lamellar microstructure, *J. Alloys Compd.* 582 (2014) 126–129. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.08.041>.
- [146] G. Liu, K. Wang, B. He, M. Huang, S. Yuan, Mechanism of saturated flow stress during hot tensile deformation of a TA15 Ti alloy, *Mater. Des.* 86 (2015) 146–151. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.100>.

- [147] T. Furuhashi, B. Poorganji, H. Abe, T. Maki, Dynamic recovery and recrystallization in titanium alloys by hot deformation, *JOM*. 59 (2007) 64–67. <https://doi.org/10.1007/s11837-007-0013-8>.
- [148] C.L. Li, P.L. Narayana, N.S. Reddy, S.W. Choi, J.T. Yeom, J.K. Hong, C.H. Park, Modeling hot deformation behavior of low-cost Ti-2Al-9.2Mo-2Fe beta titanium alloy using a deep neural network, *J. Mater. Sci. Technol.* 35 (2019) 907–916. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.11.018>.
- [149] K. Farmanesh, A. Najafi-Zadeh, Thermomechanical behavior of Ti-6Al-4V alloy, *J. Mater. Sci. Technol.* 19 (2003) 217–220.
- [150] D. Shahriari, M.H. Sadeghi, A. Akbarzadeh, M. Cheraghzadeh, The influence of heat treatment and hot deformation conditions on γ' precipitate dissolution of Nimonic 115 superalloy, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 45 (2009) 841–850. <https://doi.org/10.1007/s00170-009-2036-5>.
- [151] R. Wu, M. Zaiser, S. Sandfeld, A continuum approach to combined γ/γ' evolution and dislocation plasticity in Nickel-based superalloys, *Int. J. Plast.* 95 (2017) 142–162. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2017.04.005>.
- [152] J.K. Tien, S.M. Copley, The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annealed nickel-base superalloy crystals, *Metall. Trans.* 2 (1971) 543–553. <https://doi.org/10.1007/BF02663347>.
- [153] M. Véron, Y. Bréchet, F. Louchet, Strain induced directional coarsening in Ni based superalloys, *Scr. Mater.* 34 (1996) 1883–1886. [https://doi.org/10.1016/1359-6462\(96\)00062-0](https://doi.org/10.1016/1359-6462(96)00062-0).
- [154] P. Kontis, Z. Li, D.M. Collins, J. Cormier, D. Raabe, B. Gault, The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys, *Scr. Mater.* 145 (2018) 76–80. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.10.005>.
- [155] A. Gaubert, Y. Le Bouar, A. Finel, Coupling phase field and viscoplasticity to study rafting in Ni-based superalloys, *Philos. Mag.* 90 (2010) 375–404. <https://doi.org/10.1080/14786430902877802>.
- [156] M. Cottura, Y. Le Bouar, A. Finel, B. Appolaire, K. Ammar, S. Forest, A phase

- field model incorporating strain gradient viscoplasticity: Application to rafting in Ni-base superalloys, *J. Mech. Phys. Solids.* 60 (2012) 1243–1256.
<https://doi.org/10.1016/j.jmps.2012.04.003>.
- [157] T. Tanimoto, M. Moniruzzaman, Y. Murata, N. Miura, Y. Kondo, Y. Tsukada, T. Koyama, Origin of the morphological change from rafted structure to irregular shape of the γ' phase in single crystal nickel-based superalloys, *Comput. Mater. Sci.* 93 (2014) 56–61. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2014.05.055>.
- [158] Y. Tsukada, Y. Murata, T. Koyama, N. Miura, Y. Kondo, Creep deformation and rafting in nickel-based superalloys simulated by the phase-field method using classical flow and creep theories, *Acta Mater.* 59 (2011) 6378–6386.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.06.050>.
- [159] N. Matan, D.C. Cox, C.M.F. Rae, R.C. Reed, On the kinetics of rafting in CMSX-4 superalloy single crystals, *Acta Mater.* 47 (1999) 2031–2045.
[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00093-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00093-2).
- [160] A. Devaux, B. Picqué, M.F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, P. Héritier, AD730TM - A New Nickel-Based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts, *Superalloys 2012.* (2012) 911–919.
<https://doi.org/10.1002/9781118516430.ch100>.
- [161] T. Hansel, Arno; Spittel, Kraft-und arbeitsbedarf bildsamer formgebungsverfahren, *Dtsch. Verlag Fur Grundstoffindustrie.* (1978).
- [162] M.A. Charpagne, P. vennÉguÈs, T. Billot, J.M. Franchet, N. Bozzolo, Evidence of multimicrometric coherent γ' precipitates in a hot-forged γ - γ' nickel-based superalloy, *J. Microsc.* 263 (2016) 106–112. <https://doi.org/10.1111/jmi.12380>.
- [163] L.I. Rudin, S. Osher, E. Fatemi, Nonlinear total variation based noise removal algorithms, *Phys. D.* 60 (1992) 259–268.
[http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/016727899290242F%0Apapers3://publication/doi/10.1016/0167-2789\(92\)90242-F](http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/016727899290242F%0Apapers3://publication/doi/10.1016/0167-2789(92)90242-F).
- [164] N.A. Fleck, M.F. Ashby, J.W. Hutchinson, The role of geometrically necessary dislocations in giving material strengthening, *Scr. Mater.* 48 (2003) 179–183.
[https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(02\)00338-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00338-X).

- [165] H. Gao, Y. Huang, Geometrically necessary dislocation and size-dependent plasticity, *Scr. Mater.* 48 (2003) 113–118. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(02\)00329-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00329-9).
- [166] A. Nicolaÿ, Microstructure et propriétés de l’Inconel 718 DA forgé en presse à vis dans le domaine subsolvus δ , Thèse de doctorat, Université de recherche Paris Sciences et Lettres, 2019.
- [167] Y.Q. Chen, E. Francis, J. Robson, M. Preuss, S.J. Haigh, Compositional variations for small-scale gamma prime (γ') precipitates formed at different cooling rates in an advanced Ni-based superalloy, *Acta Mater.* 85 (2015) 199–206. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.11.009>.
- [168] K. Song, M. Aindow, Grain growth and particle pinning in a model Ni-based superalloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 479 (2008) 365–372. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.09.055>.
- [169] S.L. Semiatin, S.L. Kim, F. Zhang, J.S. Tiley, An Investigation of High-Temperature Precipitation in Powder-Metallurgy, Gamma/Gamma-Prime Nickel-Base Superalloys, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 46 (2015) 1715–1730. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-2748-0>.
- [170] B. Roebuck, D. Cox, R. Reed, The temperature dependence of γ' volume fraction in a Ni-based single crystal superalloy from resistivity measurements, *Scr. Mater.* 44 (2001) 917–921. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(00\)00662-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(00)00662-X).
- [171] M.F. Ashby, K.E. Easterling, A first report on diagrams for grain growth in welds, *Acta Metall.* 30 (1982) 1969–1978. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90100-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90100-6).
- [172] K. Maciejewski, H. Ghonem, Isotropic and kinematic hardening as functions of gamma prime precipitates in a nickel-based superalloy, *Int. J. Fatigue.* 68 (2014) 123–135. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.05.011>.
- [173] A. Seret, C. Moussa, M. Bernacki, N. Bozzolo, On the Coupling between Recrystallization and Precipitation Following Hot Deformation in a γ - γ' Nickel-Based Superalloy, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 49 (2018) 4199–4213. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4707-z>.

- [174] R. Fu, F. Li, F. Yin, D. Feng, Z. Tian, L. Chang, Microstructure evolution and deformation mechanisms of the electroslag refined-continuous directionally solidified (ESR-CDS®) superalloy Rene88DT during isothermal compression, *Mater. Sci. Eng. A.* 638 (2015) 152–164.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.04.068>.
- [175] S.Q. Xiao, P. Haasen, HREM investigation of homogeneous decomposition in a Ni-12 at. % Al alloy, *Acta Metall. Mater.* 39 (1991) 651–659.
[https://doi.org/10.1016/0956-7151\(91\)90133-L](https://doi.org/10.1016/0956-7151(91)90133-L).
- [176] M. Göken, M. Kempf, Microstructural properties of superalloys investigated by nanoindentations in an atomic force microscope, *Acta Mater.* 47 (1999) 1043–1052. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00377-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00377-2).
- [177] J. Chen, J. Dong, M. Zhang, Z. Yao, Deformation mechanisms in a fine-grained Udimet 720LI nickel-base superalloy with high volume fractions of γ' phases, *Mater. Sci. Eng. A.* 673 (2016) 122–134.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.068>.
- [178] A. Pineau, Influence of uniaxial stress on the morphology of coherent precipitates during coarsening-elastic energy considerations, *Acta Metall.* 24 (1976) 559–564.
[https://doi.org/10.1016/0001-6160\(76\)90101-2](https://doi.org/10.1016/0001-6160(76)90101-2).
- [179] J. D. Eschelby, Edited by I. N. Sneddon, Elastic inclusions and inhomogeneities, *Process Solid Mech.* 2 (1961) 89–140.
- [180] M. Legros, G. Dehm, E. Arzt, T.J. Balk, Observation of giant diffusivity along dislocation cores, *Science* (80-.). 319 (2008) 1646–1649.
<https://doi.org/10.1126/science.1151771>.
- [181] P.G. McCormick, Portevin-Le Chatelier effect in an Al-Mg-Si Alloy, *Acta Metall.* 19 (1971) 463–471.
- [182] A.H. Cottrell, A note on the Portevin-Le Chatelier Effect, *Univ. Birmingham.* 44 (1953) 829–832.
- [183] Y. Cai, C. Tian, S. Fu, G. Han, C. Cui, Q. Zhang, Influence of γ' precipitates on Portevin-Le Chatelier effect of NI-based superalloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 638 (2015) 314–321. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.04.033>.

- [184] C. Cui, R. Zhang, Y. Zhou, X. Sun, Portevin-Le Châtelier effect in wrought Ni-based superalloys: Experiments and mechanisms, *J. Mater. Sci. Technol.* 51 (2020) 16–31. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.03.023>.
- [185] P. Fernandez-Zelaia, B.S. Adair, V.M. Barker, S.D. Antolovich, The Portevin-Le Chatelier Effect in the Ni-Based Superalloy IN100, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 46 (2015) 5596–5609. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-3126-7>.
- [186] M.S. Chen, Z.H. Zou, Y.C. Lin, H. Bin Li, G.Q. Wang, Y.Y. Ma, Microstructural evolution and grain refinement mechanisms of a Ni-based superalloy during a two-stage annealing treatment, *Mater. Charact.* 151 (2019) 445–456. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.03.037>.
- [187] C. Ghosh, C. Aranas, J.J. Jonas, Dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the Ae₃, *Prog. Mater. Sci.* 82 (2016) 151–233. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.04.004>.
- [188] I.S. Janeiro, J. Franchet, J. Cormier, N. Bozzolo, Dynamic Precipitation During Forging of a $\gamma - \gamma'$ Nickel-Based Superalloy, *Metall. Mater. Trans.* (2023) 1–19. <https://doi.org/10.1007/s11661-023-06996-z>.
- [189] J.M. Oblak, J.E. Doherty, A.F. Giamei, Precipitation of γ_2 in the γ' of Nickel-Base Superalloys, *Metall. Trans.* 5 (1974) 1252–1255.

RÉSUMÉ

Les superalliages à base de Ni sont des matériaux métalliques à hautes performances qui présentent d'excellentes propriétés mécaniques à haute température. Ils sont largement utilisés par le secteur aéronautique, tant à l'état forgé qu'à l'état coulé, dans les parties des turboréacteurs les plus chaudes et soumises à de fortes contraintes. Afin d'élever la température de fonctionnement des moteurs et ainsi de réduire la consommation de carburant et les émissions de gaz à effet de serre, le superalliage base Ni polycristallin René 65 a été choisi pour la fabrication de certains disques de turbine des turboréacteurs de nouvelle génération.

Un effet non négligeable de la vitesse de chauffage sur les évolutions de la phase γ' a été observé pour des températures proches de la température de solvus γ' ($T > 1010$ °C) pour l'alliage René 65. Un modèle phénoménologique qui décrit l'évolution de la fraction de précipités γ' primaires en fonction du temps et de la température a été établie pour les alliages René 65 et AD730TM. Cette relation permet une meilleure estimation de la taille de grains et de l'évolution des précipités γ' lors de traitements sub-solvus en isotherme. Le phénomène de précipitation dynamique a été observé pour les superalliages γ - γ' . Deux types de précipités dynamiques (i.e. formés lors de la déformation à chaud) ont été caractérisés. La précipitation dynamique semble être favorisée à hautes températures, à faibles vitesses de déformation et à hauts niveaux de déformation jusqu'à un certaine limite, définie à 1,0 pour l'alliage René 65 dans les conditions investiguées. En régime post-dynamique, l'évolution des deux types de précipités γ' dynamiques se produit de manière distincte les uns des autres. Une distribution bimodale de précipités γ' a été observée juste après le traitement de mise en solution. Un scénario a été proposé afin d'expliquer l'origine de l'état de précipitation γ' , en prenant en compte l'histoire thermomécanique de l'alliage René 65.

MOTS CLÉS

Superalliages base nickel, microstructure γ - γ' , précipitation γ' , forgeage à chaud, recristallisation

ABSTRACT

Ni-based superalloys are high-performance metallic materials possessing excellent mechanical properties at high temperatures. They are widely used in the aerospace industry, both in wrought and cast states, in the hottest and most highly stressed parts of jet engines. In order to increase the operating temperature of engines and thus reduce fuel consumption and greenhouse gas emissions, the polycrystalline Ni-based superalloy René 65 has been chosen for the manufacturing of certain turbine disks in new generation jet engines.

A non-negligible effect of the heating rate on the γ' phase evolutions was observed for temperatures closer to the γ' solvus temperature ($T > 1010$ °C) for the René 65 alloy. A phenomenological model describing the evolution of the of primary γ' precipitates fraction as a function of time and temperature was established for René 65 and AD730TM alloys. This relationship provides a better estimation of the grain size and γ' precipitates evolutions during γ' sub-solvus isothermal treatments. The dynamic precipitation phenomenon was observed for γ - γ' superalloys. Two types of dynamic γ' precipitates (i.e. developed during hot deformation) have been characterized. Dynamic precipitation seems to be favored at high temperatures, low strain rates and high strain levels up to a certain limit, defined as 1.0 for the René 65 alloy under the investigated conditions. In the post-dynamic regime, the evolution of the two types of dynamic γ' precipitates occurs distinctly from each other. A scenario was proposed to explain the origin of the γ' precipitation state, considering the thermomechanical history of the René 65 alloy.

KEYWORDS

Nickel base superalloys, γ - γ' microstructure, γ' precipitation, hot forging, recrystallization