



HAL
open science

Contribution à l'étude mésoscopique de la recristallisation dynamique de l'Inconel 718, lors du forgeage à chaud. : Approches expérimentale et numérique

Julien de Jaeger

► **To cite this version:**

Julien de Jaeger. Contribution à l'étude mésoscopique de la recristallisation dynamique de l'Inconel 718, lors du forgeage à chaud. : Approches expérimentale et numérique. Autre. Ecole Centrale Paris, 2013. Français. NNT : 2013ECAP0005 . tel-01726962

HAL Id: tel-01726962

<https://theses.hal.science/tel-01726962>

Submitted on 8 Mar 2018

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

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



ÉCOLE CENTRALE DES ARTS
ET MANUFACTURES
ÉCOLE CENTRALE PARIS

THÈSE
présentée par

Julien DE JAEGER

pour l'obtention du

GRADE DE DOCTEUR

Spécialité : Mécanique & Matériaux

Laboratoire d'accueil : MSSMat (CNRS UMR 8579)

Sujet :

**Contribution à l'étude de la recristallisation dynamique de
l'Inconel 718 à l'échelle mésoscopique, lors du forgeage à chaud.
Approches expérimentale et numérique.**

CONFIDENTIEL

Thèse soutenue publiquement le 17 janvier 2013 devant le jury composé de :

M. Alain HAZOTTE (LEM3, Univ. Metz)	Rapporteur
M. Frank MONTHEILLET (SMS, Mines Saint-Etienne)	Rapporteur
M. Philippe BOCHER (LOPFA, Univ. du Québec)	Examineur
M. Roland LOGÉ (CEMEF, Mines ParisTech)	Examineur
M. Jacques TSCHOFEN (Forges de Bologne)	Examineur
M. Thierry BAUDIN (ICMMO, Univ. Paris Sud)	Invité
Mme Claire MICHEL (Forges de Bologne)	Invitée
Mme Colette REY (MSSMat, ECP)	Invitée
M. Olivier FANDEUR (LM2S, CEA Saclay)	Co-encadrant de thèse
M. Denis SOLAS (ICMMO, Univ. Paris Sud)	Co-encadrant de thèse
M. Jean-Hubert SCHMITT (MSSMat, ECP)	Directeur de thèse

2013 - ECAP0005

Remerciements

Une thèse n'est rien d'autre, en théorie, que trois ans passés, dans un cadre particulier, à travailler sur un sujet scientifique que l'on doit en définitive s'approprier. Toutefois, cette formation a été également riche en rencontres académiques, professionnelles et humaines en tous genres. Certaines m'ont fait avancer, d'autres moins, l'objectif étant de ne parler que des aspects positifs puisque ce sont, à mon sens, les seuls qui le méritent.

Je souhaite tout d'abord remercier mon jury, composé de onze membres, devant lequel, j'ai vaillamment bataillé pendant 2h30 pour finalement obtenir le grade de docteur. Ma reconnaissance va à Roland LOGE pour avoir accepté de présider mon jury et pour les nombreuses discussions scientifiques que nous avons pu avoir au cours de ma thèse, à Alain HAZOTTE et Frank MONTHEILLET pour avoir rapporté mon manuscrit et enfin à Philippe BOCHER pour l'avoir examiné. Je les remercie pour m'avoir apporté leur vision sur le travail que j'ai proposé et pour avoir contribué, à l'aide de remarques écrites et orales, à l'amélioration de mon travail et de ma compréhension du sujet.

Je remercie également Nicolas RIZZI, Claire MICHEL et Jacques TSCHOFEN pour leur encadrement sur l'aspect industriel de cette thèse. Je leur suis obligé de m'avoir fait confiance sur l'approche que j'ai choisie pour ma thèse et de la liberté qu'ils m'ont laissé dans le choix et la réalisation des campagnes expérimentales et dans le développement numérique.

Une pensée va à Thierry BAUDIN et Colette REY pour leur implication dans l'obtention de cette thèse : je me rappelle encore quand, en stage de fin d'études, je souhaitais poursuivre en thèse avec CET encadrement mais qu'il manquait une chose essentielle : le sujet ! Je suis également gré de son accompagnement à Thierry quand je me suis lancé dans l'aventure de l'enseignement. Je remercie aussi Colette pour avoir contribué à mon changement de style vestimentaire (même si je rédige ces lignes en portant un jean troué) et surtout pour m'avoir initié (non sans mal) à la mécanique des milieux continus et à la plasticité cristalline.

Je suis reconnaissant envers Olivier FANDEUR, d'avoir été au moins autant obstiné que moi pour faire en sorte que le chaînage séquentiel soit ce qu'il est, et ainsi soit-il. Quand je pense qu'au mois de septembre 2012, il a été décidé de modifier fondamentalement l'approche numérique empruntée pendant presque trois ans pour optimiser le chaînage, tout en ayant l'objectif de soutenir, au plus tard, en janvier 2013, je me dis que c'était un pari vraiment osé. Mais nous y sommes finalement arrivés ! J'aimerai également lui dire que ça été un réel bonheur de travailler avec lui.

Je suis également reconnaissant envers Denis SOLAS d'avoir été mon encadrant le plus impliqué dans mon travail de thèse. Son statut a changé car il est passé de professeur en école, à encadrant de stage puis de thèse mais l'admiration que j'ai pour lui est restée intacte. Je le remercie également pour avoir accepté de m'accompagner dans TOUS mes déplacements réalisés dans le cadre de ce travail de thèse. Il fait preuve d'une culture scientifique remarquable et a mis celle-ci à mon service afin de toujours pouvoir m'orienter devant les nombreux obstacles que j'ai rencontré au cours de cette collaboration. Je le laisse retourner à la science pour finaliser un manuscrit tant attendu !

Je suis enfin, pour la section consacrée aux membres du jury, reconnaissant envers Jean-Hubert SCHMITT pour avoir été là (par l'esprit) au moment le plus crucial de ce travail de thèse : la rédaction. Je me rappellerai de ces réunions interminables sur Skype afin de débattre de trois misérables pages! En y repensant, c'est à moment là, que nous avons le plus échangé : il s'est imprégné de mon travail de thèse afin de me faire me poser les bonnes questions quant à la meilleure manière de traiter le sujet. Je le remercie chaleureusement pour ces deux années d'encadrement.

Mes remerciements vont ensuite aux membres de mon laboratoire d'accueil. J'aimerais, dans un premier temps, parler de la force vive qui soutient le laboratoire : les ITA. Je m'adresse plus particulièrement à l'ensemble des ITA du bâtiment G : Sylviane BOURGEOIS (profite bien de ta retraite !), Françoise GARNIER, Sokona KONATE, Thomas REISS et Nicolas ROUBIER. Ce bâtiment est, à mon sens le dernier bastion des matériaux ! J'espère qu'ils résisteront encore longtemps à l'envahisseur ! Je me rappellerai toujours des cafés matinaux partagés avec eux et ce, bien avant l'apparition de la salle Meetic. J'aurai également toujours en mémoire les nombreux stagiaires que je vous ai mis entre les pattes (Laure, Nasser, Florian, David et Mathieu) et la bonne humeur avec laquelle vous le preniez. ^^

Une pensée particulière va à Nicolas ROUBIER. J'ai l'intime conviction que je n'ai pas réalisé ma thèse seul tant Nicolas à été présent sur TOUS les aspects de cette dernière. Et pour cela, il a ma reconnaissance éternelle (même si j'ai oublié de le remercier personnellement le jour de ma soutenance).

Je remercie également Nathalie LANGLET et Thomas REISS pour avoir été présents et pour m'avoir supporté au cours de ma dernière année de thèse, incluant ma période de rédaction. Même s'ils n'ont pas directement travaillé avec moi sur un aspect scientifique, ce qu'ils m'ont tous deux apporté humainement est, à mon sens, bien au-delà de ça.

Mes remerciements vont ensuite aux enseignants-chercheurs que j'ai côtoyé et qui m'ont aidé au cours de cette thèse : Gilles ANDRE, Thierry AUGER, Clotilde BERDIN, Philippe BOMPARD, Bertrand DAVID, Guillaume PUEL et Elsa VENNAT. J'en profite également pour leur exprimer ma reconnaissance pour leur disponibilité.

Mes remerciements vont ensuite aux doctorants, anciens et nouveaux du laboratoire, en commençant par les anciens.

Je remercie, tout d'abord, Julien THEBAULT, alias Julien I, pour m'avoir proposé un stage, en 2008, qui m'a permis de découvrir le monde de la recherche et de faire mes premiers pas au MSSMat. L'encadrement qu'il a effectué ainsi que son charisme et sa maîtrise technique sont les catalyseurs ayant permis de me lancer, moi aussi, dans cette aventure qu'est la thèse. Je le remercie également pour sa confiance pour m'avoir repris en stage de fin d'études et plus récemment pour m'avoir proposé un emploi à la sortie de ma thèse. Travailler avec (pour ^^) Julien a été une expérience enrichissante, et même si je l'ai souvent testé sur ses connaissances techniques, je dois avouer que j'ai une profonde admiration pour lui.

Je remercie ensuite Julien SCHWARTZ, alias Julien II, pour avoir partagé le "bureau des thésards de Colette" avec moi pendant deux ans. Sans sa "geekitude", et également celle de son acolyte Saeid REZAEI, je n'aurais jamais acquis la compétence en simulation numérique que j'ai présentée dans ce manuscrit. Je remercie Julien pour toutes les études et critères qu'il a développé au cours de ces années. Je le remercie également pour toujours avoir été présent, même à la suite de sa thèse : il aimait profiter, le vendredi soir après 19 h, de l'heure de trajet qu'il avait entre son bureau et chez lui pour "raconter de la boue" me permettant ainsi de prendre le recul dont j'avais besoin sur mon travail.

Je remercie également l'ensemble de l'ancienne génération qui m'a accueillie au sein du laboratoire : Denis CEDAT, Anne DEVULDER, Amélie FAU, Saied REZAEI et Huaidong WANG. Mes remerciements sont ensuite destinés aux nouveaux thésards de ce laboratoire qui ont été présents au cours de cette dernière année de thèse.

Je remercie Julien COLOMBEAU, alias Julien IV (même s'il n'en a que le nom !). Je le remercie d'avoir été obligé de partager mon bureau (à mi-temps). Cela m'a permis de mieux le connaître, de voir que derrière son sujet de thèse, ciblé sur la simulation ab-initio, il y avait un authentique geek que j'ai apprécié côtoyer. Je le remercie pour les nombreuses discussions liées à notre série d'animations préférée et des nombreuses répliques qu'il connaît sur le bout des doigts

(mais pas aussi bien que moi). Enfin je le remercie pour sa clairvoyance dans sa sélection de son stagiaire, nous ayant ainsi pu permettre de rencontrer le grand Quentin !

Je remercie Samuel HEMERY, qui aurait pu être un Julien (mais ses parents ont choisi le mauvais prénom à la naissance). Il a également été catapulté, à temps complet, dans mon bureau avec Julien IV et a su mettre son esprit "Thinking" en opposition à mon caractère "Feeling". Je le remercie tout particulièrement pour m'avoir supporté dans ma période de rédaction et pour ne jamais s'être énervé au cours des nombreuses sautes d'humeurs dont j'ai fait preuve, les transformant même en énergie positive. Je le remercie enfin pour son culte, partagé, voué aux fast-foods, permettant de réunir très souvent le bâtiment G autour de pizzas, de mcdo... dont nous attendions la sortie du dernier sandwich avec impatience !

Je remercie Morgan CHABANON, habitant originel du bâtiment G, qui a migré en Chine à l'époque où Samuel et Julien ont investi mon bureau. Même s'il considère que tirer sur des os, c'est un peu comme faire des matériaux, on lui pardonne tant sa joie de vivre est communicative. Je le remercie également, avec l'aide de Bertrand, d'avoir introduit une population, jusque là inexistante au sein du laboratoire, de stagiaire du genre féminin. Celle-ci m'a enfin permis d'avoir une "meuf" !

Je remercie David MARTINS, seul stagiaire dont j'ai assuré l'encadrement qui a souhaité revenir pour une seconde session. Je le remercie de sa capacité d'intégration au sein du laboratoire et bien évidemment pour toute l'aide qu'il m'a apportée au cours des stages. Je le remercie également d'avoir accepté de braver le froid de la région Champagne pour m'accompagner à Bologne en plein mois de février. Ce climat a du lui plaire puisqu'il s'est expatrié au Québec depuis.

Je remercie également les nouveaux thésards arrivés au laboratoire : Wang CHOW (alias Sofi la "SDF"), pour m'avoir associé, sous le prétexte d'une ressemblance litigieuse, au grand génie qu'est Sheldon Cooper et je remercie Maxime PROJETTI pour sa bonne humeur, pour les soirées à la cachette le jeudi soir et pour sa passion pour les hélicoptères.

Je remercie également tous ceux qui ont participé de près ou de loin au bon déroulement de ce travail de thèse.

Je remercie enfin tous mes amis qui le sont resté durant cette période de 39 mois. Je pense en particulier à Audrey, Caroline, Ismaël, Nizar, David, Mélanie, Laurent, Lucie, Delphine, Corentin, Florian, Florent(s), Kevin et Axel.

Enfin, je remercie ma famille en général, mon frère et mes parents en particulier, pour leurs encouragements durant ces huit interminables années d'études, allant jusqu'à sacrifier quelques nuits de sommeil pour préparer le succulent pot d'après thèse. Je ne serai certainement pas allé jusqu'au bout de cette aventure sans leur soutien inconditionnel et je leur dédis sincèrement ce manuscrit.

Julien DE JAEGER
A Châtenay, le 25 janvier 2013

Tables des matières

Tables des matières	i
Introduction	1
Chapitre 1 : Présentation des superalliages base nickel et de l’Inconel 718.....	3
1.1 Superalliages base nickel.....	4
1.1.1 Historique.....	4
1.1.2 Définition et applications.....	5
1.1.3 Composition chimique et grandes familles	6
1.2 L’alliage Inconel 718	7
1.2.1 Mise au point.....	7
1.2.2 Composition chimique	8
1.2.3 Phases en présence.....	11
1.3 Elaboration et mise en forme	11
1.3.1 Elaboration.....	12
1.3.2 Mise en forme.....	13
1.3.3 Propriétés finales des pièces en Inconel 718.....	14
Résumé du chapitre	17
Chapitre 2 : Comportement de l’Inconel 718 au cours de traitements thermiques.....	19
2.1 Théorie de la précipitation appliquée à l’Inconel 718	20
2.1.1 Phases en présence et températures de précipitation.....	20
2.1.2 Mécanismes de précipitation de la phase δ	22
2.1.2.1 Mécanismes de germination.....	22
2.1.2.2 Mécanismes potentiels de croissance.....	23
2.1.3 Cinétiques de précipitation de la phase δ	25
2.1.3.1 Précipitation de la phase δ au cours du refroidissement	25
2.1.3.2 Précipitation à partir d’un état homogénéisé.....	26
2.1.3.3 Précipitation à partir d’un état déformé	26
2.1.3.4 Fraction d’équilibre et fraction critique	28
2.2 Protocole expérimental et caractérisation de l’état de réception	29

2.2.1 Matériel utilisé.....	29
2.2.1.1 Traitements thermiques.....	29
2.2.1.2 Préparation des échantillons.....	30
2.2.1.3 Quantification de la phase δ	31
2.2.2 Caractérisation de l'état de réception.....	34
2.2.2.1 Composition chimique de la nuance étudiée.....	34
2.2.2.2 Microstructures et phases en présence.....	35
2.2.2.3 Structure et orientations cristallines.....	38
2.3 Relation entre précipitation de phase δ et microstructure.....	39
2.3.1 Précipitation à partir d'un état homogénéisé.....	39
2.3.1.1 Construction d'un diagramme TTT.....	40
2.3.1.2 Mécanismes de croissance.....	42
2.3.1.3 Modélisation des cinétiques de précipitation.....	45
2.3.2 Influence du chemin thermique emprunté.....	48
2.3.2.1 Influence d'une trempe intermédiaire.....	49
2.3.2.2 Précipitation à partir de l'état de réception.....	50
2.3.3 Cas industriel : précipitation à 980 °C.....	54
Conclusions intermédiaires.....	56
Chapitre 3 : Mise en forme de l'Inconel 718.....	57
3.1 Mécanismes physiques et comportement mécanique liés à la mise en forme à chaud.....	58
3.1.1 Mécanismes statiques d'évolution microstructurale.....	59
3.1.2 Comportements dynamiques.....	64
3.1.3 Mécanismes microstructuraux post-dynamiques.....	69
3.2 Présentation des essais thermomécaniques.....	69
3.2.1 Dispositif expérimental.....	69
3.2.2 Résultats expérimentaux : comportement mécanique.....	72
3.2.2.1 Frottements.....	72
3.2.2.2 Échauffement adiabatique.....	75
3.2.3 Outils développés pour l'étude des microstructures.....	78
3.2.3.1 Détermination d'une répartition hétérogène de taille de grains.....	78
3.2.3.2 Critère sur la taille de grains.....	79
3.3 Mise en forme super-δ-solvus.....	82
3.3.1 Etat de l'art.....	82
3.3.2 Résultats et analyses de l'étude unipasse.....	85
3.3.2.1 Identification des mécanismes.....	85
3.3.2.2 Influence des conditions thermomécaniques et de la taille de grains initiale.....	93

3.3.3 Etude multipasses.....	99
3.4 Mise en forme sub-δ-solvus.....	107
3.4.1 Etat de l'art.....	107
3.4.1.1 Compétition entre précipitation et recristallisation dynamique	107
3.4.1.2 Dissolution de la phase δ	110
3.4.1.3 Influence de la proportion de phase δ sur le comportement mécanique	113
3.4.2 Résultats expérimentaux de l'étude unipasse.....	114
3.4.2.1 Essais interrompus	115
3.4.2.2 Influence de la fraction de phase δ	120
3.4.2.3 Cinétiques de dissolution dynamique de la phase δ	123
Conclusions intermédiaires.....	128
Chapitre 4 : Modélisation du forgeage de l'Inconel 718.....	131
4.1 Principales approches utilisées pour simuler la recristallisation dynamique ...	132
4.1.1 Simulation de la recristallisation dynamique.....	132
4.1.2 Simulation de la recristallisation couplée à la méthode des éléments finis	134
4.2 Présentation du modèle développé.....	137
4.2.1 Modèle de déformation : CristalECP	137
4.2.1.1 Critère de plasticité et loi d'écoulement	138
4.2.1.2 Loi d'érouissage et loi d'évolution de la densité de dislocations.....	139
4.2.2 Modèle de recristallisation : CAREX.....	140
4.2.2.1 Modèle RecUPS.....	140
4.2.2.2 Evolutions du modèle : CAREX.....	143
4.2.3 Chaînage séquentiel et automatisation.....	146
4.2.3.1 Chaînage séquentiel entre CristalECP et RecUPS (approche simplifiée).....	146
4.2.3.2 Chaînage séquentiel entre CristalECP et CAREX (nouvelle approche).....	147
4.2.4 Conditions aux limites et choix des agrégats	149
4.2.4.1 Conditions aux limites	149
4.2.4.2 Agrégat d'orientations aléatoires	150
4.2.4.3 Agrégat représentant une microstructure réelle	151
4.3 Résultats numériques	152
4.3.1 Identification des paramètres matériaux.....	152
4.3.1.1 Paramètres du modèle de déformation.....	153
4.3.1.2 Paramètres du modèle de recristallisation.....	156
4.3.2 Exploitation des résultats à l'échelle mésoscopique	161
4.3.2.1 Etude de l'évolution des paramètres mésoscopiques	161
4.3.2.2 Validation du chaînage séquentiel à l'aide d'indicateurs mésoscopiques.....	166

4.3.2.3 Recristallisation métadynamique	171
4.3.2.4 Prise en compte du maillage thermique.....	173

Conclusions intermédiaires.....	176
----------------------------------------	------------

Bibliographie.....	181
---------------------------	------------

Annexes	190
----------------------	------------

Annexe 1 : Diffraction des neutrons et analyse des spectres obtenus	191
Annexe 2 : Validation de la chauffe d'un pion ou d'un lopin industriel	194
Annexe 3 : Validation du montage expérimental de trempe	204
Annexe 4 : Traitement des données d'un essai de compression	207
Annexe 5 : Mise en forme sub-δ-solvus complémentaire.....	208
Annexe 6 : Validation industrielle de la mise en forme.....	213

Introduction

Dans l'industrie aéronautique, le développement de nouveaux moteurs, avec des températures de fonctionnement et un rendement toujours plus importants, complexifie sans cesse le cahier des charges des forgerons et leur impose de connaître parfaitement les alliages métalliques afin de maîtriser la prévision des caractéristiques mécaniques (résistance en traction, tenue au fluage ou en fatigue...).

Dans ce cadre, l'Inconel 718, un superalliage base nickel élaboré dans les années 1960, représente, à lui seul, 60 % en masse de ces alliages utilisés dans l'industrie aéronautique. Cette proportion montre à quel point il est nécessaire, pour un forgeron, de maîtriser la mise en forme de cet alliage.

Le forgeron dispose toutefois de peu de marge de manœuvre pour l'obtention des caractéristiques mécaniques de l'Inconel 718, le traitement thermique final de précipitation des phases nanométriques γ' et γ'' , responsables du durcissement de l'alliage, étant imposé par le client. Le forgeron peut donc seulement jouer sur des paramètres de microstructure tels que la taille de grains finale et son homogénéité.

Afin d'obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques, pour une application donnée, le forgeron doit donc forger l'Inconel 718 en présence de phase δ ou non, avec pour but la maîtrise de la taille de grains finale. Toutefois, l'influence de la fraction initiale de phase δ et de son évolution au cours de la mise en forme sur la microstructure sont autant de paramètres qu'il est nécessaire de parfaitement maîtriser pour optimiser la taille de grains finale et donc les caractéristiques mécaniques.

Avec l'objectif de se développer sur le marché de l'industrie aéronautique, en produisant des pièces forgées en Inconel 718, l'entreprise Forges de Bologne investit en 2009 dans une presse à vis de force nominale de 63 MN. Cet investissement est complété par le lancement de deux thèses, l'une au CEMEF et l'autre au laboratoire MSSMat, visant à mieux comprendre la métallurgie de l'alliage Inconel 718 ainsi que l'évolution de sa microstructure au cours de traitements thermiques et thermomécaniques (unipasse et multipasses).

L'objectif industriel de cette thèse est donc de fournir à l'entreprise Forges de Bologne une base de données expérimentale réalisée à l'aide d'échantillons de petites dimensions permettant de définir des gammes de mise en forme (super- δ -solvus et sub- δ -solvus) de l'Inconel 718 sur des pièces de dimensions industrielles. Toutefois, la réalisation de la partie industrielle de la thèse nécessite de maîtriser les phénomènes physiques responsables de l'évolution de microstructure de l'Inconel 718 au cours de la mise en forme. Pour cela, ce manuscrit comporte quatre chapitres :

- *le premier chapitre* est consacré à une présentation générale des superalliages base nickel et de l'alliage Inconel 718 en particulier à travers leur historique, leur composition chimique, la description des phases en présence, des procédés d'élaboration et de mise en forme, et de leurs caractéristiques mécaniques.

- *le deuxième chapitre* est axé autour de l'étude de la précipitation de la phase δ , phase non durcissante en soi, mais pouvant limiter la croissance de grains au cours de traitements thermiques. Le rôle de cette phase est donc primordial pour le contrôle de la taille de grains. La quantification de cette phase est réalisée en utilisant deux méthodes : l'une, par analyse de micrographies MEB couplé à de l'analyse d'images et l'autre par diffraction des neutrons. L'influence du temps et de la température de traitement est étudiée dans le but de proposer une représentation des cinétiques de précipitation de la phase δ . L'effet de la microstructure initiale et du chemin thermique suivi sont également pris en compte dans l'identification des paramètres favorisant les cinétiques de précipitation de la phase δ . Ces dernières sont relativement bien décrites à l'aide du modèle simplifié de Zener. Un prolongement est ensuite proposé avec la réalisation d'un traitement thermique à une température de mise en forme

de 980 °C dans le but de déterminer un critère sur la fraction de phase δ permettant d'ancrer les joints de grains ; un tel traitement pourrait être repris dans des conditions industrielles.

- *le troisième chapitre* s'intéresse à la simulation du forgeage à l'échelle du laboratoire sous forme d'un essai de compression, et à l'étude de la dépendance de la courbe de compression et de la microstructure vis-à-vis des paramètres thermomécaniques. Le but de cette étude est d'identifier et de maîtriser les mécanismes responsables de l'évolution de la taille de grains au cours de la mise en forme. Pour cela, un montage de refroidissement rapide a été développé pour figer la microstructure à différents taux de déformation afin de comprendre l'évolution de microstructure. Dans un premier temps, la température d'essai correspond à des conditions de mise en forme à l'état super- δ -solvus. Dans un deuxième temps, des essais ont été réalisés à température plus faible, en présence de phase δ . Plusieurs études complémentaires ont également permis de déterminer l'influence des conditions thermomécaniques ($\dot{\epsilon}$ et T), de la taille de grains initiale, de la fraction initiale et de la morphologie de la phase δ sur la courbe de compression et sur l'évolution de microstructure permettant de maîtriser la taille de grains finale obtenue. Un intérêt particulier est porté à la mise en forme multipasses, procédé de mise en forme permettant de réduire la contrainte d'écoulement au cours du forgeage par rapport à un essai unipasse, toujours dans le but de maîtriser la taille de grains finale obtenue.

- *le quatrième chapitre* est une étude numérique visant à modéliser le procédé de forgeage super- δ -solvus à l'échelle mésoscopique en réalisant un chaînage séquentiel original entre un modèle de plasticité cristalline basée sur les éléments finis, CristalECP, et un modèle de recristallisation, CAReX, basé sur les automates cellulaires. Dans un premier temps, le chaînage proposé est positionné par rapport aux modèles développées dans la littérature. Ce chaînage est ensuite introduit à travers les équations constitutives des deux modèles, et la présentation de l'automatisation réalisée visant également à optimiser le dialogue entre les deux modèles. Les courbes de compression expérimentales sont ensuite utilisées pour l'identification des paramètres matériaux des deux modèles pour un agrégat d'orientations aléatoires moins coûteux en temps de calcul qu'un agrégat représentant une microstructure réelle. Le même jeu de paramètres est utilisé pour la simulation du forgeage sur un agrégat à trois dimensions représentant une microstructure réelle. Les champs mécaniques et les évolutions de microstructure simulés sont présentés et confrontés aux résultats expérimentaux.

Chapitre 1 : Présentation des superalliages base nickel et de l'Inconel 718

1.1 Superalliages base nickel..... 4

<i>1.1.1 Historique</i>	4
<i>1.1.2 Définition et applications</i>	5
<i>1.1.3 Composition chimique et grandes familles</i>	6

1.2 L'alliage Inconel 718 7

<i>1.2.1 Mise au point</i>	7
<i>1.2.2 Composition chimique</i>	8
<i>1.2.3 Phases en présence</i>	11

1.3 Elaboration et mise en forme..... 11

<i>1.3.1 Elaboration</i>	12
<i>1.3.2 Mise en forme</i>	13
<i>1.3.3 Propriétés finales des pièces en Inconel 718</i>	14

Résumé du chapitre 17

Ce chapitre constitue une introduction générique aux superalliages base nickel. Un intérêt particulier est porté à l'alliage de l'étude : l'Inconel 718, depuis sa mise au point jusqu'à ses applications industrielles actuelles en passant par sa composition chimique, sa métallographie, ses étapes d'élaborations et de mise en forme. Enfin, ses propriétés mécaniques sont discutées.

1.1 Superalliages base nickel

1.1.1 Historique

Le développement des superalliages est lié à l'amélioration des performances des turboréacteurs [REE08] et [GED10]. Ceux-ci ont vu le jour dans les années 1900 et étaient initialement constitués d'aciers inoxydables austénitiques. Les rendements thermiques des premiers moteurs à combustion étaient d'environ 3 % à une température de fonctionnement des turbines de 400 °C. En 1935, un nouveau moteur à combustion fut introduit avec une température au niveau des turbines allant jusqu'à 550 °C, température à laquelle les aciers inoxydables austénitiques conservent encore de bonnes propriétés mécaniques.

Parallèlement au développement de ces moteurs, en 1918, des ingénieurs anglais déposèrent un brevet pour un nouvel alliage : le Nichrome (80 % de nickel et 20 % de chrome), ancêtre des superalliages base nickel. En 1929, afin d'améliorer la résistance mécanique du Nichrome, quelques pourcents d'aluminium et de titane ont été ajoutés à cet alliage qui devint le Nimonic 80. Il a fallu attendre quelques années et l'arrivée du microscope électronique à transmission pour comprendre pourquoi ces éléments d'alliages durcissaient autant le matériau. Il a été dès lors possible de visualiser la phase γ' de composition chimique $Ni_3[Ti,Al]$, responsable de cette augmentation de dureté de l'alliage.

A partir de 1941, l'introduction d'un moteur dans lequel la température de combustion a augmenté jusqu'à 780 °C pour en améliorer le rendement, conduit aux limites d'utilisation des aciers inoxydables austénitiques. Ainsi, une première nuance de superalliage a été introduite dans un moteur d'avion : le Rex-78.

Un saut important est réalisé en 1952 en améliorant l'élaboration des superalliages avec l'introduction des procédés de solidification sous vide, que ce soit par la technique *Vacuum Induction Melting* (VIM) ou *Vacuum Arc Remelting* (VAR). Ces techniques facilitent grandement le contrôle de la composition chimique des superalliages, l'addition d'éléments comme l'aluminium et le titane étant critique car ils ont tendance à s'oxyder rapidement. Ces techniques sous vide ont été à l'origine de l'augmentation des proportions en éléments d'alliages et donc des propriétés mécaniques résultantes. Elles ont, de plus, permis l'introduction en quantités contrôlées d'éléments bénéfiques comme le bore, le manganèse et le silicium, améliorant la ductilité à haute température.

En 1959, la société International Nickel COmpany aussi connue sous le sigle INCO[®], représentée par Eiselstein, élabore l'Inconel 718. Il crée ainsi une nouvelle classe de superalliages base nickel contenant une forte proportion de niobium et de tantale permettant la précipitation d'une seconde phase durcissante : la phase γ'' de composition chimique $Ni_3[Nb,Ta]$.

Il faut également noter qu'en 1969, la société Pratt et Whitney est pionnière dans un nouveau champ d'élaboration des superalliages base nickel : celui de la solidification dirigée. Enfin la dernière avancée majeure dans l'élaboration des superalliages est liée à l'introduction en 1979 du premier superalliage monocristallin : le PWA-1480. En effet, les superalliages monocristallins peuvent atteindre des températures de fonctionnement de l'ordre de 1200 °C et conserver d'excellentes propriétés de résistance au fluage.

L'ensemble des évolutions successives des superalliages présentées précédemment est schématisé sur la Figure 1.1.1 pour la période allant de 1940 à 1990. L'Inconel 718 a été ajouté en rouge sur cette figure.

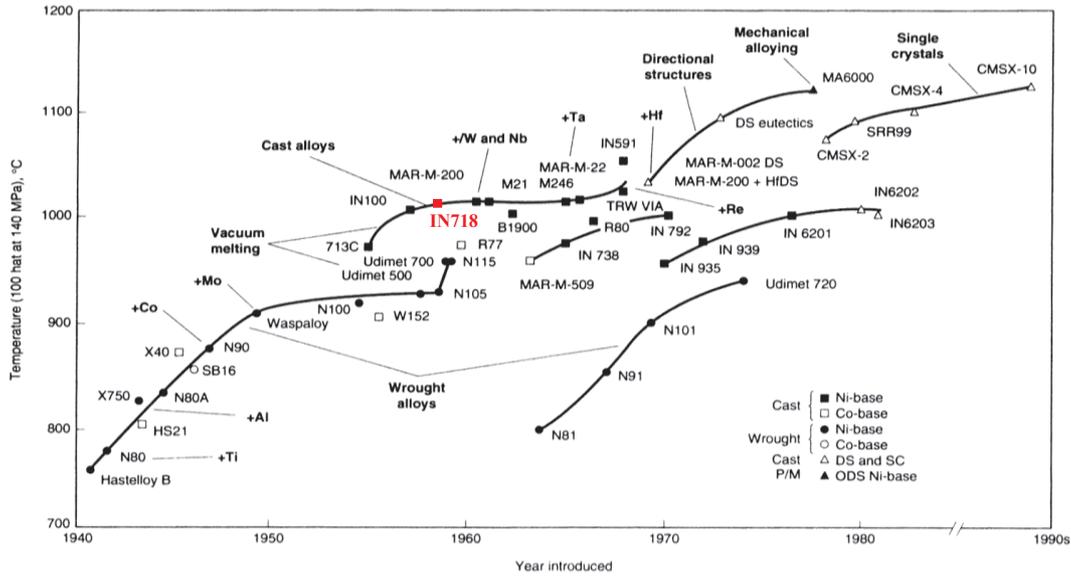


Figure 1.1.1 Evolution des températures de sollicitation des superalliages base nickel en fonction de l'année d'introduction [MOL90]

Les superalliages sont classés selon la température à laquelle il y a rupture lors d'une sollicitation en fluage de 140 MPa pendant 100 h. On remarque que les superalliages coulés, élaborés à partir des méthodes sous vide, ont des meilleures propriétés en fluage à haute température que ceux corroyés. Après s'être intéressé à l'historique des superalliages base nickel, leurs différentes propriétés mécaniques vont être introduites dans la prochaine partie.

1.1.2 Définition et applications

La littérature ne donne pas de définition précise d'un superalliage base nickel. Sur le plan de leur composition chimique, ils ont tous en commun d'avoir le nickel comme constituant majoritaire. D'après leur historique, on peut les définir comme les alliages industriels ayant les meilleures propriétés mécaniques et d'oxydation à haute température. C'est donc à partir de ces deux observations que les superalliages base nickel sont définis. La Figure 1.1.2 permet de confirmer les excellentes propriétés de ces alliages en comparaison avec d'autres alliages métalliques, en particulier lors de fonctionnements longs à haute température.

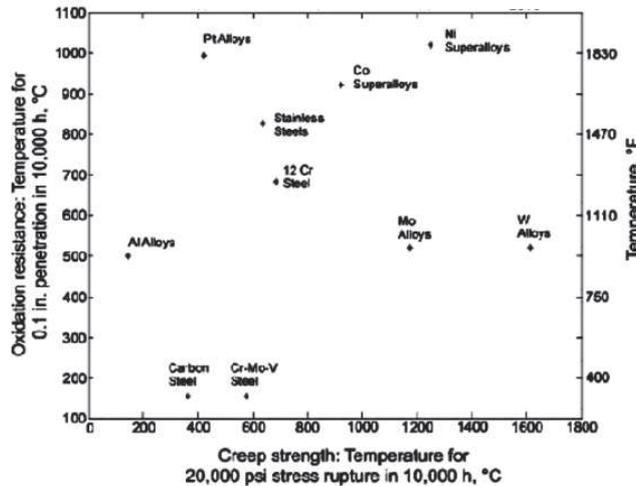


Figure 1.1.2 : Propriétés croisées de la résistance au fluage et de la résistance à l'oxydation de divers alliages métalliques [SIM87]

D'autres alliages réfractaires, comme ceux base tungstène, offrent de meilleures propriétés mécaniques à chaud mais ceux-ci ont une résistance à l'oxydation plus limitée. En contrepartie, les alliages base platine ont une résistance à l'oxydation équivalente aux superalliages base nickel mais présentent un comportement mécanique en fluage limité au-delà de 400 °C. Du fait de leurs excellentes propriétés, les superalliages sont utilisés aujourd'hui dans un large panel d'applications dans les secteurs :

- de l'aéronautique (pièces tournantes, aubes...)
- du nucléaire (turbines, ressorts de grilles...)
- de la pétrochimie (matériel d'extraction, valves de sécurité...)
- de la cryogénie (pompes turbo moléculaires à oxygène liquide...)
- de la construction navale
- de l'usinage (revêtements d'outils de coupe...)

Dans ce manuscrit, le parti pris est de se concentrer uniquement sur la première application citée des superalliages. Ceci pour deux raisons : la première historique, car c'est cette application qui a permis le développement des superalliages, la seconde en fonction du marché principal de l'entreprise finançant ce travail de recherche. Afin d'illustrer ce choix, une vue éclatée du moteur CF6-80C2 de la série CF6 réalisé par l'américain GE est présentée sur la Figure 1.1.3. Ce moteur équipe les Airbus A300, A310 et A330 et les Boeing 747 et 767.

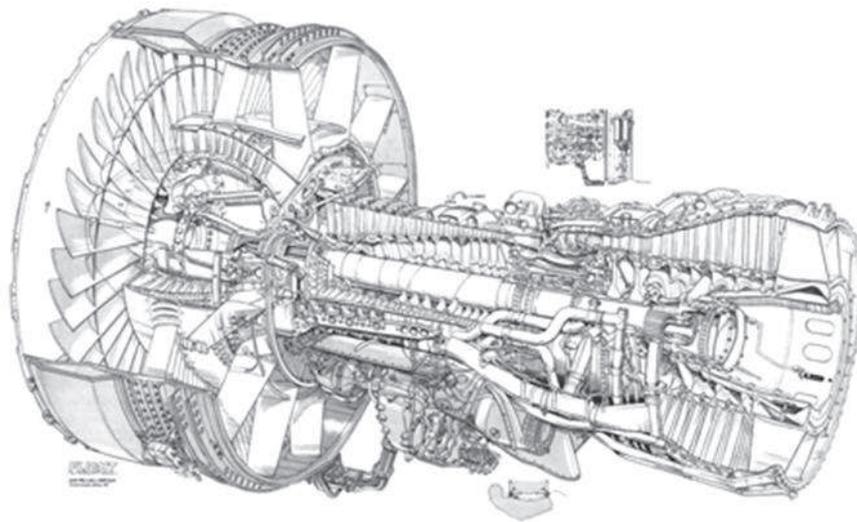


Figure 1.1.3 : Représentation schématique du moteur CF6-80C2 [FLI12]

Un bilan réalisé à la fin des années 1980 par un ingénieur de la société GE sur cette série de moteurs conclut qu'il y a, en pourcentage en masse, 47 % de superalliages, 25 % d'alliages de titane, 16 % d'acier, 8 % d'alliages d'aluminium et 4 % de composites [SCH01]. Ces chiffres soulignent l'utilisation majoritaire des superalliages dans la composition des moteurs actuels.

1.1.3 Composition chimique et grandes familles

Les superalliages sont les alliages métalliques ayant une composition chimique complexe intégrant une dizaine d'éléments, voire plus. Il existe d'après la littérature trois grandes familles de superalliages : les bases nickel, les bases cobalt et les bases fer-nickel.

Dans ce manuscrit seule la famille des superalliages base nickel est étudiée. Le rôle principal de chacun de ces éléments, ainsi que leur importance relative, sont présentés sous forme de tableau périodique sur la Figure 1.1.4. Le nickel est l'élément majoritaire, ce qui est cohérent avec la

définition de ces alliages. On peut également y trouver, dans des proportions moindres, le chrome, le cobalt, le fer, l'aluminium, le titane, le niobium, le tantale, le molybdène et le tungstène.

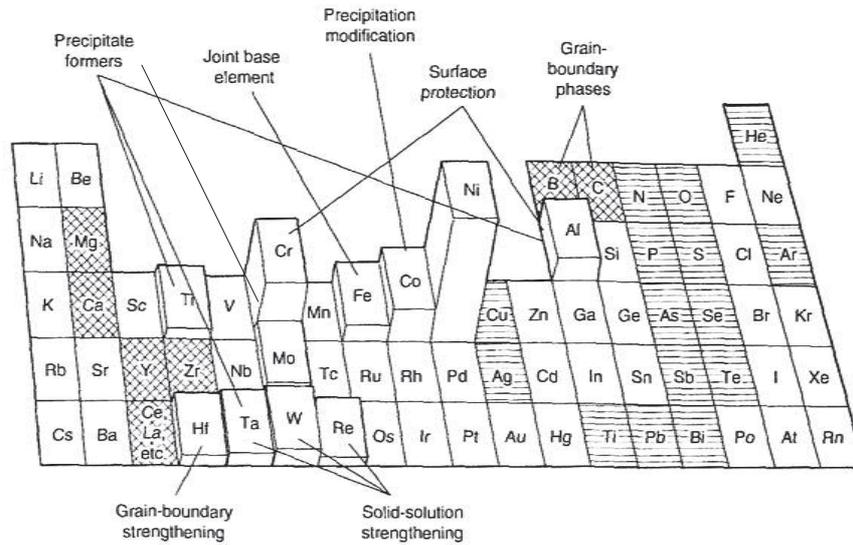


Figure 1.1.4 : Proportion d'éléments du tableau périodique présents dans la composition des superalliages base nickel [DAV97]

Le rôle particulier des différents éléments d'additions des superalliages base nickel sera discuté dans la présentation du matériau de l'étude. Il en ressort toutefois que la famille des superalliages base nickel se subdivise en sous-familles liées au mode de durcissement. Celui-ci peut se faire de quatre manières :

- par précipitation de la phase γ' de composition chimique $Ni_3[Ti,Al]$
- par précipitation de la phase γ'' de composition chimique Ni_3Nb
- par solution solide et par précipitation de carbures
- par dispersion d'oxydes (ODS)

Un superalliage base nickel peut appartenir à deux sous-familles de durcissement différentes. C'est le cas, par exemple, de l'alliage MA 6000 durci par précipitation de la phase γ' et par une dispersion de particules inertes d'oxyde d'yttrium (ODS). Cet alliage apparaît d'ailleurs sur la Figure 1.1.1 comme ayant d'excellentes propriétés mécaniques en fluage à haute température. Un second exemple d'appartenance à deux sous-familles de durcissement est le cas de l'Inconel 718, matériau de l'étude, durci par les phases γ' et γ'' .

1.2 L'alliage Inconel 718

1.2.1 Mise au point

La première citation de l'Inconel 718 dans la littérature date du 16 mai 1959 et provient d'un rapport d'introduction de l'alliage par la société INCO [BAR89]. Ce rapport présente comment les propriétés mécaniques à haute température de cet alliage, fraîchement élaboré, permettent de concurrencer les nuances utilisées à l'époque comme le René 41, le Chromoloy ou l'alliage A286 pour la réalisation des pièces pour moteurs de l'américain GE comme le J79 et le J93. Une figure issue de ce rapport, retranscrite par Barker, permet d'appréhender ces excellentes propriétés mécaniques (Figure 1.2.1).

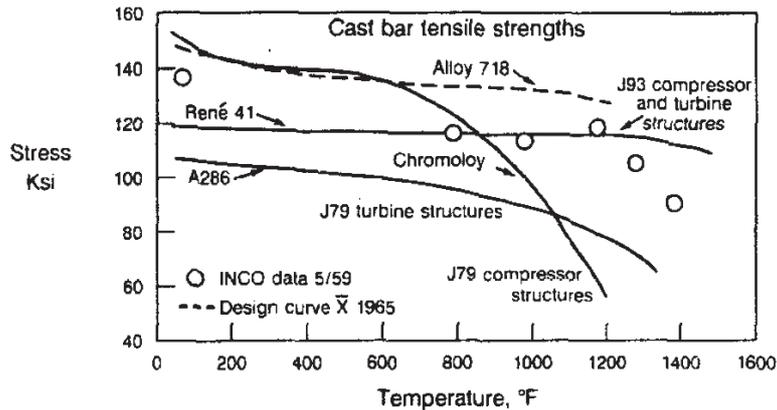


Figure 1.2.1 : Propriétés mécaniques comparées d'alliages utilisés sur des moteurs commercialisés en 1965 à l'Inconel 718 [BAR89]

Barker a d'ailleurs ajouté sur cette figure une courbe mécanique réalisée par Eiselstein, l'élaborateur de l'Inconel 718. Il publia un article en 1965 intitulé : « *Metallurgy of a columbium¹-hardened nickel-chromium-iron alloy* » où il caractérise les différentes propriétés chimiques, thermiques et mécaniques de cet alliage, ce qui en fait le tout premier article de référence sur l'Inconel 718 [EIS65].

L'exploitation de la Figure 1.2.1 permet de constater que le comportement mécanique de l'Inconel 718 le présentent pour remplacer les différentes nuances de l'époque : il présente une résistance en traction de 140 Ksi (970 MPa) et supérieure de 20 Ksi (≈ 150 MPa) par rapport à son principal concurrent, le René 41 sur une plage de température allant de 400 F à 1200 F (200 °C à 650 °C).

Le facteur prépondérant qui a permis le déploiement rapide de l'Inconel 718 est lié à ses bonnes propriétés à 650 °C, et au fait d'être dénué ou presque de cobalt dans sa composition chimique (< 1 %). En effet, entre 1972 et 1978, une crise mondiale autour de cet élément a multiplié son prix par dix [SHE98].

Dans les années 2000, cet alliage constitue à lui seul 34 % en poids total des constituants des moteurs d'avions comme par exemple le CF6 et le CFM56 de GE [SCH01].

1.2.2 Composition chimique

Dans un premier temps, le rôle des principaux éléments présents dans la composition d'un superalliage base nickel est précisé, détaillant la Figure 1.1.4. Le manuscrit se focalisera ensuite sur la composition chimique de l'Inconel 718 comparée à celles des superalliages utilisés dans les moteurs d'avions à l'époque de son élaboration.

Les divers éléments présents de manière significative dans la composition chimique d'un superalliage base nickel sont :

- le *nickel*. Des trois grandes familles de superalliages, la famille des superalliages base nickel est la seule à avoir une matrice de structure cubique à faces centrées à toute température, jusqu'à température ambiante. De plus, le nickel confère au superalliage d'excellentes propriétés mécaniques à température ambiante et à chaud.

- le *chrome* apporte des propriétés de résistance contre l'oxydation à froid et à chaud. Sa proportion influe également sur la taille, la forme et la distribution des précipités de phase γ' , comme

¹ le columbium correspond au terme utilisé par les américains pour désigner le niobium

il le sera observé dans ce chapitre. Il assure également un durcissement de la matrice de nickel par effet de solution solide de substitution. Toutefois, sa teneur doit être limitée à 20 % au maximum de façon à éviter la précipitation de phases de Laves (A_2B), en particulier, néfastes à la ductilité de l'alliage après des temps de maintien longs en température.

- le *fer* donne de bonnes propriétés de soudabilité au superalliage. Coûtant moins cher que le nickel, il entre souvent en substitution partielle du nickel. Il contribue également à l'augmentation de la dureté de la matrice de nickel par effet de solution solide de substitution.

- le *molybdène* et le *tungstène*. Ces éléments réfractaires confèrent au superalliage de très bonnes propriétés mécaniques à haute température et participent également au durcissement de la matrice de nickel par solution solide.

- le *niobium* et le *tantale* permettent la précipitation de phases telles que γ'' ($Ni_3[Nb,Ta]$), responsable du durcissement du superalliage, δ (Ni_3Nb), responsable de l'ancrage des joints de grains et de carbures primaires, issus de l'étape de solidification, de type MC. Le tantale n'est plus beaucoup utilisé dans les compositions actuelles du fait de son différentiel de coût avec le niobium.

- le *titane* facilite la précipitation de la phase γ' , bénéfique pour la résistance à chaud des superalliages. Il a été néanmoins montré que cette phase de composition chimique $Ni_3[Ti,Al]$ tend vers une phase d'équilibre η néfaste pour les propriétés mécaniques aux longs temps de traitements thermiques. Il peut aussi servir à la précipitation de carbures primaires de type MC, abaissant ainsi les réserves en titane pour la précipitation de la phase γ' . Enfin cet élément, présent en de trop grandes proportions, est néfaste aux propriétés de soudabilité du superalliage.

- l'*aluminium* améliore les propriétés de résistance à l'oxydation du superalliage en formant avec l'oxygène une couche passive. Il favorise également la précipitation de la phase γ' . Enfin, comme le titane, il peut réduire la soudabilité du superalliage s'il est ajouté en de trop grandes quantités.

- le *cobalt* durcit la matrice de nickel par effet de solution solide.

A partir de ces différentes informations, il est possible de préciser la composition chimique de l'Inconel 718. Sa composition au moment de son élaboration dans les années 1960 peut être comparée aux deux autres nuances présentes dans les moteurs d'avions en service à cette époque permettant de mettre en lumière les apports de ce nouvel alliage à base nickel (Tableau 1.2.1).

Tableau 1.2.1 : Composition chimique en poids de différentes nuances de superalliages base nickel

Eléments	Inconel 718	René 41	A286
Ni	52,5	bal	26,0
Fe	bal	5,0	bal
Cr	19,0	19,0	15,0
Mo	3,0	9,8	1,3
Nb + Ta	5,3	0	0
Ti	1,0	1,5	2,1
Al	0,5	3,2	0,3
Co	0	11,3	0

Ainsi, l'alliage A286 est un superalliage de la famille fer-nickel, utilisé pour réaliser les pièces de turbine du moteur J79. La teneur en fer de la matrice conduit à des propriétés mécaniques plus faibles que celles des superalliages à base nickel et de l'Inconel 718 en particulier, car le durcissement est majoritairement obtenu par solution solide ou précipitation de carbures plutôt que par précipitation d'une seconde phase durcissante. Cette différence de propriétés mécaniques entre l'alliage A286 et les superalliages base nickel est visualisée sur la Figure 1.2.1.

Le René 41 est un superalliage base nickel présent dans les turbines et dans le compresseur du moteur J93. Il présente néanmoins trois différences majeures de composition avec l'Inconel 718 :

- le René 41 contient 11,0 % de cobalt qui ont été remplacés par du fer dans l'Inconel 718 afin d'en diminuer le prix de revient

- l'Inconel 718 a une teneur en (Ti + Al) de 1,5 %, plus faible que celle du René 41 (4,7 %), améliorant ainsi la soudabilité de l'alliage comme le montre la Figure 1.2.2

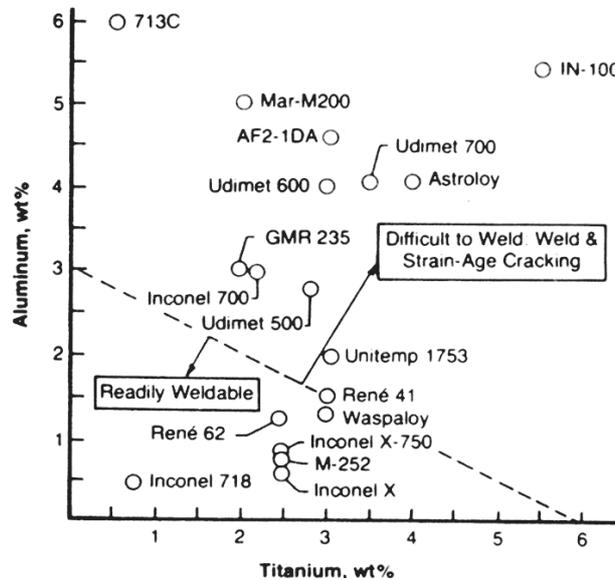


Figure 1.2.2 : Evolution des propriétés de soudabilité des superalliages base nickel en fonction de la teneur en aluminium et en titane [BRO82]

- le durcissement de l'Inconel 718 n'est pas assuré uniquement par les éléments Ti et Al, comme dans le cas du René 41, mais majoritairement par l'introduction du couple Nb et Ta (5,3 %). L'introduction de ces éléments permet l'apparition d'une nouvelle sous-famille de superalliages base nickel durcis par la précipitation conjointe des phases γ' et γ'' . Néanmoins, dans le cas de l'Inconel 718, les teneurs en Nb et en Ta sont limitées car, selon l'étude réalisée par Eiselstein à partir d'un diagramme binaire matrice γ - phases A_2B , la présence d'une quantité de (Nb + Ta) supérieure à 6 % favorise la précipitation de phases de Laves, néfastes aux propriétés mécaniques (résistance en traction...) du matériau dès l'étape de solidification de l'alliage [EIS65].

La composition chimique actuelle de l'Inconel 718 est donnée dans le Tableau 1.2.2 [ALE04]. Celle-ci est soumise à des normes strictes. On remarque que la composition de l'alliage à sa création (Tableau 1.2.1) se situe entre les bornes de composition chimique définies par la norme actuelle, montrant que la composition de l'alliage a peu évolué en cinquante ans.

La plage de composition chimique est importante pour cet alliage. Néanmoins, la littérature a montré que seuls deux facteurs influent sur les propriétés de l'Inconel 718. Le principal est la fraction de niobium introduite qui dépend de l'application visée. Ainsi des nuances d'Inconel 718 peuvent être définies comme une nuance « haut niobium », avec une fraction de niobium de l'ordre de 5,4 %, destinée à des applications aéronautiques, ou une nuance « bas niobium », avec une fraction de niobium de l'ordre de 4,9 % en masse, pour des applications industrielles moins sévères que celles en aéronautique.

Le second facteur est associé au rapport (Al + Ti) / Nb (en pourcentage atomique). Ce dernier modifie considérablement l'ordre de précipitation des phases durcissantes : s'il est inférieur à 0,9 - 1, la phase γ'' précipite avant la phase γ' et inversement s'il est supérieur à 0,9 - 1 [COZ73].

Tableau 1.2.2 : Compositions chimiques minimale et maximale en poids normalisées de l’Inconel 718

Eléments	Min	Max
Ni	50	55
Fe	bal	bal
Cr	17	21
Mo	2,8	3,3
Nb + Ta	4,8	5,5
Ti	0,7	1,2
Al	0,4	0,8
Co	0	1

La suite du manuscrit se consacrera au rôle des différentes phases dans l’Inconel 718.

1.2.3 Phases en présence

Au sein de la matrice austénitique de nickel, communément appelée γ , différentes phases peuvent précipiter dans l’Inconel 718. Elles sont regroupées et décrites en fonction de leurs conditions d’apparition : au cours de la solidification de l’alliage, durant des temps de traitement faibles au cours de la mise en forme, ou durant des temps de traitement longs dans la pièce en service :

- *au cours de la solidification de l’alliage*, ce sont des carbures primaires de type MC, M correspondant au niobium ou au titane, qui précipitent. Leur température de solvus est du même ordre de grandeur que celle de la matrice de nickel. Ils sont donc présents au cours de toutes les étapes de réalisation de la pièce et n’ont qu’un rôle mineur sur les propriétés finales (mécaniques et autres) de l’alliage. Ils jouent néanmoins un rôle néfaste sur l’initiation de fissures intergranulaires en fatigue à 650 °C [SUN93].

- *au cours des traitements thermiques courts*, trois phases peuvent précipiter : γ' de structure cristalline cubique simple et de composition chimique $Ni_3(Ti,Al)$, γ'' de structure cristalline quadratique centrée et de composition chimique $Ni_3(Nb,Ta)$, et δ de structure orthorhombique et de même composition chimique que la phase γ'' . L’étude de ces trois phases sera présentée brièvement dans la suite et fera l’objet du Chapitre 2, en particulier pour la phase δ .

Les phases γ' et γ'' apparaissent sous forme de précipités nanométriques [SUN93] dans l’Inconel 718. C’est d’ailleurs leur dimension et le fait qu’il y ait une cohérence de réseau cristallin entre ces précipités et la matrice qui conduisent au durcissement important observé. En comparaison, la phase δ , incohérente avec la matrice, ne contribue pas directement au durcissement [SLA97].

- *au cours des traitements longs à la température de service* dans un moteur (plusieurs milliers d’heures à 650 °C), des phases néfastes pour les propriétés mécaniques peuvent précipiter comme les phases de Laves ou la phase σ (ou α -Cr) de structure cristalline hexagonale compacte. Celles-ci sont riches en éléments d’addition et, après de longs temps d’exposition de la pièce en température, précipitent au détriment des phases primaires [SRI04] et [BI10].

1.3 Elaboration et mise en forme

Deux voies existent pour l’élaboration de l’Inconel 718 : la voie lingot-forgeage et la voie par métallurgie des poudres. La première est la voie historique d’élaboration de l’Inconel 718 et la plus répandue. La seconde, apparue dans les années 1970, était dédiée à l’élaboration de pièces de petites dimensions aux propriétés mécaniques plus faibles que celles obtenues par la voie principale. Bien qu’aujourd’hui les pièces réalisées par métallurgie des poudres aient des propriétés équivalentes aux pièces élaborées par solidification et forgeage, cette méthode reste souvent préférée pour des raisons historiques d’investissement des outils de production. Seule la voie lingot-forgeage sera décrite.

Cette méthode peut se décrire en deux étapes : l'élaboration et le forgeage. Chacune d'elles va être détaillée dans la suite.

1.3.1 Elaboration

L'élaboration de l'Inconel 718 se fait de manière classique en utilisant les procédés *Vacuum Induction Melting* (VIM) ou *Vacuum Arc Remelting* (VAR). Pour l'élaboration de pièces subissant des sollicitations mécaniques importantes, le procédé de refusion *Electrode Slag Remelting* (ESR) peut être utilisé, néanmoins le coût de fabrication de la pièce est augmenté. Deux schémas sont alors possibles : l'élaboration avec les procédés VIM + VAR ou celle avec les procédés VIM + ESR + VAR. Un schéma de principe de l'élaboration de l'Inconel 718 est présenté dans la Figure 1.3.1 [SOL06].

Le processus d'élaboration commence par la sélection des matières premières et des ferrailles pour la première étape de fusion sous vide. Le fonctionnement du procédé VIM est décrit de manière succincte sur la Figure 1.3.2(a). Au terme de cette étape, le produit obtenu est solidifié sous forme d'électrodes.

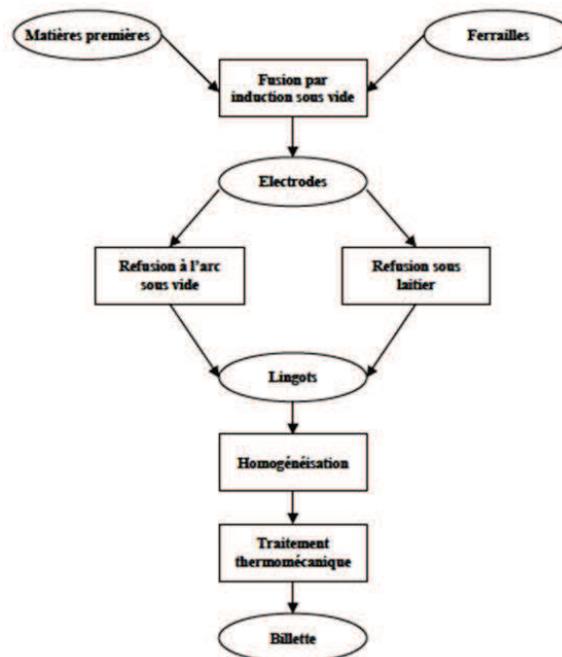


Figure 1.3.1 : Cycle d'élaboration d'une billette d'Inconel 718 [SOL06]

Celles-ci sont ensuite soumises au procédé VAR afin de subir une refusion pour homogénéiser les structures de solidification et réduire la présence des défauts de solidification résultant du procédé VIM. Le procédé VAR est décrit sur la Figure 1.3.2(c) et le procédé ESR est décrit sur la Figure 1.3.2(b). Aucune électrode ne peut subir uniquement le procédé ESR car il induit une ségrégation importante au centre du lingot. C'est pour cela que les électrodes ayant subi le procédé ESR doivent être homogénéisées par le procédé VAR. En fin de traitement de refusion, l'électrode est transformée en lingot.

Un contrôle méticuleux des lingots est réalisé car il peut y avoir sur certaines coulées des macro-défauts de solidification propres au procédé VAR comme les freckles (zones enrichies en éléments d'addition permettant la précipitation de phases néfastes aux propriétés mécaniques) ou les white spots (zones appauvries en éléments d'addition empêchant la précipitation de phases durcissantes et donc également néfastes aux propriétés mécaniques). Ces défauts entraînent généralement un rebut du lingot car ils ne disparaissent pas lors du forgeage [SOL06].

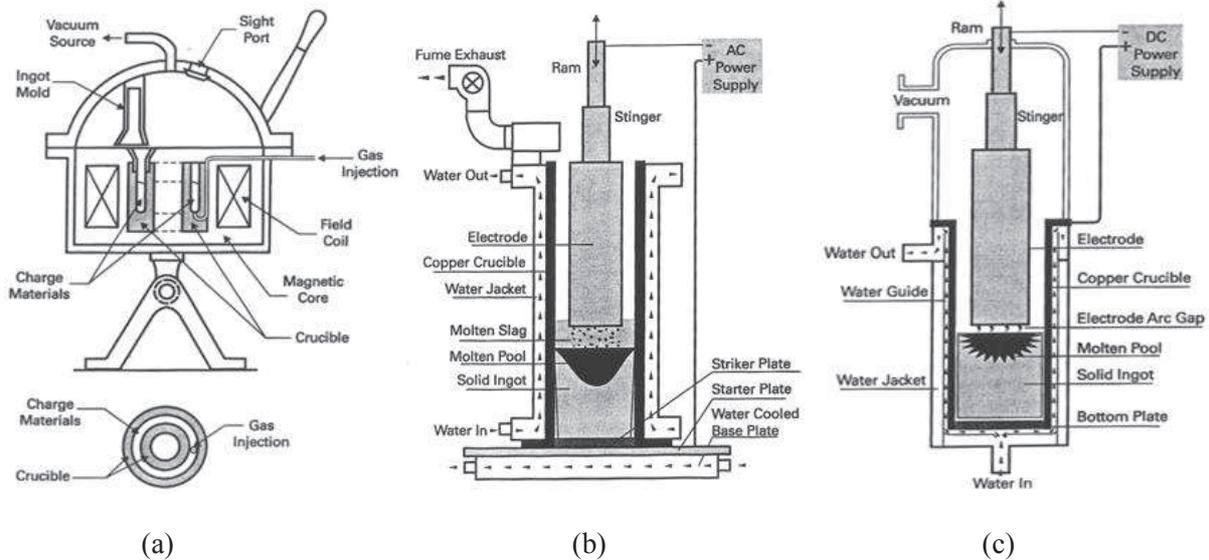


Figure 1.3.2 : Représentation schématique des procédés d'élaboration sous vide, (a) VIM, (b) ESR et (c) VAR [ALE04]

La structure du lingot solidifié laisse apparaître des dendrites associées à des microségrégations locales. C'est au cours de la solidification que précipitent les carbures primaires de type MC. Deux derniers traitements (un traitement thermique d'homogénéisation et un traitement thermomécanique généralement réalisé sous forme de forgeage libre) sont ensuite réalisés afin de casser cette structure dendritique de solidification et d'obtenir une billette. Cette étape de mise en forme induit un état déformé et hétérogène de la microstructure au sein de la billette.

1.3.2 Mise en forme

Ce processus est constitué de plusieurs étapes et dépend de la géométrie et de la sollicitation en service de la pièce finale. Dans un premier temps la billette est découpée dans le sens radial sous forme de lopins. Un forgeage libre est ensuite réalisé afin de conférer au matériau une partie de ses propriétés mécaniques et de sa microstructure quasi-finale. D'éventuelles étapes de matriçage à plus basse température peuvent compléter le processus dans le but de donner une dimension spécifique au lopin. Des traitements thermiques de précipitation de phases durcissantes sont ensuite appliqués au demi-produit et une étape d'usinage est réalisée au final pour obtenir la pièce.

- le *forgeage libre*, ou mise en forme primaire, peut être réalisé en une ou plusieurs passes sur des presses hydrauliques, à vis ou avec des marteaux pilons qui diffèrent par la vitesse de déplacement du coulisseau. Quelle que soit l'application future de la pièce, le lopin subit presque toujours une première mise en forme par forgeage libre. Elle est équivalente à une compression uniaxiale dans l'axe du lopin. L'objectif est double, il permet de dimensionner le lopin, c'est-à-dire de le rapprocher de la cote finale, et surtout il contribue fortement aux propriétés mécaniques finales de la pièce.

Le forgeage libre de l'Inconel 718 est introduit via ses domaines de forgeabilité (Figure 1.3.3).

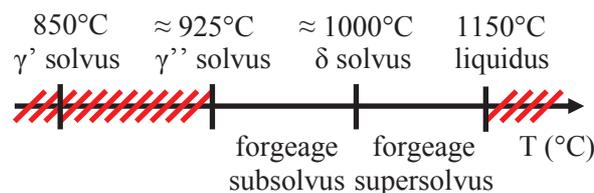


Figure 1.3.3 : Domaines de forgeabilité de l'Inconel 718 en fonction de la température

Il existe deux grands domaines de forgeabilité de l'Inconel 718 : le forgeage super- δ -solvus et le forgeage sub- δ -solvus. La limite supérieure au domaine super- δ -solvus correspond à la température de liquidus de la matrice γ . Cette dernière a été évaluée par Lewandowski et Overfelt [LEW99] à 1150 °C. Les pièces forgées dans ce domaine présentent des tailles de grains importantes, de l'ordre de 6 à 2 ASTM (50 à 200 μm). La taille de grains finale dépend de la sollicitation de la pièce en fonctionnement : pour des pièces non critiques, cette taille de grains grossière ne pose pas de problème particulier et la température de forgeage élevée réduit les efforts sur les presses.

La limite inférieure du second domaine correspond à la température de solvus de la phase γ'' , de l'ordre de 925 °C. En effet, il est presque impossible de forger sous cette dernière température pour deux raisons : d'une part, la température étant basse, la résistance mécanique de l'Inconel 718 sera plus élevée et, d'autre part, il y aura un surcroît de résistance mécanique induit par la précipitation de la phase durcissante γ'' . Les pièces forgées dans le domaine sub- δ -solvus présentent une taille de grains finale plus faible qu'après forgeage super- δ -solvus, pouvant aller de 14 à 6 ASTM (3 à 50 μm). Il y a néanmoins une dispersion de tailles de grains plus importante dans ce domaine, d'où la nécessité de parfaitement maîtriser les paramètres de forgeage et les évolutions structurales du matériau, comme la précipitation de la phase δ (Chapitre 2), et les paramètres thermomécaniques comme la température de l'essai et la vitesse de déformation (Chapitre 3).

- la *mise en forme secondaire* : le matriçage ou le laminage circulaire. Ces procédés permettent d'obtenir la géométrie et les propriétés mécaniques finales de la pièce. L'utilisation d'un type de procédé de mise en forme secondaire dépend de la géométrie de la pièce finale. Si celle-ci correspond à un disque, le procédé utilisé sera le laminage circulaire. Si c'est une ailette, ce sera le matriçage.

Pour certaines applications la mise en forme de finition n'est pas nécessaire ; c'est le cas des disques aubagés monoblocs. La mise en forme de ces pièces implique d'obtenir l'intégralité des propriétés mécaniques à l'issue de l'étape de forgeage libre.

- le *traitement de précipitation de phases durcissantes*. Il en existe trois différents : le traitement *Direct Aged* (DA), le *Standard* (STD) ou l'*Homogenised Standard* (HS).

Le *traitement DA* correspond à un traitement à 720 °C pendant 8 h, suivi d'un refroidissement en four à 55 °C / h, puis d'un maintien de 8 h à 620 °C (puis trempe à l'eau). Celui-ci a été mis au point la première fois par Eiselstein [EIS65]. Il est maintenant utilisé de manière systématique sur les pièces forgées afin d'optimiser la précipitation des phases γ' et γ'' .

Le *traitement STD* consiste en un maintien à 955 °C pendant 1 h qui sert à relaxer les contraintes résiduelles dues au forgeage libre, celui-ci est appliqué à l'Inconel 718 avant le traitement DA.

Le *traitement HS* consiste en une homogénéisation à 1100 °C pendant 1 h permettant la mise en solution de l'ensemble des phases précipitées et d'une croissance de grains. Ce traitement est surtout utilisé pour des applications de l'Inconel 718 à température ambiante ou cryogénique. Le traitement HS est également complété par le traitement DA.

1.3.3 Propriétés finales des pièces en Inconel 718

La partie précédente a permis de mettre en évidence que deux étapes principales influent sur les propriétés finales de l'Inconel 718 : le forgeage primaire (et secondaire quand il est présent) et le traitement thermique final. Néanmoins, le traitement thermique final étant soumis à des normes strictes et imposées par le client, le forgeage est la seule étape où le forgeron a une marge de manœuvre pour une composition chimique donnée.

Dans cette partie, les propriétés finales obtenues sur l'Inconel 718 vont être comparées en fonction du traitement thermique appliqué et en fonction du procédé de mise en forme appliqué (représenté par une variation de taille de grains). Ces différents résultats vont être présentés en

fonction des propriétés mécaniques déterminées par essai de traction, de fluage et de fatigue à température ambiante et à température de sollicitation dans un moteur, c’est-à-dire à 650 °C.

Les propriétés mécaniques obtenues en traction et en fluage à chaud suite aux trois types de traitements présentés précédemment sont données sur la Figure 1.3.4.

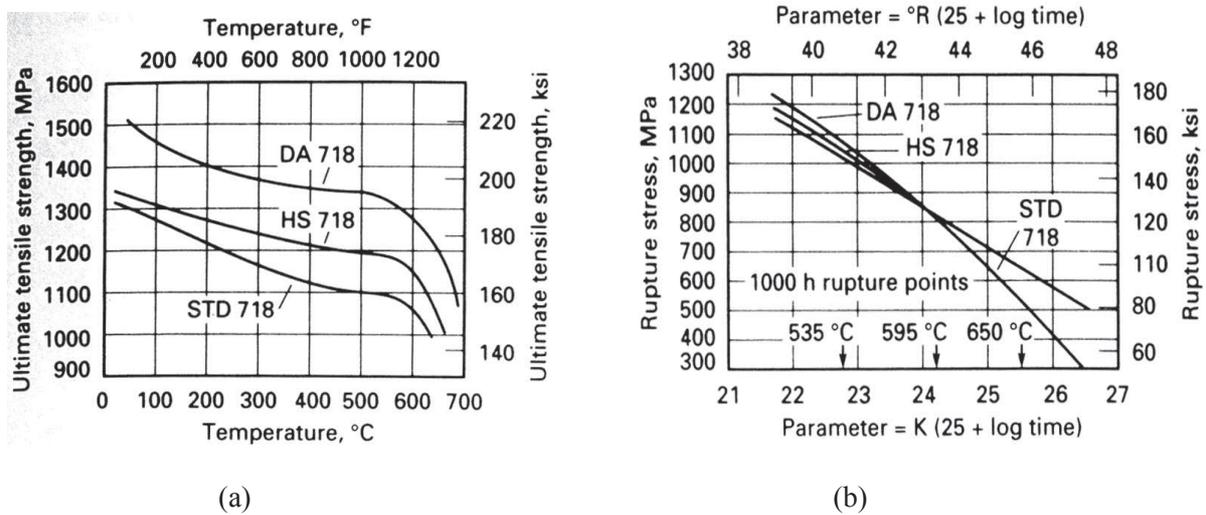


Figure 1.3.4 : Evolution de la contrainte à rupture et de la contrainte maximale en fonction du traitement thermique post mise en forme (DA, HS ou STD), (a) en traction et (b) en fluage [DAV97]

Le traitement DA permet d’obtenir les meilleures propriétés mécaniques car la microstructure présente un écrouissage résiduel qui n’existe pas à l’issue des deux autres traitements (HS et STD). Toutefois, le type de traitement post mise en forme est imposé par le cahier des charges. Cette restriction ne permet au forgeron que de modifier les propriétés de l’alliage en modifiant la microstructure obtenue, c’est-à-dire la taille de grains. Celle-ci est également imposée dans le cahier des charges et est comprise dans les bornes de la Figure 1.3.5.

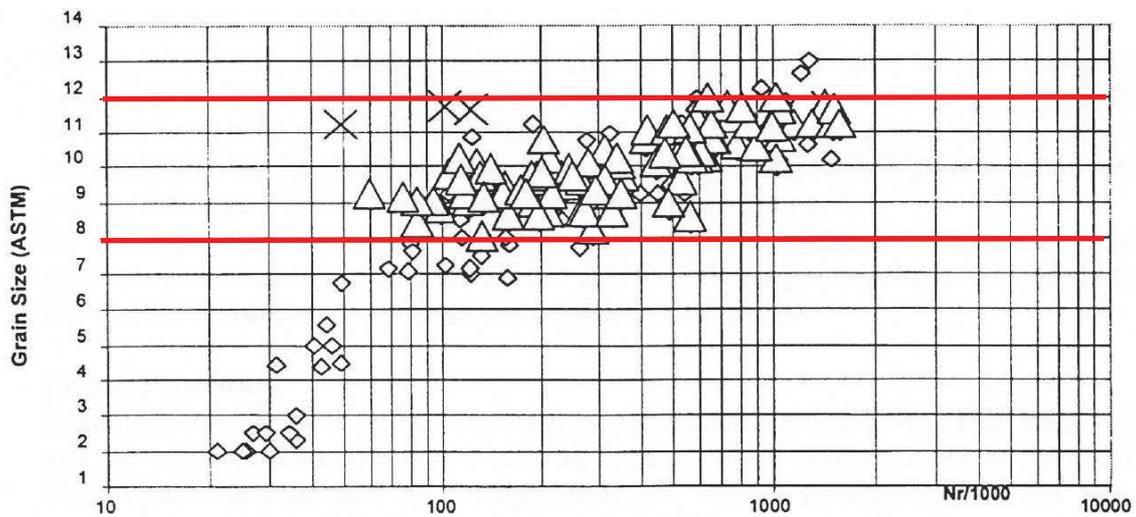


Figure 1.3.5 : Influence de la taille de grains sur les propriétés en fatigue de l’Inconel 718 [SPA01]

En milieu industriel, la taille de grains est fréquemment exprimée en indice ASTM². Le critère industriel est compris entre 8 et 12 ASTM pour avoir la meilleure tenue en fatigue. Il peut être

² cette norme sera définie au chapitre suivant

de 6 ASTM ou moins pour des pièces soumises au fluage. Ces critères de tailles de grains dépendent donc de la sollicitation de la pièce en service et peuvent être généralisés à l'ensemble des propriétés mécaniques qui sont regroupées sur la Figure 1.3.6 pour un superalliage base nickel.

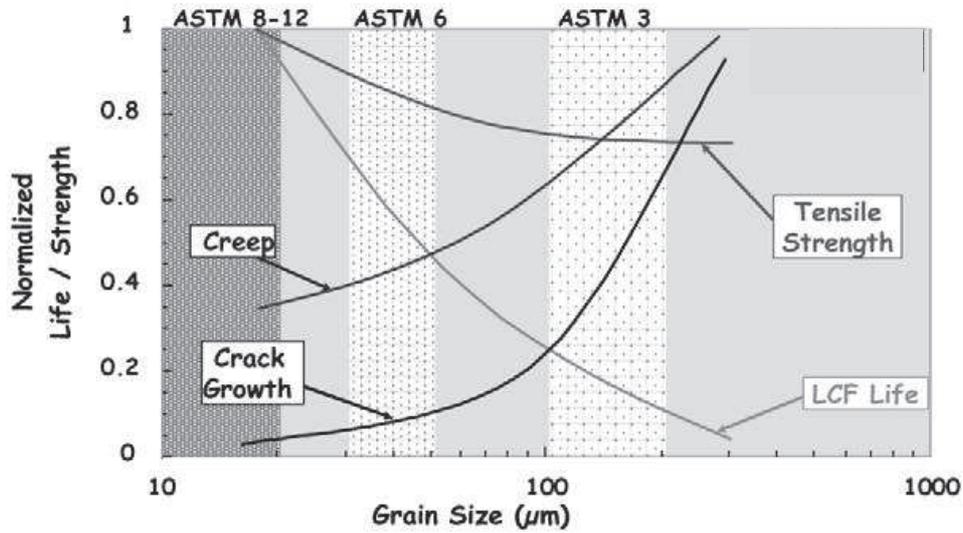


Figure 1.3.6 : Evolution des propriétés mécaniques d'un superalliage base nickel en fonction de la taille de grains [WIL03]

L'étude expérimentale se limitera donc à contrôler et prévoir la taille de grains en fonction des différents traitements thermomécaniques.

Résumé du chapitre

Ce chapitre donne un bref aperçu de l'origine des superalliages base nickel permettant de comprendre comment le besoin incessant d'augmenter les températures de fonctionnement des pièces a conduit aux évolutions de nuances successives, puis à l'élaboration de l'Inconel 718 en 1959. Celui-ci est devenu dans les années 1970 le superalliage principal dans les moteurs d'avion représentant, à lui seul, plus de 30 % du poids total du moteur. Ceci est dû à son coût relativement faible et à ses excellentes propriétés mécaniques lors de fonctionnements jusqu'à 700 °C.

Cet alliage est durci majoritairement par la précipitation de phases cohérentes avec la matrice de nickel : les phases γ' et γ'' . Il est également durci minoritairement par la présence d'atomes en solution solide. Une troisième phase influence les propriétés mécaniques de l'Inconel 718, c'est la phase δ , qui est la phase d'équilibre de la phase γ'' . Celle-ci est incohérente avec la matrice et contribue au durcissement de l'alliage de manière indirecte par le contrôle de la taille de grains au cours des étapes de mise en forme.

Ce chapitre a également mis en évidence que l'étape cruciale sur laquelle il est possible de jouer pour donner les propriétés mécaniques finales d'une pièce est la forge. La plage de forgeabilité en température de l'Inconel 718 s'étend de 925 °C à 1150 °C composée de deux domaines : la mise en forme super- δ -solvus et la mise en forme sub- δ -solvus. Le premier domaine amène à des tailles de grains grossières pour des pièces majoritairement sollicitées de façon non critique. Le second domaine nécessite une profonde compréhension de l'interaction entre la phase δ et la matrice au cours de la déformation. Cette interaction est un phénomène peu étudié dans la littérature et nécessite donc un approfondissement.

Le Chapitre 2 va donc s'intéresser à comprendre les mécanismes liés à la précipitation de la phase δ et à sa quantification au cours de différents traitements thermiques. La taille de grains étant le seul paramètre de microstructure variant au cours de la mise en forme, les propriétés mécaniques finales d'une pièce sont ramenées dans cette étude à la détermination d'une taille de grains. Le Chapitre 3 s'intéressera quant à lui aux différents paramètres thermomécaniques influençant la taille de grains y compris la compétition entre déformation à haute température et phase δ .

Chapitre 2 : Comportement de l'Inconel 718 au cours de traitements thermiques

2.1 Théorie de la précipitation appliquée à l'Inconel 718 20

2.1.1 Phases en présence et températures de précipitation..... 20

2.1.2 Mécanismes de précipitation de la phase δ 22

2.1.2.1 Mécanismes de germination..... 22

2.1.2.2 Mécanismes potentiels de croissance..... 23

2.1.3 Cinétiques de précipitation de la phase δ 25

2.1.3.1 Précipitation de la phase δ au cours du refroidissement 25

2.1.3.2 Précipitation à partir d'un état homogénéisé..... 26

2.1.3.3 Précipitation à partir d'un état déformé 26

2.1.3.4 Fraction d'équilibre et fraction critique 28

2.2 Protocole expérimental et caractérisation de l'état de réception 29

2.2.1 Matériel utilisé..... 29

2.2.1.1 Traitements thermiques..... 29

2.2.1.2 Préparation des échantillons..... 30

2.2.1.3 Quantification de la phase δ 31

2.2.2 Caractérisation de l'état de réception..... 34

2.2.2.1 Composition chimique de la nuance étudiée..... 34

2.2.2.2 Microstructures et phases en présence 35

2.2.2.3 Structure et orientations cristallines..... 38

2.3 Relation entre précipitation de phase δ et microstructure 39

2.3.1 Précipitation à partir d'un état homogénéisé..... 39

2.3.1.1 Construction d'un diagramme TTT 40

2.3.1.2 Mécanismes de croissance 42

2.3.1.3 Modélisation des cinétiques de précipitation 45

2.3.2 Influence du chemin thermique emprunté..... 48

2.3.2.1 Influence d'une trempe intermédiaire 49

2.3.2.2 Précipitation à partir de l'état de réception 50

2.3.3 Cas industriel : précipitation à 980 °C 54

Conclusions intermédiaires..... 56

Ce chapitre s'intéresse à l'évolution des précipités de l'Inconel 718 au cours de traitements thermiques. Après avoir rappelé la spécificité des phases présentes dans l'alliage et ayant une influence sur son comportement mécanique ou sa microstructure, un intérêt particulier sera porté à la phase δ . Cette phase est de première importance car elle a la dimension caractéristique pour interagir avec les joints de grains et ainsi influencer les propriétés mécaniques finales de l'alliage. L'étude de la phase δ sera approfondie à travers la présentation des différents mécanismes en compétition au cours de sa germination et de sa croissance. La méthodologie utilisée et le protocole expérimental suivi afin de caractériser le matériau ainsi que la quantification de la phase δ seront ensuite présentés. L'étude sera consacrée à l'influence des chemins thermiques sur les cinétiques de précipitation de la phase δ puis à un cas industriel simulant la chauffe d'un lopin précédant le cycle de mise en forme.

2.1 Théorie de la précipitation appliquée à l'Inconel 718

Le rôle des différentes phases de l'Inconel 718 a été présenté dans le Chapitre 1. Seules les influences des phases γ' , γ'' et δ sont discutées dans ce chapitre. Les deux phases nanométriques γ' et γ'' ont un effet durcissant sur l'alliage et le traitement thermique après mise en forme (Direct Aged) permet leur précipitation. En comparaison, le rôle de la phase δ est plus complexe : elle a un effet adoucissant car elle diminue la fraction disponible de niobium en solution pour la précipitation de la phase γ'' [AZA04] et elle peut accroître le durcissement par contrôle de la taille de grains au cours de la mise en forme [BEA04].

Dans ce chapitre, on s'intéresse à l'évolution de la phase δ lors d'un traitement thermique. Le Chapitre 3 traite de l'influence et de l'évolution de la phase δ lors du forgeage à chaud (traitement thermomécanique).

2.1.1 Phases en présence et températures de précipitation

Au cours de traitements thermiques réalisés entre 600 °C et 1000 °C, la microstructure de l'Inconel 718 évolue. La borne supérieure précédente appartient aux domaines de températures de mise en forme par forgeage à chaud de l'alliage. C'est pourquoi il faut, avant de s'intéresser à l'évolution de microstructure au cours de traitements thermomécaniques, connaître les modifications de la microstructure de l'alliage au cours de traitements thermiques. Cette partie montre et discute des domaines (Temps-Température) de précipitation des phases de l'Inconel 718 au cours de ce type de traitements (Figure 2.1.1).

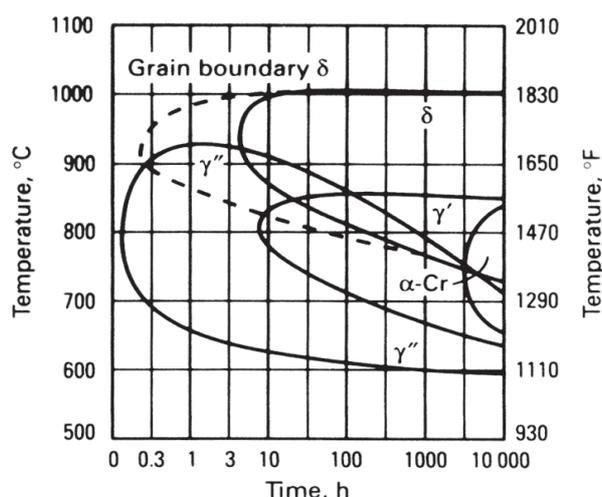


Figure 2.1.1 : Diagramme Transformation-Temps-Température (TTT) de l'Inconel 718 [BRO82]

Ce diagramme TTT présente uniquement les domaines d'existence des phases de l'Inconel 718 mais ne donne aucune information sur leurs cinétiques de précipitation. Il permet de déterminer

les températures de solvus des différentes phases présentes dans l'Inconel 718. La température de solvus (ou solvus) est définie comme la température maximale à laquelle une phase peut être présente, indépendamment du temps de traitement. Ainsi, le solvus de la phase γ' est de 850 °C, celui de la phase γ'' est de 925 °C et celui de la phase δ est d'environ 1000 °C. Il met également en évidence la précipitation de la phase α -Cr pour des temps de traitements longs (≈ 10000 h) à des températures comprises entre 650 °C et 850 °C.

Classiquement, les courbes TTT prennent la forme d'un "C", mais celle correspondant à la phase γ'' présente une allure particulière. En effet, plus le temps de traitement augmente, plus le solvus de la phase γ'' diminue. Ce résultat est probablement lié au domaine d'apparition de la phase δ montrant qu'il existe une compétition entre la précipitation de la phase γ'' (phase métastable) et de la phase δ (phase d'équilibre) mais ce point n'a jamais été développé dans la littérature.

Le diagramme TTT de la Figure 2.1.1 distingue deux cinétiques de précipitation de phase δ différenciées par les termes : "δ" et "grain boundary δ". Cette affirmation suppose qu'il existe deux types de phases δ ou deux zones différenciables dans la microstructure de précipitation. Une explication à cette affirmation sera également apportée au cours de ce chapitre.

La littérature présente plusieurs diagrammes TTT présentant les cinétiques de précipitation spécifiques de la phase δ ³. Trois de ces diagrammes ont été superposés sur la Figure 2.1.2.

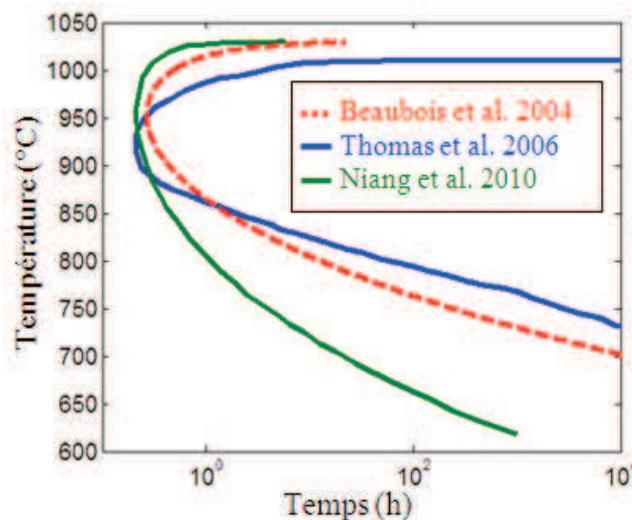


Figure 2.1.2 : Comparaison des diagrammes TTT de la phase δ issus de la littérature

Ces diagrammes correspondent à trois études particulières de la phase δ :

- *Beaubois et al.* proposent une courbe décrite sous la forme d'une relation entre le temps de début de précipitation, τ , et la température, T , et identifiée à partir d'observations par microscopie électronique à balayage [BEA04]:

$$\tau^{-1} = 0,7\Delta T^{0,5} \exp\left(\frac{0,05\Delta T^2}{T+273}\right) \quad (2.1.1)$$

où ΔT est la différence de température entre le solvus de la phase δ et la température considérée

- *Thomas et al.* reprennent un diagramme équivalent à celui présenté en Figure 2.1.1 [THO06]

³ seuls les diagrammes TTT correspondant aux domaines proches de la mise en forme industrielle ont été retenus. On peut néanmoins citer l'étude de Collier *et al.* réalisée sur la précipitation de la phase δ à des températures inférieures ou égales à 870 °C [COL88]

- *Niang et al.* s’appuient sur des résultats obtenus avec la technique d’Analyse Thermique Différentielle (ATD) [NIA10]

Bien que les techniques utilisées afin d’obtenir les diagrammes TTT de la Figure 2.1.2 soient différentes, la comparaison de ces diagrammes montre qu’il existe des différences de cinétique de précipitation et de température de solvus de la phase δ entre les différentes nuances d’Inconel 718 étudiées dans la littérature. Ce constat est à l’origine de la campagne expérimentale lancée pour établir un diagramme TTT de précipitation de la phase δ propre à cette étude. Les résultats permettront de comprendre les différences observées dans la littérature et également de compléter la base de données existante.

Afin de mieux comprendre les cinétiques de précipitation de la phase δ , une étude de ses mécanismes de précipitation est réalisée dans la prochaine partie. Celle-ci se décompose en deux champs d’investigation : les mécanismes propres à la germination et ceux caractéristiques de la croissance de la phase δ .

2.1.2 Mécanismes de précipitation de la phase δ

2.1.2.1 Mécanismes de germination

D’après la littérature, il existe deux mécanismes distincts de germination de la phase δ [AZA04]. Le premier est intergranulaire (Figure 2.1.3(a)) et serait équivalent à ce qui a été observé dans l’alliage de plomb-étain par Tu et Turnbull [TU67]. D’après les auteurs, la rotation du germe est due à la compétition entre les énergies interfaciales entre interfaces semi-cohérentes et incohérentes.

Le second mécanisme de germination est intragranulaire (Figure 2.1.3(b)) et nécessite la présence initiale de la phase métastable γ'' dont les défauts d’empilement vont servir de sites de germination à la phase δ . Ce mécanisme a été proposé par Kirman *et al.* [KIR70].

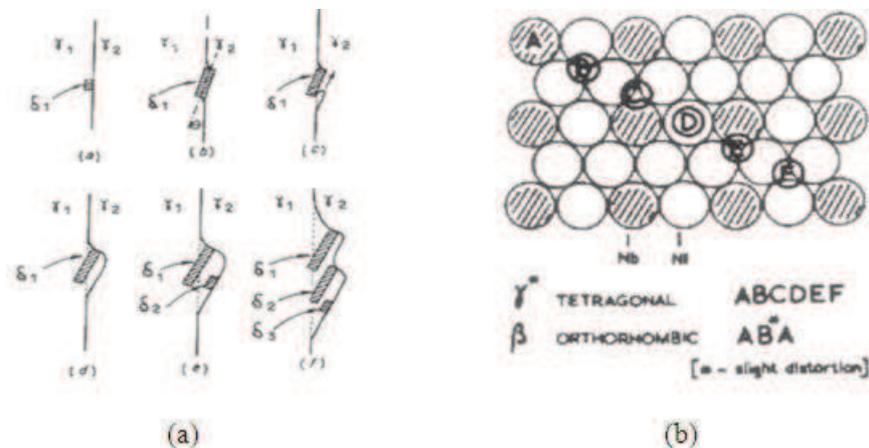


Figure 2.1.3 : Mécanismes de germination de la phase δ , (a) intergranulaire et (b) intragranulaire

Une différence notable entre ces deux mécanismes est leur domaine d’apparition. Le mécanisme de germination intergranulaire peut être présent sur toute la plage de température de précipitation de la phase δ : [600 °C - 1000 °C] (Figures 2.1.1 et 2.1.2). Le second mécanisme de germination de la phase δ nécessite la présence préalable de la phase γ'' , dont le solvus est d’environ 925 °C (Figure 2.1.1). Le raisonnement précédent suppose qu’il ne peut y avoir germination de la phase δ à une température supérieure à 925 °C que par le mécanisme intergranulaire.

A des températures plus faibles, Azadian *et al.* avancent que la germination de la phase δ est toujours précédée par la précipitation de la phase γ'' [AZA04], ce qui est en accord avec le diagramme TTT de la Figure 2.1.1 et permet de comprendre la présence des deux cinétiques proposées en fonction

du type de précipitation, intra- ou intergranulaire. Ces hypothèses portant sur les mécanismes de germination vont être approfondies au cours de l'étude expérimentale.

2.1.2.2 Mécanismes potentiels de croissance

La littérature fournit peu d'informations sur les mécanismes de croissance de la phase δ . En effet, la croissance de la phase δ semble dépendre de sa morphologie : elle peut être présente sous forme globulaire ou sous forme d'aiguilles (appelée aciculaire dans la littérature) semblables aux structures de Widmanstätten. La compilation des diverses microstructures présentées dans la littérature montre que la morphologie de la phase δ dépend du couple température et temps de traitement. Deux exemples sont présentés sur la Figure 2.1.4 avec les températures et les temps de traitement associés.

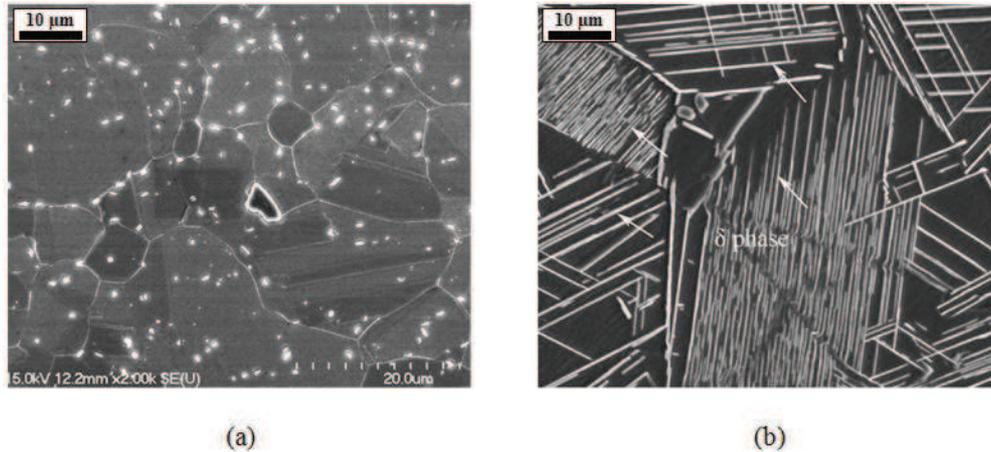


Figure 2.1.4 : Micrographies obtenues au MEB, (a) état brut de réception présentant la phase δ globulaire [KUO09] et (b) état traité à 900 °C pendant 32 h présentant la phase δ aciculaire [ZHA10]

La morphologie présentée dans la Figure 2.1.4(b) met clairement en évidence une étape de croissance de la phase δ . La répartition spatiale de celle-ci n'est pas homogène et pose la question de la non unicité du mécanisme responsable de la croissance de la phase δ .

Deux mécanismes sont proposés afin de décrire le phénomène de croissance de la phase δ :

- *la croissance continue* (appelée également croissance en volume) qui se traduit par une croissance homogène du précipité présent au joint de grains vers l'intérieur du grain.

- *la croissance discontinue* (appelée plus généralement précipitation discontinue) qui se traduit par une croissance hétérogène du précipité avec migration du joint de grains. La définition de la croissance discontinue a été proposée en 1979 par Gust [GUS79]. C'est une réaction en solution solide où celle-ci, initialement sursaturée (α) se décompose en deux phases ($\alpha + \beta$) sous forme d'une structure lamellaire. Ce mécanisme semblerait relativement bien expliquer les structures observées dans la Figure 2.1.4(b).

La croissance discontinue est d'autant plus importante que la désorientation de part et d'autre des interfaces est importante [HEN75]. Cette hypothèse peut être étayée par le fait que plus l'énergie d'interface est importante, plus l'angle entre les deux cristaux adjacents est important, ce qui conduit à une taille critique de germe plus petite. Evidemment, plus la taille critique du germe est petite, plus la germination est favorisée.

Le mécanisme de précipitation discontinue est connu dans les aciers sous le nom de "plissement du joint". Il a notamment été étudié depuis les années 1960 par Singhal et Martin [SIN67], puis par Henry *et al.* [HEN75]. La Figure 2.1.5 est extraite de cette étude.

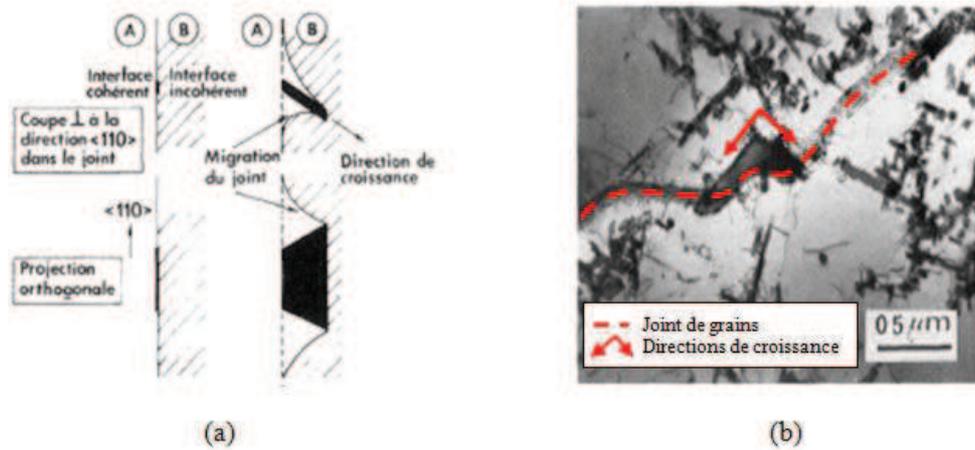


Figure 2.1.5 : Mécanisme du plissement du joint, (a) Description schématique en germination puis croissance [HEN75] et (b) Lamelle mince d'acier 18 Cr - 14 Ni - 0,07 C, d'après Henry *et al.*

Sur la micrographie de la Figure 2.1.5(b), on observe, au niveau des flèches, le développement d'un précipité induisant un déplacement du joint de grains. Ce mouvement du joint se fait dans des directions privilégiées, puisque, d'après Henry *et al.*, il existe une relation d'orientations entre la matrice et la phase précipitant. C'est également le cas dans l'Inconel 718 puisque ces relations ont été identifiées par Slama *et al.* [SLA97] et sont du type :

$$\left\{ \begin{array}{l} (210)_\delta // (220)_\gamma \\ [001]_\delta // [\bar{1}\bar{1}1]_\gamma \end{array} \right.$$

La croissance de la phase δ selon les plans $(111)_\gamma$ est d'ailleurs illustrée par la Figure 2.1.6.

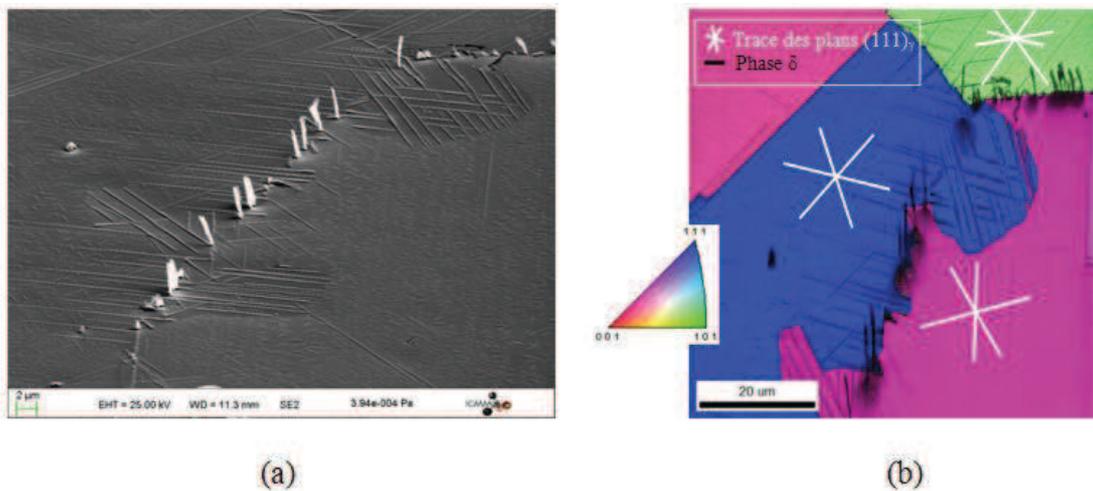


Figure 2.1.6 : Observation de la phase δ , (a) en électrons secondaires avec la platine tiltée de 70° et (b) à l'EBSD avec ses directions de croissance

Le triangle standard de la Figure 2.1.6(b) correspond à la matrice γ . La phase δ , identifiée grâce à "l'image qualité", apparaît sous la forme des traits noirs superposés aux figures de pôle inverses.

Les relations d'orientations entre la phase δ et la matrice seront utiles pour la compréhension de l'interaction entre la phase δ et les dislocations au cours de la mise en forme discutée au Chapitre 3. Dans la prochaine partie, l'étude est consacrée aux éléments pouvant influencer les cinétiques de précipitation de la phase δ .

2.1.3 Cinétiques de précipitation de la phase δ

2.1.3.1 Précipitation de la phase δ au cours du refroidissement

Les résultats expérimentaux de précipitation anisotherme sont rassemblés dans des diagrammes TRC (Transformations en Refroidissement Continu).

Slama *et al.* ont proposé un diagramme TRC d'une nuance d'Inconel 718 contenant une fraction de niobium de 5,11 % [SLA97] (Figure 2.1.7(a)). Ce dernier est l'unique diagramme TRC⁴ réalisé à partir d'une taille de grains faible disponible sur l'Inconel 718. Il reste néanmoins controversé car la température initiale de mise en solution est de 990 °C et pendant seulement quinze minutes, temps de traitement sans doute trop faible pour dissoudre l'ensemble de la phase δ . Cette remarque laisse penser que l'intégralité de la phase δ n'est pas dissoute dans la matrice faussant ainsi la construction de ce diagramme TRC.

En opposition aux observations de Slama *et al.*, les observations réalisées par Geng *et al.* [GEN97] à partir d'une température de maintien de 1100 °C pendant 1 h montrent que la phase δ ne peut précipiter à une vitesse de refroidissement supérieure à 5 °C/min (0,03 °C/s). Ces différents auteurs sont néanmoins en accord sur l'ordre de grandeur de la vitesse de refroidissement critique pour avoir précipitation de la phase γ'' : 0,2 °C/s pour Slama *et al.* et 0,3 °C/s pour Geng *et al.*

Des observations plus récentes réalisées par Niang *et al.* [NIA10] montrent que la phase δ peut précipiter pour des vitesses de refroidissement de 0,7 °C/s à partir d'un maintien thermique réalisé dans les mêmes conditions que Slama *et al.* Ces derniers ont repris le diagramme TRC de Slama *et al.* afin d'y superposer leurs cinétiques de précipitation au cours du refroidissement (Figure 2.1.7(b)).

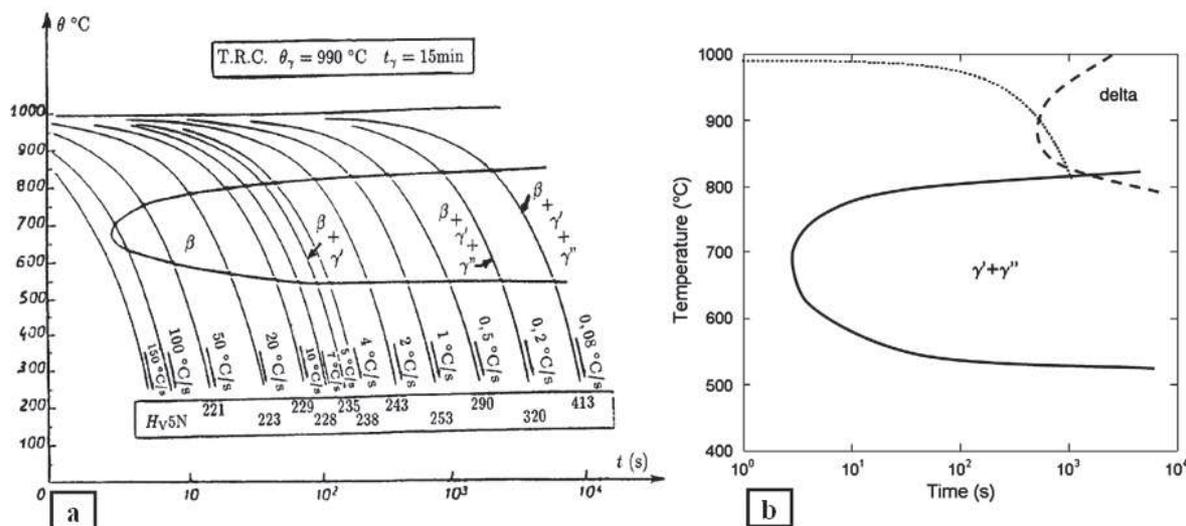


Figure 2.1.7 : Diagrammes TRC de l'Inconel 718, (a) diagramme original [SLA97] et (b) diagramme modifié avec l'ajout du domaine de précipitation de la phase δ [NIA10]

Niang *et al.* n'ont cependant pas déplacé le nez de précipitation des phases nanométriques γ' et γ'' vers des temps de précipitation plus importants. Ceux-ci ont certainement repris l'information précisant qu'il faut une vitesse de refroidissement d'au moins 600 °C/min (10 °C/s) afin d'inhiber la précipitation de toutes les phases dans l'Inconel 718. Néanmoins, il semble que ces auteurs n'ont pas converti la vitesse de refroidissement à leur diagramme donné en Figure 2.1.7(b) car le nez de

⁴ d'autres diagrammes TRC ont été réalisés par Garcia *et al.* [GAR92]. Néanmoins, il semble que les températures de traitements soient si élevées (1180 °C) qu'il y a dissolution des carbures primaires et que la taille de grains augmente exagérément. Les carbures reprécipitent au cours du refroidissement modifiant les cinétiques de précipitation de la phase δ .

précipitation des phases nanométriques correspond à un temps de refroidissement inférieur à 10 s incompatible avec la vitesse de refroidissement critique de 10 °C/s.

Le diagramme TRC le plus récent semble plus en accord avec les observations expérimentales de la littérature [GEN97] et [NIA10]. On observe donc que la phase δ ne peut pas précipiter à des vitesses de refroidissement supérieures à 3 °C/s (correspondant au nez de précipitation). Cette conclusion nécessite de déterminer la vitesse de refroidissement obtenue au cours d'un essai thermomécanique à l'échelle du laboratoire et à l'échelle industrielle afin de déterminer si les phases δ ou γ'/γ'' peuvent précipiter au cours du refroidissement (Chapitre 3).

2.1.3.2 Précipitation à partir d'un état homogénéisé

Dans la littérature, les études de précipitation de la phase δ sont principalement réalisées à partir d'un état recuit. Le traitement thermique est généralement réalisé à des températures supérieures à la température de solvus de la phase δ ($T > 1020$ °C). Cet état a l'avantage de mettre en solution la phase δ pouvant initialement être présente dans le matériau dans l'état de réception. Le second avantage de ce traitement thermique est d'éliminer les contraintes résiduelles générées aux étapes précédentes de mise en forme. L'inconvénient de cette température de traitement est de favoriser la croissance des grains du fait de l'absence de phase δ .

Parmi les études de précipitation de la phase δ à partir d'un état homogénéisé, on peut citer Azadian *et al.* [AZA04] et Beaubois *et al.* [BEA04]. La première étude est réalisée pour des temps de précipitation longs (> 15 h) et la seconde à des temps de précipitation courts (≤ 10 h). Pour des temps de traitement équivalents de 10 h à 900 °C, la première étude mesure (par extrapolation) une fraction surfacique de phase δ d'environ 8 % alors que la seconde en mesure moins de 2 %. Cette différence de cinétique de précipitation sera l'objet d'un approfondissement au cours de l'étude expérimentale.

2.1.3.3 Précipitation à partir d'un état déformé

La seule étude recensée réalisant des traitements thermiques de précipitation de la phase δ à partir de l'état de réception en donnant des résultats quantitatifs est celle de Beaubois *et al.* [BEA04]. Celle-ci sera utilisée dans les comparaisons expérimentales obtenues au cours de la présente étude.

Une étude a également été réalisée par Liu *et al.*, présentée sous forme d'une série d'articles [LIU97a-97b-98], s'intéressant à l'influence d'une déformation à froid (laminage) de l'Inconel 718 avant traitement thermique sur la fraction de la phase δ précipitée au cours d'un recuit ultérieur à 910 °C. La quantification de phase δ a été réalisée grâce à la diffraction des rayons X [LIU96] et ces résultats sont regroupés sur la Figure 2.1.8.

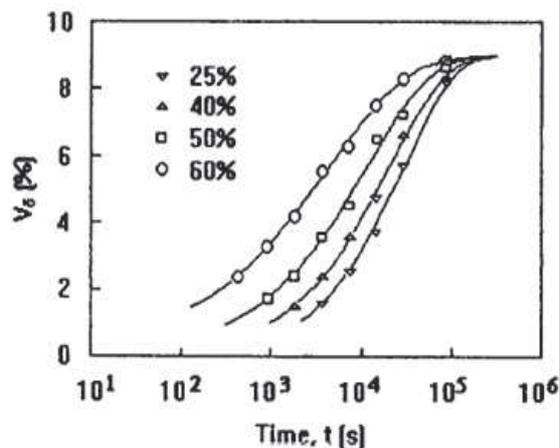


Figure 2.1.8 : Influence du taux d'érouissage à froid sur les cinétiques de précipitation de la phase δ dans l'Inconel 718 [LIU97a]

Sur la Figure 2.1.8, les auteurs constatent que plus le taux de réduction est important, plus la cinétique de précipitation de la phase δ est rapide. La fraction maximale de phase δ (fraction d'équilibre) obtenue au cours de cette étude est d'environ 9 %, indépendamment du taux d'érouissage initial.

Cette fraction de phase δ à l'équilibre reste cependant éloignée des résultats obtenus par Azadian *et al.* prédisant, pour une température équivalente et d'après un calcul thermodynamique théorique, une fraction de phase δ à l'équilibre allant jusqu'à 20 % (en admettant d'autres éléments que le niobium dans sa composition chimique) [AZA04]. Cette différence de fraction de phase δ précipitée est une des questions auxquelles il sera tenté de répondre au cours de l'étude expérimentale.

Qian *et al.* [QIA03] ont également réalisé des traitements thermiques à partir d'échantillons déformés, ceci avec l'objectif de faire un traitement de "jouvence" (*rejuvenation*) après des cycles de chauffe post-soudage sur une nuance d'Inconel 718 à 5,04 % en poids de niobium. Pour cela, ils ont obtenu une microstructure type en réalisant des traitements thermiques de 954 °C/40 h et de 954 °C/100 h (Figure 2.1.9(b)) à partir de leur microstructure de livraison (Figure 2.1.9(a)), celle-ci étant constituée d'une population bimodale de petits grains recristallisés et de gros grains déformés (80 μm). Ils ont ensuite cherché à obtenir le traitement de "jouvence" optimal avec des traitements de 996 °C/2 h, de 1010 °C/2 h et de 1038 °C/2 h.

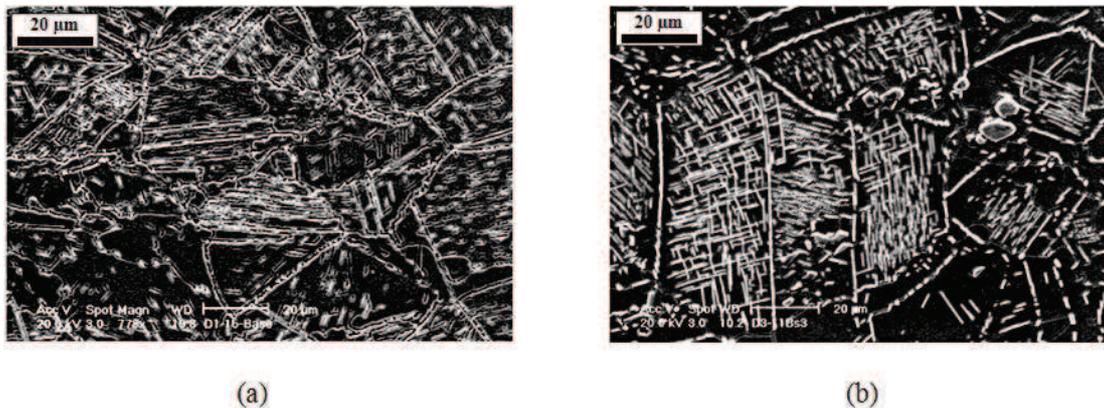


Figure 2.1.9 : Micrographies MEB obtenues par Qian *et al.* [QIA03],
(a) à l'état de livraison et (b) après 954 °C/100 h

L'étude de Qian *et al.* [QIA03] montre que la microstructure à l'état de réception présente une fraction surfacique de phase δ conséquente. Toutefois, les auteurs ne déterminent aucune fraction surfacique de phase δ au cours de l'étude. On peut considérer que le traitement de 954 °C/100 h est suffisamment long pour tendre vers la fraction de phase δ à l'équilibre (Figure 2.1.9 (b)). De plus, l'avantage de ce type de traitement thermique est de conserver la microstructure dans l'état initial (taille de grains identique de 80 μm et distribution toujours bimodale des grains).

En comparaison, pour des traitements thermiques réalisés à des températures plus élevées (996 °C/2 h et 1010 °C/2 h), Qian *et al.* constatent une diminution sensible de la taille de grains qui sont de 50 μm et de 70 μm , respectivement. Leur conclusion est que la phase δ bloque les mécanismes de recristallisation statique. Cette hypothèse reste à confirmer et la compétition entre phase δ et recristallisation sera le sujet d'études présentées dans le Chapitre 3.

Les traitements de "jouvence" mènent à une diminution de la fraction de phase δ . Ce constat est conforté par les résultats de Desvallées *et al.* [DES94] et de Cai *et al.* [CAI07] qui indiquent des fractions de phase δ de l'ordre de 2 % après 2 h à 1010 °C en réalisant des traitements de dissolution de phase δ à partir de microstructures présentant une fraction initiale plus élevée (> 2 %) de phase δ . L'étude de la dissolution de la phase δ et de sa cinétique sera un des axes centraux de l'étude de la mise en forme sub- δ -solvus (Chapitre 3).

2.1.3.4 Fraction d'équilibre et fraction critique

Les études de la littérature portant sur la précipitation de la phase δ s'intéressent à déterminer la fraction maximale de phase δ pouvant précipiter à une température donnée : c'est la fraction d'équilibre. S'intéressant à la fraction de phase δ précipitant à l'équilibre thermodynamique (c'est-à-dire indépendamment du temps de traitement), Desvallées *et al.* [DES94] ont tracé la fraction surfacique de phase δ en fonction de la température de traitement. La régression de Desvallées *et al.* est superposée aux résultats de précipitation de phase δ expérimentaux de Beaubois *et al.* [BEA04] obtenus pour un revenu réalisé à partir de l'état de réception (Figure 2.1.10).

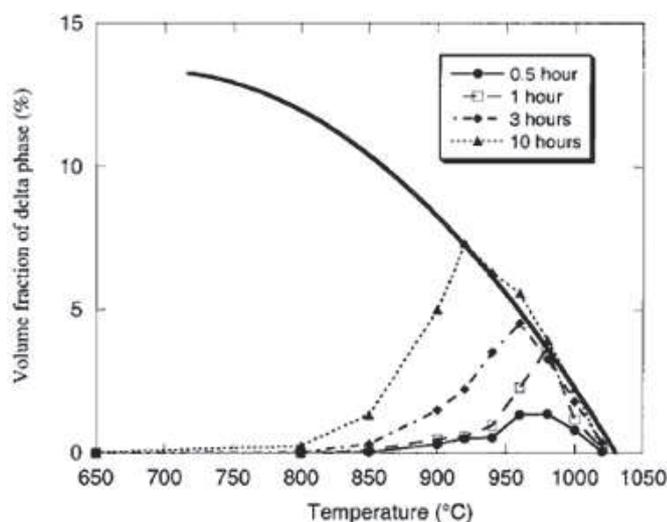


Figure 2.1.10 : Fraction d'équilibre comparée aux fractions de phase δ précipitées à partir de l'état de réception⁵ [BEA04]

La régression de Desvallées *et al.* rend compte du fait que plus la température de traitement est importante, plus la fraction de phase δ ayant précipité à l'équilibre est faible. Cette figure montre également que la température de solvus de la nuance d'Inconel 718 étudiée par Beaubois *et al.* est d'environ 1030 °C.

Lorsque l'on s'intéresse aux interactions entre la précipitation et d'autres mécanismes comme la recristallisation, il peut être utile de définir une autre fraction caractéristique de la phase δ , celle qui permet l'ancrage de joints de grains : la fraction critique. Celle-ci est introduite par Smith et Zener en 1948 [SMI48]. Ces derniers ont montré qu'une pression sur un joint ancré par des particules, équivalente à la force motrice pour la croissance de ce grain, entraîne une compétition conduisant à une taille de grains limite (D_z). Cette taille de grains limite dépend du rayon de la particule (r) et de la fraction volumique de particule (f_v). Elle est exprimée sous la forme :

$$D_z = \frac{4\alpha r}{3f_v} \quad (2.1.2)$$

où α est une constante : $0,25 < \alpha < 0,5$ [MAN98]

L'importance de la fraction critique de phase δ est un sujet peu abordé dans la littérature. Peu d'auteurs utilisent ce concept dans leurs discussions et encore moins s'intéressent à sa quantification. Seules trois études abordent ce sujet : Dix *et al.* [DIX92], Desvallées *et al.* [DES94] et enfin Cone [CON01].

⁵ Beaubois *et al.* ont utilisé les résultats de Desvallées *et al.* en décalant leur identification pour avoir une température de solvus de la phase δ de 17 °C supérieure. Ils expliquent ce décalage par une différence de fraction de niobium entre les deux nuances étudiées (5,3 % pour Desvallées *et al.* et 5,4 % pour Beaubois *et al.*)

Les résultats de l'étude de précipitation de Dix *et al.* sont repris et tracés sur la Figure 2.1.11 sous la forme d'évolution de la taille de grains en fonction de la fraction de phase δ précipitée. Néanmoins, ces auteurs ne précisent pas la composition chimique de la nuance étudiée.

L'Equation 2.1.2 y est également tracée pour $r = 2,4 \mu\text{m}$ et $\alpha = 0,26$, valeurs décrivant au mieux les résultats expérimentaux de Dix *et al.* [DIX92].

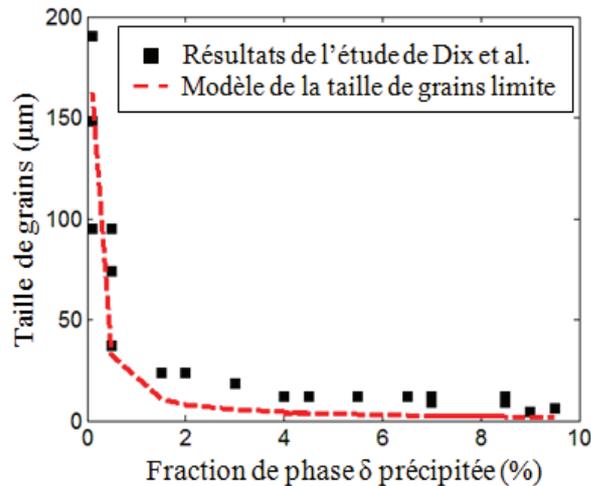


Figure 2.1.11 : Tracé de la taille de grains en fonction de la fraction précipitée à partir des résultats de Dix *et al.*

L'observation de la figure précédente, en accord avec les conclusions de l'étude de Dix *et al.*, permet d'avancer qu'une fraction de phase δ de 4 % permet l'ancrage des joints de grains. En comparaison, une fraction de phase δ d'environ 2 % suffit à ralentir de manière significative la croissance des grains. Cette dernière affirmation est reprise dans l'étude de Cone [CON01]. Toutefois, le modèle proposé en Equation 2.1.2 n'est pas suffisant pour décrire la croissance de grains intermédiaire pour une fraction de phase δ comprise entre 1,5 % et 3,5 % de phase δ .

La connaissance de l'évolution de ces deux fractions caractéristiques est un atout afin de comprendre l'interaction phase δ - joints de grains. L'objectif industriel étant le contrôle de la taille de grains finale après mise en forme, la connaissance de la fraction critique de phase δ est donc primordiale. La détermination de la fraction critique de phase δ pour ancrer les joints de grains dans des conditions de mise en forme industrielle est donc un des points clés de l'étude expérimentale.

2.2 Protocole expérimental et caractérisation de l'état de réception

Cette partie présente le matériel utilisé au cours des analyses expérimentales. La description du protocole utilisé est présentée pour chaque technique et l'application de celle-ci est réalisée à travers la caractérisation du matériau dans l'état de livraison.

2.2.1 Matériel utilisé

L'utilisation du matériel expérimental au cours de ce chapitre comprend trois étapes : la réalisation de traitements thermiques, la préparation des échantillons pour les différentes analyses microscopiques et la quantification de la phase δ .

2.2.1.1 Traitements thermiques

Les traitements thermiques sont réalisés sur le matériau à l'état de réception. Le matériau brut de réception est sous forme de pions cylindriques de 18 mm de hauteur et de 12 mm de diamètre

fournis par l'entreprise Forges de Bologne. Cette géométrie est nécessaire à la réalisation des essais de compression (Chapitre 3) et de nombreux traitements thermomécaniques seront réalisés après une étape de traitement thermique. Afin de pouvoir comparer les résultats obtenus, la géométrie des échantillons subissant uniquement les traitements thermiques est identique à celle subissant ultérieurement les traitements thermomécaniques.

Les traitements thermiques sont réalisés dans un four tubulaire en position verticale. Cette configuration du four entraîne un gradient de température en son sein plus important que s'il était en configuration horizontale. Ce gradient de température est contrôlé en plaçant les échantillons à la même hauteur que le thermocouple de régulation de la température du four. L'ensemble des thermocouples utilisés au cours de l'étude expérimentale sont de type N (Nicrosil / Nisil) car ils présentent un degré d'oxydation inférieur aux autres thermocouples dans la gamme de températures visée.

La configuration verticale présente l'avantage de limiter la manipulation de l'échantillon et de faciliter la trempe en fin de traitement. En effet, l'échantillon est suspendu à un fil en acier inoxydable que l'on sectionne en fin de traitement thermique. Le filament sectionné, les échantillons tombent dans un bac contenant de l'eau en une durée inférieure à une seconde.

2.2.1.2 Préparation des échantillons

Les échantillons ayant subi un traitement thermique présentent une oxydation de surface. Cette oxydation détériore la qualité du soudage du thermocouple. Il est donc nécessaire d'ajouter une étape de polissage à une granulométrie grossière afin de supprimer la couche d'oxyde. Ce polissage n'est réalisé que dans le cas d'un traitement thermomécanique ultérieur, nécessitant le soudage d'un thermocouple sur la surface du pion.

Pour les observations métallographiques, le pion traité est découpé à la tronçonneuse selon la génératrice avec un montage spécifique fourni par l'entreprise Struers. Trois découpes parallèles sont ainsi réalisées dans le pion afin d'obtenir deux échantillons plans présentant des microstructures équivalentes. Ces échantillons sont ensuite enrobés dans une résine par frittage afin de faciliter la manipulation des échantillons au cours de l'étape suivante de polissage.

Les échantillons découpés sont polis mécaniquement jusqu'au papier SiC 2400 puis avec une solution diamantée 3 μm et 1 μm . L'étape de finition est un polissage mécanique avec l'utilisation de Mastermet (Silice Colloïdale non Cristallisante), solution basique qui révèle la microstructure.

Les deux échantillons obtenus à partir du même traitement thermique sont dissociés à l'étape de la révélation de microstructure. Le premier échantillon est soumis à une attaque chimique acide avec un réactif du type Kalling⁶ (solution contenant 100 mL d'acide chlorhydrique, 100 mL d'éthanol et 5 mg de dichlorure de cuivre) afin de faire des observations en microscopie optique. Cette technique est utilisée pour l'observation qualitative des microstructures obtenues après traitements.

Le second échantillon n'est pas attaqué chimiquement et est uniquement collé avec de la laque d'argent à un porte échantillon afin de réaliser une acquisition par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés. Cette technique est essentiellement utilisée pour l'analyse des orientations cristallines relatives à une évolution de microstructure propre à un essai thermomécanique et sera approfondie dans le Chapitre 3.

Un des deux échantillons peut être ultérieurement soumis à un polissage électrolytique (tension de 35 V, température de 20 °C, temps d'attaque : 6 s et intensité du flux : 14) avec le réactif de type A2 de Struers (solution contenant du 2-butoxyéthanol, de l'acide perchlorique, de l'éthanol).

⁶ différents réactifs ont été testés au cours de la mise en place du protocole d'attaques, néanmoins, le réactif du type Kalling semble le plus adapté afin de révéler les joints de grains ainsi que la phase δ

Ce réactif permet de diminuer la rugosité jusqu'à un centième de micron et de révéler la microstructure afin de faire des observations en microscopie électronique à balayage, notamment en utilisant le capteur d'électrons rétrodiffusés afin de réaliser une quantification de la fraction surfacique de phase δ .

2.2.1.3 Quantification de la phase δ

Plusieurs méthodes sont proposées dans la littérature pour quantifier la fraction surfacique ou volumique de phase δ . On peut notamment citer la dissolution sélective de la matrice, la métallographie ou les techniques de diffraction des rayons X ou des neutrons. Les avantages et inconvénients de chaque technique sont présentés ci-dessous :

- la dissolution de la matrice [LI02]

Cette technique est propre au domaine de l'électrochimie. Son principe est de dissoudre l'intégralité de la matrice à base nickel de l'Inconel 718 (dans une solution aqueuse de 1 % de sulfate d'ammonium, de 2 % d'acide tartrique) soumise à une tension comprise entre 800 mV et 1200 mV pour ne récupérer que les précipités. La quantification des phases minoritaires peut donc se faire par mesure de la différence de masse. Cependant, cette technique reste destructive, peu économe en temps et ne dissout pas les précipités de type carbures primaires ou secondaires. L'ensemble de ces raisons justifient pourquoi cette technique expérimentale n'a pas été approfondie au cours de ce travail de thèse.

- la métallographie [DES94], [HAZ94] et [BEA04]

Réalisée par analyse de micrographies par électrons rétrodiffusés, cette technique est actuellement la plus utilisée dans la littérature. Hazotte et Lacaze [HAZ94] ont montré la possibilité d'utiliser industriellement l'analyse d'images sur des superalliages base nickel. Cette méthode a l'inconvénient de ne pas encore être automatisable et contraint à une acquisition de micrographies avec des contrastes suffisant pour la réalisation de seuillages. Elle a toutefois l'avantage de nécessiter uniquement un microscope électronique à balayage muni d'un capteur d'électrons rétrodiffusés et d'être relativement rapide à mettre en œuvre. Son point faible est le caractère surfacique et destructif de la quantification réalisée.

La quantification pourrait également être réalisée par EBSD. Toutefois, la dimension caractéristique de la phase δ est encore trop faible par rapport à la taille de la zone diffractante pour une indexation optimale. Des essais d'indexation de phase δ sont présentés en Annexe 6.

- la diffraction [SLA97] et [LIU96]

La technique de diffraction des rayons X présente l'inconvénient d'être surfacique. Une étude expérimentale de diffraction des rayons X a été réalisée au cours de ce travail de thèse (au laboratoire SPMS de l'École Centrale Paris). Les résultats obtenus n'ont néanmoins pas permis d'accéder aux pics de diffraction propres à la phase δ .

En comparaison, la diffraction des neutrons a été utilisée récemment dans l'analyse de phases minoritaires [REP10]. Elle a l'avantage d'être l'unique technique à proposer une quantification volumique des phases présentes dans l'Inconel 718 et d'être non destructive. Sa mise en œuvre nécessite une source de neutrons. Celle-ci est disponible au Laboratoire Léon Brillouin (LLB) du CEA Saclay.

La présentation des diverses techniques utilisées dans la littérature réalisée, les techniques de quantification de phase δ retenues dans ce travail de thèse se limitent à la mesure par MEB et à la diffraction des neutrons. Les protocoles suivis sur ces deux techniques expérimentales vont maintenant être présentés.

Analyse de micrographies par électrons rétrodiffusés

Le protocole mis au point impose de réaliser l'ensemble des observations à la même distance de travail et à la même tension. Ces deux paramètres sont fixés à 8 mm et 15 kV. Le grandissement choisi dépend de la taille de grains de l'échantillon. Les acquisitions sont donc réalisées à un grandissement de 1000 quand la taille de grains est faible ($< 50 \mu\text{m}$) et à un grandissement de 250 quand la taille de grains est plus importante. Afin d'avoir la même résolution sur la phase δ , c'est-à-dire le même nombre de pixels la décrivant, l'acquisition est réalisée avec une résolution quatre fois plus importante dans le deuxième cas. La Figure 2.2.1 montre un exemple de micrographie obtenue suite à un traitement thermique présentant une phase δ aciculaire.

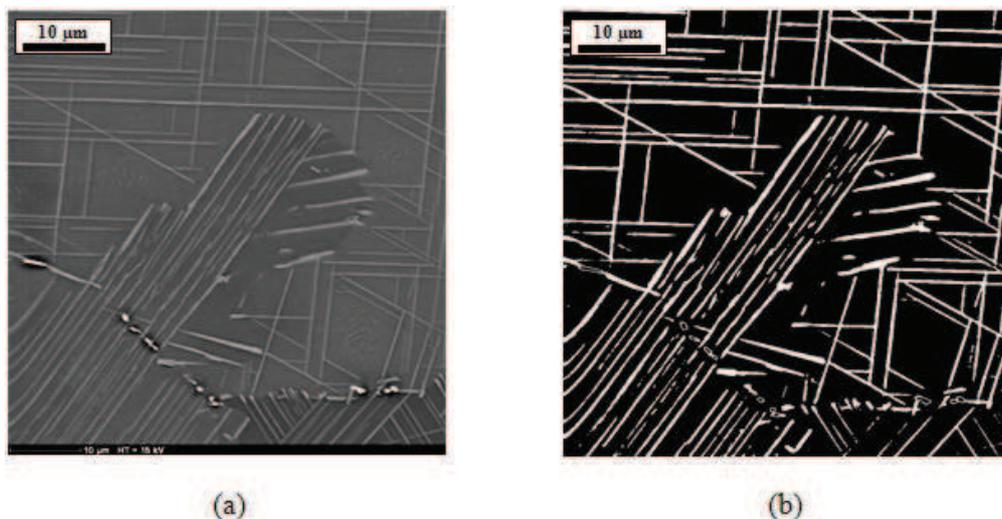


Figure 2.2.1 : Micrographie MEB,
(a) acquise avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés et (b) traitée avec le logiciel Image J[®]

Les zones d'acquisition sont prises aléatoirement dans l'échantillon. Un critère d'acceptabilité a toutefois été défini : éviter la présence de carbures dans la zone analysée. La présence de carbures sur la cartographie analysée peut en effet surestimer la quantification de la fraction surfacique de phase δ .

Chaque cartographie est ensuite binarisée avec le logiciel de traitement d'images Image J (Figure 2.2.1(b)). Un protocole est également mis en place afin de minimiser l'erreur de traitement d'image introduit par l'utilisateur. Ce protocole est défini à travers des étapes successives d'érosions et de dilatations équivalant au protocole introduit par Beaubois *et al.* [BEA04].

La validation statistique des résultats obtenus impose l'acquisition d'un minimum de cinq cartographies par échantillon. Celles-ci sont utilisées dans la détermination de la fraction surfacique de phase δ et permettent ainsi de présenter les fractions obtenues sous forme de fractions moyennes et d'écart-types.

Diffraction des neutrons

La description de la technique d'affinement choisie (méthode Rietveld) ainsi que la présentation du spectromètre permettant d'obtenir les spectres de diffraction sont réalisées en Annexe 1.

Une recherche bibliographique a été nécessaire afin de déterminer l'ensemble des informations nécessaires à la quantification de la fraction volumique de phase δ par diffraction des neutrons. Dans un premier temps, les structures cristallines des phases δ et γ'' sont représentées sur la Figure 2.2.2.

La position de chaque atome dans la maille doit correspondre à un groupe de symétrie référencé dans les tables internationales de cristallographie. La Figure 2.2.2(a) permet d'évaluer la position des atomes de nickel et de niobium dans la maille élémentaire de phase δ .

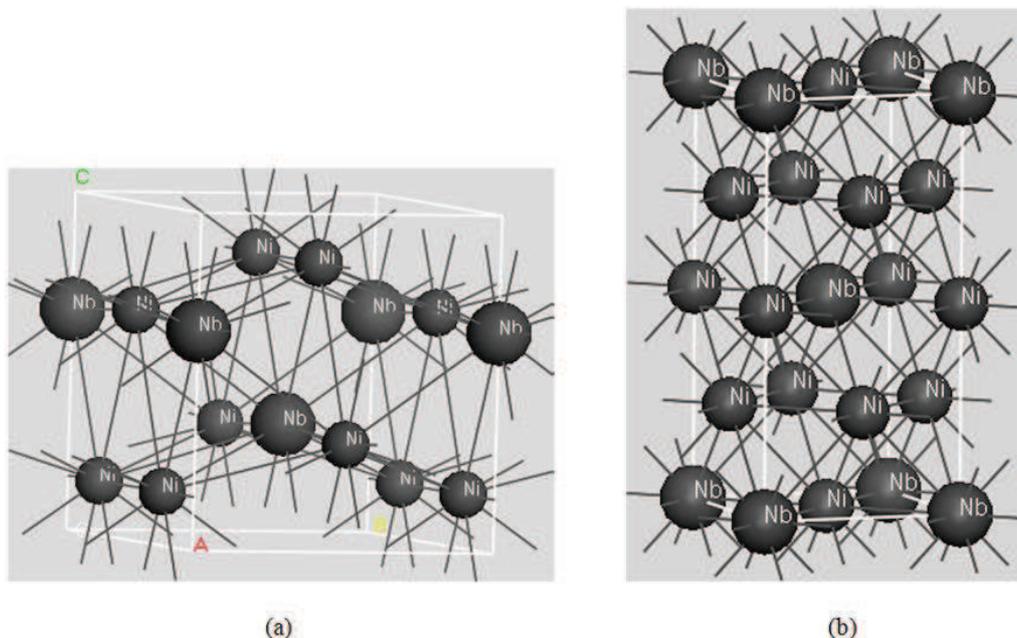


Figure 2.2.2 : Structures cristallines des phases Ni_3Nb de l'Inconel 718, (a) structure orthorhombique de la phase δ et (b) structure tétragonale de la phase γ'' [DAI10]

La position des atomes dans la maille élémentaire de la phase δ est définie dans le Tableau 2.2.1 et correspond au groupe de symétrie numéro 59 ($Pmmm$) :

Tableau 2.2.1 : Positions des atomes de nickel et de niobium dans la maille élémentaire de la phase δ ⁷

	X	Y	Z	Nombre d'atomes
Nb	1/4	1/4	z	2
Ni ₁	1/4	3/4	z	2
Ni ₂	x	1/4	z	4

En procédant de manière équivalente avec la phase γ'' et à partir de la Figure 2.2.2(b), on obtient les données du Tableau 2.2.2 décrivant le groupe de symétrie numéro 139 ($I4/mmm$) :

Tableau 2.2.2 : Positions des atomes de nickel et de niobium dans la maille élémentaire de la phase γ''

	X	Y	Z	Nombre d'atomes
Nb	0	0	0	2
Ni ₁	0	0	1/2	2
Ni ₂	1/2	0	1/4	4

Enfin la phase γ est de structure cubique à face centrées et appartient au groupe de symétrie numéro 225 ($Fm-3m$). La position des atomes de nickel dans la maille élémentaire est (0,0,0). La diffraction des neutrons impose également de connaître les paramètres de maille des phases en présence dans l'alliage :

⁷ il existe un décalage de (-1/4 -1/4 0) sur la maille de la phase δ de la Figure 2.2.2(a) par rapport aux tables

$$\begin{cases} a_{\delta} = 5,14 \text{ \AA} \\ b_{\delta} = 4,23 \text{ \AA} \\ c_{\delta} = 4,53 \text{ \AA} \end{cases} \text{ d'après [SUN88]} \quad \text{et} \quad \begin{cases} a_{\gamma'} = b_{\gamma'} = 3,62 \text{ \AA} \\ c_{\gamma'} = 7,41 \text{ \AA} \end{cases} \text{ d'après [COZ73]}$$

Le paramètre de maille de la matrice a été obtenu expérimentalement par diffraction des rayons X. Cette technique n'est pas décrite dans le protocole expérimental car elle n'a été utilisée qu'une seule fois et la seule information qui a pu en être extraite est $a_{\gamma} = 3,61 \text{ \AA}$, résultat en accord avec la littérature ($a_{\gamma} = 3,62 \text{ \AA}$ [SUN88]).

Les données nécessaires afin de quantifier la fraction volumique de phase δ ont été déterminées à l'aide de la littérature. Celles-ci seront utilisées comme jeu de paramètres initial, sans être nécessairement figées, afin d'optimiser l'affinement. Au cours de l'affinement, l'objectif est de minimiser l'erreur entre l'intensité calculée et l'intensité expérimentale. Un critère permet donc de traduire la pertinence de l'accord entre le modèle calculé et l'intensité expérimentale : c'est le facteur de fiabilité ou facteur d'accord de Bragg (R_B). Son expression est la suivante :

$$R_B = 100 * \sqrt{\frac{\sum_k w_k (I_k^{obs} - I_k^{calc})^2}{\sum_k w_k I_k^{obs^2}}} \quad (2.2.1)$$

Le facteur d'accord de Bragg est d'autant plus faible que la phase est présente en grandes proportions dans l'alliage. Pour une phase majoritaire, celui-ci est inférieur à 10 %. Il peut toutefois augmenter pour une phase présente dans des proportions moindres.

Les techniques expérimentales utilisées au cours de ce chapitre ont été présentées. Une première utilisation de celles-ci va être réalisée dans la suite de ce chapitre avec la caractérisation de l'Inconel 718 dans l'état de réception étudié au cours de ce travail de thèse.

2.2.2 Caractérisation de l'état de réception

Dans un premier temps, les informations sur la provenance de la nuance d'Inconel 718 étudiée ainsi que sa composition chimique seront indiqués. Une caractérisation par microscopie optique puis par microscopie électronique à balayage sera ensuite réalisée afin de déterminer quelles sont les phases en présence ainsi que la fraction de phase δ dans l'état de réception. Une caractérisation par la méthode de diffraction des électrons rétrodiffusés sera enfin proposée afin de connaître les orientations cristallines ainsi que d'autres paramètres cristallins.

2.2.2.1 Composition chimique de la nuance étudiée

L'alliage étudié est un Inconel 718 à haute teneur en niobium propre à l'application aéronautique. Il a été élaboré par la société Carpenter. D'après la déclaration de conformité, il a été élaboré à l'aide des procédés VIM/VAR. Il est livré sous forme d'une barre de demi-produit de diamètre 150 mm et dans l'état de réception, il n'a pas subi de traitement thermique. Sa composition est présentée dans le Tableau 2.2.3.

Tableau 2.2.3 : Composition chimique de la nuance d'Inconel 718 étudiée ⁸

	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al	Co
% wt	54,1	17,8	17,3	5,5	2,9	1,0	0,5	0,2
% at	53,7	19,9	18,1	3,4	1,8	1,2	1,1	0,2

⁸ seuls les éléments chimiques présents avec une fraction en poids supérieure à 0,1 % sont donnés dans le Tableau 2.2.3, on trouve également des traces de Mn, C, Cu, Si, P, S, N, Mg, O, B, Ca, Ta, Ag, Se, Bi et Pb

La composition chimique de la nuance d'Inconel 718 étudiée est conforme aux normes définies au Chapitre 1 (Tableau 1.2.2). En accord avec la déclaration de conformité, l'alliage présente une fraction de niobium de 5,44 %. Cette fraction est cruciale dans l'étude de la précipitation de la phase δ . En effet, d'après une compilation des différentes données exclusivement issues de la littérature, il existe un lien entre le solvus de la phase δ et la fraction de niobium présente dans la nuance étudiée comme le montre la Figure 2.2.3.

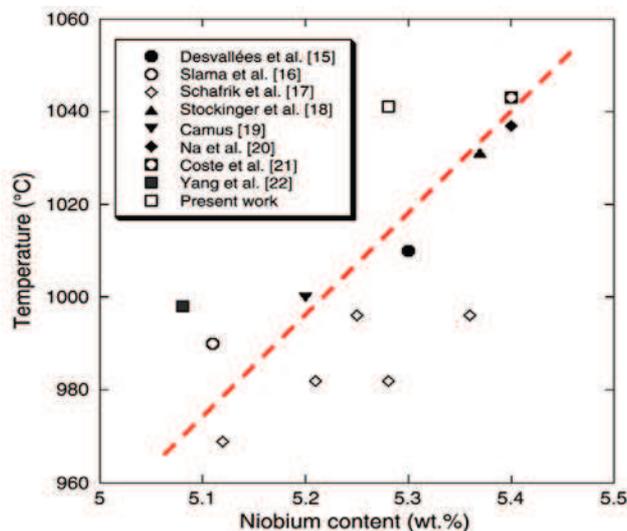


Figure 2.2.3 : Dépendance de la température de solvus de la phase δ à la fraction de niobium présente dans l'alliage [NIA10]

Sur la Figure 2.2.3, une régression linéaire est ajoutée afin de présenter l'influence de la fraction de niobium présente dans l'alliage sur le solvus de la phase δ . On constate que la fraction de niobium présente dans l'alliage de l'étude permet d'estimer un solvus supérieur à 1040 °C. L'étude expérimentale s'intéressant à la précipitation de la phase δ , un intérêt sera naturellement porté sur la détermination plus précise du solvus de la phase δ .

La composition chimique et l'origine de l'alliage étant déterminées, la présentation des microstructures obtenues à partir de l'état brut de réception va pouvoir être réalisée.

2.2.2.2 Microstructures et phases en présence

La barre de demi-produit de diamètre $\varnothing = 150$ mm étudiée présente une hétérogénéité de microstructure. La déclaration de conformité fait d'ailleurs état de trois zones caractéristiques de la pièce : la zone correspondant au centre (ou cœur : *C*), la zone correspondant au mi-rayon (*MR*) et celle correspondant à la périphérie (ou peau : *P*). La périphérie correspond à la zone se trouvant environ à 30 mm du diamètre extérieur. Ces zones caractéristiques sont représentées schématiquement sur la Figure 2.2.4.

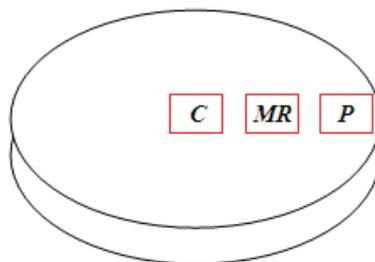


Figure 2.2.4 : Zones caractéristiques de la barre de demi-produit dans l'état de réception

Des micrographies optiques ont été réalisées dans chacune des trois zones caractéristiques de la barre de demi-produit définies sur la Figure 2.2.4. Ces micrographies sont représentées sur la Figure 2.2.5.

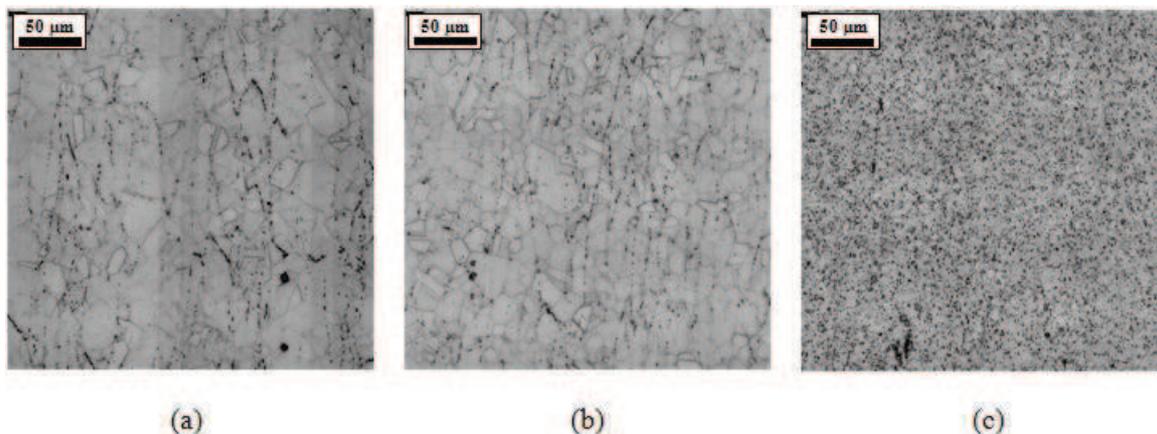


Figure 2.2.5 : Micrographies optiques des différentes zones caractéristiques de la barre de demi-produit prélevées dans la section longitudinale du pion, l’axe du pion étant vertical, (a) centre, (b) mi-rayon et (c) périphérie

Les microstructures du centre et du mi-rayon de la barre de demi-produit sont semblables. En comparaison, la taille de grains semble plus faible en périphérie.

Des joints de grains droits sont observables sur la Figure 2.2.5. Ceux-ci sont caractéristiques d’une structure CFC (ce sont des défauts d’empilements de type ABCACBA) correspondant aux macles de recuit. Leur rôle sera mis en évidence au cours des différentes analyses expérimentales.

Les micrographies (a) et (b) de la Figure 2.2.5 montrent un alignement des précipités observables en microscopie optique. Cet alignement est d’ailleurs toujours vertical et parallèle à l’axe de compression des pions. L’ensemble des micrographies optiques sont acquises avec l’axe de compression dans le même sens afin de pouvoir comparer différents traitements thermiques / thermomécaniques. L’alignement des précipités suit les lignes d’écoulement également appelées fibrage. Le fibrage est issu de la première étape de forge, qui brise la structure dendritique de solidification et entraîne une hétérogénéité de répartition du niobium dans la microstructure. Les différentes phases présentes à l’état de réception sont également observables sur la Figure 2.2.5. A l’état de réception, l’alliage présente une fraction non négligeable de phase δ et de carbures.

Les trois zones définies précédemment présentent également des tailles de grains différentes appréciables sur le Tableau 2.2.4.

Tableau 2.2.4 : Tailles de grains de la barre de demi-produit en fonction de la zone d’observation

	C (μm - ASTM)		MR (μm - ASTM)		P (μm - ASTM)	
Déclaration de conformité	25 - 35	7 - 8	9 - 25	8 - 11	9 - 12	10 - 11
Mesure expérimentale	30	7,5			12	10

Sur le tableau précédent, les tailles de grains données par la déclaration de conformité sont comparées aux tailles de grains déterminées au cours de l’étude expérimentale par EBSD. Les tailles de grains sont exprimées en microns ainsi qu’avec l’indice industriel ASTM. Cet indice correspond à la densité de grains mesurable sur la section, exprimée en mm^{-2} , d’une microstructure à un grandissement de 100. Cette norme est inversement proportionnelle à la taille de grains en microns et elle s’exprime sous la forme :

$$n_{sm} = 2G_m + 3 = \frac{4}{\pi(10^{-3}D)^2} \quad (2.2.2)$$

où n_{sm} est la densité de grains par unité de surface, G_m , l'indice de grains (noté D_{ASTM} dans la suite du manuscrit) et D , la taille de grains en approximant les grains par des disques, exprimé dans le système métrique. L'équation simplifiée permettant de déterminer la relation entre la taille de grains exprimée en microns et la taille de grains exprimée en ASTM est :

$$G_m = 3,322 \log\left(\frac{\pi(10^{-3}D)^2}{4}\right) - 2,955 \quad (2.2.3)$$

Les données correspondant aux tailles de grains associées à la déclaration de conformité sont confirmées par la mesure de la taille de grains en utilisant la technique EBSD. Il existe donc un facteur trois entre la taille de grains déterminée à cœur et celle déterminée en peau de la barre de demi-produit.

Les pions qui sont utilisés dans l'étude expérimentale proviennent intégralement de la peau de la barre de demi-produit. Ils présentent donc une taille de grains initiale ayant une faible dispersion comprise entre $9 \mu\text{m} < D_0 < 12 \mu\text{m}$ ($10 < D_{ASTM} < 11$).

Des micrographies MEB en électrons secondaires montrent l'état de la microstructure de la nuance d'Inconel 718 étudiée dans l'état de réception. Ces cartographies sont acquises dans la zone correspondant à la périphérie de la barre de demi-produit et sont représentées sur la Figure 2.2.6.

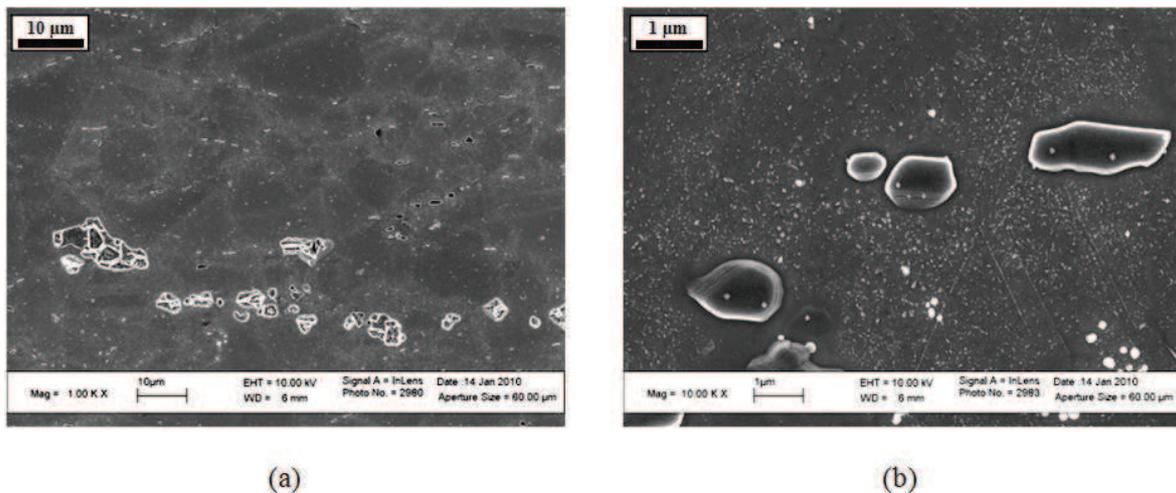


Figure 2.2.6 : Micrographies MEB de l'état de réception acquises en électrons secondaires, (a) vue générale et (b) à plus fort grandissement

Les micrographies de la Figure 2.2.6 confirment la présence de carbures et de phase δ sur la périphérie de la barre de demi-produit. La morphologie de la phase δ dans l'état de réception correspond à l'appellation globulaire définie précédemment (par opposition à aciculaire). Sa dimension caractéristique est de l'ordre du micron.

Ces micrographies permettent également d'observer la présence de phases dont la taille caractéristique est très inférieure au micron. Ces phases recouvrent l'ensemble de la microstructure comme le montre la Figure 2.2.6(b).

La fraction de phase δ est différente entre les zones correspondant au cœur et à la périphérie de la barre de demi-produit. Cette différence va être quantifiée à l'aide d'analyses de cartographies acquises avec un capteur d'électrons rétrodiffusés comme défini dans le protocole expérimental de ce chapitre. Des micrographies caractéristiques de ces deux zones sont données sur la Figure 2.2.7. La

fraction surfacique de phase δ déterminée par cette méthode est de $0,3 \% \pm 0,1 \%$ pour la zone provenant du centre et de $1,8 \% \pm 0,2 \%$ pour la zone issue de la périphérie. L'origine de cette différence de fraction de phase δ est complexe et sera approfondie dans l'étude expérimentale.

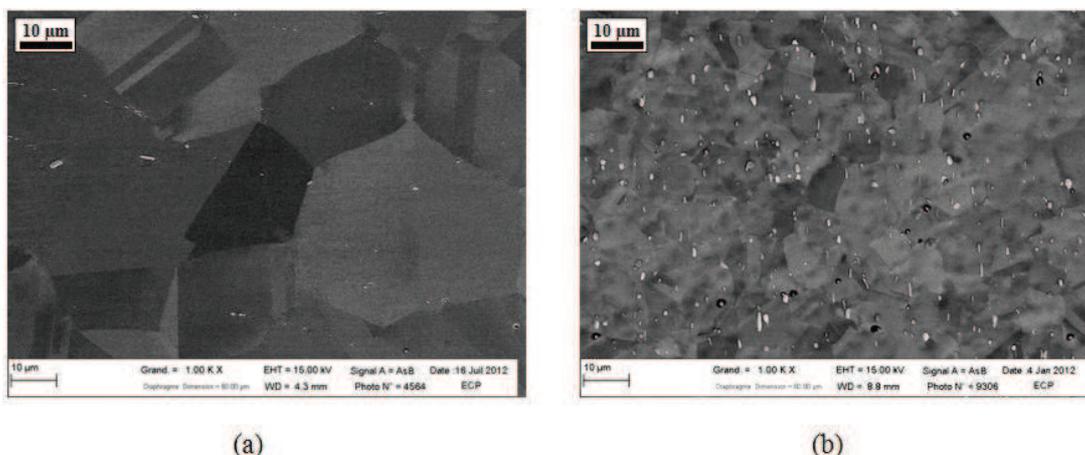


Figure 2.2.7 : Micrographies MEB de l'état de réception acquises en électrons rétrodiffusés, (a) centre de la barre de demi-produit et (b) périphérie de la barre de demi-produit

Les fractions surfaciques déterminées par analyse d'images sont du même ordre que la fraction volumique de phase δ déterminée par diffraction des neutrons sur l'état brut de réception ($f_{v\delta} = 1,5 \% \pm 0,4 \%$), pour un échantillon issu de la périphérie. Les résultats obtenus par ces deux méthodes de mesure de phase δ seront discutées dans la suite du manuscrit à partir de la comparaison des fractions obtenues dans plusieurs conditions de traitement.

2.2.2.3 Structure et orientations cristallines

Une acquisition par EBSD a été réalisée dans la zone correspondant à la périphérie de la barre de demi-produit de l'état de réception. Elle représente une zone de $300 \times 300 \mu\text{m}^2$ avec un pas de $0,25 \mu\text{m}$. La cartographie d'orientations correspondante est donnée sur la Figure 2.2.8.

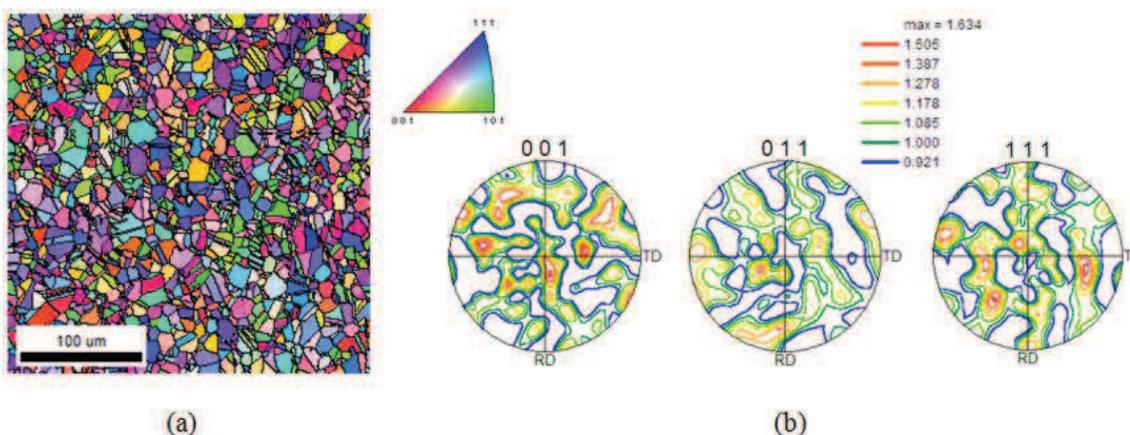


Figure 2.2.8 : Informations obtenues à l'EBSD à l'état de réception (a) cartographie d'orientations et (b) figures de pôles

Une attention particulière est portée sur la représentativité de la microstructure. Pour cela un critère est choisi sur le nombre de grains présents dans la zone étudiée. Il faut en effet un nombre minimum de 1000 grains afin d'avoir une statistique suffisante pour représenter l'intégralité de la microstructure et de la texture (≈ 2250 dans cette analyse) [KOC98]. Les joints de grains

(désorientation entre des cristaux adjacents supérieure à 15°) sont représentés par un segment noir sur la Figure 2.2.8(a).

La Figure 2.2.8(b) présente les figures de pôles de l'état brut de réception. Celles-ci ne présentent aucun renforcement et en accord avec la valeur maximale de l'acuité ($\approx 1,6$), il peut être conclu que ce matériau ne présente aucune texture dans l'état de réception. Ce résultat est crucial pour l'analyse des résultats de diffraction des neutrons. En effet, cela signifie qu'il n'y a pas d'orientations préférentielles dans les échantillons analysés dans l'état de réception.

La diffraction des électrons rétrodiffusés permet également d'accéder aux désorientations entre proches voisins ainsi qu'à la taille de grains. Une manière de les représenter est la distribution de désorientations et la distribution de taille de grains, respectivement (Figure 2.2.9).

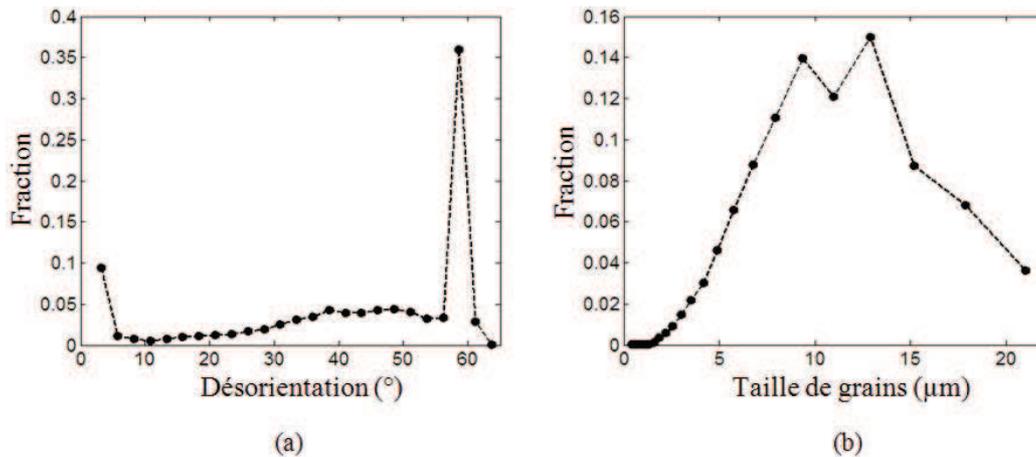


Figure 2.2.9 : Informations obtenues à l'aide de la technique EBSD sur l'état de réception, (a) distribution de désorientations et (b) distribution des tailles de grains

La distribution de désorientations de l'Inconel 718 dans l'état de réception montre un maximum de désorientations à 60° qui correspond aux macles de recuit. L'ensemble des informations pouvant être obtenues à l'aide de l'EBSO ont été extraites afin de caractériser l'état de réception.

L'étude expérimentale de ce chapitre s'intéressera donc à l'évolution de la microstructure de l'Inconel 718 depuis son état brut de livraison en fonction de divers traitements thermiques. Les traitements thermomécaniques seront traités dans le chapitre suivant.

2.3 Relation entre précipitation de phase δ et microstructure

La maîtrise de la taille de grains est le paramètre clé dans l'obtention des propriétés mécaniques finales d'une pièce. Cependant, de par sa dimension caractéristique, la phase δ influe considérablement sur l'évolution de la taille de grains au cours d'un traitement thermique et/ou thermomécanique. Cette compétition nécessite dans un premier temps la compréhension de l'influence de la température et du temps sur la précipitation de la phase δ . Dans un second temps, l'influence de la microstructure initiale sera également caractérisée afin de pouvoir finalement appliquer la précipitation de la phase δ à un cas pratique : les traitements thermiques industriels à 980°C .

2.3.1 Précipitation à partir d'un état homogénéisé

L'ensemble des études de la littérature présente les évolutions de phase δ à partir d'un état homogénéisé. Afin de pouvoir comparer les résultats obtenus dans la présente étude à la littérature, un diagramme TTT sera réalisé dans les mêmes conditions. Ce diagramme sera complété par la détermination des cinétiques de précipitation de la phase δ .

2.3.1.1 Construction d'un diagramme TTT

Un traitement thermique de 1 h à 1100 °C, suivi d'une trempe à l'eau, traitement dit d'homogénéisation, est réalisé afin de dissoudre complètement la phase δ et d'éliminer les contraintes résiduelles pouvant fausser la quantification de phase et les mesures de cinétique. Ce traitement a une influence sur la taille de grains comme il peut être observé sur les micrographies de la Figure 2.3.1.

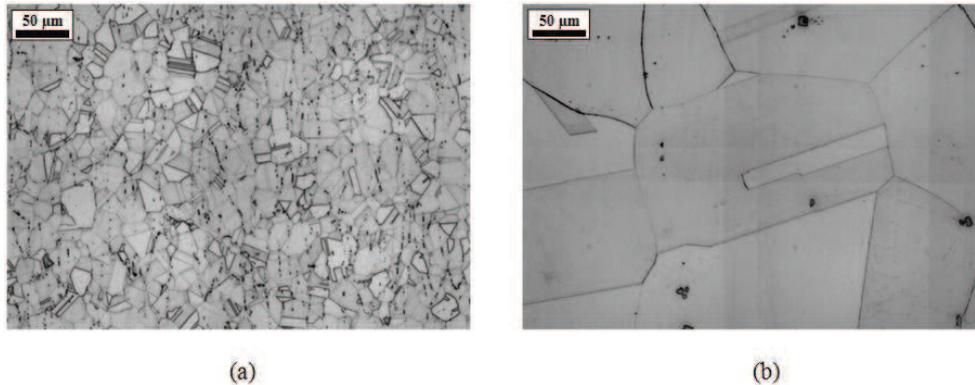


Figure 2.3.1 : Micrographies optiques, (a) de l'état brut de réception et (b) après traitement d'homogénéisation de 1100 °C / 1 h

L'état homogénéisé ne présente aucune trace de phase δ , preuve que la température de traitement est supérieure à la température de solvus de la phase δ . La taille de grains a également augmenté en l'absence de phase δ et est devenue trop importante pour être déterminée par la technique EBSD (la zone maximale sans qu'il n'y ait une défocalisation conséquente est de 2 mm * 2 mm). La taille de grains est donc déterminée par microscope optique selon la norme ASTM avec $D_0 = 270 \mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 2,5$).

Cette croissance de grains est également un obstacle à la détermination de la fraction volumique de phase δ par diffraction des neutrons. En effet, les échantillons ayant une taille de grains importante présentent une orientation préférentielle qui ne peut être justifiée par le faible nombre de grains (manque de statistique) car le volume diffracté est de $1,4 \text{ cm}^3$, ce qui correspond grossièrement à environ $5 \cdot 10^4$ grains. Afin d'identifier les paramètres liés à cette orientation préférentielle, la réalisation d'un spectre de diffraction des neutrons sur une plage angulaire plus importante est nécessaire mais n'a pas été réalisée au cours de cette étude expérimentale par manque de temps. Cette technique ne sera donc pas utilisée sur des échantillons ayant subi une croissance de grains importante.

Les traitements thermiques de précipitation ont été réalisés sur une gamme de température comprise entre 850 °C et 1050 °C et une gamme de temps allant de 20 min à 30 h. Les durées inférieures à 20 min n'ont pas été réalisées car le temps correspondant au traitement devient négligeable devant le temps d'homogénéisation en température (Annexe 2). Les fractions surfaciques de phase δ déterminées sur chaque essai du plan d'expériences sont données sur la Figure 2.3.2.

La température de traitement correspondant au maximum de précipitation de phase δ est de 900 °C. Cette observation est également constatée dans la littérature par Thomas *et al.* [THO06] et Zhang *et al.* [ZHA10]. A cette température, la fraction surfacique maximale de phase δ mesurée est de 16 %. Ce résultat expérimental est en accord avec les mesures expérimentales proposées par Azadian *et al.* qui obtiennent une fraction volumique de 14 % de phase δ dans leur nuance étudiée [AZA04].

Toutes les conditions (temps-température) expérimentales ont permis la précipitation de phase δ sauf le traitement thermique de 3 h à 800 °C. Le couple temps-température est donc représenté sur la Figure 2.3.2 mais pour une fraction de phase δ nulle. A 800 °C, seul le traitement de 30 h permet d'observer la précipitation de phase δ ($f_s \approx 0,3 \%$).

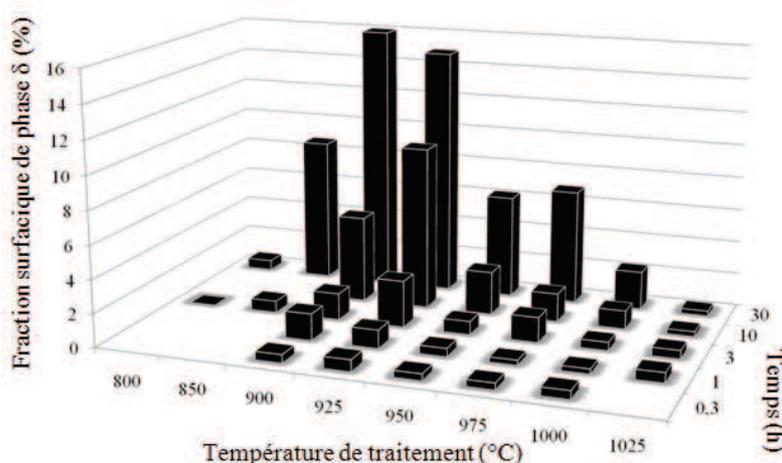


Figure 2.3.2 : Fraction de phase δ précipitée en fonction de la température et du temps de traitement à partir d'un état homogénéisé à 1100 °C/1 h

La phase δ précipite à la température de 1025 °C dès 1 h. Un traitement thermique supplémentaire a été réalisé de 1 h à 1050 °C mais l'observation de l'échantillon montre l'absence totale de phase δ . Le solvus de la phase δ est donc compris dans la gamme [1025 °C - 1050 °C]. Cette remarque est en accord avec la Figure 2.2.3 approximant le solvus de la phase δ autour de 1040 °C pour la teneur actuelle en niobium. Les résultats de l'étude expérimentale de la précipitation de la phase δ à partir de l'état homogénéisé sont superposés sur les diagrammes TTT de la Figure 2.1.2 afin de pouvoir les comparer aux résultats de la littérature (Figure 2.3.3).

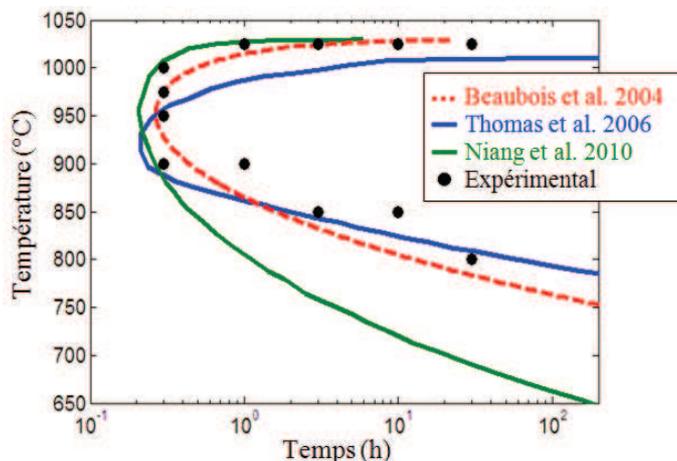


Figure 2.3.3 : Diagramme TTT de la précipitation de la phase δ comparé aux différents diagrammes TTT issus de la littérature

Les résultats expérimentaux de précipitation de phase δ sont similaires à ceux de Beaubois *et al.* et de Niang *et al.* pour les températures supérieures à 925 °C. Les nuances étudiées par ces deux études ainsi que la nuance de la présente étude ont une fraction de niobium plus élevée (5,4 %) que celle de la nuance de Thomas *et al.* (5,1 %). Cette fraction plus faible explique partiellement la température maximale de précipitation plus faible (\approx 1010 °C) en comparaison de celle observée pour les trois autres études (\approx 1030 °C). La température maximale de précipitation de l'étude de Thomas *et al.* ne semble d'ailleurs pas en adéquation avec les solvus présentés sur la Figure 2.2.3.

Pour les températures inférieures, les résultats expérimentaux correspondent aux cinétiques de précipitation de Beaubois *et al.* [BEA04] et de Thomas *et al.* [THO06]. Les deux auteurs ainsi que la présente étude ont réalisé un traitement thermique d'homogénéisation (1100 °C/1 h pour Beaubois *et*

al. ainsi que pour la présente étude et 1080 °C/1 h pour Thomas *et al.*). En comparaison, Niang *et al.* n'ont pas réalisé de traitement thermique. Les paramètres potentiels responsables de cette différence de cinétique de précipitation sont donc la taille de grains et/ou l'état de déformation. Cette piste sera approfondie dans l'étude de l'influence du chemin thermique sur la précipitation de la phase δ .

Un diagramme TTT intégrant la notion d'avancement de la transformation et donc de cinétiques est proposé sur la Figure 2.3.4. Ce diagramme contient le front de germination et les fronts correspondant à 50 et 100 % de la transformation, déterminés à partir de la base de données expérimentale. Cette dernière permet d'obtenir la fraction d'équilibre de phase δ .

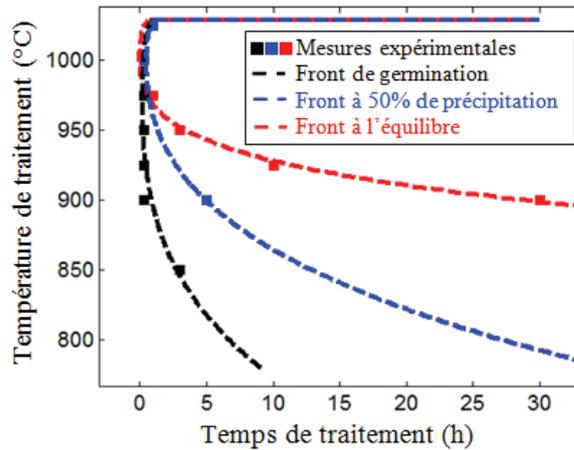


Figure 2.3.4 : Diagramme TTT de la phase δ intégrant les cinétiques de précipitation

Plus la température de traitement est faible (et donc éloignée du solvus de la phase δ), plus les cinétiques de précipitation sont lentes. Pour des températures proches du solvus de la phase δ (≈ 1030 °C), l'équilibre est atteint quasiment immédiatement, il n'est donc pas possible de distinguer les trois courbes. Un diagramme TTT propre à l'étude et original car intégrant les cinétiques de précipitation de la phase δ a donc été réalisé sur l'Inconel 718.

2.3.1.2 Mécanismes de croissance

L'identification des mécanismes de croissance de la phase δ est réalisée à l'aide de micrographies prises sur un échantillon ayant subi un traitement de précipitation de 10 h à 900 °C (Figure 2.3.5). Celle-ci présente les deux mécanismes envisagés précédemment.

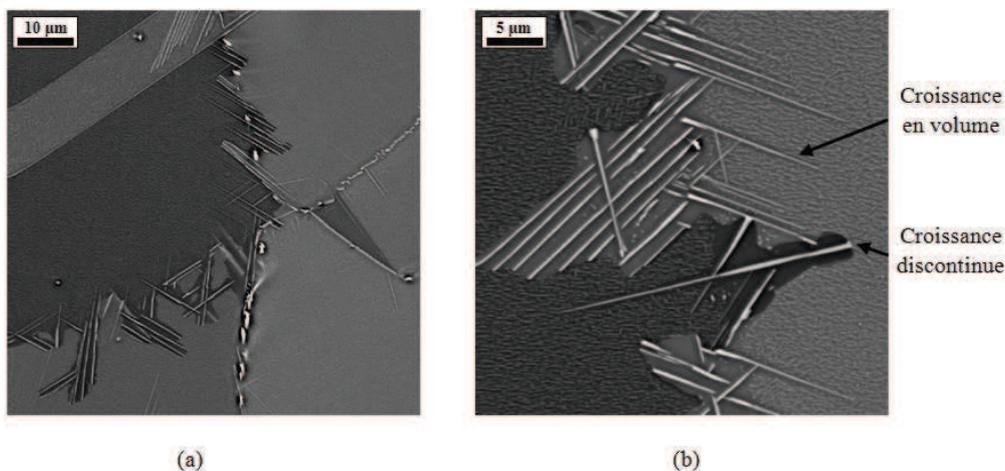
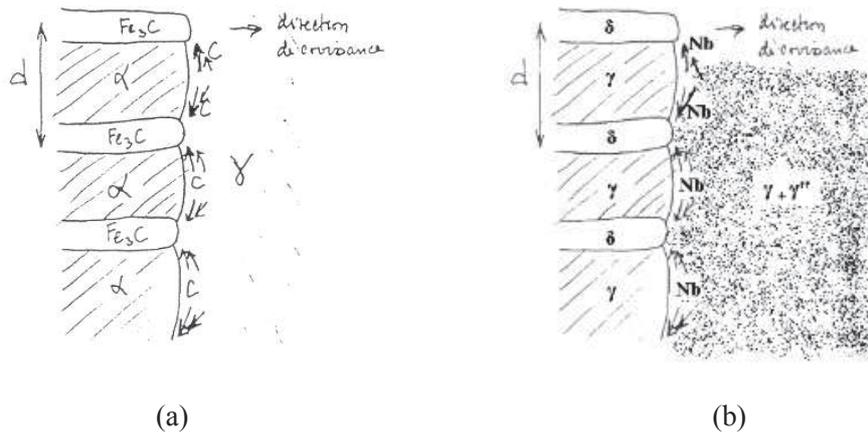
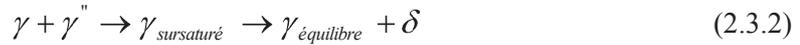


Figure 2.3.5 : Micrographies montrant les différents mécanismes de croissance de phase δ à 900 °C, (a) vue globale et (b) vue locale

Afin de mieux comprendre le mécanisme de croissance discontinue présent dans l'Inconel 718, sa description schématique est proposée et comparée à la description proposée par Sundquist en 1973 [SUN73] sur un acier perlitique. Les transformations données sur la Figure 2.3.6 peuvent être écrites sous la forme :



où d désigne l'espace entre lamelles de précipités.

Figure 2.3.6 : Représentation schématique du mécanisme de croissance discontinue, (a) dans les aciers perlitiques [SUN73] et (b) dans l'Inconel718

Une analogie peut être faite entre les mécanismes de précipitation discontinue dans un acier perlitique et dans l'Inconel 718 avec toutefois de légères différences. Premièrement, on constate que la structure cristalline sursaturée et à l'équilibre est la même dans le matériau de l'étude, ce qui n'est pas le cas dans un acier perlitique. Néanmoins cette réaction se produit de la même façon à travers une interface qui est constituée par un joint de grains qui se déplace préférentiellement (Figures 2.3.5 et 2.3.6), ce type de précipitation est aussi rencontré dans les alliages Ag - Al (Ag_2Al) [PRE72] et Fe - 30 Ni - 6 Ti (phase η : Ni_3Ti) [SPE63].

La seconde différence est que ce n'est pas la limite de solubilité de l'élément chimique servant à la précipitation (ici le carbone) qui explique la diffusion de celui-ci vers le précipité. En effet, dans le cas du matériau de l'étude, c'est la présence de phase nanométrique γ'' (et non de la matrice γ) qui est la réserve de l'élément chimique servant à la précipitation de la phase δ (ici le niobium) car de même formule chimique.

La croissance discontinue est accompagnée d'une migration des joints de grains, comme constaté sur la Figure 2.3.5 alors que la croissance continue vers l'intérieur du grain nécessite une diffusion en volume de la matrice vers le précipité. Baumann *et al.* [BAU81] ont d'ailleurs observé une dépendance en température du mécanisme de précipitation discontinue dans les alliages de Be-Cu. Celui-ci peut être qualifié de croissance à simple courbure si $T < T_f / 2$ ou à double courbure, sinon. Dans le cadre de cette étude, un troisième type de précipitation discontinue, la morphologie dite en S [FOU79], a été mise en évidence indépendamment de la température de traitement (Figure 2.3.5(a)).

Une étude complémentaire sur la longueur moyenne des aiguilles issues de la croissance continue et de celles issues de la croissance discontinue montre que celles obtenues en croissance continue peuvent atteindre l'intégralité d'un grain à l'équilibre thermodynamique alors qu'il y a une

saturation pour le second type. En effet la croissance continue ancre les joints de grains et empêche leur migration par croissance discontinue.

Le joint de grains est un court-circuit de diffusion. Cette remarque conduit à l'hypothèse que la cinétique de précipitation discontinue est favorisée par rapport à celle de la précipitation continue. Néanmoins, comme on peut le voir sur les micrographies de la Figure 2.3.5, le joint de grains devient sinueux ce qui est défavorable énergétiquement. Ce constat met en compétition deux effets antagonistes et il n'est pas possible de déterminer quelle est la cinétique de croissance la plus rapide.

Les aiguilles sont équidistantes dans le cas de la croissance discontinue, ce qui n'est pas le cas en croissance en volume. L'espacement entre les lamelles est lié à la distance de diffusion le long des joints de grains. Le second constat concerne la proportion de phase γ'' restante : la croissance discontinue semble avoir consommé l'intégralité de la phase γ'' disponible réduisant localement la dureté de l'échantillon. Ceci n'est pas le cas en croissance continue.

En effet, pour expliquer l'affirmation précédente, il faut partir de l'hypothèse que la germination intergranulaire est un processus non périodique dans l'espacement des germes (dépendant du taux local de dislocations) [DUL92]. La croissance discontinue est, comme cela a été vu au paragraphe précédent, périodique dans l'espacement des lamelles à cause de considérations énergétiques. De plus la distance entre lamelles doit être optimale afin que tout le niobium disponible dans la phase γ'' soit consommé pour la croissance de la phase δ .

En croissance continue le raisonnement est différent : les germes vont croître en volume. Néanmoins, selon les conclusions de Turnbull [TUR55] et Duly [DUL92], la fraction de précipités issue de la croissance en volume (continue) est négligeable devant la fraction de précipités issue de la croissance discontinue. Les germes à l'origine d'une croissance en volume sont donc très peu nombreux et espacés de façon non périodique, c'est ce qui explique qu'ils ne peuvent pas consommer toute la phase γ'' présente dans le grain en croissance en volume mais uniquement celle proche de l'aiguille. Dit autrement, la longueur de diffusion du niobium en solution solide est négligeable devant l'espacement entre les germes subissant la croissance en volume.

La Figure 2.3.7 résume la discussion sur les mécanismes de précipitation de la phase δ .

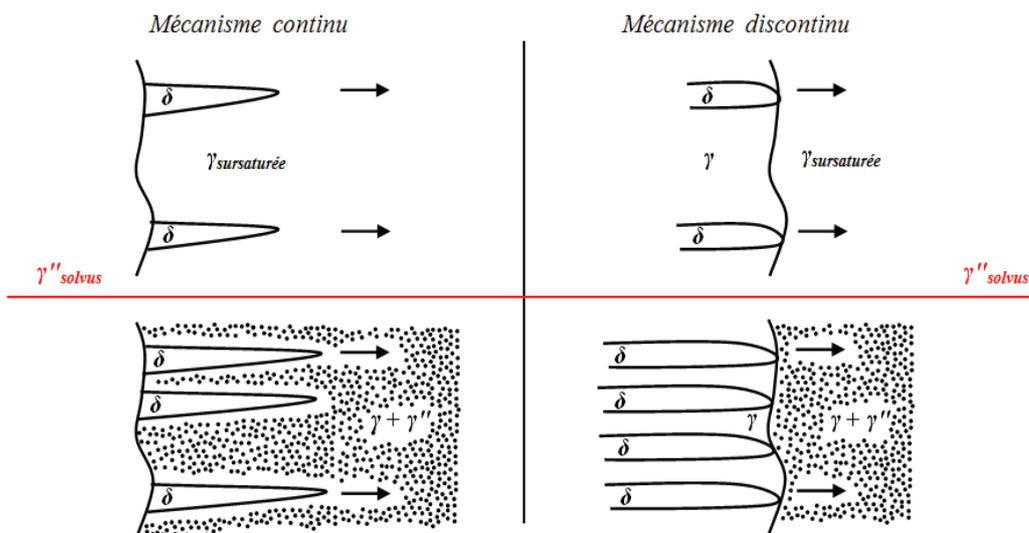


Figure 2.3.7 : Synthèse des mécanismes de précipitation de la phase δ

Le rapport T_T / T_f (T_T correspond à la température de traitement et T_f à la température de solvus de la phase considérée plutôt qu'à la température de fusion [DUL92] toutes deux exprimées en Kelvin) est introduit afin de déterminer s'il peut décrire la compétition entre les deux types de

croissance. Ceci pourrait permettre d'expliquer pourquoi Turnbull et Duly n'observent pas de croissance en volume alors que c'est le cas pour cette étude expérimentale (Figure 2.3.5).

En effet, dans l'étude de Turnbull, la température de référence de traitement est de 273 K. Après vérification sur le diagramme de phases Pb-Sn [OHT95], la température de l'eutectique est de 458 K, soit un rapport T_T / T_f de 0,60. Dans le cas de l'étude de Duly, les traitements thermiques sont réalisés à une température de 493 K et la température de fusion du précipité $Al_{12}Mg_{17}$ est de 723 K, soit un rapport T_T / T_f de 0,68. Ces rapports sont négligeables devant celui déterminé au cours de la présente étude : la température de traitement est considérée à 900 °C et la température de dissolution de la phase δ est de 1035 °C soit un rapport T_T / T_f de 0,90. Ces constats semblent indiquer que plus le rapport T_T / T_f est proche de l'unité, plus les deux mécanismes agissent conjointement.

D'un autre côté, Fisher [FIS51] puis Philibert *et al.* [PHI02], faisant l'hypothèse d'un matériau biphasé grain - joint de grains, déterminent deux coefficients de diffusion et donc deux énergies d'activation nommées respectivement Q (en volume) et Q' (aux joints de grains). Ces auteurs mettent en évidence la prépondérance de la diffusion aux joints de grains devant celle en volume en introduisant le rapport Q' / Q . Turnbull montre qu'il vaut 0,35 et Philibert *et al.* [PHI02] généralisent ce rapport à 0,5 pour les métaux. L'important est de constater que l'énergie d'activation aux joints de grains est inférieure et donc explique la croissance intergranulaire observée par Turnbull et Duly.

Néanmoins, l'énergie d'activation est reliée au coefficient de diffusion en volume du niobium dans la matrice (Q) par l'Equation 2.3.3.

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.3.3)$$

Finalement, plus le rapport T_T / T_f est important, plus la densité de lacunes est importante dans la matrice [PHI02] et donc plus le rapport D' / D tend vers un. En conclusion, au cours de la présente étude, le rapport T_T / T_f est plus important que dans la bibliographie. Ce constat indique que les énergies d'activations intergranulaires et intragranulaires sont du même ordre de grandeur à 900 °C et qu'il peut y avoir compétition entre les deux types de croissance.

Ayant identifié les mécanismes caractéristiques de la germination et de la croissance de la phase δ , sa cinétique de croissance va être décrite à l'aide du modèle de Zener dans l'étude suivante.

2.3.1.3 Modélisation des cinétiques de précipitation

Historiquement, le premier à s'être intéressé aux problèmes de précipitation et à avoir proposé un modèle thermodynamique est Zener [ZEN46] pour la transformation $\gamma \Rightarrow \alpha + Fe_3C$ dans les alliages fer-carbone. S'en sont suivies plusieurs études complexifiant toujours la vision phénoménologique de Zener. Ainsi Turnbull [TUR55] a mis en évidence expérimentalement que la diffusion en volume est négligeable devant la diffusion aux joints de grains dans les alliages plomb-étain. En effet, il a constaté que la croissance des précipités se faisait uniquement dans la direction de migration du joint validant la prépondérance de la croissance discontinue sur la croissance en volume.

Du point de vue de la cinétique de la transformation, les travaux de Zener [ZEN46] ont été repris par Aaronson et Liu [AAR68] et Petermann et Hornbogen [PET68]. Ces derniers sont d'ailleurs les premiers à avoir mis en évidence la relation entre la force motrice et la vitesse de migration du front de transformation qui est une équation constitutive du modèle de recristallisation (Chapitre 4). Enfin, une approche plus complexe a été proposée par Cahn [CAH59] prenant en compte la mobilité d'interfaces et le fait que la diffusion ait lieu à cette interface.

Dans cette étude, la représentation la plus simple de la croissance discontinue a été choisie, c'est pour cela que la description de Zener a été retenue [ZEN46]. Ce dernier a en effet été le premier à proposer un modèle reliant la vitesse de migration du front de transformation (v) et l'espacement entre

lamelles (d). Néanmoins cette approche repose plutôt sur une description phénoménologique que sur la prise en compte des explications du phénomène de croissance de la phase δ . De plus, ce modèle n'est valable que pour l'étude de la croissance discontinue car il propose un espacement entre lamelles optimal qui ne peut être applicable que dans le cas où les lamelles sont équidistantes, ce qui n'est pas observé en croissance en volume.

Le modèle de Zener est fondé sur une considération énergétique : la variation de la force motrice liée à la formation de la phase δ (Equation 2.3.4). Dans le cas de l'Equation 2.3.4, il peut être aisément considéré que la force motrice dépend de deux termes : la force motrice libérée lorsque la réaction est poursuivie jusqu'à l'équilibre thermodynamique à laquelle on doit soustraire l'énergie volumique de création d'interface.

$$\Delta G = \Delta G_0 - \frac{2\sigma}{d} \quad (2.3.4)$$

où σ est l'énergie d'interface et d , la distance entre deux lamelles de la phase δ .

L'hypothèse posée par Zener est de considérer qu'à une distance minimale (d_{\min}), la force motrice libérée lorsque la réaction est poursuivie jusqu'à l'équilibre devient nulle :

$$\text{si } d_{\min} = \frac{2\sigma}{\Delta G_0} \Rightarrow \Delta G = \Delta G_0 \left(1 - \frac{d_{\min}}{d}\right) \quad (2.3.5)$$

La représentation souhaitée doit prendre en compte l'expression de la température comme variable du modèle. Au raisonnement de Zener est ajoutée l'expression de la force motrice libérée lorsque la réaction est poursuivie jusqu'à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température :

$$\Delta G_0 = \Delta H - T\Delta S \quad (2.3.6)$$

$$\Delta S = \frac{\Delta H}{T_{\text{eq}}} \text{ et donc } \Delta G_0 = \Delta H \left(\frac{T_{\text{eq}} - T}{T_{\text{eq}}}\right) \quad (2.3.7)$$

Considérant les Equations 2.3.5 et 2.3.7, la vitesse de migration du front de transformation, v , proposée par Zener, donnée dans l'Equation 2.3.8, se présente sous la forme :

$$v = k\Delta G \frac{D}{d} \Leftrightarrow v = kD\Delta H \left(\frac{T_{\text{eq}} - T}{T_{\text{eq}}}\right) \left(\frac{1}{d} - \frac{d_{\min}}{d^2}\right) \quad (2.3.8)$$

A partir de l'Equation 2.3.8, Zener avait le choix entre trois critères de maximisation afin d'obtenir l'espacement optimal entre deux lamelles. Il pouvait maximiser la force motrice sur le système, la vitesse de migration du front de transformation ou le couple : (force motrice * vitesse de migration du front de transformation). Il a choisi de manière arbitraire la maximisation de la vitesse de migration du front de transformation en posant l'Equation 2.3.9 :

$$\frac{dv}{dd} = \frac{kD\Delta H}{d_{\text{opt}}^2} \left(\frac{T_{\text{eq}} - T}{T_{\text{eq}}}\right) \left(\frac{2d_{\min}}{d_{\text{opt}}} - 1\right) = 0 \quad (2.3.9)$$

De cette équation, il est aisé de déterminer que la vitesse de migration du front de transformation optimale est obtenue pour une distance optimale :

$$d_{\text{opt}} = 2d_{\min} \quad (2.3.10)$$

Des Equations 2.3.8 et 2.3.10, on obtient :

$$v_{\text{opt}} = \frac{kD\Delta H}{4d_{\min}} \left(\frac{T_{\text{eq}} - T}{T_{\text{eq}}}\right) \quad (2.3.11)$$

Finalement, on injecte les Equations 2.3.3, 2.3.4 et 2.3.5 dans l'Equation 2.3.11 pour obtenir l'Equation 2.3.12⁹ :

$$v_{opt} = \frac{kD_0\Delta H^2}{8\sigma} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \left(\frac{T_{eq}-T}{T_{eq}}\right)^2 \quad (2.3.12)$$

Afin de déterminer expérimentalement la vitesse optimale de migration du front de transformation, les longueurs d'aiguilles de phase δ mesurées en croissance discontinue à un temps donné normalisées par la longueur maximale d'aiguilles mesurées (ici à 900 °C) doivent être déterminées en fonction de la température. Il a été choisi de déterminer la longueur des aiguilles à un temps de traitement de 10 h car à un temps plus important, il y a saturation de la microstructure en précipités. Il devient impossible de dissocier la contribution de chaque mécanisme sur la croissance de phase δ comme constaté sur la Figure 2.3.8.

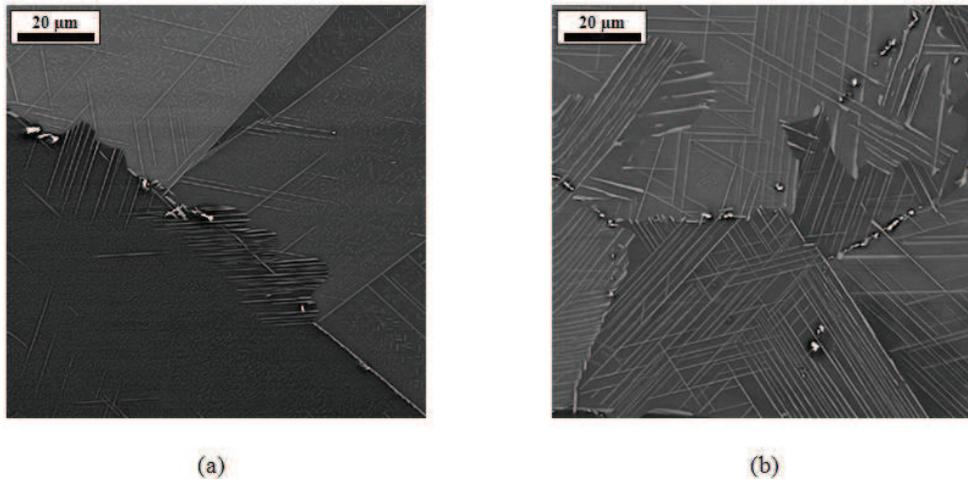


Figure 2.3.8 : Comparaison des microstructures pour une même température de traitement, (a) à 10 h de traitement et (b) à 30 h de traitement

La relation permettant de déterminer la vitesse optimale de migration du front de transformation normalisée par la vitesse maximale de migration du front de transformation est :

$$\frac{v_{opt}}{v_{max}} = \frac{l_{discontinue}}{(t-t_n)} * \frac{(t-t_n \text{ à } 900^\circ\text{C})}{l_{discontinue \text{ à } 900^\circ\text{C}}} \quad (2.3.13)$$

où $t = 10$ h et t_n est le temps de germination pour chaque température considérée.

La détermination de la longueur des aiguilles de phase δ en fonction de la température de traitement pour un temps de 10 h ainsi que les autres paramètres nécessaires à l'Equation 2.3.13 sont présentés dans le Tableau 2.3.1.

Tableau 2.3.1 : Calcul de la vitesse de migration du front de transformation normalisée

température (°C)	800	850	900	950	975	1000
$l_{discontinue}$ (μm)	0	33	47	34	29	6
t_n (h)	30	1	0,3	0,3	0,3	0,3
v_{opt} / v_{max}	0	0,76	1,00	0,72	0,62	0,13

⁹ rigoureusement, on devrait écrire Q' dans l'Equation 2.3.12 car c'est bien l'énergie d'activation le long des joints de grains qui est déterminée ici et non Q qui est l'énergie de diffusion du niobium en volume dans la matrice de nickel

L'Equation 2.3.12 (normalisée par le coefficient pré-exponentiel) est représentée en bleu sur la Figure 2.3.9 où elle est comparée aux résultats expérimentaux. D'après ces derniers, la vitesse maximum de croissance correspond à la température de 900 °C. Cette vitesse optimale conduit à déterminer une énergie d'activation apparente de 190 kJ/mol. Celle-ci est du même ordre de grandeur que l'énergie d'activation de la diffusion du niobium dans le nickel qui est de 203 kJ/mol [PAT96].

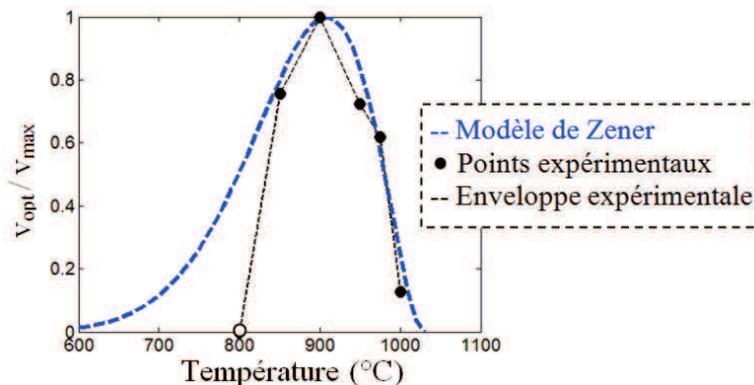


Figure 2.3.9 : Cinétique de croissance discontinue de la phase δ

Sur la Figure 2.3.9, on constate qu'à une température égale ou supérieure à 850 °C, la cinétique de croissance de la phase δ est équivalente à celle décrite par le modèle de Zener. Néanmoins, à une température inférieure à 850 °C, le temps de traitement de 10 h (et même de 30 h) ne permet pas d'avoir suffisamment de phase δ précipitée pour mesurer une longueur d'aiguille. Il faudrait réaliser des temps de traitement plus longs afin de mesurer des aiguilles à ces températures.

La prise en compte du deuxième phénomène de croissance présent dans la gamme de température étudiée n'est pas effective avec l'approche de Zener. Toutefois, d'après la cinétique observée sur la Figure 2.3.9, l'hypothèse de considérer uniquement le phénomène de croissance discontinue est justifiée.

En conclusion, le modèle de Zener décrit qualitativement la cinétique de croissance discontinue de la phase δ . Ayant déterminé les mécanismes conduisant à la germination et à la croissance de la phase δ et proposé une cinétique de croissance discontinue de cette phase, l'influence de divers chemins thermiques va être étudiée dans la prochaine partie.

2.3.2 Influence du chemin thermique emprunté

Cette étude s'intéresse à l'effet du chemin thermique sur les cinétiques de précipitation de la phase δ . En accord avec la bibliographie, trois chemins thermiques sont comparés (Figure 2.3.10).

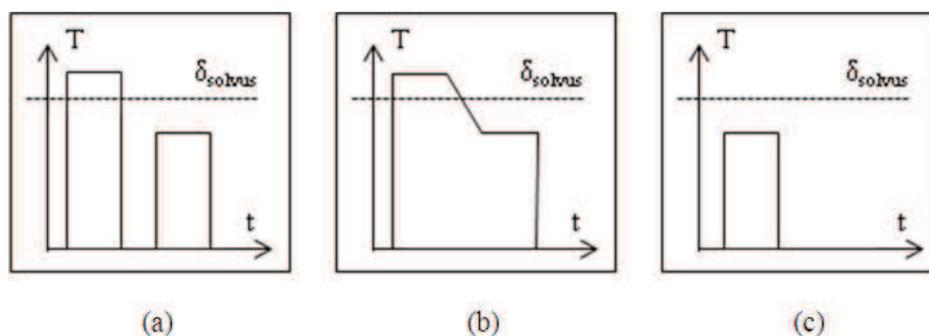


Figure 2.3.10 : Les différents chemins thermiques étudiés, (a) mise en solution super- δ -solvus, trempe puis revenu, (b) mise en solution super- δ -solvus, refroidissement puis revenu et (c) revenu direct à partir de l'état de réception

Le chemin thermique correspondant à une mise en solution de la phase δ , d'une trempe puis d'un revenu, est le chemin thermique ayant servi à représenter les cinétiques de croissance de la phase δ suivant le modèle théorique de Zener. Ce chemin est considéré comme le chemin thermique de référence car il est celui qui est le plus étudié dans la littérature [AZA04] et [BEA04]. Ce dernier est comparé aux deux autres chemins présentés sur la Figure 2.3.10.

2.3.2.1 Influence d'une trempe intermédiaire

Le second chemin thermique présente également une mise en solution de la phase δ mais le traitement de revenu est réalisé sans trempe intermédiaire. En effet, la germination intergranulaire de la phase δ dépend du nombre de défauts (dislocations et autres) présents aux joints. Une trempe intermédiaire augmente donc le nombre de défauts et de surcroît le nombre de germes [ADA71], cette dernière étude étant réalisée sur un acier austénitique. Cette affirmation a été confirmée dans l'Inconel 718 par Sundararaman *et al.* [SUN88] comme le montrent les micrographies MET de la Figure 2.3.11(a) et a également été observée dans le cadre de la présente étude (Figure 2.3.11(b)).

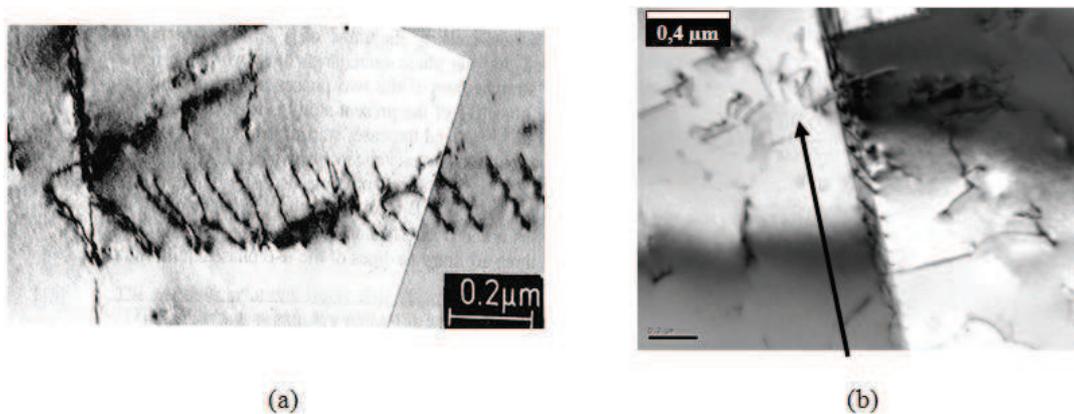


Figure 2.3.11 : Micrographies MET montrant les dislocations générées par trempe (a) d'après Sundararaman *et al.* [SUN88] et (b) sur un échantillon trempé

Comme on peut le voir sur la Figure 2.3.11(b), il existe des arrangements planaires de dislocations le long des plans $\{111\}$ de la matrice γ . Cette observation est en accord avec les études de Henry *et al.* (acier austénitique) [HEN75] et de Sundararaman *et al.* [SUN88]. De plus, ces dislocations résultent bien de la trempe car elles sont également présentes dans un échantillon ayant subi une trempe juste après un maintien d'un quart d'heure à 1050 °C, c'est-à-dire sans aucune déformation.

De par ce constat, la comparaison des deux chemins thermiques permet de conclure que les cinétiques de précipitation sont les plus importantes dans le cas du chemin thermique intégrant une trempe comme on peut l'observer en comparant les micrographies MEB de la Figure 2.3.12.

L'échantillon ayant subi une trempe intermédiaire (Figure 2.3.12(a)) montre une fraction surfacique de phase δ de 15,4 % qui est plus importante que sans trempe intermédiaire (Figure 2.3.12(b)) puisque de 5,6 %. Cette remarque est vraie indépendamment du temps de traitement. En effet, pour une durée de traitement d'une heure à 900 °C, il existe déjà une différence notable de fraction surfacique de phase δ entre les deux chemins thermiques : 1,1 % pour le chemin avec trempe contre seulement 0,2 % pour le chemin sans trempe.

On constate également la présence de phase γ'' sur l'échantillon ayant subi le traitement sans trempe intermédiaire. La présence de cette phase confirme que la précipitation de la phase δ n'est pas maximale. En comparaison, la microstructure correspondant au traitement avec trempe intermédiaire présente une saturation en phase δ confirmant la différence de cinétiques de précipitation entre les deux chemins thermiques.

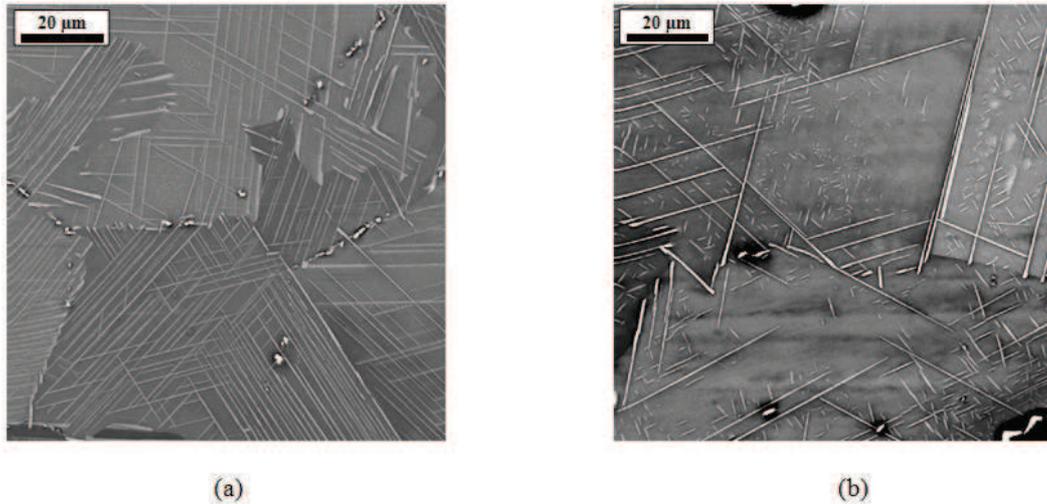


Figure 2.3.12 : Micrographies MEB 900 °C/30 h, (a) avec trempe intermédiaire et (b) sans trempe intermédiaire

Une remarque doit néanmoins être apportée à cette étude. Dans ces conditions de traitements thermiques, c'est-à-dire avec une trempe à l'eau, la vitesse de refroidissement est de l'ordre de 100 °C/s. Si on se place en conditions de traitements thermiques industriels, les vitesses de refroidissement sont inférieures à 10 °C/s. Cette faible vitesse de refroidissement permet la germination de la phase γ'' au cours du refroidissement comme le confirme le diagramme TRC de Slama *et al.* [SLA97] (Figure 2.1.7(a)). Celle-ci peut influencer la germination de la phase δ (intragranulaire) lors de revenus ultérieurs. De plus, une simulation complémentaire réalisée sur Forge[®] montre que les vitesses de refroidissement peuvent être inférieures à 3 °C/s, notamment sur des échantillons déformés [RIZ10]. A de si faibles vitesses de refroidissement, la phase δ peut également germer aux joints de grains comme le constatent Geng *et al.* [GEN97].

2.3.2.2 Précipitation à partir de l'état de réception

Les deux premiers chemins thermiques comprennent une remise en solution, ce qui n'est pas le cas pour le troisième chemin (Figure 2.3.10). Cette mise en solution a pour effet d'augmenter considérablement la taille de grains des échantillons ayant subi les deux premiers traitements en comparaison de celle du troisième qui est restée équivalente à la taille de grains de l'échantillon dans l'état brut de réception. Une étude par la technique EBSD pour différents temps de traitements réalisés à 900 °C montre que la taille de grains est constante ($D_0 = 12 \mu\text{m}$ et $D_{\text{ASTM}} = 10,5$).

L'autre différence notable est le nombre de défauts initialement présent dans les échantillons : quand les échantillons correspondant aux deux premiers chemins thermiques ont une densité de défauts relativement faible (légèrement supérieure pour les échantillons ayant subi la trempe intermédiaire), le troisième conserve son histoire thermomécanique. Il en est de même pour la fraction de phase δ présente dans l'état de réception qui est d'environ 1,8 %, cette valeur ne prenant pas en compte les nombreux germes de phase δ pouvant être initialement présent dans l'échantillon dans l'état de réception et de taille inférieure à la limite de détection de l'analyse d'images. Les micrographies obtenues pour des traitements réalisés à partir du troisième chemin thermique (revenu direct) sont présentées sur la Figure 2.3.13.

La précipitation de la phase δ au cours d'un revenu direct n'a pas lieu uniquement sous une morphologie aciculaire comme observée pour les deux autres chemins thermiques, pour une même température. Des globules de phase δ sont également présents dans les microstructures observées. La présence de phase δ avec deux morphologies et l'absence de migration de joints de grains observées pour les autres chemins thermiques empêche l'application du modèle de Zener pour la détermination de la cinétique de précipitation de la phase δ à partir de l'état de réception.

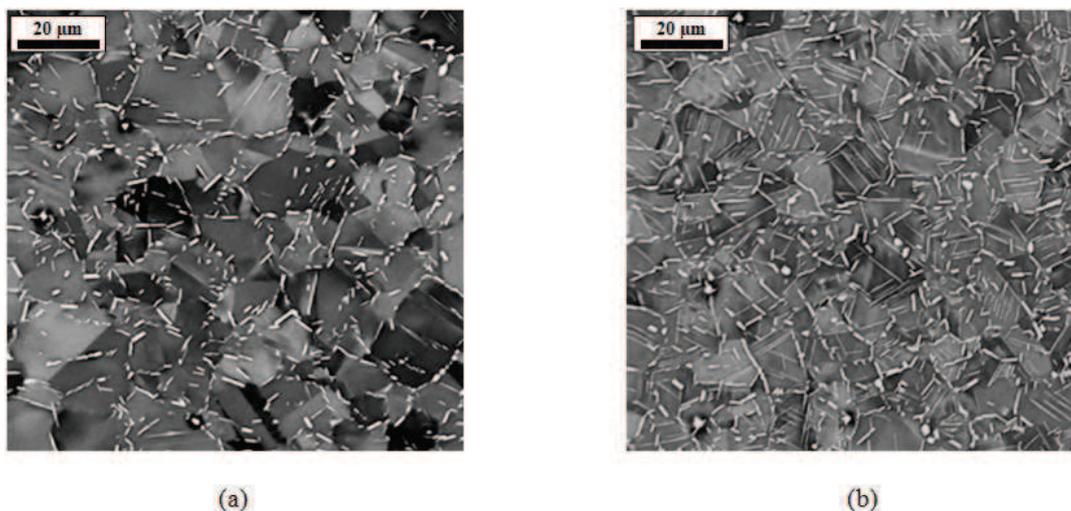


Figure 2.3.13 : Micrographies MEB obtenues à partir du revenu direct, (a) revenu à 900 °C/10 h et (b) revenu à 900 °C/30 h

Afin de déterminer la cinétique de précipitation obtenue par la technique de diffraction des neutrons, chaque spectre de raies obtenu (en quantification à température ambiante ou en précipitation *in-situ* à 900 °C) est affiné afin de déterminer la fraction volumique de phase δ . Dans le cas de la précipitation *in-situ* à 900 °C, quelques spectres obtenus pour des temps caractéristiques sont tracés sur la Figure 2.3.14.

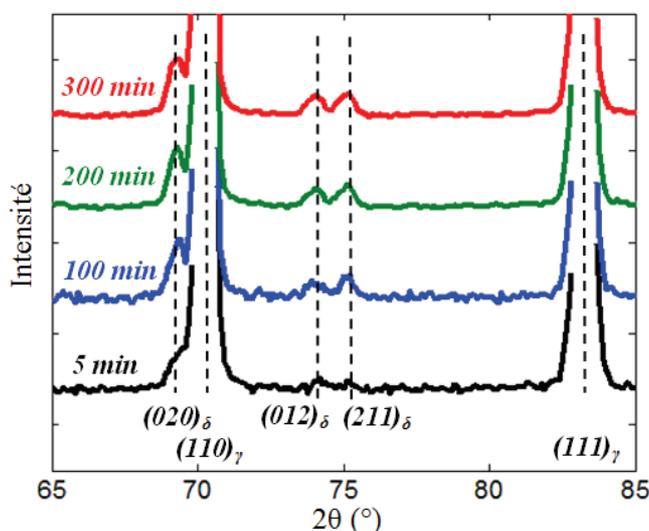


Figure 2.3.14 : Spectres obtenus par diffraction des neutrons au cours de l'étude de la précipitation *in-situ* à 900 °C pour différents temps caractéristiques

L'intensité des pics de diffraction correspondant à la phase δ augmente en fonction du temps de traitement traduisant l'augmentation de fraction volumique de phase δ . Cette augmentation est également observable dans le Tableau 2.3.2 présentant l'évolution *in-situ* de la fraction volumique de phase δ en fonction du temps de traitement à 900 °C.

Les données présentées sur ce tableau sont obtenues pour des durées d'acquisitions différentes. La durée d'acquisition influence le facteur R_B qui traduit l'accord entre l'intensité mesurée et celle calculée à l'aide du modèle structural présenté précédemment : pour l'ensemble des R_B supérieurs à 25 %, le temps d'acquisition est de 15 min, quand celui-ci est de 30 min pour les fractions volumiques affinées avec un R_B inférieur à 20 %.

Tableau 2.3.2 : Evolution de la fraction volumique de phase δ en fonction du temps à 900 °C ¹⁰

temps (h)	0	0,08	0,3	0,6	1,0	1,5	2,0	3,0	3,0	10	30
f_v (%)	2,5	3,5	4,9	7,3	7,5	8,7	8,5	9,7	10,1	12,6	13,1
Ecart-type (%)	0,7	1,3	1,3	1,2	1,2	1,2	1,1	0,9	0,7	0,6	0,5
$R_{B\delta}$ (%)	18	52	39	42	47	28	41	41	12	14	17

A partir de ces résultats, il est possible de déterminer une cinétique de précipitation simple en identifiant les coefficients d’une fonction du type Avrami [LIU97a]. Cette dernière se présente sous la forme :

$$f_{\delta} = f_{\delta}^{\text{éq}}(1 - \exp(-k(t + t_0)^n)) \quad (2.3.14)$$

où $f_{\delta}^{\text{éq}}$ est la fraction d’équilibre de phase δ à la température de traitement, k et n , les coefficients d’Avrami et t_0 , le temps d’incubation.

Afin de prendre en compte la fraction de phase δ initiale, l’Equation 2.3.14 peut s’écrire :

$$f_{\delta} = (f_{\delta}^i - f_{\delta}^{\text{éq}}) \exp(-k((t + t_0)^n) + f_{\delta}^{\text{éq}} \quad (2.3.15)$$

La détermination des fractions surfaciques (par analyse d’images) et volumiques (par diffraction des neutrons) de phase δ ainsi que l’identification des paramètres de l’Equation 2.3.15 sont présentés sur la Figure 2.3.15. Cette étude est réalisée à la température où il y a potentiellement une précipitation maximale de phase δ : 900 °C.

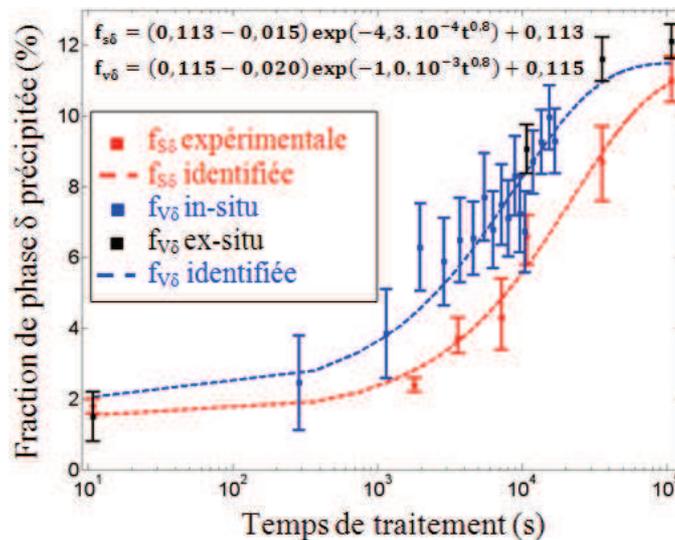


Figure 2.3.15 : Cinétiques de précipitation de la phase δ à partir de l’état de réception

La fraction surfacique de phase δ mesuré par métallographie pour un temps de traitement de 30 h (supposé à l’équilibre thermodynamique) est de 11,3 % alors que la fraction volumique déterminée par diffraction des neutrons est légèrement supérieure (11,5 %). En considérant les dispersions déterminées pour les deux méthodes et l’équivalence entre les paramètres des cinétiques de précipitation, la validité de l’égalité entre les fractions surfacique et volumique est confirmée.

¹⁰ les données du Tableau 2.3.2 sont issues de deux méthodes de mesures différentes : jusqu’à trois heures, la mesure est réalisée en précipitation in-situ à 900 °C et les trois dernières colonnes correspondent à des mesures réalisées à l’ambiante pour des traitements réalisés ex-situ.

Considérant la complexité de mise en œuvre de la technique de diffraction des neutrons, seule la technique d'analyse d'images sera utilisée dans la suite du manuscrit. Par conséquent, seule la notion de "fraction surfacique de phase δ " sera prise en compte et considérée comme un estimateur de la fraction volumique.

Les différentes fractions surfaciques de phase δ obtenues avec les divers traitements de la présente étude sont données dans le Tableau 2.3.3. Seuls les traitements compris dans la gamme de température [900 °C - 975 °C] ont été considérés.

Tableau 2.3.3: Fractions surfaciques moyennes de phase δ mesurées selon trois chemins thermiques

	1100 °C/1 h, trempe et revenu				1100 °C/1 h, revenu				revenu direct			
	1 h	3 h	10 h	30 h	1 h	3 h	10 h	30 h	1 h	3 h	10 h	30 h
975 °C	0,3	0,9	1,0	4,2	0,1	0,1	0,1	0,8	1,8	2,7	4,5	4,7
950 °C	0,3	0,6	1,7	4,7	0,1	0,1	0,6	1,8	3,0	5,7	7,0	7,3
900 °C	1,1	1,0	3,9	15,0	0,3	0,7	4,6	5,6	3,7	6,3	8,2	10,8

L'examen du Tableau 2.3.3 montre que le troisième chemin thermique a toujours une fraction de phase δ plus élevée que celle des deux premiers traitements. La présence initiale de germes et de défauts cristallins quand un revenu est fait directement à partir de l'état de réception permet d'accélérer la cinétique de précipitation par rapport aux autres chemins thermiques.

Le second constat est que la croissance de la phase δ semble saturer plus tôt le long du chemin thermique réalisé à partir de l'état de réception que pour les autres traitements. Par exemple, à 900 °C/30 h (Figure 2.3.13(b)), il y a une fraction surfacique de 10,8 % pour le revenu direct alors qu'il y a une fraction surfacique de 15,0 % pour la mise en solution, trempe puis revenu. Une hypothèse est alors envisageable : la fraction à saturation (sous-entendue à l'équilibre) de phase δ et plus vraisemblablement la cinétique de croissance de la phase δ dépend de la taille de grains. Cette hypothèse est aussi soutenue par Beaubois *et al.* [BEA04] et pourrait expliquer la différence de fraction surfacique de phase δ à l'équilibre obtenue par Liu *et al.* [LIU97b] (Figure 2.1.8).

En effet, un échantillon subissant un revenu et ayant initialement une densité de défauts importante ne peut qu'avoir une germination plus importante qu'un échantillon subissant une mise en solution [LIU97a, LIU97b et LIU98]. Ce raisonnement est compatible avec les hypothèses proposées par Turnbull [TUR55] dès 1955, c'est à dire que "la vitesse de précipitation cellulaire" dépend de trois paramètres : le coefficient de diffusion des atomes dans la paroi de la cellule, l'espacement interlamellaire et le nombre de cellules par unité de volume. Il a constaté que le coefficient de diffusion n'était pas modifié en présence de défauts mais ceux-ci agissent comme un court-circuit de diffusion auxiliaire. L'auteur utilise le terme auxiliaire en comparaison au court-circuit principal de diffusion créé par les joints de grains [PHI02].

Les fractions surfaciques de phase δ déterminées au cours de cette étude sont supérieures aux fractions d'équilibre déterminées par Beaubois *et al.* (Figure 2.1.10). En effet, ces auteurs ont supposé que la fraction d'équilibre de phase δ est atteinte pour un temps de traitement de 10 h à 900 °C. Or, dans cette étude, il est constaté qu'avec un temps de traitement de 30 h à 900 °C, la fraction de phase δ augmente toujours. En comparaison, pour des températures de traitement plus importantes, la fraction de phase δ peut être cependant considérée à saturation puisque celle-ci évolue peu entre 10 h et 30 h de traitement.

La cinétique de précipitation de la phase δ est donc accélérée dans le cas d'un revenu direct. Ce revenu est celui appliqué par les industriels au cours de la chauffe des demi-produits pour réaliser une mise en forme. Dans la suite de ce manuscrit, un intérêt est porté sur le comportement de l'Inconel 718 à une température de traitement (à partir du revenu direct) de 980 °C, température utilisée dans la mise en forme industrielle.

2.3.3 Cas industriel : précipitation à 980 °C

Industriellement, un lopin est chauffé durant plusieurs heures avant la mise en forme. Ce traitement implique une compétition entre la précipitation de la phase δ et la croissance de grains. L'objectif de cette partie est de déterminer comment conserver une taille de grains faible au cours de la chauffe à la température de 980 °C sans pour autant saturer la microstructure en phase δ .

Aux températures de traitement super- δ -solvus, il y a absence de phase δ et donc croissance de grains amenant la microstructure à ne plus respecter le cahier des charges. Toutefois, aux températures de traitement sub- δ -solvus, deux paramètres influent sur l'évolution de la microstructure : la température de traitement (fixée dans cette étude) et la fraction de phase δ initiale avant mise en forme.

Les traitements thermiques à 980 °C ne sont pas effectués dans le four tubulaire utilisé pour les traitements thermiques. Ils sont réalisés dans un four à lampe couplé à la presse hydraulique utilisée dans le Chapitre 3 pour la réalisation d'essais de compression. Ces traitements thermiques à 980 °C suivent le protocole de chauffe d'un échantillon subissant une compression : l'échantillon est placé entre les tas de compression de la presse hydraulique à température ambiante, une chauffe est ensuite réalisée à puissance maximale (il faut 6 min pour atteindre 900 °C) puis une régulation est appliquée quand la température de consigne est atteinte. L'échantillon subit un maintien thermique pendant 15 min à partir de la température de 900 °C jusqu'à la température de consigne. Ce temps de traitement de 15 min est validé dans l'Annexe 2.

Les échantillons sont ensuite trempés à l'hélium à une température de refroidissement au minimum de 12 °C/s donc correspondant à des temps inférieurs au délai pour qu'il y ait début de précipitation des phases γ' et γ'' ou encore de la phase δ . Ce constat permet d'être certain que les fractions surfaciques de phase δ déterminées dans cette étude dépendent uniquement du traitement thermique réalisé et ainsi de s'affranchir de la précipitation éventuelle de phase δ au cours du refroidissement dans les raisonnements ultérieurs.

Divers traitements thermiques courts ($t < 3$ h) sont réalisés à la température de 900 °C. Les microstructures obtenues sont comparées à l'échantillon dans l'état brut de réception sur la Figure 2.3.16. L'objectif est de faire varier la fraction de phase δ avant l'étape de croissance de grains et ainsi déterminer la fraction critique d'ancrage des joints de grains à 980 °C.

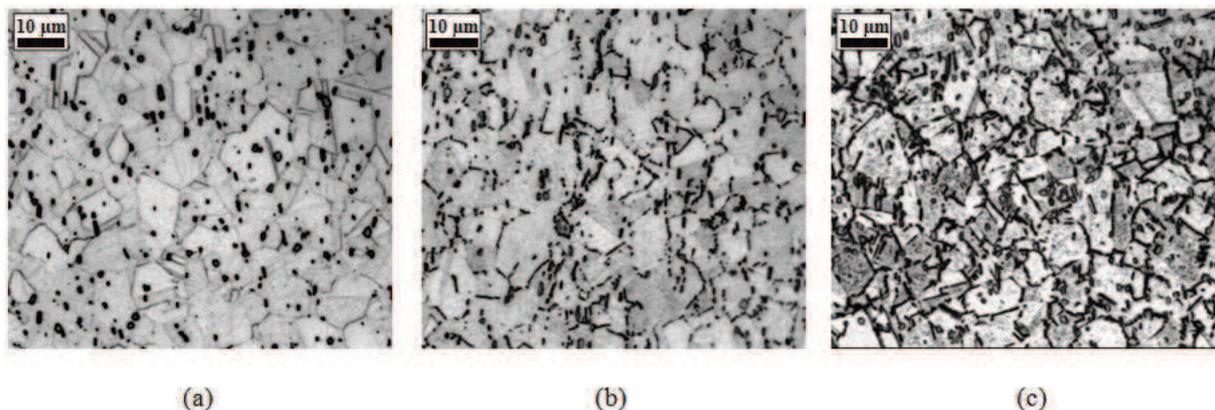


Figure 2.3.16 : Micrographies optiques d'échantillons présentant une fraction surfacique croissante de phase δ , (a) état brut de réception, (b) 900 °C/30 min et (c) 900 °C/2 h

Le traitement à 900 °C n'a pas d'effet sur la taille de grains. On observe une augmentation de la fraction surfacique de phase δ avec le temps de traitement. Celles-ci sont déterminées au cours du traitement de précipitation à 900 °C et au cours du maintien à 980 °C pendant 15 min (Tableau 2.3.4).

Tableau 2.3.4 : Fractions surfaciques moyennes de phase δ mesurées après traitements thermiques

	Chauffe à 900 °C	Maintien à 980 °C
Etat brut	1,8	2,4
30 min	2,4	2,7
1 h	3,7	3,1
2 h	4,3	3,7

Un traitement thermique à 980 °C est influencé par la fraction surfacique initiale de phase δ . Si la fraction est inférieure à 2,4 %, il y a précipitation à 980 °C. Si au contraire, la fraction est supérieure ou égale à 3,7 %, il y a dissolution à 980 °C. Cette différence d'état de précipitation s'explique par la fraction d'équilibre de phase δ à 980°C qui d'après Desvallées *et al.* correspond à environ 3 % (Figure 2.1.10), et donc comprise dans l'encadrement expérimental de [2,7 % - 3,1 %].

Afin de déterminer quelle fraction surfacique de phase δ peut inhiber la croissance de grains et ainsi évaluer la fraction critique de phase δ , les microstructures obtenues après traitements thermiques à 980 °C sont présentées sur la Figure 2.3.17.

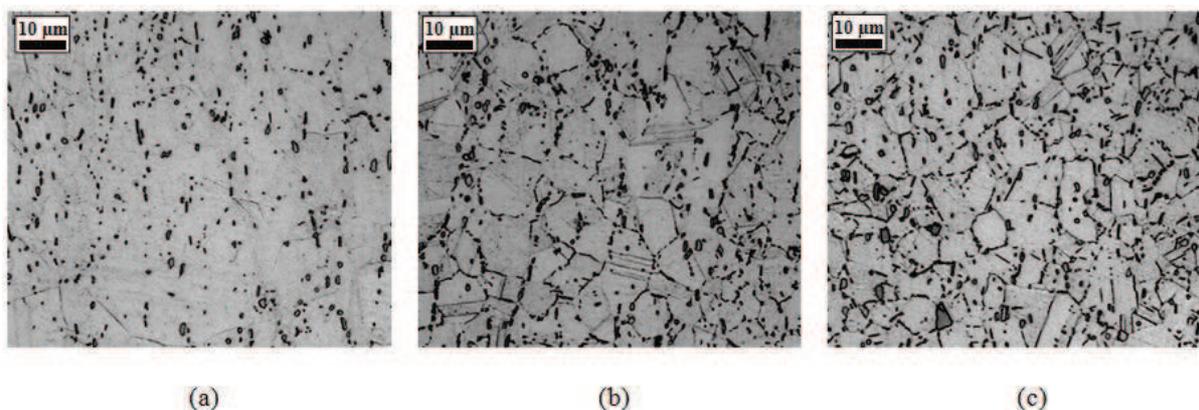


Figure 2.3.17 : Micrographies optiques après maintien de 15 min à 980 °C, à partir de, (a) l'état brut de réception, (b) l'état ayant subi un traitement de 30 min à 900 °C et (c) l'état ayant subi un traitement de 2 h à 900 °C

Après observation des micrographies optiques obtenues, on constate que la fraction surfacique de phase δ obtenue après un traitement thermique de 2 h à 900 °C (4,3 %) est suffisante pour ancrer les joints de grains et empêcher leur mouvement au cours du maintien thermique à 980 °C puisque la taille de grains reste constante (12 μm - 10,5 ASTM). Cette observation est également vraie pour des durées de traitement plus faibles (30 min et 1 h). En effet, la taille de grains n'a pas augmenté au cours du maintien thermique à 980 °C pour ces deux conditions. En comparaison, l'échantillon présentant la plus faible fraction surfacique de phase δ initiale présente une augmentation de sa taille de grains (50 μm - 6,5 ASTM donc multipliée par 4).

La fraction critique de phase δ appartient donc à l'encadrement [1,8 % - 2,4 %]. Cette fraction est inférieure à la fraction d'équilibre de phase δ à 980 °C. Il est donc possible d'inhiber la croissance de grains à 980 °C car la fraction critique est inférieure à la fraction d'équilibre. Pour cela, il faut toutefois réaliser un traitement thermique de précipitation précédant le traitement à 980 °C car à l'état brut de réception, la fraction initiale de phase δ est inférieure à la fraction critique de phase δ .

Conclusions intermédiaires

Dans l'Inconel 718, au cours de traitements thermiques, la phase δ peut précipiter dans la gamme de température comprise entre 850 °C et 1025 °C pour des durées inférieures ou égales à 30 h. En fonction de la température de traitement, la phase δ peut présenter deux morphologies : aciculaire à $T \leq 975$ °C et globulaire à $T \geq 975$ °C.

"u cours de l'étude, un intérêt a été porté à la phase δ aciculaire. Quatre mécanismes différents de précipitation de la phase δ aciculaire ont été mis en évidence et discutés. Ceux-ci dépendent de la présence de la phase γ " dont le solvus est situé entre 925 °C et 950 °C et donc indirectement de la température de traitement. Ces mécanismes présentent une compétition entre une croissance en volume et une croissance discontinue, cette dernière étant accompagnée d'une migration des joints de grains.

Les cinétiques de précipitation dépendent de la taille de grains et de la densité de défauts cristallins présents dans la microstructure. La température de traitement de 900 °C a été particulièrement utilisée au cours de cette étude car celle-ci permet d'accéder à la fraction surfacique maximale de phase δ (16 % pour un état homogénéisé à 1100 °C pendant 1 h et 11 % à partir de l'état brut de réception).

La cinétique de précipitation discontinue de la phase δ est en accord sur un aspect qualitatif avec le modèle de Zener pour un état homogénéisé. " partir de l'état brut de réception qui possède une taille de grains correspondant au cahier des charges, la cinétique du type Avrami permet d'estimer d'un point de vue quantitatif la cinétique de précipitation de la phase δ . Pour cette dernière, la comparaison des cinétiques obtenues par les deux techniques expérimentales employées permet de valider leur utilisation et de confirmer l'équivalence entre fraction surfacique déterminée par analyses d'images et volumique mesurée par diffractométrie des neutrons.

La compréhension de la précipitation de la phase δ a permis d'évaluer la compétition entre cinétique de précipitation de phase δ et cinétique de croissance de grains. "insi pour une température de 980 °C, qui sera celle de la mise en forme sub- δ -solvus au cours du Chapitre 3, la fraction d'équilibre a été déterminée à $2,7 \% < f_{s\delta}^{eq} < 3,1 \%$ et la fraction critique permettant d'ancrer les joints de grains et ainsi d'inhiber leur croissance est de $1,8 \% < f_{s\delta}^{critique} < 2,4 \%$.

Chapitre 3 : Mise en forme de l'Inconel 718

3.1 Mécanismes physiques et comportement mécanique liés à la mise en forme à chaud.....	58
------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------

<i>3.1.1 Mécanismes statiques d'évolution microstructurale.....</i>	<i>59</i>
<i>3.1.2 Comportements dynamiques.....</i>	<i>64</i>
<i>3.1.3 Mécanismes microstructuraux post-dynamiques.....</i>	<i>69</i>

3.2 Présentation des essais thermomécaniques	69
-----------------------------------------------------------	-----------

<i>3.2.1 Dispositif expérimental</i>	<i>69</i>
<i>3.2.2 Résultats expérimentaux : comportement mécanique</i>	<i>72</i>

<i>3.2.2.1 Frottements</i>	<i>72</i>
<i>3.2.2.2 Échauffement adiabatique.....</i>	<i>75</i>

<i>3.2.3 Outils développés pour l'étude des microstructures.....</i>	<i>78</i>
----------------------------------------------------------------------	-----------

<i>3.2.3.1 Détermination d'une répartition hétérogène de taille de grains</i>	<i>78</i>
<i>3.2.3.2 Critère sur la taille de grains</i>	<i>79</i>

3.3 Mise en forme super-δ-solvus	82
-----------------------------------------------------------------	-----------

<i>3.3.1 Etat de l'art.....</i>	<i>82</i>
<i>3.3.2 Résultats et analyses de l'étude unipasse</i>	<i>85</i>

<i>3.3.2.1 Identification des mécanismes</i>	<i>85</i>
<i>3.3.2.2 Influence des conditions thermomécaniques et de la taille de grains initiale</i>	<i>93</i>

<i>3.3.3 Etude multipasses.....</i>	<i>99</i>
-------------------------------------	-----------

3.4 Mise en forme sub-δ-solvus.....	107
--------------------------------------------------------------	------------

<i>3.4.1 Etat de l'art.....</i>	<i>107</i>
---------------------------------	------------

<i>3.4.1.1 Compétition entre précipitation et recristallisation dynamique</i>	<i>107</i>
<i>3.4.1.2 Dissolution de la phase δ.....</i>	<i>110</i>
<i>3.4.1.3 Influence de la proportion de phase δ sur le comportement mécanique</i>	<i>113</i>

<i>3.4.2 Résultats expérimentaux de l'étude unipasse.....</i>	<i>114</i>
---------------------------------------------------------------	------------

<i>3.4.2.1 Essais interrompus</i>	<i>115</i>
<i>3.4.2.2 Influence de la fraction de phase δ.....</i>	<i>120</i>
<i>3.4.2.3 Cinétiques de dissolution dynamique de la phase δ.....</i>	<i>123</i>

Conclusions intermédiaires.....	128
----------------------------------------	------------

Ce chapitre s'intéresse à la compréhension du comportement mécanique et de l'évolution microstructurale de l'Inconel 718 au cours du forgeage à chaud. Dans ce travail, l'opération de forgeage est simulée par un essai de compression uniaxiale à haute température. Dans un premier temps, la description des mécanismes pouvant influencer le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure est présentée. Dans un second temps, le dispositif expérimental et l'exploitation des résultats expérimentaux sont réalisés.

A partir de ces analyses préliminaires, l'étude proprement dite de la mise en forme de l'Inconel 718 dans le domaine super- δ -solvus est décrite, tout d'abord en conditions unipasses à l'aide d'essais interrompus, puis l'influence des conditions thermomécaniques sur l'Inconel 718 sera discutée, enfin une ouverture sera proposée à la mise en forme en conditions multipasses avec différents chemins thermiques interpasses.

Enfin, la dernière partie de ce chapitre porte sur la mise en forme de l'Inconel 718 en présence de phase δ (domaine de températures sub- δ -solvus). Cette partie est axée autour de deux aspects : une étude unipasse de caractérisation du comportement et une étude s'intéressant à l'influence de la fraction de phase δ sur le comportement mécanique. Une étude complémentaire sera réalisée sur la détermination des cinétiques de dissolution statique et dynamique de la phase δ .

3.1 Mécanismes physiques et comportement mécanique liés à la mise en forme à chaud

Un essai de forge libre, simulé dans cette étude par essai de compression à chaud de pions cylindriques, peut être décomposé en quatre étapes distinctes :

- une *chauffe*. Celle-ci dépend de la dimension de la pièce ou de l'échantillon, et du type de phénomènes physiques présents comme la conduction (s'il y a contact avec un second corps), la convection (si l'échantillon est en présence d'un fluide) et/ou le rayonnement thermique. L'objectif de cette première étape est d'amener le pion de compression jusqu'à la température de mise en forme avec une répétabilité du temps de chauffe.

- un *maintien isotherme*. Sur une base numérique¹¹, un temps de quinze minutes a été défini pour être certain d'avoir une température homogène au sein du pion de compression avant de commencer la déformation. Avec l'apport d'énergie thermique, la microstructure du matériau évolue durant ce maintien et il est important de caractériser cette évolution afin de connaître la structure de départ avant déformation plastique.

- une *compression*. Celle-ci est réalisée à vitesse de déformation et température constantes. La déformation est un apport d'énergie supplémentaire au système. De façon similaire à l'étape de maintien thermique, il faut caractériser l'évolution de la microstructure à cette étape de déformation.

- un *refroidissement*. Sa vitesse est fonction des attentes de l'essai. Suffisamment lent, le refroidissement permet l'apparition de phénomènes physiques post-déformation pour obtenir des microstructures finales particulières. Au contraire, une trempe fige la microstructure dans son état après déformation.

Les différents mécanismes physiques intervenant au cours des étapes définies ci-dessus et permettant de comprendre les évolutions de la microstructure vont être présentés. Ces phénomènes induits par la déformation ont lieu à des températures supérieures à la moitié de la température de fusion et peuvent donc être en compétition avec des étapes de précipitation ou de remise en solution (dans le domaine sub- δ -solvus) qui ne sont pas négligeables.

¹¹ les temps définis sont confrontés à des simulations de chauffe de pion et de lopins dans l'Annexe 2. Il en résulte que pour une durée de traitement supérieure ou égale à quinze minutes, la température est homogène au sein de l'échantillon.

3.1.1 Mécanismes statiques d'évolution microstructurale

La chauffe et le maintien thermique de quinze minutes permettent le développement d'évolutions statiques, c'est-à-dire sans application de contraintes extérieures et sans déformation. L'évolution et le maintien en température conduisent à des modifications structurales fonction de la vitesse de chauffe, du temps et de la température de maintien, et de la microstructure du matériau avant le traitement thermique. Cette étape, appliquée à un matériau non déformé, induit essentiellement une croissance de grains et des modifications des phases en présence (dissolution ou précipitation). Si le matériau a été préalablement déformé, des phénomènes de restauration et de recristallisation peuvent prendre place si la température est suffisamment importante. Dans ce cas, bien que la majorité de l'énergie mécanique apportée au système au cours de la déformation ait été dissipée sous forme de chaleur pendant l'essai, une partie reste stockée sous forme de dislocations traduisant l'effet d'écrouissage et amenant le matériau dans un état instable thermodynamiquement.

On définit l'énergie stockée, E_s comme :

$$E_s = \frac{1}{2} \mu b^2 \rho \quad (3.1.1)$$

où μ est le module de cisaillement du matériau (GPa), b , le vecteur de Burgers du matériau (mm) et ρ , la densité de dislocations totale du volume élémentaire considéré (mm^{-2}).

Deux grandes classes de phénomènes s'observent expérimentalement :

- *les phénomènes discontinus* où chaque étape intervient de façon indépendante et conduit à des évolutions distinctes de la microstructure,

- *les phénomènes continus* où les évolutions microstructurales se font de manière progressive et les mécanismes apparaissent simultanément dans différentes zones de l'échantillon.

L'ensemble des phénomènes statiques listés dans la littérature sont présentés dans le Tableau 3.1.1.

Tableau 3.1.1 : Les différents phénomènes statiques [HUM04]

	Restauration	Recristallisation	Croissance
Continu	Croissance de sous-grains	Recristallisation continue	Croissance normale de grains
Discontinu	Croissance discontinue de sous-grains	Recristallisation primaire	Croissance anormale de grains

Ces phénomènes ont lieu à haute température ce qui permet à la restauration statique d'apparaître dès lors qu'il y a des dislocations stockées lors de la déformation plastique avant chauffage. En comparaison, le phénomène de recristallisation statique nécessite un niveau de déformation seuil pour s'initier, celui-ci est communément appelé déformation critique (ϵ_c). Elle représente un second paramètre nécessaire à la définition et à la distinction des phénomènes résumés dans le Tableau 3.1.1.

La déformation critique dépend de la nature du matériau et de la température de maintien. On peut néanmoins l'estimer au voisinage de 10 % à basse température (inférieure à $0,2 T_f$). A ce niveau de déformation, les dislocations se présentent fréquemment sous forme d'enchevêtrements, appelés "parois de dislocations", délimitant des cellules. A un niveau de déformation plus élevé et/ou sous l'effet de la température, les parois de cellules s'affinent progressivement et se structurent, pouvant

aller jusqu'à une organisation de type "sous-joint". Une représentation schématique de ce processus de modification de la microstructure au cours de la déformation a été proposée par Nes (Figure 3.1.1).

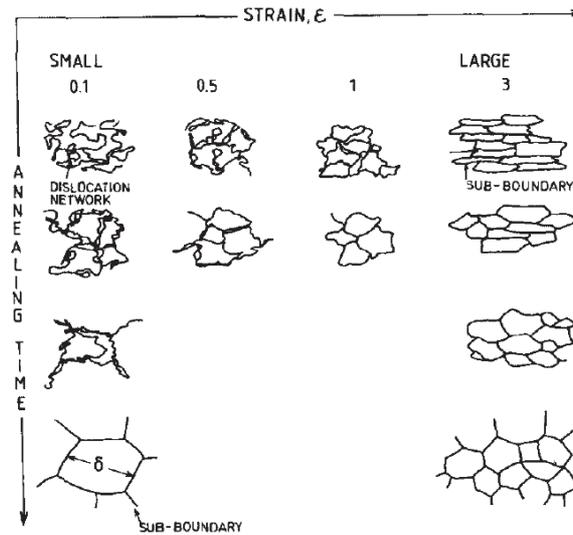


Figure 3.1.1 : Evolution schématique des sous-structures caractéristiques d'un matériau déformé à $\varepsilon \geq \varepsilon_c$ en fonction de la déformation et du temps de recuit [NES95]

Les cellules de dislocations présentent de faibles désorientations entre elles (désorientation entre deux réseaux cristallins comprise entre 2° et 15°). Cette désorientation moyenne des cellules augmente avec le niveau croissant de déformation.

Un matériau déformé possède une énergie stockée liée à la présence de dislocations (Equation 3.1.1). Cette approche néglige la contribution des sous-joints de grains à l'énergie stockée contrairement à l'approche de Dillamore *et al.* [DIL67]. L'approche de Dillamore *et al.* a été appliquée sur des matériaux à forte énergie de défauts d'empilement (acier IF), ce qui n'est pas le cas de l'Inconel 718. Cette remarque permet de supposer que la contribution des sous-joints de grains peut être négligée dans cette étude (il peut y avoir plus d'un facteur cent entre les deux énergies [PHI02]).

L'apport d'énergie thermique lors d'un recuit ou d'un traitement thermique conduit à une minimisation de l'énergie stockée. Au-delà de l'influence première du taux de déformation avant recuit, l'évolution microstructurale est fortement dépendante des mécanismes locaux, fonction de l'énergie de défauts d'empilement (γ_{SFE}). Pour quantifier cette influence, un critère adimensionnel, appelé énergie de défauts d'empilement relative ou γ_{rel} , liant l'énergie de défauts d'empilement aux paramètres matériaux que sont b et μ est définie:

$$\gamma_{rel} = \frac{\gamma_{SFE}}{b, \mu} \quad (3.1.2)$$

L'énergie de défauts d'empilement relative (γ_{rel}) est classée en deux domaines ¹² : les matériaux à γ_{rel} faible ou moyenne comme l'argent ($\approx 2,7$) ou le cuivre ($\approx 4,1$) et les matériaux à γ_{rel} élevée comme l'aluminium ($\approx 19,3$) ou le fer α ($\approx 18,3$). Le nickel pur présente une γ_{rel} moyenne ($\approx 12,7$), toutefois, le nickel allié avec 15 % de chrome présente une γ_{rel} du même ordre de grandeur que l'argent ou le cuivre ($\approx 3,0$), classant cette famille dans les matériaux à γ_{rel} faible.

Dans un matériau avec une énergie de défauts d'empilement relative faible, la dissociation des dislocations favorise le glissement planaire en limitant le glissement dévié. Ce phénomène rend plus difficile le réarrangement des dislocations. Lors de l'accroissement de température et du maintien, la

¹² d'après les γ_{SFE} expérimentaux de Murr normalisés par b et μ [MUR75]

cinétique faible de la restauration conduit à une diminution lente de l'énergie stockée. Ainsi, la recristallisation statique discontinue ou primaire est privilégiée avec un mécanisme de germination de grains fortement désorientés par migration induite des joints puis par croissance de nouveaux grains.

Lors de la recristallisation statique primaire, la germination n'est pas à prendre au sens strict thermodynamique. Le germe est plutôt un volume élémentaire, sans dislocations, qui est initialement présent ou apparaît dans la structure déformée. L'étape de germination débute ainsi par un petit grain à faible densité de dislocations qui grossit progressivement par migration des joints de forte désorientation qui le limitent. Ce mécanisme est présenté sur la Figure 3.1.2 : le mécanisme de germination par migration induite (SIBM) entraîne une fluctuation du joint soumis à un gradient de déformation local appelée aussi gonflement ou *bulging* comme schématisé sur la Figure 3.1.2(b). Le germe ainsi créé croît en direction du grain voisin afin de minimiser l'énergie stockée du système.

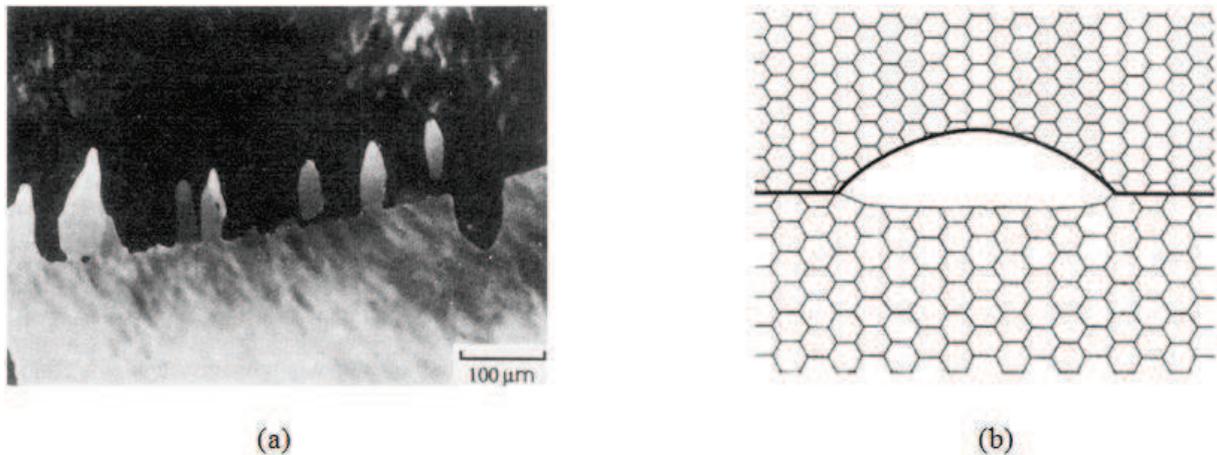


Figure 3.1.2 Mécanisme de SIBM (a) sur de l'aluminium [BEL77] et (b) schéma décrivant le mécanisme de migration induite des joints de forte désorientation [HUM04]

A l'opposé, dans un matériau avec une forte énergie de défauts d'empilement relative le glissement dévié est facilité et l'activation thermique accélère ce processus par annihilation des dislocations de signes opposés et réarrangement des dislocations stockées. Ces mécanismes font évoluer les parois de dislocations, initialement faiblement désorientées. Durant la restauration statique continue, la désorientation entre les cellules croît jusqu'à l'émergence de sous grains, puis de grains (Figure 3.1.3). Ces mécanismes sont généralement accompagnés d'une augmentation de mobilité du joint avec sa désorientation [REA53]. Ce phénomène est connu sous le nom de polygonisation.

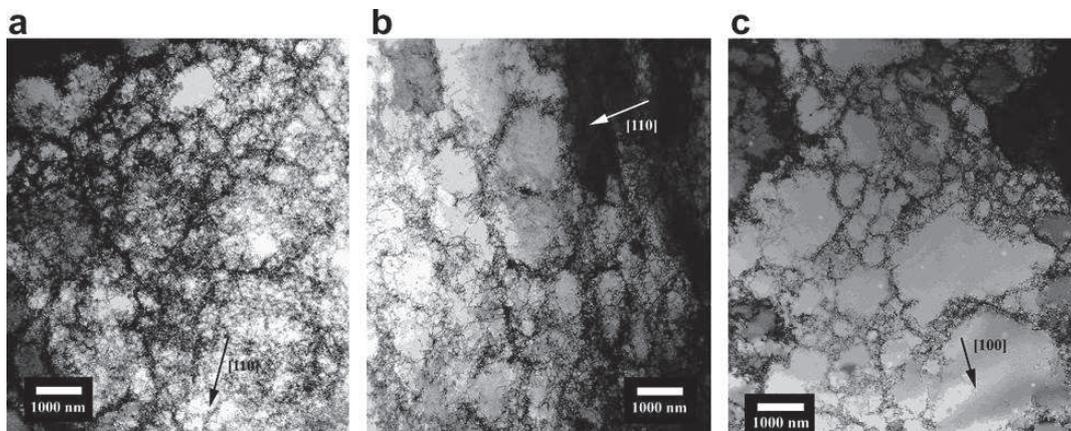


Figure 3.1.3 : Les grandes étapes de la restauration statique continue dans un échantillon de cuivre pur déformé à $\epsilon = 10 \%$, $T = 290 \text{ K}$ et $\dot{\epsilon} = 0,05 \text{ s}^{-1}$ observé après (a) un jour, (b) trois jours et (c) cinq jours de maintien à température ambiante [KUU07]

Dans le cas d'un matériau avec une énergie de défauts d'empilement relative élevée, le taux de déformation avant le traitement thermique peut également modifier le type de mécanisme de recristallisation. En effet, pour des taux de déformation importants, la restauration dynamique provoque l'évolution des parois de cellules de dislocations vers une structure de sous-joints. L'évolution ultérieure de la microstructure lors du maintien en température se fait alors par un processus de croissance des sous-grains sous forme de recristallisation statique continue. A l'opposé, après une faible déformation, on retrouve un mécanisme discontinu. Ces différences de comportement sont d'autant plus sensibles que la température de maintien est faible (Figure 3.1.4).

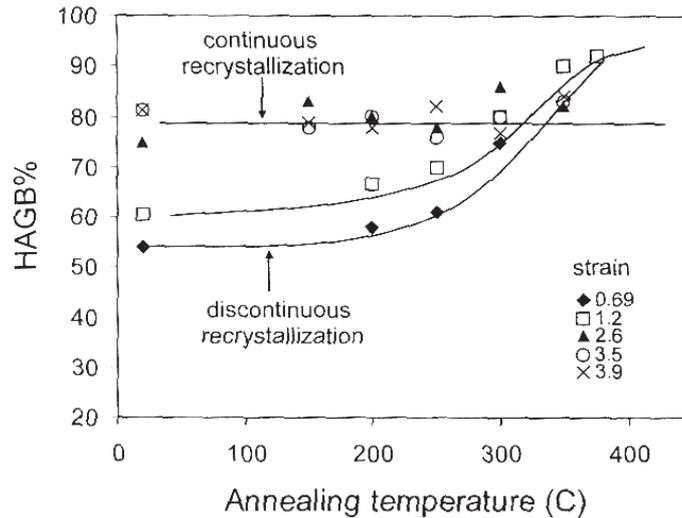


Figure 3.1.4 : Evolution du type de recristallisation statique de l'alliage AA8006 en fonction du niveau de déformation et de la température de recuit avec $D_0 = 3 \mu\text{m}$ [JAZ01]

Ainsi, pour les matériaux à forte énergie de défauts d'empilement relative, le taux de déformation avant traitement thermique sera un paramètre important. Du point de vue microstructural, cet effet se traduit par une plus ou moins grande désorientation au sein des grains ou entre les sous-grains : une faible désorientation après déformation favorisant la germination (recristallisation statique discontinue) au cours du recuit. La fraction de fortes désorientations (HAGB) au sein du matériau avant recuit est donc un paramètre clé qui indique la nature de la recristallisation. Ce sera donc un paramètre important suivi au cours de l'étude expérimentale de ce travail.

Plus le temps de recuit est important, plus l'énergie stockée diminue. Au terme de ce phénomène, si le recuit est suffisamment long, on peut considérer que la microstructure est totalement recristallisée. Afin de décrire la cinétique des transformations de phases, plusieurs auteurs ont proposé une loi phénoménologique : le modèle JMAK (pour *Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov* [KOL37], [JOH39], [AVR39], [AVR40] et [AVR41]). Ce modèle a été repris afin d'évaluer les cinétiques de recristallisation. L'avancement de la recristallisation X en fonction du temps est défini par :

$$X = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (3.1.3)$$

où X est la fraction de grains recristallisés, B un coefficient dépendant de la géométrie du grain considéré, de la force motrice et de la cinétique de germination, et n , le coefficient d'Avrami dépendant de la dimension considérée (1D, 2D ou 3D) pour la modélisation du mécanisme.

L'avancement de la recristallisation au sens d'Avrami permet de rendre compte de la cinétique de recristallisation d'un matériau en fonction des divers facteurs influents. Ces paramètres sont le taux de déformation, la température de recuit, la taille de grains initiale, la texture du matériau et l'état de solution solide ou de précipitation [HUM04]. La Figure 3.1.5 montre l'influence de deux des paramètres cités ci-dessus : la taille de grains initiale et la température de recuit.

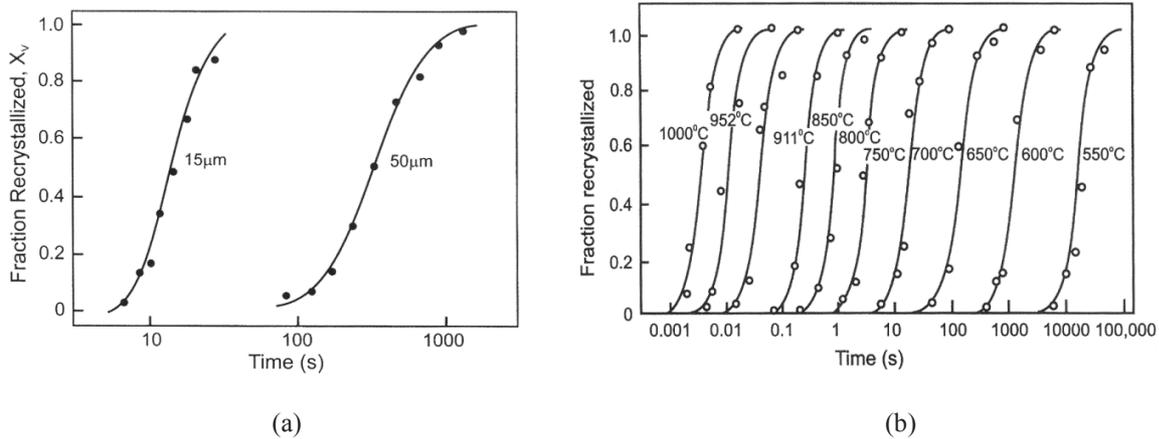


Figure 3.1.5 : Paramètres contrôlant la cinétique de recrystallisation statique, (a) taille de grains initiale sur du cuivre déformé à $\epsilon = 93\%$ puis recuit à 225°C [HUT89] et (b) température de recuit sur un alliage de Fe-3,5%Si déformé à $\epsilon = 60\%$ [SPE66]

La taille de grains initiale et la température de recuit ont une influence non négligeable sur les cinétiques de recrystallisation statique. Ces deux paramètres seront donc contrôlés avec attention lors de l'analyse expérimentale.

Au final, lorsqu'un matériau est totalement recrystallisé, l'énergie stockée sous forme de dislocations, héritée de la déformation, est minimale et concentrée dans les joints de grains. Une réduction supplémentaire d'énergie ne peut alors qu'être associée à une diminution de la surface totale de joints de grains pour un volume donné. Ceci conduit à un nouveau mécanisme d'évolution microstructurale : la croissance des grains. De plus, ce phénomène tend à homogénéiser la taille de grains comme le montre la représentation schématique réalisée par Philibert *et al.* [PHI02] (Figure 3.1.6). Cette représentation montre deux cas de modification microstructurale liée au phénomène de croissance : la réduction de la longueur des joints conduit à la disparition des petits grains et des points quadruples.

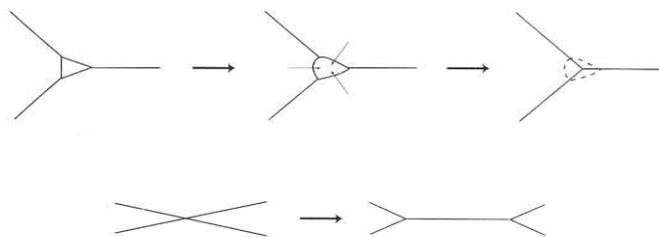


Figure 3.1.6 : Mécanismes de croissance des grains [PHI02]

L'ensemble des mécanismes présenté précédemment s'applique dans le cas d'une matrice contenant peu d'éléments en solution solide et/ou sans particules de seconde phase. En effet, les atomes en solution et les particules de seconde phase peuvent influencer sur les cinétiques et les mécanismes de restauration et de recrystallisation en abaissant la déformation critique de recrystallisation ou en limitant la taille de grains recrystallisée [HUM04]. Les particules de seconde phase, lorsqu'elles sont de taille suffisante, peuvent induire un mécanisme additionnel appelé PSN (*Particle Stimulated Nucleation* ou germination stimulée par les particules). Ce mécanisme fera l'objet d'une étude spécifique dans la partie consacrée à la mise en forme de l'Inconel 718 en présence de phase δ .

La description des mécanismes statiques et de leur distinction est complexe. Cette bibliographie ne se veut pas exhaustive, mais le but recherché est d'en donner les principales

caractéristiques afin de pouvoir faire le parallèle avec les mécanismes dynamiques qui ont lieu au cours de l'étape de mise en forme à chaud. Leur étude fait l'objet de la suite de ce chapitre.

3.1.2 Comportements dynamiques

Les mécanismes statiques présentés précédemment sont basés sur une différenciation entre le phénomène de création de dislocations par écrouissage et les mécanismes de diminution des dislocations au cours d'un recuit ultérieur. En comparaison, la spécificité des mécanismes dynamiques est que la déformation, réalisée à une température supérieure à $T_f / 2$, implique une compétition entre la génération et l'annihilation des dislocations.

La description des mécanismes dynamiques se présente sous deux aspects dans la littérature : ce sont soit les comportements mécaniques qui sont mis en avant (par exemple [MON09]), soit les mécanismes ainsi que leur effet sur la microstructure (par exemple [HUM04]). Les mécanismes liés aux phénomènes dynamiques sont similaires aux mécanismes statiques auxquels s'ajoute l'effet de la déformation qui vient compléter ou modifier celui de la température. Les mécanismes dynamiques conduisent à une approche macroscopique liée au comportement mécanique du matériau.

Trois essais mécaniques simples permettent de représenter des procédés industriels de mise en forme comprenant des chemins de déformation très complexes : l'essai de traction, l'essai de torsion, et l'essai de compression [JAO08]. Dans ce travail, seul l'essai de compression est utilisé car il correspond le mieux au procédé de forge libre. Une partie du travail présenté dans ce manuscrit est consacrée au passage de l'échelle des pions de laboratoire à l'échelle des lopins industriels (Annexes).

Le comportement mécanique d'un matériau à haute température peut se décomposer, sur la courbe de compression, en trois phases (Figure 3.1.7) : une partie élastique, un domaine d'écrouissage et un domaine stationnaire.

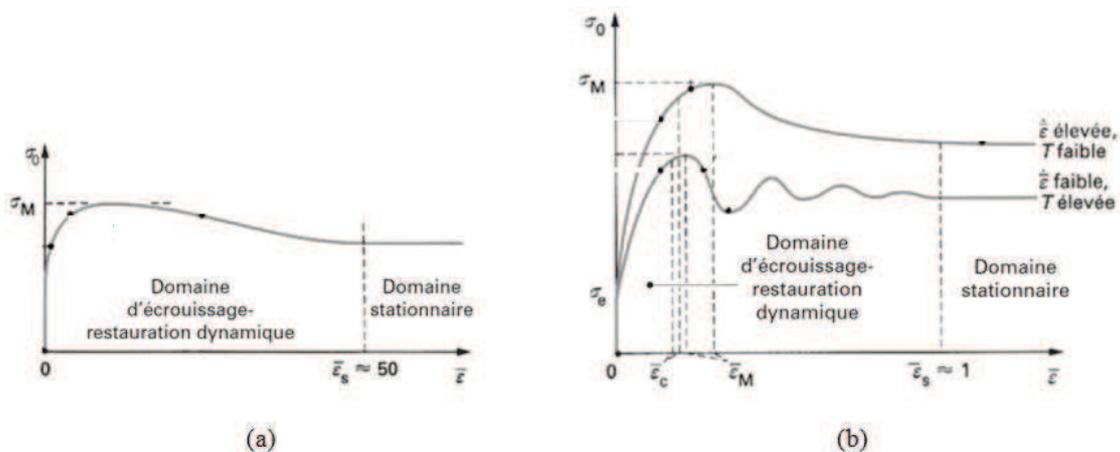


Figure 3.1.7 : Courbe de compression d'un échantillon présentant un phénomène de recristallisation dynamique (a) continue et (b) discontinue [MON09]

Dans certaines conditions de température et de vitesse de déformation, la phase d'écrouissage est suivie par un domaine d'adoucissement avant d'atteindre un plateau en contrainte correspondant au régime stationnaire ou "steady state". Ce comportement est caractéristique de la recristallisation dynamique, le régime stationnaire correspond à un stade où la recristallisation peut être considérée comme totale.

En fonction des matériaux étudiés, deux grands types de comportement sont observés : soit le régime permanent est atteint à grand taux de déformation après un pic de contrainte (Figure 3.1.7(a)), soit il s'établit après plusieurs oscillations de la courbe contrainte-déformation (Figure 3.1.7(b)). Le premier cas correspond à la réponse mécanique d'un mécanisme de recristallisation dynamique

continue, le second à un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue. Le mécanisme principal de recristallisation dynamique de l'Inconel 718 en déformation à chaud est discuté dans la suite de ce chapitre.

Le comportement mécanique lié à la recristallisation dynamique discontinue dépend des paramètres de mise en forme comme la température de l'essai et la vitesse moyenne de déformation. Si la température de déformation est élevée et que la vitesse moyenne de déformation est faible, le comportement mécanique dans le domaine d'écroutissage présente une série de maxima de contrainte sous forme d'oscillations avant de se stabiliser dans le domaine stationnaire : c'est la recristallisation dynamique synchronisée. En comparaison, une température d'essai faible et une vitesse de déformation élevée conduisent à un seul pic de contrainte : c'est la recristallisation dynamique asynchronisée. Le comportement mécanique correspondant au deuxième cas est analogue à celui obtenu en recristallisation dynamique continue (excepté le niveau de déformation pour atteindre le domaine stationnaire). Ce constat met en évidence l'une des difficultés d'identification de la nature du mécanisme en présence en s'appuyant uniquement sur l'analyse des comportements mécaniques.

La nature de la recristallisation dynamique dépend des paramètres thermomécaniques (T , $\dot{\epsilon}$ et ϵ) et de l'énergie de défauts d'empilement relative du matériau. Par analogie avec les mécanismes statiques, pour un matériau avec une faible énergie de défaut d'empilement la cinétique de restauration dynamique est limitée et, avec la déformation croissante, une quantité suffisante d'énergie de déformation peut être stockée pour conduire à l'apparition d'un germe de façon discontinue.

Le cas de la recristallisation dynamique discontinue du nickel a été étudié par Luton et Sellars [LUT69]. Ceux-ci ont observé des comportements mécaniques du type recristallisation dynamique discontinue (Figure 3.1.8).

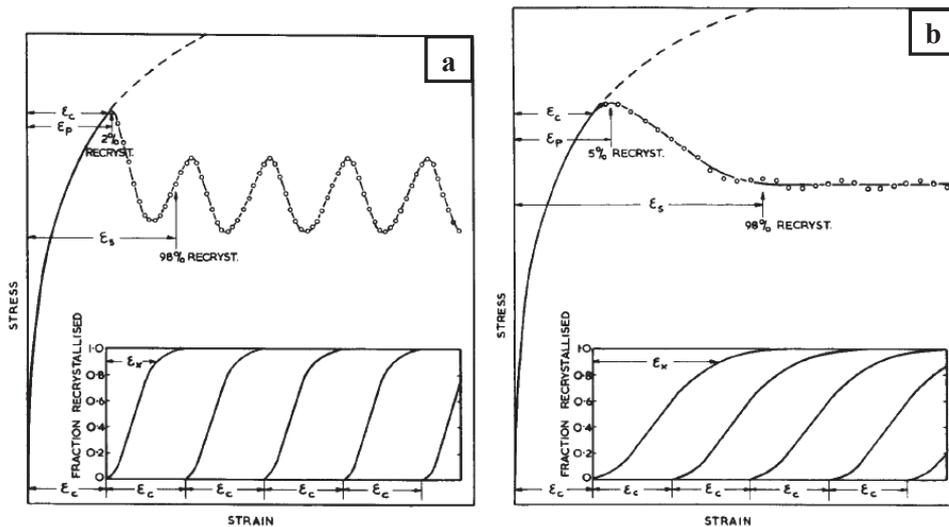


Figure 3.1.8 : Recristallisation dynamique discontinue des alliages à base nickel, (a) si $\epsilon_X < \epsilon_c$ et (b) si $\epsilon_X > \epsilon_c$ [LUT69]

Pour Luton et Sellars [LUT69] (Figure 3.1.8), le comportement mécanique au cours de la recristallisation dynamique fait apparaître deux niveaux de déformation caractéristiques : ϵ_c , déformation critique pour avoir germination dans une structure écrouie, ϵ_x , déformation pour atteindre la fin d'un cycle complet de recristallisation. Si $\epsilon_X < \epsilon_c$, la microstructure peut intégralement recristalliser avant le déclenchement de la seconde vague de recristallisation dynamique : la recristallisation est synchronisée. Ceci explique les oscillations de la courbe contrainte-déformation de la Figure 3.1.8(a) suite aux adoucissements successifs associés à chaque cycle de recristallisation. En comparaison, si $\epsilon_X > \epsilon_c$, la seconde vague de recristallisation dynamique se déclenche avant la recristallisation complète de la première vague : la recristallisation est asynchronisée. Cette

superposition des vagues successives de recristallisation entraîne une continuité du comportement mécanique (Figure 3.1.8(b)). Dans ce cas, la détermination de la fraction recristallisée est plus complexe à l'échelle de l'échantillon.

Une approche plus macroscopique basée sur l'identification de la courbe de comportement a été proposée par Laasraoui et Jonas afin de déterminer un taux d'adoucissement $X_{softening}$ selon la méthode proposée sur la Figure 3.1.9 [LAA91]. Les auteurs considèrent que la fraction de grains recristallisés est proportionnelle au taux mesuré, d'adoucissement du comportement mécanique.

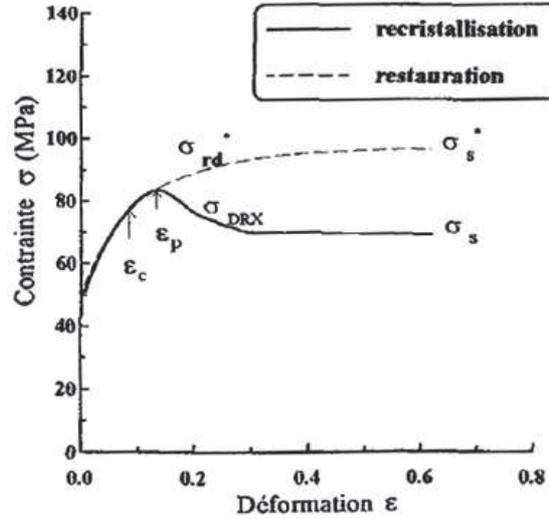


Figure 3.1.9 : Courbe de compression schématique présentant les paramètres de l'Equation 3.1.4

où σ_{rd}^* est la contrainte d'écoulement hypothétique en considérant uniquement la compétition entre écrouissage et restauration dynamique à un niveau de déformation supérieur à ϵ_p , σ_{DRX} , la contrainte en considérant la compétition entre écrouissage et recristallisation dynamique, σ_s^* , la contrainte à saturation hypothétique de la contrainte d'écoulement σ_{rd}^* et σ_s , la contrainte à saturation de σ_{DRX} .

A partir des paramètres précédents, Laasraoui et Jonas définissent $X_{softening}$ comme étant :

$$X_{softening} = \frac{\sigma_{rd}^* - \sigma_{DRX}}{\sigma_s^* - \sigma_s} \quad (3.1.4)$$

Laasraoui et Jonas font l'hypothèse majeure que la contrainte d'écoulement en régime de restauration dynamique correspond à un prolongement du comportement mécanique après le pic de contrainte ϵ_p (Figure 3.1.9). Or c'est à partir de l'étape de germination commençant pour une déformation ϵ_c que le comportement mécanique est sensible à l'apparition d'un second mécanisme. En toute rigueur, la contrainte en régime de restauration dynamique doit être déterminée à partir de ϵ_c . En reprenant les notations de Laasraoui et Jonas, on peut écrire la contrainte d'écoulement en régime de restauration dynamique comme (pour $\epsilon < \epsilon_p$) :

$$\sigma_{rd} = [\sigma_s^{*2} + (\sigma_0^2 - \sigma_s^{*2})\exp(-r\epsilon)]^{1/2} \quad (3.1.5)$$

où σ_0 est la limite d'élasticité et r , une constante.

La contrainte d'écoulement en régime de recristallisation dynamique s'écrit (pour $\epsilon > \epsilon_p$) :

$$\sigma_{DRX} = \sigma_{rd}^* - (\sigma_s^* - \sigma_s) \left[1 - \exp(-k(\epsilon - \epsilon_p)^{n_d}) \right] \quad (3.1.6)$$

où k et n_d sont deux constantes.

On remarque que le terme défini entre les crochets dans l'Equation 3.1.6 est de la même forme que l'équation décrivant l'évolution de la fraction de grains recristallisés X (Equation 3.1.3), ce qui renforce l'analogie entre le taux d'adoucissement $X_{\text{softening}}$ et le taux de recristallisation X .

L'utilisation des Equations 3.1.5 et 3.1.6 permet de décrire le comportement mécanique macroscopique d'un matériau prenant en compte le phénomène de recristallisation dynamique. L'étude sera néanmoins centrée sur l'utilisation du comportement mécanique identifié avant le niveau de déformation correspondant à ϵ_p afin de déterminer les premiers stades de germination ϵ_c .

Le niveau de déformation correspondant au paramètre ϵ_c est analogue à la déformation critique décrite dans la présentation des mécanismes statiques. On retrouve cette déformation critique sur le comportement mécanique schématisé des Figures 3.1.7(b) à 3.1.9. La littérature définit ce critère comme dépendant de la déformation au point de contrainte maximale [GUI81] et [MON09] :

$$\epsilon_c \approx \frac{5}{6} \epsilon_p \quad (3.1.7)$$

Les études issues de la bibliographie sont unanimes quant à la relation de proportionnalité entre ϵ_p et ϵ_c . Ce critère est en accord avec les observations expérimentales qui déterminent cette proportionnalité à 0,7 [SAK77], 0,8 [OUC82] ou 0,85 [LEB73].

La détermination de ϵ_c est possible à partir d'une analyse macroscopique des comportements mécaniques. Suivant la méthodologie décrite par Kocks et Mecking [MEC81], on introduit le taux d'écroutissage θ :

$$\theta = \frac{d\sigma}{d\epsilon} \quad (3.1.8)$$

L'évolution du taux d'écroutissage en fonction de la contrainte ou de la déformation (Figure 3.1.10) met en évidence une rupture de pente due à l'apparition de mécanismes autres que le stockage de dislocations.

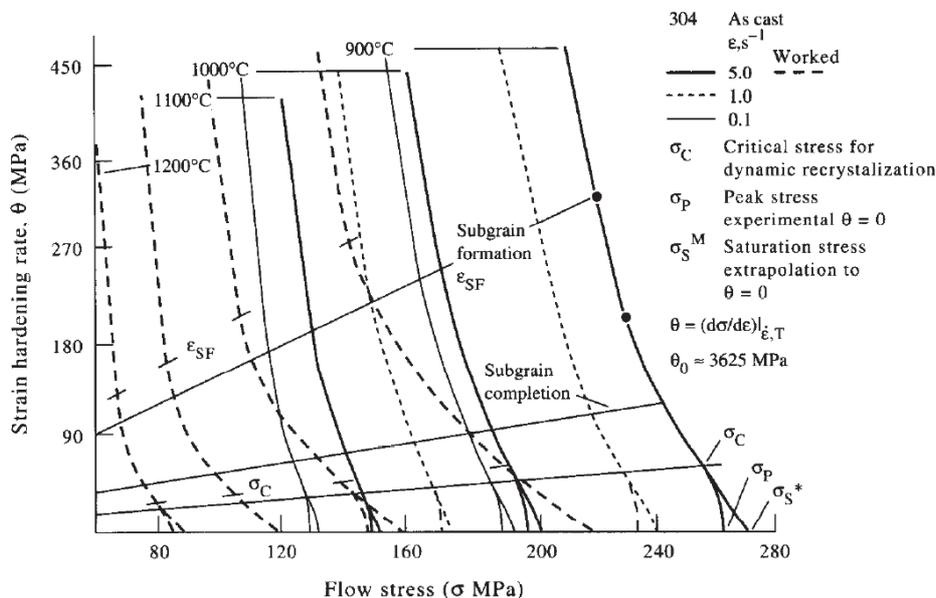


Figure 3.1.10 : Représentation du comportement mécanique du type ϵ - σ pour un acier 304 sollicité en torsion [RYA90]

La représentation du comportement mécanique expérimental sous la forme ϵ - σ permet d'observer cette rupture de pente pour σ_c . Le prolongement du comportement mécanique par extrapolation linéaire permet de déterminer la contrainte à saturation en régime de restauration

dynamique, correspondant à ε égal à 0 (σ_s^* sur la Figure 3.1.9). Les deux démarches présentées en Figure 3.1.9 et 3.1.10 sont équivalentes, néanmoins le mode de représentation sous une forme dérivée ε - σ permet une détermination plus précise de ε_c .

Cette représentation macroscopique moyenne est strictement limitée aux valeurs positives de ε . En effet, les valeurs de ε nulles ou négatives décrivent un adoucissement macroscopique moyen qui traduit en fait de fortes hétérogénéités de déformation à l'échelle du polycristal : domaine écroui et domaine recristallisé. Un comportement moyen n'a donc aucune réalité physique et ne peut être associé à des paramètres microstructuraux.

Dans l'hypothèse d'une recristallisation dynamique discontinue, les conditions thermomécaniques influencent directement la taille de grains recristallisée (D_R) amenant à un affinement des grains ou à leur grossissement.

L'évolution de microstructure au cours du processus d'affinement de grains résulte généralement de l'apparition de germes recristallisés à la frontière du grain initial déformé, zone fréquente de localisation de contrainte ou de déformation. Ce processus décrit, par exemple, par Ponge et Gottstein [PON98], est appelé recristallisation en collier ("*necklace recrystallization*"). Ces auteurs ont observé ce processus dans des polycristaux de Ni_3Al (Figure 3.1.11).

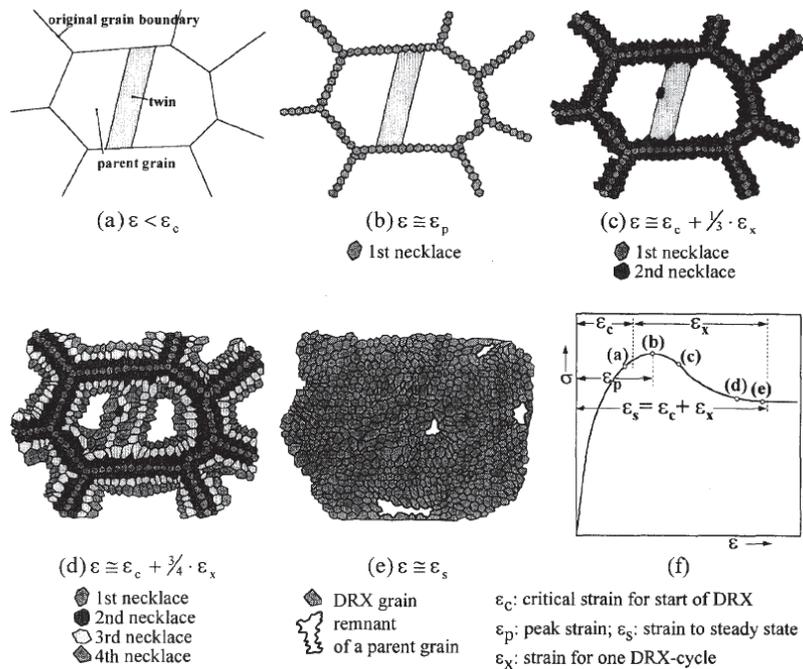


Figure 3.1.11 : Description du phénomène de recristallisation dynamique discontinue en collier [PON98]

L'initiation du processus de recristallisation en collier est similaire à celui intervenant lors de la recristallisation statique : pour un niveau de déformation supérieur à ε_c , des germes se développent autour du grain initial par fluctuation locale du joint initiée par les gradients de déformation (Figure 3.1.2).

A un niveau de déformation plus élevé, une seconde génération de germes apparaît autour de la première. La faible dimension des germes ne permet plus les fluctuations par bulging au niveau des nouveaux joints. L'hypothèse est donc émise que les nouveaux germes se développent par maclage successif afin de consommer l'intégralité de l'énergie stockée disponible de l'ancien grain. Ce mécanisme suppose qu'il existe un chemin de propagation des germes sous forme de désorientation du type $\Sigma 3^n$. Ces joints de fortes désorientations ont la particularité de perdre leur qualité de macle au

cours de la déformation et de devenir rapidement des joints avec une mobilité importante participant au mécanisme de réduction d'énergie stockée. La taille de grains finale D_R correspond donc à peu près à la taille du germe obtenue à la première génération de collier.

Si la déformation est stoppée au cours du processus de recristallisation, par une trempe par exemple, la microstructure est figée dans un état intermédiaire. La taille de grains est alors bimodale avec une population de grains déformés et une population de grains recristallisés. La mesure d'une taille de grains moyenne unique n'est plus adaptée pour caractériser cette microstructure. Une méthode permettant de définir quantitativement la distribution des tailles de grains d'une population hétérogène sera présentée dans la suite de ce manuscrit.

3.1.3 Mécanismes microstructuraux post-dynamiques

Par définition, la recristallisation post-dynamique (ou parfois appelée métadynamique) est un mécanisme se produisant lors d'un maintien en température après une étape de recristallisation dynamique. Ce phénomène ne concerne que l'évolution des germes formés au cours de la recristallisation dynamique, et l'hypothèse est faite qu'il ne s'en forme pas de nouveaux [DJA73]. Dans quelques cas particuliers, certains auteurs observent expérimentalement qu'il peut y avoir germination au cours du mécanisme de recristallisation post-dynamique [BOZ12] mais ces cas ne seront pas abordés dans ce manuscrit.

Une étude récente, réalisée sur l'Inconel 718, a montré que la taille de grains obtenue suite à la recristallisation métadynamique correspond au double de la taille de grains obtenue en absence de recristallisation métadynamique [PAR01]. Ce résultat est obtenu après une compression à un taux de déformation important ($\varepsilon = 0,75$). De plus, il est constaté que ce phénomène tend à homogénéiser la taille de grains.

Le phénomène de recristallisation métadynamique se produit avec une cinétique rapide. Certains auteurs comme Medeiros *et al.* montrent que ce phénomène se produit complètement en deux secondes de maintien à la température de l'essai après déformation [MED00].

Le seul moyen d'inhiber ce phénomène est donc de réaliser une trempe rapide sur l'échantillon juste après essai. La majorité des études proposées dans ce manuscrit sont réalisées dans l'objectif de déterminer la compétition entre écrouissage et recristallisation dynamique donc en absence de recristallisation métadynamique, c'est-à-dire que les observations sont réalisées après trempe. Néanmoins le phénomène de recristallisation post-dynamique ne pouvant être inhibé lors d'une opération industrielle, la comparaison avec les essais réalisés en laboratoire nécessitera sa prise en compte dans l'étude.

3.2 Présentation des essais thermomécaniques

3.2.1 Dispositif expérimental

Dans cette partie est décrit le dispositif expérimental propre aux essais thermomécaniques. Celui-ci comprend : un dispositif de mise en forme et un dispositif de refroidissement après essai. Ce dernier a été spécifiquement développé dans ce travail.

Les essais thermomécaniques sont réalisés sur des pions cylindriques d'Inconel 718 de dimensions $\varnothing = 12$ mm et $H = 18$ mm. Le dispositif expérimental initial est présenté sur la Figure 3.2.1 [ARB98]. Celui-ci est composé d'un four à lampe permettant d'avoir une température homogène jusqu'à 1200 °C, et d'une presse hydraulique MTS de capacité maximale 500 kN reliée à un ordinateur afin de piloter la conduite de l'essai et l'acquisition des données.

La chaîne de compression est composée de haut en bas : d'une ligne de compression fixe en acier réfractaire, d'une coiffe supérieure évitant les déperditions thermiques par effet cheminée, du tas

de compression supérieur en céramique ZFME, du pion, du tas de compression inférieur, de la coiffe inférieure et de la ligne de compression inférieure (mobile). L'ensemble de la chaîne de compression est à l'intérieur de l'enceinte thermique, portée à la température d'essai.

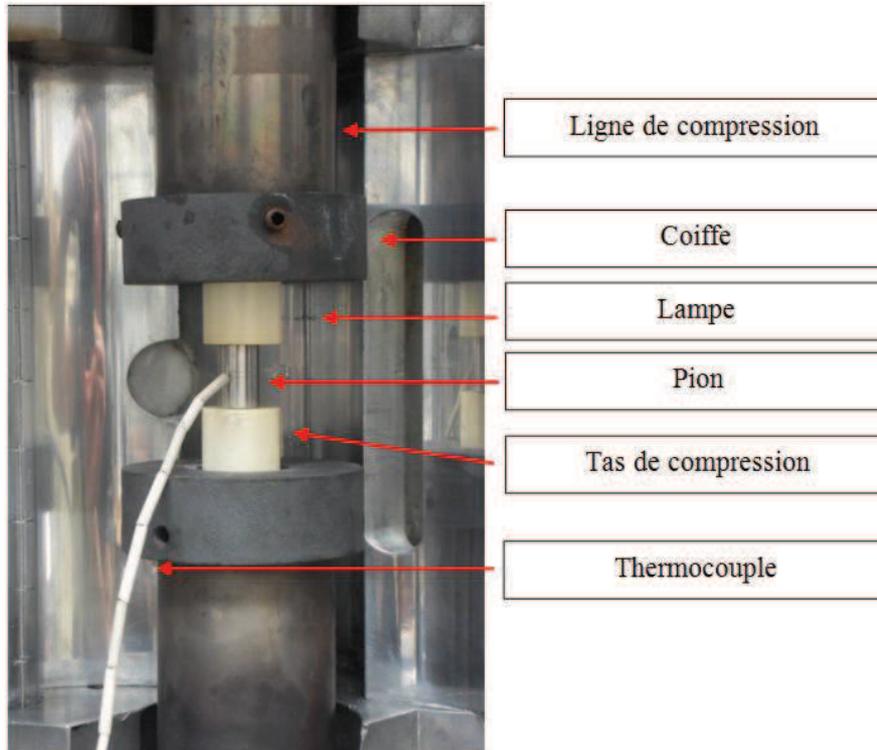


Figure 3.2.1 : Dispositif expérimental initial

L'homogénéité thermique est renforcée par l'isolation thermique de l'enceinte avec de la laine de verre. La mesure de la température au cours de l'essai est assurée par un thermocouple de type N (Nicrosil / Nitрил), soudé à mi-hauteur sur la surface du pion. Il a été montré que le gradient thermique est inférieur à 1 °C dans le sens radial [ARB98].

Les faces planes du pion en contact avec les tas de compression sont revêtues de nitrure de bore de façon à minimiser les frottements au cours de l'essai. Une estimation de ces frottements sera faite ultérieurement dans ce chapitre à partir de la comparaison entre la prévision et la mesure de la forme du pion au cours de l'essai.

Le développement majeur, réalisé au cours de ce travail de thèse, concerne la mise au point du système de refroidissement du pion de compression. En effet, jusqu'à présent, le pion était refroidi four coupé, c'est-à-dire à de faibles vitesses de refroidissement (de l'ordre de 1,5 °C/s), insuffisantes pour figer la microstructure après la déformation à chaud.

Des modifications ont été apportées au dispositif initial de trempe à eau [ARB98] afin de s'affranchir des inconvénients précédents, en particulier des risques de projection et de la réduction de la durée de vie des lampes. Le dispositif a été modifié afin de pouvoir utiliser un gaz. L'hélium a été retenu car il présente la meilleure capacité thermique C_v de tous les gaz (excluant le dihydrogène pour les risques d'explosion) ce qui permet un refroidissement rapide du pion après essai (quelques dizaines de degrés par seconde selon les conditions expérimentales). Le montage de refroidissement est présenté en Figure 3.2.2.

Le refroidissement du pion se fait de manière semi-automatique. Un signal analogique est envoyé au four depuis l'ordinateur d'acquisition afin de couper l'alimentation et d'arrêter la chauffe.

En parallèle, l'opérateur libère le vérin pneumatique qui se déplace à l'aide d'un circuit secondaire d'air sous pression et va se positionner à quelques millimètres du pion à travers la fente pratiquée dans la paroi du four (visible sur la Figure 3.2.2). Une projection d'hélium au travers d'une buse permet un refroidissement rapide. Une étude permettant d'analyser la répétabilité de la vitesse de refroidissement des pions ainsi que de valider expérimentalement ce montage est présentée en Annexe 3.

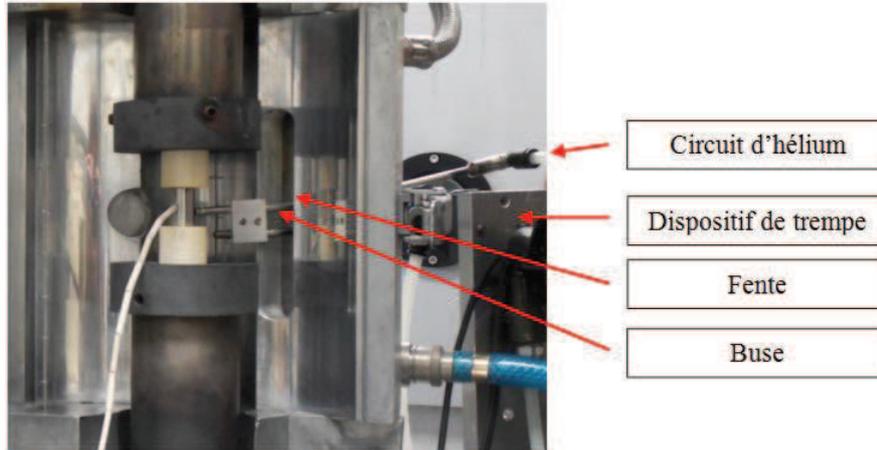


Figure 3.2.2 : Montage de refroidissement

L'intérêt de ce montage de refroidissement est double. D'une part il bloque les phénomènes post-dynamiques et permet d'étudier les microstructures juste après déformation, d'autre part, il permet d'approcher les vitesses de refroidissement industrielles en peau. Ces vitesses de refroidissement ont été déterminées par simulations numériques avec le logiciel FORGE® [RIZ10]. Les valeurs obtenues sont données dans le Tableau 3.2.1

Tableau 3.2.1 : Vitesses de refroidissement obtenues par simulations numériques sur des lopins portés à une température de 1050 °C

Vitesse de refroidissement (°C/s)	Cœur	Peau
Non déformé, refroidissement air	0,3	0,3
Non déformé, refroidissement eau	1,7	28
Déformé, refroidissement air	0,3	0,3
Déformé, refroidissement eau	1,9	12

Les vitesses de refroidissement ont été déterminées entre la température de traitement (ici 1050 °C) et la température de 500 °C sur des lopins de hauteur $H = 225$ mm et de diamètre $\varnothing = 150$ mm. Cette dernière température a été prise comme référence car elle correspond à la moitié de la température de fusion ($T_f / 2$) de l'alliage. On considère qu'en deçà de cette température, la microstructure du matériau n'évolue plus au cours du refroidissement.

Le développement du montage de refroidissement permet de réaliser des trempes de 30 à 45 °C/s sur des pions non déformés, et de 12 °C/s sur des pions déformés. Ces deux vitesses obtenues sont en accord avec les vitesses de refroidissement déterminées industriellement sur des lopins refroidis à l'eau en périphérie (Tableau 3.2.1). A noter qu'à cœur les vitesses de refroidissement de ces mêmes lopins sont de l'ordre de 2 °C/s ce qui est équivalent à la vitesse de refroidissement four coupé. Les vitesses de refroidissement obtenues expérimentalement sont en excellent accord avec celles résultant de la simulation numérique.

De plus, l'efficacité du montage de refroidissement a été prouvée à partir d'une analyse microstructurale (Annexe 3). Il sera donc possible, dans la suite de ce travail, de choisir entre trempe

et refroidissement four coupé, c'est-à-dire de figer la microstructure à chaud ou de laisser les phénomènes post-dynamiques se développer.

3.2.2 Résultats expérimentaux : comportement mécanique

Le dispositif expérimental permet d'obtenir plusieurs types de résultats bruts : les courbes expérimentales, la morphologie du pion déformé et sa microstructure finale. Dans un premier temps, le traitement des données brutes dans le but d'en déduire le comportement mécanique réel du matériau sera introduit. Dans un deuxième temps, la microstructure caractéristique du pion déformé sera étudiée.

Les contraintes et déformations vraies sont calculées à partir des données brutes de l'essai : temps, force, déplacement du vérin et température lue par le thermocouple. Le protocole utilisé afin d'obtenir ces grandeurs est décrit dans l'Annexe 4.

Une fois ces grandeurs obtenues, la contrainte d'écoulement peut être exprimée comme [ARB98] :

$$\sigma_m = \sigma_0 \varepsilon^n \dot{\varepsilon}^m \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (3.2.1)$$

où σ_0 est la limite d'élasticité, Q , l'énergie d'activation apparente et R , la constante des gaz parfaits.

La contrainte d'écoulement est calculée à partir de la force mesurée et dépend du taux de déformation, de la vitesse de déformation et de la température à laquelle est réalisé l'essai. Néanmoins, il est nécessaire de s'affranchir d'autres paramètres influençant la mesure de la force comme les frottements entre le pion et les tas, et l'effet de l'auto-échauffement. Cette partie présente la normalisation réalisée sur le comportement mécanique afin de prendre en compte ces deux effets perturbateurs.

3.2.2.1 Frottements

Le comportement mécanique du pion, tel que mesuré directement lors des essais, est affecté par les frottements avec les tas de compression. Dans la plupart des résultats présentés dans la littérature, il n'est pas précisé si ces comportements mécaniques ont été ou non corrigés des frottements. Afin d'estimer le comportement "vrai" du matériau, l'intégralité des résultats expérimentaux obtenus dans ce travail a été corrigée des effets de frottement. Pour ce faire, une méthode de correction des frottements basée sur la géométrie de l'éprouvette et sur le niveau de déformation, décrite dans la littérature a été utilisée [CHE76] :

$$\sigma_{\text{corr}_f} = \sigma_m \left(1 + \bar{m} \left(\frac{1}{3\sqrt{3}\lambda_0}\right) * \exp\left(\frac{3\bar{\varepsilon}}{2}\right)\right)^{-1} \quad (3.2.2)$$

où \bar{m} est le coefficient de frottement entre le pion et les tas de compression, λ_0 le rapport entre la hauteur initiale et le diamètre initial du pion de compression et $\bar{\varepsilon}$, le taux de déformation.

Il faut tout d'abord déterminer le coefficient de frottement. Pour cela, une analyse de la morphologie des pions est réalisée après déformation ($\varepsilon = 0,69$) sur cinq échantillons. La mesure des dimensions caractéristiques de la morphologie en tonneau va permettre d'évaluer le coefficient de frottement par identification avec des résultats de simulations réalisées par la méthode des éléments finis.

Les deux dimensions caractéristiques d'une forme en tonneau sont le diamètre final au contact avec les tas de compression, D_t , et le diamètre final à mi-hauteur du pion, D_{mh} (zone où l'effet tonneau est le plus accentué). Ces deux diamètres sont visibles sur la Figure 3.2.3.

Le rapport entre ces deux diamètres est défini comme :

$$r = \frac{D_{mh}}{D_t} \quad (3.2.3)$$

Ces valeurs caractéristiques ont été déterminées expérimentalement sur cinq pions (Tableau 3.2.2).

Tableau 3.2.2 : Dimensions caractéristiques d'un pion après compression

	Pion 1	Pion 2	Pion 3	Pion 4	Pion 5	Moyenne
D_{mh} (mm)	18,01	17,99	18,01	17,70	17,75	17,88
D_t (mm)	15,10	15,03	15,15	15,04	15,12	15,09
r	1,193	1,197	1,189	1,177	1,171	1,185

Les résultats mettent en évidence un frottement entre le pion et les tas de compression, r étant sensiblement différent de 1.

Les simulations par éléments finis sont réalisées avec le logiciel Abaqus® afin de déterminer la relation entre les paramètres D_t , D_{mh} et r et le coefficient de frottement \bar{m} . La loi de comportement correspond à la courbe de compression expérimentale obtenue pour un pion déformé de 50 % à 1050 °C, avec une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} . A titre indicatif, les déformées obtenues après simulation au même niveau de déformation sont données pour quelques cas particuliers (Figure 3.2.3).

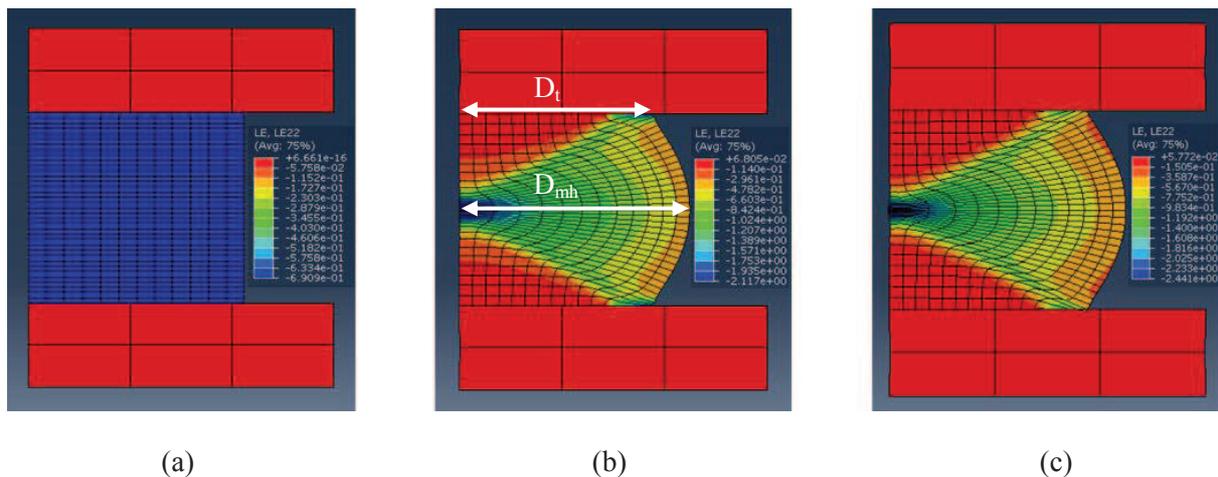


Figure 3.2.3 : Isoleviers de déformation après simulation d'une réduction de 50 % sur un pion de compression, (a) $\bar{m} = 0$, (b) $\bar{m} = 0,15$ et (c) $\bar{m} = 1$

On note que le seul cas où la déformation est homogène dans le pion est celui pour lequel le glissement est parfait ($\bar{m} = 0$). L'introduction d'un coefficient de frottement non nul entre les tas de compression et le pion modifie la répartition des déformations en les rendant plus hétérogènes : plus le coefficient de frottement est élevé, plus le gradient de déformation est important.

Le rapport r entre les dimensions D_t et D_{mh} obtenues après simulation est tracé en fonction du coefficient de frottement. La comparaison avec les valeurs expérimentales données dans le Tableau 3.2.2 permet une estimation fiable du coefficient de frottement réel (Figure 3.2.4).

Dans le cas présent, le coefficient de frottement expérimental est compris entre 0,1 et 0,15. En comparaison, l'équipe du LCG (Laboratoire Claude Goux de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne) réalise une correction avec un coefficient de frottement de 0,12 (contact du type métal-métal). Néanmoins, les pions déformés au LCG ont un effet tonneau légèrement moins marqué que sur les

pions déformés au laboratoire MSSMat (contact du type métal-céramique), ce qui est cohérent avec ce résultat.

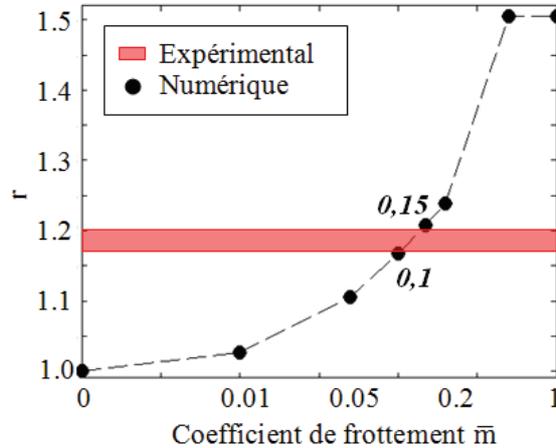


Figure 3.2.4 : Identification du coefficient de frottement expérimental à partir des simulations numériques

L'ensemble de ces données incitent à retenir un coefficient de frottement expérimental égal à 0,15 en restant dans les bornes définies sur la Figure 3.2.4. Le coefficient de frottement ainsi déterminé, l'Equation 3.2.2 peut être utilisée afin de déterminer l'influence de la correction des frottements sur le comportement mécanique en compression (Figure 3.2.5).

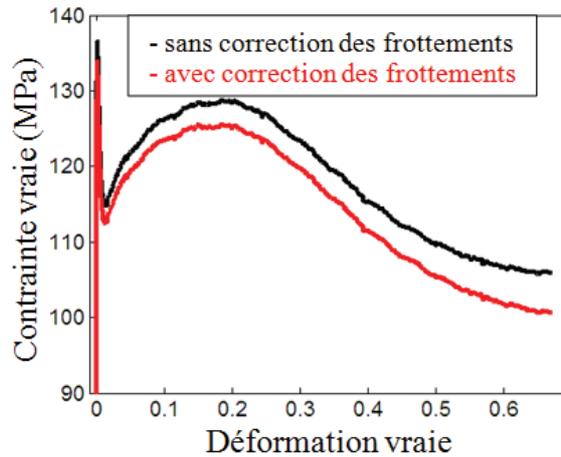


Figure 3.2.5 : Courbes de compression d'un pion déformé en compression à $\epsilon = 0,69$, $T = 1050 \text{ °C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ corrigées ou non des frottements

Le pic de contraintes observé en début d'essai ne sera pas discuté dans la présente étude. Néanmoins, une partie est consacrée à sa caractérisation dans la suite du Chapitre 3.

La correction des frottements influence peu le comportement mécanique. En effet, au niveau de la déformation maximale (Figure 3.2.5), on constate une correction pouvant aller jusqu'à 5 MPa ($\approx 5 \%$).

Une démarche complémentaire a été de tenter de réduire les frottements entre le pion et les tas de compression. Pour cela, la géométrie dite de Rastegaev (pion de compression avec un réservoir à lubrifiant) [HER81] a été utilisée. Néanmoins, les morphologies des pions après déformation sont similaires que ce soit pour les pions de compression de forme classique et pour les pions avec la géométrie de Rastegaev, les deux présentant un effet tonneau. La seule différence entre les deux

géométries se situe sur le comportement mécanique en début d'essai ($\varepsilon \leq 0,01$). Ceci est dû à la déformation de l'évidement percé dans le pion afin de conserver le lubrifiant. Il a donc été décidé, pour l'ensemble des conditions expérimentales présentées dans la suite de ce manuscrit, de conserver les pions cylindriques qui sont plus simples à usiner.

La correction sur la contrainte à apporter afin de prendre en compte les frottements étant évaluée, la seconde correction à prendre en compte est celle correspondant à l'auto-échauffement, (considéré en conditions d'échauffement adiabatique) de l'échantillon au cours de la déformation.

3.2.2.2 Échauffement adiabatique

Il est communément admis qu'au cours d'une déformation, l'énergie initiale de la presse est pour partie dissipée sous forme de chaleur, pour partie transmise au matériau sous forme d'énergie plastique. Le coefficient de Taylor-Quinney, β , permet de déterminer la proportion d'énergie dissipée sous forme de chaleur. Ce coefficient est compris entre 0 et 1 et généralement fixé à 0,9 dans la littérature.

L'énergie dissipée sous forme de chaleur a pour conséquence d'augmenter la température de la pièce déformée. L'élévation de température lors d'un essai en conditions isothermes est quantifiable à partir de l'équation suivante [NAS09] :

$$\Delta T_A(\varepsilon) \approx \frac{\beta}{c_p(T_0)\rho(T_0)} \int \sigma d\varepsilon \quad (3.2.4)$$

où ρ est la masse volumique du matériau considéré [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$], et C_p , la chaleur spécifique du matériau considéré [$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}$].

L'évolution de la masse volumique et de la chaleur spécifique en fonction de la température de l'essai est donnée sous la forme ¹³ :

$$\begin{aligned} \rho &= -1,11T + 9230 \\ C_p &= 0,395T + 430 \end{aligned} \quad (3.2.5)$$

Afin de déterminer la correction à apporter sur la contrainte mesurée expérimentalement, il faut prendre en compte la relation entre la variation de contrainte et la variation de température, qui s'exprime :

$$\Delta\sigma = \sigma_T(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T_0) - \sigma_A[\varepsilon, \dot{\varepsilon}(T_0 + \Delta T_A(\varepsilon))] = v\Delta T_A(\varepsilon) \quad (3.2.6)$$

où v est le coefficient de sensibilité à la température, σ_T , la contrainte d'écoulement en condition isotherme et σ_A la contrainte d'écoulement en condition adiabatique.

Le coefficient de sensibilité à la température est déterminé expérimentalement, à ε et $\dot{\varepsilon}$ fixés, à l'aide de l'Equation 3.2.7 :

$$v = \text{abs} \left(\frac{\partial \sigma}{\partial T} \Big|_{\varepsilon, \dot{\varepsilon}} \right) \quad (3.2.7)$$

Afin de déterminer le coefficient de sensibilité à la température, trois essais de compression sont réalisés à une vitesse de déformation identique de 10^{-2} s^{-1} jusqu'à un niveau de déformation maximal de 0,69. Ils sont réalisés aux températures de 980 °C, de 1020 °C et de 1050 °C. Les comportements mécaniques en compression résultants de ces trois essais sont tracés sur la Figure 3.2.6 (sans prendre en compte la correction des frottements).

¹³ les données de l'Equation 3.2.5 sont issues de la base de données Thost

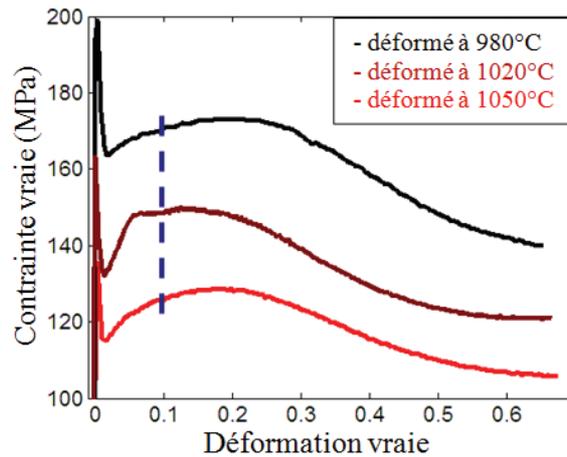


Figure 3.2.6 : Courbes de compression obtenues à partir d'essais réalisés aux trois températures de 980 °C, de 1020 °C et de 1050 °C à $\epsilon = 0,69$ et à $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

Les coefficients de sensibilité à la température sont déterminés pour un taux de déformation de 0,1, comme noté sur la Figure 3.2.6. L'ensemble des coefficients déterminés sur la gamme thermomécanique est représenté dans le Tableau 3.2.3.

Tableau 3.2.3 : Coefficients de sensibilité à la température

ΔT (°C)	$\epsilon = 0,1$
980 - 1020	0,58
1020 - 1050	0,73
980 - 1050	0,65

Le coefficient de sensibilité à la température a une valeur moyenne de 0,65 pour le taux de déformation de 0,1. C'est donc cette valeur qui sera retenue dans l'application numérique de l'Equation 3.2.6.

La correction de l'auto-échauffement est réalisée sur le comportement mécanique en compression d'un pion ayant subi un essai à 1050 °C, jusqu'à une déformation de 0,69 avec une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} (Figure 3.2.7). Cet essai est retenu car il est identique à celui pour lequel la correction des frottements a été réalisée (Figure 3.2.5).

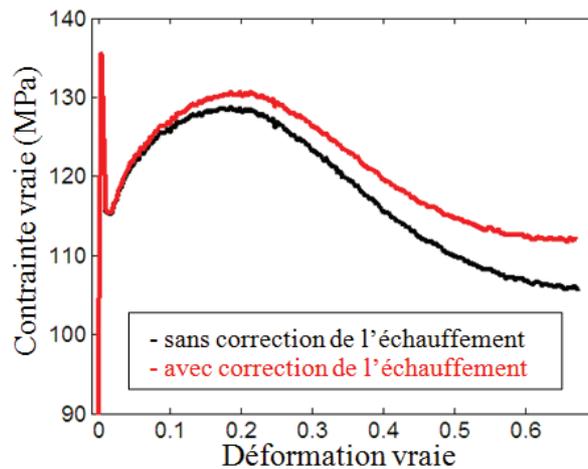


Figure 3.2.7 : Courbes de compression d'un pion déformé à $\epsilon = 0,69$, $T = 1050 \text{ °C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ corrigées ou non de l'auto-échauffement

La correction de l'auto-échauffement sur cet essai amène à une variation de contrainte maximale de 6 MPa, du même ordre de grandeur que celle introduite par les frottements. Néanmoins, le comportement mécanique en compression utilisé sur les Figures 3.2.5 et 3.2.7 correspond à une vitesse de déformation faible et à une température élevée par rapport au cahier des charges.

La prise en compte des corrections des frottements et de l'auto-échauffement est faite de manière séquentielle. Après vérification sur trois essais différents, on conclut que l'ordre des corrections n'influence pas le résultat final (écart de correction maximal < 1 MPa). On choisira donc arbitrairement d'effectuer la correction des frottements, puis celle due à l'échauffement dans les prochains traitements réalisés.

La correction des deux phénomènes (frottements puis auto-échauffement) sur la contrainte mesurée a été prise en compte sur le comportement mécanique d'essais réalisés à 1050 °C, à une déformation de 0,69 et à deux vitesses de déformation différentes : 10^{-2} s^{-1} et 10^0 s^{-1} . Ces comportements mécaniques en compression sont tracés sur la Figure 3.2.8 avec un agrandissement des premiers stades de déformation pour l'essai réalisé à la vitesse de déformation la plus rapide (10^0 s^{-1}).

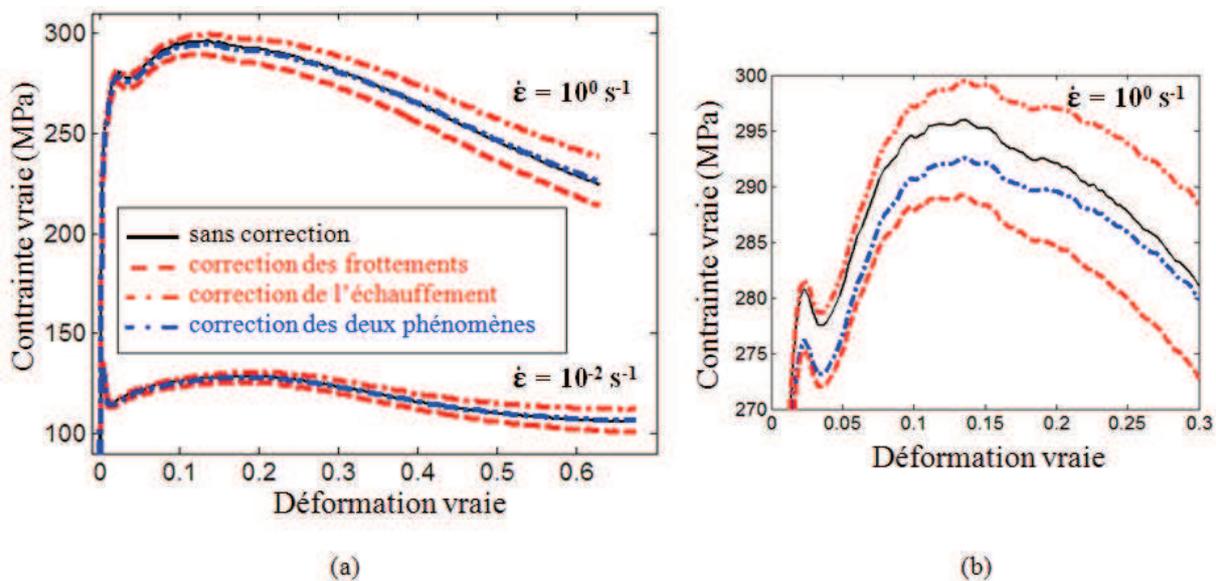


Figure 3.2.8 : Correction des frottements et de l'auto-échauffement sur la contrainte mesurée, (a) essais réalisés à 1050 °C, $\epsilon = 0,69$ et deux $\dot{\epsilon}$ et (b) agrandissement de la zone autour du maximum de contrainte pour $\dot{\epsilon}$ maximal

Les variations de contrainte dues à la correction des frottements et dues à la correction de l'auto-échauffement sont opposées et équivalentes en intensité pour l'essai de référence étudié ($\epsilon = 0,69$, $T = 1050 \text{ °C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$), comme on peut le voir sur la Figure 3.2.8(a). Ainsi le comportement mécanique corrigé du frottement et de l'échauffement est sensiblement voisin du comportement mécanique directement mesuré pendant l'essai.

En s'intéressant au comportement mécanique en compression de l'essai réalisé avec une vitesse de déformation de deux décades plus rapide, la correction des deux phénomènes physiques semble se superposer avec le comportement mécanique non corrigé. Un agrandissement correspondant au début de la déformation de cet essai est tracé sur la Figure 3.2.8(b) pour s'y intéresser de plus près. On remarque que la correction sur les frottements a plus d'influence sur la correction de la contrainte que la correction de l'auto-échauffement en début de déformation puisque la contrainte initiale (sans correction) est supérieure à la contrainte ayant subi la double correction.

En revanche, aux grandes déformations, le comportement mécanique déterminé sans correction est inférieur au comportement mécanique déterminé avec la double correction. On peut

donc conclure que l'auto-échauffement influe majoritairement sur la contrainte à un niveau de déformation important.

En conclusion de cette partie, on peut retenir que : la correction des frottements diminue la contrainte mesurée en début de déformation ($\epsilon \leq 0,3$) alors que la correction de l'échauffement adiabatique augmente la contrainte mesurée aux fortes déformations ($\epsilon > 0,3$). Toutefois, la correction réalisée sur la contrainte d'écoulement étant inférieure à la dispersion expérimentale ($< 2 \%$), il est choisi de ne réaliser aucune correction (frottement ou échauffement adiabatique) au cours de l'exploitation des données expérimentales.

3.2.3 Outils développés pour l'étude des microstructures

Le pion déformé est préparé et observé selon le protocole mis en place et présenté dans le chapitre précédent. La mesure des orientations cristallines locales par EBSD est utilisée au cours de cette étude pour obtenir des informations quantitatives sur les orientations cristallines, les désorientations, la nature des joints de grains et la taille des grains.

Les échantillons sont polis sans attaque chimique afin d'éviter de creuser les joints de grains. L'étape finale de polissage à l'aide de Mastermet (Silice Colloïdale non cristallisante) est suffisante pour légèrement marquer les joints de grains par une attaque basique et, ainsi, permettre aux grains de diffracter.

Au cours de cette étude, la taille de grains pouvant considérablement varier, des acquisitions peuvent être réalisées avec des paramètres d'acquisition différents. Néanmoins, un paramètre est gardé constant au cours de l'étude : le rapport entre la dimension de la zone et le pas d'acquisition, fixé à 1000. L'orientation de la zone de mesure est telle que l'axe de compression est toujours vertical, comme pour les micrographies optiques.

Il est également crucial de définir la zone caractéristique afin d'avoir une répétabilité d'acquisitions d'un échantillon à un autre. Cette zone est déterminante car le pion déformé n'a pas le même niveau de déformation en tout point (Figure 3.2.3). Celle-ci a été fixée à 2 mm * 2 mm sur la zone correspondant au cœur de l'échantillon et un soin particulier a été pris afin de vérifier que chaque acquisition est réalisée dans cette zone caractéristique. Le critère utilisé pour considérer qu'une zone est représentative de la microstructure est basé sur le nombre de grains présents dans la zone analysée. Il y a donc toujours un nombre minimum de mille grains sur chaque cartographie étudiée.

Les données brutes acquises par EBSD font l'objet d'un traitement numérique permettant d'optimiser la microstructure observée. Il est alors possible de déterminer la taille de grains, paramètre principal de ce travail.

3.2.3.1 Détermination d'une répartition hétérogène de taille de grains

Les données brutes sont traitées à l'aide du logiciel OIM. La microstructure obtenue sans traitement présente souvent des points qui n'ont pas pu être indexés de manière automatique. Un protocole de traitement des données a été mis au point et a été réalisé pour l'intégralité des acquisitions analysées au cours de ce travail de thèse. Celui-ci consiste en l'utilisation d'outils de "nettoyage" de la microstructure. Deux de ces outils sont utilisés systématiquement : l'outil "*Grain Dilution*" et l'outil "*Neighbor CI Correlation*" (dans cet ordre). L'effet de ces traitements sur la microstructure est présenté sur la Figure 3.2.9.

L'outil Grain Dilution est une méthode itérative. Il est basé sur la détection d'un pixel ne faisant pas partie d'une entité suffisamment importante pour être considérée comme un grain, appelé pixel isolé. Une fois le pixel détecté, celui-ci est réarrangé en fonction du nombre d'orientations majoritaires au voisinage du pixel. Cette opération est répétée de manière automatique jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de pixels isolés dans la microstructure.

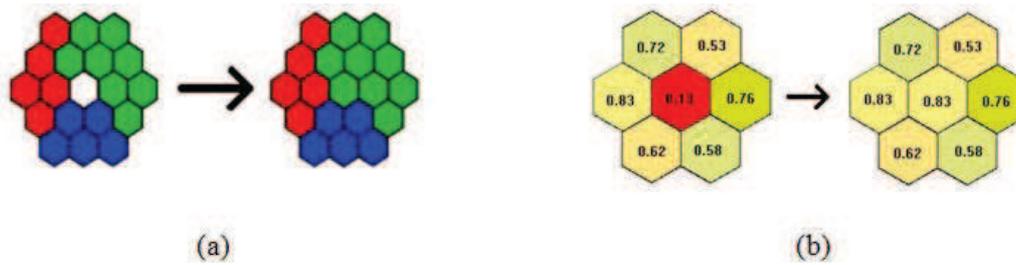


Figure 3.2.9 : Outils de correction d'indexation utilisés pour nettoyer la microstructure, (a) Grain Dilation et (b) Neighbor CI Correlation

L'outil Neighbor CI Correlation est une méthode basée sur le critère de l'indice de confiance (CI). Celui-ci est défini sur un système de votes à partir d'un cliché de diffraction donné [OIM10]:

$$CI = \frac{(V_1 - V_2)}{V_{\text{idéal}}} \quad (3.2.8)$$

V_1 est le nombre de votes pour la première solution, V_2 pour la seconde solution et $V_{\text{idéal}}$, le nombre total de votes possible pour un cliché de diffraction détecté

Un critère empirique considère qu'un cliché de diffraction et donc qu'un pixel est bien indexé si l'indice de confiance est supérieur à 0,1. Ainsi on impose cette valeur numérique à l'outil Neighbor CI Correlation qui va balayer l'ensemble des pixels de la microstructure avec un indice de confiance inférieur à 0,1 et réindexer les pixels avec le pixel voisin ayant le plus haut indice de confiance comme montré sur la Figure 3.2.9(b).

Ces deux outils de correction présentés, les informations quantitatives peuvent être obtenues à partir des acquisitions obtenues par la méthode EBSD. Celles-ci sont aussi larges que des cartographies d'orientations ou de désorientations ou des représentations sous forme de fraction de désorientations. Ces méthodes seront utilisées au cas par cas dans la suite de l'étude. Les informations quantitatives existent également sur la taille de grains dont la détermination fait l'objet de la prochaine partie.

3.2.3.2 Critère sur la taille de grains

Historiquement dans l'industrie, les attaques chimiques permettant de visualiser la microstructure ne révélaient pas les macles de recuit. Ce constat amène à déterminer principalement la taille de grains sans prendre en compte les macles. Néanmoins, pour être complet, à chaque mesure de taille de grains, on associera la fraction de macles correspondante pour ne pas l'exclure du raisonnement.

Industriellement, on utilise également l'indice ASTM pour réaliser la cotation des tailles de grains par microscopie optique. La relation entre la taille de grains exprimée en micromètres et en indice ASTM est donnée par l'Equation 2.2.3.

La taille de grains déterminée à partir du logiciel OIM sera donc représentée par le diamètre moyen (D_{moy}) en μm et par la taille de grains exprimée en unités ASTM (D_{ASTM}).

La littérature utilise majoritairement une valeur moyenne unique pour définir la taille de grains d'une microstructure. Cette approximation est peu contestable dans l'hypothèse d'une microstructure homogène. Néanmoins, au cours de cette étude, les pions seront trempés après essais et présenteront le plus souvent une microstructure hétérogène. Dans ce cas, se ramener à une valeur moyenne unique pour caractériser la microstructure conduit à une perte d'information. Dans un échantillon partiellement recristallisé, la microstructure est constituée d'une population de grains déformés et

d'une population de grains recristallisés différenciables uniquement si la taille de grains initiale D_0 est très supérieure à la taille d'un germe de recristallisation.

Un outil a été développé au cours de ce travail de thèse pour décrire une répartition bimodale de grains à partir de la distribution de taille de grains obtenue lors de l'acquisition. Cette méthode est basée sur l'hypothèse qu'une population de grains peut être décrite par une distribution log-normale sous la forme [WEY98] :

$$f(x; \mu, \sigma) = \frac{\exp(-0,5((\ln(x)-\mu)/\sigma)^2)}{x\sigma\sqrt{2\pi}} \quad (3.2.9)$$

où $\exp(\mu)$ est la valeur médiane de l'aire représentée par les grains et σ^2 , l'écart type de la taille de grains.

Toutefois, les données expérimentales, obtenues à partir du logiciel OIM, présentent un bruit trop important pour réaliser une approximation correcte des paramètres μ et σ de l'Equation 3.2.9 (Figure 3.2.10(b)). La solution choisie est de lisser les résultats obtenus en représentant les fractions cumulées sous la forme suivante :

$$F(x; \mu, \sigma) = \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \operatorname{erf}\left(\frac{\ln(x)-\mu}{\sigma\sqrt{2}}\right) \quad (3.2.10)$$

L'utilisation de la fonction de répartition permet d'obtenir des résidus plus faibles dans l'identification des paramètres que dans une identification réalisée directement à partir de l'Equation 3.2.9. L'Equation 3.2.10 décrit une distribution pour une population unique. Dans le cas de deux familles de grains, l'hypothèse est que les populations de grains suivent une loi des mélanges telle que l'on peut définir :

$$F(x) = X_{\text{rex}}F(x; \mu_1, \sigma_1) + (1 - X_{\text{rex}})F(x; \mu_2, \sigma_2) \quad (3.2.11)$$

où X_{rex} est la fraction de grains d'une première population considérée et $(1-X_{\text{rex}})$, la fraction de grains de la seconde.

L'Equation 3.2.11 permet ainsi de déterminer, en plus de la taille de grains de chaque population (ici déformée et recristallisée), la fraction de chacune de ces deux populations présentes dans la zone considérée. Ces équations ont été implémentées dans une routine sur MATLAB utilisant un algorithme du type Levenberg-Marquardt. Cette dernière permet de vérifier si une population de grains est bimodale ou homogène à l'aide d'une comparaison des écarts-types déterminés suite à l'identification.

Dans le cas d'une population homogène, il n'y a que deux paramètres à identifier (μ et σ). Afin de simplifier l'identification des paramètres dans le cas d'une distribution bimodale, les écarts-types des deux distributions varient peu : $0,8 < \sigma < 1,2$. Cette hypothèse réduit la gamme d'identification qui est obtenue à partir de l'Equation 3.2.11.

De plus, l'utilisation de l'algorithme de Levenberg-Marquardt permet de borner la gamme d'évolution des paramètres de l'Equation 3.2.11 afin d'avoir des identifications basées sur des paramètres physiques. Le paramètre X_{rex} est quant à lui issu du logiciel OIM à travers une différenciation entre la population déformée et recristallisée sur un critère visuel. Ce dernier paramètre sera également identifié au cours de l'utilisation de la routine. Sa détermination expérimentale n'est qu'un indicateur pour l'initialisation de l'algorithme.

La Figure 3.2.10 montre un exemple d'utilisation de l'outil développé et du type de résultats obtenus. Ce dernier est utilisé sur un échantillon devant présenter une population de grains hétérogène. Cet échantillon a subi un essai de compression à $T = 1050 \text{ °C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et $\epsilon = 0,69$ à partir d'un traitement d'homogénéisation de 1100 °C pendant 1 h, puis a été trempé.

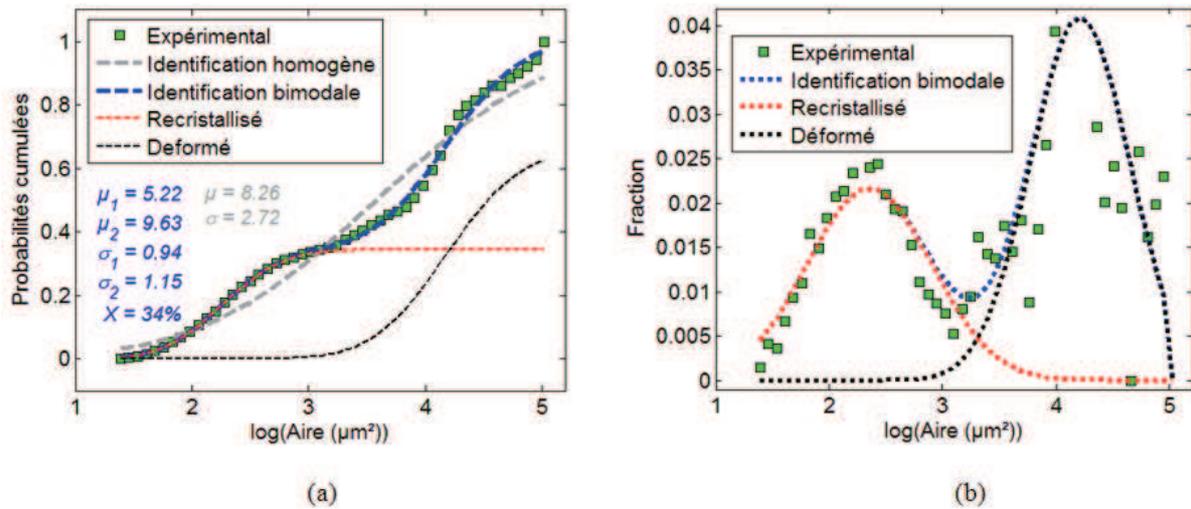


Figure 3.2.10 : Utilisation de l'outil d'identification de distributions de tailles de grains hétérogènes, (a) identification des paramètres μ et σ sur les fractions cumulées et (b) équivalence sur les distributions log-normales

L'outil développé permet donc de déterminer si une population de grains donnée est homogène ou non. Pour cela, l'observation sur la Figure 3.2.10(a) de l'écart-type correspondant à la population homogène (2,72) montre que cet indicateur est loin de l'unité. Cet écart à l'unité indique qu'il existe une forte dispersion de la distribution des tailles de grains et indique l'existence probable de deux populations. En comparaison, l'écart-type de la population bimodale est proche de l'unité ce qui renforce l'hypothèse de son existence.

La représentation sous forme de distributions log-normales permet de visualiser la répartition sous forme d'une distribution correspondant à des grains déformés et d'une distribution correspondant à des grains recrystallisés (Figure 3.2.10(b)). Dans cet exemple, la taille de grains initiale étant importante ($D_0 = 170 \mu\text{m}$ et $D_{ASTM} = 2,5$), il est cohérent d'observer deux distributions de tailles de grains.

Cet outil sera utilisé systématiquement à chaque détermination de tailles de grains de microstructures obtenues à partir des acquisitions EBSD afin de donner une information complémentaire aux tailles de grains déterminées par le logiciel OIM.

Les tailles de grains seront présentées sous trois formes différentes dans la suite du manuscrit en respectant ces notations :

- D_{moy} pour le *diamètre moyen des grains* basé sur un algorithme approximant un grain comme une ellipse [OIM10],
- D_{ASTM} pour le *diamètre exprimé avec la notation ASTM* déterminée à partir de l'aire moyenne à partir de l'Equation 2.2.3,
- $D_{\text{med,eq}}^{14}$ pour le *diamètre médian équivalent* déterminé à l'aide de l'outil présenté précédemment et en faisant également l'approximation que les grains sont des disques.

Les différents traitements appliqués aux résultats obtenus à partir d'un essai de compression ont été présentés, l'analyse et la compréhension des données expérimentales sont présentées dans le paragraphe suivant.

¹⁴ deux valeurs de $D_{\text{med,eq}}$ sont calculées pour une population bimodale ou une seule si la population est homogène

3.3 Mise en forme super- δ -solvus

L'objectif de la mise en forme à une température supérieure à la température de mise en solution de la phase δ , dite mise en forme super- δ -solvus, est multiple. Industriellement, il est d'être en mesure de réaliser un forgeage avec des efforts minimum, tout en contrôlant la taille de grains. Au-delà de l'objectif global de compréhension des liens entre le comportement mécanique et les évolutions de microstructure au cours de la mise en forme, l'objectif de cette étude est d'apporter des réponses complémentaires afin d'alimenter les modèles numériques. Cette étude s'attachera tout particulièrement à une meilleure compréhension des mécanismes de recristallisation dynamique en vue de l'identification des paramètres matériaux, ainsi qu'à la quantification de la compétition entre écrouissage et recristallisation dynamique pour l'établissement des lois de comportement.

Dans le cas présent, les essais super- δ -solvus sont réalisés à une température de référence de 1050 °C. La compréhension de l'évolution microstructurale de l'Inconel 718 lors de la déformation requiert des essais interrompus. Pour mettre en évidence et identifier les mécanismes thermiquement activés en présence, une vitesse de déformation de référence relativement faible de 10^{-2} s^{-1} est utilisée dans un premier temps. Cette étude sera ensuite étendue aux vitesses de déformation plus importantes.

La compréhension des mécanismes physiques mis en œuvre s'appuie principalement sur une évaluation précise de la taille de grains, considérée comme l'un des deux paramètres importants pour prévoir les propriétés mécaniques finales d'une pièce (le deuxième étant la fraction de phase δ). Cette évaluation est faite avec l'outil développé et présenté précédemment, permettant de déterminer cette taille de grains ainsi que l'homogénéité ou non de sa distribution.

Enfin, une ouverture complémentaire sera proposée avec l'étude de la mise en forme multipasses à une vitesse de déformation en accord avec un cahier des charges industriel (10^{-1} s^{-1}). Cette étude ajoutera deux paramètres thermomécaniques supplémentaires à l'étude : le chemin interpas et le temps interpas. Leur effet sur la microstructure sera également quantifié.

3.3.1 Etat de l'art

La présente bibliographie permet de cibler les paramètres ayant une influence prépondérante sur la contrainte ainsi que sur la microstructure obtenue après déformation de l'Inconel 718.

L'étude des comportements mécaniques de l'Inconel 718 après mise en forme à chaud a amené Zhao et Chaudhury [ZHA94] à proposer une cartographie des allures des comportements mécaniques au cours de la mise en forme en fonction des conditions thermomécaniques (Figure 3.3.1).

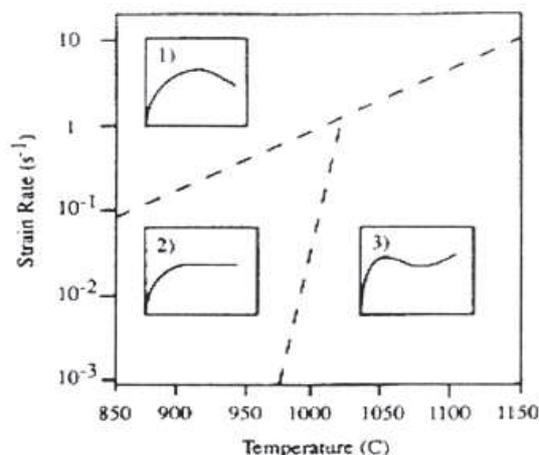


Figure 3.3.1 : Représentation schématique des comportements mécaniques typiques au cours d'un essai de compression de l'Inconel 718 en fonction des conditions thermomécaniques [ZHA94]

D'après Zhao et Chaudhury, le comportement mécanique typique de l'Inconel 718 au cours de la mise en forme peut être divisé en trois domaines (Figure 3.3.1) :

- *Régime de restauration dynamique* avec une contrainte d'écoulement à saturation pour les faibles températures et vitesses de déformation (courbe 2),
- *Régime de recristallisation dynamique discontinue synchronisée* avec des oscillations de la contrainte d'écoulement pour les fortes températures et les faibles vitesses de déformation (courbe 3),
- *Régime de recristallisation dynamique discontinue asynchronisée* avec un unique maximum de la contrainte d'écoulement pour les fortes vitesses de déformation (courbe 1).

L'ensemble des études issues de la bibliographie présentées dans cette partie est réalisé à la température de référence de 1050 °C. Les comportements mécaniques qui en sont issus, sont comparés sur la Figure 3.3.2.

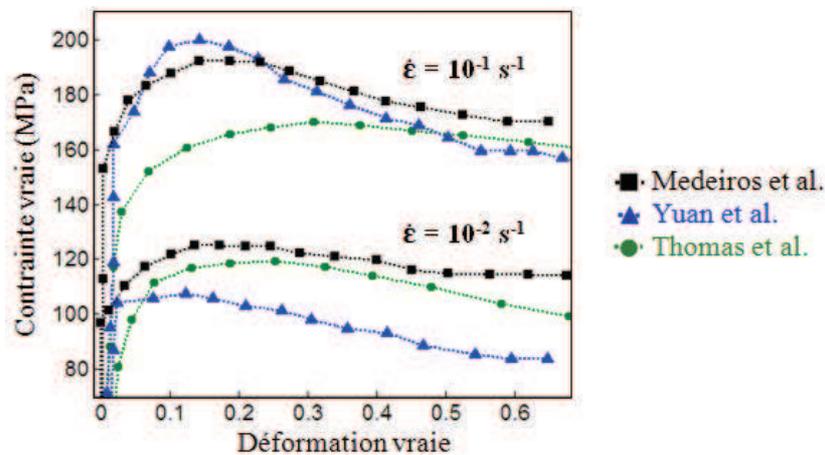


Figure 3.3.2 : Comparaison de comportements mécaniques issus de la littérature obtenus à 1050 °C

A cette température, les comportements mécaniques de l'Inconel 718 sont typiques d'un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue asynchronisée. Cette hypothèse n'apparaît pas en accord avec le schéma présenté par Zhao et Chaudhury et l'interprétation reste à développer au cours de l'analyse expérimentale.

Les différences de comportement mécanique observé sur la Figure 3.3.2, bien que les essais aient été réalisés à la même température et à la même vitesse de déformation, semblent essentiellement dues à une taille de grains initiale différente. En effet, la taille de grains¹⁵ initiale D et le traitement thermique réalisé pour l'obtenir sont les suivants :

- $D = 16 \mu\text{m}$ et $D_{ASTM} = 9,5$ ASTM à partir de l'état de réception [MED00]
- $D = 97 \mu\text{m}$ et $D_{ASTM} = 4,0$ ASTM avec un traitement à 1100 °C/1 h [YUA05]
- $D = 85 \mu\text{m}$ et $D_{ASTM} = 4,5$ ASTM avec un traitement à 1010 °C/1 h [THO06]

Ces différentes tailles de grains peuvent expliquer une part de comportements différents. Néanmoins, aucune information précise sur la manière de déterminer la taille de grains n'est donnée dans la littérature : les macles sont-elles ou non prises en compte dans la mesure de la taille de grains ? L'échantillon a-t-il été trempé immédiatement après la déformation ? La comparaison des résultats de la littérature avec ceux obtenus au cours de la présente étude devront donc se faire avec précaution.

¹⁵ la taille de grains D (sans indice) est donnée sous cette forme quand son origine est inconnue

De plus, les résultats de la littérature sont difficiles à interpréter car l'influence de chaque paramètre n'est jamais étudiée séparément. Les essais ne sont pas réalisés exactement dans les conditions thermomécaniques souhaitées.

Les évolutions de microstructure présentées sont également complexes à comparer entre les différentes études. Les microstructures de la Figure 3.3.3 correspondent à des essais réalisés à 1050 °C et à un niveau de déformation total équivalent de $\epsilon = 0,69$. Néanmoins, deux paramètres évoluent entre ces deux microstructures : la taille de grains initiale et la vitesse de déformation.

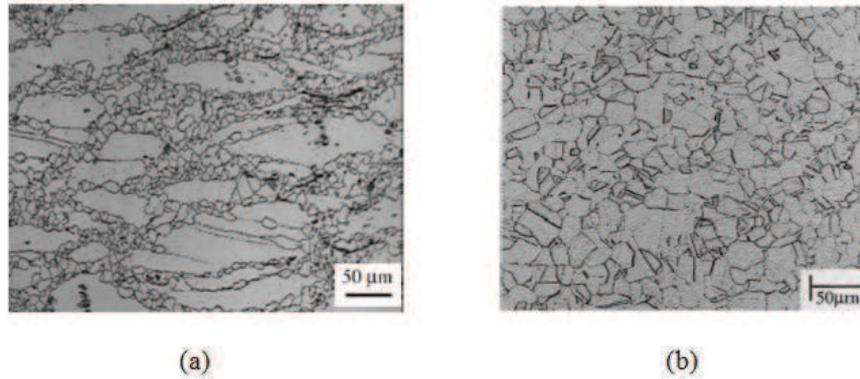


Figure 3.3.3 : Microstructures observées après mise en forme à 1050°C à $\epsilon \approx 0,69$, pour (a) $\dot{\epsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$ [YUA05] et (b) $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ [MED00]

La microstructure de la Figure 3.3.3(a) présente un avancement incomplet de la recristallisation dynamique, alors que la microstructure de la figure (b) est complètement recristallisée. Ce constat permet de conclure qu'une taille de grains initiale et/ou une vitesse de déformation plus importante retarde la cinétique de recristallisation, sans que l'on puisse dissocier les deux effets. Ces constats imposent la réalisation d'essais thermomécaniques propres à la présente étude et mettent l'accent sur la nécessité d'étudier l'influence d'un seul paramètre thermomécanique à la fois.

Un résultat important peut toutefois être obtenu à partir des données de la littérature : la taille de grains finale après essai. Dans ce cas, si l'avancement de la recristallisation est maximal, la taille de grains finale après essai ne dépend pas de la taille de grains initiale [ZHA94] ce qui permet donc d'effectuer des comparaisons en dissociant l'influence de chaque paramètre thermomécanique, $\dot{\epsilon}$ ou T.

A partir de résultats présentés par Zhang *et al.* et obtenus après un taux de déformation de 1,2 pour différentes températures et vitesses de déformation, [ZHA99], il a été possible de construire les histogrammes de la Figure 3.3.4. Dans cette étude, les échantillons ont été trempés à l'eau pour inhiber toute évolution supplémentaire à l'issue de la déformation.

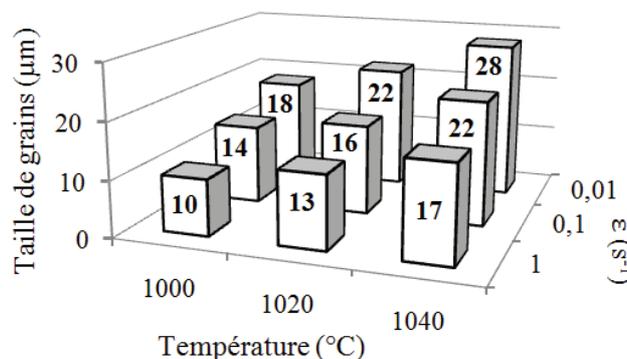


Figure 3.3.4 : Tailles de grains finales en fonction des paramètres thermomécaniques, d'après Zhang *et al.*

On constate que les tailles de grains finales après déformation augmentent lorsque la température de l'essai croît, et diminuent quand la vitesse de déformation augmente. Ainsi, la gamme de mise en forme super- δ -solvus offre une variation importante de tailles de grains finales, allant du simple au triple.

Les résultats de la littérature montrent l'importance des paramètres thermomécaniques sur le comportement mécanique, l'évolution de microstructure et la taille de grains finale. Leur analyse et leur comparaison ne sont pas faciles car les conditions d'essais sont parfois incomplètes et souvent différentes d'un article à l'autre. Ces résultats donnent cependant des informations intéressantes sur les paramètres de mise en forme à prendre en compte et peuvent être utiles pour prévoir des tendances à observer au cours de la présente étude. En conclusion, il faudra, au cours de l'analyse expérimentale, quantifier l'influence de chacun d'eux.

3.3.2 Résultats et analyses de l'étude unipasse

L'objectif de cette étude est d'identifier le mécanisme de recristallisation de l'Inconel 718 en conditions super- δ -solvus à travers la réalisation d'essais interrompus à différents niveaux de déformation. Ces essais réalisés, l'étude de l'influence de chaque paramètre thermomécanique sur le comportement mécanique et sur l'évolution de la microstructure au cours de la mise en forme est présentée.

3.3.2.1 Identification des mécanismes

Le protocole expérimental de cette étude est le suivant : une série d'essais est réalisée à T , $\dot{\epsilon}$ et D_0 constants. Le seul paramètre thermomécanique évoluant dans cette étude est donc le taux de déformation $\dot{\epsilon}$. Ces essais réalisés à différents niveaux de déformation sont analysés par microscopie optique et par EBSD. Les analyses qualitatives et les résultats quantitatifs sont ensuite compilés afin d'identifier et d'évaluer l'influence de chaque mécanisme sensible à la température et à la vitesse de déformation. Un intérêt particulier est porté à la détermination des premiers stades de recristallisation dynamique.

Le cycle thermomécanique suivi au cours de cette étude est schématisé sur la Figure 3.3.5. On remarque que les quatre étapes du cycle sont en accord avec la description donnée au Chapitre 2. A différents points du schéma de la Figure 3.3.5, une trempe est réalisée afin d'identifier les microstructures obtenues.

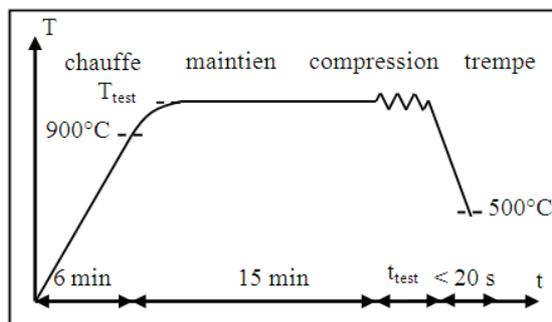


Figure 3.3.5 : Cycle thermomécanique suivi dans l'étude unipasse

La vitesse de déformation retenue est de 10^{-2} s^{-1} pour une température (T_{test}) de 1050 °C. La taille de grains initiale dans l'échantillon dans l'état de réception est de 15 μm - 9,5 ASTM (Chapitre 2). Les deux premières étapes du cycle thermomécanique, à savoir la chauffe et le maintien, ont une influence sur la microstructure (évolutions statiques). L'évolution pendant la chauffe et le maintien est observable sur les micrographies de la Figure 3.3.6 qui compare les microstructures d'un échantillon à l'état brut de réception et d'un échantillon trempé après chauffe et maintien de 15 min.

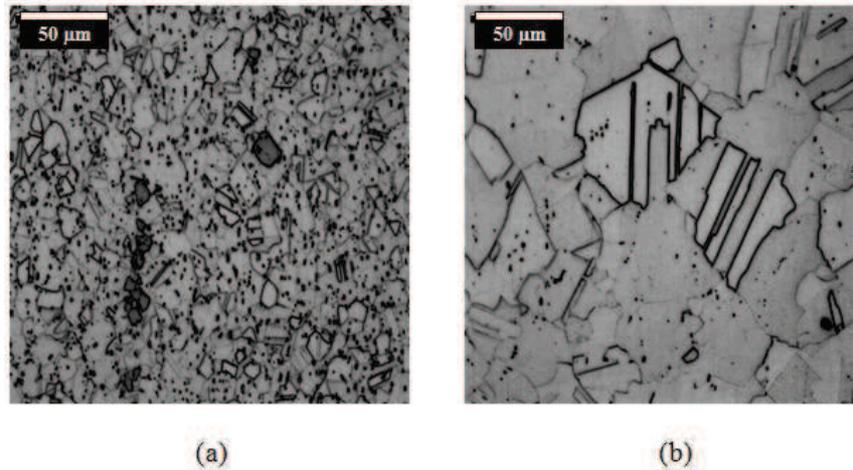


Figure 3.3.6 : Micrographies optiques d'échantillons d'Inconel 718, (a) à l'état de réception et (b) après chauffe et maintien de quinze minutes à 1050 °C

La différence de taille de grains est notable. Celle-ci augmente de $D_{\text{moy}} = 12 \mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 9,5 \text{ ASTM}$) à $D_{\text{moy}} = 110 \mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 3,5 \text{ ASTM}$). Ces tailles de grains ont été déterminées à l'aide du logiciel OIM en excluant les joints de macles de l'algorithme conformément au protocole défini dans la partie 3.2.3.2.

La comparaison des deux micrographies confirme que le paramètre D_0 représentant la taille de grains initiale dans les différentes modélisations doit correspondre à la taille de grains juste avant la déformation et non à celle de l'échantillon à l'état de réception.

Etude du comportement mécanique

Le plan d'expériences est construit avec six essais thermomécaniques à différents taux de déformation : $\epsilon = 0,01$, $\epsilon = 0,05$, $\epsilon = 0,078$, $\epsilon = 0,11$, $\epsilon = 0,22$ et $\epsilon = 0,69$. L'ensemble des courbes contrainte-déformation obtenues, permettant ainsi de donner une indication de la dispersion expérimentale, est donné sur la Figure 3.3.7.

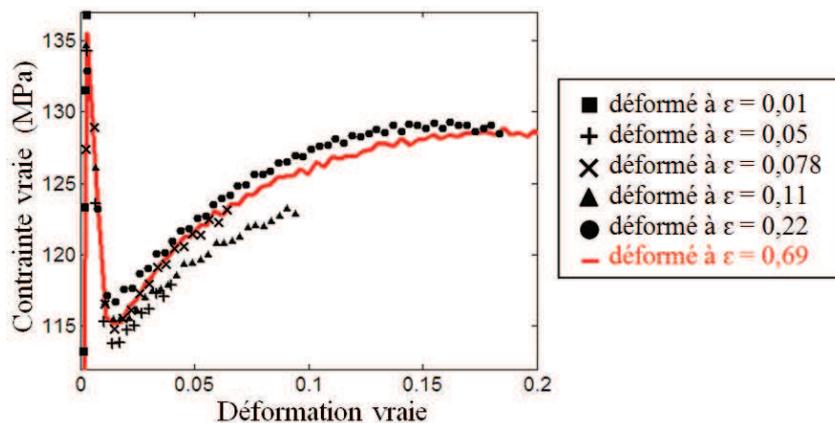


Figure 3.3.7 : Comportements mécaniques des échantillons déformés à $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $T = 1050^\circ\text{C}$ et trempés à différents niveaux de déformation

Les comportements mécaniques sont représentés jusqu'à un niveau de déformation de 0,22. Ils montrent une dispersion faible des résultats expérimentaux. La courbe complète jusqu'à un taux de déformation de 0,69 est présentée sur la Figure 3.2.7. Les comportements mécaniques obtenus présentent une excellente reproductibilité, la dispersion maximale constatée étant de 5 MPa.

Comme il a été signalé précédemment l'évolution du taux d'écroissage en fonction de la déformation ou de la contrainte (Equation 3.1.6), permet la mise en évidence plus précise de l'influence relative des mécanismes dynamiques comme l'écroissage et la recristallisation (Figure 3.3.8).

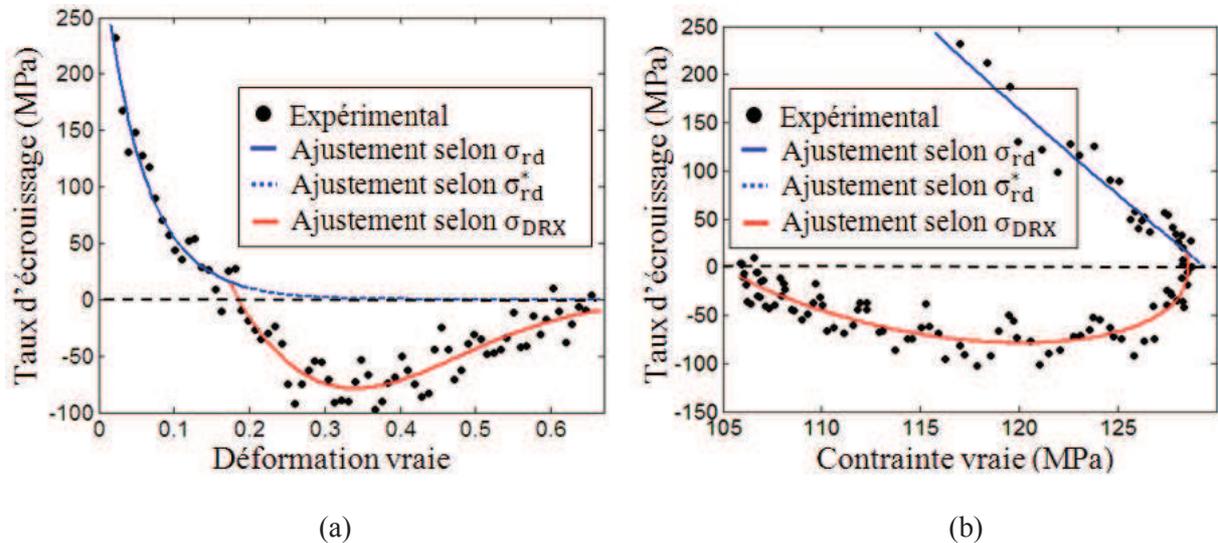


Figure 3.3.8 : Evolution du taux d'écroissage, (a) en fonction de la déformation et (b) en fonction de la contrainte

Les ajustements représentés sur la Figure 3.3.8 sont déduits des Equations 3.1.5 et 3.1.6. Ces équations proposent une dérivée numérique du comportement identifié ainsi que du comportement expérimental. Sur la Figure 3.3.8, il n'a pas été tenu compte des déformations inférieures à 0,02 correspondant au pic de contraintes observé sur la Figure 3.3.7.

Trois domaines sont ainsi définis pour chaque représentation (Figure 3.1.9) :

- la *contrainte d'écoulement en régime de restauration dynamique* à un niveau de déformation inférieur au niveau de déformation ε_p ,
- la *contrainte d'écoulement hypothétique en régime de restauration dynamique* à un niveau de déformation supérieur au niveau de déformation ε_p ,
- la *contrainte d'écoulement en régime de recristallisation dynamique* à un niveau de déformation supérieur au niveau de déformation ε_p .

Au cours de l'étude bibliographique, il a été signalé que le domaine de comportement avec un taux d'écroissage négatif ne peut pas permettre de raisonner sur les mécanismes physiques associés dans la mesure où il traduit un comportement macroscopiquement hétérogène de l'échantillon. Néanmoins, certains auteurs comme Belkebir et Kobylanski utilisent, à tort, cette représentation et complexifient ainsi les équations du modèle de Laasraoui et Jonas afin de décrire au mieux les résultats expérimentaux, mais de façon empirique [BEL95]. La Figure 3.3.8 présente le taux d'écroissage sur l'ensemble de la plage de données expérimentale ce qui permet de mettre en évidence de façon claire la transition de comportement entre le régime de restauration dynamique et le régime de recristallisation dynamique. Par la suite, seule la partie positive de la représentation du taux d'écroissage sera étudiée.

Dans tous les cas, lorsque le comportement identifié tend aux grandes déformations vers un taux d'écroissage nul, il n'y a plus d'évolution de la contrainte avec la déformation et le régime stationnaire est atteint. Cette représentation permet ainsi d'estimer l'état d'avancement de la

recristallisation à partir d'une analyse du comportement macroscopique. Dans la présente analyse, la déformation correspondant au début du régime stationnaire est presque atteinte.

L'extrapolation, pour un taux d'écouissage qui tend vers zéro, du comportement dans le domaine d'écouissage-restauration dynamique permet de définir la contrainte à saturation, appelée σ_s^* par Laasraoui et Jonas. Dans cette étude, cette contrainte est évaluée à 130 MPa.

La détermination du niveau de déformation critique, correspondant à la rupture de pente de la courbe $\theta = f(\sigma)$, permet de caractériser le début de recristallisation dynamique. Dans cette étude, la rupture de pente intervient à un niveau de contrainte de 128,5 MPa et correspond à un taux de déformation critique, ϵ_c , de 0,15. En comparaison le niveau de déformation ϵ_p correspond à 0,186. Ainsi pour l'Inconel 718 et pour ces conditions thermomécaniques, le facteur de proportionnalité entre ces deux déformations caractéristiques est de l'ordre de 0,81. Ce rapport est compris dans la plage proposée dans la littérature [0,70 ; 0,85] et proche de celui déterminé par Guimaraes et Jonas [GUI81] sur l'Inconel 718 (0,83).

Lien avec la microstructure

Après chaque essai, les échantillons ont été analysés par EBSD. Les zones observées ont été systématiquement prélevées à cœur du pion. Toutefois, le seul paramètre mesurable connu est le taux de déformation macroscopique moyen subi par le pion de compression et non le niveau de déformation local dans la zone analysée.

Ce niveau de déformation local peut cependant être estimé par éléments finis. Le modèle utilisé est le même que celui présenté dans la partie 3.2.2.1 concernant l'étude de la correction des frottements, en prenant un coefficient de frottement de 0,15. Les taux de déformation locaux sont estimés à partir des deux valeurs correspondant aux iso-valeurs minimales et maximales de déformation sur une zone potentielle d'acquisition de 2 * 2 mm² située au cœur de l'échantillon. Les résultats sont donnés dans le Tableau 3.3.1.

Tableau 3.3.1 : Détermination des équivalences entre déformations macroscopique et locale à l'aide d'une simulation par la méthode des éléments finis pour différents taux de réduction

Taux de réduction (%)	Taux de déformation macroscopique	Taux de déformation local à cœur (Figure 3.2.3)
5	0,05	0,08 - 0,09
7,5	0,078	0,12 - 0,15
10	0,11	0,18 - 0,21
20	0,22	0,40 - 0,46
50	0,69	1,02 - 1,94

Les microstructures observées par EBSD sont représentées sous forme de cartographies d'orientations sur la Figure 3.3.9. Ces acquisitions ont été réalisées avec le même pas d'acquisition (0,5 μm) pour des zones d'acquisition de 1000 * 1000 μm^2 , respectant ainsi le protocole d'au moins un facteur 1000 entre le pas d'acquisition et la zone analysée. Néanmoins, afin d'en faciliter l'observation sur la Figure 3.3.9, seule une zone correspondant à 400 * 400 μm^2 est représentée.

L'étude des cartographies d'orientations de la Figure 3.3.9 montre que la microstructure évolue au cours de la déformation du fait de l'écouissage, la restauration dynamique et la recristallisation dynamique.

L'absence de recristallisation métadynamique est apparente sur la Figure 3.3.9 à partir de l'observation de la forme des joints de grains : aux fortes déformations, ceux-ci apparaissent plutôt

dentelés, preuve qu'ils ont été figés dans une position métastable. Cette observation valide le montage de trempe développé dans ce travail, qui inhibe toute recristallisation métadynamique.

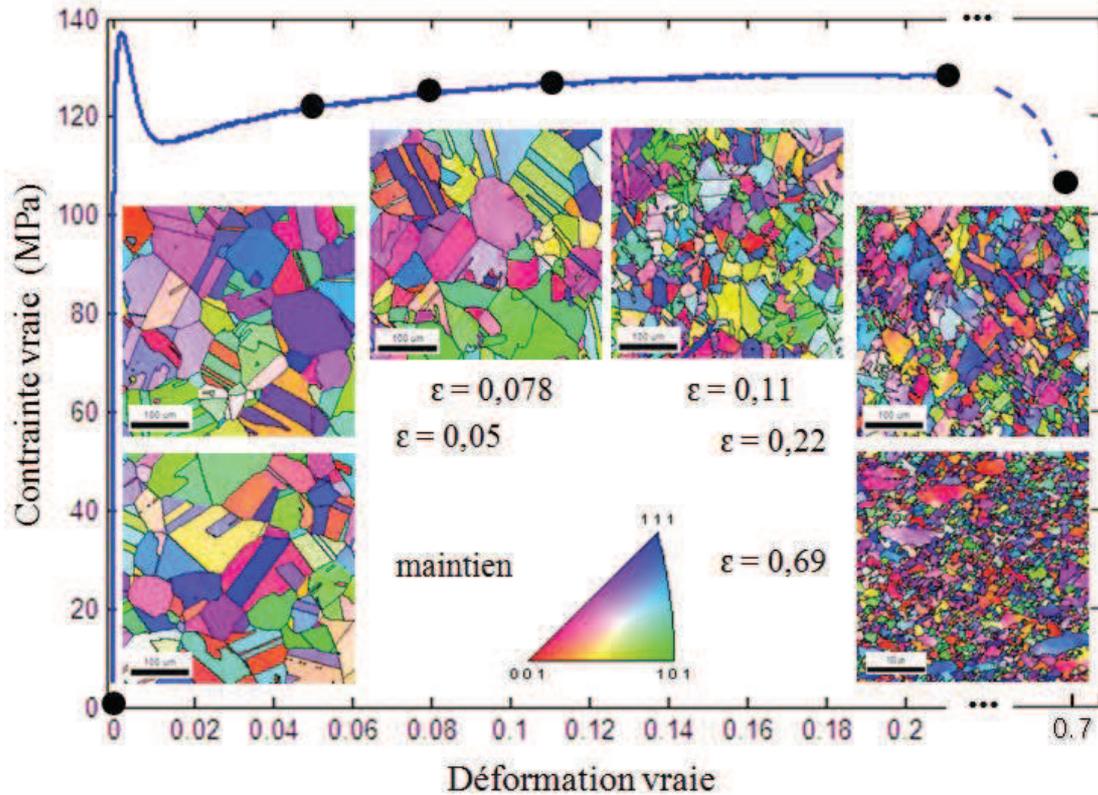


Figure 3.3.9 : Evolution de la microstructure au cours de la déformation pour la campagne d'essais réalisée à $T = 1050 \text{ °C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

La contribution à l'adoucissement induit par la restauration dynamique est faible devant celle résultant de la recristallisation dynamique pour ce couple thermomécanique ($T, \dot{\epsilon}$) comme l'ont montré Zhao et Chaudhury sur la Figure 3.3.1 [ZHA94]. Cette étude montre donc que les deux régimes observables au cours de la mise en forme de l'Inconel 718 en conditions super- δ -solvus, sont le régime d'écroutissage-restauration dynamique puis le régime de recristallisation dynamique.

Des gradients d'orientation intragranulaires sont visibles sur les cartographies d'orientations de la Figure 3.3.9 à partir d'un niveau de déformation de $\epsilon = 0,078$. Ces gradients d'orientation traduisent la rotation du réseau cristallin au cours de la déformation, le mécanisme d'écroutissage en étant principalement responsable.

Les microstructures correspondant aux déformations de $\epsilon = 0,05$ et de $\epsilon = 0,078$ sont proches de la microstructure après maintien, excepté les gradients de désorientations dues à la déformation. Dès que la déformation atteint $\epsilon = 0,11$, on observe une évolution microstructurale importante en accord avec un début de recristallisation dynamique.

Un parallèle peut être réalisé entre le déclenchement de la plasticité (limite d'élasticité) et le déclenchement de la recristallisation (ϵ_c). Chacun de ces paramètres peut être déterminé de manière macroscopique moyenne (à partir du comportement mécanique) et locale (à partir de micrographies). L'effet macroscopique moyen n'est visible que lorsqu'un nombre suffisant d'évènements locaux s'est produit. Ceci est encore renforcé lorsque l'essai est macroscopiquement hétérogène, ce qui est le cas de la compression où la zone de cœur est plus déformée que la moyenne du pion. Ainsi, la présence de grains recristallisés à cœur pour une déformation de 0,11 (environ 0,18 localement) est compatible avec une déformation critique moyenne apparente ϵ_c de 0,15.

Si la recristallisation se fait selon le mécanisme de type collier, on doit observer après le niveau de déformation critique ε_c un grain déformé décoré de germes. Pour vérifier si ce phénomène a lieu, une zone représentant $150 * 150 \mu\text{m}^2$ des cartographies précédentes a été examinée pour des taux de déformation de $\varepsilon = 0,11$, de $\varepsilon = 0,22$ et de $\varepsilon = 0,69$. Les résultats sont présentés sous forme de cartographies de désorientations (Figure 3.3.10).

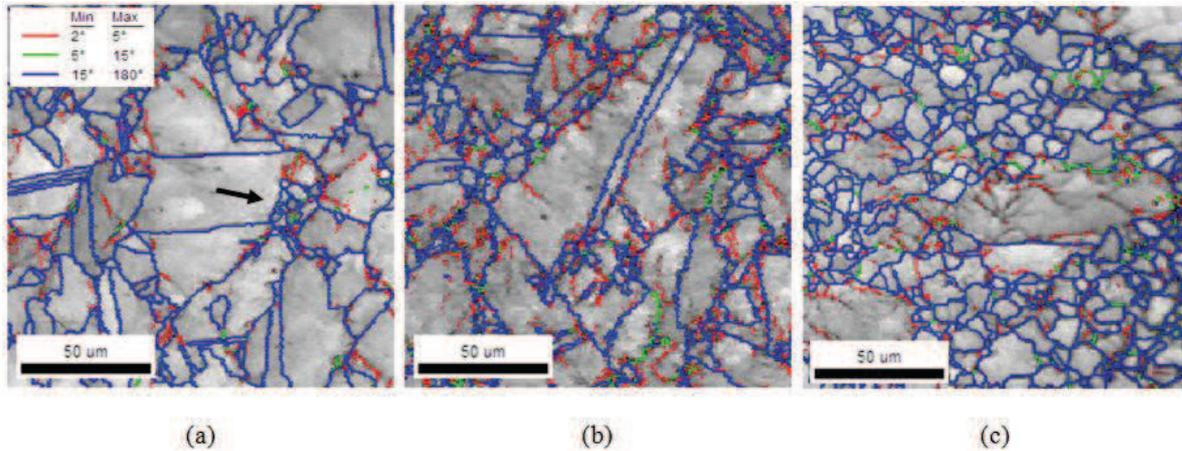


Figure 3.3.10 : Cartographies de désorientations des échantillons de l'étude à différents niveaux de déformation, (a) à $\varepsilon = 0,11$, (b) à $\varepsilon = 0,22$ et (c) $\varepsilon = 0,69$

Sur la cartographie correspondant à un taux de déformation macroscopique de 0,11, on observe en plein centre un grain de taille initiale D_0 , traversé par deux joints $\Sigma 3$. La flèche pointe une zone où la germination de petits grains a débuté. La germination n'est pas aussi homogène que le présentent les diagrammes de Ponge et Gottstein (Figure 3.1.11), seule une petite partie du joint de grains est décorée.

A un niveau de déformation plus élevée ($\varepsilon = 0,22$), le nombre de nouveaux grains est plus important. On distingue un nombre conséquent de désorientations comprises entre 5° et 15° ce qui laisse supposer que le germe se crée au cours de la rotation du réseau due à la déformation.

Enfin au niveau de la déformation maximale ($\varepsilon = 0,69$), la cartographie de désorientation correspondante permet d'observer que les nouveaux grains sont plus gros que ceux observés sur la cartographie (a). Il y a donc une étape de croissance des grains au cours de la recristallisation dynamique en collier qui n'est généralement pas prise en compte dans la littérature. Ce constat implique également que la taille de grains finale D_R ne correspond pas à la taille d'un germe de recristallisation. Une nouvelle question est donc soulevée : si cette croissance de grains a lieu au cours de la recristallisation dynamique, quel est l'effet de vitesses de déformation plus importantes ?

La cartographie de désorientations pour l'échantillon déformé à $\varepsilon = 0,69$ montre une microstructure hétérogène. Cette dernière présente un nombre important de grains recristallisés mais également des reliquats de grains déformés car ils présentent tous un gradient d'orientations. Ces grains sont allongés dans la direction perpendiculaire à l'axe de compression. La présence de ces grains déformés confirme que l'état d'avancement de la recristallisation dynamique (X) n'est pas complet en fin de déformation comme l'indiquent les résultats de comportement macroscopique de la Figure 3.3.8.

Paramètres mésoscopiques

Le mécanisme de recristallisation a été identifié, néanmoins, l'évolution de certains indicateurs mésoscopiques permet d'avoir plus d'informations sur la compétition entre écrouissage et recristallisation dynamique au cours de la mise en forme de l'Inconel 718. Ces indicateurs tels que la

fraction de sous-joints et les fractions de joints du type $\Sigma 3$ et de macles cohérentes sont présentés dans le Tableau 3.3.2. Ces valeurs ont été obtenues en exploitant les données issues de l'acquisition EBSD avec le logiciel OIM.

Tableau 3.3.2 : Indicateurs mésoscopiques obtenus à partir de l'acquisition par la méthode EBSD

Essai	Sous-joints (%)	$\Sigma 3$ (%)	Macles cohérentes (%)
brut	25	30	20
maintien	5	60	50
$\varepsilon = 0,078$	10	55	10
$\varepsilon = 0,11$	20	40	5
$\varepsilon = 0,22$	40	20	< 5
$\varepsilon = 0,69$	15	15	< 5

La fraction de sous-joints est primordiale pour identifier la nature du mécanisme de recristallisation. Comme le montre le Tableau 3.3.2, celle-ci atteint un maximum de 40 % pour un niveau de déformation de $\varepsilon = 0,22$. Cette fraction élevée de sous-joints est une preuve que le mécanisme de recristallisation dynamique de l'Inconel 718 est du type discontinu en accord avec la Figure 3.1.4 présentant le type de recristallisation en fonction de la fraction de joints (et par complément de sous-joints).

La fraction de sous-joints est un paramètre permettant également de déterminer l'avancée de la recristallisation. En effet, dans un état recuit (après maintien, par exemple) ou après recristallisation dynamique complète, elle est minimale (≈ 5 %). La fraction de sous-joints tend vers une fraction minimale correspondant à la distribution aléatoire de Mackenzie [MAC58]. Cet auteur a positionné la séparation entre joint et sous-joint à un angle de 15° . C'est d'ailleurs ce critère qui est utilisé dans l'intégralité des études présentées dans ce manuscrit pour différencier un joint d'un sous-joint.

La distribution de désorientations introduite par Mackenzie correspond à un matériau présentant une texture isotrope. Dans le cas de l'Inconel 718, et en particulier dans la présente étude, il existe une fraction importante de joints particuliers : les macles. Les distributions obtenues expérimentalement sont a priori légèrement différentes de la distribution de Mackenzie. Pour s'en assurer, la distribution de désorientation de Mackenzie est comparée à deux distributions de désorientations déterminées expérimentalement : celles à $\varepsilon = 0,22$ et celle à $\varepsilon = 0,69$, tracées sur la Figure 3.3.11.

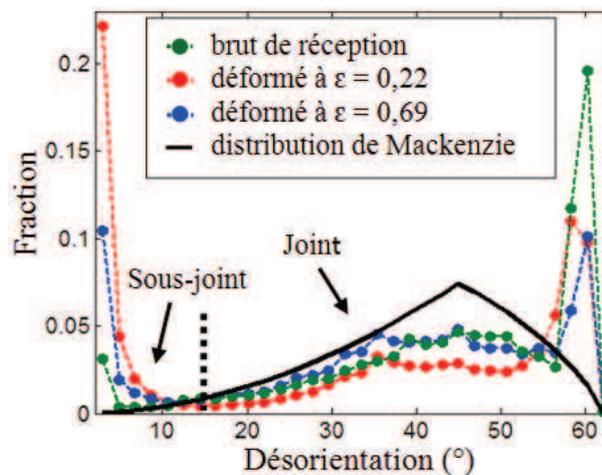


Figure 3.3.11 : Distributions de désorientations obtenues pour deux essais de l'étude comparés à la distribution de désorientations aléatoires de Mackenzie

Dans la présente étude, la fraction de sous-joints ne correspond pas à la distribution aléatoire de Mackenzie car après un niveau de déformation de $\varepsilon = 0,69$, celle-ci n'est pas minimale. La fraction de sous-joints permet une nouvelle fois de conclure que la recristallisation n'est pas complète après un taux de déformation de 0,69. En revanche, à des déformations moindres, la fraction de sous-joints augmente continuellement jusqu'à un maximum à $\varepsilon = 0,22$ de 40 %, preuve que cette zone présente un grand nombre de grains déformés.

Les derniers indicateurs à comparer sont les fractions de joints $\Sigma 3$ et les fractions de macles cohérentes. La fraction de joints $\Sigma 3$ correspond à tous les joints qui ont au moins comme élément une désorientation de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$. Ceci englobe les macles cohérentes et incohérentes. En comparaison, les macles cohérentes ont une condition supplémentaire d'existence : elles correspondent à une désorientation de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ dans un plan (111). Cette différence entre macle cohérente et macle incohérente rend la première plus stable thermodynamiquement [RAN01].

L'analyse des fractions de joints $\Sigma 3$ et de macles cohérentes est réalisée à partir des données du Tableau 3.3.2. En accord avec ce tableau, la fraction de joints $\Sigma 3$ diminue plus lentement que la fraction de macles cohérentes. Néanmoins, dans les deux cas, la fraction tend vers un seuil minimal.

Aux premiers stades de la déformation, les proportions de macles cohérentes sont semblables à celles de joints $\Sigma 3$. Toutefois, au cours de la déformation la fraction de macles cohérentes chute plus rapidement que la fraction de joints $\Sigma 3$. L'observation précédente permet d'avancer que les macles cohérentes perdent leur condition particulière d'existence et deviennent rapidement des macles incohérentes. Les macles incohérentes subsistent à un niveau de déformation plus élevé mais tendent également à disparaître plus lentement car elles pourraient être impliquées dans la germination de grains recristallisés [WAN08]. Ces observations sont en accord avec les simulations numériques réalisées par Brünger *et al.* qui montrent une diminution de la fraction de macles de recuit avec le niveau de déformation [BRU99].

Cette analyse de l'évolution de la fraction des joints particuliers avec le taux de déformation a permis de dégager une hypothèse : il peut y avoir germination mais il ne peut pas y avoir croissance d'une macle au cours de la recristallisation dynamique. Ce qui permet de conclure qu'une microstructure présentant une fraction élevée de macles de recuit après compression a subi un phénomène additionnel à la recristallisation dynamique.

Les macles présentent également un rôle dans la germination et la croissance de nouveaux grains. Ce rôle a été mis en évidence par plusieurs études recensées dans le recueil de Montheillet [MON04]. La différence de comportement entre macle et nouveau grain sera approfondie dans l'étude numérique (Chapitre 4).

Enfin, la taille de grains est également un indicateur obtenu par exploitation des données issues des cartographies EBSD. Le protocole défini précédemment permet d'obtenir les trois descriptions de taille de grains du Tableau 3.3.3.

Tableau 3.3.3 : Tailles de grains et taux de recristallisation obtenus pour les différentes conditions de l'étude

Essai	D_{moy} (μm)	$D_{\text{med eq}}$ (μm)		X_{rex}	D_{ASTM} (ASTM)
brut	12	11		0	10,0
maintien	113	111		0	3,5
$\varepsilon = 0,078$	90	92		0	4,0
$\varepsilon = 0,11$	61	15	64	0,17	5,0
$\varepsilon = 0,22$	40	15	46	0,37	6,0
$\varepsilon = 0,69$	21	15	29	0,81	8,0

Une valeur unique D_{med_eq} dans le Tableau 3.3.3 signifie que la distribution de taille de grains peut être considérée homogène. Lorsque la distribution de tailles de grains est bimodale, les deux valeurs D_{med_eq} sont indiquées. Dans ce cas, on peut définir une fraction X_{rex} de grains correspondant à une population ayant une taille de grains inférieure à D_{moy} : c'est la fraction de grains recristallisés. Le complémentaire $(1 - X_{rex})$ correspond à la fraction de grains déformés.

Dans le Tableau 3.3.3 un échantillon correspondant à l'état de réception a été ajouté. Non seulement la taille de grains augmente pendant la chauffe et le maintien, mais la fraction de sous-joints diminue drastiquement alors que les fractions de joints $\Sigma 3$ et de macles cohérentes augmentent. Ces différents éléments prouvent qu'il y a eu recristallisation statique au cours du maintien thermique.

Les tailles de grains déterminées sur les échantillons de la présente étude sont en accord avec les cartographies de la Figure 3.3.9, c'est-à-dire qu'elles diminuent avec un niveau de déformation croissant. On note un facteur cinq entre la taille de grains de l'échantillon après le maintien thermique et l'échantillon déformé à $\varepsilon = 0,69$. Cette évolution de microstructure traduit un affinement de la taille de grains conforme aux prévisions de la littérature [PHI02].

L'introduction de D_{med_eq} est donc essentielle à la description des microstructures obtenues. Si la population est homogène, la taille de grains médiane équivalente correspond à la taille de grains moyenne déterminée par le logiciel OIM (D_{moy}). Ce cas peut être observé pour les trois premières conditions thermomécaniques : l'échantillon brut de réception, celui ayant subi un maintien de quinze minutes et l'échantillon déformé à $\varepsilon = 0,078$.

En comparaison, pour les trois niveaux de déformation plus importants : $\varepsilon = 0,11$, $\varepsilon = 0,22$ et $\varepsilon = 0,69$, on calcule deux valeurs de D_{med_eq} (Tableau 3.3.3). Le diamètre médian équivalent correspondant à la population recristallisée est le même pour les trois échantillons ce qui montre que la taille caractéristique des grains recristallisés ne varie quasiment pas au cours de la recristallisation dynamique.

La mise en forme de l'Inconel 718 en conditions super- δ -solvus a été étudiée pour une condition thermomécanique donnée. La suite de ce chapitre va s'intéresser à l'influence de la modification d'un des paramètres thermomécaniques sur la contrainte d'écoulement et sur la microstructure résultante.

3.3.2.2 Influence des conditions thermomécaniques et de la taille de grains initiale

Cette étude compare les résultats obtenus pour la condition thermomécanique de référence ($\varepsilon = 0,69$, $T = 1050$ °C et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s⁻¹) aux résultats obtenus après modification d'un ou de plusieurs de ces paramètres.

Effet de la vitesse de déformation

Deux essais complémentaires ont été réalisés avec une vitesse de déformation de 10^{-1} s⁻¹ et de 10^0 s⁻¹ en conservant la même taille de grains initiale ($D_0 = 110$ μ m), les deux autres paramètres thermomécaniques restant inchangés ($\varepsilon = 0,69$ et $T = 1050$ °C). Le protocole d'essai est identique à celui suivi pour les essais avec une vitesse de déformation de 10^{-2} s⁻¹ (Figure 3.3.5). Les courbes de compression associées à ces essais sont tracées sur la Figure 3.3.12.

On observe sur la Figure 3.3.12 que la contrainte d'écoulement mais également le taux d'écrouissage et le taux d'adoucissement augmentent avec la vitesse de déformation.

Sur cette figure, a également été notée la déformation correspondant à la contrainte maximale (pic de contrainte initial exclu) ε_p pour chaque vitesse de déformation. Une analyse équivalente à celle réalisée dans l'étude de la partie 3.3.2.1 afin de déterminer le niveau de déformation critique ε_c à 10^{-1} s⁻¹ et à 10^0 s⁻¹ est réalisée en utilisant la représentation $\theta = f(\sigma)$ et $\theta = f(\varepsilon)$.

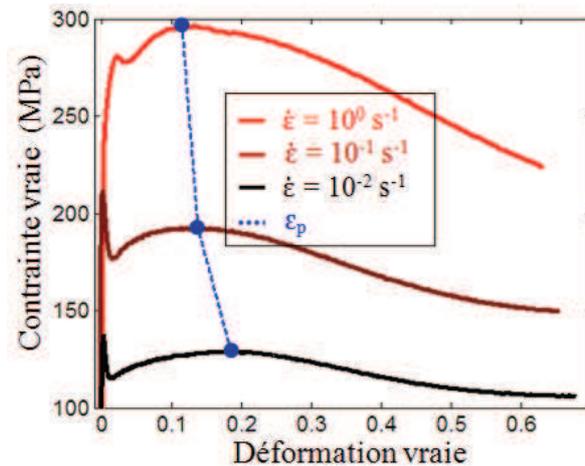


Figure 3.3.12 : Influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique à $T = 1050\text{ °C}$ et $D_0 = 110\text{ }\mu\text{m}$

Les taux de déformation critique sont donnés dans le Tableau 3.3.4.

Tableau 3.3.4 : Dépendance de la déformation critique et de la déformation correspondant à la contrainte maximale à la vitesse de déformation à 1050 °C

$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	ϵ_c	ϵ_p	$\frac{\epsilon_c}{\epsilon_p}$
10^{-2}	0,150	0,186	0,81
10^{-1}	0,104	0,136	0,80
10^0	0,094	0,115	0,81

On remarque, à l'instar du paramètre ϵ_p , que la déformation critique ϵ_c diminue si la vitesse de déformation augmente. Toutefois, le rapport entre les deux déformations reste constant et ne dépend pas de la vitesse de déformation.

Si le niveau de déformation ϵ_p diminue quand la vitesse de déformation augmente, on peut supposer que, dans les gammes de vitesses de déformation observées, plus la vitesse de déformation est importante moins le mécanisme de recristallisation dynamique est efficace. Ceci explique également l'accroissement initial de l'écrouissage.

Le paramètre permettant de quantifier la dépendance de la contrainte à la vitesse de déformation est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m . Celui-ci se détermine de manière analogue au coefficient de sensibilité à la température v présenté sur l'Equation 3.2.7 :

$$m = \left. \frac{\partial \log(\sigma)}{\partial \log(\dot{\epsilon})} \right|_{\epsilon, T} \quad (3.3.1)$$

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation est déterminé pour le taux de déformation de 0,1. Les résultats expérimentaux obtenus à partir de l'Equation 3.3.1 et des comportements mécaniques de la Figure 3.3.12 sont donnés dans le Tableau 3.3.5.

Tableau 3.3.5 : Détermination du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation à 1050 °C

$\Delta \dot{\epsilon}$ (s^{-1})	m pour $\epsilon = 0,1$
$10^0 - 10^{-1}$	0,19
$10^{-1} - 10^{-2}$	0,18
$10^0 - 10^{-2}$	0,18

On peut conclure que, pour l'Inconel 718 mis en forme à 1050 °C, le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation ne dépend pas de la vitesse de déformation dans la gamme de vitesses analysée.

L'évolution du taux d'adoucissement, $X_{\text{softening}}$ a également été déterminé. Ce dernier est tracé en fonction du niveau de déformation et du temps pour les trois vitesses de déformation étudiées sur la Figure 3.3.13.

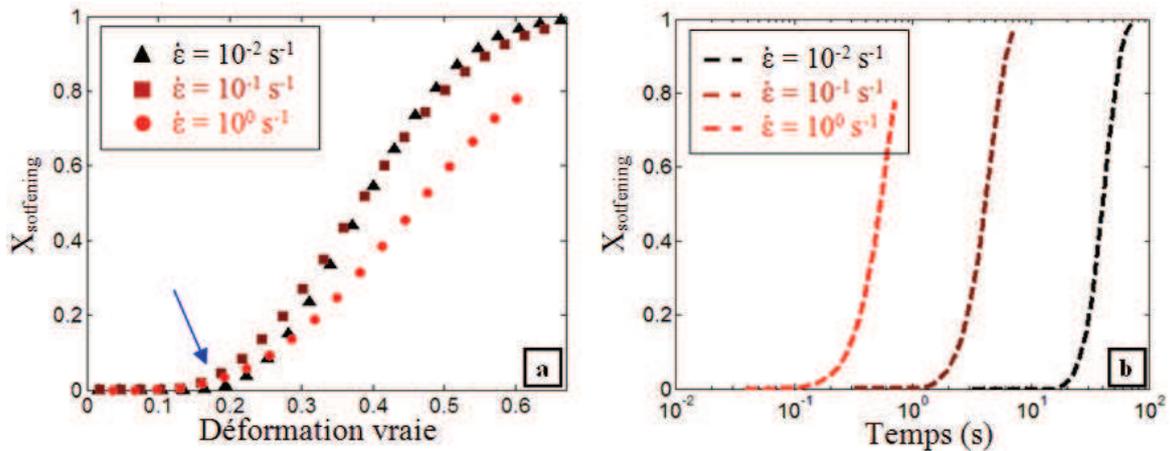


Figure 3.3.13 : Evolution du taux d'adoucissement ($X_{\text{softening}}$) à $T = 1050$ °C et $D_0 = 110$ μm avec la vitesse de déformation, (a) en fonction du taux de déformation et (b) en fonction du temps

Les cinétiques d'adoucissement (comparables à des cinétiques de recristallisation) présentées sur la Figure 3.3.13 sont assez voisines. Néanmoins, pour l'essai réalisé à une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} le début de la recristallisation, pointé par la flèche, présente un retard par rapport aux deux autres vitesses de déformation. Ce retard est équivalent à celui observé sur la Figure 3.3.12 avec une représentation du type $\sigma = f(\varepsilon)$ et met en évidence que la déformation critique ε_c est supérieure aux plus faibles vitesses de déformation.

Ces observations sont en accord avec l'étude de Montheillet [MON09] qui montre que la recristallisation dynamique discontinuée synchronisée apparaît pour des températures élevées et des vitesses de déformation faibles. En considérant les conditions thermomécaniques de la présente étude, seule la vitesse de déformation évolue et on peut remarquer que plus la vitesse de déformation est faible, plus on se rapproche du régime de recristallisation dynamique discontinuée synchronisée, c'est-à-dire d'un régime où l'avancement complet de la recristallisation peut être observé.

Dans le cas contraire, si $\dot{\varepsilon}$ augmente jusqu'à 10^0 s^{-1} , l'avancement de la recristallisation est ralenti et celle-ci n'est pas complète même aux grands taux de déformation. Ce ralentissement de la cinétique de recristallisation quand $\dot{\varepsilon}$ augmente entre 10^{-1} s^{-1} et 10^0 s^{-1} est également observé par Yuan *et al.* [YUA05]. Son origine est due à la réduction du temps de déformation limitant le développement et l'efficacité des mécanismes dynamiques thermiquement activés.

Ces observations réalisées à partir des comportements macroscopiques doivent être validées par l'analyse de la microstructure au niveau de la déformation la plus élevée ($\varepsilon = 0,69$) pour chaque vitesse de déformation. De plus, cette analyse des microstructures permet de comparer les tailles de grains obtenues après déformation et de déterminer s'il existe une dépendance de la taille de grains finale avec la vitesse de déformation. Les microstructures des échantillons sont observées en microscopie optique et sont présentées à la même échelle sur la Figure 3.3.14.

La microstructure obtenue pour une vitesse de déformation de 10^0 s^{-1} présente une microstructure homogène caractéristique d'une microstructure intégralement recristallisée. Or, la

Figure 3.3.13 met en évidence le faible taux d'adoucissement en comparaison des deux vitesses plus faibles étudiées (10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1}).

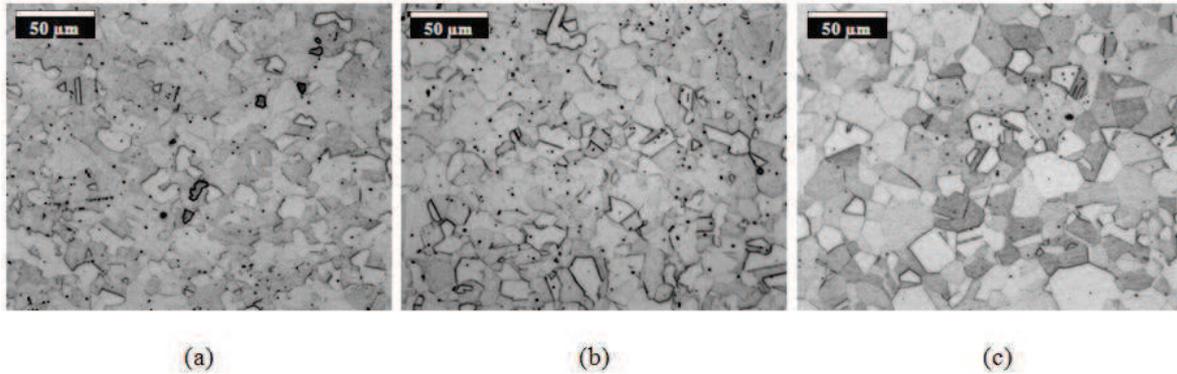


Figure 3.3.14 : Micrographies optiques obtenues après un essai à $\varepsilon = 0,69$, $T = 1050 \text{ °C}$ et $D_0 = 110 \text{ }\mu\text{m}$, (a) à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (b) à $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ et (c) à $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$

Cette observation semble indiquer qu'une évolution supplémentaire de la microstructure s'est produite après la déformation. De plus, après analyse EBSD, cette microstructure présente une fraction importante de macles ($\approx 30 \%$), prouvant qu'il y a eu probablement un phénomène post-dynamique. En effet, la cinétique de recristallisation métadynamique est d'autant plus rapide que la vitesse de déformation est importante [JON94]. Ainsi, le protocole expérimental pourrait être inadapté pour tremper efficacement un échantillon déformé à une vitesse supérieure ou égale à 10^0 s^{-1} (temps d'attente trop long entre la fin de la déformation et le début de la trempe).

Les micrographies de la Figure 3.3.14 renseignent d'un point de vue qualitatif sur la taille de grains finale après mise en forme, D_R . Des analyses supplémentaires réalisées par EBSD permettent de déterminer précisément ces tailles de grains et de vérifier si leur distribution est bimodale ou non. La taille de grains finale après mise en forme est de :

- $D_{\text{med_eq1}} = 29 \text{ }\mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 7,5$) et $D_{\text{med_eq2}} = 15 \text{ }\mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 9,5$) à une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1}
- $D_{\text{med_eq}} = 22 \text{ }\mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 8,5$) et $D_{\text{med_eq2}} = 8 \text{ }\mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 11,5$) à une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1}
- $D_{\text{med_eq}} = 17 \text{ }\mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 9,0$) à une vitesse de déformation de 10^0 s^{-1}

On observe donc une diminution de la taille de grains finale D_R après mise en forme lorsque la vitesse de déformation augmente. Ce résultat est en accord avec ceux obtenus par Zhang *et al.* [ZHA99] et présentés sur la Figure 3.3.4.

Une analyse mécanique macroscopique des courbes de la Figure 3.3.13 laisse prévoir un état de recristallisation complet aux deux plus faibles vitesses de déformation. Le caractère bimodal des tailles de grains mesurées par EBSD indique en revanche que l'avancement de la recristallisation n'est pas complet. Ces micrographies ont été prises à cœur de chaque échantillon. En balayant une zone plus importante par la technique EBSD, il est également observé des reliquats d'anciens gros grains sur l'échantillon déformé à 10^{-2} s^{-1} (Figure 3.3.9) qui sont la preuve que la recristallisation n'est pas complète. De plus, la vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} est celle qui est censée correspondre à l'avancement maximal de la recristallisation avec la cinétique la plus rapide (Figure 3.3.13).

Ces observations permettent de confirmer que $X_{\text{softening}}$ est un indicateur d'adoucissement mécanique lié à l'avancement de la recristallisation dynamique. Dans le cas d'une recristallisation dynamique discontinue asynchronisée, le steady state ($X_{\text{softening}} = 1$) signifie seulement que l'on est

dans un régime stationnaire d'équilibre dynamique entre la déformation et la recristallisation, ce régime ne correspondant pas nécessairement à l'avancement complet de la recristallisation.

En conclusion de cette étude sur l'influence de la vitesse de déformation, l'observation du comportement mécanique des essais réalisés à différentes vitesses de déformation montre que le début de la recristallisation dynamique est d'autant plus retardé et que la cinétique de recristallisation est d'autant plus rapide que la vitesse de déformation est faible.

Influence de la taille de grains initiale

Trois tailles de grains initiales ont été obtenues afin de déterminer l'influence de celles-ci sur l'avancement de la recristallisation pour les mêmes conditions thermomécaniques. En plus de la taille de grains obtenue à l'issue du protocole de chauffe d'un pion à 1050 °C à partir de la microstructure brute de réception (Figure 3.3.5, avec $D_{moy} = 110 \mu m$ et $D_{ASTM} = 3,5$), deux autres tailles de grains ont été déterminées de la manière suivante :

- un traitement thermique de 1100 °C/1 h ($D_{moy} = 170 \mu m$ et $D_{ASTM} = 2,5$),
- un traitement thermique de 1100 °C/4 h ($D_{moy} = 285 \mu m$ et $D_{ASTM} = 1,0$).

La taille de grains finale ($D_{med,eq}$) est déterminée par EBSD après mise en forme à 1050 °C, $10^{-2} s^{-1}$ et $\epsilon = 0,69$. Les cartographies d'orientations pour les trois microstructures finales sont données sur la Figure 3.3.15.

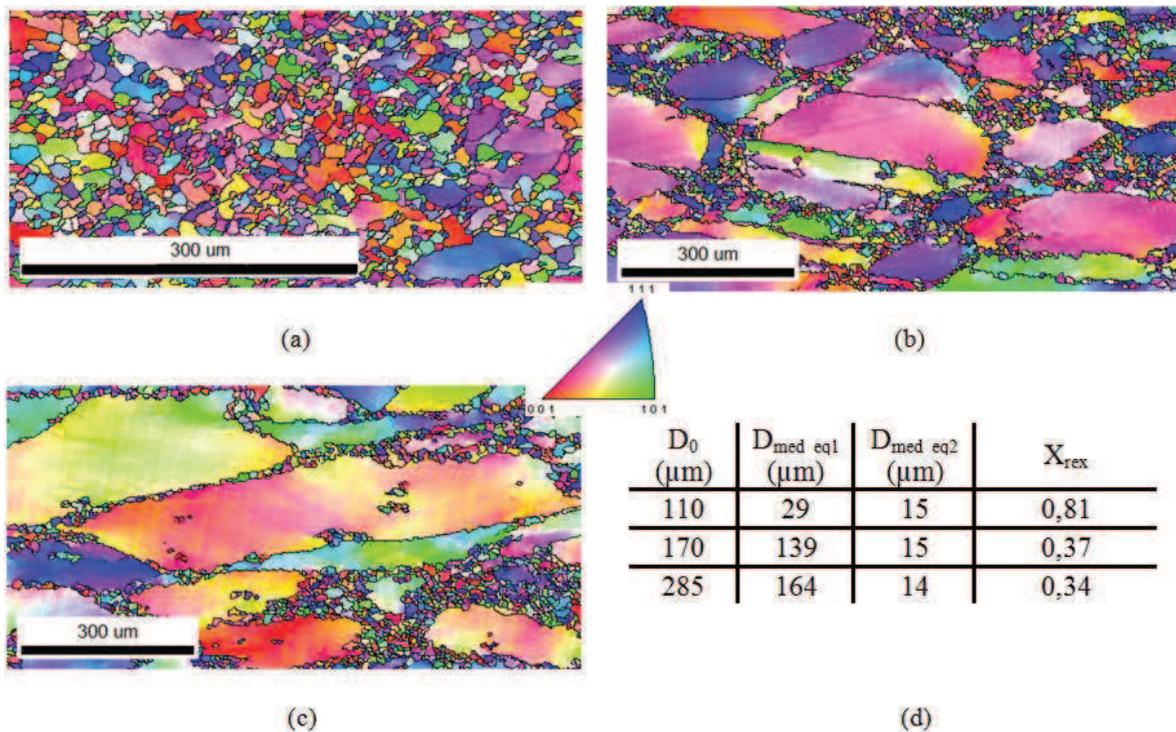


Figure 3.3.15 : Cartographies d'orientations obtenues après un essai à 1050 °C, $10^{-2} s^{-1}$, $\epsilon = 0,69$ sur des échantillons avec différentes tailles de grains initiales, (a) 110 μm , (b) 170 μm et (c) 285 μm

On remarque clairement que la taille de grains initiale modifie la cinétique de recristallisation puisque l'avancement de la recristallisation n'est pas équivalent dans les trois microstructures de la Figure 3.3.15. La fraction de grains recristallisés déterminée à l'aide de l'outil de détermination de la taille de grains (X_{rex}) est également un indicateur de l'avancement de la recristallisation. La microstructure (a) est celle qui est la plus proche d'une recristallisation complète ($X_{rex} = 0,81$). En

comparaison, la microstructure (c) présente quelques germes de recristallisation, preuve que l'état de recristallisation de cette microstructure est faible ($X_{\text{rex}} = 0,34$).

L'étude de l'influence de la taille de grains initiale sur l'avancement de la recristallisation pour des mêmes conditions thermomécaniques permet de conclure que plus la taille de grains initiale est grande, plus la fraction de grains recristallisés est faible et donc que plus le début de la recristallisation est retardé et/ou la cinétique de recristallisation est ralentie.

Cette étude réalisée, l'influence de la température sur la microstructure et le comportement mécanique va être appréhendée dans la suite du manuscrit.

Effet de la température de déformation

Réaliser une comparaison entre deux échantillons, avec comme seul paramètre thermomécanique qui évolue la température de l'essai n'est pas aisé. Dans la plupart des cas, d'autres paramètres comme la taille de grains et la fraction de précipités évoluent en faisant varier la température de l'essai. Pour s'en affranchir, il faut que le protocole de chauffe et de maintien thermique soit identique pour tous les échantillons de façon à obtenir une taille de grains initiale identique. C'est seulement pour l'étape de déformation que la température évolue.

Ainsi, deux essais thermomécaniques ont été réalisés, l'un à 1050 °C et le second à 980 °C. Ces deux essais ont été précédés d'un maintien de 15 min à 1050 °C afin d'avoir une même taille de grains initiale. La déformation a été conduite à 10^{-2} s^{-1} jusqu'à un taux de déformation de 0,69 (Figure 3.3.16).

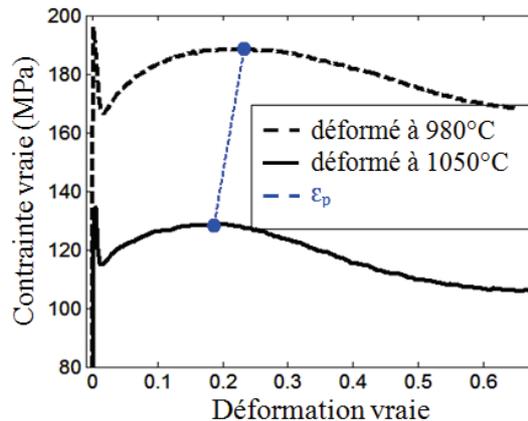


Figure 3.3.16 : Evolution du comportement mécanique en fonction de la température d'essai (980 °C et 1050 °C) à 10^{-2} s^{-1}

L'influence de la température sur le comportement mécanique est négligeable sur la pente du taux d'érouissage (-12 pour la température de 1050°C et -15 pour la température de 980°C). Cependant, plus la température est élevée, plus le début d'adoucissement (et donc ϵ_p) se produit pour des taux de déformation faibles.

Les résultats obtenus au cours de cette étude sont cohérents ceux des études de Zhou et Baker [ZHO95] et de Yuan *et al.* [YUA05] qui ont observé que l'avancement de la recristallisation est plus rapide lorsque la température de l'essai est plus élevée (si toutes les autres conditions thermomécaniques sont équivalentes).

La synthèse de la dépendance de l'avancement de la recristallisation en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la taille de grains initiale est présentée sur la Figure 3.3.17.

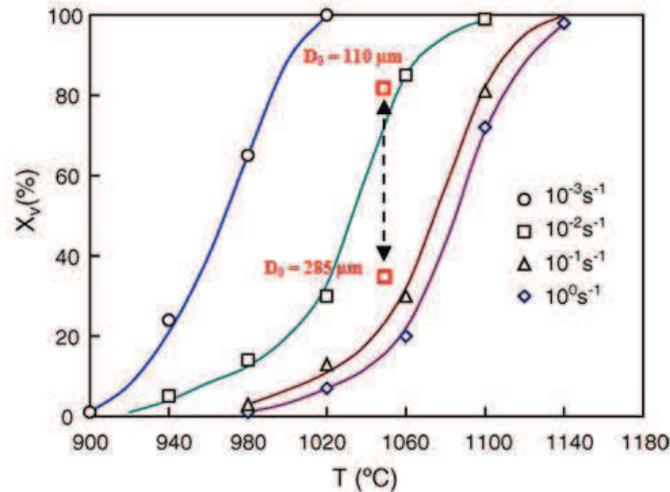


Figure 3.3.17 : Avancement de la recrystallisation pour un niveau de déformation de $0,76^{16}$ (à partir d'un état homogénéisé à 1100 °C pendant 1 h) en fonction de la vitesse de déformation et de la température, d'après Yuan *et al.*

D'après la figure ci-dessus, si la température de l'essai augmente, l'avancement de la recrystallisation est plus important (pour une vitesse de déformation constante). Au contraire, si la vitesse de déformation augmente l'avancement de la recrystallisation diminue (pour une température constante).

Toutefois, l'étude de Yuan *et al.* est réalisée à partir d'une microstructure ayant subi un traitement à 1100 °C pendant 1 h. En complément, l'étude de l'influence de la taille de grains initiale (carrés ajoutés sur la Figure 3.3.17) montre que l'avancement de la recrystallisation est d'autant plus important que la taille de grains est faible. L'avancement de la recrystallisation est donc maximal pour une taille de grains et une vitesse de déformation faibles et une température importante.

En conclusion de cette étude expérimentale, on constate que la taille de grains initiale et les paramètres thermomécaniques (taux, vitesse et température de déformation) ont une influence sur le comportement mécanique unipasse. Leur contribution à la compétition entre écrouissage et recrystallisation dynamique est spécifique. La vitesse de déformation et la température de l'essai influencent largement le comportement mécanique mais peu l'évolution de la microstructure et la taille de grains finale. Le taux de déformation influence largement l'évolution de la microstructure et la taille de grains courante. Enfin la taille de grains initiale a un effet sur l'évolution de la microstructure (modification de l'avancement de la recrystallisation).

La compréhension de l'interaction entre les différents paramètres thermomécaniques en mise en forme super- δ -solvus unipasse a été appréhendée. La suite de l'étude va introduire de nouveaux paramètres nécessaires à la compréhension du comportement mécanique et de l'évolution de microstructure de l'Inconel 718 au cours d'une mise en forme super- δ -solvus multipasses.

3.3.3 Etude multipasses

Cette étude va utiliser les outils présentés précédemment pour étendre la compréhension du comportement mécanique et de l'évolution de microstructure de l'Inconel 718 de la mise en forme unipasse à la mise en forme multipasses. Pour cela, après avoir présenté les caractéristiques de l'essai multipasses, une étude sur le comportement macroscopique de l'alliage sera proposée puis étendue à la compréhension de la microstructure obtenue pour chaque condition thermomécanique étudiée.

¹⁶ le taux de déformation de l'étude de Yuan *et al.* n'étant pas strictement identique à celui de la présente étude (0,69), les résultats de la présente étude, sous forme de carrés rouges, sont donc sous-estimés

Présentation d'un essai multipasses

La mise en forme d'un lopin industriel ne se fait généralement pas en une déformation unique. La mise en forme est réalisée en appliquant une série de déformations dans la même direction. Ce processus est appelé mise en forme multipasses.

La littérature présente quelques études de mise en forme multipasses : celle de Ryan et McQueen sur les aciers austénitiques [RYA91], celle de Sun *et al.* sur un acier ferritique [SUN93] et celle de Park *et al.* sur l'Inconel 718 [PAR01], par exemple. Néanmoins, ces études sont toujours réalisées en conditions anisothermes et ne peuvent pas être utilisées dans l'analyse des résultats obtenus dans le cadre de ce travail. Seul Mataya [MAT99] a réalisé une étude multipasses en conditions isothermes sur l'Inconel 718. Ce dernier a toutefois réalisé un traitement thermique initial de 1250 °C pendant 7,5 h conduisant à une taille de grains initiale de $D_0 = 250 \mu\text{m}$ ($D_{ASTM} = 1,0$) rendant la comparaison des comportements mécaniques difficile.

La mise en forme multipasses est simulée par un essai de compression réalisé avec deux déformations successives comme schématisé sur la Figure 3.3.18. L'essai est réalisé en conditions isothermes à 1050 °C et à vitesse de déformation constante : 10^{-1} s^{-1} avec variation du chemin thermique interpasse.

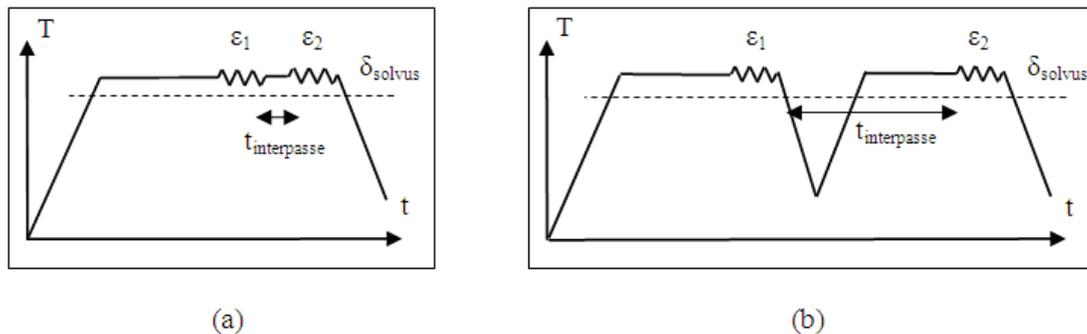


Figure 3.3.18 : Chemins thermomécaniques suivis au cours de la mise en forme super- δ -solvus multipasses

Deux critères doivent être respectés en réalisant les différents essais de la Figure 3.3.18. Le premier critère est que la somme des taux de déformation de la première passe (ϵ_1) et de la seconde passe (ϵ_2) en compression multipasses doit être égal au taux de déformation total en compression unipasse ($\epsilon = 0,69$). Cette condition est posée afin de pouvoir comparer les différents chemins thermomécaniques à un niveau de déformation équivalent. Le second critère est que le niveau de déformation en première passe (ϵ_1) doit toujours être égal ou supérieur au niveau de déformation en seconde passe (ϵ_2) pour respecter les impératifs énergétiques liés à la mise en œuvre du forgeage industriel.

Il a été choisi un niveau de déformation en première passe de $\epsilon = 0,41$ (taux de réduction de 33 % de la hauteur initiale) et en seconde passe de $\epsilon = 0,29$ (taux de réduction de 25 % de la hauteur intermédiaire) ce qui donne une déformation totale en multipasses de $\epsilon = 0,69$ équivalente à celle exercée en unipasse.

En accord avec la Figure 3.3.18, le protocole expérimental introduit deux chemins thermiques possibles pendant l'interpasse :

-Un maintien de dix secondes ($t_{\text{interpasse}}$) à la température de compression (a)

-Une trempe après la première compression, suivi d'une seconde chauffe jusqu'à la température de compression, puis d'un maintien de quinze minutes avant la seconde compression (b)

Comportement mécanique

L'objectif de cette étude est également de s'intéresser à l'influence des mécanismes gouvernant l'évolution de la microstructure au cours de l'interpasse, c'est-à-dire de prendre en compte les différents phénomènes post-dynamiques.

Les comportements mécaniques obtenus après réalisation des protocoles définis sur la Figure 3.3.18 sont comparés à un essai réalisé en conditions unipasse sur la Figure 3.3.19.

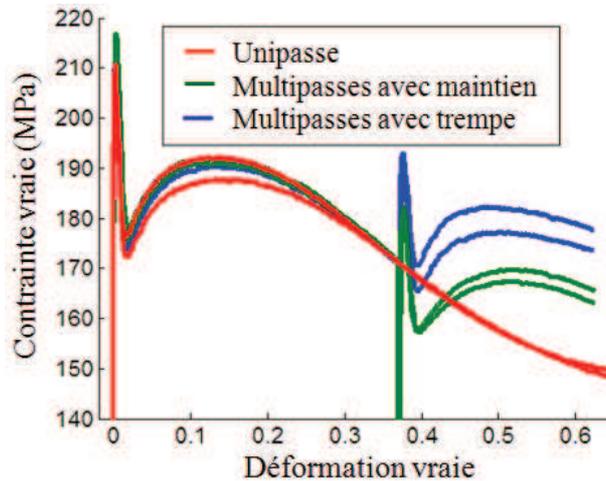


Figure 3.3.19 : Comportements mécaniques de l'Inconel 718 soumis à des essais unipasse et multipasses à 1050 °C, 10^{-1} s^{-1} avec variation du chemin interpasse

Dans cette étude, chaque essai est doublé afin d'estimer la reproductibilité des résultats obtenus sur le comportement mécanique. La Figure 3.3.19 montre la dispersion expérimentale pour trois conditions doublées. Celle-ci est maximale pour les essais réalisés après une trempe puis un maintien de quinze minutes comme chemin interpasse. Elle est de 5 MPa, soit une dispersion expérimentale inférieure à 3 %. Elle reste donc comparable à la dispersion obtenue au cours de l'étude unipasse.

Le comportement mécanique obtenu en conditions multipasses est différent de celui obtenu en unipasse. Après une mise en forme unipasse, le comportement mécanique est du type : augmentation de la contrainte jusqu'à ϵ_p (taux d'écroutissage positif) puis diminution de la contrainte après ϵ_p (taux d'écroutissage négatif) mettant en évidence l'influence de la recristallisation dynamique sur le comportement mécanique.

En comparaison, le comportement mécanique obtenu après les essais multipasses est, lors de la seconde passe, proche de celui de la première passe mais avec des contraintes d'écoulement ainsi que des taux d'écroutissage et d'adoucissement qui sont différents pour les deux chemins thermomécaniques.

La contrainte d'écoulement de la deuxième passe de l'échantillon ayant subi une trempe intermédiaire est semblable à la contrainte d'écoulement obtenue en première passe et est différente de celle obtenue en suivant le second chemin thermomécanique. Une investigation complémentaire du comportement mécanique peut aider à comprendre cette différence de comportement.

Le pic de contrainte initial est présent dans l'ensemble des essais réalisés. Ce constat est également vrai pour les secondes passes. Comme dans l'étude précédente, les courbes d'écroutissage $\theta = f(\sigma)$ font abstraction du pic de contrainte initial. Ces courbes sont données sur la Figure 3.3.20. Elles mettent en évidence les différences de comportement mécanique observées entre les deux chemins thermomécaniques.

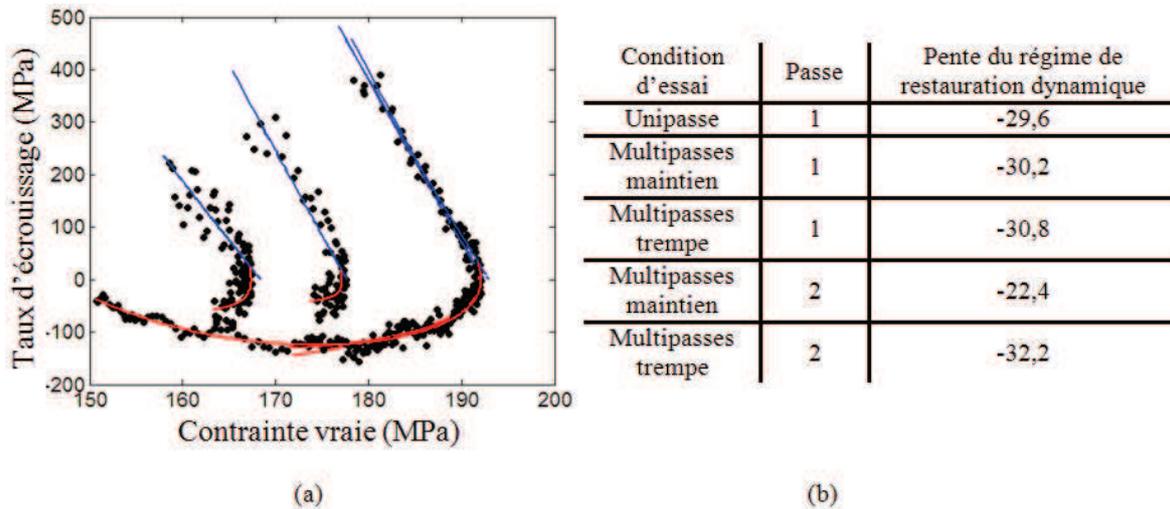


Figure 3.3.20 : Utilisation du paramètre taux d'écroutissage afin de (a) représenter les comportements mécaniques sous la forme $\theta = f(\sigma)$ et (b) déterminer la pente du régime de restauration dynamique

La Figure 3.3.20 montre que l'ensemble des essais correspondant à la première compression présente la même pente confirmant ainsi la bonne reproductibilité des essais. De plus, on observe que la pente dans le régime de restauration dynamique est la même pour la première et la seconde compression dans le chemin avec une trempe intermédiaire. Cette observation permet de faire l'hypothèse que la microstructure est dans un état parfaitement recristallisé au début de la deuxième déformation après chauffe puis maintien, c'est-à-dire équivalente à la microstructure obtenue avant la première compression.

En comparaison, la pente dans le domaine de restauration dynamique est plus faible pour la seconde compression dans le cas d'un maintien de 10 s (-22 contre une valeur moyenne de -31 pour les autres conditions de mise en forme). Cette comparaison met en évidence qu'il existe une différence majeure de microstructure au début de la seconde passe entre les deux chemins thermomécaniques suivis.

Ce taux d'écroutissage plus faible permet de conclure que la microstructure est dans un état qui nécessite une génération de dislocations plus faible pour atteindre à nouveau la déformation critique et déclencher un nouveau cycle de recristallisation.

Laasraoui et Jonas [LAA91] identifient le comportement mécanique à chaud comme une loi des mélanges entre la contrainte d'écoulement en régime de restauration dynamique et la contrainte d'écoulement à saturation en régime de recristallisation dynamique :

$$\sigma_{eq} = (1 - X_{softening})\sigma_{rd} + X_{softening}\sigma_s \tag{3.3.2}$$

La représentation de la contrainte d'écoulement sous cet aspect peut aider à comprendre la différence de comportements mécaniques observée sur les Figures 3.3.19 et 3.3.20 entre les deux secondes passes correspondant aux deux chemins thermomécaniques différents.

En suivant le chemin thermomécanique correspondant à la trempe intermédiaire suivi d'une chauffe puis d'un maintien à 1050 °C pendant 15 min, la recristallisation est complète dans l'échantillon ($X_{rex} = 1$) avant la seconde déformation. De plus, cet échantillon devrait subir une étape de croissance de grains équivalente à celle obtenue pour la première passe (car le temps de traitement est identique). Cette taille de grains équivalente au début de chacune des deux passes conduit à une contrainte d'écoulement à saturation équivalente entre les deux essais (Equation 3.3.2). Enfin, la contrainte d'écoulement en régime de restauration dynamique doit également être équivalente entre la première et la seconde passe. En conclusion, la contrainte équivalente (σ_{eq}) entre la première et la

seconde passe doivent être du même ordre de grandeur. Cette hypothèse est validée quant à l'évolution de la contrainte d'écoulement au cours de la déformation en observant que les coefficients directeurs des taux d'écrouissages sont équivalents (Figure 3.3.20). Toutefois cette première analyse ne permet pas d'expliquer la différence de niveau de contrainte entre les deux essais.

On peut reprendre le même raisonnement fondé sur l'Equation 3.3.2 pour l'appliquer au cas de l'échantillon ayant subi un maintien intermédiaire en température de dix secondes. Cet essai présente une limite d'élasticité plus faible que selon le second chemin thermomécanique. En ce qui concerne le processus de recristallisation, Medeiros *et al.* ont observé que la recristallisation métadynamique est un processus à cinétique rapide, c'est-à-dire inférieur à cinq secondes [MED00]. On peut donc proposer l'hypothèse que l'avancement de la recristallisation est maximal à la fin du maintien de 10 secondes.

L'ensemble des hypothèses déduites de l'analyse des comportements mécaniques va être confronté à l'observation de l'évolution des microstructures.

Evolution de la microstructure du chemin thermomécanique avec trempe intermédiaire

Dans cette étude, il est crucial de caractériser l'évolution de la microstructure au cours de l'interpasse. La technique de caractérisation utilisée est la même que celle de l'étude unipasse : l'EBSD. Les cartographies obtenues aux différentes étapes de la mise en forme suivant le chemin thermomécanique interpasse correspondant à une trempe puis un maintien de quinze minutes à la température d'essai sont données sur la Figure 3.3.21. Le protocole de représentation des zones acquises par la technique EBSD est identique à celui suivi dans l'étude unipasse (zones représentées de $400 * 400 \mu\text{m}^2$).

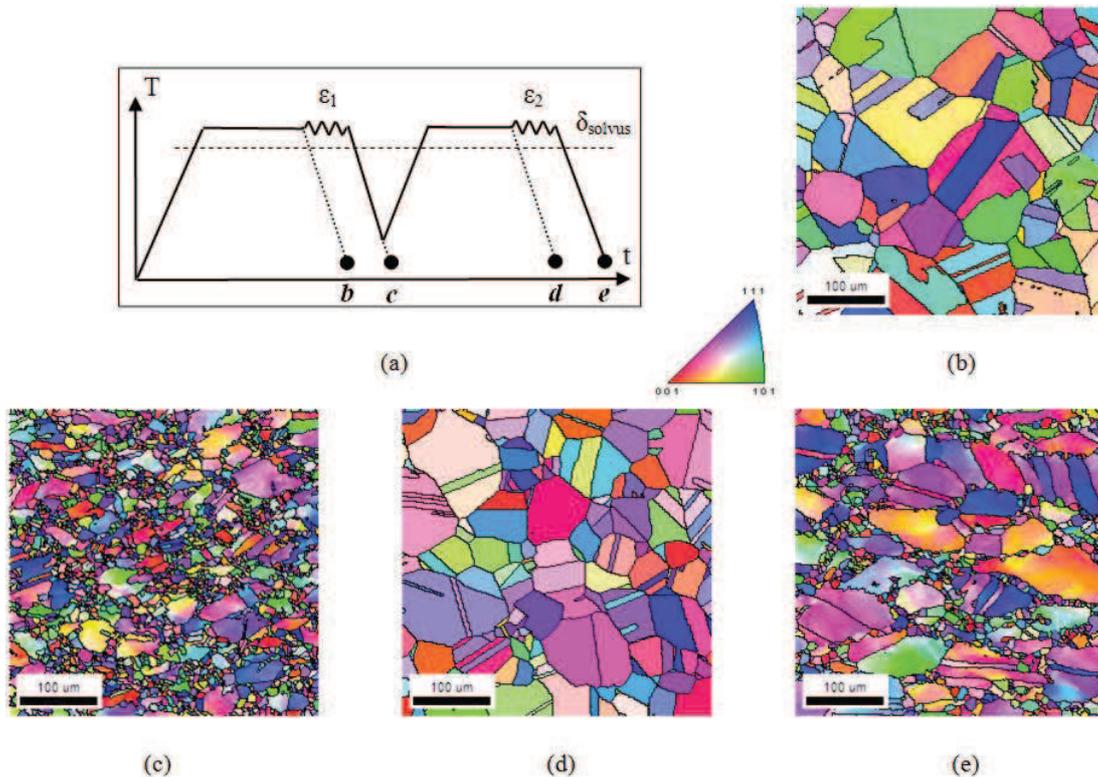


Figure 3.3.21 : (a) Schéma du chemin thermomécanique emprunté par les différents échantillons dont les cartographies d'orientations correspondantes sont, (b) une chauffe et un maintien de quinze minutes à 1050 °C, (c) suivi d'une compression à $T = 1050 \text{ °C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ et $\epsilon_1 = 0,41$ et d'une trempe, (d) suivi d'une seconde chauffe et d'un maintien de quinze minutes, (e) suivi d'une compression à $T = 1050 \text{ °C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ et $\epsilon_2 = 0,29$

L'observation des Figures 3.2.21(b) et (d) confirme l'hypothèse proposée à partir de l'analyse des comportements mécaniques : l'équivalence de microstructures entre la première passe et la seconde passe. De plus ces deux microstructures présentent des tailles de grains homogènes, en comparaison des microstructures obtenues sur des échantillons trempés après déformation (Figures 3.2.21(c) et (e)).

Dans l'étude unipasse, une série d'essais de compression a été réalisée en faisant varier le taux de déformation total comme seul paramètre. L'approche adoptée dans l'étude des microstructures obtenues en suivant le chemin thermomécanique de la Figure 3.2.21 est de considérer cette suite de déformations comme indépendantes entre elles puisque la première passe ne modifie pas la microstructure obtenue avant la seconde passe. On suppose donc qu'il n'y a pas d'influence de l'histoire thermomécanique sur la seconde passe. Cette approche est renforcée si la taille de grains initiale D_0 déterminée sur l'échantillon trempé avant la première passe est du même ordre de grandeur que la taille de grains initiale D_0 obtenue sur l'échantillon trempé avant la seconde passe. Afin de s'en assurer, les tailles de grains des différentes microstructures obtenues sont déterminées à l'aide du protocole défini précédemment et représentées sur le Tableau 3.3.6.

Tableau 3.3.6 : Tailles de grains déterminées à partir des données EBSD sur des échantillons ayant subi une mise en forme multipasses avec trempe et maintien interpasse de quinze minutes

Essai	Passes	D_{moy} (μm)	$D_{\text{med_eq}}$ (μm)		X_{rex}	D_{ASTM} (ASTM)
maintien	1	113	111		0	3,5
$\varepsilon_1 = 0,41$	1	27	14	35	0,53	7,5
maintien	2	95	85		0	4,0
$\varepsilon_2 = 0,29$	2	44	16	59	0,45	6,0

Les tailles de grains D_0 sont légèrement différentes entre les deux passes. Ceci est dû à la différence de fraction de macles entre les deux échantillons. En effet, l'échantillon ayant subi un maintien avant la première passe présente une fraction de macles supérieure à celui ayant subi le maintien avant la seconde passe (50 % contre 30 %). Cette différence de fraction de macles est liée à l'histoire thermomécanique de l'échantillon. A l'état brut de réception (avant le premier maintien thermique), la fraction de macles initiale est de 30 % alors qu'elle est seulement de 15 % en fin de première passe. En posant l'hypothèse que la cinétique de croissance des macles de recuit dépend de la température et du temps de traitement, on peut constater que la fraction de macles est supérieure dans l'échantillon qui en présente initialement le plus grand nombre.

Dans l'échantillon déformé à $\varepsilon = 0,41$ puis trempé, la fraction de macles est uniquement localisée dans les grains les plus petits correspondant aux zones recristallisées.

Dans l'hypothèse où l'histoire thermomécanique au cours de l'étude de la seconde passe est négligeable, on observe que la fraction de grains recristallisés déterminée est de 45 % pour un taux de déformation de $\varepsilon = 0,29$ et de 53 % pour un taux de déformation de $\varepsilon = 0,41$. Le Tableau 3.3.3 donnant les fractions de grains recristallisés aux trois taux de déformation $\varepsilon = 0,11$, $\varepsilon = 0,22$ et $\varepsilon = 0,69$, montre que la fraction de grains recristallisés pour les deux chemins thermomécaniques est comprise entre les taux de déformation correspondant à $\varepsilon = 0,22$ et $\varepsilon = 0,69$.

Le Tableau 3.3.6 indique également la dispersion des distributions de tailles de grains. Les échantillons déformés en première passe et en seconde passe présentent une taille de grains hétérogène. Celle-ci est caractérisée par une taille de grains médiane équivalente de grains recristallisés ($D_{\text{med_eq}}$) d'environ 15 μm (14 μm et 16 μm). Ces résultats sont équivalents à ceux obtenus en étude unipasse (15 μm sur les trois échantillons). La taille de grains médiane équivalente est identique sur cinq échantillons différents et confirme qu'il existe une taille caractéristique de grains recristallisés pour des conditions thermomécaniques données et indépendamment du niveau de déformation total.

Le chemin thermomécanique interpasse correspondant à une trempe puis à un maintien de quinze minutes peut donc être considéré comme une succession d'essais unipasse. La suite de l'étude va s'intéresser au second chemin thermomécanique interpasse pour savoir si l'évolution de la microstructure est équivalente à celle observée précédemment.

Evolution de la microstructure du chemin thermomécanique avec maintien intermédiaire

Ce chemin thermomécanique est le plus caractéristique du forgeage multipasses. Le maintien de dix secondes est fixé par le cahier des charges industriel comme le temps moyen pour le retour du coulisseau sur la presse.

Les deux objectifs de ce paragraphe, sont de mettre en évidence l'évolution de la microstructure au cours de la mise en forme multipasses selon ce chemin thermomécanique et de déterminer spécifiquement l'influence de la recristallisation métadynamique sur la microstructure.

Les microstructures obtenues par EBSD sont présentées sur la Figure 3.3.22 et sont accompagnées du schéma localisant chaque microstructure obtenue au cours du chemin thermomécanique suivi.

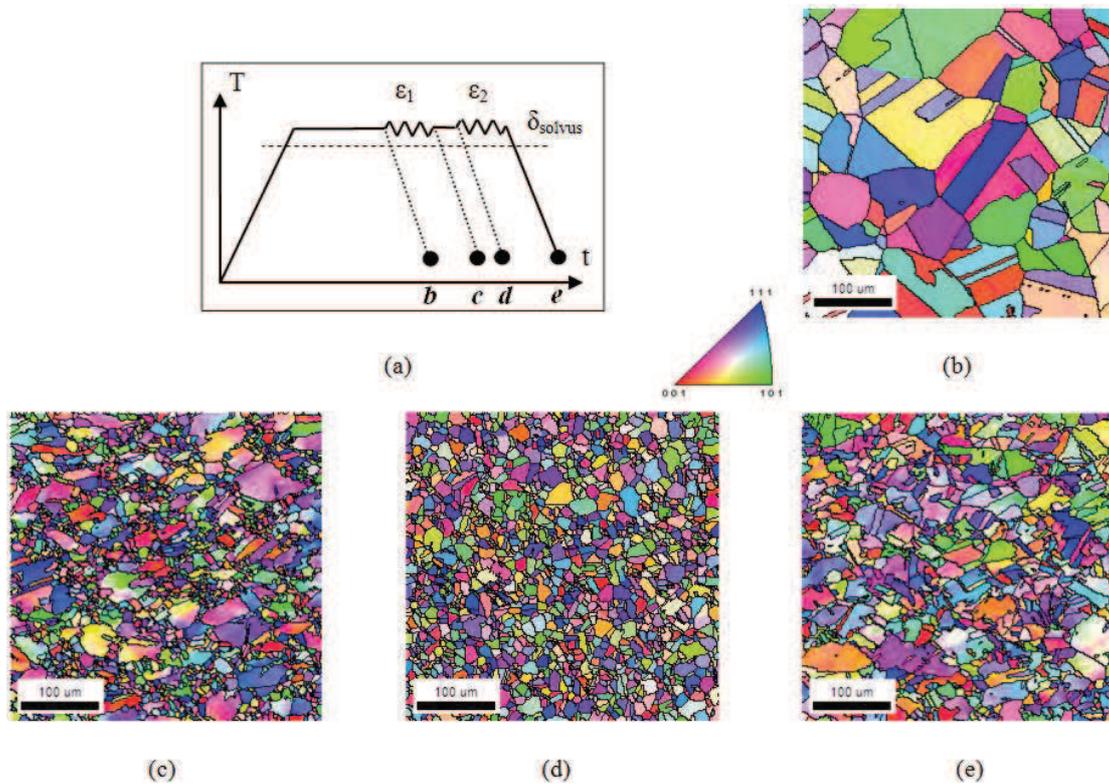


Figure 3.3.22 : (a) Schéma du chemin thermomécanique emprunté par les différents échantillons dont les cartographies d'orientations correspondantes sont, (b) une chauffe et un maintien de quinze minutes à 1050 °C, (c) suivi d'une compression à $T = 1050\text{ °C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$ et $\epsilon_1 = 0,41$, (d) suivi d'un maintien de dix secondes et (e) suivi d'une compression à $T = 1050\text{ °C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$ et $\epsilon_2 = 0,29$

En suivant le chemin thermomécanique correspondant à un maintien interpasse, on observe une homogénéisation de la microstructure après le maintien de dix secondes (Figure 3.2.22(d)). Cette homogénéisation conduit à des petits grains comme le confirme le Tableau 3.3.7 où sont répertoriées les tailles de grains obtenues.

La taille de grains obtenue pour l'échantillon ayant subi un maintien de dix secondes après la première passe est minimale en comparaison du second chemin thermomécanique et vaut

$D_{\text{moy}} = 21 \mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 8,5$) contre $D_{\text{moy}} = 95 \mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 4,0$). Ce maintien de dix secondes après la première passe a permis l'apparition de la recristallisation métadynamique qui est un mécanisme à cinétique rapide. En comparaison, la croissance statique qui est responsable de la croissance de grains dans l'échantillon ayant subi le maintien de quinze minutes à 1050 °C est un mécanisme plus lent. On peut donc conclure que la croissance ne peut pas influencer la microstructure sur une durée de 10 s.

Tableau 3.3.7 : Tailles de grains déterminées à partir des données EBSD sur des échantillons ayant subi une mise en forme multipasses avec maintien interpasse de dix secondes

Essai	Passe	D_{moy} (μm)	$D_{\text{med eq}}$ (μm)		X_{rex}	D_{ASTM} (ASTM)
maintien	1	113	111		0	3,5
$\varepsilon_1 = 0,41$	1	27	14	35	0,53	7,5
maintien	2	21	19		0	8,5
$\varepsilon_2 = 0,29$	2	35	11	38	0,18	7,0

D'après Park *et al.*, le phénomène de recristallisation métadynamique tend à doubler la taille de grains obtenue après déformation [PAR01]. Or dans la présente étude, on remarque que l'apparition de la recristallisation métadynamique consomme les anciens grains déformés ne laissant que des grains recristallisés (Figure 3.2.22(b)) conduisant à un avancement de la recristallisation maximale et diminuant ainsi la taille de grains de l'état trempé après déformation de $D_{\text{moy}} = 27 \mu\text{m}$ à $D_{\text{moy}} = 21 \mu\text{m}$. L'étude de Park *et al.* a toutefois été réalisée à de fortes déformations ($\varepsilon = 0,75$) et donc à un avancement de la recristallisation dynamique plus important.

La microstructure obtenue sur la Figure 3.2.22(e), suite à la seconde passe présente des hétérogénéités de tailles de grains caractéristiques d'un état déformé puis trempé. Néanmoins, on observe que la taille de grains après déformation est plus importante que la taille de grains initiale D_0 . Cette observation est confirmée par la comparaison des tailles de grains obtenues après traitement des données acquises par la méthode EBSD (Tableau 3.3.7) : D_{moy} avant déformation mesure 21 μm et D_{moy} après déformation mesure 35 μm . Cette augmentation de la taille de grains est liée à la faible taille de grains initiale D_0 qui conduit à une augmentation de la taille de grains finale. Cette explication est en accord avec le critère proposé par Philibert *et al.* [PHI02] puis repris par Montheillet [MON09] sur le lien entre la taille de grains initiale D_0 et la taille de grains finale après recristallisation dynamique D_S .

L'étude de la mise en forme multipasses avec un maintien interpasse de dix secondes montre que l'histoire thermomécanique conditionne l'évolution de la microstructure ainsi que la taille de grains finale. La taille de grains finale la plus faible est d'ailleurs obtenue en suivant le chemin interpasse correspondant au maintien de dix secondes.

Evolution de la microstructure au cours d'un refroidissement lent

La mise en forme multipasses, et plus particulièrement l'évolution de microstructure liée aux phénomènes ayant lieu au cours de l'interpasse, nécessite la prise en compte du phénomène de recristallisation métadynamique. De plus, dans une optique industrielle, les vitesses de refroidissement obtenues ne peuvent pas être suffisamment rapides pour inhiber le mécanisme post-dynamique. Cette étude va donc s'intéresser à la prise en compte de la recristallisation métadynamique pour l'ensemble des conditions testées en étude multipasses et à la détermination de son influence sur la microstructure et sur la taille de grains finale.

Afin que le mécanisme de recristallisation métadynamique ait une influence sur la microstructure, chaque essai trempé après déformation est réalisé une seconde fois avec un refroidissement four coupé. Les tailles de grains obtenues sont toujours homogènes et sont répertoriées dans le Tableau 3.3.8. La condition correspondant à un essai unipasse réalisé jusqu'à un taux de déformation de 0,69 est également représentée afin de pouvoir comparer les tailles de grains obtenues.

Tableau 3.3.8 : Comparaison des tailles de grains obtenues sur des échantillons ayant subi une mise en forme unipasse ou multipasses avec trempe hélium ou refroidissement lent

Essai	Passe	Chemin	Trempe	D_{mov} (μm)	$D_{\text{med eq}}$ (μm)		D_{ASTM} (ASTM)
$\varepsilon = 0,41$	1	/	hélium	27	14	35	7,5
$\varepsilon = 0,41$	1	/	four coupé	17	16		9,0
$\varepsilon = 0,29$	2	maintien	hélium	35	11	38	7,0
$\varepsilon = 0,29$	2	maintien	four coupé	19	18		8,5
$\varepsilon = 0,29$	2	trempe	hélium	44	16	59	6,0
$\varepsilon = 0,29$	2	trempe	four coupé	25	22		7,5
$\varepsilon = 0,69$	1	/	hélium	22	8	20	8,0
$\varepsilon = 0,69$	1	/	four coupé	15	14		9,5

Le refroidissement four coupé permet d'obtenir une taille de grains homogène et plus faible que la taille de grains obtenue après trempe. La taille de grains après recristallisation métadynamique est donc plus faible d'un facteur presque deux (1,5 en indice ASTM).

Cette diminution systématique de la taille de grains après recristallisation métadynamique tend à réduire l'écart entre les tailles de grains finales obtenues entre les différentes conditions de mise en forme. Néanmoins, la taille de grains finale après mise en forme multipasses (avec ou sans recristallisation métadynamique) est plus faible pour le chemin interpasse correspondant à un maintien de dix secondes que pour une trempe puis un maintien de quinze minutes.

En conclusion, la condition de mise en forme amenant à la taille de grains la plus faible est la mise en forme unipasse, néanmoins, en considérant le faible écart de taille de grains final obtenue en conditions multipasses avec un maintien interpasse et le niveau de contraintes atteint au cours de la compression, il est plus judicieux de choisir la mise en forme multipasses avec un maintien interpasse.

3.4 Mise en forme sub- δ -solvus

L'objectif de cette étude est multiple. Dans un premier temps, la compréhension du comportement de la matrice à une température de déformation de 980 °C à partir de l'état de réception sera réalisée à travers des essais interrompus pour faire un parallèle avec l'étude super- δ -solvus. Cette étude permettra d'introduire la phase δ dans le raisonnement et aidera à identifier l'influence de celle-ci sur le comportement mécanique et sur l'évolution de la microstructure. L'étude sera enfin étendue à la mise en forme sub- δ -solvus multipasses.

3.4.1 Etat de l'art

La bibliographie comprend trois parties : une présentation générale de l'influence des précipités sur la déformation à chaud, suivie de l'étude du comportement de la phase δ au cours de la déformation, enfin l'influence de la phase δ sur le comportement mécanique de l'Inconel 718 au cours de la mise en forme.

3.4.1.1 Compétition entre précipitation et recristallisation dynamique

L'étude du paragraphe 3.3, réalisée à 1050 °C, a porté sur la recristallisation dynamique d'un matériau monophasé. Dans cette partie, réalisée à 980 °C, donc en présence de phase δ , les modifications des mécanismes de recristallisation dynamique au cours de la mise en forme seront analysées.

D'après Humphreys *et al.*, la phase δ peut être considérée comme une particule de seconde phase si elle est présente dans une proportion d'environ 5 % (en fraction volumique) dans la matrice. Au-delà de ces teneurs, ces auteurs définissent l'alliage comme un composite ($f_v \approx 20$ %), voire un

alliage duplex quand les deux phases sont présentes dans les mêmes proportions [HUM04]. D'autres paramètres permettent également de caractériser les particules de seconde phase : leur taille, ainsi que leur morphologie.

La présence de particules de seconde phase conduit au développement de deux types de mécanismes antagonistes sur les cinétiques de recristallisation :

- le *Zener Drag* qui retarde le déclenchement de la recristallisation par effet d'ancrage des joints à faible et forte désorientations, et qui ralentit la croissance des grains,

- le *PSN (Particle Stimulated Nucleation)* qui correspond au développement de zones à forte densité de dislocations, présentant des désorientations importantes autour des particules de seconde phase pour accommoder la différence de comportement plastique avec la matrice au cours de la déformation. Ce processus accélère ainsi les cinétiques de recristallisation. Les particules de secondes phases deviennent alors des sites préférentiels pour la germination.

La Figure 3.4.1 permet de déterminer de manière qualitative la nature du mécanisme en présence ainsi que son effet sur les cinétiques de recristallisation dynamique en fonction de la taille des particules, de leur fraction volumique et des paramètres thermomécaniques.

Les paramètres thermomécaniques (vitesse de déformation et température) peuvent être décrits de façon synthétique par le paramètre de Zener-Hollomon de la façon suivante :

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (3.4.1)$$

où Q est l'énergie d'activation apparente de déformation, comprise dans la gamme [400 - 500] kJ/mol.

Sur la Figure 3.4.1 les conditions de la présente étude sont schématisées dans le cadre correspondant à la dimension caractéristique moyenne de la phase δ [0,5 - 2,5] μm , déterminée par Bureau *et al.* [BUR11], ainsi qu'aux valeurs extrêmes du paramètre de Zener-Hollomon pour cette étude.

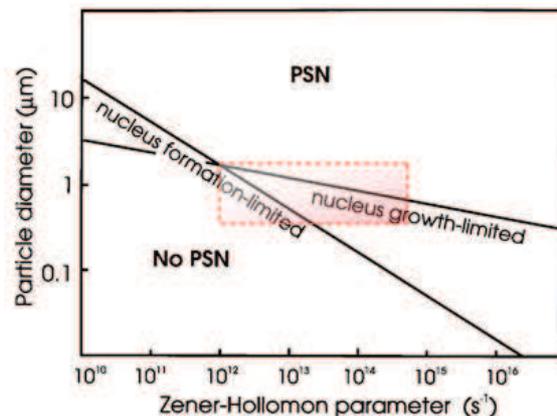


Figure 3.4.1 : Effet de la taille des particules sur les mécanismes de recristallisation en fonction des paramètres thermomécaniques [HUM04]

Dans le cas d'un mécanisme de type PSN, la morphologie des particules de seconde phase influence les champs de déformation et de désorientation dans la matrice au voisinage des particules. Tel que présenté sur la Figure 3.4.1, le mécanisme PSN est défini pour une morphologie sphérique. Toutefois, dans le cas de l'Inconel 718, cette morphologie de particules de seconde phase n'est pas la seule, il est également possible de trouver la phase δ sous forme de plaquettes et d'aiguilles. L'importance de la morphologie sera discutée par la suite.

La plupart des gammes de mise en forme étudiées, représentées par le cadre de la Figure 3.4.1, correspond préférentiellement aux conditions d'apparition du mécanisme de recristallisation du type PSN. De plus, Whang met en évidence le mécanisme de PSN pour l'Inconel 718 dans des conditions thermomécaniques proches de celles de la présente étude (Figure 3.4.2) [WHA09]. Cette étude est d'ailleurs la seule à proposer un mécanisme de PSN lors de traitements thermomécaniques de l'Inconel 718 au cours d'une mise en forme sub- δ -solvus, ceci avec le cas d'une phase δ présentant une morphologie aiguillée.

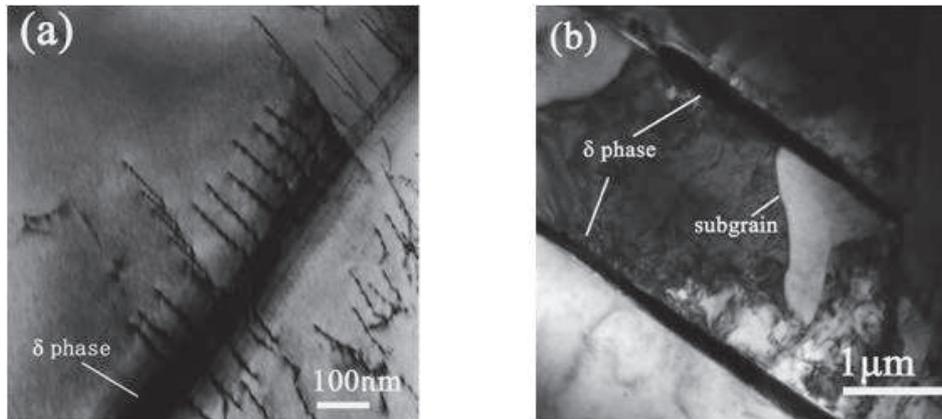


Figure 3.4.2 : Micrographies MET réalisées après un traitement de 1100 °C/30 min puis de 900 °C/24 h et enfin, une déformation à T = 1000 °C, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (a) à $\epsilon = 0,05$ et (b) à $\epsilon = 0,10$ [WHA09]

D'après Whang *et al.*, les dislocations s'accumulent autour de la phase δ aux faibles déformations ($\epsilon = 0,05$). S'en suit une concentration de dislocations et donc de contraintes au voisinage des aiguilles. Cette localisation de la déformation entraîne une localisation et une anticipation du déclenchement du mécanisme de recristallisation dynamique caractérisée par la formation de sous-grains pour des taux de déformation faibles ($\epsilon = 0,10$). Cette étude est réalisée sur un échantillon ayant subi un traitement d'homogénéisation à 1100 °C pendant 30 minutes. Il resterait à confirmer que les mécanismes observés avec cette microstructure sont également applicables à partir de l'état brut de réception, car il existe une différence de taille de grains, de morphologie et de fraction de phase δ entre ces deux microstructures initiales. Cette hypothèse sera discutée au cours de l'étude expérimentale à travers l'analyse des comportements mécaniques et des microstructures obtenus après mise en forme en présence de phase δ .

L'intérêt industriel d'un mécanisme de recristallisation du type PSN est le contrôle de la taille de grains. Humphreys *et al.* proposent ainsi un critère liant la taille de grains recristallisés à la fraction volumique de précipités, sous la forme [HUM90] :

$$D = \alpha d f_v^{-1/3} \quad (3.4.2)$$

où α est un paramètre qui dépend de la géométrie du précipité et du nombre de grains recristallisés obtenus par particule, d , le diamètre de la particule, supposée sphérique et f_v , la fraction volumique de phase δ .

L'Equation 3.4.2 s'appuie sur une analyse géométrique considérant que chaque particule de seconde phase, de morphologie sphérique, génère un même nombre moyen de grains recristallisés, représenté par le coefficient α , la fraction volumique de particules de seconde phase étant proportionnelle au rapport du volume de la particule de seconde phase (d^3) divisé par le volume d'un grain recristallisé (D^3).

L'application de l'Equation 3.4.2 permet d'obtenir la Figure 3.4.3.

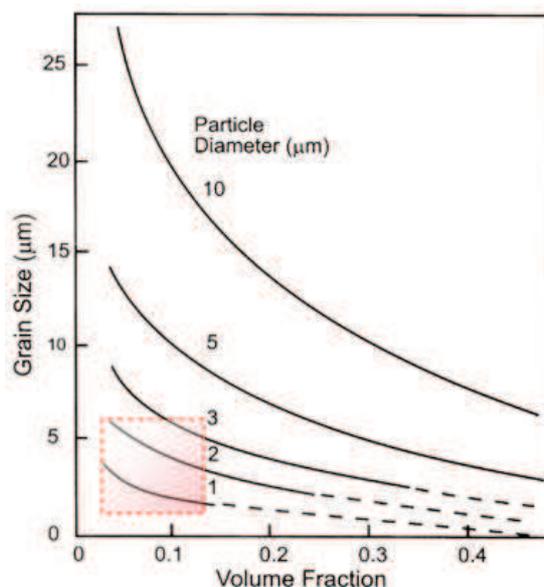


Figure 3.4.3 : Tailles de grains attendues en présence du mécanisme de recristallisation du type PSN ¹⁷ [HUM90]

Le Chapitre 2 a permis de déterminer la fraction volumique maximale de phase δ pouvant précipiter dans l'Inconel 718 à partir de l'état de réception ($f_v \approx 11,5\%$). La littérature permet également de connaître la dimension caractéristique de la phase δ quand celle-ci présente une morphologie du type globulaire (approximée par des disques) à partir de l'état brut de réception ($0,5\ \mu\text{m} < d < 2,5\ \mu\text{m}$). Toutefois, ce sont les valeurs de ces paramètres, identifiées après la mise en forme, qui sont en relation dans l'Equation 3.4.2. Ainsi, en posant l'hypothèse que la fraction volumique de particules ainsi que leur diamètre évoluent peu au cours de la déformation, il est possible de déterminer une taille de grains finale comprise entre 1 et 6 μm , représentée par le cadre sur la figure précédente.

La prévision de la taille de grains recristallisée n'est strictement valable que si les paramètres f_v et d de l'Equation 3.4.2 restent constants au cours de la mise en forme. Toutefois, cette hypothèse est inexacte car il sera présenté dans la suite de cette étude que la phase δ subit des mécanismes de dissolution statique (au cours d'un traitement thermique) et dynamique (au cours d'un traitement thermomécanique) qui peuvent influencer sur la taille de grains finale. Ces mécanismes seront donc définis et appréhendés dans la suite de ce manuscrit.

3.4.1.2 Dissolution de la phase δ

Lors d'un traitement thermique, si la fraction de phase δ présente à une température donnée est inférieure à la fraction d'équilibre, il y a précipitation de cette phase jusqu'à obtenir la fraction d'équilibre. Si, au contraire, la fraction de phase δ est supérieure à une température donnée à la fraction d'équilibre, il y a dissolution d'une fraction de cette phase.

Les cinétiques de précipitation et de dissolution de la phase δ sont différentes, il est donc nécessaire de les connaître afin d'appréhender le comportement de la phase δ au cours de la mise en forme. La détermination des cinétiques de précipitation de la phase δ , au cours de traitements thermiques, a fait l'objet du Chapitre 2. En comparaison, la dissolution de la phase δ au cours de traitements thermiques ou de traitements thermomécaniques a peu été analysée et sera le sujet de la présente compilation bibliographique.

¹⁷ les lignes représentées en discontinu sur la Figure 3.4.3 correspondent à des conditions où le mécanisme de PSN est remplacé par le mécanisme de Zener Drag

Dissolution statique

Seules deux études se sont intéressées à la dissolution de la phase δ au cours de traitements thermiques: celle de Desvallées *et al.* [DES94] et celle de Cai *et al.* [CAI07]. L'étude de Desvallées *et al.* présente toutefois trop peu de résultats expérimentaux pour être utilisée dans ce travail.

Une étude de la dissolution de la phase δ supplémentaire a également été réalisée avec la même barre de demi-produit que dans la présente étude par Bureau *et al.* [BUR11] au CEMEF de Sophia-Antipolis. Ces derniers ont repris les résultats expérimentaux de dissolution de phase δ de Cai *et al.* et ont réalisé une régression selon l'Equation 2.3.15, rappelée ici :

$$f_{\delta}(t) = (f_{\delta}^i - f_{\delta}^{\text{éq}}) \exp(-k(t - t_0)^n) + f_{\delta}^{\text{éq}} \quad (3.4.3)$$

Dans l'étude de dissolution statique de Bureau *et al.*, le coefficient n est fixé à 0,5 considérant que la morphologie de la phase δ est aciculaire. L'identification est donc réalisée uniquement avec le seul paramètre k . Les valeurs numériques de k ont été déterminées au cours de la présente étude et sont comprises dans la gamme [0,044 - 0,130]. Les résultats expérimentaux et les régressions associées obtenus par Cai *et al.* ainsi que par Bureau *et al.* sont superposés sur la Figure 3.4.4.

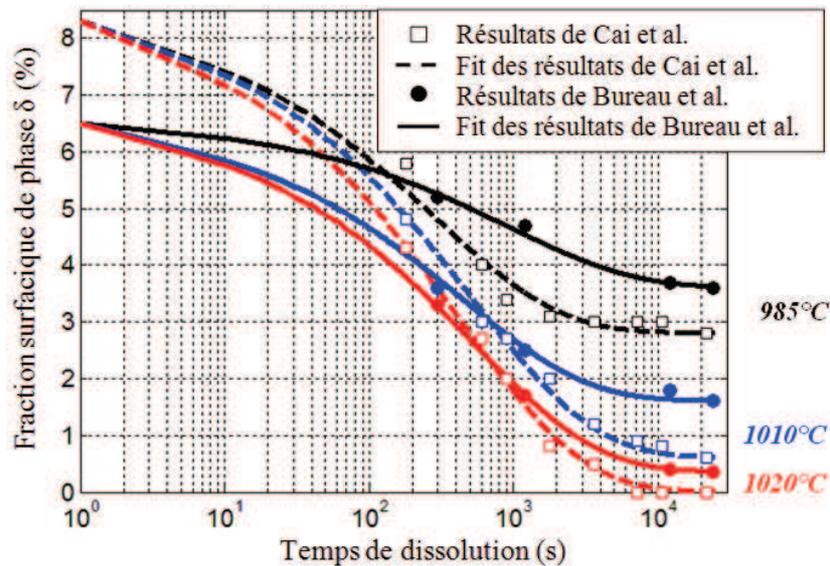


Figure 3.4.4 : Cinétiques de dissolution statique de la phase δ dans l'Inconel 718 à partir de deux fractions surfaciques initiales différentes, d'après les études réalisées par Cai *et al.* et Bureau *et al.*

Dans les deux études, les traitements de précipitation puis de dissolution ont été réalisés directement à partir de l'état brut de réception. Cai *et al.* [CAI07] ont réalisé un traitement de précipitation à 890 °C pendant 20 h afin d'obtenir une fraction surfacique initiale de phase δ de 8,3 %. En comparaison, Bureau *et al.* [BUR11] ont réalisé un traitement de précipitation à 950 °C pendant 10 h et mesurent une fraction surfacique de phase δ initiale de 6,5 %.

La différence de fraction surfacique de phase δ à l'équilibre observée par Cai *et al.* et Bureau *et al.* pourrait être expliquée par la différence de teneur en niobium dans la composition chimique des nuances d'Inconel 718 étudiées : 5,12 % pour l'étude de Cai *et al.* et de 5,45 % pour la présente étude.

Cette hypothèse est soutenue par une relation de proportionnalité entre la fraction de niobium présente dans l'Inconel 718 et la fraction volumique de phase δ . Si on considère que tout le niobium (5,45 %) disponible en solution précipite, pour la présente étude, on obtient une fraction volumique de phase δ de 11,5 % (Chapitre 2). En appliquant une règle de trois, pour une fraction de niobium de

5,12 %, on obtient une fraction volumique de phase δ de 10,8 %. L'écart de 0,7 % de fraction volumique d'équilibre est en accord avec les observations de la Figure 3.4.4.

Les études de la littérature constatent que la fraction d'équilibre est atteinte en trois heures environ quelle que soit la température de traitement, soit 10^4 s sur la Figure 3.4.4.

La fraction de phase δ obtenue à la fin du traitement de dissolution statique à 985 °C est de 3,6 % pour la nuance de la présente étude [BUR11]. Toutefois, l'observation des cinétiques de dissolution de la Figure 3.4.4, laisse supposer, que la fraction d'équilibre à cette température n'est pas encore atteinte (pente non nulle de la courbe de régression des points expérimentaux) et donc que cette fraction d'équilibre serait inférieure à 3,6 %. Cette analyse serait en accord avec l'ordre de grandeur de la fraction d'équilibre à 980 °C déterminée dans le Chapitre 2 et estimée à [2,7 % - 3,1 %].

Si la dissolution statique de la phase δ au cours de traitements thermiques a été étudiée dans les travaux précédents, seuls Bureau *et al.* ont étendu la détermination de la fraction surfacique de phase δ à la dissolution dynamique (au cours de traitements thermomécaniques).

Dissolution dynamique

L'étude de la dissolution dynamique de la phase δ a été réalisée par Bureau *et al.* [BUR11] sur des éprouvettes de torsion déformées à la température de 985 °C à différentes vitesses de déformation ($0,01 \text{ s}^{-1}$ et $0,1 \text{ s}^{-1}$). Les résultats sont présentés sur la Figure 3.4.5. L'axe des abscisses correspond au temps de déformation (donc de dissolution dynamique) subi par l'échantillon.

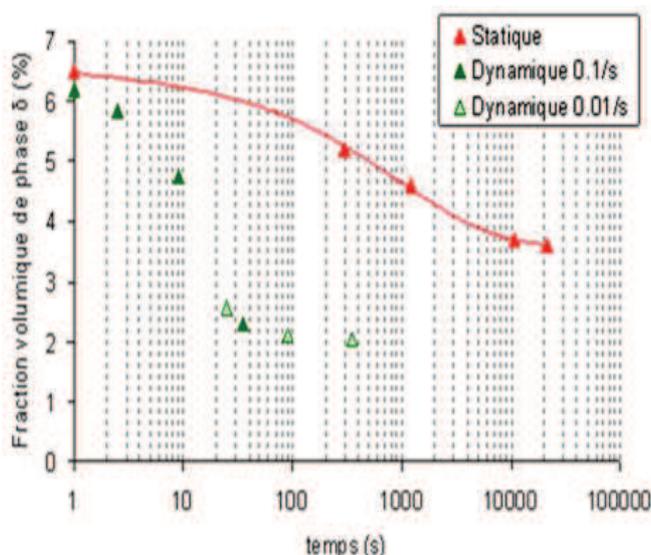


Figure 3.4.5 : Cinétiques de dissolution statique et dynamique de la phase δ dans l'Inconel 718 à 985 °C [BUR11]

A partir de ces résultats, Bureau *et al.* supposent que l'évolution de la fraction surfacique (ou volumique) de phase δ , ne dépend pas de la vitesse de déformation (dans la gamme [$0,01 - 0,1 \text{ s}^{-1}$]), mais seulement du temps de déformation.

Ces auteurs font le choix de réaliser une régression à partir de l'Equation 3.4.3, avec un coefficient $n = 1$. Ils calculent ainsi une valeur du paramètre k comprise dans la gamme [$0,022 - 0,069$], donc du même ordre de grandeur que celle obtenue lors de la dissolution statique.

Par rapport aux résultats obtenus en dissolution statique, la dissolution dynamique présente des cinétiques cent fois plus rapides puisque la fraction surfacique de phase δ atteint la saturation en

seulement cent secondes. Cette valeur de saturation est nettement inférieure à la fraction d'équilibre de phase δ . Cette constatation conduit les auteurs à émettre l'hypothèse d'un auto-échauffement augmentant localement la température de l'échantillon et tendant ainsi à diminuer la fraction surfacique d'équilibre de la phase δ . L'évolution de la phase δ pendant la déformation sera étudiée en détail dans la prochaine partie consacrée aux mécanismes de dissolution.

Mécanismes de dissolution

L'étude de Cai *et al.* [CAI03] s'est intéressée au mécanisme de dissolution statique de la phase δ , quand celle-ci présente une morphologie du type aciculaire. Ce mécanisme est schématisé sur la Figure 3.4.6. Il est accompagné de la représentation schématique de la dissolution dynamique, pour la même morphologie, proposée par Zhang *et al.* [ZHA10].

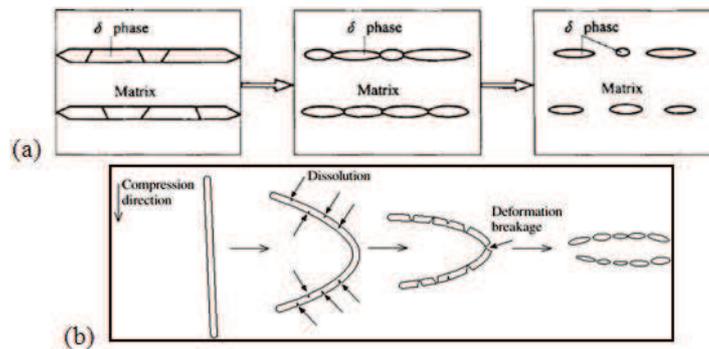


Figure 3.4.6 : Description de la dissolution de la phase δ dans la littérature, (a) en régime statique [CAI03] et (b) en régime dynamique [ZHA10]

Les deux mécanismes présentés dans la Figure 3.4.6 sont similaires et décrivent la modification de la morphologie initiale en aiguilles vers une morphologie globulaire de la phase δ . Pour les deux mécanismes, une dissolution préférentielle localisée est responsable de cette évolution. Cependant, la différence essentielle réside dans les cinétiques de dissolution. Dans les deux cas, la dissolution n'est pas en accord avec une approche purement thermodynamique qui consisterait à émettre l'hypothèse d'une dissolution préférentielle au voisinage des extrémités des précipités, cette zone ayant l'énergie d'interfaces γ/δ la plus importante. Cai *et al.* [CAI03] ont posé l'hypothèse que cette dissolution préférentielle est liée à la présence de défauts cristallins tels que les dislocations, mécanisme renforcé dans le cas de la dissolution dynamique. L'ensemble des études discutées dans cette première partie permet de supposer qu'il existe une interaction entre la phase δ et les défauts cristallins. L'étude de cette interaction sera approfondie au cours de ce travail de thèse.

Les mécanismes de dissolution proposés permettent de comprendre comment la phase δ évolue d'une morphologie aciculaire à une forme globulaire. Toutefois, aucune information n'est donnée sur l'évolution de la phase globulaire dans la littérature lors d'un maintien prolongé en température. Le dernier point à analyser au cours de cette revue de la littérature est de déterminer l'influence de la proportion de phase δ sur le comportement mécanique de l'Inconel 718 au cours de la mise en forme sub- δ -solvus.

3.4.1.3 Influence de la proportion de phase δ sur le comportement mécanique

Un objectif industriel est de comprendre l'influence de la phase δ sur le comportement mécanique de l'Inconel 718 au cours de la mise en forme. L'étude réalisée par Yuan *et al.* s'est intéressée à cette problématique [YUA05].

Ces derniers ont réalisés divers traitements de précipitation de phase δ et ont présenté dans leur étude l'influence des paramètres thermomécaniques tels que la vitesse de déformation et la température sur le comportement mécanique. Toutefois, ils n'ont pas réalisé de comparaison sur

l'évolution du comportement mécanique en fonction du temps de traitement et donc de la fraction de phase δ . Ils n'ont d'ailleurs fourni aucune valeur de fraction de phase δ permettant de faire des comparaisons quantitatives avec la présente étude.

Ces auteurs ont réalisé un traitement d'homogénéisation à 1100 °C pendant 1 h, ils ont ensuite appliqué divers traitements de précipitation de la phase δ à la température de 900 °C¹⁸. Chaque condition de traitement a ensuite subi un essai de compression à $T = 980$ °C, $\dot{\epsilon} = 10^0$ s⁻¹ et $\epsilon = 0,75$. Les comportements mécaniques déterminés dans cette étude ont été regroupés sur la Figure 3.4.7.

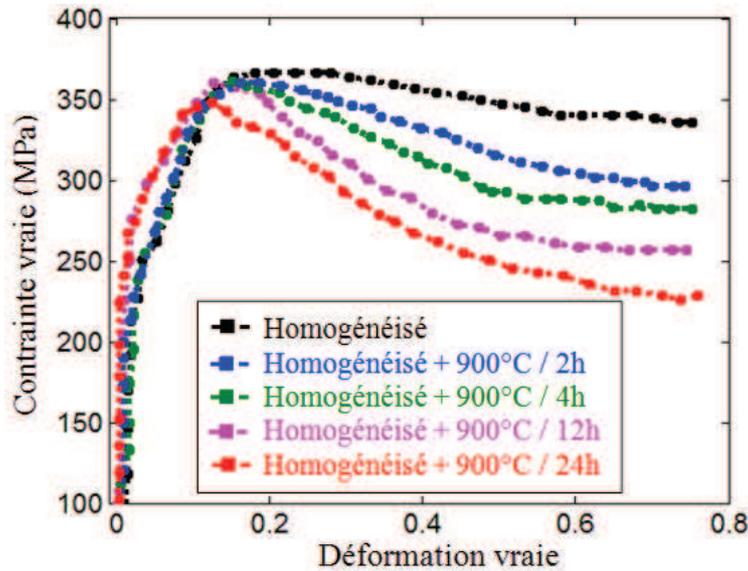


Figure 3.4.7 : Comportements mécaniques de l'Inconel 718 au cours de la mise en forme ($T = 980$ °C, $\dot{\epsilon} = 10^0$ s⁻¹ et $\epsilon = 0,76$) en fonction du temps de traitement de précipitation de la phase δ (et donc de la fraction de phase δ), réalisé d'après l'étude de Yuan *et al.*

Deux observations peuvent être faites à partir de l'analyse de la Figure 3.4.7 :

- Deux types de comportement mécanique différents sont observés en début de déformation en fonction du temps de traitement de précipitation de la phase δ . L'écrouissage est plus important quand le temps de traitement est suffisamment long.

- Plus la fraction de phase δ est importante, plus la contrainte à saturation (en régime stationnaire) est faible

Seule la seconde observation est également formulée par Yuan *et al.* Ces observations seront discutées et approfondies dans la suite de cette étude. Toutefois, afin de conserver une microstructure ayant une taille de grains pouvant correspondre au cahier des charges, l'étude sera réalisée sur la microstructure à l'état brut de réception (sans traitement d'homogénéisation susceptible de faire croître la taille de grains initiale de façon inacceptable).

3.4.2 Résultats expérimentaux de l'étude unipasse

L'intégralité des études présentées dans cette partie du manuscrit sont réalisées à la température de mise en forme de 980 °C. L'étude unipasse comprend deux axes : la réalisation d'essais interrompus et la détermination de l'influence de la fraction de phase δ sur la mise en forme de l'Inconel 718.

¹⁸ il a été montré au Chapitre 2 que les cinétiques de précipitation de la phase δ après un traitement d'homogénéisation à 1100 °C pendant 1 h sont plus lentes qu'à partir de l'état brut de réception

3.4.2.1 Essais interrompus

Evolution de la microstructure

Au cours de l'étude unipasse, deux séries d'essais interrompus sont réalisées : la première à partir de l'état brut de réception et la seconde après un traitement thermique de 900 °C pendant 30 h permettant d'obtenir une fraction de phase δ maximale. Cette étude sera donc présentée sous forme de comparaison à partir de ces deux états initiaux.

Le protocole expérimental de réalisation d'un essai de compression (Figure 3.3.5) est appliqué à cette étude (à 980 °C). A partir de la microstructure à l'état de réception, présentée sur la Figure 3.4.8(a) ou à partir de l'état ayant subi un traitement thermique de précipitation de phase δ à 900 °C pendant 30 h (Figure 3.4.8(b)), est réalisée une chauffe puis un maintien en température de quinze minutes, conduisant aux microstructures des Figures 3.4.8(c) et (d).

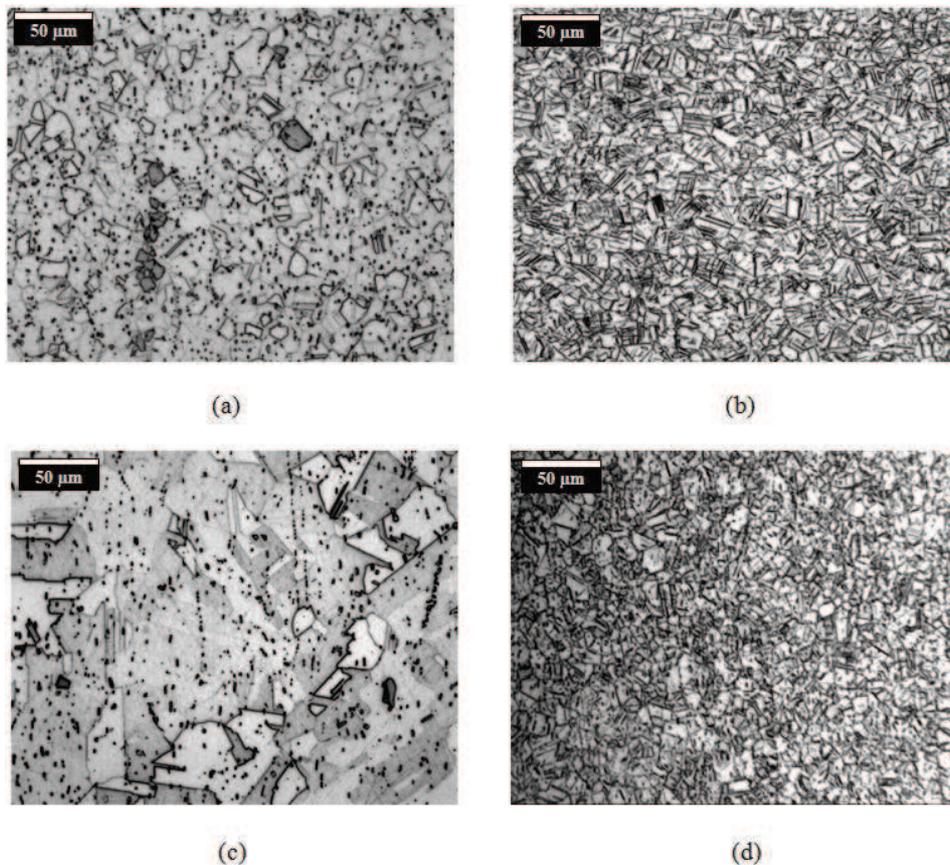


Figure 3.4.8 : Micrographies optiques, (a) état brut de réception, (b) état traité à 900 °C pendant 30 h, (c) maintien de 15 min à 980 °C sur l'état a et (d) maintien de 15 min à 980 °C sur l'état b

Les tailles de grains à l'état brut de réception et après un traitement de précipitation à 900 °C pendant 30 h sont déterminées par EBSD et sont de 12 μm (10,5 ASTM) dans les deux cas. Toutefois, la présence de phase δ sur la micrographie (b) biaise la comparaison des microstructures initiales ((a) et (b)) et des tailles de grains, qui sont identiques. Le maintien ultérieur de 15 min à 980 °C conduit à un grossissement des grains dans l'échantillon initialement à l'état brut de réception ($D_0 = 110 \mu\text{m}$, soit $D_{\text{ASTM}} = 4,0$) alors que le même maintien ne modifie pas la taille de grains de l'échantillon traité à 900 °C pendant 30 h.

De plus, lors du maintien de 15 min à 980 °C à partir de l'état brut de réception, la fraction surfacique de phase δ augmente de 1,8 % à 2,4 %. Cette fraction surfacique reste toutefois inférieure à

la fraction critique de phase δ permettant d'ancrer les joints de grains (comprise entre 2,7 % et 3,1 %), comme déterminé au Chapitre 2. En comparaison, dans l'échantillon ayant subi un traitement à 900 °C pendant 30 h, la fraction surfacique de phase δ est estimée à 10,8 %. Le maintien de 15 min à 980 °C réduit cette fraction à 7,7 %. Celle-ci reste supérieure à la fraction critique de phase δ empêchant tout grossissement de grains.

Les deux observations précédentes montrent qu'il y a compétition entre croissance de grains et précipitation de phase δ . Toutefois, à 980 °C, dans les conditions de l'étude et à partir de l'état brut de réception, la cinétique de croissance de grains est plus rapide que la cinétique de précipitation de la phase δ .

Deux séries d'essais de compression ont été réalisées à partir des microstructures des Figures 3.4.8(c) et (d) à différents taux de réduction : 5 %, 10 %, 20 % et 50 %. La vitesse de déformation, fixée à 10^{-2} s^{-1} , est identique à la vitesse de déformation de l'étude super- δ -solvus, ceci afin de comparer les résultats obtenus au cours des différentes études. Chaque échantillon est également trempé après essai. Les microstructures obtenues par EBSD sont données sous forme de cartographies de dimensions $150 * 150 \mu\text{m}^2$ (Figure 3.4.9).

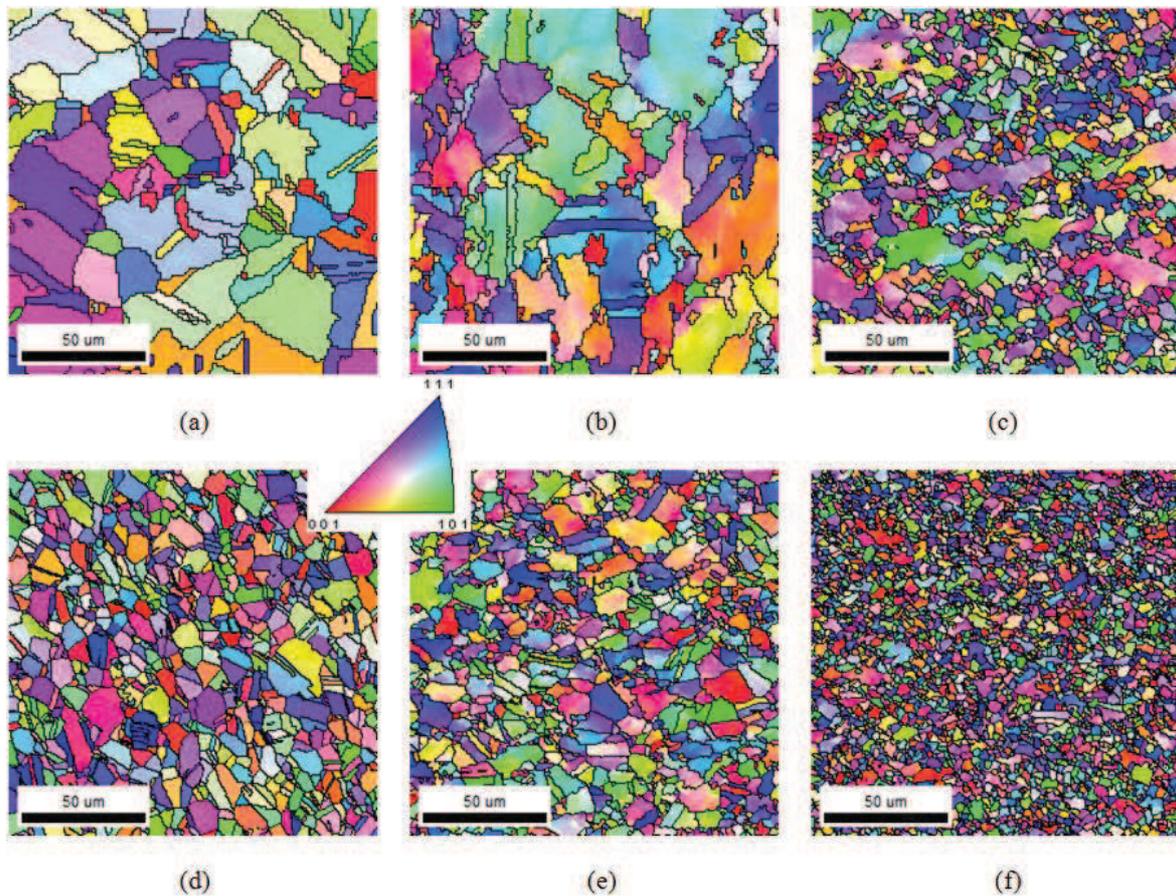


Figure 3.4.9 : Evolution de la microstructure au cours de la déformation pour les essais réalisés à $T = 980 \text{ °C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, à partir de l'état brut de réception suivi
 (a) d'un maintien de 15 min à 980 °C, puis (b) déformé à $\epsilon = 0,22$, (c) déformé à $\epsilon = 0,69$;
 et à partir d'un traitement à 900 °C pendant 30 h, suivi
 (d) d'un maintien de 15 min à 980 °C, puis (e) déformé à $\epsilon = 0,22$ et (f) déformé à $\epsilon = 0,69$

Dans le cas de l'échantillon dans l'état brut de réception, aux premiers stades de la déformation, il y a peu de modification de la microstructure. L'évolution caractéristique de la microstructure, liée à la recristallisation, apparaît à un taux de déformation plus élevé que dans l'étude

super- δ -solvus : entre 0,22 et 0,69 ($< 0,22$ dans l'étude précédente). Le taux de déformation le plus élevé (0,69) amène à une taille de grains faible et bimodale.

Dans le cas de l'échantillon ayant subi un traitement thermique de précipitation, la taille de grains au cours de la déformation est plus faible qu'à partir de l'état brut de réception, quel que soit le taux de déformation. Des grains recristallisés sont observables sur la cartographie correspondant à un taux de déformation de 0,22 (il y en a beaucoup plus que dans la cartographie (b)) montrant que la recristallisation est plus avancée. Cette observation permet de supposer que la cinétique de recristallisation est favorisée par une fraction plus importante de phase δ et une taille de grains plus faible.

Comportement mécanique

Afin de confirmer l'hypothèse d'une influence de la phase δ sur les cinétiques de recristallisation, les comportements mécaniques ont été tracés sur la Figure 3.4.10 pour les deux états de départ étudiés, en utilisant les représentations du type $\sigma = f(\varepsilon)$ et $\theta = f(\sigma)$.

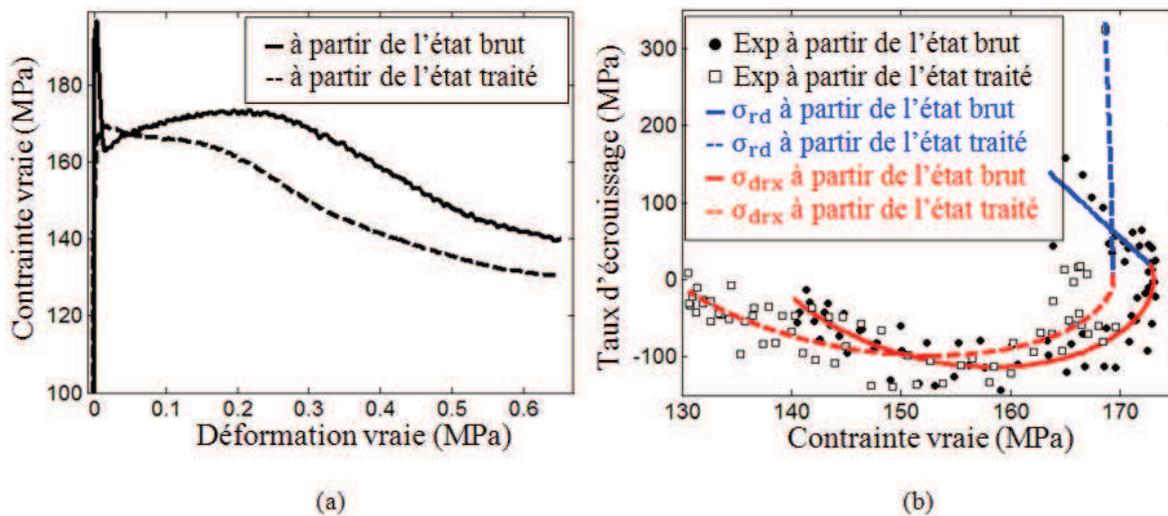


Figure 3.4.10 : Comportements mécaniques des échantillons déformés à $T = 980 \text{ °C}$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, à partir de l'état brut de réception et de l'état ayant subi un traitement thermique de 900 °C pendant 30 h, (a) $\sigma = f(\varepsilon)$ et (b) $\theta = f(\sigma)$

Le comportement mécanique de l'échantillon déformé à partir de l'état brut de réception est similaire à celui observé dans l'étude super- δ -solvus. Un pic de contraintes est observable en début de déformation. Il est suivi d'une phase d'écrouissage jusqu'à un maximum de contrainte, puis d'un adoucissement caractéristique du développement de la recristallisation dynamique.

Le taux de déformation ε_c , déterminé sur la Figure 3.4.10(b), est de 0,17. Ce résultat montre qu'il faut un taux de déformation plus important pour débiter la recristallisation à 980 °C , à partir de l'état brut de réception qu'à une température de 1050 °C ($\varepsilon_c = 0,15$).

En comparaison, pour un échantillon ayant subi un traitement de précipitation à 900 °C pendant 30 h, le pic de contrainte initial n'apparaît plus. Une hypothèse plausible serait que le niobium, totalement précipité dans la phase δ , n'interagirait plus avec les dislocations pour provoquer un phénomène du type Lüders.

Le comportement mécanique de cet échantillon présente un maximum de contrainte pour un taux de déformation de l'ordre de 0,03. Cette observation pourrait être compatible avec une accélération très forte de la cinétique de recristallisation résultant d'un mécanisme de type PSN agissant sur une forte densité de particules de phase δ . Cependant, le taux de déformation critique de

recristallisation (ε_c serait inférieur à 0,03) est très faible en comparaison de tous les résultats précédents. Il est donc possible qu'un second mécanisme entre en jeu, expliquant ce pic.

Les pentes des taux d'érouissage sont également très différentes : -13 pour l'échantillon mis en forme à partir de l'état brut de réception et -150 pour l'échantillon ayant subi un traitement de précipitation. Cette différence de comportement pourrait être associée à l'érouissage plus important résultant de la présence d'une précipitation δ dense et surtout aux interactions entre les dislocations et les aiguilles de phase δ , de nombreux plans de glissement pouvant les intercepter.

Enfin, le niveau de contrainte pendant le régime stationnaire n'est pas équivalent pour les deux conditions étudiées. Cette différence peut être expliquée par la différence de taille de grains observée après une déformation de 0,69 à partir des deux états initiaux. Celles-ci sont déterminées dans la prochaine partie.

Fraction de phase δ et taille de grains

Le mécanisme de PSN peut expliquer l'avancement de la recristallisation maximal pour l'échantillon ayant une fraction de phase δ conséquente conduisant la microstructure à présenter une distribution homogène des tailles de grains (Figure 3.4.9(f)). Pour les échantillons déformés à partir de l'état brut de réception, la présence d'une répartition bimodale de grains dans la microstructure trempée après essai valide un avancement moindre de la recristallisation résultant d'un mécanisme PSN moins efficace du fait d'une fraction de phase δ faible (Figure 3.4.9(c)). Ainsi, les tailles de grains finales après une compression de 0,69 sont de :

- *A partir de l'état brut de réception*, $D_{med_eq1} = 8,1 \mu m$ ($D_{ASTM1} = 11,5$),
 $D_{med_eq2} = 26,3 \mu m$ ($D_{ASTM2} = 8,5$)
- *A partir de l'état traité thermiquement*, $D_{moy} = 3,5 \mu m$, $D_{med_eq} = 2,9 \mu m$ ($D_{ASTM} = 14,0$)

Afin de confirmer l'existence d'un mécanisme de type PSN et surtout de conclure s'il est possible de déterminer les tailles de grains obtenues, à partir de l'Equation 3.4.2, l'évolution des fractions surfacique (volumiques) de phase δ est déterminée pour les conditions de l'étude (Tableau 3.4.1).

Tableau 3.4.1 : Evolution de la fraction surfacique (volumique) de la phase δ au cours de la déformation à 980 °C, $10^{-2} s^{-1}$ pour un échantillon ayant subi un maintien initial à 900 °C pendant 30 h

Etat de déformation	Initial	Maintien	0,05	0,11	0,22	0,69
Fraction surfacique de phase δ (%)	10,8	7,7	6,4	6,0	5,6	5,4

Dans le Chapitre 2, il a été montré que la phase δ peut présenter deux morphologies (globulaire et aciculaire) qui sont principalement liées à la température de traitement. Toutefois, en considérant également la densité de défauts présents dans la microstructure initiale résultant de l'histoire thermomécanique de l'échantillon, on peut observer une troisième morphologie sous forme de plaquettes [SUN88]. Ainsi, pour un traitement réalisé à 900 °C pendant 30 h à partir de l'état de réception, les trois morphologies peuvent coexister comme le montre la micrographie prise par électrons rétrodiffusés de la Figure 3.4.11(a). Afin de visualiser l'évolution de l'état de précipitation au cours de la déformation, une micrographie de la microstructure après une mise en forme à 980 °C et $10^{-2} s^{-1}$ est également présentée pour différents taux de déformation entre 0,11 et 0,69 (Figure 3.4.11(b), (c) et (d)).

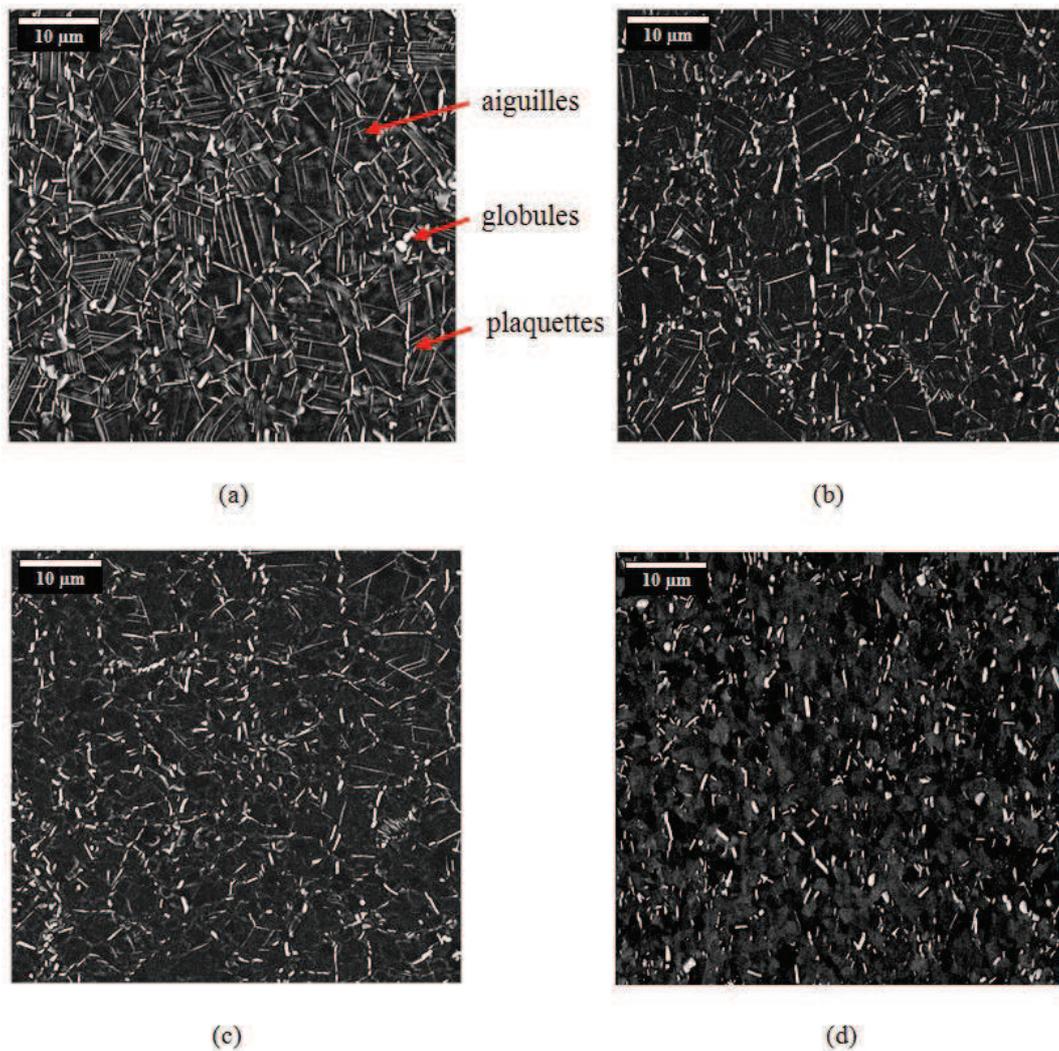


Figure 3.4.11 : Micrographies MEB d'un échantillon ayant subi un traitement de précipitation de phase δ à 900 °C pendant 30 h, un maintien à 980 °C pendant 15 min puis un essai de compression à $T = 980$ °C et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ à différents taux de déformation, (a) $\epsilon = 0$, (b) $\epsilon = 0,11$, (c) $\epsilon = 0,22$ et (d) $\epsilon = 0,69$

On note une dissolution préférentielle de la phase δ sous forme d'aiguilles lors des premiers stades de déformation : très peu d'aiguilles sont encore observables pour $\epsilon = 0,11$ ou $0,22$. Elles ont totalement disparu pour $\epsilon = 0,69$. En mettant en relation les fractions surfaciques (ou volumiques) déterminées sur les échantillons de la Figure 3.4.11 (Tableau 3.4.1), on constate que la fraction de phase δ diminue rapidement entre la "fin du maintien en température avant déformation" et l'essai réalisé à $\epsilon = 0,11$.

Les deux observations précédentes permettent d'émettre l'hypothèse que la forte diminution de la fraction de phase δ en début de déformation est principalement due à la fragmentation des aiguilles. Ce mécanisme serait en bon accord avec l'approche proposé par Zhang *et al.* [ZHA10] (Figure 3.4.6). Cette hypothèse est étayée par la mesure d'une cinétique de diminution plus faible de la fraction de phase δ pour des déformations plus importantes, c'est-à-dire, une fois que la plupart des aiguilles ont été fragmentées. Cette hypothèse forte serait cohérente avec l'interprétation de plusieurs résultats précédents :

- le comportement mécanique (fort écrouissage en début d'essai), observé pour la microstructure saturée en phase δ (Figure 3.4.10), s'expliquerait par la forte interaction entre les dislocations et les aiguilles interceptant les plans de glissement de façon plus efficace que les globules.

Cette analyse rejoint les observations de Wang *et al.* (Figure 3.4.2(a) où l'on note une très forte interaction entre dislocations et aiguilles). Ce mécanisme d'interaction a un double effet : favoriser la fragmentation des aiguilles, d'une part, et en localisant les contraintes à l'interface entre les aiguilles et la matrice, accélérer localement le déclenchement de la recristallisation dynamique.

- les résultats de Bureau *et al.* obtenus pour l'étude sur la dissolution dynamique ne prennent pas en compte l'évolution de la morphologie de la phase δ au cours de la déformation. Cette modification de morphologie complexifie la détermination de la cinétique de dissolution dynamique de la phase δ .

Après un taux de déformation de 0,69, la phase δ n'est plus présente que sous forme de globules et de plaquettes permettant d'appliquer l'Equation 3.4.2, valable seulement dans l'hypothèse d'une phase δ uniquement sous forme de disque.

En appliquant l'Equation 3.4.2, on prévoit donc une taille de grains finale inférieure à $D = 4,9 \mu\text{m}$ ($D_{ASTM} = 12,5$). Ce résultat est en excellent accord avec les mesures expérimentales ($D_{moy} = 3,5 \mu\text{m}$, $D_{med_eq} = 2,9 \mu\text{m}$ et $D_{ASTM} = 14,0$) et valide ainsi cette équation comme indicateur de la taille de grains finale obtenue après mise en forme en présence de particules de seconde phase. Cette équation validée, un pas supplémentaire est réalisé pour renforcer l'hypothèse de la présence du mécanisme de recristallisation du type PSN au cours de la mise en forme sub- δ -solvus.

L'étude d'essais interrompus lors d'une déformation à 980 °C a permis d'observer un comportement de la matrice seule similaire à celui mesuré lors d'une déformation à la température de 1050°C. En comparaison, la présence de phase δ avec une grande proportion d'aiguilles modifie le comportement mécanique au cours de la mise en forme, la microstructure obtenue ainsi que la taille de grains finale. La suite de l'étude va s'intéresser à déterminer plus précisément l'influence de la proportion de phase δ sur le comportement mécanique. L'objectif est de déterminer quelle fraction seuil de phase δ modifie le comportement mécanique. Un objectif complémentaire est d'approfondir l'influence de la morphologie de la phase δ .

3.4.2.2 Influence de la fraction de phase δ

Cette étude porte sur l'influence du temps de traitement de précipitation de phase δ à 900 °C sur le comportement mécanique de l'Inconel 718 au cours d'une mise en forme à 980 °C et 10^{-1} s^{-1} à un taux maximal de déformation de 0,69. Les temps de traitement de précipitation sont entre 30 min et 30 h. L'étude est réalisée à taille de grains constante puisqu'il a été confirmé dans le Chapitre 2 que la taille de grains de l'échantillon ayant subi le traitement le plus court (30 min) n'augmente pas et correspond toujours à la taille de grains initiale de $D_0 = 12 \mu\text{m}$ ($D_{ASTM} = 10$). Les comportements mécaniques obtenus au cours de la présente étude sont comparés sur la Figure 3.4.12.

En comparaison avec l'étude réalisée par Yuan *et al.* (Figure 3.4.7), il n'est pas constaté d'évolution graduelle du comportement mécanique en fonction du temps de traitement de précipitation de phase δ , l'ensemble des courbes de cette étude se rapprochant de celles obtenues par Yuan *et al.* pour les traitements longs. La différence entre la présente étude et celle de Yuan *et al.* provient de la différence de deux paramètres : la taille de grains initiale qui pour la présente étude est de $D_0 = 12 \mu\text{m}$ ($D_{ASTM} = 10$) et d'environ $D_0 \approx 170 \mu\text{m}$ ($D_{ASTM} = 2,5$) pour Yuan *et al.* et la vitesse de déformation (10^0 s^{-1} pour l'étude de Yuan *et al.* et 10^{-1} s^{-1} pour la présente étude).

Au cours de la recristallisation dynamique, la taille de grains évolue considérablement dans l'étude de Yuan *et al.* alors qu'elle est peu modifiée dans la présente étude comme cela a pu être observé dans la partie précédente. Le comportement mécanique dans l'étude de Yuan *et al.* traduirait donc l'influence des deux paramètres que sont la taille de grains initiale et la fraction de phase δ . En comparaison, les comportements mécaniques de la présente étude tracés sur la Figure 3.4.12 sont réalisés en s'affranchissant de la taille de grains et donc ne dépendent exclusivement que de la fraction et de la morphologie de la phase δ présente dans la microstructure (Figure 3.4.13).

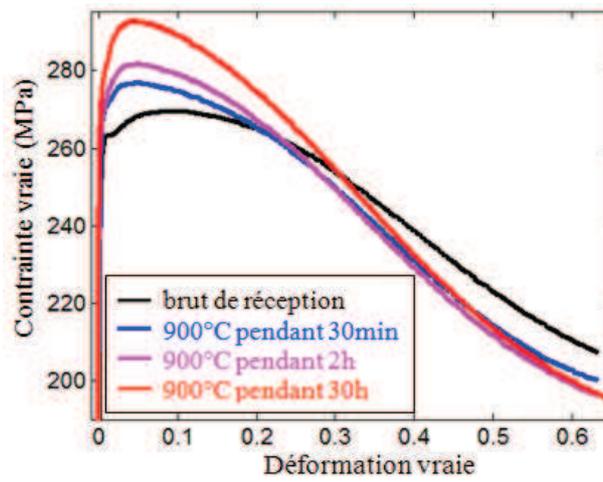


Figure 3.4.12 : Comportements mécaniques de l'Inconel 718 en fonction du temps de traitement de précipitation de la phase δ à 980 °C, 10^{-1} s^{-1}

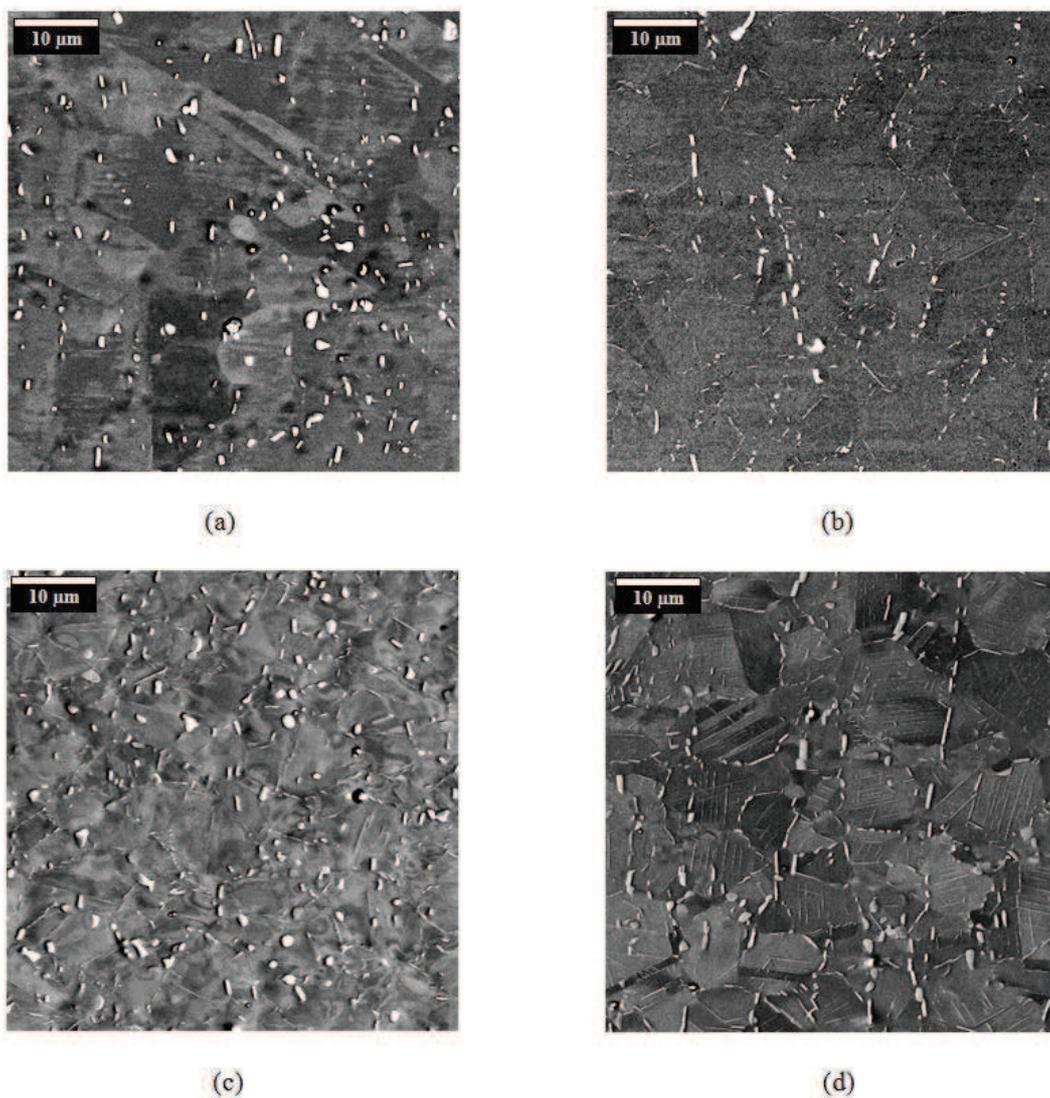


Figure 3.4.13 : Micrographies MEB des quatre microstructures de l'étude, trempées après un maintien de 15 min à 980 °C (et donc avant déformation), (a) à partir de l'état brut de réception, (b) à partir de 900 °C pendant 30 min, (c) à partir de 900 °C pendant 2 h et (d) à partir de 900 °C pendant 30 h

L'Inconel 718 présente, après 30 min de traitement, une fraction de phase δ précipitée suffisante pour modifier le comportement mécanique par rapport au comportement mécanique de l'état brut de réception. La transition a lieu pour $2,4 \% < f_s^i < 2,7 \%$, correspondant respectivement aux fractions surfaciques déterminées avant déformation sur les échantillons ayant subi un maintien de 15 min à 980 °C à partir de l'état brut de réception et à partir d'un traitement à 900 °C pendant 30 min. Ces deux fractions sont voisines, ce qui conduit à supposer que la seule fraction surfacique de phase δ n'explique pas totalement les comportements mécaniques observés sur la Figure 3.4.12. Il paraît donc nécessaire de prendre en compte la morphologie aiguillée de la microstructure.

Le maintien à 980 °C a permis la croissance des grains pour la microstructure obtenue à partir de l'état brut de réception. La seconde spécificité de cette microstructure est de ne présenter aucune morphologie en aiguille. En comparaison, les trois autres microstructures, correspondant à des temps de traitements croissants, présentent un nombre croissant d'aiguilles jusqu'à saturation de la microstructure pour un temps de traitement de 30 h.

Cette transition de morphologie de la phase δ observée entre la microstructure obtenue à partir de l'état brut de réception et le traitement à 900 °C pendant 30 min correspond à la transition de comportement mécanique observé sur la Figure 3.4.12. Il semble donc que la forme aiguillée de la phase δ modifie de façon notable le comportement mécanique de l'Inconel 718, même avec une faible évolution de la fraction précipitée induisant un écrouissage plus important aux faibles déformations (dépendant de la fraction d'aiguilles présentes dans la microstructure).

Afin de déterminer l'influence de la phase δ sur le comportement mécanique de manière quantitative, plusieurs paramètres microstructuraux et mécaniques sont rassemblés dans le Tableau 3.4.2.

Tableau 3.4.2 : Comparaison de différents indicateurs macroscopiques et microscopiques des quatre conditions de la présente étude

	brut	900 °C/30 min	900 °C/2 h	900 °C/30 h
f_s avant déformation (%)	2,4	2,7	3,7	7,7
Fraction initiale d'aiguilles (%)	0	11	19	34
f_s après déformation (%)	2,0	2,5	3,4	5,4
Déformation à contrainte maximale	0,084	0,048	0,047	0,046
Pente du taux d'écrouissage (MPa)	-45	-84	-85	-94

La Figure 3.4.13 ainsi que le Tableau 3.4.2 montrent que la fraction de phase δ aiguillée augmente avec le temps de traitement. Cette fraction de phase δ aiguillée a été déterminée à l'aide du logiciel Image J en appliquant un double critère basé sur la circularité et le diamètre de Feret du précipité afin de différencier la phase δ globulaire et sous forme de plaquettes de la phase δ aiguillée.

Le taux d'écrouissage ainsi que le taux de déformation correspondant à la contrainte maximale dépendent fortement de la morphologie de la phase δ . En effet, pour cette contrainte, le taux de déformation est divisé par deux entre l'état brut et les échantillons traités c'est-à-dire présentant des aiguilles. Cette transition est indépendante du temps de traitement. Ces observations permettent de supposer que l'adoucissement constaté sur la Figure 3.4.12 (sur les comportements mécaniques des échantillons présentant la phase δ sous forme aciculaire) est lié à la dissolution dynamique de la phase δ plutôt qu'à l'apparition de la recristallisation dynamique. Ce constat est analogue à ce qui est observé dans les alliages de titane (Ti - 6 Al - 4 V) présentant un maximum de contraintes à $\epsilon \approx 0,03$ lors de la globularisation dynamique de la phase aciculaire α [SEM99], [SHE99] et [SEM01].

Les microstructures des quatre conditions de l'étude obtenues après déformation sont représentées sur la Figure 3.4.14.

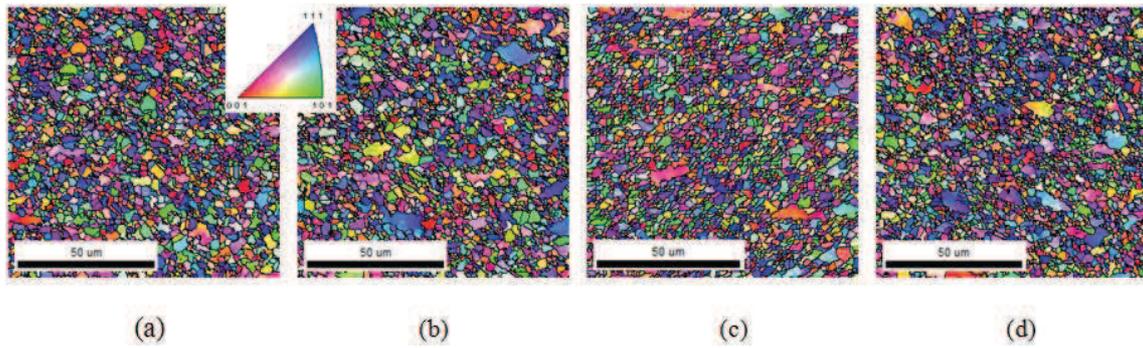


Figure 3.4.14 : Cartographies d'orientations obtenues après une mise en forme à 980 °C, 10^{-1} s^{-1} à un taux de déformation de 0,69, (a) à partir de l'état brut de réception, (b) après un traitement de 900 °C pendant 30 min, (c) après un traitement de 900 °C pendant 2 h et (d) après un traitement de 900 °C pendant 30 h

L'observation des quatre microstructures obtenues après mise en forme (Figure 3.4.14) montre que l'avancement de la recrystallisation est maximal car les distributions de tailles de grains sont homogènes. Les tailles de grains déterminées à l'aide de l'outil présenté dans le Chapitre 3.3 sous la forme du diamètre médian équivalent ($D_{\text{med_eq}}$), sont comparées à la relation proposée en Equation 3.4.2 sur la Figure 3.4.15.

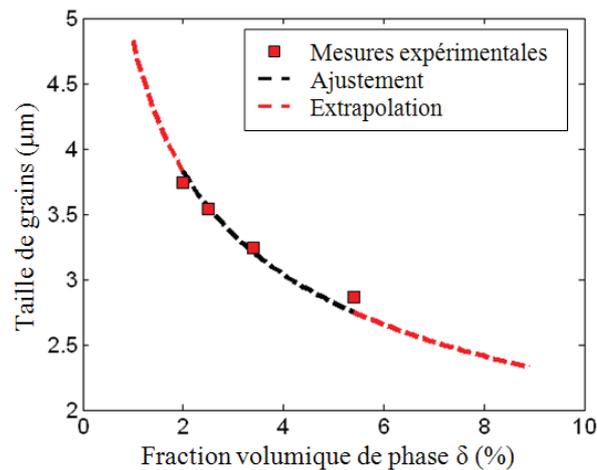


Figure 3.4.15 : Relation entre la taille de grains finale et la fraction volumique (surfactive) de phase δ après mise en forme

L'identification réalisée sur la figure précédente permet de valider l'Equation 3.4.2 comme indicateur de la taille de grains finale après mise en forme sub- δ -solvus. L'identification permet de déterminer le produit $\alpha d = 4,83 \mu\text{m}$. Bureau *et al.* [BUR11] ont déterminé le diamètre équivalent de la phase avant déformation, estimé à 2,5 μm . Du fait de la dissolution de la phase δ au cours de la déformation et, en accord avec les mécanismes de dissolution, la dimension de la phase δ après déformation est inférieure à 2,5 μm . En faisant l'hypothèse que la phase δ permet la germination de deux grains recrystallisés, c'est-à-dire que $\alpha = 2$, on retrouve l'ordre de grandeur de la dimension caractéristique de la phase δ , de l'ordre de quelques microns.

3.4.2.3 Cinétiques de dissolution dynamique de la phase δ

Cette étude s'intéresse à l'évolution de la fraction surfactive de phase δ et de sa morphologie au cours de la mise en forme à partir de différents traitements initiaux de précipitation et en fonction de divers paramètres thermomécaniques. Cette partie s'intéressera successivement à l'influence de la vitesse de déformation et de la fraction surfactive initiale de phase δ sur les cinétiques de dissolution.

Vitesse de déformation

La première piste empruntée correspond à analyser l'hypothèse proposée après l'étude des résultats obtenus par Bureau *et al.* [BUR11] concluant que la dissolution dynamique de phase δ n'est pas affectée par la vitesse de déformation. Pour cela, les fractions surfaciques de phases δ données dans le Tableau 3.4.1 obtenues pour différents taux de déformation pour une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} sont tracées. On superpose à ces courbes, celles déterminées suite à la mise en forme de deux échantillons à $\varepsilon = 0,69$, à 10^{-1} s^{-1} et 10^0 s^{-1} (après avoir subi un traitement de précipitation de phase δ à $900 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 30 h). Ces fractions surfaciques de phase δ sont tracées sur la Figure 3.4.16.

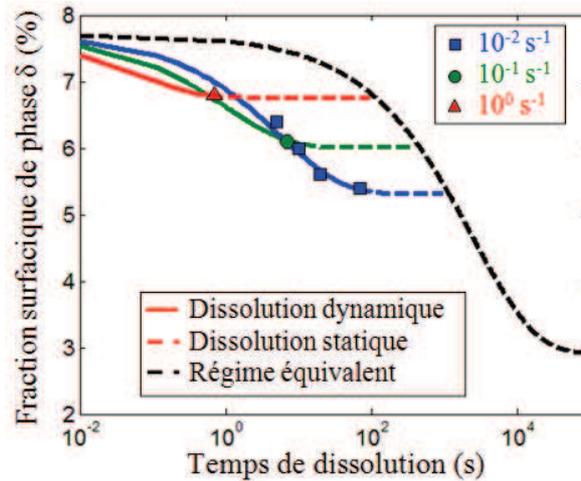


Figure 3.4.16 : Cinétique de dissolution dynamique à $980 \text{ }^\circ\text{C}$ de la phase δ en fonction de la vitesse de déformation

A partir de l'Equation 3.4.3 (d'après la Figure 3.4.4, k égal à 0,02), il est possible de tracer sur la figure précédente la cinétique équivalente en régime de dissolution statique ("*régime équivalent*"). Cette cinétique est trop lente pour décrire l'évolution des fractions surfaciques de phase δ lors de la déformation, comme cela a également été montré par Bureau *et al.* (Figure 3.4.5). Ceux-ci ont pris le parti d'augmenter l'exposant dans l'équation d'Avrami (passant de 0,5 en dissolution statique à 1 en dissolution dynamique) afin de mieux décrire le comportement en dissolution dynamique, cette hypothèse étant justifiée mathématiquement pour approcher le comportement expérimental.

Si l'on considère maintenant l'évolution de la phase δ en fonction de sa morphologie, la cinétique plus rapide de dissolution dynamique, en excellent accord avec les points expérimentaux, correspond principalement à la disparition de la phase δ aiguillée dont on a vu qu'elle était accélérée par la déformation via l'interaction avec les dislocations. Une fois la phase δ présente uniquement sous forme de globules et de plaquettes, il n'y a plus de raisons majeures pour que la cinétique de dissolution soit fortement influencée par la déformation. Cette cinétique deviendrait alors équivalente à celle d'une dissolution statique. La déformation n'aurait donc principalement un effet sur les cinétiques de dissolution qu'en présence de phase δ aciculaire. La cinétique de dissolution dynamique en régime de dissolution des aiguilles de phase δ peut être décrite sous la forme suivante :

$$f_{\delta}(t) = (f_{\delta}^i - f_{\delta}^{\text{méta}}) \exp(-k(t - t_0)^n) + f_{\delta}^{\text{méta}} \quad (3.4.4)$$

où $f_{\delta}^{\text{méta}}$ est la fraction surfacique de phase δ globulaire en fin de dissolution dynamique des aiguilles, n fixé à 0,5 et k ajusté à 0,4 pour 10^{-2} s^{-1} , 1 pour 10^{-1} s^{-1} et 4 pour 10^0 s^{-1} pour décrire au mieux les résultats expérimentaux.

Les trois cinétiques déterminées à l'aide de l'Equation 3.4.4 ont été reportées sur la Figure 3.4.16. Elles ne sont strictement valables que jusqu'à des temps correspondant à $\varepsilon = 0,69$.

A la vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} , la fraction surfacique de phase δ globulaire en fin de dissolution dynamique des aiguilles correspond à 5,4 %, fraction qui est équivalente à la fraction surfacique de phase δ à un taux de déformation de 0,69 (taux de déformation pour lequel on n'observe plus de phase δ aciculaire). En extrapolant les cinétiques aux vitesses de déformation plus élevées à partir de la fraction surfacique mesurée après une déformation de 0,69 donc après disparition complète des aiguilles, on constate que le paramètre k augmente (avec n fixé).

Un second élément permet de valider la différence de cinétiques de dissolution en fonction de la vitesse de déformation : c'est la morphologie de la phase δ observée pour un taux de déformation de 0,69 pour les trois vitesses étudiées (Figure 3.4.17).

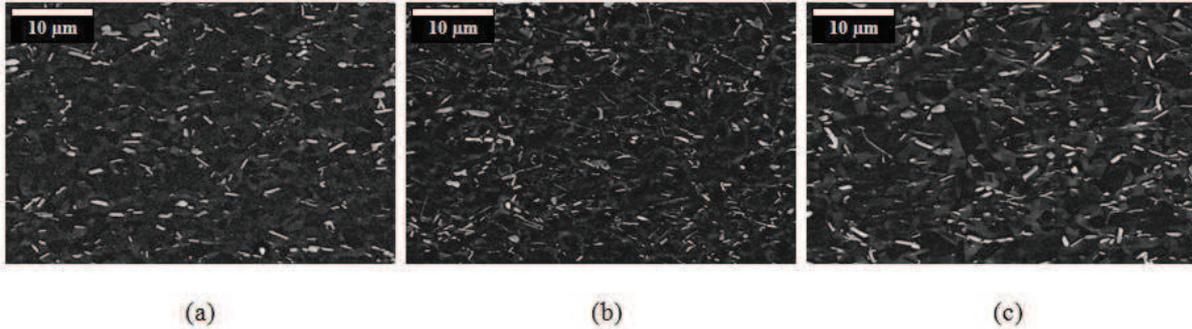


Figure 3.4.17 : Micrographies MEB obtenues après mise en forme à 980 °C pour un taux de déformation de 0,69, (a) à 10^{-2} s^{-1} pour $t = 70 \text{ s}$ (b) à 10^{-1} s^{-1} pour $t = 7 \text{ s}$ et (c) à 10^0 s^{-1} pour $t = 0,7 \text{ s}$

La figure précédente montre que la fraction de phase δ obtenue pour un taux de déformation de 0,69 augmente quand la vitesse de déformation augmente. Indépendamment de la vitesse de déformation, la phase δ aciculaire est toujours absente pour $\epsilon = 0,69$. Toutefois, pour une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} , à $\epsilon = 0,22$, soit $t = 22\text{s}$ (Figure 3.4.11), on observe toujours la morphologie aiguillée. Ces observations confirment que les cinétiques de dissolution dynamiques ne dépendent pas uniquement de la durée de la déformation et qu'elles sont aussi sensibles à la vitesse de déformation.

Fraction de phase δ initiale

Ayant confirmé que les cinétiques de dissolution dynamiques dépendent de la vitesse de déformation dans la gamme des vitesses inférieures ou égales à 10^0 s^{-1} , la suite de l'étude va s'intéresser à l'influence de la fraction surfacique initiale de phase δ sur ces cinétiques.

Dans un premier temps, divers traitements de précipitation sont réalisés à 900 °C pendant 30 min, 1 h, 2 h, 3 h, 10 h et 30 h. Une septième condition correspondant à l'état brut de réception est également intégrée à cette étude. Avant de subir un essai de compression, le pion est soumis à un maintien de quinze minutes à la température d'essai. Au cours de ce maintien, la fraction surfacique de phase δ évolue selon les cinétiques déterminées sur la Figure 3.4.18.

L'Equation 3.4.3 a été utilisée pour les régressions proposées ci-dessus. La fraction surfacique de phase δ à l'équilibre thermodynamique a été estimée au Chapitre 2 ($2,7 \% < f_s^{\text{éq}} < 3,1 \%$). Cette dernière sera fixée à la valeur moyenne de 2,9 % pour la suite de l'étude. Le paramètre \bar{k} a été déterminé pour ces cinétiques : $\bar{k} = 0,02$.

Les cinétiques présentées sur la Figure 3.4.18 ont été réalisées avec une taille de grains identique pour tous les échantillons de l'étude à l'exception de l'échantillon à l'état brut de réception. En effet, ce dernier est le seul à présenter une fraction surfacique de phase δ inférieure à la fraction critique pour ancrer les joints de grains comme cela a été vu précédemment ($f_s^i = 2,4 \%$) et donc a vu sa taille de grains augmenter.

Les fractions surfaciques de phase δ n'ont pas été déterminées après le maintien thermique de 15min pour les conditions correspondant aux traitements initiaux à 900 °C pendant 3 h et 10 h (correspondant respectivement à $f_s^i = 6,6 \%$ et $f_s^i = 8,7 \%$). Toutefois, en utilisant les cinétiques déterminées à partir de ces deux conditions, on peut prévoir des fractions surfaciques de phase δ après maintien de 4,9 % et 6,1 %. L'utilisation de ces deux conditions complémentaires est possible en régime de dissolution statique. En comparaison, en régime de dissolution dynamique, les cinétiques dépendent de $\dot{\epsilon}$ et ces deux essais n'ont pas été réalisés aux mêmes vitesses que l'ensemble de l'étude.

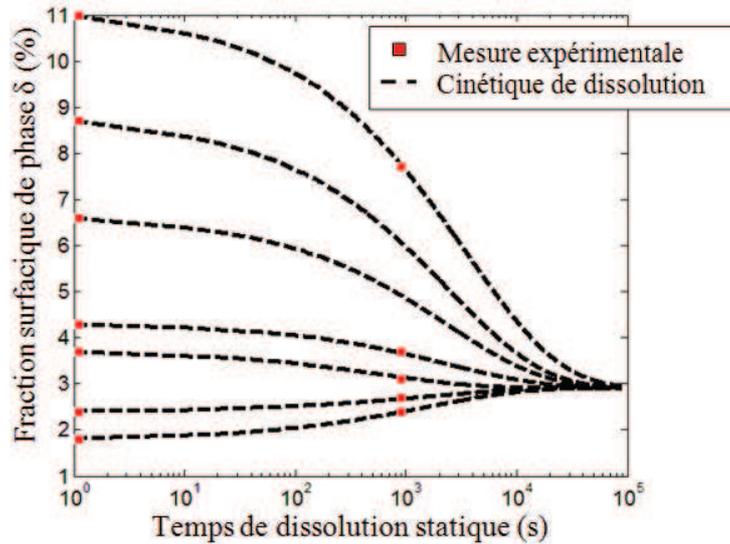


Figure 3.4.18 : Cinétiques de dissolution statique pour un maintien à 980 °C à partir de différentes fractions surfaciques de phase δ initiales

La dissolution statique due au maintien de quinze minutes a un effet non négligeable sur la fraction surfacique de phase δ . Cette diminution de fraction surfacique de phase δ au cours du maintien étant caractérisée, la prise en compte de la dissolution dynamique peut être réalisée. Les cinétiques de dissolution dynamique de la phase δ à partir de différentes fractions surfaciques de phase δ initiales sont tracées sur la Figure 3.4.19 en utilisant l'Equation 3.4.4 avec $n = 0,5$ et $\bar{k} = 1$ (auxquelles sont ajoutées les cinétiques équivalentes en régime de dissolution statique pour $n = 0,5$ et $\bar{k} = 0,02$).

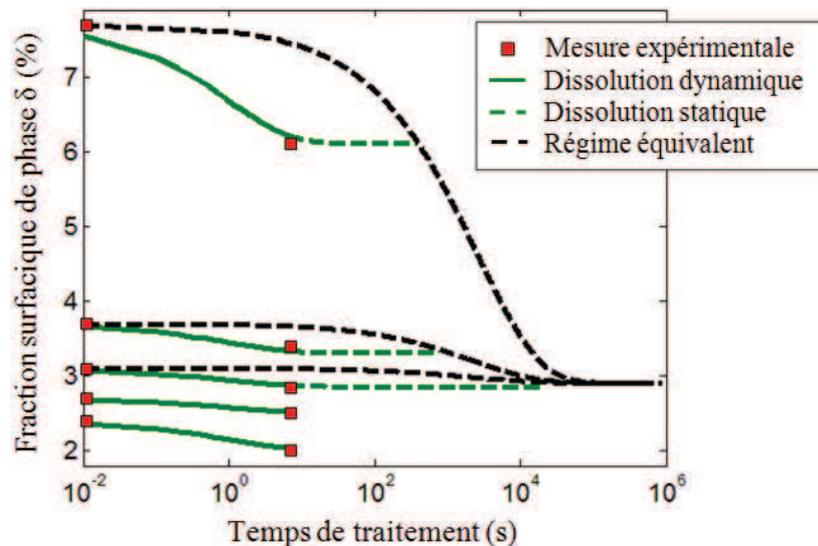


Figure 3.4.19 : Cinétiques de dissolution dynamique pour une déformation à 980 °C et 10^{-1} s^{-1} à partir de différentes fractions surfaciques de phase δ initiales

La Figure 3.4.19 a été réalisée à partir de cinq fractions initiales de δ différentes dont deux sont inférieures à la fraction d'équilibre de la phase δ à 980 °C ($f_{eq} = 2,9 \%$). Ces deux fractions initiales présentent également des morphologies initiales de phase δ différentes : globulaire pour la microstructure de l'état brut de réception et aciculaire pour la microstructure obtenue après un maintien de 30 minutes à 900 °C.

Ces deux conditions conduisent, indépendamment de la morphologie initiale des précipités, à une diminution de la fraction surfacique de phase δ au cours de l'essai de compression par dissolution dynamique. Ce constat semble indiquer que, dans le cas particulier où la fraction de phase δ initiale est inférieure à la fraction d'équilibre, les phénomènes mis en évidence au cours de cette étude ne suffisent pas à expliquer l'évolution de la fraction de phase δ au cours de la déformation.

En comparaison, les cinétiques de dissolution dynamiques décrivent relativement bien l'évolution de la fraction de phase δ pour les fractions surfaciques initiales de phase δ supérieures à la fraction d'équilibre.

Une étude complémentaire sur la mise en forme sub- δ -solvus à 940 °C en conditions unipasses ainsi qu'à 940 °C et 980 °C en conditions multipasses est donnée en Annexe 5, enfin une validation industrielle de conditions de mise en forme discutées au cours de l'analyse expérimentale est proposée en Annexe 6.

Conclusions intermédiaires

Mise en forme super- δ -solvus

La mise en forme en conditions super- δ -solvus a été appréhendée à 1050 °C avec trois objectifs majeurs : la compétition entre les mécanismes ayant lieu au cours d'un essai de compression à chaud, l'étude du comportement mécanique ainsi que le lien avec l'évolution de la microstructure au cours de la mise en forme et la détermination de la taille de grains obtenue après déformation. Ceci afin de déterminer si le cahier des charges industriel est respecté.

Une série d'essais interrompus a été réalisée à 1050°C, 10^{-2} s^{-1} afin de mettre en évidence les mécanismes responsables de l'évolution de microstructure au cours de la déformation. Pour $0,078 < \varepsilon < 0,11$, la germination de nouveaux grains est observable microscopiquement alors que la déformation critique macroscopique est déterminée à l'aide du taux d'écroutissage pour $\varepsilon \approx 0,15$. Le nombre important de sous-joints de grains observables pour des taux de déformation supérieurs à ε_p valide le caractère discontinu de la recristallisation dynamique de l'Inconel 718. La disparition des macles de recuit au cours de la recristallisation dynamique est également constatée.

Les conditions thermomécaniques influencent le comportement mécanique ainsi que l'évolution de microstructure. Une vitesse de déformation importante ou une température faible augmentent l'avancement de la recristallisation. La taille de grains initiale est également un paramètre modifiant la microstructure obtenue car l'avancement de la recristallisation est d'autant plus rapide que la taille de grains initiale est faible.

La mise en forme multipasses a été étudiée à 1050 °C, 10^{-1} s^{-1} selon deux chemins thermomécaniques correspondant à une trempe ou un maintien intermédiaire. La trempe intermédiaire et la seconde chauffe sont suffisantes pour permettre à la microstructure de recristalliser complètement ainsi qu'une croissance de grains l'amenant à une taille de grains équivalente à la première passe. Le maintien intermédiaire de 10 s permet uniquement la recristallisation complète avant la seconde passe.

Les tailles de grains obtenues ($D_{med_eq} = 15 \mu\text{m}$ et $D_{ASTM} = 9,5$) pour la mise en forme unipasse et celles obtenues pour la mise en forme multipasses ($D_{med_eq} = 17 \mu\text{m}$ et $D_{ASTM} = 9,0$) sont du même ordre de grandeur mais en dehors du cahier des charges industriel dont la borne supérieure est fixée à $D_{ASTM} = 10,0$.

Mise en forme sub- δ -solvus

La mise en forme en conditions sub- δ -solvus permet d'obtenir des tailles de grains finales plus petites que la mise en forme super- δ -solvus. Cela est dû à la présence de la phase δ au cours du cycle thermomécanique. La température retenue pour cette étude est fixée à 980 °C. La présence de la phase δ complexifie l'approche utilisée au cours de la mise en forme super- δ -solvus. Elle ajoute en effet deux paramètres supplémentaires à considérer : sa fraction surfacique (ou volumique) et sa morphologie.

La présence de phase δ , plus précisément sous forme aiguillée, modifie le comportement mécanique au cours de l'étape d'écroutissage de l'Inconel 718. Elle est responsable de l'anticipation de la contrainte maximale, initialement observable à un taux de déformation d'environ 0,2 pour la mise en forme de la matrice seule à 980 °C, à un taux de déformation de l'ordre de 0,05. La phase δ est également responsable, à un taux de déformation élevé, d'un adoucissement plus important que celui observé sur la matrice seule dans les mêmes conditions thermomécaniques.

Les cinétiques de dissolution statiques et dynamiques de la phase δ ont été évaluées en utilisant une cinétique du type Avrami identique à celle utilisée en précipitation statique au cours du Chapitre 2. L'originalité de l'approche réalisée dans ce manuscrit est d'intégrer l'évolution de la morphologie de la phase δ , correspondant à une globularisation, afin de mieux décrire les cinétiques de dissolution dynamiques au cours de la mise en forme.

Plus la vitesse de déformation est faible plus les cinétiques de dissolution dynamiques sont importantes prouvant que le paramètre clé est le temps passé à la température d'essai au cours de la déformation. La fraction volumique de phase δ diminue donc plus faiblement, pour un même taux de déformation, pour une vitesse de déformation plus élevée.

La taille de grains finale obtenue au cours d'une mise en forme sub- δ -solvus pour $\varepsilon = 0,69$ à 980 °C, 10^{-2} s^{-1} à partir d'une fraction volumique de phase δ de 9,7 % est de $D_{med_eq} = 2,9 \mu\text{m}$ et $D_{ASTM} = 14,0$. Une relation issue de la littérature permet également de prévoir la taille de grains finale pour une fraction volumique finale de phase δ donnée et par extension en utilisant les cinétiques de dissolution pour une fraction volumique de phase δ initiale. Cette fraction volumique initiale doit toutefois être supérieure à la fraction critique ($2,9 \% < f_{s\delta}^{critique} < 3,2 \%$) pour ancrer les joints de grains afin qu'il n'y ait pas de croissance de grains au cours de la chauffe.

Les tailles de grains finales déterminées au cours de l'étude sub- δ -solvus en présence d'une forte proportion de phase δ sont extrêmement faibles pour d'éventuelles sollicitations en fatigue ($D > 12 \text{ ASTM}$). Toutefois, l'essai réalisé à partir de l'état brut de réception présente une taille de grains plus en accord avec ce type de sollicitation visé, à savoir, $D_{med_eq} = 8,1 \mu\text{m}$ et $D_{ASTM} = 11,0$.

Chapitre 4 : Modélisation du forgeage de l’Inconel 718

4.1 Principales approches utilisées pour simuler la recristallisation dynamique.....	132
4.1.1 Simulation de la recristallisation dynamique.....	132
4.1.2 Simulation de la recristallisation couplée à la méthode des éléments finis	134
4.2 Présentation du modèle développé.....	137
4.2.1 Modèle de déformation : CristalECP	137
4.2.1.1 Critère de plasticité et loi d’écoulement.....	138
4.2.1.2 Loi d’écrouissage et loi d’évolution de la densité de dislocations	139
4.2.2 Modèle de recristallisation : CAREX	140
4.2.2.1 Modèle RecUPS.....	140
4.2.2.2 Evolutions du modèle : CAREX.....	143
4.2.3 Chaînage séquentiel et automatisation	146
4.2.3.1 Chaînage séquentiel entre CristalECP et RecUPS (approche simplifiée)	146
4.2.3.2 Chaînage séquentiel entre CristalECP et CAREX (nouvelle approche).....	147
4.2.4 Conditions aux limites et choix des agrégats	149
4.2.4.1 Conditions aux limites.....	149
4.2.4.2 Agrégat d’orientations aléatoires.....	150
4.2.4.3 Agrégat représentant une microstructure réelle	151
4.3 Résultats numériques	152
4.3.1 Identification des paramètres matériaux.....	152
4.3.1.1 Paramètres du modèle de déformation	153
4.3.1.2 Paramètres du modèle de recristallisation	156
4.3.2 Exploitation des résultats à l’échelle mésoscopique	161
4.3.2.1 Etude de l’évolution des paramètres mésoscopiques	161
4.3.2.2 Validation du chaînage séquentiel à l’aide d’indicateurs mésoscopiques	166
4.3.2.3 Recristallisation métodynamique.....	171
4.3.2.4 Prise en compte du maillage thermique.....	173
Conclusions intermédiaires	176

L'objectif de ce chapitre est de prévoir le comportement mécanique et l'évolution de microstructure de l'Inconel 718 au cours de la mise en forme à chaud à l'échelle mésoscopique. Cela nécessite de prendre en compte les phénomènes de déformation plastique et de recristallisation dynamique qui ont tous deux une influence spécifique sur l'évolution des propriétés des grains. Afin de décrire le comportement mécanique local de l'Inconel 718, l'approche utilisée est du type chaînage entre deux modèles cristallins, l'un de déformation, CristalECP, et le second de recristallisation, CAREX.

Dans un premier temps, une étude bibliographique est proposée afin de situer l'approche globale proposée par rapport aux autres travaux présentés dans la littérature. Dans un second temps, le modèle polycristallin, basé sur la plasticité cristalline, sera présenté puis le modèle de recristallisation. La suite du chapitre sera axée autour du chaînage réalisé entre ces deux modèles. Les différents agrégats polycristallins et les conditions aux limites utilisées au cours de l'analyse numérique seront introduits. Enfin, des comparaisons entre résultats expérimentaux et numériques seront présentées et discutées.

4.1 Principales approches utilisées pour simuler la recristallisation dynamique

Cette étude bibliographique recense dans un premier temps les différentes approches utilisées afin de décrire le phénomène de recristallisation dynamique. Dans un second temps, les études spécifiques des méthodes de simulation de la recristallisation couplées avec un code de calcul par éléments finis, utilisant la plasticité cristalline, sont présentées.

4.1.1 Simulation de la recristallisation dynamique

Depuis trois décennies, divers méthodes numériques ont été développées dans le but de prévoir les propriétés d'un matériau au cours de la déformation à chaud. Ces méthodes sont de deux types :

- *les modèles semi-analytiques*. Ces modèles sont historiquement liés à la description de la cinétique de type JMAK pour prévoir les évolutions de microstructure lors de la recristallisation. Toutefois, des travaux plus récents complexifient cette approche : on peut citer les travaux de Thomas *et al.* [THO07] sur les approches géométriques ("*geometrical framework*") ou de Bernard *et al.* [BER11] sur les champs moyens. Ces modèles ont l'avantage d'être peu coûteux en temps de calcul, néanmoins, l'évolution de la microstructure n'est pas correctement décrite puisque les effets morphologiques et topologiques sont difficilement pris en compte alors qu'ils ont un rôle non négligeable. L'approche envisagée dans ce manuscrit a pour objectif la représentation explicite de la microstructure. Par conséquent, ces modèles ne seront pas développés dans cette étude bibliographique.

- *les modèles basés sur une simulation de l'évolution de la microstructure*. Ils sont généralement coûteux en temps de calcul mais permettent de prendre en compte les champs mécaniques locaux et les interactions entre grains voisins, nécessaires à la description du phénomène de recristallisation dynamique qui est hétérogène.

Dans la littérature, les modèles basés sur l'évolution de la microstructure sont abordés sous différents aspects. Le premier aspect est lié à la modélisation purement mésoscopique de l'évolution de la microstructure, et le second correspond à une analyse multi-échelles du comportement mécanique. Ces deux aspects peuvent être traités à l'aide d'une ou plusieurs méthodes de calculs. Les différentes méthodes de simulation de l'évolution de la microstructure sont :

- *la méthode Monte-Carlo*. Cette méthode est retenue par Rollett *et al.* [ROL92] afin de simuler la recristallisation dynamique à partir de modèles antérieurement développés pour simuler la

croissance de grains [AND84] et la recristallisation statique [SRO88]. Dans ces modèles, il est supposé que l'incrément d'énergie stockée est identique quel que soit le site considéré. Quant aux sites réorientés au cours de la recristallisation, ils sont sélectionnés aléatoirement. L'incrément d'énergie stockée est également relié à la densité de dislocations (Equation 3.1.1). La contrainte d'écoulement dépendant de la densité de dislocations, il est possible de déterminer le comportement mécanique de l'échantillon simulé. Cette méthode est également choisie par Peczak qui y intègre une loi d'écoulement du type Kocks-Mecking [PEC95]. Il faut également noter que la forme du réseau de sites n'évolue pas, l'évolution de la forme des grains n'est donc pas prise en compte.

Cette méthode permet de décrire l'évolution de la microstructure (fraction recristallisée et taille des grains) et la contrainte d'écoulement aussi bien dans le régime transitoire que dans le régime permanent alors que la description des phénomènes physiques est très simplifiée.

- *la méthode Vertex*¹⁹. Cette méthode considère une microstructure sous forme d'interfaces dont la vitesse de migration est déterminée par la courbure locale du joint de grains. Cette approche a été développée pour simuler la croissance normale et anormale de grains [WEY98]. Il est également possible de simuler la recristallisation statique à partir d'une microstructure pouvant être décrite par des cellules de dislocations. Ce dernier point limite l'usage de cette méthode aux matériaux à forte énergie de défaut d'empilement. Il est donc difficile d'étendre l'usage de cette approche à l'étude de la recristallisation dynamique discontinue.

- *les automates cellulaires*. Développés dans les années 1940 par von Neumann, ce sont des algorithmes qui décrivent l'évolution spatiale et temporelle de systèmes complexes en appliquant des lois de transformation déterministes ou probabilistes à un réseau régulier ou non de cellules. Ces algorithmes sont utilisés pour la première fois pour modéliser l'évolution de microstructure en recristallisation statique par Hesselbarth et Göbel [HES91] puis en recristallisation dynamique par Goetz et Seetharaman [GOE98]. Un exemple de représentation des automates cellulaires, correspondant au modèle défini par Raabe [RAA99] pour la recristallisation statique, est donné sur la Figure 4.1.1.

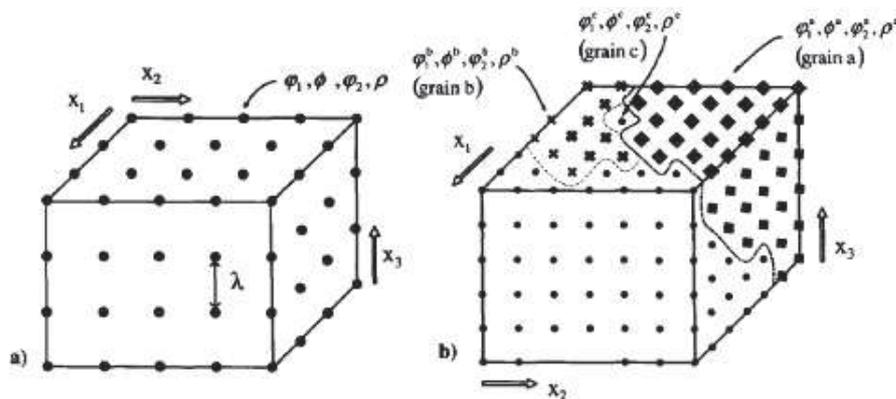


Figure 4.1.1 : (a) Représentation schématique d'une grille d'automates cellulaires. L'exemple est discrétisé en un réseau de cellules de mêmes dimensions. Chaque cellule est définie par une orientation cristalline (φ_1, φ_2) et une valeur d'énergie stockée (représentée par ρ qui est la densité de dislocations). L'automate est défini en trois dimensions considérant les premiers, deuxièmes et troisièmes voisins. (b) Les grains et les sous-grains sont représentés comme des régions de cellules ayant les mêmes orientations cristallines. La force motrice peut évoluer dans un grain [RAA99]

Le modèle défini par Raabe, basé sur les automates cellulaires, comprend deux étapes : un critère ("*switching rule*") est proposé, basé sur une loi déterministe de sélection (équation de Turnbull)

¹⁹ cette méthode n'a jamais été utilisée pour simuler la recristallisation dynamique, toutefois, les méthodes plus récentes comme les level-set ou les champs de phase sont issus de cette approche

de la cellule à réorienter, puis celui-ci est comparé à un nombre aléatoire, probabiliste et déterminé par un algorithme du type Monte-Carlo, afin de déterminer si le critère est satisfait ou non ("*switching decision*").

Pour la simulation de la recristallisation dynamique, d'autres modèles basés sur les automates cellulaires ont également été développés, comme celui à deux dimensions et ne considérant que les premiers voisins, proposé par Ding et Guo qui ont introduit des lois physiques de germination et de croissance de grains. Ces derniers n'utilisent plus l'énergie stockée comme variable d'état mais la densité de dislocations [DIN01].

Yazdipour *et al.* ont, sur la base des automates cellulaires, développé par la suite un modèle intégrant des lois physiques de germination et de croissance prenant en compte l'hétérogénéité de la distribution des densités de dislocations, celles-ci étant initialement attribuées aléatoirement [YAZ08]. L'évolution de la densité de dislocations suit une approche du type Kocks-Mecking complétée par l'introduction du taux d'écrouissage, correspondant aux travaux de Ryan et de McQueen, discuté dans le Chapitre 3 [RYA90]. Ce modèle est à deux dimensions et considère un rayon de trois cellules dans la recherche de voisins.

Depuis une décennie, la complexification des lois physiques utilisées pour décrire les mécanismes de germination et de croissance n'a plus évolué. En revanche, le développement des modèles basés sur les automates cellulaires a pris une nouvelle direction : la réalisation de couplages avec des algorithmes d'identification afin d'optimiser la description de l'évolution de la microstructure. Dans cette mouvance, on peut citer les études de Rane *et al.* [RAN05] utilisant un algorithme génétique, de Semiatin *et al.* [SEM07] utilisant l'approche géométrique de Thomas *et al.* [THO07], de Xiao *et al.* [XIA08] utilisant une technique de déformation topologique et celle de Jin et de Cui [JIN10] utilisant une méthode de réponse de surface adaptative (ARSM).

- *la méthode du type champs de phases.* Cette méthode a l'avantage de prendre en compte un temps de simulation physique et est également capable de restituer la courbure du joint contrairement aux méthodes citées précédemment. Les modèles développés sur cette méthode sont peu nombreux et relativement récents, on peut citer celui de Takaki *et al.* [TAK08] et [TAK09].

La densité de dislocations est également la variable d'état utilisée dans cette approche et son évolution suit la relation de Kocks-Mecking.

Dans toutes ces approches les incréments d'énergie stockée ne dépendent pas de l'orientation cristalline du grain. De plus, comme les effets d'interaction entre grains ne sont pas pris en compte, un site proche d'un joint de grains a le même comportement qu'un site au cœur d'un grain. Aussi pour prévoir les déformations intragranulaires et les variations spatiales d'énergie stockée, les modèles de recristallisation doivent être couplés à une méthode discrète de calcul des déformations avant recristallisation, en utilisant, par exemple, les éléments finis.

4.1.2 Simulation de la recristallisation couplée à la méthode des éléments finis

Il existe trois types d'approches pour modéliser la recristallisation couplée à la méthode des éléments finis : les automates cellulaires, les level-set et les champs de phase. L'approche du type automates cellulaires est la plus répandue et la plus ancienne. C'est aussi la plus simple à mettre en œuvre d'un point de vue numérique tant que l'on reste dans une configuration non déformée. Les deux autres approches sont au contraire peu répandues et plus récentes (datant toutes les deux de 2009). Ces trois approches sont décrites ci-dessous :

- *les automates cellulaires couplés aux éléments finis (CAFE).* Les modèles CAFE ont été initialement développés pour traiter la problématique de la solidification [GAN99]. Le champ de température est calculé dans le code éléments finis puis est transmis aux automates cellulaires qui simulent la structure de solidification en déterminant le déplacement des interfaces.

Ce type d’approche est utilisé plus récemment pour traiter la recristallisation. Les modèles CAFE traitant la recristallisation sont généralement multi-échelles : le code éléments finis détermine les grandeurs physiques macroscopiques locales comme la température, la vitesse de déformation ou l’incrément de temps et les transfère à un modèle mésoscopique basé sur les automates cellulaires permettant de calculer la densité de dislocations afin de déduire la contrainte d’écoulement à utiliser dans le modèle macroscopique. Un schéma de principe détaillant le fonctionnement de cette approche est présenté sur la Figure 4.1.2.

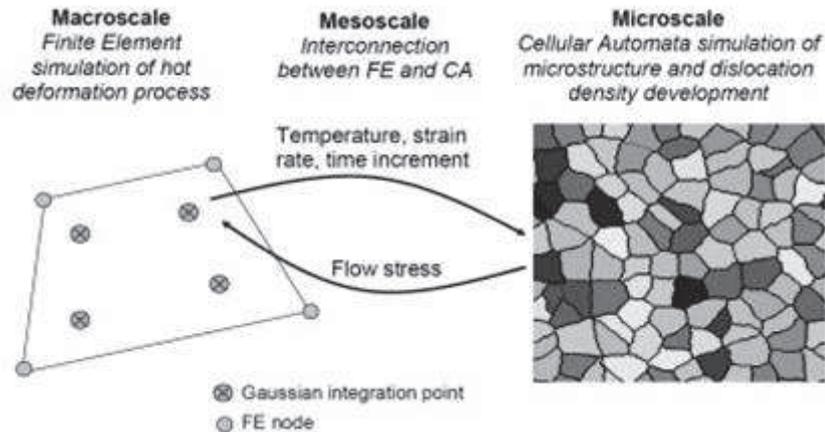


Figure 4.1.2 : Schéma de principe décrivant la méthode CAFE multi-échelles [GAW07]

On a donc, par point d’intégration du maillage du modèle par éléments finis, une grille de dimension n^2 de cellules permettant de déterminer la contrainte d’écoulement. La philosophie de l’ensemble des modèles CAFE (décrivant la recristallisation) de la littérature est équivalente à celle présentée sur la Figure 4.1.2. On peut citer les modèles de Das *et al.* [DAS07], Madej *et al.* [MAD09], Kuc *et al.* [KUC09] et Lee et Im [LEE10].

Enfin, une dernière approche des modèles CAFE est proposée dans la littérature via des codes éléments finis décrivant les champs mécaniques locaux à l’échelle mésoscopique par l’intermédiaire de lois de plasticité cristalline (CPFEM). Ces modèles ont été présentés par Raabe [RAA02], Eriau [ERI03] et Zheng *et al.* [ZHE09]. Ces trois approches des modèles CAFE/CPFEM ne sont cependant appliquées qu’à la simulation de la recristallisation statique. Toutefois, en continuité du travail initié par Eriau, Thébault est le premier et actuellement le seul à proposer un “couplage séquentiel” pouvant décrire la recristallisation dynamique avec une approche du type CAFE/CPFEM [THE09]. Le travail réalisé au cours de la présente étude s’appuie sur ce modèle qui sera développé dans la prochaine partie de ce chapitre.

L’approche du type CAFE/CPFEM est la plus contraignante des trois approches analysées car la méthode des automates cellulaires ne s’intègre pas facilement avec la méthode des éléments finis. Ceci est principalement dû au fait que les automates cellulaires ont été développés antérieurement et indépendamment des méthodes de simulations par éléments finis à l’inverse des méthodes du type level set ou champs de phases. L’objet du développement réalisé au cours de ce travail est donc d’améliorer au maximum le dialogue (du type chaînage) entre les éléments finis et les automates cellulaires.

- *les level set couplés aux éléments finis.* L’approche level-set consiste à définir un paramètre géométrique, nommé fonction level-set (locale ou globale), lié à chaque élément du maillage mais indépendant de ce dernier, traduisant la distance au joint de grains le plus proche (c’est-à-dire qu’un joint de grains ne correspond pas forcément à une frontière entre deux éléments du maillage). Un exemple de description d’une microstructure en trois dimensions est donné sur la Figure 4.1.3 en utilisant le paramètre lié à l’approche du type level set.

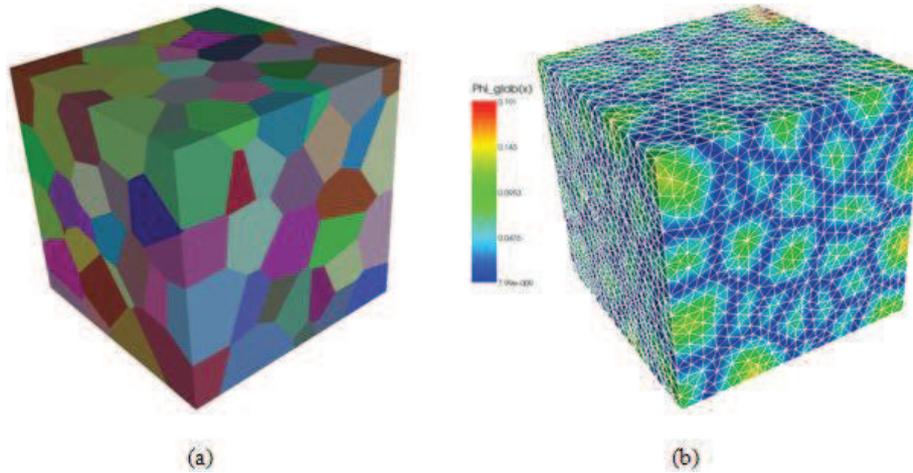


Figure 4.1.3 : (a) Agrégat polycristallin contenant 300 grains, les couleurs étant caractéristiques du numéro de grain et (b) Fonction level-set globale correspondante, le code couleur correspondant à la distance au joint de grains le plus proche [RES10]

Il faut noter que l’agrégat de la Figure 4.1.3(b) est maillé avec un maillage conforme (les nœuds et les frontières sont communs à tous les éléments) non structuré. Ce maillage n’est pas inhérent à la méthode level-set qui peut également s’appliquer sur un maillage régulier.

L’approche par la méthode level-set a été adaptée par Bernacki *et al.* [BER09] à la description du phénomène de recristallisation statique. Elle devrait être ensuite étendue à la recristallisation dynamique par Fabiano [FAB13].

L’utilisation de la méthode level-set couplée aux éléments finis a l’avantage de conserver la courbure du joint de grains afin d’appliquer des lois de réorientation basées sur des considérations physiques. Elle se distingue des méthodes du type CAFE qui ne conservent que la courbure liée à la discrétisation des grains.

- *les champs de phase couplés aux éléments finis.* Cette méthode est définie pour des cas à deux dimensions par Kobayashi *et al.* [KOB00]. Cette approche, couplée à la plasticité cristalline, définit deux champs de variables, η et θ , correspondant au taux de cristallinité et à l’orientation cristalline, respectivement (Figure 4.1.4).

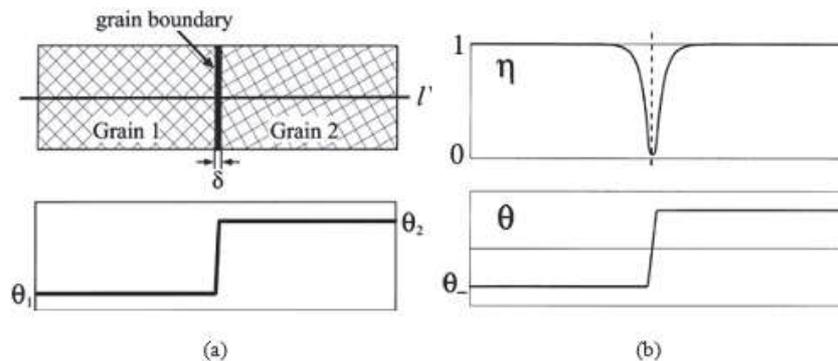


Figure 4.1.4 : (a) Représentation schématique d’un bicristal et (b) profil type de la configuration d’équilibre de η et θ pour une approche du type champs de phases [KOB00]

Les études d’Abrivard et de Takaki et Tomita sont les premières à présenter un couplage entre les champs de phase et la méthode des éléments finis [ABR09] et [TAK10]. Ces auteurs ont appliqué avec succès leur modèle à la simulation de la recristallisation statique.

Dans deux études récentes ([ABR12a et [ABR12b]), Abrivard *et al.* évoquent l’extension de leur modèle à la prise en compte de la recristallisation dynamique comme on peut le voir avec les résultats présentés sur la Figure 4.1.5.

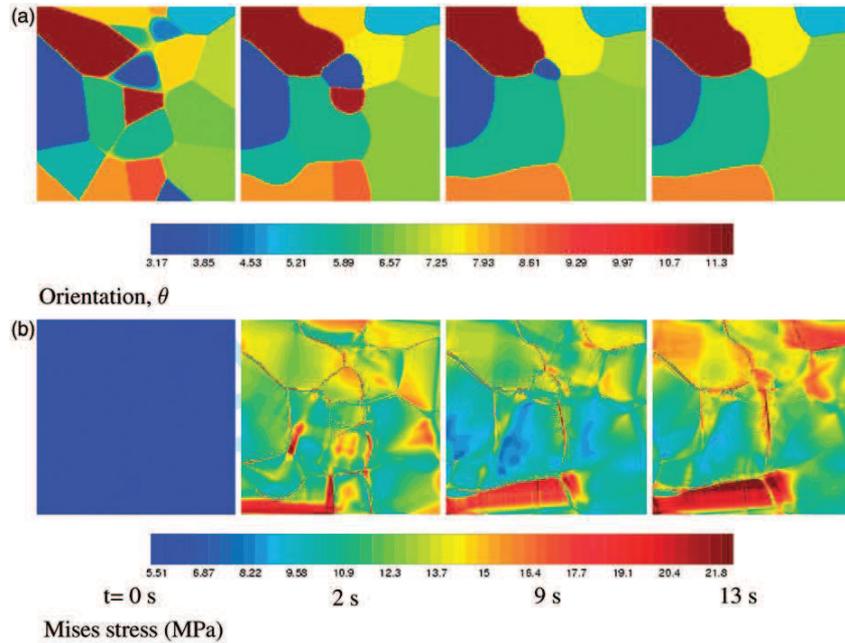


Figure 4.1.5 : Exemple d’une analyse couplée entre plasticité cristalline et champs de phase : distributions (a) des orientations cristallines et (b) de la contrainte équivalente de von Mises à $t = 0, 2, 9$ et 13 s dans un agrégat à deux dimensions subissant une compression de 1% à 300 °C [ABR12b]

Toutefois, de nombreuses questions restent ouvertes car le taux de déformation de l’agrégat de la Figure 4.1.5 est seulement de 1% , ce qui semble beaucoup trop faible pour que les mécanismes de recristallisation dynamique se mettent en place.

La revue bibliographique a permis de comparer les différentes approches utilisées pour modéliser la recristallisation statique couplée à un modèle de plasticité cristalline utilisant les éléments finis : les modèles CAFE, level-set et champs de phase. Toutefois, seule l’approche du type CAFE/CPFEM a été à ce jour capable de simuler le phénomène de recristallisation dynamique en reproduisant les principales tendances expérimentales. Dans la seconde partie de ce chapitre, le modèle CAFE/CPFEM développé précédemment [THE09] ainsi que les modifications apportées au cours de ce travail de thèse seront présentées.

4.2 Présentation du modèle développé

L’approche utilisée dans ce travail est composée d’un chaînage séquentiel entre un modèle de plasticité cristalline utilisant les éléments finis et un modèle de recristallisation utilisant les automates cellulaires. Ces deux modèles sont présentés séparément puis le chaînage des deux est décrit.

4.2.1 Modèle de déformation : CristalECP

L’utilisation de la méthode des éléments finis pour prévoir le comportement local des matériaux cristallins à partir des champs mécaniques locaux, s’est développée avec les travaux de Peirce et al. [PEI83], appliqués au monocristal, puis de Teodosiu et al. [TEO93], afin de l’adapter au cas des polycristaux, en y intégrant une loi d’évolution des densités de dislocations de type Kocks et Mecking [MEC81]. Cette approche s’est généralisée du fait de l’augmentation de la puissance de calcul qui permet actuellement de traiter des agrégats cristallins représentatifs de matériaux comportant plusieurs centaines de grains ou phases. L’intérêt des approches multicristallines est de

décrire au mieux les hétérogénéités intragranulaires résultant des interactions entre les grains et des effets des joints de grains. Cela suppose une bonne description spatiale de la morphologie de chaque grain et de leur orientation cristallographique.

Les approches cristallines couplées à la méthode des éléments finis prennent en compte la plasticité à l’échelle des systèmes de glissement dans les grains dont l’orientation est connue. Elles s’appuient sur des lois de comportement et d’écrouissage, et permettent de décrire les hétérogénéités de champs mécaniques locaux. La performance de ces modèles est liée aux lois physiques choisies, mais aussi à la représentativité de l’agrégat cristallin, au choix du maillage et aux conditions aux limites appliquées. L’utilisation de ces approches dans des logiciels de calcul du commerce nécessite l’écriture de sous-programmes du comportement correspondant aux lois retenues [PRI11]. Le logiciel utilisé dans la présente étude est Abaqus en utilisant un sous-programme de type UMAT implémenté par Hoc *et al.* [HOC01], Eriau *et al.* [ERI04], Libert *et al.* [LIB11] et Cédât *et al.* [CED12], sur la base des travaux de Smelser et Becker [SME89].

Le modèle CristalECP, utilise le formalisme des grandes transformations (grandes rotations de réseau, grandes déformations plastiques, mais faibles déformations élastiques) et s’appuie sur la théorie des dislocations continues [KRO61]. Il permet donc de rester dans le cadre de la mécanique des milieux continus et peut être implémenté dans un code éléments finis. La méthode consiste à affecter à chaque point de Gauss du maillage :

- *les propriétés microstructurales* de l’état initial (orientations cristallines, densités de dislocations, systèmes de glissement...),
- *un critère d’activation* du glissement plastique sur chaque système potentiel,
- *une loi de comportement* au niveau de chaque système actif,
- *une loi d’écrouissage* dépendant des dislocations mobiles et en position de forêt,
- *une loi d’évolution de la densité de dislocations.*

Les propriétés des éléments d’un même grain sont initialement identiques, mais se différencient au cours de la déformation, en relation avec les grains voisins. Le présent travail de thèse n’ayant pas porté sur le développement des lois de comportement du modèle CristalECP, il est brièvement présenté et ne sera pas au cœur des futures discussions. Chacune des lois utilisées dans ce modèle est développée dans la suite de ce chapitre.

4.2.1.1 Critère de plasticité et loi d’écoulement

Le comportement de chaque grain du polycristal est assimilé à celui d’un monocristal. Il y a déclenchement de la plasticité par activation d’un ou de plusieurs systèmes de glissement dès que le critère de Schmid est atteint, c’est-à-dire, quand la cission réduite τ^s sur le système de glissement (s) dans le grain considéré atteint la cission critique τ_c^s sur le système :

$$|\tau^s| = \tau_c^s \text{ et } \dot{\tau}^s = \dot{\tau}_c^s \quad (4.2.1)$$

La cission réduite pour un système de glissement (s) est calculée en fonction du tenseur de contrainte local sous la forme :

$$\tau^s = (\bar{\sigma} \cdot \bar{n}^s) \cdot \bar{m}^s \quad (4.2.2)$$

où \bar{n}^s est la normale au système de glissement (s) et \bar{m}^s est la direction du système de glissement (s), ces vecteurs évoluent en fonction de la rotation du grain avec la déformation suivant le schéma de Peirce *et al.* [PEI83].

La loi de comportement reliant l'amplitude de glissement $\dot{\gamma}^s$ du système (s) à la cission réduite sur ce système est une loi de type viscoplastique. Celle-ci se déduit de la théorie du mouvement thermiquement activé des dislocations dans les matériaux cristallins de structure cubique à faces centrées. Elle est exprimée sous la forme :

$$\dot{\gamma}^s = \rho_m^s b^2 \nu_D \exp\left(\frac{-\Delta G_0}{kT}\right) \left(\frac{\tau^s}{\tau_c^s}\right)^{\frac{\tau_c^s \Delta V^*}{kT}} \quad (4.2.3)$$

où ρ_m^s est la densité de dislocations mobiles, b , le vecteur de Burgers, ν_D , la fréquence de Debye, ΔG_0 , l'énergie d'activation relative au franchissement des obstacles, k , la constante de Boltzmann et ΔV^* , le volume d'activation.

On introduit les paramètres n et $\dot{\gamma}_0$, que l'on peut définir comme :

$$n = \frac{\tau_c^s \Delta V^*}{kT} \text{ et } \dot{\gamma}_0 = \rho_m^s b^2 \nu_D \exp\left(\frac{-\Delta G_0}{kT}\right) \quad (4.2.4)$$

où n est l'inverse du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation et $\dot{\gamma}_0$ est la vitesse de glissement de référence.

En remplaçant les paramètres de l'Equation 4.2.4 dans l'Equation 4.2.3, on obtient la forme finale de la loi d'écoulement utilisée dans CristalECP :

$$\frac{\dot{\gamma}^s}{\dot{\gamma}_0^s} = \left(\frac{\tau^s}{\tau_c^s}\right)^n \quad (4.2.5)$$

4.2.1.2 Loi d'érouissage et loi d'évolution de la densité de dislocations

La cission critique évolue selon la loi d'érouissage suivante :

$$\tau_c^s = \tau_0 + \mu b \sqrt{\sum_t a^{st} \rho^t} \quad (4.2.6)$$

où τ_0 est la friction du réseau, μ , le module de cisaillement, a^{st} , la matrice d'interaction entre deux familles de dislocations (s) et (t) et ρ^t , la densité de dislocations sur le système de glissement activé (t).

La matrice a^{st} dépend du nombre de systèmes de glissement et est du type 12*12 dans le cas d'une structure cubique à faces centrées. Les interactions entre systèmes ne sont pas toutes équivalentes comme le montre la Figure 4.2.1.

	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
A2	a_0	a_1^{copl}	a_1^{copl}	a_1^{coll}	a_2	a_2	a_1^{ortho}	a_2	a_2	a_1^{ortho}	a_2	a_2
A3		a_0	a_1^{copl}	a_2	a_1^{ortho}	a_2	a_1^{coll}	a_2	a_2	a_1^{ortho}	a_2	a_2
A6			a_0	a_2	a_2	a_1^{ortho}	a_2	a_1^{ortho}	a_2	a_1^{ortho}	a_2	a_1^{coll}
B2				a_0	a_1^{copl}	a_1^{copl}	a_1^{ortho}	a_2	a_2	a_1^{ortho}	a_2	a_2
B4					a_0	a_1^{copl}	a_2	a_1^{ortho}	a_2	a_2	a_1^{coll}	a_2
B5						a_0	a_2	a_2	a_1^{coll}	a_2	a_2	a_1^{ortho}
C1							a_0	a_1^{copl}	a_1^{copl}	a_1^{coll}	a_2	a_2
C3								a_0	a_1^{copl}	a_2	a_1^{ortho}	a_2
C5									a_0	a_2	a_1	a_1^{ortho}
D1										a_0	a_1^{copl}	a_1^{copl}
D4											a_0	a_1^{copl}
D6												a_0

Figure 4.2.1 : Matrice d'interactions pour un matériau à structure cubique à faces centrées [FRA84]

La matrice d'interactions comporte sept coefficients différents qui sont définis comme :

- a_0 , interactions entre mêmes familles de systèmes de glissement (auto-écrouissage)
- a_1^{copl} , interactions coplanaires
- a_1^{ortho} , interactions entre systèmes à vecteurs de Burgers orthogonaux (jonction de Hirth)
- a_1^{coli} , interactions entre systèmes déviés (colinéaires)
- a_2 , interactions de jonctions glissiles
- a_3 , interactions de jonctions sessiles (verrous de Lomer-Cottrell)

Pour les métaux de structure cubique à faces centrées, la matrice d’interaction se réduit à quatre paramètres supposés constants dans un domaine de déformations allant de 0,5 % à 3 % [FRA84]. A haute température, en l’absence de données, les quatre paramètres sont supposés identiques et seul a_0 sera identifié. Ce paramètre est supposé constant pour les déformations élevées puisqu’il n’y a pas création de parois de dislocations pouvant modifier les interactions entre dislocations comme ceci peut être le cas à température ambiante.

La loi d’évolution de la densité de dislocations du modèle CristalECP s’appuie sur les interactions du type forêt. Celle-ci correspond à l’équation généralisée du modèle de Kocks et al. [KOC76] :

$$\dot{\rho}^s = \frac{|\dot{\gamma}^s|}{b} \left(\frac{1}{L^s} - g_c \rho^s \right) \text{ avec } \frac{1}{L^s} = \frac{1}{D} + \frac{\sqrt{\sum_{t \neq s} \rho^t}}{K} \quad (4.2.7)$$

où K est un paramètre traduisant l’efficacité du mécanisme de création des dislocations, il est lié au libre parcours moyen des dislocations, L^s , qui correspond à la distance moyenne parcourue par une dislocation avant d’être immobilisée, g_c , la distance d’annihilation des dislocations, D le diamètre moyen des grains.

L’évolution de la densité de dislocations dans l’Equation 4.2.7 dépend donc de deux termes :

- *un de création*, correspondant à la multiplication des dislocations,
- *un d’annihilation*.

L’ensemble des paramètres matériaux à identifier est au nombre de douze, auquel il faut ajouter les coefficients de la matrice d’élasticité ainsi que la densité de dislocations initiale ρ_0 .

4.2.2 Modèle de recristallisation : CAREX

Le modèle de recristallisation CAREX est du type automate cellulaire développé par Solas *et al.* [SOL01]. Une version précédente, RecUPS, fut utilisée par Eriau pour modéliser le phénomène de recristallisation statique après une déformation réalisée dans CristalECP [ERI04]. Cette approche fut ensuite adaptée par Thébault, sous forme de chaînage séquentiel, pour modéliser la mise en forme de l’Udimet 720 en utilisant CristalECP pour le phénomène de déformation et RecUPS pour le phénomène de recristallisation dynamique [THE09].

La présentation du modèle de recristallisation est réalisée en deux étapes : dans un premier temps, le modèle RecUPS sera introduit puis les modifications apportées seront ensuite présentées.

4.2.2.1 Modèle RecUPS

RecUPS est un modèle à deux dimensions utilisant les automates cellulaires nécessitant que les propriétés matériaux soient représentées en configuration non déformée, c’est-à-dire sous forme d’un maillage régulier correspondant à la morphologie d’une zone acquise par EBSD.

L’utilisation de la méthode des automates cellulaires nécessite la prise en compte des cellules voisines. Dans RecUPS, un pavage hexagonal permet de définir facilement les premiers voisins. Le

passage du maillage carré utilisé en éléments finis au maillage hexagonal se fait en réalisant un décalage d’un demi-pas (Figure 4.2.2). Ainsi, l’ensemble des premiers voisins sont à égale distance.

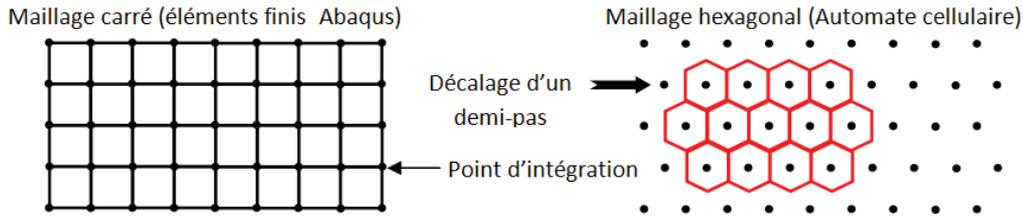


Figure 4.2.2 : Modification du pavage pour adapter le maillage carré utilisé dans CristalECP au maillage hexagonal de RecUPS [THE09]

Chaque élément du pavage hexagonal correspond à un site de l’automate cellulaire. Chaque site contient des informations du type :

- *angles d’Euler* ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$)
- *densité de dislocations totale*
- *composantes du tenseur des contraintes et des déformations* (pas utilisé dans RecUPS)

Afin de décrire la recristallisation dynamique discontinue, deux étapes sont intégrées dans le modèle RecUPS : la germination et la croissance.

Mécanismes lié à la germination

Deux critères sont à respecter pour qu’un germe puisse apparaître sur un site :

- *un critère topologique*, le site considéré doit nécessairement être localisé au niveau d’un joint de grains pour respecter la notion d’interface fortement désorientée au cours de la germination,
- *un critère énergétique*, fondé sur l’énergie stockée :

$$E_{\text{stockée}}^s \geq E_n \quad (4.2.8)$$

où E_n est la valeur de l’énergie stockée nécessaire à la germination.

A chaque étape du calcul, on parcourt l’intégralité des sites pouvant germer. Si le critère est respecté, le site est considéré comme un germe. Celui-ci conserve son orientation cristallographique mais son énergie stockée est réduite à $2,5 \cdot 10^{-5}$ mJ/mm³ (E_{rex}) correspondant à une densité de dislocations totale équivalente pour un site recristallisé (ρ_{rex}) de $1,2 \cdot 10^4$ mm⁻².

Mécanismes lié à la croissance

Un deuxième critère est défini pour déterminer si un site peut croître ou non. Il est uniquement basé sur l’énergie stockée de la façon suivante :

$$E_{\text{stockée}}^s \leq E_g \quad (4.2.9)$$

Pour qu’il y ait croissance de grain, il faut que le site considéré ait une énergie stockée suffisamment faible (Equation 4.2.9) pour qu’il soit encore considéré comme recristallisé. Le schéma représentant l’évolution de l’énergie stockée de la Figure 4.2.3 est introduit pour clarifier les critères proposés.

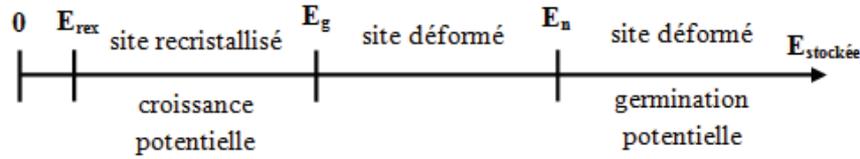


Figure 4.2.3 : Schéma représentant les différents critères (à identifier) du modèle RecUPS

Le mécanisme de croissance est introduit par l'équation générique :

$$\frac{dR}{dt} = V = -M(\Delta G - P_z) \quad (4.2.10)$$

où R est le rayon du grain considéré, V , la vitesse de migration du front de transformation, M , la mobilité de l'interface, ΔG , la force motrice et P_z , la pression de Zener (considérée nulle par la suite).

Pour un site satisfaisant à l'Equation 4.2.9, les six voisins hexagonaux sont étudiés afin de déterminer la direction de croissance. L'Equation 4.2.10 est donc appliquée à chacun des six voisins et seul celui présentant la plus grande vitesse de migration du front de transformation contribuera à la croissance.

La mobilité de l'interface entre les sites s et s' ($M^{ss'}$), s'exprime sous la forme :

$$M^{ss'} = M_m \left[1 - \exp\left(-\left(\frac{\theta^{ss'}}{10}\right)^3\right) \right] \quad (4.2.11)$$

où M_m est la mobilité moyenne pour une interface de forte désorientation et $\theta^{ss'}$, la désorientation entre les sites s et s' .

Le coefficient "10" au dénominateur a été identifié, de manière à obtenir une forte mobilité pour les joints de grains ($\theta^{ss'} > 15^\circ$) et une faible mobilité pour les sous-joints, correspondant à ce qui est observé expérimentalement.

La force motrice ΔG^s correspond à la variation d'énergie interne du système, entre l'état initial et l'état final, à condition qu'il y ait croissance du site s' à partir du site s (Figure 4.2.4).

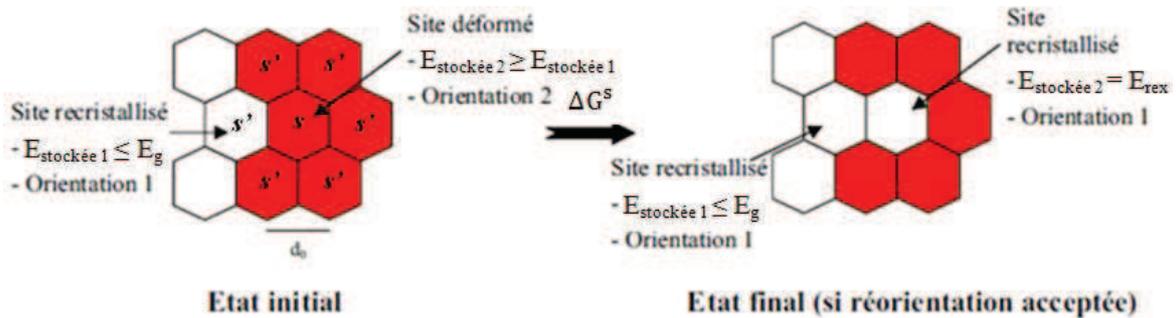


Figure 4.2.4 : Schéma de principe de la réorientation au cours de la croissance

La force motrice déterminée pour la croissance d'un site s' à partir d'un site s est :

$$\Delta G^s = \Delta E_{stockée}^s + \Delta E_{gb} \quad (4.2.12)$$

où $\Delta E_{stockée}^s$ est la variation de la densité d'énergie stockée et ΔE_{gb} est la variation de la densité d'énergie de joint de grains.

La densité d'énergie de joint de grains est définie par :

$$E_{gb} = \frac{1}{d_0} \sum_{\text{voisins}} \gamma^{ss'} \quad (4.2.13)$$

où d_0 est la dimension du site et $\gamma^{ss'}$, l'énergie de joint de grains entre les sites s et s' , exprimée à partir de l'équation de Read et Shockley :

$$\gamma^{ss'} = \gamma_m \frac{\theta^{ss'}}{\theta^*} \left[1 - \ln \left(\frac{\theta^{ss'}}{\theta^*} \right) \right] \text{ si } \theta^{ss'} \leq \theta^* \text{ et } \gamma^{ss'} = \gamma_m \text{ sinon} \quad (4.2.14)$$

où γ_m est l'énergie de joint de grains pour les fortes désorientations et θ^* , l'angle critique différenciant un joint d'un sous-joint, fixé à 15° .

Si la force motrice (seulement celle qui est maximale pour les différents voisins) est positive, il n'y a pas croissance. Si la force motrice est négative, la vitesse de migration du front de transformation est déterminée à partir de l'Equation 4.2.10.

Dans les simulations, l'unité de référence est le "pas de temps automate cellulaire" (noté "pas de temps AC"). A chaque cycle de déformation, il est associé un pas de temps t_{inc} , qui dépend du nombre de pas de temps AC et du temps total de la simulation t , tel que :

$$t_{inc} = \frac{t}{\text{nombre de pas de temps AC}} \quad (4.2.15)$$

Durant un incrément de temps t_{inc} , le joint de grains se déplace d'une distance d . Cette distance est comparée à la distance initiale entre deux sites voisins d_0 , ce qui donne la probabilité de réorientation P :

$$P = \frac{d}{d_0} = \frac{-M^{ss'} \Delta G^s t_{inc}}{d_0} \quad (4.2.16)$$

Cette probabilité P est comparée à un nombre aléatoire compris entre 0 et 1. Si cette probabilité est supérieure au nombre aléatoire, la réorientation est acceptée. Le nombre est aléatoire et non fixé, de manière à éviter les évolutions du type "tout ou rien" et les phénomènes d'ancrage. Enfin, lorsque la probabilité de réorientation a été calculée pour chaque site, la microstructure est mise à jour.

Cette mise à jour correspond à l'évolution microstructurale durant un incrément de temps t_{inc} et est égale à un pas de temps AC. L'incrément de temps t_{inc} doit être faible, de sorte que d reste inférieure à d_0 et donc que P reste inférieure à 1. C'est cette condition qui détermine le nombre de pas de temps AC, ainsi que l'incrément de temps t_{inc} .

4.2.2.2 Evolutions du modèle : CAReX

Une série de modifications a été apportée sur le modèle de recristallisation au cours de ce travail de thèse. Elle correspond au passage du modèle de recristallisation en deux dimensions à trois dimensions, à la modification de la loi de germination et à la prise en compte du maillage de recuit dans le modèle.

Loi de germination et passage du modèle en 3D

La principale caractéristique visible de la prise en compte de la troisième dimension dans le modèle de recristallisation est que le pavage hexagonal est abandonné. Le maillage carré (cubique) est conservé au cours du chaînage séquentiel entre les deux modèles. En pratique, cela augmente le temps de calcul car en 3D, il faut différencier les voisins pris en compte pour le calcul des différentes énergies (Figure 4.2.5).

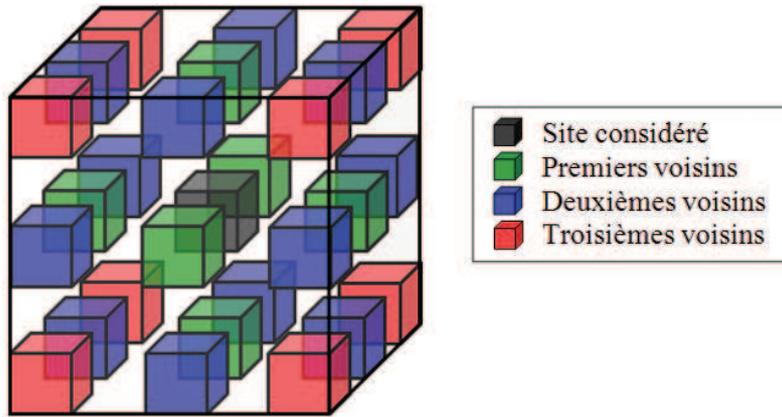


Figure 4.2.5 : Description schématique des voisins dans CAREX

La loi de germination utilisée précédemment (Equation 4.2.8) est une loi du type tout ou rien. Etant trop restrictive, elle est remplacée par une loi du type :

$$P_n = 1 - \exp\left(-\left(\frac{E_{stockée}^s}{E_n}\right)^{n_{rex}}\right) \quad (4.2.17)$$

où P_n est la probabilité de germination comprise entre 0 et 1 et n_{rex} , l’exposant de la loi de germination (paramètre à identifier).

Une représentation schématique comprenant douze grains composés chacun de seize éléments est donnée sur la Figure 4.2.6 afin de mettre en évidence l’influence de la nouvelle loi de germination. Cette figure présente également la conservation du maillage utilisé dans le modèle de déformation en comparaison avec la version précédente du modèle de recristallisation.

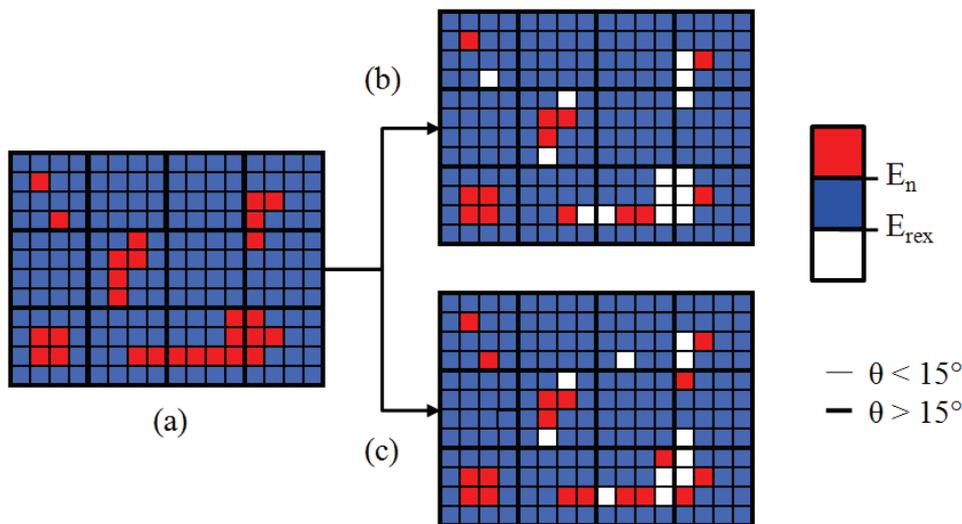


Figure 4.2.6 : Représentation schématique de sites recristallisant dans CAREX au cours de l’étape de germination, le code couleur correspondant à l’énergie stockée, (a) microstructure déformée, (b) sans la loi de germination et (c) avec la loi de germination

Après une étape de déformation, la distribution d’énergies stockées se résume à deux populations : de part et d’autre d’une énergie stockée seuil (Figure 4.2.6(a)). En intégrant l’Equation 4.2.17 dans le modèle de recristallisation, la germination devient plus aléatoire, un exemple de celle-ci résultant de l’utilisation de la nouvelle version du modèle est présenté sur la Figure 4.2.6(c).

La nouvelle loi de germination admet qu’un site ayant une énergie stockée supérieure au seuil ne puisse pas germer, et avec la même probabilité, admet qu’un site ayant une densité de dislocations inférieure au seuil puisse germer.

Maclage de recuit

L’introduction du maclage de recuit dans le modèle de recristallisation est réalisée en intégrant le mécanisme décrit par Gleiter [GLE69] à l’étape de germination et de croissance. La migration des joints s’effectue par reconstruction successive des plans (111). Dans le cas où un défaut d’empilement se produit, un joint de macle est créé. La désorientation correspond à une rotation de 60° autour d’un axe <111>. L’axe de rotation parmi les quatre possibles est déterminé par la direction de migration du joint de grains. Ainsi en évaluant la direction <111> du site *s* la plus proche de la direction de migration du joint, il est possible d’identifier le variant qui peut apparaître parmi les quatre possibles.

La probabilité *P* de réorientation d’un site par maclage respecte le critère suivant (analogue à l’Equation 4.2.16) :

$$X_n > P_{TWn} \text{ et } X_g > P_{TWg} \tag{4.2.18}$$

où X_n et X_g sont des nombres aléatoires compris dans l’intervalle [0,1], P_{TWn} , la probabilité de maclage de germination et P_{TWg} , la probabilité de maclage de croissance (paramètres à identifier).

L’Equation précédente introduit le maclage de recuit dans CAREX de manière probabiliste mais le variant est identifié de manière déterministe à partir de la direction de croissance (Figure 4.2.7).

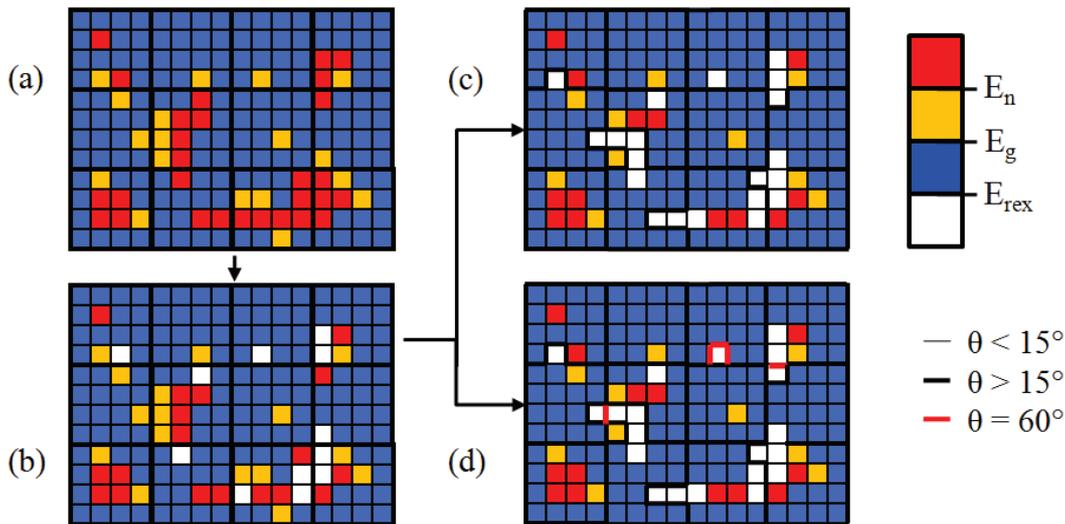


Figure 4.2.7 : Représentation schématique de sites recristallisant dans CAREX, le code couleur correspondant aux énergies stockées, (a) microstructure déformée, (b) après germination, (c) après croissance et (d) avec maclage thermique (germination et croissance)

L’introduction du maclage de recuit permet d’observer des désorientations de 60° sur la Figure 4.2.7(d) qui sont absentes de la Figure 4.2.7(c). Toutefois, l’analyse expérimentale du Chapitre 3 a montré que les macles de recuit tendent à disparaître avec l’augmentation de la déformation au cours de la mise en forme.

Toutefois, la fraction de macles augmente à nouveau si le refroidissement après mise en forme ou le maintien intermédiaire sont pris en compte (cas de la mise en forme multipasses). La discussion

et la validation de l’introduction du maillage de recuit au cours de la germination et de la croissance seront réalisées dans la partie consacrée à l’analyse des résultats numériques.

4.2.3 Chaînage séquentiel et automatisation

Le chaînage séquentiel est fondé sur le transfert de la densité de dislocations qui est la variable d’état des deux modèles. Toutefois, ce n’est pas la seule information qui doit être conservée d’un modèle à un autre pour décrire correctement l’évolution du comportement mécanique et de la microstructure.

L’objectif principal de la modélisation numérique a été d’optimiser le dialogue entre le modèle de déformation et celui de recristallisation, ainsi que l’échange d’informations. L’approche développée par Thébault est une approche simplifiée qui avait pour objectif de montrer premièrement la faisabilité du chaînage séquentiel de deux modèles, CristalECP qui est un modèle 3D avec RecUPS qui est un modèle 2D et deuxièmement de tester, par confrontation avec l’expérience, la validité de ce type d’approche.

4.2.3.1 Chaînage séquentiel entre CristalECP et RecUPS (approche simplifiée)

Afin de préciser les apports de la nouvelle approche numérique proposée, l’approche simplifiée de Thébault est décrite.

Le chaînage séquentiel, consiste en un dialogue entre les deux modèles grâce à des logiciels intermédiaires. Un schéma de cette approche simplifiée est présenté sur la Figure 4.2.8.

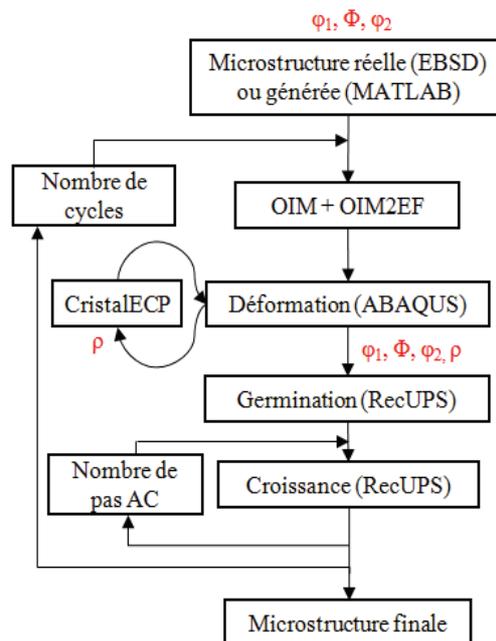


Figure 4.2.8 : Schéma de principe du chaînage séquentiel simplifié dans l’étude de Thébault

Le chaînage séquentiel, tel qu’il est décrit sur la Figure 4.2.8, consiste en une série de cycles successifs représentant chacun une étape manuelle de traitement des données (OIM et OIM2EF) suivie d’une étape de déformation puis d’une étape de recristallisation. Un cycle (N) comprend donc une étape (N,1) de modélisation de la déformation et une étape (N,2) de modélisation de la recristallisation.

L’étape de traitement des données dans le logiciel OIM permet, avec l’utilisation du logiciel OIM2EF, développé par O. Fandeur (CEA Saclay), de convertir les données initiales (acquisition

EBSD) ou obtenues à la sortie de chaque modèle en données utilisables par le modèle suivant. Ces différentes étapes, qui permettent de convertir au bon format les données de sortie d’un modèle en données d’entrée pour le modèle suivant, sont manuelles. Ce caractère manuel augmente considérablement le temps de calcul et nécessite la présence de l’utilisateur à chaque étape de traitement. L’inconvénient de la méthode simplifiée réside dans la perte ou l’altération de certaines données :

- *les angles d’Euler.* Ceux-ci sont modifiés par le logiciel OIM car l’identification des grains est réalisée en fixant une désorientation $\theta < 1^\circ$.

- *les contraintes internes et le gradient du déplacement.* En sortie du modèle de déformation (étape (N,1)), les contraintes internes et le gradient du déplacement en chaque point de Gauss sont calculées mais ne sont pas transmis au modèle suivant (étape (N,2)). Ces paramètres ne sont donc pas conservés au cycle (N+1). Au début du cycle (N+1), les contraintes internes et le gradient du déplacement redeviennent nuls.

- *la position des nœuds.*

- *les densités de dislocations.* Le modèle de déformation calcule en chaque point de Gauss, les densités de dislocations sur chaque système de glissement (s). A l’entrée du modèle de recristallisation, la densité de dislocations totale est calculée puis répartie également entre les systèmes. Il y a donc une perte d’information sur les systèmes activés entre les étapes (N,1) et (N+1,1).

Si elle a montré la faisabilité d’un calcul chaîné, l’étude simplifiée comporte une perte importante d’informations. Par rapport à l’approche simplifiée, la nouvelle approche apporte un grand nombre d’améliorations qui portent sur le modèle de recristallisation et sur l’échange d’informations entre modèles. L’ensemble est complètement automatisé et forme un ensemble cohérent implémenté dans le code ABAQUS.

4.2.3.2 Chaînage séquentiel entre CristalECP et CAReX (nouvelle approche)

L’objectif premier de ce chaînage séquentiel est d’atteindre un taux de déformation désiré sans aucune intervention intermédiaire de l’opérateur. Pour cela, la première étape est l’automatisation du traitement intermédiaire des données, ce qui revient à exclure l’utilisation des logiciels OIM et OIM2EF (leur utilisation est impérativement manuelle) dans le chaînage séquentiel.

Afin d’automatiser le dialogue entre les modèles, un format de données commun est défini. Celui-ci permet de regrouper l’ensemble des informations disponibles dans la version initiale du chaînage séquentiel : numéro de l’élément, orientations cristallines (stockées sous forme de matrices de rotations), coordonnées des centroïdes des éléments du maillage et densités de dislocations. Deux fichiers complémentaires contenant le tenseur des contraintes locales et les coordonnées des nœuds du maillage sont également utilisés afin de prendre en compte respectivement, les contraintes internes et la géométrie déformée.

La prise en compte du gradient de déplacement dans la nouvelle approche est réalisée sous la forme :

$$d\vec{x}_2 = \overline{\overline{F^2}} \cdot d\vec{x}_1 = (\overline{\overline{F^2}} \cdot \overline{\overline{F^1}}) \cdot d\vec{X} \quad (4.2.19)$$

où $d\vec{X}$ est un vecteur matériel de la configuration initiale (noté $C_0(t_0)$), $d\vec{x}_1$, le vecteur transformé de $d\vec{X}$ appartenant à la configuration C_1 à l’instant t_1 (noté $C_1(t_1)$), $d\vec{x}_2$, le vecteur transformé de $d\vec{X}$ appartenant à la configuration C_2 à l’instant t_2 (noté $C_2(t_2)$), $\overline{\overline{F^1}}$, est le tenseur de la transformation entre $C_0(t_0)$ et $C_1(t_1)$ et $\overline{\overline{F^2}}$, le tenseur de la transformation entre $C_1(t_1)$ et $C_2(t_2)$

La différence entre la décomposition du tenseur de transformation entre l'approche simplifiée et la nouvelle approche est illustrée sur le schéma donné sur la Figure 4.2.9.

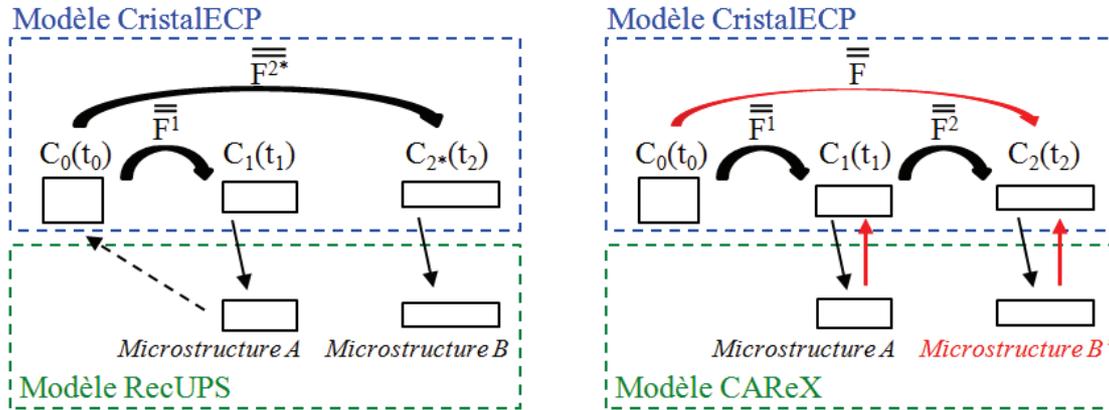


Figure 4.2.9 : Décomposition du tenseur des transformations (a) approche simplifiée et (b) nouvelle approche

Les tenseurs de la transformation sont liés à la transformation totale ($\bar{\bar{F}}$) par la relation suivante :

$$\bar{\bar{F}} = \bar{\bar{F}}^2 \cdot \bar{\bar{F}}^1 \text{ avec } \bar{\bar{F}} = [\bar{\bar{I}} + \overrightarrow{\text{grad}}(\bar{\bar{U}}_2)] \cdot [\bar{\bar{I}} + \overrightarrow{\text{grad}}(\bar{\bar{U}}_1)] \quad (4.2.20)$$

où $\bar{\bar{U}}_1$ est le vecteur déplacement entre $C_0(t_0)$ et $C_1(t_1)$, $\bar{\bar{U}}_2$, le vecteur déplacement entre $C_1(t_1)$ et $C_2(t_2)$ et $\bar{\bar{I}}$, le tenseur unité.

En comparaison, dans l'approche simplifiée, nécessitant une intervention manuelle entre $C_1(t_1)$ et $C_2(t_2)$, $\bar{\bar{F}}^1$, n'est pas conservé. Par conséquent, le déplacement $\bar{\bar{U}}_1 + \bar{\bar{U}}_2$ est appliqué entre $C_0(t_0)$ et $C_2(t_2)$. On obtient :

$$\overrightarrow{dx_2} = \bar{\bar{F}} \cdot \overrightarrow{dX} \text{ avec } \bar{\bar{F}} = \bar{\bar{I}} + \overrightarrow{\text{grad}}(\bar{\bar{U}}_1 + \bar{\bar{U}}_2) \quad (4.2.21)$$

Les deux valeurs obtenues du tenseur de transformation $\bar{\bar{F}}$ sont différentes dans les deux approches, l'expression de $\bar{\bar{F}}$ dans l'approche simplifiée étant approximative. Dans la nouvelle approche, le modèle de recristallisation étant implémenté dans ABAQUS, le chaînage séquentiel est également réalisé au sein du logiciel ABAQUS et donc les valeurs de $\bar{\bar{F}}^N$ sont conservées pour le cycle (N+1).

Les modifications importantes entre RecUPS et CAREX sont liées à l'écriture du modèle de recristallisation à trois dimensions puis à l'implémentation du modèle de recristallisation dans le code ABAQUS, permettant une meilleure description des paramètres mécaniques et de la microstructure. En effet, pendant le cycle (N), CristalECP fournit en chaque point de Gauss, la position des nœuds du maillage, les champs de contraintes, de déformation plastique, les orientations cristallines réactualisées et les densités de dislocations sur chacun des systèmes de glissement (s).

Les positions des nœuds, les orientations cristallines et les densités de dislocations sont injectées dans CAREX. CAREX détermine les éléments (sites) du maillage ayant recristallisé et la nouvelle densité de dislocations et orientation cristalline en ces points. Cette nouvelle microstructure est ensuite injectée dans CristalECP pour le cycle (N+1).

Le chaînage séquentiel est schématisé sur la Figure 4.2.10.

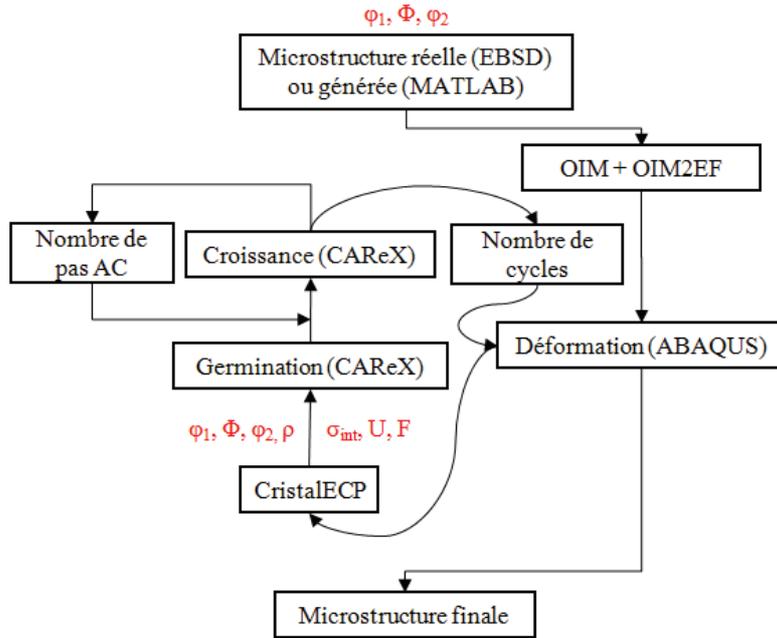


Figure 4.2.10 : Schéma de principe du chaînage séquentiel réalisé au cours du développement numérique

4.2.4 Conditions aux limites et choix des agrégats

La présente étude a pour objectif de simuler la mise en forme de l’Inconel 718 en conditions super- δ -solvus. Pour cela, il faut que les conditions aux limites imposées correspondent à celles d’un essai de compression et que l’agrégat utilisé soit un Volume Élémentaire Représentatif (VER) du matériau.

4.2.4.1 Conditions aux limites

Dans le modèle de déformation, les conditions aux limites, appliquées à l’agrégat, s’appuient sur les résultats obtenus par Schwartz sur des agrégats massifs [SCH11]. Ces dernières sont représentées sur la Figure 4.2.11.

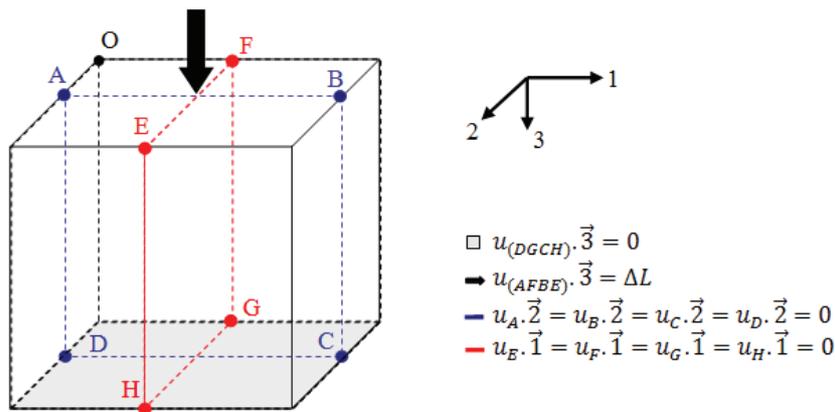


Figure 4.2.11 : Conditions aux limites appliquées aux agrégats au cours de la simulation du forgeage

Ces conditions aux limites permettent de ne représenter que la moitié de l’échantillon et permettent donc un gain en temps de calcul. En comparaison, le code automate cellulaire applique des conditions aux limites de type miroir.

Deux types d’agrégats sont utilisés dans ce travail de thèse :

- un agrégat d’orientations aléatoires permettant d’identifier les paramètres matériaux et de reproduire le comportement macroscopique en compression,
- un agrégat obtenu à partir d’une microstructure réelle afin de représenter l’évolution de microstructure.

4.2.4.2 Agrégat d’orientations aléatoires

L’agrégat d’orientations aléatoires est généré sous formes de cartographies 2D en respectant les conditions sur les angles d’Euler suivantes :

$$\begin{aligned} \varphi_1 &= \text{random}[0,2\pi[\\ \varphi &= \text{acos}(\text{random}[-1,1]) \\ \varphi_2 &= \text{random}[0,2\pi[\end{aligned} \tag{4.2.18}$$

Les cartographies 2D sont ensuite assemblées à l’aide du logiciel OIM2EF afin d’obtenir un agrégat en trois dimensions.

L’agrégat d’orientations aléatoires est choisi afin de générer un Volume Élémentaire Représentatif (VER) défini par un nombre de grains suffisant pour obtenir les bonnes propriétés mécaniques et textures initiales. Le nombre de grains est donc fixé à 1000 car ce nombre est considéré comme suffisant dans d’autres études similaires [KOC98]. De plus, il a été observé au Chapitre 2 que l’Inconel 718 présente une texture isotrope.

Plusieurs agrégats d’orientations aléatoires de 8000 éléments (8 éléments / grain) sont générés, sur la base de l’Equation 4.2.18, afin d’évaluer la dispersion due à l’influence des orientations cristallines sur le comportement mécanique (pour un jeu de paramètres matériaux fixé) à une déformation totale de 0,1 (Figure 4.2.12).

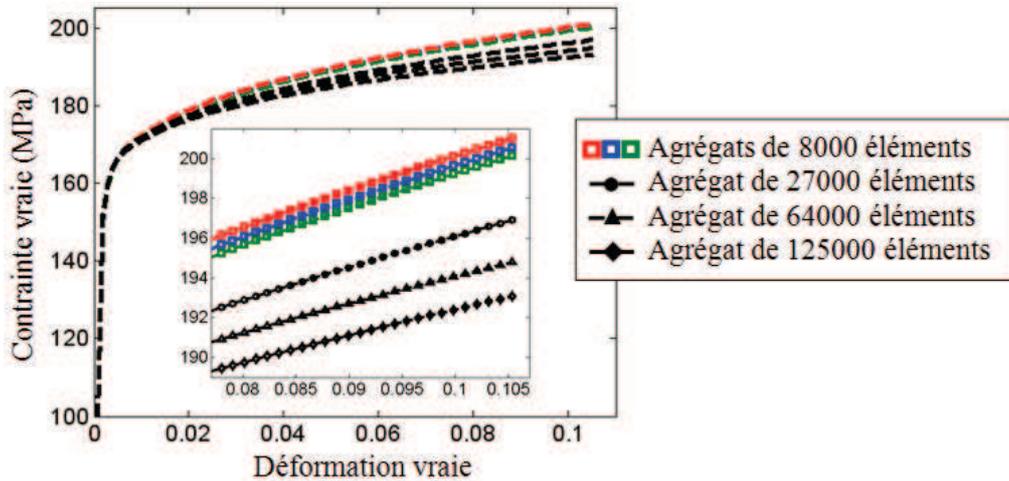


Figure 4.2.12 : Comparaison des courbes de compression obtenues avec CristalECP pour un taux de déformation allant de 0 à 0,11 en fonction de l’orientation cristalline et du nombre d’éléments par agrégat (pour un nombre constant de 1000 grains)

Les trois réponses mécaniques obtenues pour les agrégats d’orientations aléatoires contenant 8000 éléments sont équivalentes (écart maximal inférieur à 2 MPa), ce qui montre que les trois agrégats sont quasiment équivalents et correspondent à un volume élémentaire représentatif. Cela justifie pour un VER le nombre de 1000 grains.

D'autre part, si l'on augmente le nombre d'éléments par grain, on constate une légère influence sur le taux d'écroutissage : celui-ci diminue lorsque le nombre d'éléments est plus important. Toutefois, l'écart mesuré sur les contraintes entre les différentes courbes obtenues pour 27000 à 125000 éléments reste limité à moins de 4 MPa.

Le temps de calcul nécessaire pour atteindre une déformation de 0,1 en fonction du nombre d'éléments de l'agrégat est représenté sur le Tableau 4.2.1.

Tableau 4.2.1 : Evolution du temps de calcul en fonction du nombre d'éléments dans un agrégat

Nombre d'éléments dans l'agrégat	Temps de calcul pour $\epsilon = 0,1$ (min)
8000	3,4
27000	18,7
64000	98,3
125000	319,7

La sélection d'un agrégat réside dans un compromis entre le temps de calcul et la meilleure description du comportement mécanique macroscopique. Le meilleur compromis entre le temps de calcul et la description macroscopique du comportement mécanique est celui correspondant à l'agrégat d'orientations aléatoires contenant 64000 éléments (Figure 4.2.13). Cet agrégat est représenté avec un outil de représentation développé sur le logiciel MATLAB par N. Roubier : VisuAG3D.

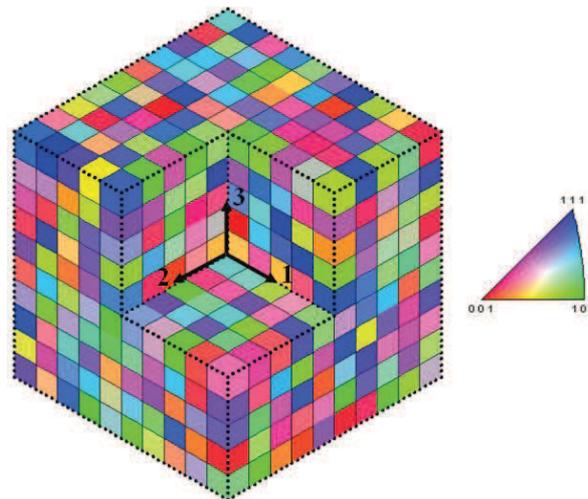


Figure 4.2.13 : Coupe de l'agrégat d'orientations aléatoires de 64000 éléments et de 1000 grains utilisé dans l'identification des paramètres matériaux

L'agrégat d'orientations aléatoires représente donc un cube de dimensions 440*440*440 μm , maillé avec un pas de 11 μm selon les trois directions de l'espace (4*4*4 éléments / grain).

4.2.4.3 Agrégat représentant une microstructure réelle

L'agrégat représentant une microstructure réelle a été obtenu au cours de la thèse de Schwartz [SCH11]. Ce dernier a réalisé un agrégat 3D sur un acier 316 LN à partir de 30 couches recalées de 600 μm * 600 μm par pas de 1 μm . Chaque couche est obtenue par polissages successifs et par EBSD avec un pas de 5 μm entre chaque couche. La reconstruction numérique de l'agrégat est détaillée dans l'étude de Schwartz [SCH11].

Cet agrégat a été obtenu sur un matériau de structure cubique à face centrées. L'agrégat présente une texture isotrope (l'acuité étant déterminée sur une couche d'environ 600 grains et vaut

2,67) dû à la présence des macles de recuit en forte proportion (53 %). Cet agrégat peut donc être considéré comme étant de l'Inconel 718 ayant subi un maintien de 15 min à 1050 °C : fraction de macles (54 %) et acuité maximale de texture de 1,86 (pour environ 3000 grains). Seule une conversion est nécessaire afin d'adapter la dimension du maillage de l'agrégat à la taille de grains ($D_0 = 44 \mu\text{m}$) de l'Inconel 718. Pour cela, la dimension d'un élément est multipliée par deux. Seul un quart de l'agrégat est utilisé dans la présente étude pour décrire les évolutions de la microstructure avec suffisamment de précision tout en conservant un temps de calcul raisonnable.

L'agrégat d'Inconel 718 représentant une microstructure réelle mesure $600 \times 300 \times 600 \mu\text{m}$ avec un pas de $8 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m} \times 8 \mu\text{m}$ et contient donc $75 \times 30 \times 75$ éléments (soit un total de 168750 éléments) pour un total de 1200 grains (Figure 4.2.14).

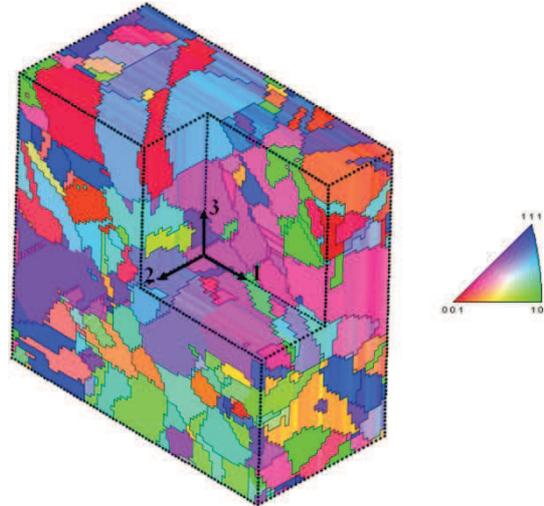


Figure 4.2.14 : Coupe de l'agrégat représentant une microstructure réelle de 168750 éléments

Les deux agrégats présentés, le paragraphe suivant est consacré aux résultats obtenus à l'aide de ce chaînage séquentiel.

4.3 Résultats numériques

Deux axes sont abordés dans cette approche numérique :

- *l'identification des paramètres matériaux* nécessaires au chaînage séquentiel des deux modèles afin de décrire les comportements mécaniques expérimentaux (réalisée sur l'agrégat d'orientations aléatoires),

- *la modélisation de l'évolution de la microstructure* associée aux différentes étapes de la mise en forme pour divers comportements mécaniques expérimentaux (réalisée sur l'agrégat représentant une microstructure réelle),

4.3.1 Identification des paramètres matériaux

L'identification des paramètres matériaux est réalisée sur l'agrégat d'orientations aléatoires afin d'avoir suffisamment de grains pour que la réponse mécanique soit statistique (voir Libert *et al.* [LIB11]).

Cette partie présente les différents paramètres matériaux, leur méthode de détermination ainsi que les valeurs de ces derniers afin de décrire le comportement mécanique au cours de la mise en forme en fonction des conditions thermomécaniques choisies.

4.3.1.1 Paramètres du modèle de déformation

Présentation des méthodes d’identification des paramètres

Trois sources ont permis de déterminer les paramètres matériaux du modèle de déformation : la bibliographie, les données expérimentales et l’identification des paramètres. La bibliographie permet de définir a priori quelques uns des paramètres matériaux :

- *la matrice d’élasticité*. Celle-ci s’exprime sous la forme suivante :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{31} \\ 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (4.3.1)$$

où C_{11} , C_{12} et C_{44} sont les coefficients de la matrice d’élasticité d’un matériau présentant une symétrie cubique.

Les coefficients de la matrice d’élasticité de l’Inconel 718 ne sont pas disponibles dans la littérature pour des températures correspondant aux gammes de mise en forme. Toutefois, en posant l’hypothèse que l’élasticité est isotrope, ces coefficients peuvent s’exprimer en fonction de paramètres plus accessibles comme le module de Young (E), le module de cisaillement (μ) et le coefficient de Poisson (ν) exprimés pour une température donnée [SPE07] :

$$\mu = C_{44} = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12}) \quad (4.3.2)$$

$$E = \mu \frac{\frac{3}{2}(C_{11} + C_{12}) + 2\mu}{\frac{1}{2}(C_{11} + C_{12}) + \mu} \quad (4.3.3)$$

$$\nu = \frac{\frac{1}{2}(C_{11} + C_{12})}{(C_{11} + C_{12}) + \frac{\mu}{2}} \quad (4.3.4)$$

Les paramètres précédents sont regroupés dans le Tableau 4.3.1.

Tableau 4.3.1 : Modules de Young et de torsion de l’Inconel 718 en fonction de la température [SPE07]

	E (GPa)	μ (GPa)	ν
980°C	120,0	44,8	0,34
1050°C	107,2	38,9	0,40

- *la matrice d’écrouissage*. Elle est tirée de la thèse de Thébault [THE09]. Cette dernière est utilisée dans le cadre de la mise en forme à chaud du superalliage base nickel Udimet 720 et est du même ordre de grandeur dans cette étude. L’écrouissage est supposé isotrope en première approximation, ce qui permet de réduire l’écrouissage à un seul paramètre.

Les données expérimentales permettent de déterminer plusieurs paramètres :

- *l’inverse du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation*. Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation est déterminé expérimentalement à l’aide des courbes de compression présentées dans le Chapitre 3.

- *la taille de grains initiale.* Elle est déterminée par EBSD. Les joints spéciaux du type $\Sigma 3$ sont considérés comme des joints de grains.

- *le vecteur de Burgers.* Ce dernier est lié au paramètre de maille de la matrice cubique à faces centrées déterminé expérimentalement à l’aide de la diffraction des rayons X :

$$b = \frac{a_{\gamma}\sqrt{2}}{2} \quad (4.3.5)$$

Enfin les cinq derniers paramètres sont identifiés en minimisant l’écart entre les courbes calculées et les courbes expérimentales par la méthode des moindres carrés en utilisant un algorithme de Gauss-Newton [NOC06] :

- *la densité de dislocations initiale.* Le modèle de déformation est utilisé dans le but de représenter l’étape de mise en forme du cycle thermomécanique, donc après l’étape de chauffe. Les quinze minutes de chauffe ont permis de considérer que le matériau est bien recristallisé, présentant ainsi une densité de dislocations relativement faible.

- *la vitesse de glissement de référence.* Cette dernière est estimée à partir de l’Equation 4.2.3 : ρ_m^s , valant un dixième de la densité de dislocations totale (ρ_0), ΔG_0 , étant considéré comme équivalent à l’énergie d’activation pour l’autodiffusion du nickel pour les superalliages base nickel [REE08] et v_D pouvant être écrit sous la forme :

$$v_d = \left(\frac{3N}{4\pi V}\right)^{1/3} \cdot V_s \quad (4.3.6)$$

où le rapport $\frac{N}{V}$ est la densité atomique et V_s , la vitesse du son dans le matériau considéré.

- *la friction du réseau, la distance d’annihilation des dislocations et le facteur traduisant le libre parcours moyen.* Lors de l’identification, certains paramètres sont bornés afin de réduire le nombre de solutions. Les bornes sont issues de la thèse de Thébault [THE09].

Identification des paramètres matériaux pour $T = 1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

Pour l’identification des paramètres, le pic de contrainte initial ($\epsilon < 0,02$) n’est pas pris en compte. En effet, le modèle de déformation CristalECP ne peut pas reproduire ce pic de contrainte initial. L’identification des paramètres matériaux pour le modèle de déformation est réalisée pour un taux de déformation inférieur au seuil de déclenchement de la recristallisation dynamique (ϵ_c). Ce seuil a été déterminé au Chapitre 3 pour cette condition de mise en forme : il est de l’ordre de 0,15. Toutefois, l’observation des microstructures obtenues après mise en forme a permis d’observer un début de recristallisation dès $0,078 < \epsilon < 0,11$. L’identification des paramètres matériaux, pour cette condition thermomécanique, est donc réalisée entre $0,02 < \epsilon < 0,078$.

L’utilisation de l’algorithme de Gauss-Newton sur les cinq paramètres que sont ρ_0 , $\dot{\gamma}_0$, τ_0 , g_c et K a permis de minimiser l’écart entre le mesure expérimentale et le comportement mécanique obtenu à partir du modèle de plasticité cristalline. L’ensemble des paramètres matériaux déterminés pour cette condition thermomécanique sont donnés sur le Tableau 4.3.2.

Tableau 4.3.2 : Paramètres matériaux de l’Inconel 718 pour une mise en forme à $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 10^{-2} s^{-1}

C_{11} (MPa)	C_{12} (MPa)	C_{44} (MPa)	a^{st} (-)	m^{-1} (-)	D_0 (mm)	b (mm)	ρ_0 (mm^{-2})	$\dot{\gamma}_0$ (s^{-1})	τ_0 (MPa)	g_c (mm)	K (-)
1,97 10^5	1,19 10^5	3,9 10^4	8,0 10^{-3}	5,4	5,5 10^{-2}	2,6 10^{-7}	1,0 10^7	3,3 10^{-5}	5,0	3,0 10^{-5}	2,1 10^1

Le comportement mécanique identifié pour cette condition thermomécanique est superposé au comportement mécanique expérimental sur la Figure 4.3.1.

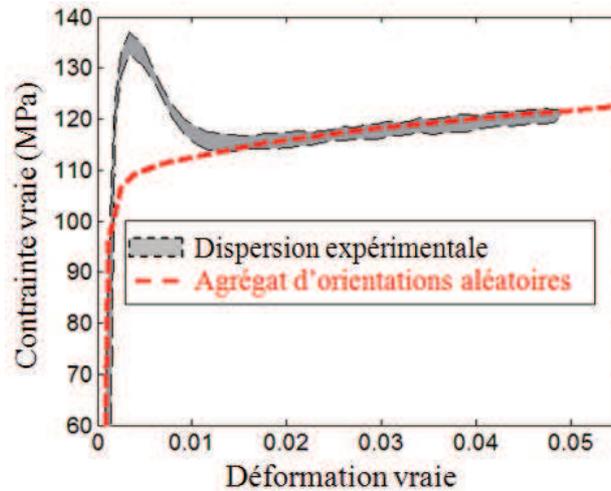


Figure 4.3.1 : Comparaison des courbes de compression expérimentale et numérique de l'Inconel 718 (à 1050 °C et 10^{-2} s^{-1}) après identification des paramètres du modèle de déformation CristalECP

L'excellent accord entre le comportement mécanique expérimental représenté par la dispersion déterminée sur l'ensemble des essais réalisés à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} et le résultat numérique permet de valider le jeu de paramètres matériaux présenté dans le Tableau 4.3.2 pour cette condition thermomécanique.

Extrapolation à d'autres conditions thermomécaniques

Cette étude s'intéresse à l'influence de :

- *la vitesse de déformation* sur l'évolution des paramètres du modèle de déformation. Pour cela, deux comportements mécaniques supplémentaires sont modélisés à 10^{-1} s^{-1} et 10^0 s^{-1} (pour une température constante de 1050 °C). Le seul paramètre matériau pouvant dépendre de la vitesse de déformation est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation (m). Celui-ci a été déterminé expérimentalement au Chapitre 3 et est constant sur la gamme de vitesses étudiée.

- *la température de déformation*. Pour cela, le comportement mécanique correspondant à l'essai réalisé à 980°C, 10^{-2} s^{-1} après un maintien à 1050 °C est identifié. Cinq paramètres dépendent de la température dans le modèle de déformation : la matrice d'élasticité (C_{11} , C_{12} et C_{44}), la vitesse de glissement de référence ($\dot{\gamma}_0$) et la friction du réseau (τ_0). Les trois premiers paramètres sont obtenus à partir des modules d'élasticité donnés dans le Tableau 4.3.1, la vitesse de glissement de référence est estimée, à partir des paramètres identifiés à 1050°C 10^{-2} s^{-1} , en appliquant l'Equation 4.3.4 et la friction du réseau est ajustée (elle augmente quand la température diminue).

- *la taille de grains initiale*. Celle-ci est également prise en compte puisqu'un essai a été réalisé à 980 °C, 10^{-2} s^{-1} après une chauffe à 1050 °C. Les paramètres à modifier sont ceux liés au comportement élastique (C_{11} , C_{12} et C_{44}) et au taux d'écroutissage (D_0 et K).

La détermination des paramètres matériaux intégrant l'influence de la vitesse et de la température de déformation, ainsi que de la taille de grains initiale sur la courbe de compression est réalisée pour cinq conditions thermomécaniques. Les résultats obtenus sont tracés sur la Figure 4.3.2 et comparés aux courbes de compression expérimentales. Le bon accord obtenu entre les courbes expérimentales et numériques valide l'identification des paramètres matériaux pour ces différentes conditions d'essai.

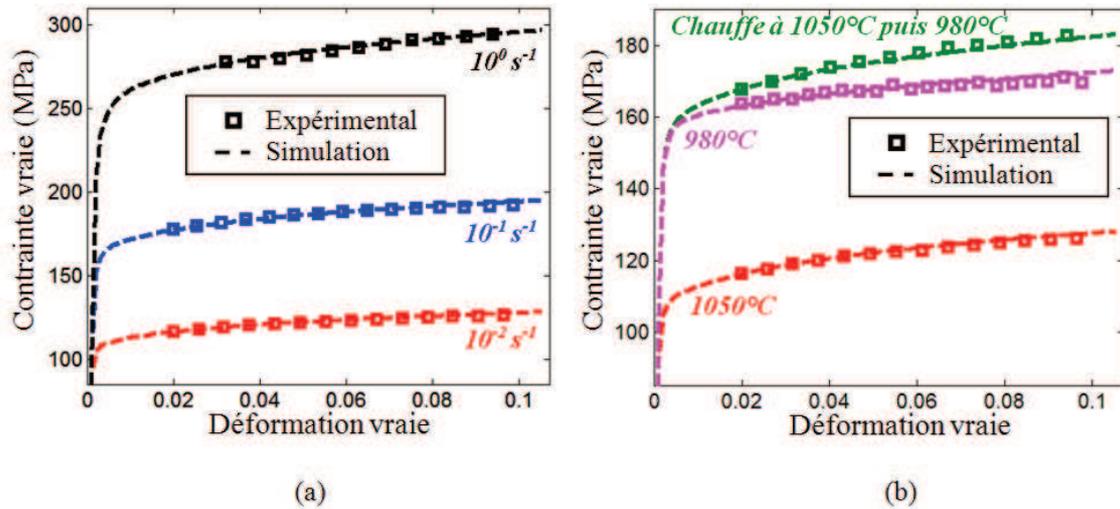


Figure 4.3.2 : Comparaison des comportements mécaniques identifiés aux courbes expérimentales, (a) à 1050 °C pour trois vitesses de déformation et (b) à 10^{-2} s^{-1} pour deux températures et deux tailles de grains initiales

Les paramètres déterminés pour décrire les comportements en compression de la Figure 4.3.2(b) sont donnés sur le Tableau 4.3.3.

Tableau 4.3.3 : Evolution des paramètres matériaux en fonction de la température d’essai et de la taille de grains initiale

Conditions d’essai			C_{11}	C_{12}	C_{44}	$\dot{\gamma}_0$	τ_0	D_0	K
$T_{\text{chauffé}}$	$T_{\text{déformation}}$		(MPa)	(MPa)	(MPa)	(s^{-1})	(MPa)	(mm)	(mm^2)
1050°C	1050°C	10^{-2} s^{-1}	$1,6 \cdot 10^5$	$8,0 \cdot 10^4$	$3,9 \cdot 10^4$	$3,3 \cdot 10^{-5}$	5,0	$5,5 \cdot 10^{-2}$	$2,1 \cdot 10^1$
1050°C	980°C	10^{-2} s^{-1}	$1,4 \cdot 10^5$	$4,9 \cdot 10^4$	$4,5 \cdot 10^4$	$8,5 \cdot 10^{-6}$	7,1	$5,5 \cdot 10^{-2}$	$2,1 \cdot 10^1$
980°C	980°C	10^{-2} s^{-1}	$1,4 \cdot 10^5$	$4,9 \cdot 10^4$	$4,5 \cdot 10^4$	$8,5 \cdot 10^{-6}$	7,1	$2,7 \cdot 10^{-2}$	$2,8 \cdot 10^1$

Les paramètres matériaux du modèle de déformation ayant été déterminés pour cinq conditions expérimentales, la suite de l’étude porte sur l’identification des paramètres du modèle de recristallisation.

4.3.1.2 Paramètres du modèle de recristallisation

En accord avec les résultats expérimentaux et pour un essai réalisé sur un pion à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} , le premier cycle de déformation-recristallisation est fixé à $\epsilon = 0,11$. La durée des autres cycles de déformation-recristallisation correspond à un taux de déformation de 0,025. L’ensemble des cinq comportements mécaniques identifiés à l’aide du modèle de déformation suivront le même "cyclage".

Cette présentation des paramètres du modèle de recristallisation comprend trois parties correspondant : au rappel des paramètres du modèle de recristallisation, à l’identification des paramètres sur la condition thermomécanique de référence (1050 °C, 10^{-2} s^{-1}) et à leur extension aux diverses conditions thermomécaniques de l’analyse numérique.

Rappel sur les paramètres du modèle de recristallisation

Les différents paramètres du modèle de recristallisation sont (Tableau 4.3.4) :

- *l’énergie de joint de grains*. Celle-ci est issue de l’étude de Kermanpur *et al.* (700 mJ/m^2) qui ont utilisé un automate cellulaire pour prévoir la solidification de l’Inconel 718 pour une température

de 1200 °C [KER03]. Cette énergie est du même ordre de grandeur que celle utilisée par Thébault (250 mJ/m²) [THE09].

- *la mobilité des joints*. Ce paramètre est complexe à déterminer car il existe peu de données dans la bibliographie. De plus, les études, sont le plus souvent réalisées sur des métaux purs comme l’étude d’Olmsted *et al.* pour du nickel pur à 1400 K [OLM09]. Ces auteurs ont utilisé la méthode EAM (*Embedded Atom Method*) couplée à la dynamique moléculaire pour simuler le comportement de 388 désorientations. Une partie des résultats obtenus par ces auteurs sont présentés sur la Figure 4.3.3.

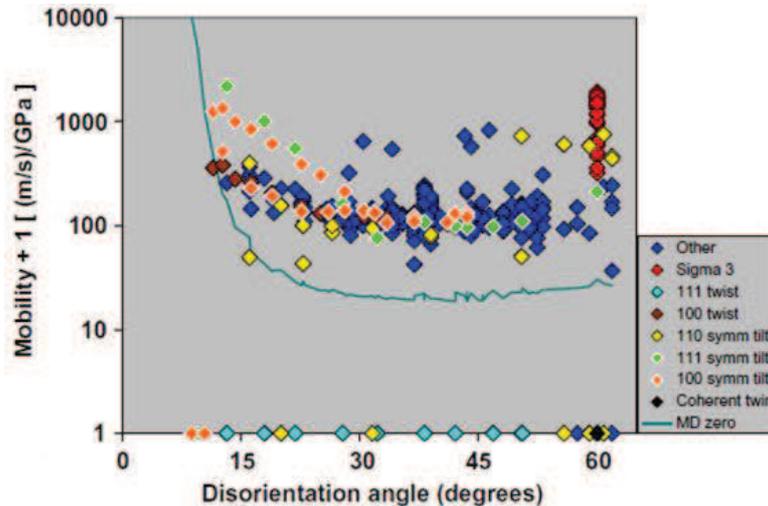


Figure 4.3.3 : Mobilité des joints de grains en fonction de la désorientation pour 388 désorientation simulées par la méthode EAM pour du nickel pur à 1400 K [OLM09]

D’après la Figure 4.3.3, la mobilité des joints de nickel pur à 1400 K peut être considérée comme constante (sauf pour les joints particuliers) et égale à 100 m.s⁻¹.GPa⁻¹, soit 100 mm⁴.mJ⁻¹.s⁻¹. De plus, la littérature met en évidence que la mobilité des joints est fortement dépendante des atomes en solutés et diminue en fonction de leur concentration sur plusieurs ordres de grandeurs [DIM78].

Ces deux éléments permettent de proposer la mobilité déterminée par Olmsted *et al.* comme étant la valeur maximale de la mobilité des joints de grains de l’Inconel 718. En comparaison, l’étude de Kermanpur *et al.* a utilisé une mobilité des joints de grains obtenue à partir d’une loi du type Arrhenius :

$$M = M_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.3.7)$$

où M₀, est le coefficient pré-exponentiel et Q, l’énergie d’activation pour le mouvement des joints.

Kermanpur *et al.* ont utilisé un coefficient pré-exponentiel de 6,22.10³ mm⁴.mJ⁻¹.s⁻¹, une énergie d’activation pour le mouvement des joints de 279,7 kJ.mol⁻¹ ce qui donne une mobilité des joints de 7,5.10⁻⁷ mm⁴.mJ⁻¹.s⁻¹ (à 1200 °C), ce qui est très inférieur à la mobilité déterminée par Thébault (10⁻² mm⁴.mJ⁻¹.s⁻¹). Ces résultats sont toutefois bien inférieurs au seuil défini pour le nickel pur.

Devant la dispersion des mobilités des joints donnée par la bibliographie, il est choisi de ne pas figer ce paramètre et de l’identifier dans la plage [10⁻⁷ - 10²] mm⁴.mJ⁻¹.s⁻¹.

- *l’énergie stockée permettant la germination*. Ding et Guo proposent une relation utilisant des paramètres à l’échelle locale pour déterminer ce seuil (exprimé sous forme de densité de dislocations, ρ_c) [DIN01] :

$$\rho_c = \left(\frac{20\gamma\dot{\epsilon}}{3blM\tau^2} \right)^{1/3} \quad (4.3.8)$$

où γ est l’énergie des joints de grains, l , le libre parcours moyen des dislocations obtenu à partir de l’Equation 4.2.7 et τ , l’énergie de ligne de dislocations exprimée sous la forme :

$$\tau = \frac{1}{2} \mu b^2 \quad (4.3.9)$$

En utilisant les valeurs numériques des Tableaux 4.3.2 et 4.3.4 dans l’Equation 4.3.8, on obtient une densité de dislocations critique de $3,1.10^8 \text{ mm}^{-2}$, soit une énergie stockée de $0,39 \text{ mJ/mm}^3$. Ce calcul approximatif a servi de valeur initiale pour l’identification des paramètres du modèle de recristallisation.

- *l’énergie stockée permettant la croissance.* Ce seuil est fixé en prenant la densité de dislocations initiale comme référence.

Les deux seuils discutés précédemment sont indépendants : la modification d’un des deux seuils a peu d’influence sur le second comme le montre la Figure 4.2.3.

- *l’énergie stockée d’un site ayant recristallisé.* Cette énergie est proportionnelle à la densité de dislocations d’un site ayant recristallisé et est d’environ 10^4 mm^{-2} [PHI02]. Afin de simplifier les calculs, il est choisi de fixer la densité de dislocations d’un site ayant recristallisé à $1,2.10^4 \text{ mm}^{-2}$, soit une énergie stockée minimale de $1,6.10^{-5} \text{ mJ/mm}^3$, ceci quel que soit le système de glissement concerné.

- *les probabilités de maillage de recuit.* Ces paramètres (P_{TWn} , P_{TWg}) sont, dans un premier temps, considérés comme nuls. Ils seront pris en compte dans la section 4.3.2.4 consacrée à l’introduction du maillage de recuit.

Identification des paramètres pour $T = 1050 \text{ }^\circ\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

Une validation de l’identification réalisée à $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, 10^{-2} s^{-1} est proposée, par une approche macroscopique, en réalisant une comparaison entre la courbe de compression expérimentale et les courbes simulées.

L’identification de l’ensemble des paramètres du modèle de recristallisation est présentée sur le Tableau 4.3.4 pour $T = 1050 \text{ }^\circ\text{C}$ et 10^{-2} s^{-1} .

Tableau 4.3.4 : Paramètres du modèle de recristallisation pour une mise en forme de l’Inconel 718 à $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, 10^{-2} s^{-1}

γ_m (mJ/mm^2)	M_m ($\text{mm}^4 \cdot \text{mJ}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)	E_{rex} (mJ/mm^3)	E_g (mJ/mm^3)	E_n (mJ/mm^3)	P_{TWn} (-)	P_{TWg} (-)
4.10^{-4}	0,002	$1,6.10^{-5}$	0,15	0,40	0	0

La courbe de compression obtenue suite à l’identification des paramètres du modèle CAREX (Tableau 4.3.4) sur l’agrégat d’orientations aléatoires est comparée à la courbe de compression expérimentale (Figure 4.3.4).

Sur la Figure 4.3.4, est ajoutée la courbe de compression numérique, en considérant qu’il n’y a pas de recristallisation dynamique et donc, seulement une compétition entre les phénomènes d’écrouissage et restauration dynamique. Cette courbe tend vers la valeur asymptotique σ_{rd}^* définie dans le Chapitre 3 et rend compte de l’effet d’adoucissement conséquent lié à la recristallisation dynamique.

La simulation présentée sur la Figure 4.3.4 a été obtenue avec l'agrégat d'orientations aléatoires de 64000 éléments. Le temps de simulation pour obtenir un taux de déformation total de 0,69 est de 6 h en parallélisant sur huit processeurs.

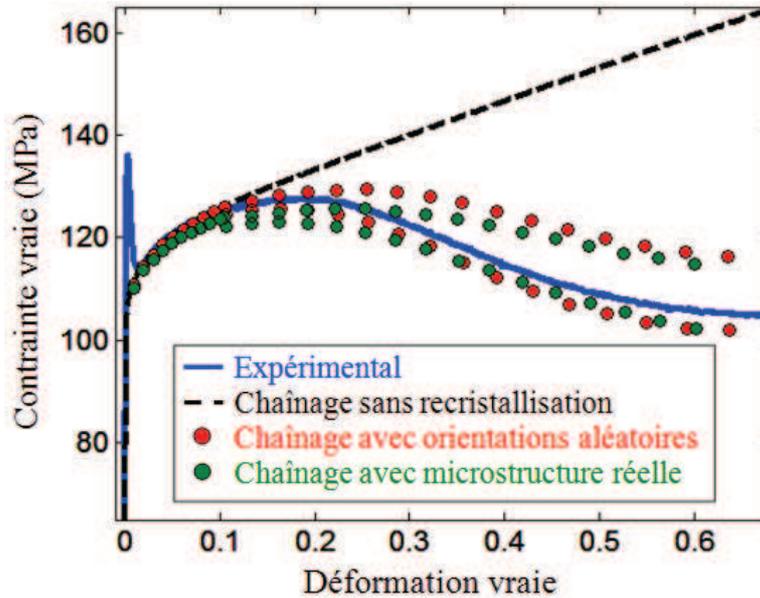


Figure 4.3.4 : Courbes de compression expérimentale et obtenues à l'aide du chaînage séquentiel à 1050 °C et 10^{-2} s^{-1}

Les courbes numériques obtenues à l'aide du chaînage séquentiel sont représentées sous forme d'enveloppe sur la Figure 4.3.4. Cette enveloppe est constituée, pour chaque cycle, de deux bornes distinctes :

- la borne supérieure correspondant à la contrainte maximale, à un taux de déformation donné, obtenue après déformation (CristalECP) au cycle (N,1)

- la borne inférieure correspondant à la contrainte minimale, à un taux de déformation donné, obtenue après recristallisation (CAREX) au cycle (N,2)

Afin de décrire au mieux la courbe de compression expérimentale, le choix a été fait d'initier la recristallisation dynamique dans le chaînage séquentiel pour un taux de déformation de 0,11, ce qui correspond aux observations expérimentales (Figure 3.3.9). Cette approche permet de mieux décrire le comportement mécanique aux premiers stades de compression en comparaison avec l'étude de Thébault qui propose de réaliser un sur-écrouissage volontaire afin de permettre une recristallisation plus importante [THE09].

Les courbes numériques de compression obtenues à partir des deux types d'agrégats permettent d'encadrer la courbe expérimentale. Le bon accord entre la simulation numérique avec l'agrégat représentant une microstructure réelle et celle avec l'agrégat obtenu à partir d'orientations aléatoires valide que ces deux agrégats ont un comportement macroscopique similaire et sont tous deux représentatifs d'un volume élémentaire caractéristique du matériau étudié. Le chaînage séquentiel est donc capable de décrire la courbe de compression expérimentale obtenue à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} avec une approximation acceptable.

L'agrégat représentant une microstructure réelle conduit toutefois à un taux d'écrouissage moyen légèrement plus faible que celui obtenu avec l'agrégat avec orientations aléatoires pour des taux de déformation inférieurs à 0,35. En comparaison, pour $\epsilon > 0,35$, les deux agrégats présentent la même contrainte moyenne.

L’écart entre la borne supérieure obtenue à l’aide du chaînage séquentiel et la courbe de compression expérimentale augmente avec la déformation. Cette augmentation est due à la disparité d’énergie stockée qui s’intensifie avec l’augmentation de la déformation : les sites ayant recristallisé présentent une énergie stockée minimale (E_{rex}), en comparaison, les sites déformés voient leur énergie stockée augmenter à chaque cycle. En revanche, la borne inférieure décrit bien l’adoucissement expérimental.

Extrapolation à d’autres conditions thermomécaniques : effet de la vitesse de déformation

Trois courbes de compression expérimentales obtenues à des vitesses de déformation de 10^{-2} s^{-1} , de 10^{-1} s^{-1} et de 10^0 s^{-1} sont comparées aux courbes de compression obtenues par le chaînage séquentiel sur l’agrégat avec les orientations aléatoires (Figure 4.3.5).

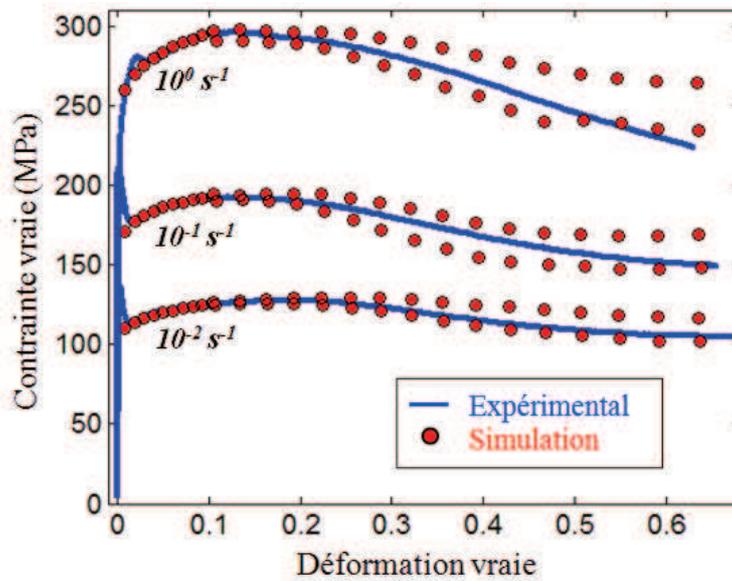


Figure 4.3.5 : Comparaison des courbes de compression expérimentales et obtenues à l’aide du chaînage séquentiel pour trois vitesses de déformation : 10^{-2} s^{-1} , 10^{-1} s^{-1} et 10^0 s^{-1}

La courbe de compression numérique obtenue pour une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1} présente une allure légèrement différente de celle obtenue pour une vitesse de 10^{-2} s^{-1} . En effet, pour la vitesse la plus importante, il semble que l’écrouissage compense le phénomène de recristallisation dynamique, principalement en fin de déformation.

Le chaînage séquentiel ne peut décrire correctement l’adoucissement expérimental après un taux de déformation de 0,45 à la vitesse de déformation de 10^0 s^{-1} . A cette vitesse de déformation, le phénomène d’auto-échauffement n’est plus négligeable et, n’étant pas pris en compte dans le chaînage séquentiel, peut expliquer l’écart entre modélisation et expérience.

Les paramètres du modèle de recristallisation identifiés pour les trois vitesses de déformation (Figure 4.3.5) sont donnés sur le Tableau 4.3.5.

Tableau 4.3.5 : Paramètres du modèle de recristallisation en fonction de la vitesse de déformation

$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	γ_m (mJ/mm^2)	M_m ($\text{mm}^4 \cdot \text{mJ}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)	E_{rex} (mJ/mm^3)	E_g (mJ/mm^3)	E_n (mJ/mm^3)
10^{-2}	$4 \cdot 10^{-4}$	0,002	$1,6 \cdot 10^{-5}$	0,15	0,40
10^{-1}	$4 \cdot 10^{-4}$	0,030	$1,6 \cdot 10^{-5}$	0,15	0,40
10^0	$4 \cdot 10^{-4}$	0,200	$1,6 \cdot 10^{-5}$	0,15	0,40

Les paramètres du modèle de recristallisation basés sur les seuils énergétiques ont été considérés constants en fonction de la vitesse de déformation (Tableau 4.3.5). Cette approximation est en bon accord, en première approche avec les résultats expérimentaux.

En revanche, la mobilité moyenne des joints de grains a été multipliée par environ une décade entre deux vitesses de déformation. L'assez bon accord entre les résultats expérimentaux et numériques montre ainsi le lien entre mobilité des joints et vitesse de déformation.

L'identification des paramètres matériaux sur l'agrégat avec les orientations aléatoires a été réalisée en fonction de la vitesse de déformation. Toutefois, l'influence de la taille de grains initiale et de la température n'a, elle, pas pu être discutée par manque de temps.

4.3.2 Exploitation des résultats à l'échelle mésoscopique

L'exploitation des paramètres mésoscopiques liés au chaînage séquentiel comme l'évolution de l'énergie stockée, de la contrainte, de la déformation et des orientations cristallines au cours de la déformation macroscopique est réalisée dans la première partie de cette section.

Un intérêt est ensuite porté sur l'évolution de quelques paramètres liés à la microstructure au cours de la déformation tel que le nombre de sites recristallisant, la taille de grains, la distribution des désorientations, la texture et la fraction de sites ayant recristallisé pouvant être considérés comme des indicateurs plus macroscopiques. Ces paramètres sont également comparés aux résultats expérimentaux dans l'objectif de valider l'identification réalisée par une approche mésoscopique.

Une étude portant sur la recristallisation métadynamique après une déformation de 0,69 dans le but de déterminer l'évolution de la microstructure après différents temps de maintien sera ensuite réalisée. Enfin, l'introduction du maillage thermique est présentée ainsi que son influence sur les différents indicateurs du chaînage séquentiel.

4.3.2.1 Etude de l'évolution des paramètres mésoscopiques

Les résultats numériques obtenus sont, dans un premier temps, discutés à partir de l'analyse de l'évolution de la distribution des densités de dislocations en fonction du taux de déformation. La répartition des champs de contraintes et de déformations dans l'agrégat représentant une microstructure réelle est ensuite étudiée. Enfin, l'évolution de la microstructure est comparée, au cours de la déformation, avec les résultats expérimentaux.

Evolution de la densité de dislocations

L'évolution de la densité de dislocations (et donc de l'énergie stockée) à l'étape (N,2) pour cinq taux de déformation est représentée sur la Figure 4.3.6. Chaque distribution de densité de dislocations est normalisée de sorte que les aires sous chaque courbe de la Figure 4.3.6 soient équivalentes.

La densité de dislocations²⁰ initiale correspond à un pic de Dirac situé à $1,2 \cdot 10^8 \text{ mm}^{-2}$ (ρ_0 sommé sur les 12 systèmes de glissement). En comparaison, la distribution de densités de dislocations pour le cycle (1,2) montre un pic élargi, correspondant à la seule déformation plastique, comprise entre $1,5 \cdot 10^8 \text{ mm}^{-2}$ et $2,5 \cdot 10^8 \text{ mm}^{-2}$ pour un taux de déformation de 0,11. Cet élargissement traduit une répartition hétérogène des densités de dislocations dans les grains et donc de l'énergie stockée.

Le cycle (4,2) correspondant à un taux de déformation de 0,19 a subi trois étapes de déformation et de recristallisation supplémentaires par rapport au cycle (1,2). La courbe des

²⁰ la discussion des résultats est réalisée à partir des densités de dislocations plutôt qu'à partir de l'énergie stockée, toutefois, l'équivalence entre les deux grandeurs est proposée aussi souvent que possible

distributions de densités de dislocations devient bimodale, avec un décalage vers les densités de dislocations plus élevées par rapport au cycle (1,2) et une seconde densité correspondant aux sites ayant recristallisé. Cette dernière est constituée de sites venant de recristalliser à l'étape (3,2) situés à $\rho = 1,2 \cdot 10^4 \text{ mm}^{-2}$ et de ceux ayant recristallisé aux étapes antérieures (1,2 et 2,2) et ayant subi une ou deux étapes de déformation (2,1 et 3,1).

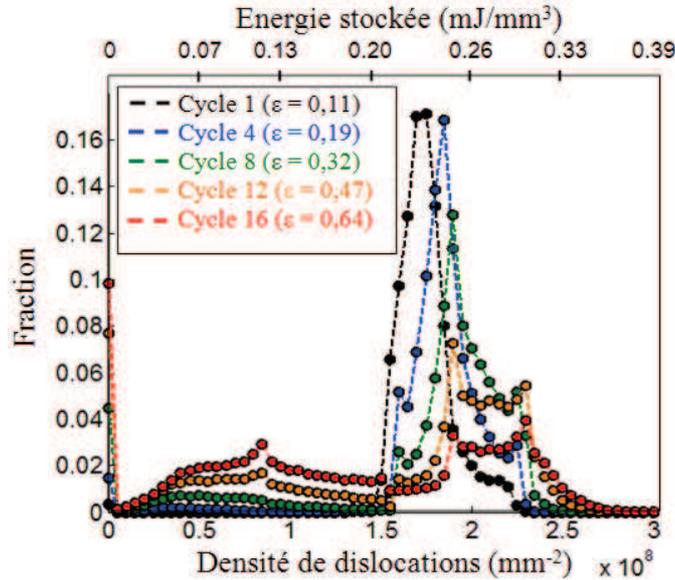


Figure 4.3.6 : Evolution de la distribution de densités de dislocations au cours du chaînage séquentiel obtenue par simulation du forgeage à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1}

Le cycle (8,2) présente une diminution de la fraction de sites déformés et donc une augmentation de la fraction de sites recristallisés par rapport au cycle (4,2). On remarque que le nombre de sites ayant recristallisé à l'étape (8,2) est inférieur au nombre de sites ayant recristallisé à l'étape (4,2). Ce résultat montre que le nombre de sites recristallisant augmente quand le taux de déformation augmente. Ce constat est confirmé quand le taux de déformation augmente puisque le nombre de sites recristallisant à l'étape (16,2) est plus important qu'à l'étape (12,2) et qu'à l'étape (8,2).

La Figure 4.3.6 montre également qu'à l'étape (16,2), c'est-à-dire à un taux de déformation de 0,64, la population de densités de dislocations initiale a été quasiment intégralement consommée et a été remplacée par une nouvelle population unique, globalement plus faible que celle observée après le cycle (1,2). Cette diminution de distribution de densités de dislocations entre le cycle (1,2) et (16,2) permet de rendre compte de l'adoucissement observé sur la courbe de compression (Figure 4.3.4).

La distribution de la densité de dislocations au cycle (16,2) doit correspondre au régime permanent et donc à un état d'équilibre entre déformation et recristallisation. L'observation de la Figure 4.3.6 montre une distribution bimodale et équitablement répartie de sites déformés ($\rho_1 > 1,9 \cdot 10^8 \text{ mm}^{-2}$) et de sites recristallisés ($\rho_2 < 1,5 \cdot 10^8 \text{ mm}^{-2}$).

Les distributions de densités de dislocations peuvent également être représentées par une cartographie de la microstructure des différentes couches de l'agrégat ²¹ (Figure 4.3.7). Cette représentation permet de visualiser l'hétérogénéité de la répartition spatiale des densités de dislocations. Afin de faciliter la lecture de la Figure 4.3.7, les microstructures sont représentées en configuration non déformée.

²¹ L'ensemble des microstructures qui seront représentées dans ce chapitre, correspond à la quinzième couche (couche centrale) de l'agrégat réalisé à partir d'une microstructure réelle. Cette couche est prise dans le plan (yz)

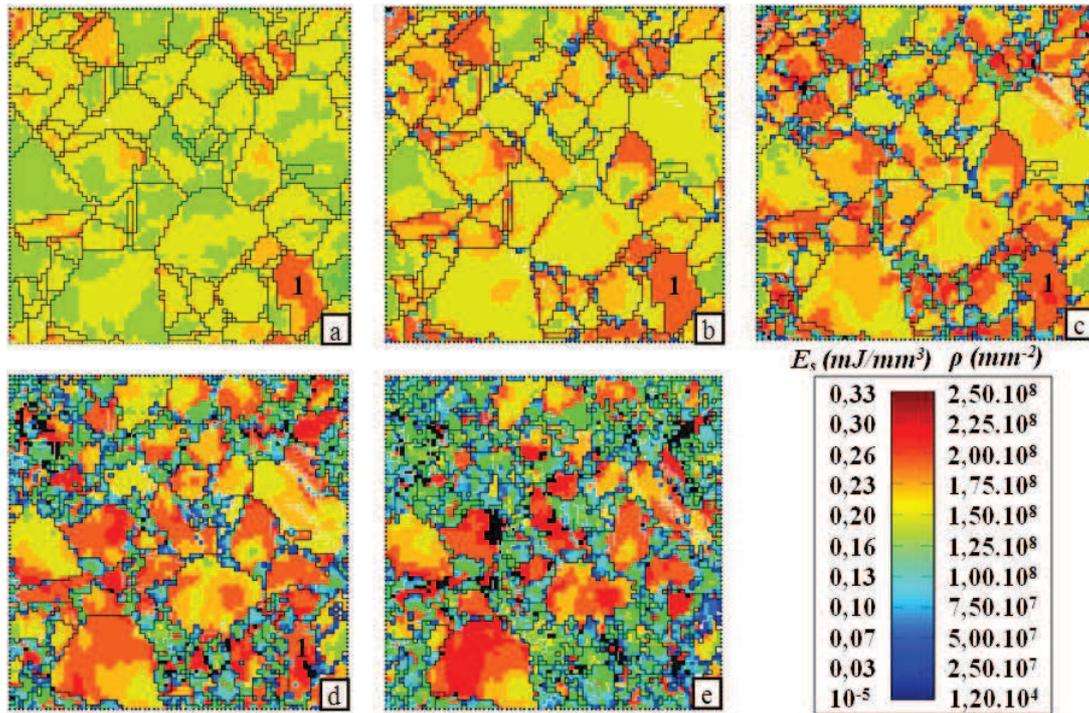


Figure 4.3.7 : Répartition des densités de dislocations dans la quinzième couche de l'agrégat représentant une microstructure réelle au cours du chaînage séquentiel à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} , (a) cycle (1,1), $\varepsilon = 0,11$, (b) cycle (4,1), $\varepsilon = 0,19$, (c) cycle (8,1), $\varepsilon = 0,32$ (d) cycle (12,1), $\varepsilon = 0,47$ et (e) cycle (17,1), $\varepsilon = 0,69$

La Figure 4.3.7(a) montre une répartition hétérogène des densités de dislocations dans les grains. A ce stade du chaînage séquentiel, seul le modèle de déformation (CristalECP) a été utilisé. On observe le grain 1 dans lequel la densité de dislocations est maximale.

Après trois cycles supplémentaires, la Figure 4.3.7(b) présente quelques germes localisés exclusivement aux joints de grains. Ceux apparus aux cycles (1,2) et (2,2) sont caractérisés par une densité de dislocations relativement faible (bleu clair) et ceux apparus lors de l'étape de recristallisation (3,2) sont caractérisés par une densité de dislocations minimale (bleu foncé).

Le grain 1 se voit décoré, sur la Figure 4.3.7(c), d'un grand nombre de germes. Cette observation s'étend à l'ensemble de la cartographie et est comparable aux analyses expérimentales réalisées sur l'échantillon déformé à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} , $\varepsilon = 0,22$ puis trempé (Figure 3.3.10).

La Figure 4.3.7(d) montre une évolution importante de la microstructure prouvant que le mécanisme de croissance est très actif pour un taux de déformation de 0,47. Le grain 1 en subit les conséquences car il est consommé par ses voisins ayant, eux, recristallisé.

La dernière figure met en évidence une distribution bimodale de la densité de dislocations : les gros grains initiaux présentant une densité de dislocations importante et les petits grains recristallisés présentant une densité de dislocations minimale. On voit également apparaître des sites en noir correspondant à des densités de dislocations supérieures au code couleur défini sur la Figure 4.3.7 validant que l'énergie emmagasinée par les grains déformés est très élevée.

Distributions des contraintes et déformations locales

La conservation, à chaque cycle N, des champs de contraintes et de déformations locales, du cycle N-1, par rapport à l'approche simplifiée permet de mieux décrire leur évolution au cours des cycles subis par les agrégats. L'évolution de ces champs mécaniques est tracée et comparée aux

courbes de compression expérimentales et obtenues à l'aide du chaînage séquentiel à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} pour trois taux de déformation : $\varepsilon = 0,11$, $\varepsilon = 0,39$ et $\varepsilon = 0,69$ (Figure 4.3.8).

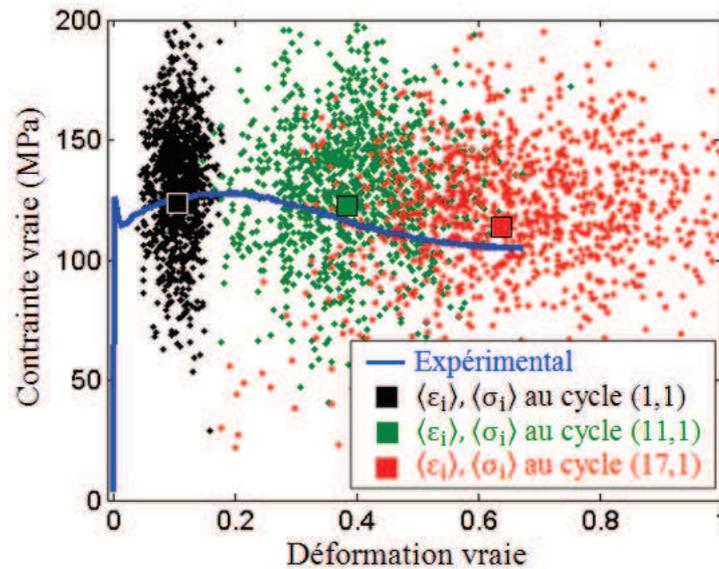


Figure 4.3.8 : Tracé des hétérogénéités de contraintes internes et des déformations sur la courbe de compression obtenues à l'aide du couplage séquentiel à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1}

Pour chaque cycle de déformation, les points correspondant à un couple déformation-contrainte locales forment un nuage, montrant que, lorsque le taux de déformation augmente, les déformations locales sont de plus en plus dispersées, tandis que les contraintes locales le sont de moins en moins. Les valeurs moyennes $\langle \varepsilon_i \rangle$ et $\langle \sigma_i \rangle$ où $i=3$ (direction de compression) calculées sur la quinzième couche sont représentées par un carré. Les valeurs moyennes sur une couche de l'agrégat sont légèrement au dessus de la courbe expérimentale, car elles correspondent à la borne supérieure de la Figure 4.3.4 et surestiment donc volontairement la courbe de compression expérimentale.

Une autre manière de visualiser les champs mécaniques de la Figure 4.3.8 est de les représenter sur la microstructure non-déformée. Les microstructures obtenues pour les trois taux de déformation de la Figure 4.3.8 ainsi que les champs de contraintes et de déformations sont représentés.

Les champs de contraintes obtenus au cours du chaînage séquentiel révèlent une hétérogénéité caractéristique de la plasticité cristalline. Sur la cartographie correspondant à un taux de déformation macroscopique de 0,11, on remarque une localisation de la contrainte aux joints de grains (par exemple dans les zones indiquées par les deux flèches de la Figure 4.3.9(a)).

L'influence de la recristallisation se manifeste sur le champ de contrainte en décalant progressivement, au cours de la déformation macroscopique, la contrainte maximale vers le centre des grains non recristallisés. Ces derniers sont ceux présentant la densité de dislocations maximale (Figure 4.3.7). Cette hypothèse est validée par les deux grains pointés sur les Figures 4.3.9(b) et (c).

Les conditions aux limites ont une légère influence sur le champ de contraintes : on remarque sur la Figure 4.3.9(a), à chaque coin de la cartographie, une alternance d'éléments présentant une contrainte positive et fortement négative. Toutefois, cette influence des conditions aux limites est limitée aux trois premiers éléments du maillage. Cette observation permet de valider que les conditions aux limites de l'agrégat ne perturbent pas les champs mécaniques locaux.

On constate que la dispersion des déformations locales croît fortement avec la déformation. Ceci est en accord avec les cartes de déformations de la Figure 4.3.9. Celles-ci montrent une forte déformation au voisinage des surfaces sur lesquelles sont appliquées les conditions aux limites.

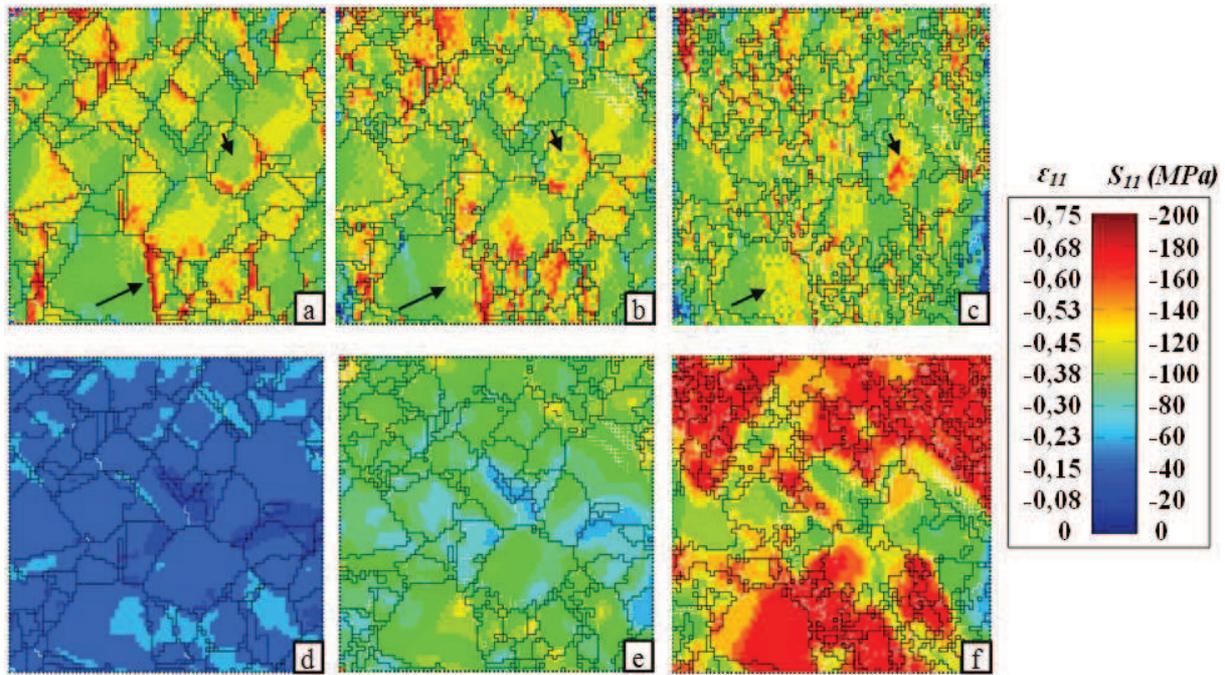


Figure 4.3.9 : Champs mécaniques obtenus à l’aide du couplage séquentiel sur la quinzième couche de l’agrégat représentant une microstructure réelle : (a) σ_{ii} pour $\langle \epsilon \rangle = 0,11$, (b) σ_{ii} pour $\langle \epsilon \rangle = 0,39$, (c) σ_{ii} pour $\langle \epsilon \rangle = 0,69$, (d) ϵ_{ii} pour $\langle \epsilon \rangle = 0,11$, (e) ϵ_{ii} pour $\langle \epsilon \rangle = 0,39$ et (f) ϵ_{ii} pour $\langle \epsilon \rangle = 0,69$

Evolution de la microstructure

L’évolution de la microstructure au cours du chaînage séquentiel va être discutée dans cette section en suivant le comportement de quelques grains caractéristiques. Les cartographies d’orientations de l’agrégat représentant une microstructure réelle déformé à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} sont données sur la Figure 4.3.10.

Sur la Figure 4.3.10(a), sont rappelées les conditions aux limites appliquées à l’agrégat représentant une microstructure réelle. Les figures de pôles inverses sont toutes observées selon la direction normale au chargement (ND).

Dans l’agrégat représentant une microstructure réelle, le grain 1 (Figure 4.3.10(a)), présente une orientation stable par rapport à la direction de sollicitation. En effet, l’observation des cartographies d’orientations ainsi que des cartes de densité de dislocations à différentes étapes du cycle de déformation-recristallisation montrent que les grains proches de l’orientation stable (111) (grains bleus foncés) et ceux dont la taille (2D) est élevée sont les plus lents à recristalliser. Cette observation a également été réalisée sur d’autres couches que celle considérée.

En comparaison, le grain 2 évolue sensiblement au cours de la déformation. Dès $\epsilon = 0,19$, on observe que ce grain se morcèle en plusieurs domaines. Les désorientations entre eux s’amplifient et sont supérieures à 5° pour des taux de déformation de 0,32 et de 0,47. Les désorientations comprises entre 5° et 15° sont représentées par un trait blanc sur la Figure 4.3.9. Enfin, le grain 2 est complètement recristallisé dans la dernière cartographie (Figure 4.3.10(e)).

Le grain 3 présente une orientation initiale similaire à celle du grain 2. Celui-ci va d’ailleurs évoluer globalement de la même manière que le grain précédent. Toutefois, la rotation de ce grain est plus graduelle car la désorientation ne dépasse jamais 5° .

Enfin, le grain 4 est un grain qui, à l’inverse des précédents, croît au cours de la déformation. Pour ce faire, il va graduellement faire évoluer son orientation, initialement de normale (001), vers une

orientation de normale (102). Localement, la zone en croissance, continue à se désorienter vers une orientation de normale (101).

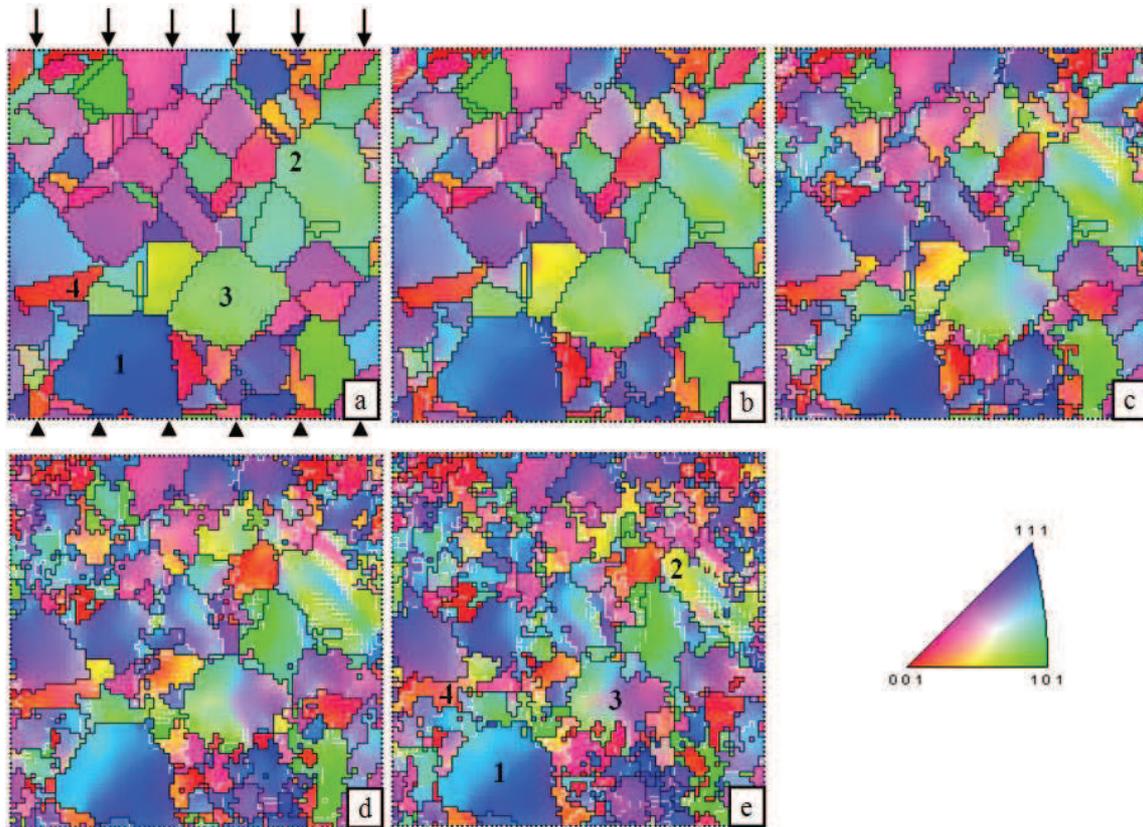


Figure 4.3.10 : Evolution des cartographies d'orientations dans la quinzième couche de l'agrégat représentant une microstructure réelle au cours du chaînage séquentiel à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} , (a) cycle (1,1), $\varepsilon = 0,11$, (b) cycle (4,1), $\varepsilon = 0,19$, (c) cycle (8,1), $\varepsilon = 0,32$ (d) cycle (12,1), $\varepsilon = 0,47$ et (e) cycle (17,1), $\varepsilon = 0,69$

4.3.2.2 Validation du chaînage séquentiel à l'aide d'indicateurs mésoscopiques

Plusieurs paramètres mésoscopiques ont été discutés dans la section précédente. Toutefois, ces indicateurs ne permettent pas, à eux seuls, de valider le chaînage séquentiel ou d'être comparés aux résultats expérimentaux (autres que la courbe de compression macroscopique).

Pour discuter de la validation du chaînage séquentiel, une série d'indicateurs sera analysée en commençant par la fraction de sites ayant recristallisé (germé ou crû) au cours de la déformation.

Fraction de sites ayant recristallisé

Le nombre de sites ayant germé ou crû au cours de chaque cycle du chaînage séquentiel est tracé sur la Figure 4.3.11(a).

Les fractions de sites ayant recristallisé pour les deux agrégats sont représentés sur la Figure 4.3.11(a). Cette figure montre que les sites de germination et de croissance sont plus nombreux pour l'agrégat d'orientations aléatoires que pour l'agrégat représentant une microstructure réelle. Cette différence a deux origines :

- *une origine énergétique.* L'agrégat représentant une microstructure réelle s'écroute moins car il est plus discrétisé (un grain est représenté par un nombre plus important d'éléments). Ce constat a

été mis en évidence sur la Figure 4.2.12. Une discrétisation plus importante entraîne également une concentration de l’énergie stockée plus faible que dans l’agrégat avec des orientations aléatoires pour un cycle donné.

- une origine topologique liée au nombre d’éléments présent aux joints de grains (susceptibles de germer) par rapport au nombre d’éléments total de l’agrégat. Ce rapport est de 88 % pour l’agrégat avec des orientations aléatoires et seulement de 18 % pour l’agrégat représentant une microstructure réelle.

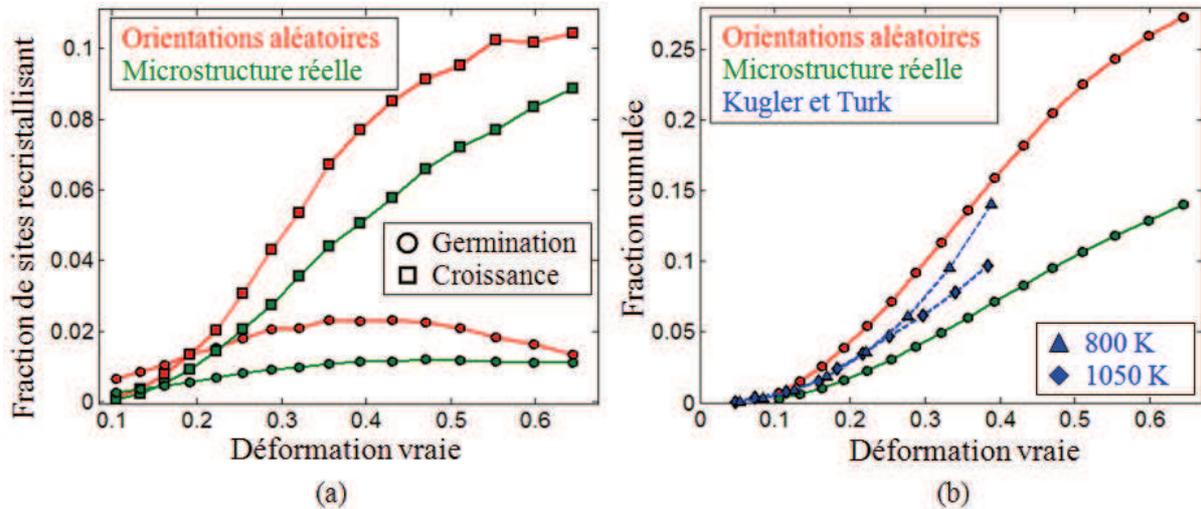


Figure 4.3.11 : (a) Evolution du nombre de sites ayant germé ou crû au cours de la déformation à 1050°C, 10^{-2} s^{-1} et (b) Comparaison entre les sites ayant germé (cumulés) pour le chaînage séquentiel et pour l’approche de Kugler et Turk [KUG04]

L’agrégat d’orientations aléatoires présente une augmentation importante du nombre de sites ayant cru entre le quatrième et le dixième cycle ($0,25 \leq \varepsilon \leq 0,45$). Ces cycles correspondent à la zone d’adoucissement maximal de la courbe de compression expérimentale (Figure 4.3.4). Le nombre de sites recrystallisants atteint une valeur limite, pour le quatorzième cycle ($\varepsilon \approx 0,55$), correspondant à environ 11 % des sites de l’agrégat recrystallisants à chaque cycle. Ce taux de déformation correspond en effet au début du palier caractéristique du régime stationnaire observable sur la courbe de compression expérimentale.

En parallèle, la Figure 4.3.11(b), représente uniquement la population correspondant aux sites ayant germé en fonction de la déformation afin de les comparer aux résultats obtenus par Kugler et Turk [KUG04]. Ces auteurs ont développé un code de recrystallisation dynamique à deux dimensions basé sur les automates cellulaires. Le nombre total de sites utilisé par ces auteurs est d’environ 500000. Afin de pouvoir comparer les résultats de Kugler et Turk à ceux de la présente étude, les résultats sont représentés sous forme de fractions.

La Figure 4.3.11(b) montre que la fraction de sites ayant germé pour un taux de déformation de 0,4 est comprise entre 10 % et 15 % dans l’étude de Kugler et Turk [KUG04]. Cette fraction est qualitativement du même ordre de grandeur que celle observée pour la présente étude (comprise entre 5 % et 15 %). Toutefois, la comparaison quantitative des résultats ne peut être approfondie car l’étude de Kugler et Turk n’est réalisée ni sur le même matériau, ni à la même vitesse de déformation ni à la même température que dans la présente étude. Ces auteurs ont néanmoins montré, sans le valider expérimentalement, que le nombre de sites ayant germé diminue quand la température augmente.

Afin de compléter la discussion proposée dans le Chapitre 3 sur le lien entre le taux d’adoucissement expérimental ($X_{\text{softening}}$) et la fraction de grains (ou de sites) recrystallisés, ces deux paramètres sont tracés sur la Figure 4.3.12.

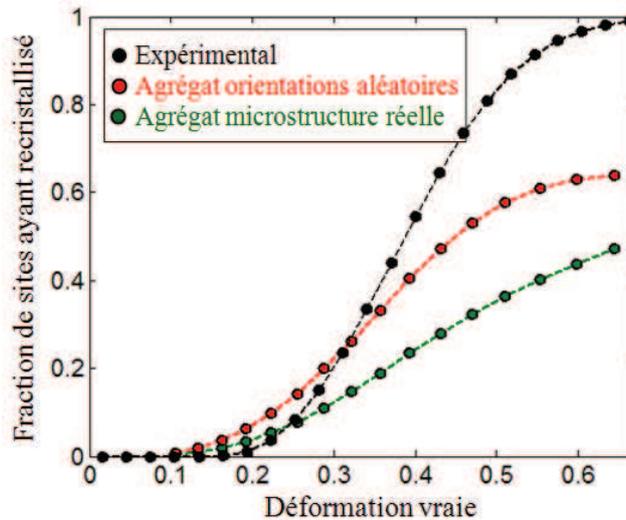


Figure 4.3.12 : Evolution de la fraction d'adoucissement et de la fraction de sites recristallisés au cours de la déformation à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1}

La fraction de sites ayant recristallisé est obtenue, pour chaque cycle, en comparant l'énergie stockée de chaque site à l'énergie stockée seuil E_g (Figure 4.2.3) puis en le normalisant par le nombre total de site dans l'agrégat considéré. En effet, d'après le modèle de recristallisation, tout site dont l'énergie stockée est en dessous de ce seuil, est considéré comme recristallisé.

La fraction de sites ayant recristallisé dans l'agrégat obtenu à partir d'orientations aléatoires évolue vers un seuil d'un peu plus de 60 % pour un taux de déformation de 0,69. Le palier sur la courbe de compression de cet agrégat montre que l'on a atteint le régime permanent. En comparaison, l'agrégat représentant une microstructure réelle présente une fraction de sites ayant recristallisé plus faible (45 %). Toutefois l'évolution semble commencer à ralentir (Figure 4.3.12), indiquant que l'on pourrait s'approcher également d'un régime permanent pour cet agrégat.

Par définition, le taux d'adoucissement expérimental tend vers l'unité à $\varepsilon = 0,69$. Cette valeur mécanique macroscopique ne représente pas la fraction de sites ayant effectivement recristallisé, paramètre pertinent à l'échelle mésoscopique. D'une façon générale, si la fraction de sites ayant recristallisé atteint 100 % au cours de la recristallisation dynamique, on peut alors s'attendre à une reprise globale de l'écroutissage donnant lieu à des oscillations de contrainte sur la courbe de compression.

Tailles de grains

Un indicateur important pour la comparaison entre les résultats obtenus par le chaînage séquentiel et les mesures expérimentales est la taille de grains et son évolution au cours de la déformation (Figure 4.3.13).

La taille de grains obtenue à l'aide du chaînage séquentiel est déterminée en approximant un grain par une sphère dont le diamètre équivalent est tracé sur la Figure 4.3.13. L'agrégat avec des orientations aléatoires sert de référence dans l'étude de l'évolution de la taille de grains en fonction de la déformation car il contient initialement 1000 grains de 64 éléments chacun. La taille de grains initiale est donc une sphère dont le diamètre équivalent est compris dans un cube de $4 \times 4 \times 4$ éléments, soit un diamètre équivalent d'environ 5 éléments.

Afin de comparer les différents agrégats utilisés aux résultats expérimentaux, les diamètres équivalents sont multipliés par le pas initial (11 μm pour l'agrégat d'orientations aléatoires et 8,67 μm pour l'agrégat représentant une microstructure réelle).

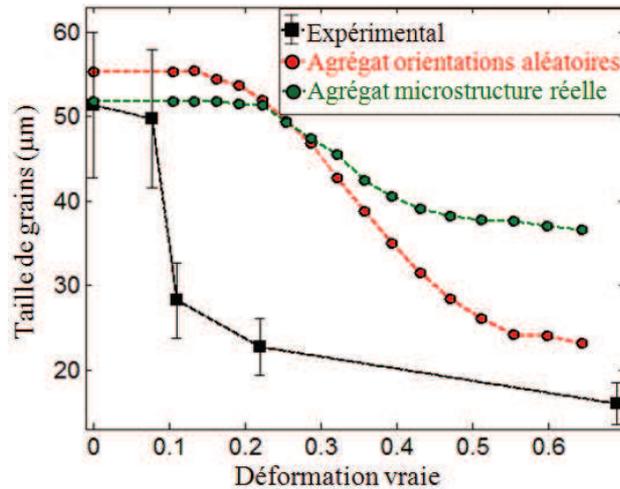


Figure 4.3.13 : Evolution de la taille de grains au cours de la déformation sur l'agrégat d'orientations aléatoires et sur l'agrégat réel à 1050°C, 10^{-2} s^{-1}

Les tailles de grains expérimentales représentées, avec leur écart-type, sur la Figure 4.3.13 sont déterminées à l'aide du logiciel OIM en considérant que les joints de macles sont des joints de grains. Cette hypothèse a servi pour la discrétisation des deux types d'agrégats, utilisés dans le chaînage séquentiel, afin qu'ils aient une taille de grains initiale équivalente (pour un taux de déformation nul).

L'agrégat obtenu à partir d'orientations aléatoires conduit à une taille de grains finale plus de deux fois plus faible que la taille de grains initiale, ce qui est cohérent avec l'étude expérimentale. En comparaison, l'agrégat représentant une microstructure réelle ne décrit pas correctement ni la vitesse d'évolution de la taille de grains, ni l'ordre de grandeur de la taille finale pour une déformation de 0,69.

Les tailles de grains obtenues à partir du chaînage séquentiel ont été déterminées à l'aide d'une méthode volumique alors que les tailles de grains expérimentales l'ont été à l'aide d'une méthode surfacique. Cette différence d'approche pourrait expliquer une partie de la divergence mesurée entre résultats numériques et expérimentaux.

Pour les deux types d'agrégats utilisés dans les simulations, le début de diminution de la taille de grains ($\epsilon \approx 0,25$) est retardé par rapport aux observations expérimentales ($\epsilon \approx 0,1$). Le chaînage séquentiel ne peut donc pas, avec les phénomènes pris actuellement en compte, décrire correctement l'évolution de la taille de grains au cours de la déformation.

Distribution des désorientations

L'évolution de la fraction de désorientations est tracée pour plusieurs taux de déformation sur la Figure 4.3.14(a). L'évolution des désorientations comprises entre 5° et 15° , communément appelées sous-joints, est également tracée (Figure 4.3.14(b)) pour l'agrégat représentant une microstructure réelle et est comparée aux résultats expérimentaux obtenus au cours de l'étude interrompue à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} (Tableau 3.3.2).

La fraction de désorientations obtenue après le premier cycle (1,1), (Figure 4.3.14(a)), montre que la proportion de macles de recuit a fortement diminué par rapport à l'état initial (53 %). A des taux de déformation plus élevés, cette proportion continue de chuter pour devenir quasiment négligeable à $\epsilon = 0,69$. La diminution de la fraction de macles avec le taux de déformation est également observée dans l'étude expérimentale du Chapitre 3 puisqu'on observe une fraction de macles inférieures à 5 % après un taux de déformation de 0,69 (Tableau 3.3.2).

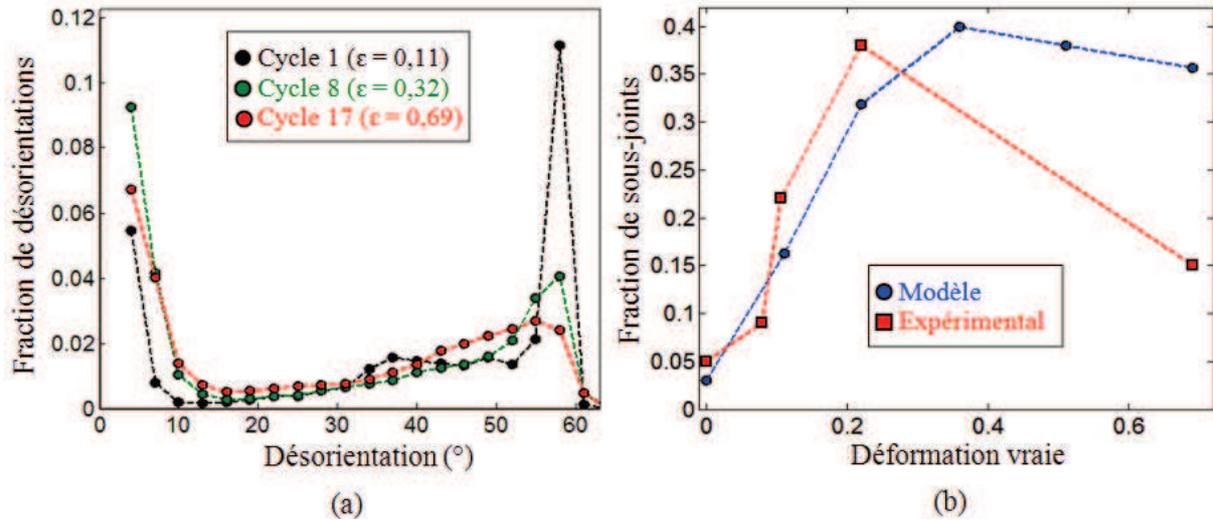


Figure 4.3.14 : Evolution des désorientations obtenues sur l'agrégat réel au cours du chaînage séquentiel à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} , (a) représentées sous forme de distribution et (b) représentées sous forme de fraction de sous-joints en fonction du taux de déformation

Concernant l'ensemble de la distribution des désorientations, son évolution est en accord avec les observations expérimentales du Chapitre 3 (Figure 3.3.11).

L'évolution de la fraction de sous-joints en fonction du taux de déformation, obtenue à l'aide du chaînage séquentiel, montre que celle-ci comporte deux régimes :

- *une augmentation conséquente* du nombre de sous-joints pour les taux de déformation où le phénomène d'écrouissage est majoritaire ($\epsilon \leq 0,35$). Cette évolution est également en bon accord avec les observations expérimentales.

- *une diminution modérée* du nombre de sous-joints pour les taux de déformations où le régime de recristallisation dynamique est majoritaire, notamment le phénomène de croissance qui annihile les sous-joints ($\epsilon > 0,35$). Ce résultat numérique présente la même tendance que les observations expérimentales, néanmoins, le manque de mesures expérimentales intermédiaires ne permet pas de discuter plus en avant l'accord entre les deux évolutions de fractions de sous-joints.

Texture

Une étude antérieure réalisée sur l'approche simplifiée a permis de mettre en évidence que le chaînage séquentiel développe une texture de compression caractéristique de type (110) parallèle à l'axe de compression [DEJ09], ce qui est en accord avec les fractions de désorientations données sur la Figure 4.3.14(a) qui montre qu'on tend, en effet, à annihiler les joints spéciaux (tel que les $\Sigma 3$ et les sous-joints).

L'influence du chaînage séquentiel sur la texture est mise en évidence par les figures de pôles obtenues pour l'agrégat représentant une microstructure réelle avant déformation et après un taux de déformation de 0,69 (Figure 4.3.15). Ces figures de pôles sont obtenues à l'aide du logiciel OIM par la méthode harmonique en limitant le développement en série jusqu'à $L = 16$ et avec une dispersion angulaire de 5° .

Les figures de pôle de l'agrégat représentant une microstructure réelle montrent un renforcement (111) qui est globalement conservé au cours du chaînage séquentiel puisqu'il est encore visible après un taux de déformation de 0,69. Ce renforcement peut être expliqué par la présence de gros grains (Figure 4.2.14) dans la microstructure avant déformation.

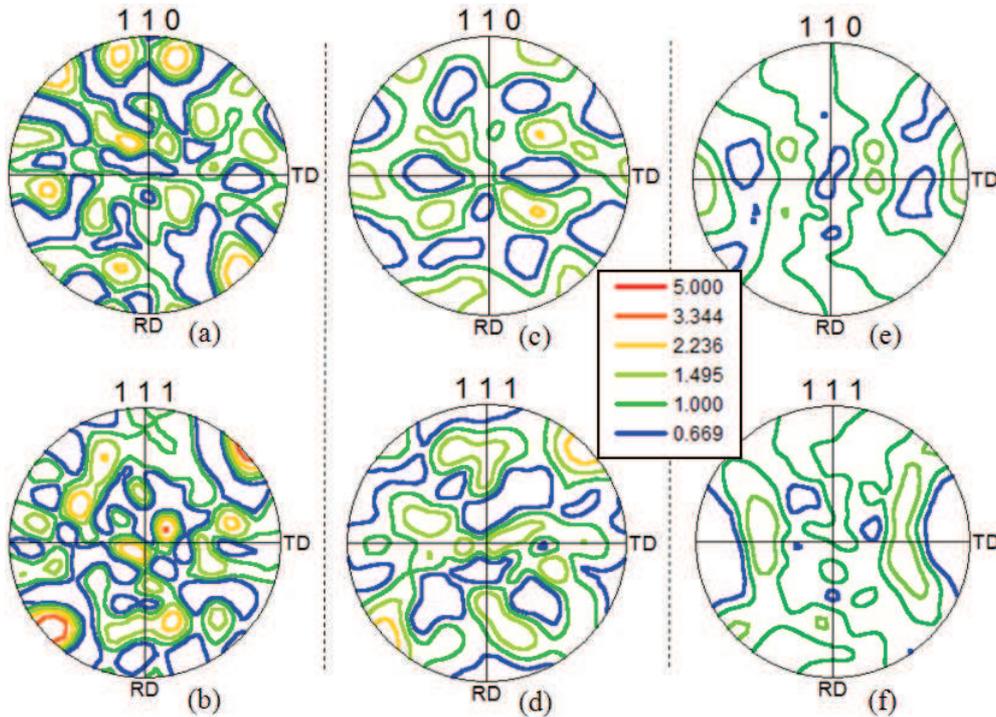


Figure 4.3.15 : Figures de pôles obtenues à l'aide du chaînage séquentiel sur l'agrégat représentant une microstructure réelle à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} , (a) non déformé selon le plan (110), (b) non déformé selon le plan (111), (c) déformé à $\epsilon = 0,69$ selon le plan (110), (d) déformé à $\epsilon = 0,69$ selon le plan (111) comparées aux figures de pôles expérimentales obtenues pour un échantillon ayant subi un essai de compression à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} , à $\epsilon = 0,69$ puis trempé à l'hélium, (e) selon le plan (110) et (f) selon le plan (111)

La Figure 4.3.15(b) met en évidence que le chaînage séquentiel conduit à un renforcement (110) parallèle à l'axe de compression (selon TD) à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} pour un taux de déformation de 0,69 et que celui-ci est équivalent à celui observé expérimentalement dans les mêmes conditions thermomécaniques (Figure 4.3.15(c)).

En conclusion, le chaînage séquentiel est validé. En effet, la fraction de désorientations (y compris celle des sous-joints) et la texture sont deux indicateurs qui sont reproduits qualitativement par l'approche proposée. Cependant, la taille de grains n'est pas encore suffisamment bien décrite. Les simulations ne rendent pas compte de sa diminution au cours des différents cycles comme on l'observe expérimentalement. L'introduction du maillage thermique pourrait toutefois modifier la distribution des tailles de grains comme il sera discuté dans la section 4.3.2.4.

4.3.2.3 Recristallisation métadynamique

Le chaînage séquentiel permet, sans l'introduction de nouvelles lois de comportement, de décrire l'évolution de la microstructure lors d'un maintien à température d'essai après déformation. La seule modification réalisée sur les paramètres du chaînage séquentiel est liée à la définition de la recristallisation métadynamique : il n'y a pas germination après déformation, uniquement croissance de germes puis de grains [DJA73]. L'utilisation du chaînage séquentiel pour décrire la recristallisation métadynamique exclut donc l'étape de germination.

Pour caractériser la cinétique de recristallisation métadynamique, les évolutions de la fraction de sites ayant recristallisé et de la taille de grains sont tracées en fonction du temps de maintien après déformation (Figure 4.3.16). Les microstructures associées à ces fractions sont représentées sur la Figure 4.3.17. Seules les cartographies correspondant aux trois temps caractéristiques définis sur la Figure 4.3.16 sont présentées sur la Figure 4.3.17.

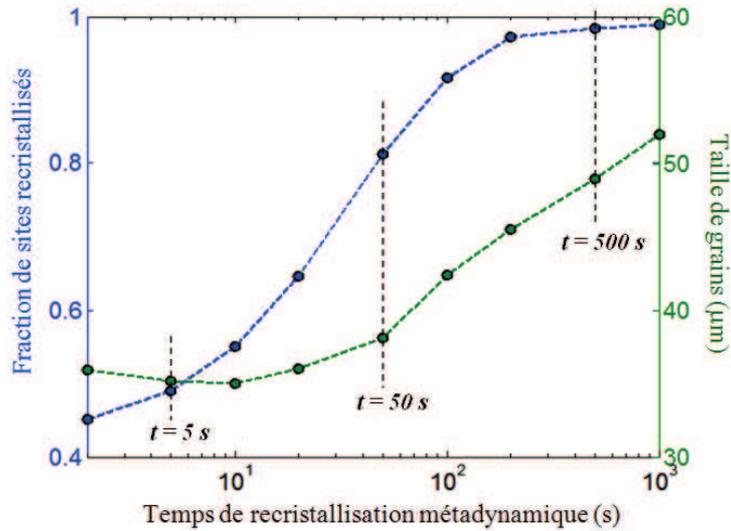


Figure 4.3.16 : Evolution de la fraction de sites recristallisés et de la taille de grains en fonction du temps de maintien après déformation à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} , $\epsilon = 0,69$

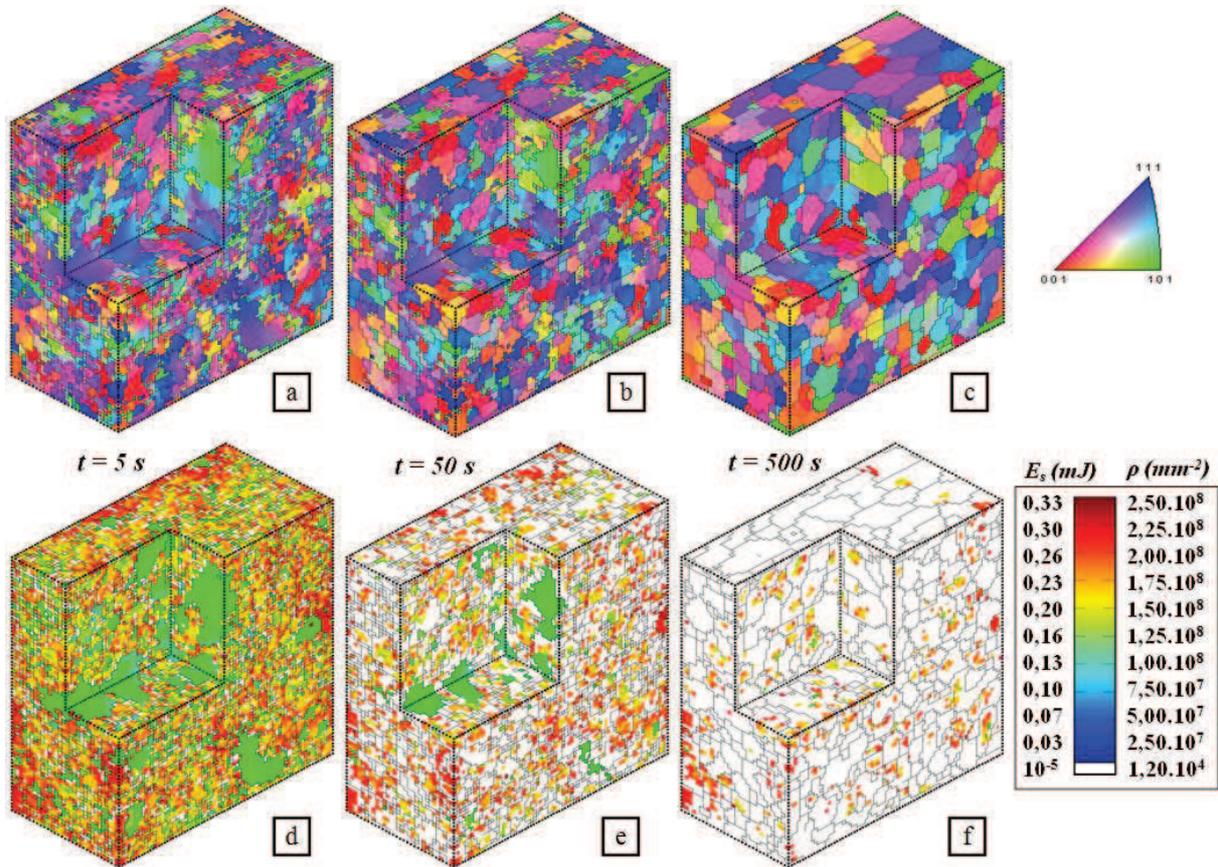


Figure 4.3.17 : Cartographies 3D représentant l'évolution des orientations cristallines (a, b, c) et des densités de dislocations (d, e, f) au cours de la recristallisation métadynamique après une déformation de 0,69 à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} , réalisée à l'aide du chaînage séquentiel

La fraction initiale de sites ayant recristallisé de la Figure 4.3.16 correspond à celle obtenue après un taux de déformation de 0,69. Celle-ci est de 45 % (Figure 4.3.12) et correspond à la fraction seuil pouvant être atteinte par le mécanisme de recristallisation dynamique. En comparaison, la

fraction maximale de sites ayant recristallisé pouvant être atteinte au cours du mécanisme de recristallisation métadynamique est proche de 100 % (Figure 4.3.16).

L'évolution de la taille de grains au cours de la recristallisation métadynamique présente deux régimes distincts :

- *un régime d'homogénéisation de la taille de grains* pour $t \leq 50$ s. La taille de grains évolue peu au cours de ce régime, toutefois, des évolutions de microstructures ont lieu entre la cartographie 4.3.17(a) et la cartographie 4.3.17(b). Ces évolutions de microstructures sont pilotées par la réduction d'énergie stockée dans l'agrégat comme le montre le nombre de sites ayant recristallisé (en blanc) plus important sur la cartographie (e) que sur la cartographie (d) de la Figure 4.3.17.

- *un régime de croissance de grains* pour $t > 50$ s. La taille de grains augmente de $35 \mu\text{m}$ à $55 \mu\text{m}$ entre 50 s et 1000 s. Cette croissance de grains est accompagnée par la diminution du nombre total de grains dans l'agrégat. Ce régime se prolonge par le mécanisme de croissance normale des grains.

4.3.2.4 Prise en compte du maillage thermique au cours de la déformation

Le lien entre maillage thermique et germination de nouveaux grains au cours de la déformation est dans un premier temps observé expérimentalement, puis reproduit numériquement à l'aide du chaînage séquentiel. Dans un second temps, l'influence de la prise en compte du maillage thermique dans le chaînage séquentiel sera discutée à l'aide des paramètres mésoscopiques introduits dans la section 4.3.2.2 (fraction de sites ayant recristallisé, taille de grains, distribution des désorientations et fraction de sous-joints).

Le maillage de recuit au cours de la germination est observé expérimentalement sur l'Inconel 718 comme le montre la Figure 4.3.18, réalisée sur un échantillon ayant subi un traitement de $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 1h afin de faire croître la taille de grains. Ce traitement permet également de pouvoir différencier, après une déformation de $0,69$ à $980 \text{ }^\circ\text{C}$, 10^{-2} s^{-1} et une trempe, les grains déformés des grains recristallisés.

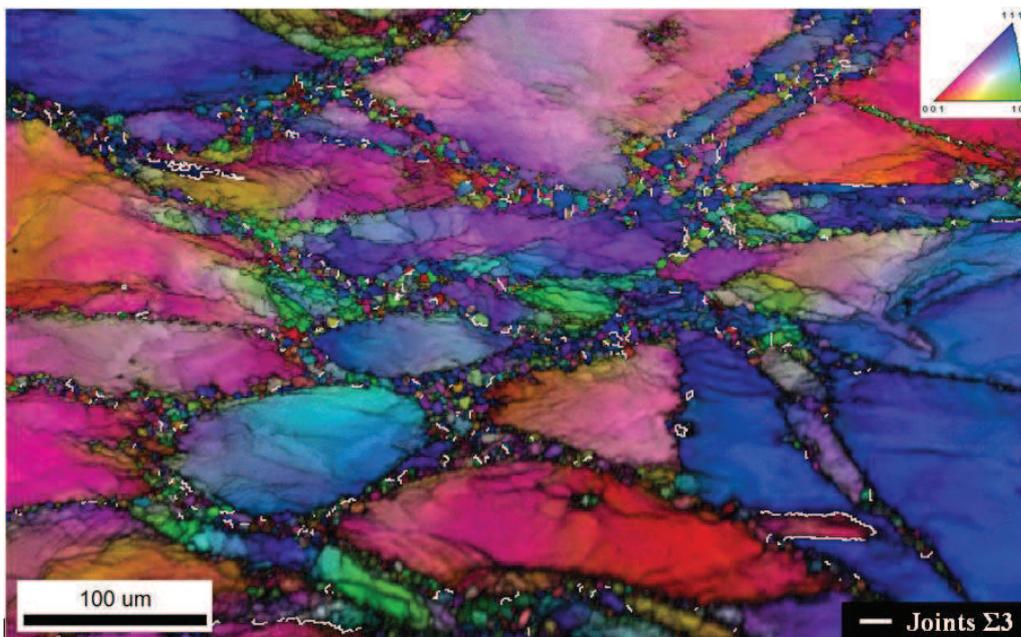


Figure 4.3.18 : Cartographie d'orientations (avec l'image qualité en niveau de gris) d'un échantillon ayant subi un traitement de $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 1h puis une déformation de $0,69$ à $980 \text{ }^\circ\text{C}$, 10^{-2} s^{-1} . Les joints $\Sigma 3$ sont mis en évidence par un trait blanc

La cartographie de la Figure 4.3.18 montre une population bimodale d'anciens gros grains déformés et de nouveaux petits grains recrystallisés. Les joints $\Sigma 3$ sont majoritairement localisés dans les zones à petits grains montrant ainsi qu'ils sont liés à la germination des nouveaux grains.

Ce lien entre maillage thermique et germination est intégré dans le modèle de recrystallisation sous la forme d'un critère probabiliste avec une sélection du variant plus ou moins déterministe. Cette sélection est réalisée, selon l'étape de recrystallisation :

- *en germination*, le germe sera désorienté de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ par rapport au site initial avec une probabilité P_{TW_n} , le variant étant lui-même choisi aléatoirement parmi les quatre possibles.

- *en croissance*, le variant est déterminé en fonction de la direction de migration du joint de grains. L'axe $\langle 111 \rangle$ le plus proche de la direction de croissance détermine le variant. Actuellement, la nature de ces joints particuliers n'est pas prise en compte, leur mobilité est la même que celle des joints de forte désorientation.

La prise en compte du maillage thermique a été réalisée au cours du chaînage séquentiel à 1050°C , 10^{-2} s^{-1} avec des probabilités de maillage P_{TW_n} et P_{TW_g} de 0,2. L'introduction du maillage de recuit dans le modèle de recrystallisation influence les microstructures obtenues après recrystallisation (Figure 4.3.19). Ces cartographies ont été obtenues à partir de l'agrégat représentant une microstructure réelle.

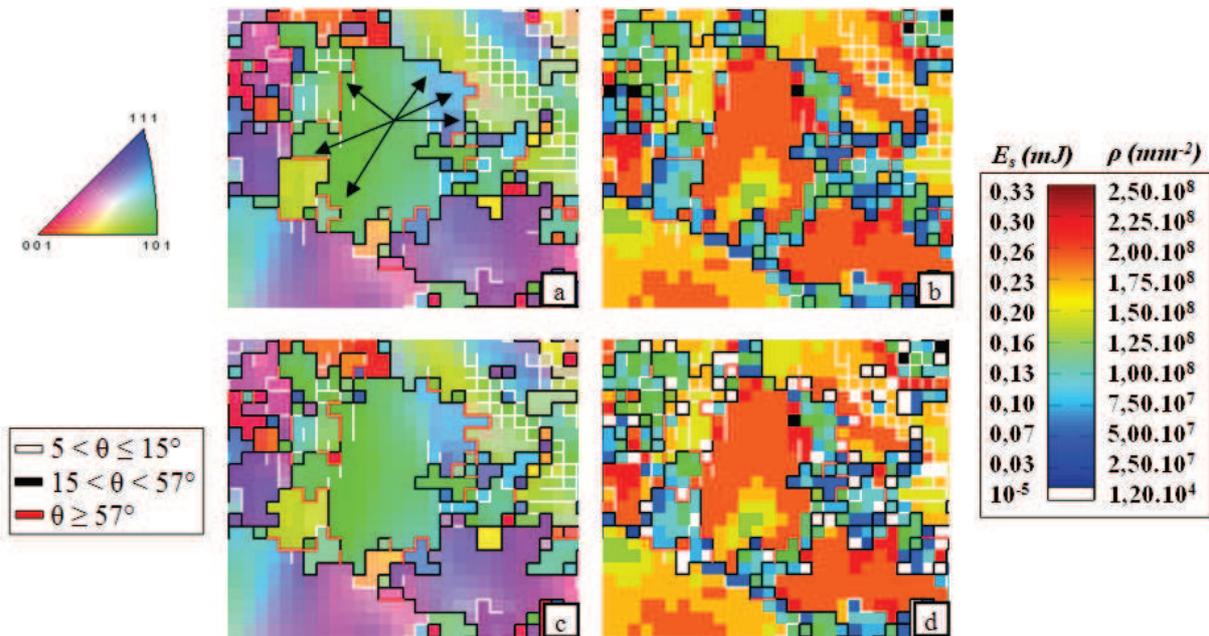


Figure 4.3.19 : Influence du maillage de recuit de la microstructure au cours du chaînage séquentiel, à 1050°C , 10^{-2} s^{-1} déformé à $\epsilon = 0,64$, (a) cartographie d'orientations avant recrystallisation, (b) cartographie de densités de dislocations, (c) cartographie d'orientations après recrystallisation, (d) cartographie de densités de dislocations après recrystallisation

Le critère permettant de différencier une macle de recuit d'un joint générique est la désorientation. Celle-ci est fixée à 57° afin de prendre en compte les macles de recuit venant de germer ou de croître au cycle (N,2) et celles ayant subi une légère désorientation par rotation du réseau cristallin au cours de la déformation au cycle (N-1,2).

Les flèches tracées sur la Figure 4.3.19(a) et (b) permettent d'indiquer les sites sur lesquels apparaissent des macles thermiques par germination ou croissance. La Figure 4.3.19(b) sert de

référence, avant recristallisation, pour pouvoir localiser les sites de recristallisation potentielle. La densité de dislocations (énergie stockée) d’un site venant de recristalliser est minimale (E_{rex}). Ce site recristallisé est alors représenté en blanc sur la cartographie (d) de la Figure 4.3.19.

A l’aide des cartographies d’orientations (c) et de densités de dislocations (d), la germination et la croissance de macles thermiques peut être suivie. Le lien entre réorientation et diminution de la densité de dislocations permet de valider l’introduction du maillage de recuit.

L’introduction du maillage de recuit dans le chaînage séquentiel a une influence notable sur la taille de grains puisque celle-ci diminue de 25 % par rapport à la version sans maillage thermique, et se rapproche ainsi des valeurs expérimentales (Figure 4.3.20).

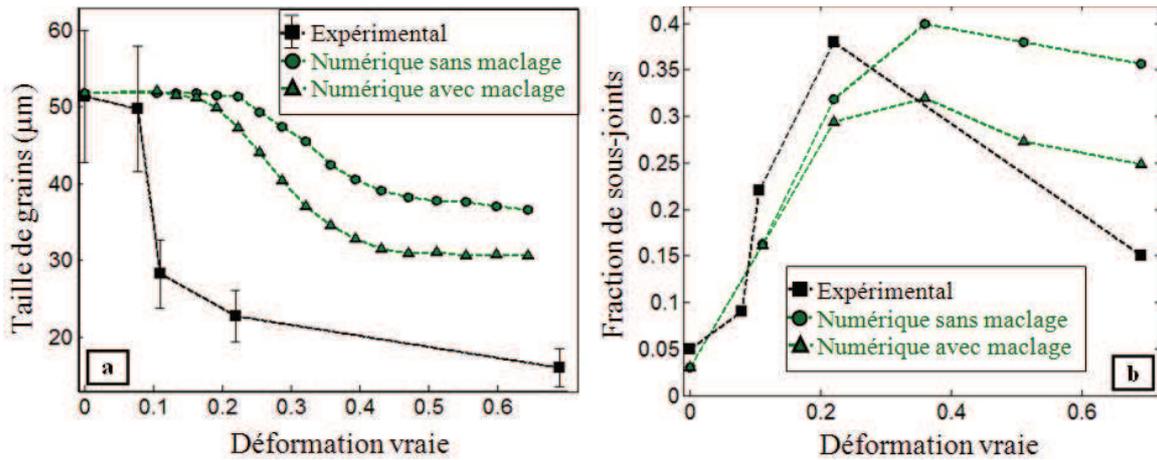


Figure 4.3.20 : Influence du maillage de recuit sur (a) la taille de grains et (b) la fraction de sous-joints au cours du chaînage séquentiel à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1}

Toutefois, la différence d’évolution de taille de grains entre les résultats expérimentaux et numériques ainsi que la différence de taille de grains finale obtenue après un taux de déformation de 0,69 montre qu’une amélioration doit encore être réalisée afin d’améliorer la description de ce paramètre.

L’introduction du maillage de recuit améliore également la prévision de l’évolution de la fraction de sous-joints par rapport à la simulation initiale. En effet, avec la prise en compte du maillage de recuit, la diminution de la fraction de sous-joint, après un maximum situé à $\epsilon \approx 0,35$, est plus conséquente. La diminution de la fraction de sous-joints s’explique par leur remplacement, en partie, par des joints de forte désorientation issus du maillage thermique se développant au cours de la recristallisation.

Le maillage permet donc de mieux prévoir les deux indicateurs mésoscopiques : la taille de grains et la fraction de sous-joints. Cependant, des analyses complémentaires réalisées sur la fraction de sites recristallisés et sur la courbe de compression, montrent que celles-ci ne sont pas modifiées par l’introduction du maillage.

Bien que l’analyse expérimentale du Chapitre 3 a mis en évidence que le maillage de recuit tend à disparaître au cours de la déformation, il a été montré dans ce chapitre (Figures 4.3.18 et 4.3.19), que le maillage de recuit permet la germination de nouveaux grains même s’il ne représente qu’une fraction négligeable de l’ensemble des désorientations présentes dans la microstructure. Néanmoins, l’introduction du maillage thermique est une première approche et nécessite des améliorations. Cette approche est de plus originale car, à notre connaissance, aucune étude intégrant le maillage de recuit n’est présentée dans la littérature.

Conclusions intermédiaires

Un chaînage séquentiel entre deux modèles, l'un de plasticité cristalline (CristalECP) et l'autre de recristallisation (CAREX) est réalisé afin de décrire la courbe de compression de l'Inconel 718 en conditions super- δ -solvus. Cette approche, appelée CAFE dans la littérature, est la première, à notre connaissance, à modéliser le phénomène de recristallisation dynamique.

Un développement spécifique du modèle de recristallisation a été réalisé afin qu'il puisse intégrer la troisième dimension (déjà intégrée dans CristalECP) et le maillage thermique. Les lois constitutives de ce modèle sont des lois simples, initialement implémentées pour décrire la recristallisation statique.

Deux types d'agrégats 3D ont été utilisés au cours de l'étude numérique : un agrégat réalisé à partir de 1000 grains d'orientations aléatoires avec 64000 éléments, servant à l'identification des paramètres du chaînage séquentiel, et un agrégat représentant une microstructure réelle de 1200 grains (168750 éléments), utilisé avec les paramètres identifiés précédemment pour simuler les résultats expérimentaux..

Les paramètres matériaux ont été identifiés pour une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} . Pour les essais à 10^{-1} s^{-1} et 10^0 s^{-1} , seule la mobilité des joints a été considérée comme croissante avec la vitesse de déformation, tous les autres paramètres restant constants. L'accord entre les courbes de compression expérimentales et numériques est excellent pour la plus faible vitesse, et acceptable pour les deux autres.

Le chaînage séquentiel permet également de conserver, au cycle N, les champs mécaniques et microstructuraux mésoscopiques (contraintes, déformations, densités de dislocations et orientations cristallines) issus de l'étape N-1. L'évolution de ces champs au cours de la déformation macroscopique est discutée et montre la cohérence de l'approche proposée.

Divers indicateurs macroscopiques ont été utilisés (tailles de grains, distributions des désorientations, fraction de sites ayant recristallisé, texture) afin de comparer les résultats obtenus à l'aide du chaînage séquentiel aux résultats expérimentaux du Chapitre 3. L'ensemble de ces indicateurs décrivent qualitativement les résultats expérimentaux. Toutefois, l'évolution de la taille de grains est l'indicateur le moins bien décrit, le chaînage séquentiel prévoyant une cinétique plus lente de diminution de la taille de grains.

Le chaînage séquentiel a également été utilisé pour suivre la recristallisation métadynamique, sans développement supplémentaire par rapport à la description de la recristallisation dynamique. Les résultats obtenus semblent bien décrire les régimes physiques d'évolution de la taille de grains et la fraction de sites ayant recristallisé.

Enfin, l'ajout du maillage thermique a permis d'améliorer la description des résultats expérimentaux, en particulier de diminuer les tailles de grains obtenues sans maillage de 25 %. Une meilleure description de l'évolution de la fraction de sous-joints a également été constatée.

Synthèse et perspectives

Synthèse

Ce travail a permis de décrire de façon plus précise les mécanismes physiques à l'œuvre au cours du forgeage à chaud dans les domaines super- δ -solvus et sub- δ -solvus de l'Inconel 718. La modélisation et la quantification de ces mécanismes dans le domaine super- δ -solvus, ont servi de base au développement d'un modèle numérique permettant de reproduire le comportement mécanique de l'alliage au cours du forgeage et de prévoir l'évolution de sa microstructure.

Parmi les différentes conclusions présentées en fin de chacun des chapitres, il est important de préciser les résultats les plus marquants de ce travail.

Ainsi, l'étude de la précipitation de la phase δ a permis :

- de proposer un diagramme TTT original pour l'Inconel 718 intégrant les cinétiques de précipitation à partir d'un état homogénéisé (1000 °C pendant 1 h) et de résoudre ainsi certaines incohérences de la littérature à propos des domaines de coexistence entre les phases γ' et δ .
- de quantifier l'évolution de la fraction volumique de phase δ par diffraction des neutrons en réalisant des mesures *in-situ* lors d'une précipitation à 900 °C pour des temps de traitement allant jusqu'à cinq heures et de modéliser ces cinétiques de précipitation à l'aide d'une approche basée sur la cinétique d'Avrami.
- d'identifier la fraction surfacique de phase δ critique, inhibant la croissance de grains au cours d'un traitement thermique. Cette fraction critique est de l'ordre de 2,4 %.

L'étude de la mise en forme super- δ -solvus a permis :

- de développer un montage de trempe efficace permettant d'obtenir des microstructures exemptes de toute trace de recristallisation métadynamique à différents taux de déformation, permettant ainsi de déterminer l'influence de la seule recristallisation dynamique sur la microstructure.
- de mesurer de façon quantitative l'influence individuelle de chaque paramètre thermomécanique (température, vitesse de déformation) et de la taille de grains initiale sur la courbe de compression ainsi que sur l'évolution de microstructure (notamment la fraction de grains recristallisés), étude trop souvent négligée dans la bibliographie.
- de comprendre l'importance des conditions interpasses lors de la mise en forme multipasses pour deux chemins thermomécaniques industrialisables différents. En particulier, les effets sur la courbe de compression et sur l'évolution de microstructure au cours de la seconde passe ont été analysés dans le but de proposer le chemin interpasse nécessitant le moins d'effort tout en permettant d'obtenir la taille de grains la plus proche des conditions de mise en forme unipasses.

L'étude de la mise en forme sub- δ -solvus a permis :

- de mettre en évidence que la présence d'aiguilles de phase δ accroît l'écroutissage initial et accélère l'apparition de la recristallisation dynamique ce qui entraîne un effort accru au cours de la mise en forme et une taille de grains finale jusqu'à quatre fois plus faible que dans l'étude super- δ -solvus ($D_{ASTM} = 14$).
- d'évaluer les cinétiques de dissolution statique et dynamique de la phase δ en fonction de la fraction initiale de phase δ et de la vitesse de déformation pouvant servir de base de données industrielle pour la prévision de la taille de grains finale.

L'étude liée à la simulation du forgeage a permis :

- de proposer, à notre connaissance, la première approche à trois dimensions permettant de simuler la recristallisation dynamique couplée à une approche polycristalline basée sur la plasticité cristalline du type CPFEM.
- de réaliser une double validation de cette approche jusqu' à un taux de déformation de 0,69 en décrivant la courbe de compression et les évolutions de microstructures expérimentales à 1050 °C, 10^{-2} s^{-1} à partir d'un agrégat réalisé à partir d'une microstructure réelle (en prenant en compte le maillage thermique).

Une étude complémentaire à l'échelle industrielle a permis (Annexes 2 et 6) :

- de modéliser de façon simple le temps de chauffe nécessaire à l'homogénéité thermique d'un pion de laboratoire et d'un lopin industriel afin de prévoir la fraction de phase δ pouvant potentiellement précipiter au cours de la chauffe.
- de valider les conditions de mise en forme étudiées et de déterminer des gammes permettant de respecter le critère sur la taille de grains afin de respecter un cahier des charges client.

Perspectives

Analyse expérimentale

Le travail expérimental initié sur la détermination des cinétiques de précipitation de la phase δ par diffraction des neutrons *in-situ* à une seule température (900 °C) et pour une seule microstructure initiale (état brut de réception) pourrait être étendu à d'autres conditions afin d'obtenir une base de données sur l'évolution de la fraction volumique de phase δ . La prise en compte de microstructures présentant des tailles de grains plus importantes pourrait être réalisée en faisant l'acquisition de plages angulaires plus importantes que celles analysées dans le manuscrit. La diffraction des neutrons *in-situ* donnerait également accès aux fractions d'équilibre de la phase δ en fonction de la température de traitement et de la microstructure considérées. En utilisant un four pouvant atteindre des températures plus élevées, on pourrait également s'intéresser à déterminer les cinétiques de dissolution de la phase δ .

Le travail réalisé ouvre des questions sur la compréhension du mécanisme de recristallisation métadynamique responsable de l'homogénéisation de la taille de grains après mise en forme super- δ -solvus et sur la détermination de ses cinétiques. D'un côté, il a été constaté qu'à des vitesses de déformation importantes, de l'ordre de 10^0 s^{-1} , le montage de trempé développé au cours de ce travail ne permet pas un refroidissement suffisamment rapide pour inhiber totalement ce mécanisme et donc l'évolution de la microstructure. Un développement serait donc nécessaire pour optimiser ce dernier afin de déclencher le refroidissement plus rapidement. D'un autre côté, la nécessité de compréhension des cinétiques de recristallisation métadynamique est fortement liée au besoin industriel de maîtriser la température de la pièce au cours du procédé multipasses. Toutefois, ce procédé a l'inconvénient d'ajouter une complexité supplémentaire à la mise en forme unipasse car il impose la prise en compte de l'évolution de microstructure au cours de l'interpasse. Pour sa compréhension, diverses études complémentaires doivent être envisagées.

Le travail proposé s'est intéressé aux évolutions de microstructures au cours de la mise en forme sub- δ -solvus. Une étude exploratoire a été réalisée sur la détermination des cinétiques de dissolution statiques et dynamiques de la phase δ . Afin de mieux comprendre les interactions entre la phase δ sous forme aciculaire et la matrice au cours de la déformation, la base de données expérimentale devrait être complétée avec de nouvelles fractions de phase δ initiales. Ceci permettrait de confirmer l'influence de la morphologie de la phase δ sur la courbe de compression et également de le quantifier. Dans un second temps, une étude sur différents temps de maintien post-déformation,

devrait être réalisée afin de déterminer l'évolution de la fraction de phase δ au cours de la recristallisation métadynamique. Cette étude permettrait de déterminer l'influence de l'interpasse sur l'évolution de la fraction de phase δ pendant la mise en forme multipasses.

Analyse numérique

Le chaînage séquentiel est réalisé avec un pas de déformation constant de 0,025. L'étude numérique ne s'est pas intéressée à l'influence de ce paramètre sur le comportement macroscopique et les différents indicateurs mésoscopiques. Afin de mieux décrire la courbe de compression, il faudrait diminuer ce pas pour faire tendre le chaînage séquentiel vers un couplage total.

Le chaînage séquentiel pourrait être étendu à la mise en forme multipasses. Ce procédé de mise en forme nécessite toutefois de prendre en compte les phénomènes liés à la décharge, la recristallisation métadynamique, la relaxation des contraintes et la recharge qui ne sont pas intégrés dans l'approche actuelle et qui ont tous une influence directe ou indirecte sur l'évolution de la contrainte.

La diffraction des neutrons permettrait également de mesurer expérimentalement l'énergie stockée après différents taux de déformation. Ces résultats permettraient d'améliorer la prévision du chaînage séquentiel et notamment d'avoir une donnée quantitative pouvant être directement comparée aux densités de dislocations obtenues.

Le chaînage séquentiel ne permet de modéliser qu'une seule phase. Afin de pouvoir intégrer des précipités (comme la phase δ dans l'Inconel 718), il faudrait l'étendre à n phases. Toutefois, la phase δ évoluant au cours de la mise en forme, l'introduction de lois thermodynamiques couplées à la base de données expérimentale obtenue, serait nécessaire afin de décrire son évolution.

Bibliographie

- [AAR68] H.I. Aaronson et Y.C. Liu - "*On the Turnbull and the Cahn theories of the cellular reaction*" - Scripta Met. (1968) p.1-7
- [ABR09] G. Abrivard - "*A coupled crystal plasticity - phase field formulation to describe microstructural evolution in polycrystalline aggregates during recrystallization*" - Thèse de doctorat de l'Ecole des Mines de Paris (2009)
- [ABR12a] G. Abrivard *et al.* - "*Phase field modelling of grain boundary motion driven by curvature and stored energy gradients. Part I: theory and numerical implementation*" - Phil. Mag. (2012) p.1-25
- [ABR12b] G. Abrivard *et al.* - "*Phase field modelling of grain boundary motion driven by curvature and stored energy gradients. Part II: application to recrystallization*" - Phil. Mag. (2012) p.26-47
- [ADA71] J.P. Adamson et J.W. Martin - "*Nucleation of $M_{23}C_6$ carbide particles in the grain boundaries of an austenitic stainless steel*" - Acta Metall. (1971) p.1015-1018
- [ALE04] F. Alexandre - "*Aspects probabilistes et microstructuraux de l'amorçage des fissures de fatigue dans l'alliage IN718*" - Thèse de l'Ecole des mines de Paris (2004) p.16-29
- [AND84] M. P. Anderson *et al.* - "*Computer simulation of grain growth I. Kinetics*" - Acta Met. (1984) p.783-791
- [ARB98] A. Arbab - "*Modélisation métallurgique du laminage à chaud des tôles d'aciers au carbone non alliés*" - Thèse de doctorat de l'Ecole Centrale Paris (1998) p. 22-25
- [AVR39] M. Avrami - "*Kinetics of Phase Change. I General Theory*" - J. of Chem. Phy. (1939) p.1103-1112
- [AVR40] M. Avrami - "*Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei*" - J. of Chem. Phy. (1940) p.212-224
- [AVR41] M. Avrami - "*Kinetics of Phase Change. III. Granulation, phase change, and microstructure*" - J. of Chem. Phy. (1941)
- [AZA04] S. Azadian *et al.* - "*Delta phase precipitation in INCONEL 718*" - Mat. Char. (2004) p.7-16
- [BAR89] J. F. Barker - "*The initial years of alloy 718. A GE perspective*" - Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives (1989) p.269-277
- [BAU81] S.F. Baumann *et al.* - "*Initiation and growth of the grain boundary discontinuous precipitation reaction*" - Acta Met. (1981) p.1343-1355
- [BEA04] V. Beaubois *et al.* - "*Short term precipitation kinetics of δ phase in strain free INCONEL 718 alloy*" - Mater. Sc. Tech. (2004) p.1019-1026
- [BEL77] S.P. Bellier et R.D. Doherty - "*The structure of deformed aluminium and its recrystallization - investigations with transmission Kossel diffraction*" - Acta Met. (1977) p.521-538
- [BEL95] A. Belkebir et A. Kobylanski - "*Lois de comportement à chaud avec recristallisation dynamique. Application au cas des alliages à base de fer pur*" - J. de Physique IV (1995) p.165-175
- [BER09] M. Bernacki *et al.* - "*Finite element model of primary recrystallization in polycrystalline aggregates using a level set framework*" - Mat. Sc. Eng. (2009)
- [BER11] P. Bernard *et al.* - "*A two-site mean field model of discontinuous dynamic recrystallization*" - Mat. Sc. Eng. (2011) p.7357-7367
- [BI10] Z-N. Bi *et al.* - "*Mechanism of α -Cr precipitation and crystallographic relationships between α -Cr and δ phases in Inconel 718 alloy after long-time thermal exposure*" - Inter. J. of Min. Met. and Met. 17 (2010) p.312-317
- [BOZ12] N. Bozzolo *et al.* - "*Fast in-situ annealing stage coupled with EBSD: A suitable tool to observe quick recrystallization mechanisms*" - Mat. Char. (2012) p.28-32
- [BRO82] C.R. Brooks - "*Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys*" - Ed. Am. Soc. for Met. (1982) p.40-55
- [BRU99] E. Brünger *et al.* - "*Dynamic recrystallization in austenitic steel alloy 800H*" - Recrystallization and related phenomena (1999) p.235-240

- [BUR11] R. Bureau *et al.* - "*Cinétiques de dissolution de la phase δ dans l'Inconel 718*" - Rapport de Mastère Spécialisé du CEMEF (2011)
- [CAH59] J. W. Cahn - "*The kinetics of cellular segregation reactions*" - Acta Met. (1959) p.18-28
- [CAI03] D. Cai *et al.* - "*Dissolution kinetics of δ phase and effect on notch sensitivity of Inconel 718*" - Trans. of Nonferrous Metals Society of China (2003) p.1338-1341
- [CAI07] D. Cai *et al.* - "*Dissolution kinetics of δ phase and its influence on the notch sensitivity of INCONEL 718*" - Mat. Char. (2007) p.220-225
- [CED12] D. Cédât *et al.* - "*Polycrystal model of the mechanical behavior of a Mo-TiC30% metal-ceramic composite using a three-dimensional microstructure map obtained by dual beam focused ion beam scanning electron microscopy*" - Acta Mat. (2012) p.1623-1632
- [CHE76] C.C Chen et J.E. Coyne - "*Deformation characteristics of Ti-6Al-4V alloy under isothermal forging conditions*" - Met. Trans. (1976) p.1931-1941
- [COL88] J.P. Collier *et al.* - "*The Effect of Varying Al, Ti, and Nb Content on the Phase Stability of INCONEL 718*" - Met. trans. (1988) p.1657-1666
- [CON01] F.P.Cone - "*Observations on the development of δ phase in IN718 alloy*" - Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives (2001) p.323-332
- [COZ73] R. Cozar et A. Pineau - "*Morphology of γ' and γ'' precipitates and thermal stability of Inconel 718 type alloys*" - Met. Trans. 4 (1973) p.47-59
- [DAI10] S. Dai et W. Liu - "*First-principles study on the structural, mechanical and electronic properties of δ and γ'' phases in Inconel 718*" - Comp. Mat. Sc. (2010) p.414-418
- [DAS07] S. Das *et al.* - "*A combined neuro fuzzy-cellular automata based material model for finite element simulation of plane strain compression*" - Comp. Mat. Sc. (2007) p.366-375
- [DAV97] J. R. Davis - "*ASM Speciality Handbook: Heat Resistant Materials*" - Ed. ASM Inter. (1997)
- [DEC54] S.M. de Corso - "*Measurement of total emissivities of gas turbine combustor materials*" - The American Society of Mechanical Engineers (1954) p.1-17
- [DEJ09] J. de Jaeger - "*Etude expérimentale et numérique de l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 - interaction avec la perméabilité aux ultrasons*" - Stage de fin d'études de l'Ecole Polytech' Paris Sud (2009)
- [DES94] Y. Desvallées *et al.* - " *δ phase in INCONEL 718: mechanical properties and forging process requirements*" - Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives (1994) p.281-291
- [DIB10] M. Dib - "*Synthèse, caractérisation et étude structurale par diffraction des RX des oxalates mixtes à base de Plomb, de Lanthane et de Zirconium*" - rapport de magistère de l'Université de Constantine (2010) p.48-59
- [DIL67] I.L. Dillamore *et al.* - "*Oriented Nucleation in the Formation of Annealing Textures in Iron*" - Met. Sci. J. (1967) p.49-54
- [DIM78] O. Dimitrov *et al.* - "*Recrystallization of metallic materials*" - Ed. Riederer-Verlag (1978)
- [DIN01] R. Ding et Z.X. Guo - "*Coupled quantitative simulation of microstructural evolution and plastic flow during dynamic recrystallization*" - Acta. Mat. (2001) p.3163-3175
- [DIX92] A. W. Dix *et al.* - "*Application of ultra fine grain alloy 718 forging billet*" - Superalloys (1992) p.23-41
- [DJA73] R.A.P. Djaic et J.J. Jonas - "*Recrystallization of high carbon steel between intervals of high temperature deformation*" - Met. Mat. Trans. (1973) p.621-624
- [DUL92] D. Duly - "*Etude de la précipitation discontinue dans les alliages Mg-Al*" - Thèse de doctorat de l'INPG (1992) p.87-112
- [EIS65] H.L. Eiselstein - "*Metallurgy of a columbium-hardened nickel-chromium-iron alloy*" - Am. Soc. Testing Mater. (1965) p.62-78
- [ERI03] P. Eriau - "*Etude expérimentale et analyse numérique de l'influence des hétérogénéités induites par la déformation à froid sur la recristallisation primaire d'un acier IF-Ti*" - Thèse de doctorat de l'Ecole Centrale Paris (2003)

- [ERI04] P. Eriean et C. Rey - "*Modeling of deformation and rotation bands and of deformation induced grain boundaries in IF steel aggregate during large plane strain compression*" - Int. J. Plas. (2004) p.1763-1788
- [FAB13] A-L. Fabiano et R. Logé - Communication privée (2013) - CEMEF
- [FIS51] J.C. Fisher - "*Calculation of Diffusion Penetration Curves for Surface and Grain Boundary Diffusion*" - J. of Applied Physics (1951) p.74-77
- [FLI12] Site internet - "*www.flightglobal.com*" - (2012)
- [FOU79] R.A. Fournelle - "*Discontinuous coarsening of lamellar cellular precipitate in an austenitic Fe 30% - Ni 6% - Ti alloy, I : Morphology*" - Acta Mat. (1979) p.1135-1145
- [FRA84] P. Franciosi - "*Etude théorique et expérimentale du comportement élastoplastique des monocristaux métalliques se déformant par glissement : modélisation pour un chargement complexe quasi-statique*" - Thèse de l'université Paris Nord (1984)
- [GAN99] Ch-A. Gandin *et al.* - "*A three-dimensional cellular automaton-finite element model for prediction of solidification grain structures*" - Met. Mat. Trans. (1999) p.3153-3165
- [GAW07] J. Gawad et M. Pietrzyk - "*Application of CAFE multiscale model to description of microstructure development during dynamic recrystallization*" - Archives of Met. and Mat. (2005) p.257-266
- [GAR92] C.I. Garcia *et al.* - "*Thermomechanical processing and continuous cooling transformation behavior of IN-718*" - Superalloys (1992) p.527-537
- [GED10] B. Geddes *et al.* - "*Superalloys: Alloying and Performance*" - ASM International (2010) p.12-24
- [GEN97] L. Geng *et al.* - "*Continuous cooling transformation behavior of alloy 718*" - Mat. Letters (1997) p.401-405
- [GLE69] H. Gleiter - "*The formation of annealing twins*" - Acta Met. (1969) p.1421-1428
- [GOE98] R.L. Goetz et V. Seetharaman - "*Static recrystallization kinetics with homogeneous and heterogeneous nucleation using a cellular automata model*" - Met. Mat. Trans. (1998) p.2307-2321
- [GRE99] G.A. Greene et C.C Finfrock - "*Dependence of total hemispheric emissivity of Inconel 718 on surface oxidation and temperature*" - p.1-30
- [GUI81] A.A. Guimaraes et J.J Jonas - "*Recrystallization and aging effects associated with the high temperature deformation of Waspaloy and Inconel 718*" - Met. Trans. (1981) p.1655-1666
- [GUS79] W. Gust - "*Discontinuous precipitation in binary metallic systems*" - Phase Transformations (1979) p.27-68
- [HAZ94] A. Hazotte et J. Lacaze - "*Quantitative analysis of the microstructure of nickel based superalloys*" - Revue de Métallurgie (1994) p.278-294
- [HEN75] G. Henry *et al.* - "*Cinétique et morphologie de la précipitation intergranulaire de borocarbures $MZ_3(B,C)_6$ dans les aciers*" - J. Phy. (1975) p.245-261
- [HER81] R. Herbertz et H. Wiegels - "*Ein verfahren zur verwirklichung des reibungsfreien zylindertauchversuches für die ermittlung von fließkurven*" - Stahl und Eisen (1981) p.29-32
- [HES91] H.W. Hesselbarth et I.R. Göbel - "*Simulation of recrystallization by cellular automata*" - Acta Met. (1991) p. 2135-2143
- [HIV11] V. Hivin - "*Simulation d'opérations de chauffe et de refroidissement sur des alliages base nickel et base titane*" - Rapport de Master 2 (2011) p.32-46
- [HOC01] T. Hoc *et al.* - "*Experimental and numerical analysis of localization during sequential test for an IF-Ti steel*" - Acta Mat. (2001) p.1835-1846
- [HUM90] F.J. Humphreys *et al.* - "*Microstructural development during thermomechanical processing of particulate metal-matrix composites*" - Mat. Sci. Tech. (1990) p.1157-1166
- [HUM04] F.J. Humphreys et M. Hatherly - "*Recrystallization and Related Annealing Phenomena*" - Pergamon Materials Series, Second Edition (2004) p.285-320

- [HUT89] B. Hutchinson *et al.* - "On the kinetics of recrystallization in cold worked metals" - Scripta Met. (1989) p. 671-676
- [JAO08] B. Jaoul - "Etude de la plasticité et application aux métaux" - Presses de L'Ecole des Mines (2008)
- [JAZ01] H. Jazaeri et F.J. Humphreys - "The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys: II - annealing behaviour" - Acta Mat. (2004) p.3251-3262
- [JIN10] Z. Jin et Z. Cui - "Modelling the effect of initial grain size on dynamic recrystallization using a modified cellular automata and a adaptative response surface method" - J. Mat. Sc. Tec. (2010) p.1063-1070
- [JOH39] W.A. Johnson et R.F. Mehl - "Reaction kinetics in processes of nucleation and growth" - Trans. Aime (1939) p.416-458
- [JON94] J.J. Jonas - "Dynamic recrystallization - scientific curiosity or industrial tool?" - Mater. Sci. Eng. (1994) p.155-165
- [KAR96] L.P. Karjalainen et J. Perttula - "Characteristics of static and metadynamic recrystallization and strain accumulation in hot-deformed austenite as revealed by the stress relaxation method" - ISIJ Int. (1996) p.729-736
- [KER03] A. Kermanpur *et al.* - "Effect of process parameters on grain structure formation during VAR of INCONEL alloy 718" - J. of Mat. Sc. (2003) p.7175-7182
- [KIR70] I. Kirman et D.H. Warrington - "The precipitation of Ni₃Nb phases in a Ni-Fe-Cr-Nb alloy" - Metall. Trans. (1970) p.2667-2675
- [KIT05] C. Kittel - "Physique de l'état solide" - Ed. Dunod (2005)
- [KOB00] R. Kobayashi *et al.* - "A continuum model of grain boundaries" - Physica D (2000) p.141-150
- [KOC76] U.F. Kocks - "Law for work-hardening and low-temperature creep" - J. Eng. Mat. Tec. (1976) p.76-85
- [KOC98] U.F. Kocks *et al.* - "Texture and anisotropy : preferred orientations in polycrystals and their effect on material properties" - Cambridge University Press (1998)
- [KOL37] A.N. Kolmogorov - "On the statistical theory of the crystallization of metals" - Bull. Acad. Sci. USSR (1937) p.355-359
- [KRO61] E. Kröner - "Zur plastischen verformung des vielkristalls" - Acta Met. (1961) p.155
- [KUC09] D. Kuc *et al.* - "Multiscale CAFE modelling of dynamic recrystallization" - Mat. Sc. Forum (2010) p.2567-2572
- [KUG04] G. Kugler et R. Turk - "Modeling the dynamic recrystallization under multi-stage hot deformation" - Acta Mat. - p.4659-4668
- [KUO07] C.M. Kuoa et C.S. Linb - "Static recovery activation energy of pure copper at room temperature" - Scripta Mat. (2007) p.667-670
- [KUO09] C.M. Kuo *et al.* - "Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy" - Mat. Sc. and Eng. (2009) p.289-294
- [LAA91] A. Laasraoui et J.J. Jonas - "Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates" - Met. Trans. (1991) p.1545-1558
- [LAG10] P-Y. Lagrée - "Généralités, équations de la thermomécanique des fluides" - Cours de l'ENSTA (2010) p.1-16
- [LEB73] A. Le Bon *et al.* - "Recrystallization and precipitation induced by high temperature deformation of a weldable Nb-containing construction steel" - Mem. Sci. Rev. Met. (1973) p.577-588
- [LEE10] H.W. Lee et Y-T. Im - "Numerical modeling of dynamic recrystallization during nonisothermal hot compression by cellular automata and finite element analysis" - Int. J. Mech. Sc. (2010) p.1277-1289
- [LEW99] M. S. Lewandowski et R. A. Overfelt - "High temperature deformation behavior of solid and semi-solid alloy 718" - Acta Mat. 47 (1999) p.4695-4710

-
- [LIB11] M. Libert *et al.* - "Temperature dependant polycrystal model application to bainitic steel behavior under tri-axial loading in the ductile-brittle transition" - Int. J. Sol. and Struct. (2011) p.2196-2208
- [LIU96] W.C Liu *et al.* - Scripta Met. et Mater. (1996)
- [LIU97a] W.C Liu *et al.* - "The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in INCONEL 718 alloy" - Scripta Met. (1997) p.53-57
- [LIU97b] W.C Liu *et al.* - "Relationship between the lattice constant of γ phase and the content of δ phase, γ'' and γ' phases in INCONEL 718" - Scripta Mat. (1997) p.59-64
- [LIU98] W.C Liu *et al.* - "Influence of cold rolling on the precipitation kinetics of γ'' and δ phases in INCONEL 718 alloy" - J. Mater. Sc. Letters (1998) p.245-247
- [LI02] Li *et al.* - "Isolation and determination for δ , γ' and γ'' second phases in Inconel 718 alloy" - Scripta Mat. (2002) p.635-638
- [LON99] C.A. Long - "Essential Heat Transfer" - Ed. Pearson Education Limited (1999)
- [LUT69] M.J. Luton et C.M. Sellars - "Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation" - Acta Met. (1969) p.1033-1043
- [MAC58] J.K Mackenzie - "Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes" - Biometrika (1958) p.229-240
- [MAN98] P.A Manohar *et al.* - "Five Decades of the Zener Equation" - ISIJ International, (1998) p.913-924
- [MAD09] L. Madej *et al.* - "Development of the multi-scale analysis model to simulate strain localization occurring during material processing" - Arch. Comp. Meth. Eng (2009) p.287-318
- [MAT99] M.C. Mataya - "Simulating microstructural evolution during the hot working of alloy 718" - JOM (1999) p.18-26
- [MEC81] H. Mecking et U.F. Kocks - "Kinetics of flow and strain-hardening" - Acta Met. (1981) p.1865-1875
- [MED00] S.C. Medeiros *et al.* - "Microstructural modelling of metadynamic recrystallization in hot working of IN 718 superalloy" - Mat. Sc. And Eng. (2000) p.198-207
- [MOL90] W.J. Molloy - "Investment, cast superalloys: a good investment" - Adv. Mat. Proc. (1990) p.23-30
- [MON04] F. Montheillet - "Moving grain boundaries during hot deformation of metals: dynamic recrystallization" - Ed. Springer Verlag (2004) p.35-41
- [MON09] F. Montheillet - "Métallurgie en mise en forme à chaud" - Techniques de l'ingénieur M3031 (2009)
- [MUR75] L.E. Murr - "Interfacial phenomena in metals and alloys" - Ed. Addison-Wesley (1975) p.131
- [NAS09] M. Nasraoui *et al.* - "Influence de la température, de la vitesse de déformation, et de l'échauffement adiabatique sur le comportement mécanique du PMMA" - Congrès Français de mécanique (2009)
- [NES95] E. Nes - "Recovery revisited" - Acta Met. (1995) p.2189-2207
- [NIA10] A. Niang *et al.* - "Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718" - Mat. Char. (2010) p.525-534
- [NOC06] J. Nocedal and S. J. Wright - "Numerical Optimization" - (2nd edition) (2006) p.254-259
- [OHT95] H. Ohtani *et al.* - "Thermodynamic study of phase equilibria in the Pb-Sn-Sb system" - J. of Phase Equilibria (1995) p.416-429
- [OIM10] TSL OIM Analysis 6.1 - Aide du logiciel - (2010)
- [OLM09] D. L. Olmsted *et al.* - "Survey of computed grain boundary properties in face-centered cubic metals - II: Grain boundary mobility" - Acta Mat. (2009) p. 3704-3713
- [OUC82] C. Ouchi et T. Okita - "Dynamic recrystallization behavior of austenite in niobium-bearing high strength low alloy steels and stainless steel" - Trans. Iron Steel Inst. Jpn (1982) p.543- 551
-

-
- [PAR01] N.K. Park *et al.* - "*Hot forging of a nickel-base superalloy*" - J. of Mat. Proc. Tech. (2001) p.98-102
- [PAT96] R.V. Patil et G.B. Kale - "*Chemical diffusion of niobium in nickel*" - Journal of Nuclear Materials (1996) p.57-60
- [PEC95] P. Peczak - "*A Monte-Carlo study of influence of deformation temperature on dynamic recrystallization*" - Acta Met. Mat. (1995) p.1279-1291
- [PEI83] D. Pierce *et al.* - "*Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids*" - Acta Met. (1983) p.1951-1976
- [PET68] J. Petermann et E. Hornbogen - "*The mechanism of precipitation in lead-sodium solid solutions*" - Z Metallkunde (1968) p.814-822
- [PHI02] J. Philibert *et al.* - "*Métallurgie du minerai au matériau*" - éd. Dunod (2002) p.635-671
- [PON98] D. Ponge et G. Gottstein - "*Necklace formation during dynamic recrystallization: Mechanisms and impact on flow behavior*" - Acta Mat. (1998) p.69-80
- [PRE72] B. Predel et W. Gust - "*Discontinuous precipitation reactions in the Al-Ag system and the influence of ternary components*" - Mat. Sc. Eng. (1972) p.211-222
- [PRI11] L. Priester *et al.* - "*Joints de grains et plasticité cristalline*" - Ed. Hermes Sciences (2011) p.121-173
- [QIA03] M. Qian et J.C. Lippold - "*The effect of rejuvenation heat treatments on the repair weldability of wrought Alloy 718*" - Mat. Sc. Eng. (2003) p.225-231
- [RAA99] D. Raabe - "*Introduction of a scalable three-dimensional cellular automaton with a probabilistic switching rule for the discrete mesoscale simulation of recrystallization phenomena*" - Phil. Mag (1999) p.2339-2358
- [RAA02] D. Raabe et R.C. Becker - "*Coupling of a crystal plasticity finite-element model with a probabilistic cellular automaton for simulating primary static recrystallization in aluminium*" - Model. Sim. Mat. Sci. Eng. (2000) p.445-462
- [RAN01] V. Randle - "*A methodology for grain boundary plane assessment by single-section trace analysis*" - Scripta Mat. (2001) p.2789-2794
- [RAN05] T.D. Rane *et al.* - "*Modeling the recrystallization process using inverse cellular automata and genetic algorithms: studies using differential evolution*" - J. of Phase Equilibria and Diffusion (2005) p.311-321
- [REA53] W.T Read - "*Dislocations in crystals*" - Ed. McGraw-Hill (1953)
- [REE08] R.C. Reed - "*The Superalloys: Fundamentals and Applications*" - Cambridge University Press (2008) p.1-28
- [REP10] J. Repper *et al.* - "*Neutron Larmor diffraction measurements for materials science*" - Acta. Mat. (2010) p.3459-3467
- [RES10] H. Resk - "*Finite element modelling of grain-scale heterogeneities in polycrystalline aggregates*" - Thèse de doctorat de l'Ecole des Mines de Paris (2010)
- [RIZ10] N. Rizzi - Etude interne à Forges de Bologne (2010)
- [ROL92] A.D. Rollett *et al.* - "*Microstructural simulation of dynamic recrystallization*" - Acta Met. Mat. (1992) p.43-55
- [RYA90] N.D. Ryan et H.J. McQueen - "*Dynamic softening mechanisms in 304 austenitic stainless steel*" - Canadian Metallurgical Quarterly (1990) p147-162
- [RYA91] N.D. Ryan et H.J. McQueen - "*Comparison of static softening in 300 series stainless steels under iso- and anisothermal conditions*" - Mater. Sc. Tech. (1991) p.818-826
- [SAK77] S. Sakui *et al.* - "*Deformation behaviour of a 0.16 percent C steel in the Austenite Range*" (1977)
- [SCH01] R. E. Schafrik *et al.* - "*Application of alloy 718 in GE aircraft engines: past, present and next five years*" - Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives (2001) p.1-10
-

- [SCH11] J. Schwartz - "*Approche non locale en plasticité cristalline : application à l'étude du comportement mécanique de l'acier AISI 316LN en fatigue oligocyclique*" - Thèse de doctorat de l'Ecole Centrale Paris (2011)
- [SEM99] S.L. Semiatin *et al.* - "*Flow behavior and globularization kinetics during hot working of Ti-6Al-4V with a colony alpha microstructure*" - Mat. Sc. Eng. (1999) p.257-271
- [SEM01] S.L. Semiatin et T.R. Bieler - "*The effect of alpha platelet thickness on plastic flow during hot working of Ti-6Al-4V with a transformed microstructure*" - Acta Mat. (2001) p.3565-3573
- [SEM07] S.L. Semiatin *et al.* - "*Deformation and recrystallization during thermomechanical processing of a nickel-base superalloy ingot material*" - Mat. Sc. Forum (2007) p.129-140
- [SHE98] K. B. Shedd - (1998)
- [SHE99] E.B. Shell et S.L. Semiatin - "*Effect of Initial Microstructure on Plastic Flow and Dynamic Globularization during Hot Working of Ti-6Al-4V*" - Met. Mat. Trans. (1999) p.3219-3229
- [SIM87] C.T. Sims *et al.* - "*Superalloys II*" - Ed. Wiley-Interscience (1987)
- [SIN67] L.K. Singhal et J.W. Martin - "*The growth of $M_{23}C_6$ carbide on incoherent twin boundaries in austenite*" - Acta Metall. (1967) p.1603-1610
- [SLA97] C. Slama *et al.* - "*Étude du comportement structural de l'alliage NC 19 Fe Nb*" - Mater. Res. (1997) p.2298-2321
- [SME89] R.E. Smelser et R. Becker - "*Abaqus user subroutines for material modelling*" - ABAQUS Users' Conference (1989)
- [SMI48] C. S. Smith - "*Grains, phases and interfaces: interpretation of microstructure*" - Met. Tech. (1948) p.1-37
- [SOL01] D.E. Solas *et al.* - "*Deformation and recrystallization of hexagonal metals: modeling and experimental results for zinc*" - Acta Mat. (2001) p.3791-3801
- [SOL06] A. Soller - "*Refusion à l'arc sous vide du superalliage Inconel 718 : modélisation du procédé et étude de la formation des white spots*" - Thèse de l'Institut National polytechnique de Lorraine (2006) p.4-31
- [SPA01] N. Spath *et al.* - "*718 superalloy forging simulation: a way to improve process and materials potentialities*" - Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives (2001) p.173-182
- [SPE63] G.R. Speich - "*Cellular precipitation in an austenitic Fe-30Ni-6Ti alloy*" - Trans. AIME (1963) p.754-769
- [SPE66] G.R. Speich et R.M. Fisher - Recrystallization, Grain Growth and Textures, ASM Ohio (1966) p.563
- [SPE07] SpecialMetals - "*INCONEL® Alloy 718*" - www.specialmetals.com (2007)
- [SRI04] D. Srinivasan - "*Effect of long-time exposure on the evolution of minor phases in alloy 718*" - Mat. Sc. and Eng. 364 (2004) p.27-34
- [SR088] D.J. Srolovitz *et al.* - "*Computer simulation of recrystallization II. Heterogeneous nucleation and growth*" - Acta Met. (1988) p.2115-2128
- [SUN73] B.E. Sundquist - "*Cellular precipitation*" - Metal. Trans. (1973) p.1919-1934
- [SUN88] M. Sundararaman *et al.* - "*Deformation behaviour of γ strengthened INCONEL 718*" - Acta Metall. (1988) p.847-864
- [SUN93] M. Sundararaman et P. Mukhopadhyay - "*Carbide Precipitation in Inconel 718*" - High Temp. Mat. and Proc. 11 (1993) p. 351-368
- [SUN93] W.P. Sun *et al.* - "*Measurement and modeling of the effects of precipitation on recrystallization under multipass deformation conditions*" - Acta Met. (1993) p.3595-3604
- [TAK08] T. Takaki *et al.* - "*Multi-phase-field model to simulate microstructure evolutions during dynamic recrystallization*" - Mat. Trans. (2008) p.2559-2565
- [TAK09] T. Takaki *et al.* - "*Multi-phase-field simulations for dynamic recrystallization*" - Comp. Mat. Sc. (2009) p.881-888

- [TAK10] T. Takaki et Y. Tomita - "*Static recrystallization simulations starting from predicted deformation microstructure by coupling multi-phase-field method and finite element method based on crystal plasticity*" - Int. J. Mech. Sc. (2010) p.320-328
- [TEO93] C. Teodosiu *et al.* - "*Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals*" - Proc. MECAMAT 91 (1993) p.153-167
- [THE09] J. Thébault - "*Etudes expérimentale et numérique des mécanismes de déformation et de recristallisation de l'UDIMET 720 lors du forgeage. Relations entre la microstructure et la perméabilité aux ultrasons*" - Thèse de doctorat de l'Ecole Centrale Paris (2009)
- [THO06] A. Thomas *et al.* - "*High temperature deformation of INCONEL 718*" - J. Mat. Proc. Tech. (2006) p.469-472
- [THO07] J.P. Thomas *et al.* - "*A geometric framework for mesoscale models of recrystallization*" - Met. Mat. Trans. (2007) p.2095-2109
- [TUR55] D. Turnbull - "*Theory of cellular precipitation*" - Acta Met. (1955) p.55-63
- [TU67] K.N. Tu et D. Turnbull - "*Morphology of cellular precipitation of tin from lead-tin bicrystals*" - Acta Metall. (1967) p.1317-1320
- [WAN08] Y. Wang *et al.* - "*Microstructure evolution during dynamic recrystallization of hot deformed superalloy 718*" - Mat. Sc. and Eng. (2008) p.321-332
- [WEY98] D. Weygand - "*Simulation numérique de la croissance de grains*" - Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (1998) p.45-74
- [WHA09] Y. Whang - "*Hot working characteristics and dynamic recrystallization of delta-processed superalloy 718*" - J. of Alloys and Compounds (2009) p.341-346
- [WIL03] J.C. Williams et E.A. Starke - "*Progress in structural materials for aerospace systems*" - Acta Mat. (2003) p.5775-5799
- [XIA08] N. Xiao *et al.* - "*A simulation of dynamic recrystallization by coupling a cellular automaton method with a topology deformation technique*" - Comp. Mat. Sc. (2008) p.366-374
- [YAZ08] N. Yazdipour *et al.* - "*Microstructural modeling of dynamic recrystallization using irregular cellular automata*" - Comp. Mat. Sc. (2008) p.566-576
- [YUA05] H. Yuan et W.C. Liu - "*Effect of the delta phase on the hot deformation behavior of Inconel 718*" - Mat. Sc. and Eng. (2005) p.281-289
- [ZEN46] C. Zener - "*Kinetics of the decomposition of austenite*" - Trans. AIME (1946) p.550-595
- [ZHA94] D. Zhao et P.K. Chaudhury - "*Effect of starting grain size on as-deformed microstructure in high temperature deformation on alloy 718*" - Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives (1994) p.303-313
- [ZHA99] J.M. Zhang *et al.* - "*Mathematical modeling of the hot-deformation behavior of superalloy IN718*" - Met. Mat. Trans. (1999) p.2701-2712
- [ZHA10] H.Y. Zhang - "*Deformation characteristics of δ phase in the δ -processed Inconel 718 alloy*" - Mat. Char. (2010) p.49-53
- [ZHE09] C. Zheng - "*Mesosopic modeling of austenite static recrystallization in a low carbon steel using a coupled simulation method*" - Comp. Mat. Sc (2008) p.568-575
- [ZHO95] L.X. Zhou et T.N. Baker - "*Effects of dynamic and metadynamic recrystallization on microstructures of wrought IN-718 due to hot deformation*" - Mat. Sc. and Eng. (1995) p.89-95

Annexes

Annexe 1 : Diffraction des neutrons et analyse des spectres obtenus.....	191
A.1.1 Description de la méthode Rietveld.....	191
A.1.2 Description du montage expérimental	192
Annexe 2 : Validation de la chauffe d'un pion ou d'un lopin industriel	194
A.2.1 Etude théorique et bibliographique	194
<i>A.2.1.1 Rappels théoriques.....</i>	<i>194</i>
<i>A.2.1.2 Phénomène de convection</i>	<i>195</i>
<i>A.2.1.3 Phénomène de rayonnement.....</i>	<i>195</i>
<i>A.2.1.4 Phénomène de conduction</i>	<i>197</i>
A.2.2 Confrontation entre simulations et expériences.....	197
<i>A.2.2.1 Chauffe d'un pion de compression</i>	<i>197</i>
<i>A.2.2.2 Chauffe d'un lopin industriel (H = 130 mm)</i>	<i>199</i>
<i>A.2.2.3 Généralisation à différentes hauteurs de lopins.....</i>	<i>202</i>
Annexe 3 : Validation du montage expérimental de trempe	204
A.3.1 Détermination de la vitesse de refroidissement.....	204
A.3.2 Observation des microstructures obtenues après trempe.....	205
Annexe 4 : Traitement des données d'un essai de compression.....	207
Annexe 5 : Mise en forme sub-δ-solvus complémentaire.....	208
A.5.1 Validation de la mise en forme à 940 °C.....	208
A.5.2 Mise en forme multipasses	210
Annexe 6 : Validation industrielle de la mise en forme	213
A.6.1 Mise en forme à 1050 °C.....	213
A.6.2 Mise en forme à 980 °C.....	216
<i>A.6.2.1 Conditions unipasse.....</i>	<i>216</i>
<i>A.6.2.2 Conditions multipasses</i>	<i>218</i>

Annexe 1 : Diffraction des neutrons et analyse des spectres obtenus

Cette annexe a pour objectifs de décrire la méthode d'affinement utilisée pour l'exploitation des spectres de diffraction des neutrons (méthode Rietveld) et de présenter le spectromètre utilisé afin d'obtenir des résultats expérimentaux présentés dans le corps de texte.

A.1.1 Description de la méthode Rietveld

Trois points spécifiques vont abordés : dans un premier temps, la méthode d'indexation est présentée. Ensuite, le dispositif expérimental est décrit. Enfin le logiciel d'affinement FULLPROF est présenté ainsi que le protocole de traitement des données adopté.

L'utilisation de la diffraction des neutrons pour la quantification de la fraction de phase δ présente deux intérêts : le premier est que les fractions déterminées sont volumiques et le second est qu'elle permet de quantifier *in-situ* la précipitation de phase δ . Il est donc possible de proposer des cinétiques de précipitation en continu limitant le nombre de traitements thermiques à réaliser.

La méthode Rietveld est classiquement utilisée pour réaliser un affinement d'un spectre de raies. Elle consiste à minimiser les écarts entre l'intensité mesurée et l'intensité calculée par un algorithme. L'intensité calculée y_{ci} est obtenue à partir d'un modèle structural donné en ajustant un certain nombre de paramètres, définis par la suite. Ce calcul s'appuie sur l'expression [DIB10] :

$$y_{ci} = y_{bi} + \sum_{\emptyset=1}^{\text{phases}} S_{\emptyset} \sum_k j_{\emptyset k} \cdot L_{p_{\emptyset k}} \cdot P_{\emptyset k} \cdot A_{\emptyset k} \cdot T_{\emptyset k} \cdot |F_{\emptyset k}|^2 \cdot \Omega_{i_{\emptyset k}} \quad (\text{A.1.1})$$

où y_{bi} est l'intensité du bruit de fond, S_{\emptyset} , le facteur d'échelle de la phase \emptyset , $j_{\emptyset k}$, la multiplicité de la $k^{\text{ième}}$ réflexion de la phase \emptyset , $L_{p_{\emptyset k}}$, le facteur de Lorentz-polarisation de la $k^{\text{ième}}$ réflexion de la phase \emptyset , $P_{\emptyset k}$, la fonction d'orientation préférentielle des cristallites de la $k^{\text{ième}}$ réflexion de la phase \emptyset , $A_{\emptyset k}$, la fonction d'asymétrie de la $k^{\text{ième}}$ réflexion de la phase \emptyset , $T_{\emptyset k}$, le facteur de transmission de la $k^{\text{ième}}$ réflexion de la phase \emptyset , $F_{\emptyset k}$, le facteur de structure de la $k^{\text{ième}}$ réflexion de la phase \emptyset et $\Omega_{i_{\emptyset k}}$, la fonction de profil de la $k^{\text{ième}}$ réflexion de la phase \emptyset .

Dans la réalité, le calcul est simplifié car un grand nombre de paramètres dépendent du montage et sont donc constants. $L_{p_{\emptyset k}}$ dépend de l'angle de réflexion du monochromateur et de la possibilité de polarisation du faisceau incident. Les neutrons n'étant pas polarisés, $L_{p_{\emptyset k}}$ est constant et vaut un. $A_{\emptyset k}$ est proche de l'unité si le diffractomètre est correctement étalonné. $T_{\emptyset k}$ vaut un, sauf dans le cas d'un élément absorbant, et $\Omega_{i_{\emptyset k}}$ correspond à la fonction de profil autour de la position de diffraction. L'amplitude de la fonction de profil est considérée comme faible devant la résolution expérimentale pour un matériau parfaitement cristallisé mais elle est toutefois prise en compte lors de l'affinement. L'Equation 2.2.1 peut finalement se réduire à :

$$y_{ci} = y_{bi} + \sum_{\emptyset=1}^{\text{phases}} S_{\emptyset} \cdot a \sum_k j_{\emptyset k} \cdot P_{\emptyset k} \cdot |F_{\emptyset k}|^2 \cdot \Omega_{i_{\emptyset k}} \quad (\text{A.1.2})$$

L'intensité calculée dépend donc uniquement de l'intensité du bruit de fond, du facteur d'échelle de la phase considérée, de la fonction d'orientation préférentielle de la phase considérée, de la fonction de profil et du facteur de structure de la $k^{\text{ième}}$ réflexion de la phase considérée. Ce facteur de structure s'exprime sous la forme :

$$F_{\emptyset k} = \sum_j N_j \cdot f_j \cdot \exp[2i\pi(hx_j + ky_j + lz_j)] \cdot \exp\left(-\frac{B_j \sin^2 \theta_k}{\lambda^2}\right) \quad (\text{A.1.3})$$

où N_j est le taux d'occupation de l'atome j , f_j , son facteur de diffusion atomique qui ne dépend pas de θ en diffraction des neutrons [KIT05], x_j, y_j, z_j , ses coordonnées réduites et B_j , son facteur d'agitation thermique, ce dernier restant constant au cours de l'analyse (en conditions isothermes).

La mise en application de la méthode Rietveld nécessite donc une connaissance du modèle structural des phases susceptibles de précipiter dans l'alliage au cours du traitement thermique afin, en particulier, d'en déterminer les coordonnées réduites de chacun des atomes constituant la maille. Ce modèle structural est détaillé pour la phase δ dans le Chapitre 2.

A.1.2 Description du montage expérimental

Les neutrons sont obtenus à partir du réacteur à fission Orphée d'une puissance de 14 MW. Il fournit des faisceaux de neutrons dont l'énergie a une distribution de Maxwell autour de 100 meV ($\lambda \sim 0,08$ nm) pour les neutrons chauds, de 25 meV ($\lambda \sim 0,18$ nm) pour les neutrons thermiques, et 5 meV ($\lambda \sim 0,35$ nm) pour les neutrons froids.

Pour cette étude, le spectromètre G4.1 a été utilisé. Celui-ci est appelé diffractomètre à neutrons froids à deux axes PYRRHIAS. Son schéma de principe est présenté dans la Figure A.1.1.

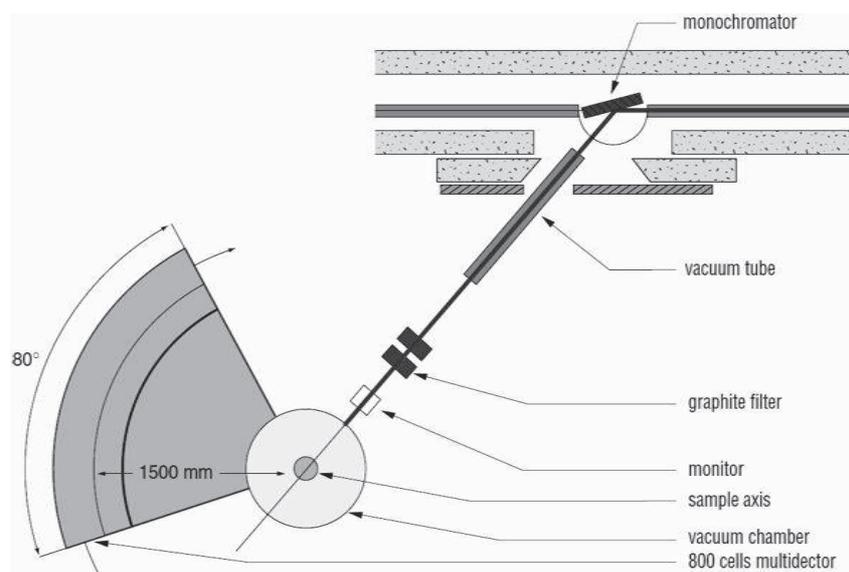


Figure A.1.1 : Description schématique du spectromètre G4.1 utilisé au cours de l'étude

Ce spectromètre est utilisé pour la diffraction de poudres. Son principe de fonctionnement est le suivant : un faisceau, rendu monochromatique par réflexion de Bragg sur un cristal, est dirigé sur un échantillon placé dans une chambre sous vide primaire. Les neutrons diffusés sont comptabilisés par des bancs de détecteurs qui permettent une acquisition très rapide des spectres en fonction de paramètres externes (température, pression...).

Ces instruments sont particulièrement adaptés pour les mesures sur poudres, polycristaux, liquides et matériaux amorphes. Le balayage angulaire est compris dans la plage [$3^\circ - 105^\circ$] (exprimé en 2θ). Ce diffractomètre peut être couplé à un cryostat pour atteindre de basses températures (jusqu'à 1,5 K) ou un four pour atteindre des températures élevées (1000 °C).

Les neutrons diffractés permettent de suivre les cinétiques de réactions ou de transition de phases *in-situ* avec un temps minimal d'acquisition de l'ordre d'une minute pour un spectre. Avec des acquisitions plus longues (quelques heures), il est également possible de détecter et de quantifier les phases minoritaires présentes dans un composé multiphasé jusqu'à des proportions de l'ordre de 0,1%. La diffractométrie est utilisée avec deux objectifs : le premier est la quantification de la fraction volumique de phase δ sur des échantillons ayant initialement reçu un traitement thermique. Le second objectif est de mesurer une cinétique *in-situ* de précipitation de la phase δ . La dimension caractéristique de l'échantillon analysé est celle du pion cylindrique ($H = 18$ mm et $\varnothing = 12$ mm), ce

qui est de l'ordre de grandeur de la fenêtre de diffraction : $H = 50 \text{ mm}$ et $\varnothing = 10 \text{ mm}$. Le volume diffracté est constant et vaut $1,4 \text{ cm}^3$. Les différentes analyses sont présentées dans le Chapitre 2.

Afin d'exploiter les résultats obtenus après diffraction des neutrons, le logiciel FULLPROF est présenté dans la suite de ce paragraphe. En effet les données brutes sont représentées sous forme d'intensité diffractée en fonction de l'angle de diffraction. Une visualisation des données est possible à l'aide du logiciel WINPLOTR. Un exemple de spectre brut obtenu est représenté sur la Figure A.1.2.

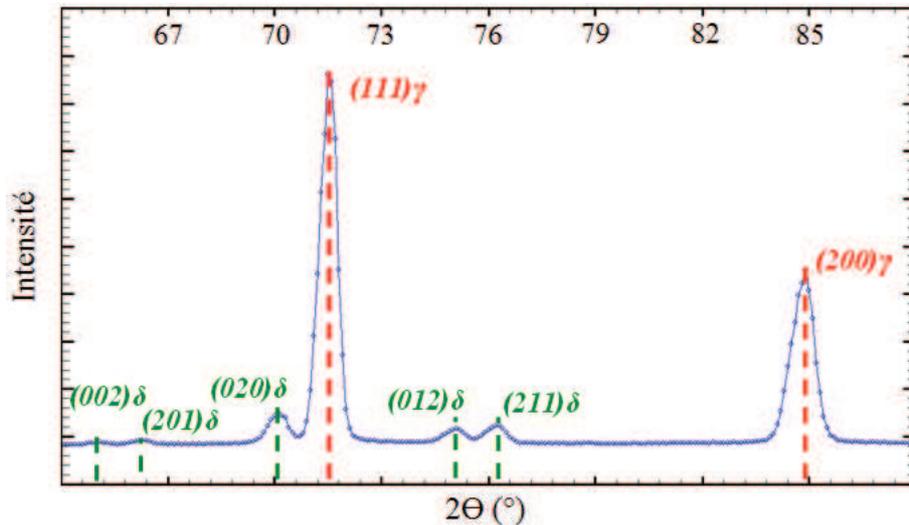


Figure A.1.2 : Spectre de diffraction des neutrons d'un échantillon d'Inconel 718

Les intensités expérimentales observées sur la Figure A.1.2 sont mesurées à chaque dixième de degré. Celles-ci sont ensuite introduites dans le logiciel d'affinement FULLPROF qui détermine une fraction volumique pour chaque phase en présence.

Le logiciel FULLPROF est basé sur un algorithme d'affinement établi à partir de la méthode Rietveld. Dans un premier temps, une détermination manuelle de l'intensité liée au bruit de fond sur l'intensité mesuré expérimentalement est réalisée.

Enfin, les différents paramètres de l'Equation A.1.2 et A.1.3 sont identifiés :

- la position absolue du zéro angulaire du diffractomètre
- Y_γ , $Y_{\gamma'}$ et Y_δ , caractéristique de l'élargissement des pics lié à la dimension des cristallites
- a_γ , $a_{\gamma'}$, $c_{\gamma'}$, a_δ , b_δ et c_δ
- X_γ , Y_γ , Z_γ
- $X_{\gamma'Ni1}$, $Y_{\gamma'Ni1}$, $Z_{\gamma'Ni1}$ // $X_{\gamma'Ni2}$, $Y_{\gamma'Ni2}$, $Z_{\gamma'Ni2}$ // $X_{\gamma'Nb}$, $Y_{\gamma'Nb}$, $Z_{\gamma'Nb}$
- $X_{\delta Ni1}$, $Y_{\delta Ni1}$, $Z_{\delta Ni1}$ // $X_{\delta Ni2}$, $Y_{\delta Ni2}$, $Z_{\delta Ni2}$ // $X_{\delta Nb}$, $Y_{\delta Nb}$, $Z_{\delta Nb}$
- S_γ , $S_{\gamma'}$ et S_δ

En fonction du nombre de phases considérées, il peut donc y avoir jusqu'à 34 paramètres à affiner. L'affinement est réalisé par itération en fonction du degré de contribution de chaque paramètre sur l'intensité mesurée. De plus, l'amplitude de variation d'un paramètre peut être définie diminuant considérablement le champ d'investigation.

En réalisant un affinement sur le spectre présenté sur la Figure A.1.2, qui correspond à un échantillon ayant subi un traitement de précipitation à 900 °C pendant 30 h, on obtient :

- 86,9 % de phase γ
- 13,1 % de phase δ

Annexe 2 : Validation de la chauffe d'un pion ou d'un lopin industriel

Le passage de l'échelle du pion au lopin industriel n'est pas aisé. Il est pourtant essentiel afin de pouvoir convertir les résultats obtenus en laboratoire en conditions de forgeage industrielles robustes. Cette annexe s'intéresse à la partie chauffée du lopin qui prend en compte des phénomènes propres aux transferts thermiques, l'objectif étant de vérifier s'il est possible de prévoir les équivalences de temps de chauffe jusqu'à une température homogène,

A.2.1 Etude théorique et bibliographique

Dans cette partie, l'objectif est d'obtenir une information qualitative sur le temps de traitement pour avoir homogénéité de température dans un échantillon, que ce soit à l'échelle d'un pion ou d'un lopin. Ce raisonnement s'inscrit aussi bien dans une volonté de validation industrielle des essais expérimentaux présentés précédemment que dans la compréhension du comportement de l'échantillon au cours du cycle thermique.

La présente étude est composée de plusieurs étapes : dans un premier temps, un rappel des lois et paramètres propres aux transferts thermiques est proposé, puis des simulations par éléments finis sont présentées et comparées à des cycles de chauffés expérimentaux.

A.2.1.1 Rappels théoriques

Un corps ayant une température inférieure à celle de son environnement reçoit un flux de chaleur par convection et par rayonnement. Si de plus, ce corps est en contact avec une pièce chaude, il y a de plus un phénomène de conduction. D'une façon générale, les transferts de chaleur sont décrits par l'équation de la chaleur (voir par exemple [LON99]) :

$$\rho C_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} + (\mathbf{u} \cdot \nabla) T \right) = -(\nabla \cdot \mathbf{q}) + \tau : \mathbf{S} - \frac{T}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial T} \bigg|_p \left(\frac{\partial p}{\partial t} + (\mathbf{u} \cdot \nabla) p \right) + \mathbf{Q} \quad (\text{A.2.1})$$

où ρ est la masse volumique du matériau considéré [kg.m^{-3}], C_p , la chaleur spécifique du matériau considéré [$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}$], \mathbf{u} , la vitesse du fluide dans lequel se trouve le matériau considéré [m.s^{-1}], \mathbf{q} , le flux de chaleur à travers la surface du matériau considéré [W/m], p , la pression du fluide [Pa], τ , le tenseur des contraintes [Pa], \mathbf{S} , le tenseur vitesse de déformation [s^{-1}] et \mathbf{Q} , une source de chaleur [W].

Deux dispositifs distincts de chauffe vont être analysés :

- *la chauffe d'un pion de laboratoire* suspendu par un fil en acier inoxydable dans un four tubulaire soumis aux phénomènes de convection et de rayonnement, la conduction n'intervenant pas dans ce cas,

- *la chauffe d'un lopin* dans un four industriel, soumis dans ce cas aux phénomènes de convection, de conduction et de rayonnement.

Dans le cadre de l'étude de la chauffe d'un pion ainsi que d'un lopin, la forme générique de l'équation de la chaleur peut se réduire au seul cadre de la convection naturelle, de la conduction et du rayonnement, c'est-à-dire à une hypothèse de fluides immobiles. L'Equation A.2.1 devient [LAG10] :

$$\rho C_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) = -\nabla \cdot \left(\lambda (\nabla T) + h(T_{\text{fluide}} - T_{\text{matériau}}) + \varepsilon \sigma (T_{\text{fluide}}^4 - T_{\text{surface}}^4) \right) \quad (\text{A.2.2})$$

où h est le coefficient de transfert thermique [$\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$], λ , la conductibilité thermique du matériau [$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$], ε , l'émissivité du matériau considéré, et σ , la constante de Stefan-Boltzmann ($5,67.10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$).

L'équation A.2.2 fait apparaître deux paramètres matériaux, C_p et ρ , dépendant de la température, T , sous la forme (base de données Thost) :

$$\rho = -1,1 T + 9230 \quad (\text{A.2.3})$$

$$C_p = 0,38 T + 430 \quad (\text{A.2.4})$$

L'expression des trois phénomènes pris en compte dans l'Equation A.2.2, ainsi que des leurs grandeurs caractéristiques, sont présentés dans la suite de ce manuscrit. Le premier phénomène est la convection, commun aux deux dispositifs de chauffe.

A.2.1.2 Phénomène de convection

Le premier paramètre à identifier pour résoudre l'équation de la chaleur simplifiée est le coefficient de transfert convectif, h , car c'est le seul paramètre extrinsèque au matériau. Il est fonction de la nature du fluide et de la différence de température entre le fluide et le matériau. Il est lié au nombre de Nusselt par sa définition (Nu est adimensionnel) :

$$Nu = \frac{hL}{\lambda_{\text{fluide}}} \quad (\text{A.2.5})$$

où L est la longueur du cylindre [m] et λ_{fluide} , la conductibilité thermique du fluide [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$].

De façon simplifiée, à partir de l'expression du nombre de Nusselt, il est possible d'en déduire la relation entre le coefficient de transfert convectif et θ , la différence de température entre le fluide et la paroi [LAG10] :

$$h = \frac{Nu\lambda}{L} = X \left(\frac{\theta}{L} \right)^{0,25} \quad (\text{A.2.6})$$

On remarque que le coefficient de transfert convectif dépend indirectement de la température au travers du paramètre θ . Dans l'Equation A.2.6, seul le paramètre θ varie avec la température car le paramètre X reste constant si l'on considère que le fluide reste à la même température au cours de la chauffe de l'échantillon. Le coefficient de transfert convectif peut s'exprimer en fonction de la température sous la forme :

$$\text{pour } L = 0,13 \text{ m, } h_{\text{lopin}} = -5 \cdot 10^{-6} T^2 + 2,5 \cdot 10^{-3} T + 8,6 \quad (\text{A.2.7})$$

$$\text{pour } L = 0,018 \text{ m, } h_{\text{pion}} = -7 \cdot 10^{-6} T^2 + 2,3 \cdot 10^{-3} T + 14,7 \quad (\text{A.2.8})$$

Les données nécessaires au traitement du transfert thermique par le phénomène de convection étant obtenues, la suite de l'étude va s'intéresser à l'influence du rayonnement, également commun aux deux cas étudiés.

A.2.1.3 Phénomène de rayonnement

Le rayonnement (ou transfert radiatif) est un mode de transfert de chaleur par émission d'ondes électromagnétiques. Il est non négligeable quand la différence de température entre les deux corps est importante. La puissance totale rayonnée, M^0 , s'exprime sous la forme :

$$M^0 = \sigma T^4 \quad (\text{A.2.9})$$

L'expression A.2.10 est valable strictement pour un corps noir et M^0 s'exprime en $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$. Un corps noir est un objet idéal dont le spectre électromagnétique ne dépend que de sa température. Pour se ramener au cas réel, il est nécessaire de prendre en compte l'influence de la nature et de la température du matériau, de son état de surface, de la longueur d'onde considérée, et de la direction du flux considérée. Le problème est généralement simplifié en introduisant l'émissivité totale

hémisphérique, ε , qui dépend uniquement du matériau (nature, température, état de surface). En introduisant la notion d'échange radiatif entre un fluide et une surface, l'Equation A.2.9 s'écrit :

$$\varphi = \varepsilon\sigma(T_{\text{fluide}}^4 - T_{\text{surface}}^4) \quad (\text{A.2.10})$$

où φ est le flux radiatif.

L'Equation A.2.10 définie, il reste à déterminer la dépendance de l'émissivité totale hémisphérique avec la température. Des résultats récents [GRE99] présentent cette dépendance pour l'Inconel 718 à partir des travaux de de Corso [DEC54] pour plusieurs états de surface initiaux. Ces résultats sont tracés sur la Figure A.2.1.

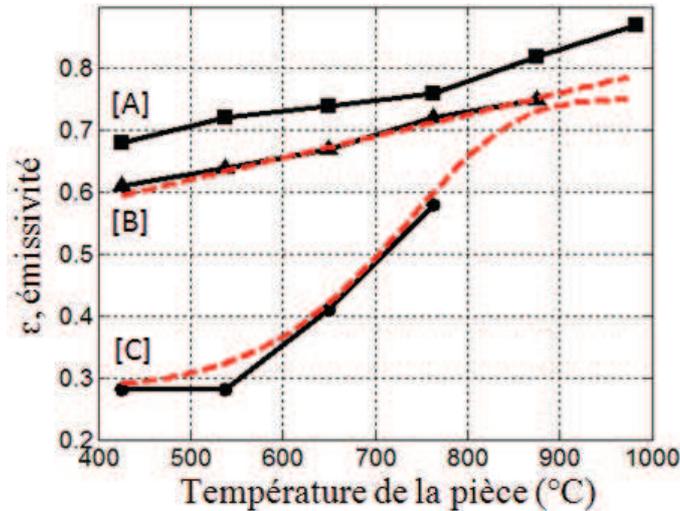


Figure A.2.1 : Emissivité totale hémisphérique de l'Inconel 718 en fonction de l'état de surface et de la température, (a) nettoyé au jet de sable et oxydé pendant 15 min à 815 °C, (b) oxydé pendant 15 min à 815 °C et (c) à l'état de réception (usiné)

Il n'existe aucune donnée sur l'émissivité totale hémisphérique de l'Inconel 718 à une température supérieure à 815 °C. Néanmoins, la dimension des lopins industriels amène à se demander si l'oxydation de l'échantillon n'a pas lieu au cours de la chauffe initiale, amenant potentiellement l'émissivité du lopin jusqu'à la même émissivité totale hémisphérique que le lopin chauffé après une première oxydation, c'est-à-dire à 0,75 à 900 °C.

Cette hypothèse posée, deux courbes d'émissivité totale hémisphérique tracées en rouge sont proposées pour représenter les courbes expérimentales de la Figure A.2.1 : celle d'un échantillon dans l'état de réception et celle d'un échantillon chauffé après une première oxydation. L'émissivité totale hémisphérique des deux échantillons ayant des seuils minima et maxima est identifiée sous la forme :

$$\varepsilon_{\text{réception}} = 0,28 + 0,47 \left(1 - \exp\left(\frac{-T}{1023}\right)^{10}\right) \quad (\text{A.2.11})$$

$$\varepsilon_{\text{oxydé}} = 0,59 + 0,18 \left(1 - \exp\left(\frac{-T}{727}\right)^4\right) \quad (\text{A.2.12})$$

Dans l'identification présentée ci-dessus, on retrouve l'émissivité totale hémisphérique initiale à température ambiante (0,28) et l'émissivité totale hémisphérique maximale à partir de l'état de réception (0,75). Le comportement de l'échantillon ayant subi une oxydation est du même type avec une émissivité initiale de 0,59.

Les paramètres liés au phénomène de rayonnement ont été déterminés. La prise en compte du dernier phénomène qu'est la conduction, spécifique à la chauffe d'un lopin va être réalisée.

A.2.1.4 Phénomène de conduction

La conduction est un mode de transfert thermique induit par une différence de température entre deux régions d'un même milieu ou entre deux milieux en contact, se réalisant sans déplacement de matière. Dans le cadre d'un transfert thermique par conduction, il faut introduire la conductibilité thermique du matériau. Pour l'Inconel 718, la conductibilité peut être trouvée, par exemple, dans une base de données de Manoir Industries (Thost). La conductibilité thermique de l'Inconel 718 peut être approximée en fonction de la température (entre 20 °C et 1000 °C) :

$$\lambda = 1,4 \cdot 10^{-2}T + 2,7 \quad (\text{A.2.13})$$

Au vu de son inertie, on considère le four comme un élément à température constante au cours du temps. La définition de l'échange thermique entre deux pièces (ici le lopin et le four) n'est pas aisée. En effet, les deux surfaces présentent des aspérités et/ou peuvent être séparées par une pellicule d'air. Ces phénomènes vont ralentir l'échange thermique par conduction. Un moyen de rendre compte de ce phénomène est d'ajouter une résistance thermique de contact en introduisant fictivement une pièce intermédiaire entre le lopin et le four (appelée "socle" dans la suite de l'étude). Elle s'exprime comme :

$$R_{\text{thc}} = \frac{H}{\pi R^2 \lambda} \quad (\text{A.2.14})$$

où H est la hauteur du socle, R, le rayon du socle, équivalent au rayon du lopin et λ , la conductibilité thermique du socle, considérée comme équivalente à celle de l'Inconel 718.

Pour simplifier la détermination de cette résistance, on considère que la conductibilité thermique et le rayon sont identiques pour le socle et pour le lopin. Seule la hauteur du socle est ajustée pour rendre compte au mieux du profil de chauffe expérimental du lopin. Cet ajustement va être discuté dans la prochaine partie de l'étude.

Les différents paramètres constitutifs de l'équation de la chaleur ont été identifiés en fonction de la température. La suite de l'étude va s'intéresser à la réalisation de simulations de chauffe des pions, puis des lopins, à l'aide du logiciel COMSOL. Ces résultats seront comparés aux résultats expérimentaux obtenus dans la présente étude (pour les pions) et par Hivin (pour les lopins) [HIV11].

A.2.2 Confrontation entre simulations et expériences

Cette partie présente les résultats obtenus suite à la résolution de l'Equation A.2.2. Dans un premier temps, une validation numérique prenant en compte les phénomènes de convection et de rayonnement est réalisée à l'aide d'un suivi de chauffe expérimentale du cœur d'un pion de compression d'une hauteur de 18 mm et d'un diamètre de 12 mm. Pour le cas industriel d'un lopin de hauteur 130 mm et de diamètre 130 mm, la conduction sera ensuite ajoutée. Enfin, la généralisation de la chauffe à toutes les hauteurs sera discutée.

A.2.2.1 Chauffe d'un pion de compression

Une première étape dans l'étude de la chauffe d'un pion soumis aux deux phénomènes de convection et de rayonnement est de déterminer si l'un des deux phénomènes est majoritaire par rapport au second. Pour cela, les flux radiatifs et convectifs ont été tracés à partir de l'Equation A.2.2 et sont comparés sur la Figure A.2.2.

Les deux phénomènes sont du même ordre de grandeur et doivent donc être pris en compte dans la simulation du cycle de chauffe d'un pion.

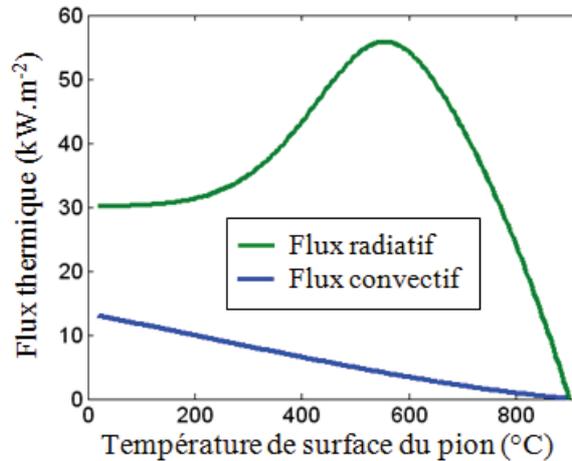


Figure A.2.2 : Evolution des flux radiatifs et convectifs au cours d'une chauffe avec une température de consigne de 900 °C

Les conditions aux limites considérées dans cette étude sont les suivantes : le pion est initialement à 20 °C et le fluide (atmosphère du four) à 900 °C. Toutes les faces du pion sont soumises aux transferts thermiques par convection et par rayonnement.

Expérimentalement, la mesure de température est réalisée à l'aide d'un thermocouple placé au cœur du pion. L'ensemble des résultats expérimentaux et numériques discutés dans cette étude proviennent donc exclusivement de la zone correspondant au cœur du pion.

La Figure A.2.3 présente les résultats expérimentaux et numériques de chauffe de pions de compression à une température de consigne de 900 °C. Cette figure prend en compte l'état de surface initial du pion puisque les simulations à partir de l'état de réception ainsi qu'à partir de l'état oxydé sont représentés sur celle-ci.

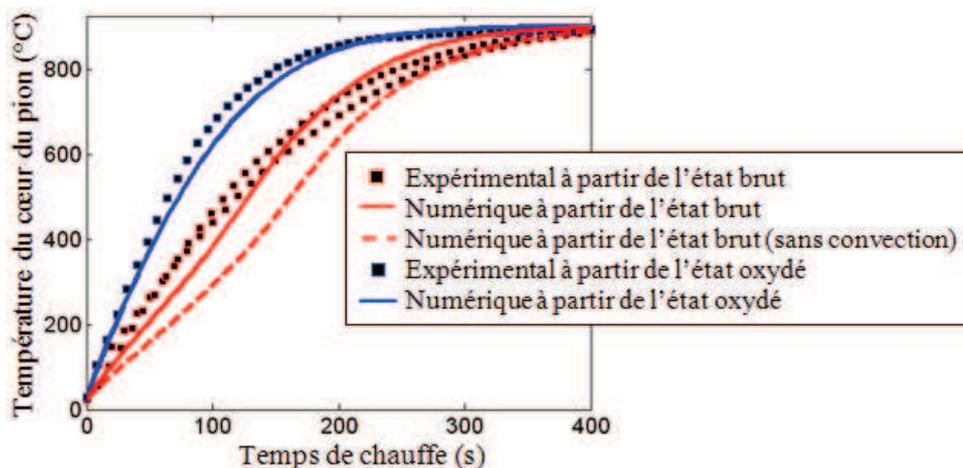


Figure A.2.3 : Comparaison des résultats expérimentaux et numériques de chauffe d'un pion avec une température de consigne de 900 °C

Pour la chauffe à partir de l'état brut de réception, deux simulations ont été réalisées : une en prenant en compte les deux phénomènes de convection et de rayonnement, et la seconde en prenant uniquement en compte le rayonnement. La différence d'évolution de chauffe obtenue (Figure A.2.3) permet de confirmer la nécessité de la prise en compte des deux phénomènes pour la simulation de la chauffe d'un pion. Cette approche sera étendue à la chauffe d'un lopin.

Deux séries de chauffe expérimentales à partir de l'état brut de réception sont tracées sur la Figure A.2.3 pour montrer que la dispersion expérimentale est très faible dans cette étude.

Indépendamment de l'état de surface initial du pion, les paramètres utilisés pour modéliser la chauffe d'un lopin soumis aux phénomènes de convection et de rayonnement permettent un excellent accord avec les résultats expérimentaux. Afin de s'en assurer quelques indicateurs caractéristiques sont définis :

- t_{900} , le temps pour que l'ensemble de l'échantillon ait atteint la température de 900 °C,
- t_{T_c-5} , le temps pour que l'ensemble de l'échantillon soit à 5 °C de la température de consigne,
- t_{T_c} , le temps pour que l'ensemble de l'échantillon soit à la température de consigne.

La température de 900 °C a été choisie car il a été montré dans le Chapitre 2 que le nez de précipitation de la phase δ est à une température d'environ 925 °C et donc qu'il y a précipitation à partir de faibles temps de traitement pour 900 °C. Ainsi, le temps d'atteinte de 900 °C dans l'ensemble de l'échantillon est un indicateur plus important que t_{T_c-5} ou t_{T_c} dans la mesure où c'est à partir de ce temps caractéristique que l'on peut considérer que la température est suffisamment élevée pour que la phase δ précipite.

Dans l'étude de la chauffe du pion de compression à une température de consigne de 900 °C, deux des temps caractéristiques sont confondus : $t_{T_c} = t_{900}$. Ces temps caractéristiques ont été déterminés pour les résultats expérimentaux et numériques et sont donnés dans le Tableau A.2.1.

Tableau A.2.1 : Comparaison des temps caractéristiques de chauffe entre expérience et simulation

	Expérimental Etat brut	Numérique Etat brut	Expérimental Etat oxydé	Numérique Etat oxydé
t_{T_c-5} (min)	7,1	6,4	5,8	5,2
t_{900} (min)	8,9	8,5	8,0	7,2

Les temps de chauffe obtenus par simulation numérique sont légèrement plus élevés que les temps de chauffe expérimentaux. Toutefois, l'erreur relative la plus importante est inférieure à 10 %, ce qui valide cette approche.

Ces identifications vont permettre de s'intéresser à la chauffe d'un lopin dans un four industriel en introduisant le phénomène de conduction.

A.2.2.2 Chauffe d'un lopin industriel (H = 130 mm)

Cette partie présente les résultats obtenus suite à la résolution de l'Equation A.2.2 en prenant en compte dans ce cas la conduction en plus des phénomènes de convection et de rayonnement. Le modèle part de l'hypothèse d'un lopin 2D axisymétrique (Figure A.2.4) en contact avec une pièce à la température de consigne assimilée au socle.

Les conditions aux limites pour ces simulations sont légèrement différentes du cas précédent. En effet, la face inférieure du pion est soumise à un contact avec le socle. Les parois du socle, ainsi que la température initiale du socle, sont supposées égales à 955 °C à $t = 0$ s. La face externe et la face supérieure du lopin sont soumises aux transferts de chaleur par convection et par rayonnement. La température initiale du lopin est de 20 °C.

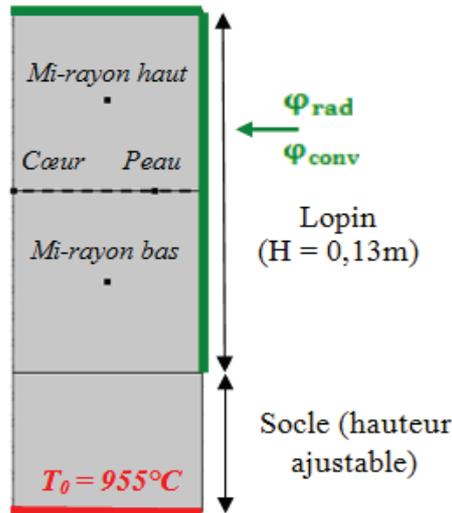


Figure A.2.4 : Schéma représentant la modélisation du lopin et du socle

Sur la Figure A.2.4 ont été ajoutés quatre points correspondant aux zones suivies expérimentalement par Hivin [HIV11] à l'aide de thermocouples. Ces points particuliers sont nommés de haut en bas et de gauche à droite : mi-rayon haut, cœur, peau, mi-rayon bas. Le cœur et la peau se trouvent à mi-hauteur du lopin. La peau se situe au quart de rayon du diamètre extérieur du lopin.

Avant de s'intéresser aux résultats de chauffe du lopin, la hauteur du socle doit être déterminée pour que le profil de température soit en accord avec le profil de chauffe expérimental. Une optimisation est réalisée en faisant évoluer la hauteur du socle, c'est-à-dire la résistance thermique de contact (R_{thc}). Les temps de chauffe expérimentaux obtenus pour les thermocouples situés à cœur et en peau sont présentés sur la Figure A.2.5.

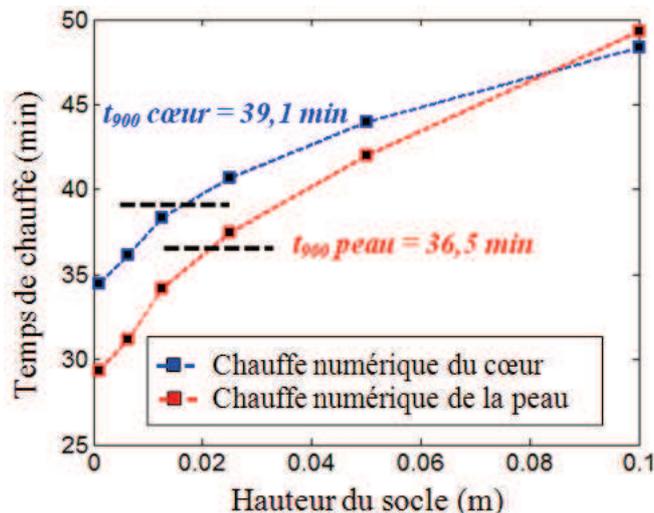


Figure A.2.5 : Evolution du temps de chauffe du lopin en fonction de la hauteur du socle

L'absence de socle conduit à un temps de chauffe d'environ 35 min à cœur et d'un peu moins de 30 min en peau. Ces temps de chauffe sont plus rapides que la chauffe expérimentale justifiant la nécessité d'introduire une résistance thermique de contact.

D'après les résultats de la Figure A.2.5, la résistance thermique de contact optimale se situe pour une hauteur de socle, H_{socle} , comprise entre 0,0125 et 0,025 m. Toutefois, un compromis semble

nécessaire car la hauteur optimale du socle pour le capteur situé en peau n'est pas identique à celle pour le capteur situé à cœur. Après une étude plus détaillée, la hauteur équivalente du socle peut être fixée à 0,0215 m, ce qui correspond à une résistance thermique de contact de 0,24 K.W⁻¹.

La résistance thermique de contact déterminée, il reste à vérifier si le phénomène de conduction est du même ordre de grandeur que les phénomènes de convection et de rayonnement précédemment étudiés. Pour cela, le nombre de Biot (paramètre adimensionnel) est introduit. Il s'écrit sous la forme :

$$Bi = \frac{h_{tot}R}{\lambda} \quad (A.2.15)$$

où h_{tot} est le coefficient de transfert total (convectif et radiatif).

Le coefficient de transfert convectif est obtenu directement à partir de l'Equation A.2.7. En comparaison, le coefficient de transfert radiatif est obtenu par linéarisation de l'Equation A.2.10 sous la forme :

$$\phi_{rad} \approx h_{rad}\epsilon\sigma T_m^3 (T_{surface} - T_{fluide}) \quad (A.2.16)$$

où T_m est la température moyenne entre le fluide et la surface à $t = 0$ s.

Si $Bi \ll 1$, le profil de température dans le lopin est considéré uniforme selon le rayon et dépend donc uniquement de la hauteur du lopin : c'est le modèle de l'ailette. L'évolution du nombre de Biot est tracée en fonction de la température sur la Figure A.2.6(a) et le profil de température en fonction du rayon du lopin pris à mi-hauteur est tracé en Figure A.2.6(b) afin de déterminer si cette hypothèse s'applique à la présente étude.

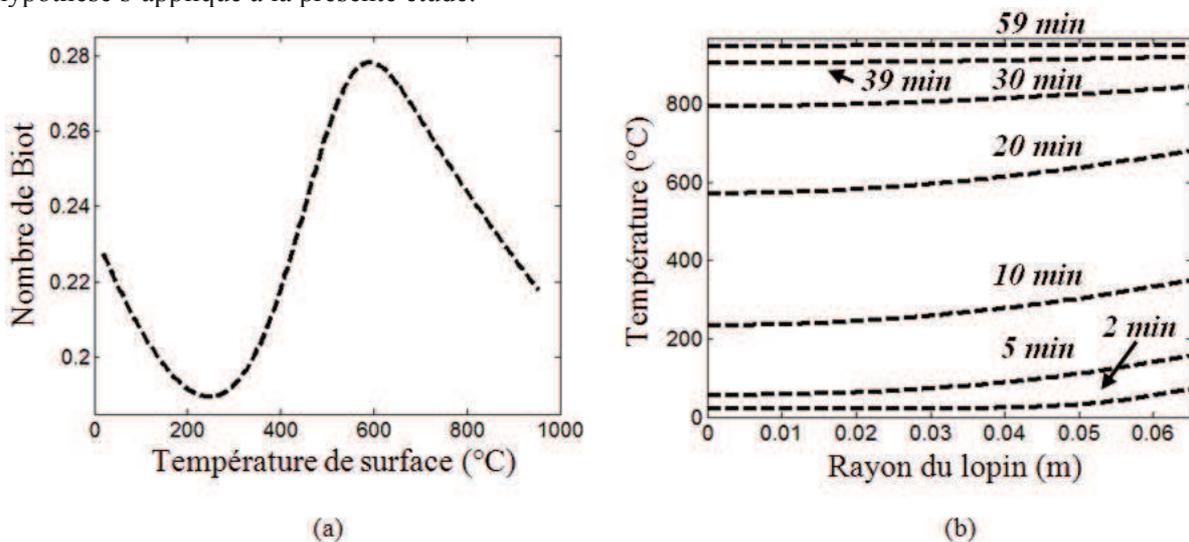


Figure A.2.6 : Détermination du profil de température dans le lopin pendant la chauffe, (a) à travers l'observation du nombre de Biot et (b) à travers l'évolution de la température en fonction du rayon du lopin à mi-hauteur

Le nombre de Biot est du même ordre de grandeur que l'unité ce qui oblige à considérer un profil de température selon la hauteur mais aussi en fonction du rayon comme le confirme la Figure A.2.6(b). Toutefois, le profil de température s'homogénéise au delà de 600 °C, dans la zone où le nombre de Biot diminue et devient de plus en plus petit devant l'unité. Aux faibles températures, la non uniformité du profil de température permet d'affirmer que les phénomènes de convection et de rayonnement ne sont pas négligeables devant le phénomène de convection et doivent être pris en compte dans la suite de l'étude.

Sur la Figure A.2.6(b), ont été ajoutés les profils de températures pour des temps de 2, 5, 10, 20 et 30 min. Les temps de chauffe correspondant aux temps t_{900} et $t_{T_{c-5}}$ ont également été reportés sur cette figure et correspondent à un temps de 39 min et 59 min, respectivement.

L'ensemble des paramètres ont été discutés, la modélisation de la chauffe du lopin dans un four industriel peut être réalisée. Les résultats numériques sont comparés aux résultats expérimentaux sur la Figure A.2.7.

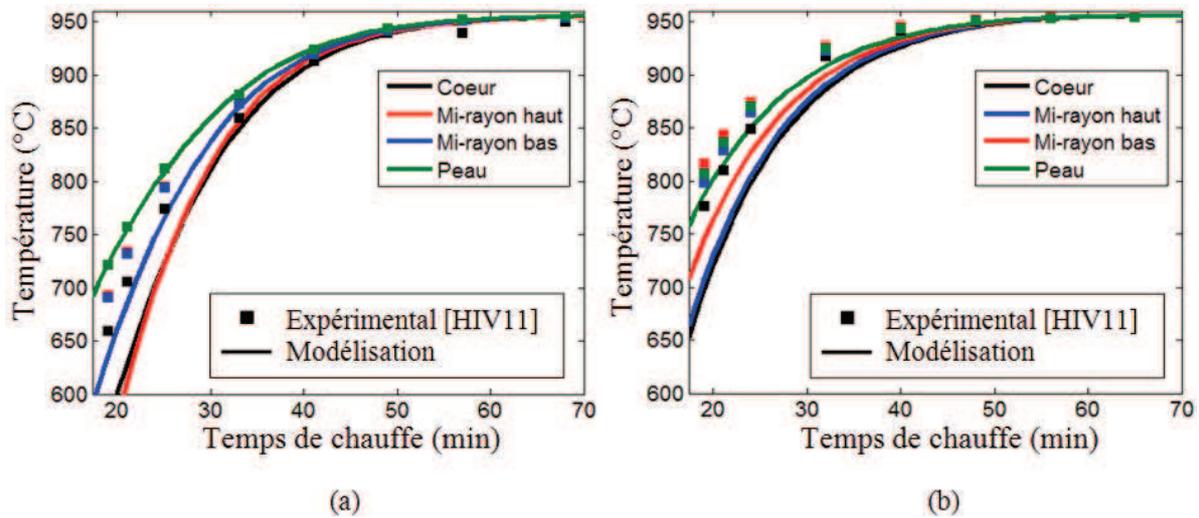


Figure A.2.7 : Comparaison de la mesure expérimentale de la chauffe et de la modélisation pour un lopin industriel ($\Phi = 0,13$ m et $H = 0,13$ m), à partir d'un état initial (a) poli et (b) oxydé

La simulation réalisée à partir de l'état brut de réception (échantillon poli) montre que les évolutions de température expérimentales et simulées pour le nœud situé en peau sont en excellent accord pour l'ensemble de la gamme de températures étudiée (Figure A.2.7). En comparaison, l'évolution simulée de la température du nœud correspondant au cœur est plus lente que la chauffe expérimentale pour les températures inférieures à 800 °C. Toutefois, les courbes expérimentales et simulées deviennent similaires à partir d'une température de 850 °C, validant l'existence d'un gradient de température entre la zone correspondant à la peau et la zone correspondant au cœur dans la modélisation à partir de cette température.

La simulation réalisée à partir d'un état oxydé conduit à une chauffe plus lente que celle mesurée expérimentalement. Une hypothèse serait que la résistance thermique de contact évolue à partir des deux états initiaux. Cette étude étant secondaire, seule l'état initial poli va être considéré dans la suite de ce chapitre.

L'excellent accord entre l'expérience et la simulation permet de valider le modèle numérique ainsi que les paramètres déterminés au cours des études précédentes. La dernière étape de validation pour un lopin d'une hauteur quelconque peut donc être abordée.

A.2.2.3 Généralisation à différentes hauteurs de lopins

L'objectif de cette étude est de modifier la hauteur du lopin pour déterminer chaque temps caractéristique en fonction de celle-ci. Dans cette simulation, les hauteurs varient de 32,5 mm à 1,04 m pour un diamètre constant de 0,13 m.

L'utilisation de lopins avec de telles dimensions a uniquement pour but de déterminer une loi d'évolution de la hauteur du lopin en fonction du paramètre t_{900} . Il est évident qu'un lopin avec un rapport H / Φ valant huit présenterait des problèmes de flambement au cours de sa mise en forme et n'est donc pas viable industriellement.

Les lois utilisées dans ces simulations sont identiques à celles utilisées précédemment. La température de consigne est toujours fixée à 955 °C. La valeur de t_{900} obtenue est tracée en fonction de la hauteur du lopin et présentée sur la Figure A.2.8.

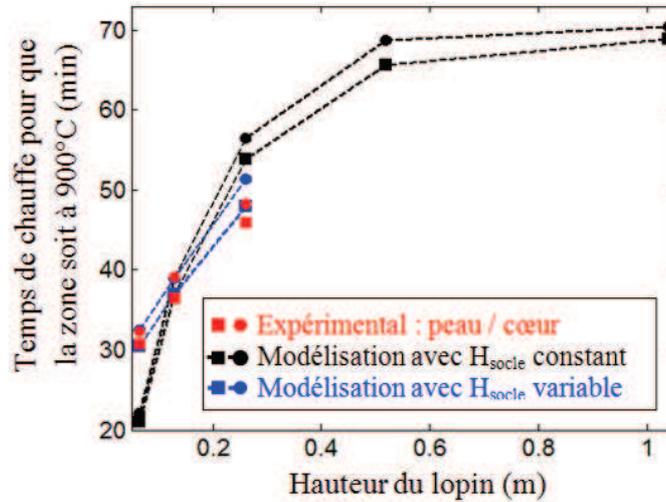


Figure A.2.8 : Evolution du t_{900} en fonction de la hauteur du lopin à un diamètre constant de 0,13 m

Quand la hauteur du socle est de 0,0215 m, t_{900} , déterminé pour des grandes hauteurs de lopin, est constant et vaut 73 min. Cette asymptote prouve que les phénomènes de rayonnement et de convection deviennent prépondérants devant la conduction pour une hauteur supérieure à 0,5 m.

Toutefois, la hauteur constante du socle ne permet pas de décrire correctement les résultats expérimentaux obtenus par Hivin. En effet, pour une hauteur de lopin de 0,26 m, la chauffe est trop lente, indiquant que la hauteur du socle est trop importante. En suivant le raisonnement précédent, on observe au contraire que la hauteur du socle est trop faible pour un lopin de 0,065 m. Deux nouveaux ensembles de paramètres, plus en accord avec les résultats expérimentaux, sont donc proposés avec une modification de la hauteur du socle. Celle-ci vaut 0,07 m ($R_{\text{thc}} = 0,78 \text{ K.W}^{-1}$) pour le lopin de 0,065 m, et le socle est retiré ($R_{\text{thc}} = 0 \text{ K.W}^{-1}$) pour le lopin de 0,13 m.

Cette étude sur l'effet de la hauteur de lopin permet de conclure que si la hauteur du lopin est supérieure ou égale au double de son diamètre, le cycle de chauffe doit être décrit en prenant en compte les trois phénomènes de conduction, de convection et de rayonnement sans ajouter de résistance thermique de contact. En revanche, plus la hauteur du lopin diminue, plus la hauteur du socle augmente. Cette étude suppose également que le diamètre des différents lopins reste du même ordre de grandeur.

En conclusion cette étude sur la chauffe de lopins en Inconel 718, pour une température de consigne de 955 °C, le temps de traitement correspondant au délai passé dans la zone de précipitation de la phase δ est non négligeable (supérieur à 20 min). Ce temps devrait être plus important pour une température de consigne plus élevée comme la température de mise en forme sub- δ -solvus (980 °C).

La précipitation de phase δ au cours de la chauffe de lopins industriels est donc un phénomène à ne pas négliger car elle peut modifier considérablement le comportement mécanique au cours d'éventuels traitements thermomécaniques (Chapitre 3).

Annexe 3 : Validation du montage expérimental de trempe

La validation expérimentale du montage de trempe est réalisée de deux manières :

- par la détermination expérimentale de la vitesse de refroidissement des pions,
- par une observation de la microstructure obtenue après trempe et une comparaison avec une microstructure obtenue sur un montage validé au préalable.

A.3.1 Détermination de la vitesse de refroidissement

La vitesse de refroidissement est déterminée selon l'équation suivante :

$$V_{\text{ref}} = \frac{T_{\text{essai}} - 500}{t_{\text{ref}}} \quad (\text{A.2.1})$$

où T_{essai} est la température de l'essai (1050 °C, 980 °C ou 940 °C).

La vitesse de refroidissement est donc déterminée entre la température de l'essai et la température arbitraire de 500 °C, qui est la température seuil où l'on considère qu'il n'y a plus d'évolution de la microstructure.

Les vitesses de refroidissement de l'ensemble des conditions présentées dans le corps de texte dans l'étude sur la mise en forme sont présentées dans le Tableau A.3.1 pour les conditions super- δ -solvus. Certaines vitesses de refroidissement avec le signe *, correspondent aux essais de compression où le thermocouple n'a pas enregistré la température de refroidissement (problème de soudure...). L'essai est toutefois jugé valide car le thermocouple a permis de suivre l'évolution de la température au cours de la déformation.

Tableau A.3.1 : Vitesses de refroidissement déterminées pour les mises en forme super- δ -solvus

Campagne	Traitement thermique	T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	ϵ_1	ϵ_2	t_{ref} (s)	V_{ref} (°C/s)
Essais interrompus	1050°C / 15min	/	/	/	/	12	47
	/	1050	10 ⁻²	0,05	/	20	27
	/	1050	10 ⁻²	0,078	/	20	27
	/	1050	10 ⁻²	0,11	/	21	26
	/	1050	10 ⁻²	0,22	/	22	25
	/	1050	10 ⁻²	0,69	/	46	12
Influence ; T et D ₀	/	1050	10 ⁻¹	0,69	/	53	10
	/	1050	10 ⁰	0,69	/	*	*
	1050°C / 15min	980	10 ⁻²	0,69	/	40	12
	1100°C / 1h	1050	10 ⁻²	0,69	/	81	7
	1100°C / 4h	1050	10 ⁻²	0,69	/	*	*
Multipasses	/	1050	10 ⁻¹	0,41	/	41	13
	/	1050	10 ⁻¹	0,41 T	0,29	50	11
	/	1050	10 ⁻¹	0,41 M	0,29	*	*

Les vitesses de refroidissement de l'ensemble des conditions présentées dans le corps de texte dans l'étude sur la mise en forme sub- δ -solvus sont présentées dans le Tableau A.3.2.

Tableau A.3.2 : Vitesses de refroidissement déterminées pour les mises en forme sub- δ -solvus

Campagne	Traitement thermique	T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	ϵ_1	ϵ_2	$t_{\text{ref}} (s)$	$V_{\text{ref}} (°C/s)$
Essais interrompus	980°C / 15min	/	/	/	/	16	30
	/	980	10 ⁻²	0,05	/	19	26
	/	980	10 ⁻²	0,078	/	20	25
	/	980	10 ⁻²	0,11	/	20	24
	/	980	10 ⁻²	0,22	/	21	23
	/	980	10 ⁻²	0,69	/	56	9
	900°C / 30h	980	10 ⁻²	0,05	/	*	*
	900°C / 30h	980	10 ⁻²	0,11	/	19	26
	900°C / 30h	980	10 ⁻²	0,22	/	23	21
	900°C / 30h	980	10 ⁻²	0,69	/	39	12
Influence de la fraction de phase δ	900°C / 30min	980	10 ⁻¹	0,69	/	43	11
	900°C / 2h	980	10 ⁻¹	0,69	/	41	12
	900°C / 30h	980	10 ⁻¹	0,69	/	40	13
Cinétiques de dissolution	900°C / 30h	980	10 ⁰	0,69	/	45	11
	900°C / 1h	980	10 ⁻¹	0,69	/	43	11
	/	980	10 ⁻¹	0,69	/	38	13

L'ensemble des 30 conditions de cette étude présentent une disparité importante de vitesse de refroidissement allant de 7 à 47 °C/s. Toutefois, une observation minutieuse des vitesses de refroidissement permet de constater un lien entre le taux de déformation de l'échantillon et la vitesse de refroidissement.

Ainsi pour un taux de déformation de 0,69, les vitesses de refroidissement vont de 7 à 13 °C/s (pour 13 essais) avec une vitesse de refroidissement moyenne de 11,2 °C/s et un écart-type de 1,6 °C/s validant la répétabilité du dispositif de trempe à l'hélium développé au cours de ce travail de thèse.

A.3.2 Observation des microstructures obtenues après trempe

Une comparaison est réalisée entre la microstructure d'un échantillon obtenue après trempe sur le dispositif développé au cours de ce travail de thèse et un montage validé dans un autre laboratoire. Pour cela, une mise en forme est réalisée au laboratoire LCG de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne (ENSMSE). La condition de mise en forme choisie est une déformation de 0,69 pour une température de 1050 °C et une vitesse de déformation de 10⁻² s⁻¹.

La seule différence entre les deux essais est donc le montage utilisé. Dans un cas, le pion est placé entre deux tas en molybdène (ENSMSE) et dans l'autre entre deux tas en céramique. Le contact métal-métal minimise les frottements par rapport au contact métal-céramique, ce qui implique une augmentation de la contrainte pour le pion déformé à l'Ecole Centrale, comme il peut être constaté sur les comportements mécaniques déterminées sur la Figure A.3.1.

Cette légère différence de comportement mécanique induite par les frottements amène toutefois les deux comportements mécaniques au même niveau de contrainte en fin de déformation et permet ainsi de valider l'équivalence des essais réalisés sur les deux montages différents d'un point de vue macroscopique.

Au laboratoire LCG, la trempe est réalisée à l'aide d'un doigt actionné manuellement faisant tomber l'échantillon dans un réservoir rempli d'eau. Le temps entre la fin de l'essai et la trempe dépend donc du temps de réaction de l'utilisateur et du temps de chute du pion. Il est inférieur à une

seconde. Toutefois, le pion n'étant pas instrumenté par un thermocouple, la vitesse de refroidissement ne peut être estimée.

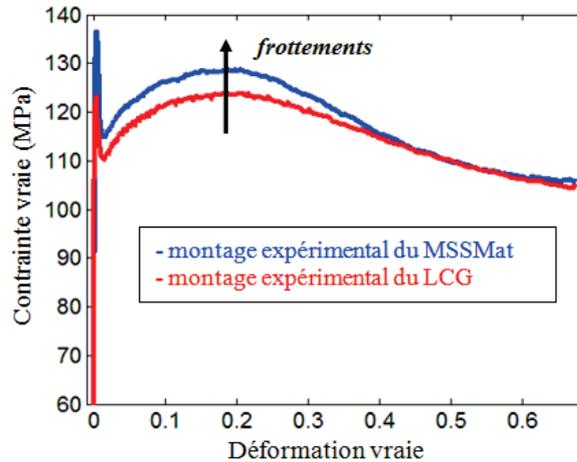


Figure A.3.1 : Comparaison du comportement mécanique pour un essai de compression réalisé à 1050 °C , 10^{-2} s^{-1} et un taux de déformation de $0,69$ avec deux dispositifs expérimentaux différents

Une analyse microscopique est également réalisée sur les microstructures obtenues après mise en forme puis trempé ou avec un refroidissement four coupé (Figure A.3.2).

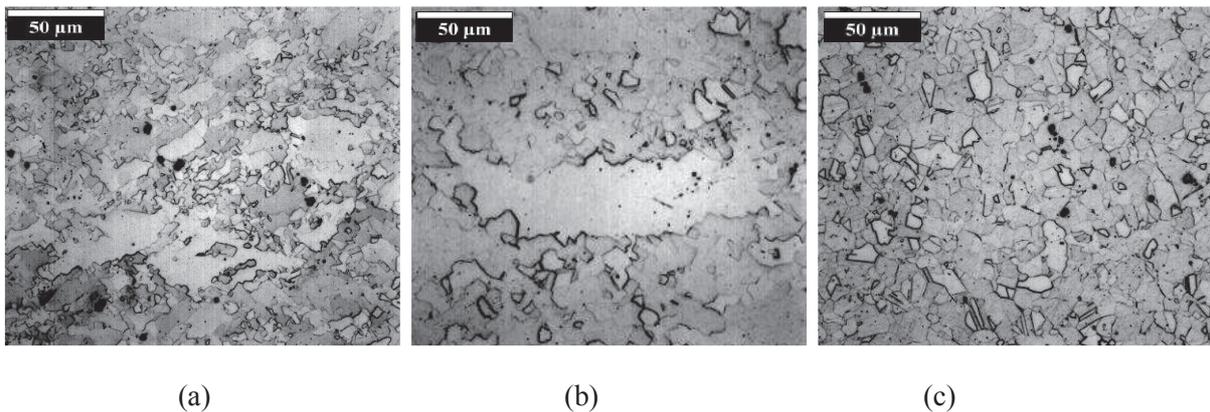


Figure A.3.2 : Microstructures obtenues après un essai de compression à 1050 °C , 10^{-2} s^{-1} et $\varepsilon = 0,69$ puis trempé, (a) avec le montage développé, (b) avec le montage du laboratoire LCG et (c) avec un refroidissement four coupé

Les microstructures obtenues pour les deux montages sont semblables, présentant toutes deux des anciens grains déformés prouvant l'efficacité de la trempé.

La différence de microstructure entre l'utilisation du dispositif de trempé (Figure A.3.2(a)) et sans (Figure A.3.2(c)) permet de conclure que le dispositif de trempé empêche (ou limite) les mécanismes post-dynamiques validant ainsi définitivement le montage de refroidissement développé au cours de ce travail de thèse.

Annexe 4 : Traitement des données d'un essai de compression

Cette annexe présente le traitement des courbes mécaniques. Après acquisition, nous obtenons quatre informations sur l'essai : le temps, le déplacement, la force et la température.

Un programme MATLAB® permet le traitement des données afin d'obtenir les courbes mécaniques, c'est-à-dire la contrainte vraie et la déformation rationnelle. Nous allons donc présenter les lois introduites dans le programme et les hypothèses faites pour déterminer la déformation rationnelle. Auparavant, il faut calculer la raideur apparente du système (régression du premier ordre sur la partie linéaire de la courbe force = f (déplacement)).

Cette raideur apparente peut être considérée comme composée des raideurs du montage et de l'échantillon associées en parallèle comme le montre le schéma de la Figure A.4.1.

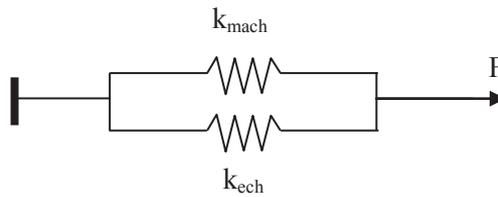


Figure A.4.1 : Représentation des différentes raideurs de l'essai (en parallèle)

La relation permettant de déterminer la raideur apparente est donnée sous la forme :

$$\frac{1}{k_{app}} = \frac{1}{k_{mach}} + \frac{1}{k_{ech}} \quad (\text{A.4.1})$$

A partir de l'Equation A.4.1, la raideur de la machine s'exprime :

$$\frac{1}{k_{mach}} = \frac{1}{k_{app}} - \frac{1}{k_{ech}} \quad \text{avec } k_{ech} = \frac{E \cdot S_0}{h_0} \quad (\text{A.4.2})$$

Et finalement :

$$k_{mach} = \frac{k_{app} S_0 \cdot E}{S_0 \cdot E - k_{app} h_0} \quad (\text{A.4.3})$$

Notons que k_{mach} est moyenné avec tous les essais réalisés aux mêmes conditions thermomécaniques. Le module de Young théorique est issu d'informations obtenues dans les fiches produit de Special Metals [SPE07]. Par exemple, à 1050 °C, le module de Young de l'Inconel 718 est de 107,2 GPa. Cette valeur théorique est également utilisée comme vérification pour déterminer si la correction est valide. Les modules de Young calculés sont toujours compris dans l'intervalle $\pm 5 \%$.

Après avoir calculé la raideur de la machine, cette dernière est utilisée pour déterminer le déplacement de l'échantillon :

$$U_{ech} = U_{tot} - \frac{F}{k_{mach}} \quad (\text{A.4.4})$$

Et enfin obtenir la déformation rationnelle de l'échantillon :

$$\varepsilon_r = -\ln\left(1 - \frac{U_{ech}}{h_0}\right) \quad (\text{A.4.5})$$

Ces corrections ont permis de tracer les comportements mécaniques de l'Inconel 718.

Annexe 5 : Mise en forme sub- δ -solvus complémentaire

L'étude présentée au Chapitre 3 a permis la compréhension de l'évolution du comportement mécanique et de la microstructure de la matrice seule et en présence de phase δ en forgeage sub- δ -solvus en conditions unipasse à 980 °C. Cette compréhension va être extrapolée aux conditions de mise en forme multipasses à 980 °C et à 940 °C. Cette étude sera semblable à l'étude réalisée en conditions multipasses super- δ -solvus, c'est-à-dire avec un intérêt pour l'évolution de la microstructure et du comportement mécanique entre chaque passe.

L'étude multipasses doit être réalisée avec un unique système de chauffe afin de mieux représenter le cycle de chauffe industriel. Dans ce but, les traitements thermiques sont réalisés dans le four à lampe avant déformation et le four tubulaire ne sera pas utilisé au cours de cette étude.

La température de mise en forme de 940 °C a été retenue afin d'avoir une cinétique de croissance de grains plus lente que la cinétique de précipitation de la phase δ , une première partie de validation du comportement mécanique et de l'évolution microstructurale sera donc réalisée à cette température. En comparaison, il a été montré qu'à 980 °C, la croissance de grains est conséquente puisque la taille de grains d'un échantillon après un maintien de 15 min est $D_0 = 110 \mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} = 4,0$) alors qu'elle n'est que de 12 μm ($D_{\text{ASTM}} = 10,5$) à l'état brut de réception.

A.5.1 Validation de la mise en forme à 940 °C

Afin de réaliser une étude de mise en forme sub- δ -solvus multipasses à 940 °C et afin de la différencier de l'étude qui sera réalisé à 980 °C en mise en forme multipasses, la validation de la conservation d'une taille de grains minimale au cours de la mise en forme unipasse à 940 °C est nécessaire. Celle-ci sera réalisée par deux études complémentaires : la validation du comportement mécaniques et celle de l'évolution de microstructure.

Les essais de compression sont réalisés après un maintien de 30 min à 940 °C (contre 15 min dans les études précédentes) pour faire précipiter une fraction de phase δ supérieure à la fraction critique déterminée au Chapitre 2 (f_s de l'ordre de 1,8 % - 2,4 %). La fraction surfacique de phase δ mesurée sur un échantillon trempé après le maintien est de 3,0 %, ce qui est conforme aux prévisions.

La première étape de validation de la mise en forme à 940 °C est effectuée en comparant les comportements mécaniques réalisés pour $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ et 10^0 s^{-1} à $\epsilon = 0,69$ (Figure A.5.1).

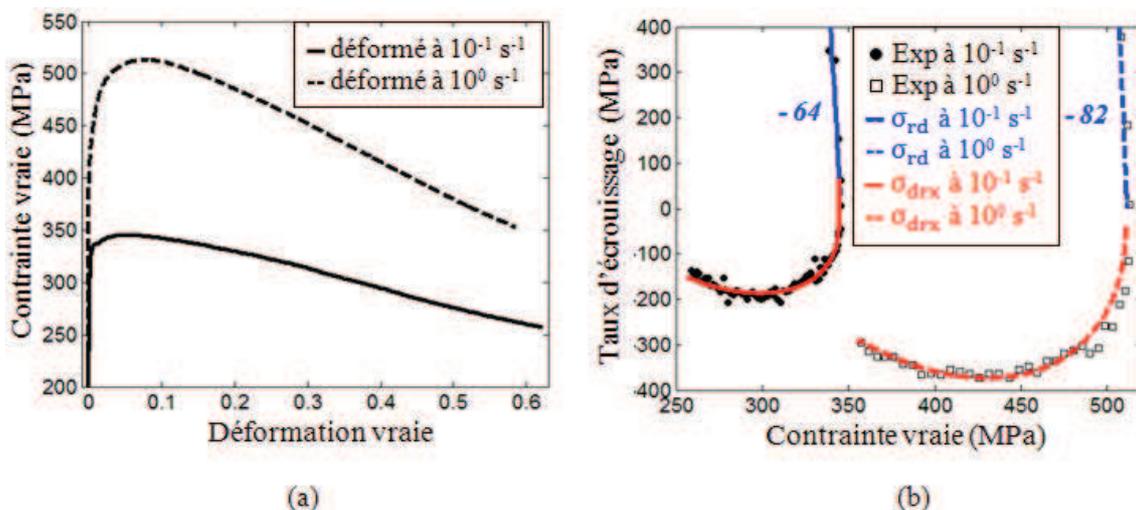


Figure A.5.1 : Comportements mécaniques de l'Inconel 718 pour une température de déformation de 940 °C à partir de l'état brut de réception, (a) $\sigma = f(\epsilon)$ et (b) $\theta = f(\sigma)$

L'essai réalisé à 940 °C à partir de l'état brut de réception, après un maintien de 30 min, présente un comportement mécanique similaire à celui obtenu à 980 °C à partir de l'état brut de réception, après un maintien de 15 min (Figure 3.4.12). De plus la comparaison des taux d'érouissages obtenus à 940 °C montre que celle-ci est du même ordre que le comportement mécanique de l'échantillon ayant été mis en forme à partir de l'état brut de réception à 980 °C et 10^{-1} s^{-1} (-45). Les micrographies optiques de la Figure A.5.2 indiquent peu de différences morphologiques de la phase δ dans les différents cas de traitements.

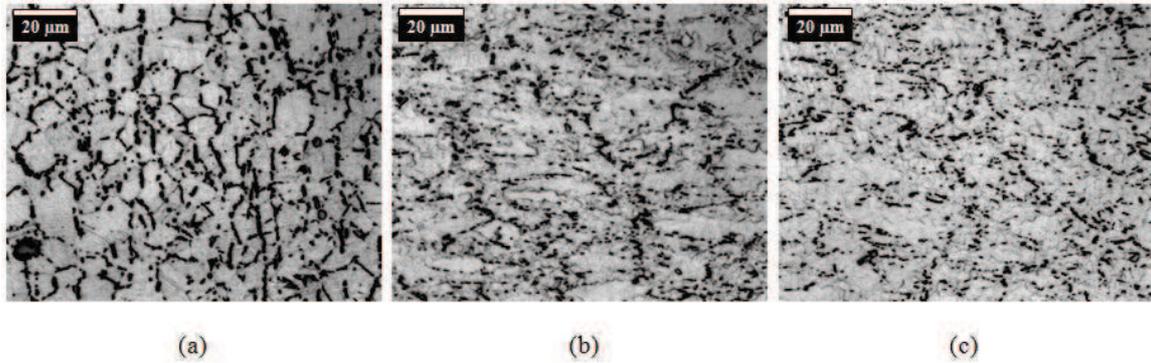


Figure A.5.2 : Micrographies optiques obtenues, (a) après maintien de 30 min à 940°C, (b) puis déformation à 940 °C, $\varepsilon = 0,69$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ou (c) puis déformation à 940 °C, $\varepsilon = 0,69$ et $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$

La phase δ aciculaire n'apparaît pas après un traitement de précipitation de 30 min à 940 °C (par comparaison avec un traitement de 30 min à 900 °C, comme vu au Chapitre 3). Cette absence s'explique par la différence de mécanisme et surtout de cinétique de précipitation de la phase δ du fait de l'absence de phase γ'' à 940 °C, comme montré sur la Figure 2.3.7.

Les fractions surfaciques de phase δ , déterminées sur les échantillons déformés à un taux de 0,69 à 10^{-1} s^{-1} et 10^0 s^{-1} , sont équivalentes (3,0 %) et correspondant également à la fraction de phase δ déterminée dans l'échantillon après le maintien de 30 min avant déformation. Cette relative constance de la fraction surfacique de phase δ au cours de la déformation confirmerait que la description de l'évolution de la phase δ globulaire ne peut pas être réalisée à l'aide d'une cinétique du type dissolution dynamique qui serait réservée à la phase δ aciculaire. La phase δ globulaire est donc soumise principalement à une cinétique de dissolution du type statique où le paramètre essentiel est le temps passé en température pendant la déformation. Ce temps est de 7 s ($\varepsilon = 0,69$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) et de 70 s ($\varepsilon = 0,69$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) ne conduisant pas à une évolution significative de la fraction de phase δ .

Les tailles de grains obtenues sont données dans le Tableau A.5.1.

Tableau A.5.1 : Tailles de grains déterminées au cours de l'étude de mise en forme à 940 °C

	$D_{\text{mov}} (\mu\text{m})$	$D_{\text{med eq}} (\mu\text{m})$		D_{ASTM}	X_{rex}
brut de réception	12	11		10,0	/
940 °C maintien 30 min	16	14		9,0	/
$\varepsilon = 0,41, \dot{\varepsilon} = 10^{-1}$	8	3	9	11,0	0,36
$\varepsilon = 0,41, \dot{\varepsilon} = 10^{-1}$ puis maintien 30 min	10	9		10,5	/
$\varepsilon = 0,69, \dot{\varepsilon} = 10^{-1}$	5	2	9	12,0	0,76
$\varepsilon = 0,69, \dot{\varepsilon} = 10^0$	4	4		13,0	/

Le maintien de 30min à 940 °C avant déformation conduit à une légère augmentation de la taille de grains par rapport à celle de l'état brut de réception. En effet, cette augmentation de taille de grains est cohérente avec l'étude de Dix *et al.* (Figure 2.1.11) montrant une croissance de grains possible quand la fraction surfacique de phase δ est inférieure à 4,0 %, ce qui est le cas dans la présente étude (3,0 %).

L'homogénéité de la distribution de tailles de grains confirme que l'avancement de la recristallisation est maximal pour un taux de déformation de 0,69 à 940 °C et pour une vitesse de déformation de 10^0 s^{-1} . En comparaison, pour une décade plus faible, la population est bimodale et la fraction de grains recristallisés est de 76 %. La comparaison des essais réalisés en faisant varier uniquement les taux de déformation montre également que la fraction de grains recristallisés dépend de celui-ci. Celle-ci est de 36 % pour un échantillon déformé à 0,41 et de 76 % pour un échantillon déformé à 0,69.

Ce tableau présente également la taille de grains d'une condition de traitement supplémentaire correspondant à un maintien de 30 min après une déformation de 0,41 à 940 °C avec une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1} . Cette condition est réalisée dans le but d'estimer la compétition entre les mécanismes de précipitation et de croissance de grains après mise en forme.

Le maintien de 30 min après déformation homogénéise la distribution des tailles de grains. Toutefois, aucune croissance de grains n'est constatée puisque la taille de grains reste constante ($D_{\text{med,eq}} = 9 \mu\text{m}$), c'est donc le mécanisme de recristallisation métadynamique (qui a une cinétique très rapide) qui est responsable de l'homogénéisation de la taille de grains. De plus, il y a précipitation de phase δ au cours de ce maintien de 30 min à 940 °C faisant évoluer la fraction surfacique de phase δ de 3,0 % à 4,0 % ce qui est cohérent avec les cinétiques de précipitation déterminées au Chapitre 2 (avec $f_{\text{eq}} = 8,0 \%$ et $k = 0,0004$) et qui est alors susceptible de contenir tout grossissement ultérieur des grains.

L'influence de la phase δ (avec une morphologie globulaire) sur la mise en forme à une température de 940 °C a été déterminée. La suite de l'étude est consacrée à la mise en forme multipasses.

A.5.2 Mise en forme multipasses

L'objectif d'une mise en forme industrielle est de réduire la hauteur du lopin en l'amenant à la bonne cote tout en lui conférant les propriétés mécaniques souhaitées. L'étude en mise en forme multipasses sub- δ -solvus simule à l'échelle du laboratoire une séquence industrielle où la réduction de la hauteur est de 50 %. Les paramètres thermomécaniques que sont la vitesse de déformation, la température d'essai et le temps interpasse, et la taille de grains initiale sont imposés par le cahier des charges industriel en accord avec les résultats obtenus dans les deux chapitres précédents. La mise en forme multipasses de cette étude est réalisée en suivant le chemin thermomécanique représenté sur la Figure A.5.3.

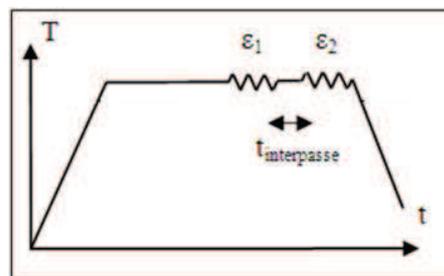


Figure A.5.3 : Chemin thermomécanique subi par l'échantillon au cours de l'essai multipasses en conditions sub- δ -solvus

Seul le chemin interpasse correspondant à un maintien intermédiaire à la température de l'essai a été retenu pour l'étude de la mise en forme multipasses sub- δ -solvus car il a été prouvé dans l'étude super- δ -solvus que c'est le chemin qui amène à la microstructure la plus proche du cahier des charges industriel.

Comme précisé précédemment, deux températures de mise en forme seront analysées au cours de cette étude : 940 °C et 980 °C. Ces températures de traitement impliquent une évolution de microstructure différente au cours de la chauffe et du maintien réalisé avant déformation qui a été caractérisée dans les études précédentes. Celle-ci a donné lieu à un cahier des charges concernant les temps de maintien appliqués : la mise en forme à 940 °C et à 980 °C subissent un temps de maintien de 30 min afin d'être plus en accord avec les cycles de chauffe industriels.

Les différentes conditions thermomécaniques de cette étude sont définies comme :

- un maintien d'une durée de 30 min avant la première passe
- une première passe, $\varepsilon_1 = 0,41$, $\dot{\varepsilon}_1 = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$
- un maintien interpasse à la température d'essai, $t_{\text{interpasse}} = 10 \text{ s}$
- une deuxième passe, $\varepsilon_2 = 0,40$, $\dot{\varepsilon}_2 = 10^0 \text{ s}^{-1}$ et enfin, trempe à l'hélium

Les comportements mécaniques obtenus en mise en forme sub- δ -solvus multipasses pour les températures de 940 °C et de 980 °C sont présentés sur la Figure A.5.4. Ceux-ci sont comparés au comportement unipasse correspondant à 940 °C et à 980 °C décalé de ε_1 .

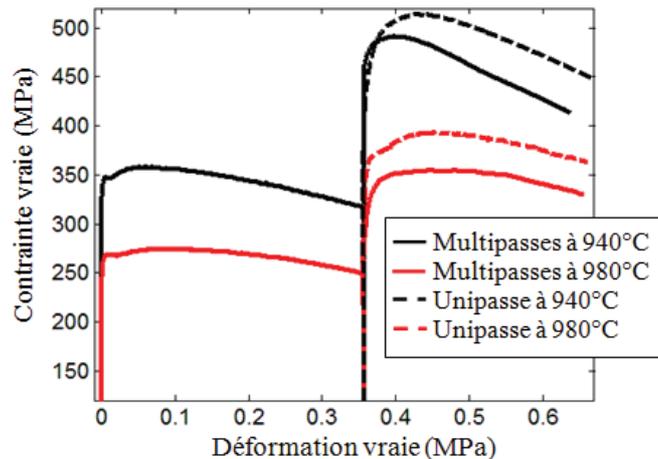


Figure A.5.4 : Comportements mécaniques de l'Inconel 718 au cours d'une mise en forme sub- δ -solvus multipasses à $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ en première passe et à $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$ en seconde

Le comportement en première passe à 980 °C montre un maximum de contraintes, qui est un indicateur du début de recristallisation dynamique, après un taux de déformation de 0,1. En comparaison, à 940 °C, le maximum de contraintes est atteint pour un taux de déformation inférieur à 0,1. Cette différence peut-être principalement due à la différence de fraction de phase δ entre les deux températures d'essai.

La modification de vitesse de déformation entre les deux passes, nécessaire pour se rapprocher des conditions industrielles, empêche de réaliser une étude du comportement mécanique analogue à celle de la mise en forme super- δ -solvus. Toutefois, la représentation en pointillés du comportement mécanique équivalent en unipasse permet de constater qu'il existe une différence de comportement lors de la seconde passe.

Pour les deux températures de déformation, la deuxième passe conduit systématiquement à un niveau de contraintes inférieur. Les conclusions de l'étude super- δ -solvus permettent d'avancer que cette différence de comportement mécanique est due à la différence de microstructures au début de chaque passe. Les microstructures obtenues après la première et la seconde passe à 940 °C sont données sur la Figure A.5.5.

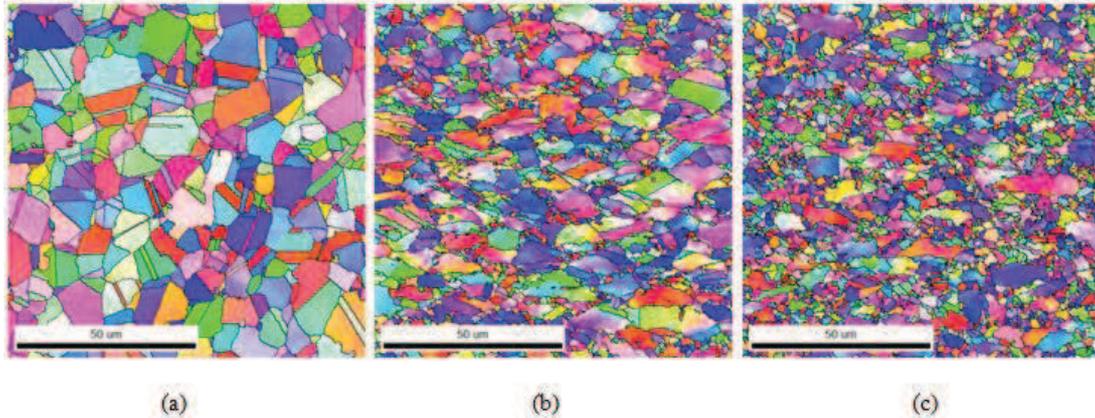


Figure A.5.5 : Cartographies d'orientations obtenues à 940 °C après, (a) un maintien de 30 min, (b) une première passe à $\varepsilon = 0,40$, $\dot{\varepsilon}_1 = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ et (c) une seconde passe à $\varepsilon = 0,40$, $\dot{\varepsilon}_1 = 10^0 \text{ s}^{-1}$

La fraction de grains recristallisés après la première passe à 940 °C est de 36 %. Celle-ci croît à 56 % à la fin de la seconde passe. Deux théories antagonistes peuvent être proposées pour expliquer ces fractions de grains recristallisés:

- on peut poser l'hypothèse que le maintien interpasse de 10 s à 940 °C a été suffisamment long pour rendre la distribution de tailles de grains homogène avant la seconde déformation. Cette hypothèse est basée sur les observations du Chapitre 3 validant qu'un maintien interpasse de 10 s à la température de 1050 °C permet une recristallisation complète de la microstructure par le phénomène métadynamique. Or, en raisonnant sur les vitesses de refroidissement obtenues sur ces pions, qui sont de l'ordre de 12 °C/s (Annexe 3), il faut presque 10 s pour qu'un échantillon passe de la température de déformation de 1050 °C à 940 °C. Ce délai passé au dessus de 940 °C n'est pas suffisant pour permettre une recristallisation complète (Figure 3.3.14). On peut donc en conclure qu'un maintien de 10 s à 940°C, ne permet pas non plus d'avoir une recristallisation complète.

- on peut, au contraire, poser l'hypothèse que le maintien interpasse de 10 s à 940 °C ne permet pas de rendre la distribution de tailles de grains homogène avant la seconde déformation. Cette hypothèse est soutenue par l'étude de Karjalainen et Perttula qui concluent que les cinétiques de recristallisation statique et métadynamique diminuent quand la température de traitement diminue [KAR96]. Leur étude a été réalisée sur des aciers austénitiques en utilisant une méthode de relaxation des contraintes. Cette hypothèse montrerait que la fraction de grains recristallisés n'évoluerait pas (ou peu) pendant le maintien interpasse, ce qui permettrait de déterminer que la fraction de grains recristallisés (pour un taux de déformation identique), est de 36 % à 10^{-1} s^{-1} et au maximum de 20 % à 10^0 s^{-1} , ce qui est cohérent avec la Figure 3.3.13. La deuxième théorie est vraisemblablement la bonne mais le manque de données expérimentales nuance légèrement les analyses de cette étude sub- δ -solvus multipasses.

La taille de grains diminue entre la première ($D_{\text{med_eq1}} = 3 \text{ }\mu\text{m}$ et $D_{\text{med_eq2}} = 9 \text{ }\mu\text{m}$) et la seconde passe mais reste hétérogène ($D_{\text{med_eq1}} = 2 \text{ }\mu\text{m}$ et $D_{\text{med_eq2}} = 5 \text{ }\mu\text{m}$) du fait de la recristallisation incomplète. Toutefois, la taille de grains tend vers la taille de grains de la population recristallisée qui pourrait être atteinte en réalisant un nombre plus important de passes. Cette borne inférieure correspond à $D \approx 2 \text{ }\mu\text{m}$ ($D_{\text{ASTM}} \approx 15$), celle-ci est la taille de grains minimale qu'il est possible d'atteindre par ce procédé de mise en forme dans l'Inconel 718.

Annexe 6 : Validation industrielle de la mise en forme

Dans cette annexe, un plan d'expériences a été appliqué afin de valider les conditions étudiées dans ce manuscrit en réalisant un changement d'échelle passant du pion à des lopins de dimensions industrielles. La complexité de cette validation industrielle est que la mise en forme est réalisée en conditions anisothermes, avec une température des tas de compression comprise entre $280\text{ °C} < T_{\text{outil}} < 300\text{ °C}$, ce qui complexifie le gradient de température dans la pièce et donc le gradient de déformation, et rend la prévision des microstructures moins aisée. Pour évaluer ce gradient, différentes zones sont analysées dans chaque lopin en fonction du traitement subi. Leur localisation est présentée sur la Figure A.6.1.

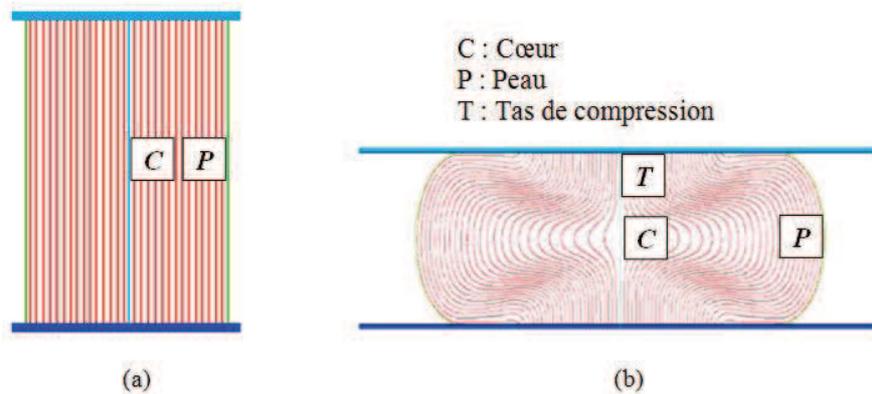


Figure A.6.1 : Zones analysées sur les lopins industriels, (a) non déformé et (b) déformé

Cette série d'essais comprend une mise en forme super- δ -solvus unipasse, une mise en forme sub- δ -solvus unipasse et une mise en forme sub- δ -solvus multipasses. Chaque condition subit un examen métallographique pour déterminer si la microstructure est conforme aux prévisions.

A.6.1 Mise en forme à 1050 °C

L'étude unipasse à 1050 °C est réalisée sur quatre lopins ($H = 225\text{ mm}$ et $\Phi = 150\text{ mm}$). Ils subissent tous une chauffe à 1050 °C pendant 108 min. Deux lopins ne sont pas déformés pour servir de référence mais sont refroidis à des vitesses différentes : l'un est trempé à l'eau, l'autre est refroidi à l'air ambiant. Les deux autres lopins sont déformés après un temps de transfert de 40 s (de l'ouverture du four au contact entre les outils et le lopin) à une vitesse de déplacement de 11 mm/s soit une vitesse de déformation nominale d'environ 5.10^{-2} s^{-1} . La hauteur finale du lopin est de 112,5 mm soit un taux de réduction de 50 %. L'un est ensuite trempé à l'eau et l'autre refroidi à l'air. Dans le cas de la trempe eau, le temps de transfert est de 45 s (de la fin de la forge jusqu'à l'arrivée dans le bac à eau). Les microstructures obtenues suite à la chauffe des lopins sont représentées sur la Figure A.6.2.

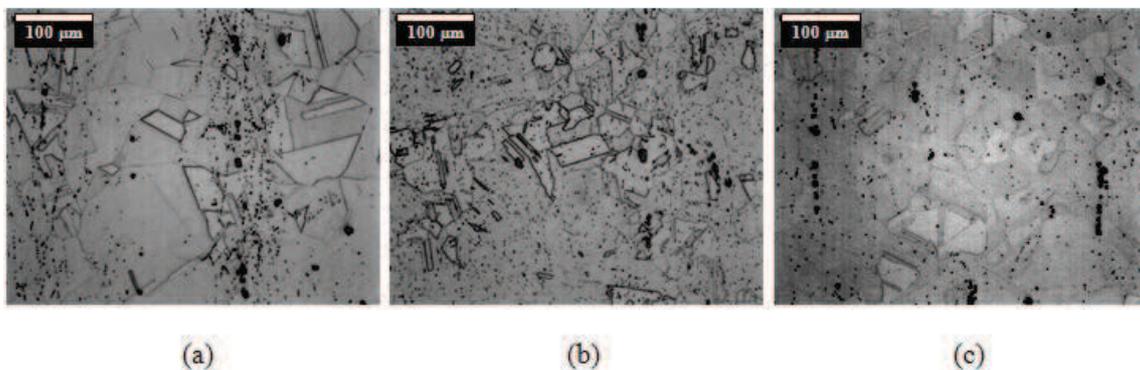


Figure A.6.2 : Micrographies optiques des lopins chauffés à 1050 °C, (a) à cœur trempé eau, (b) en peau trempé eau et (c) en peau refroidi à l'air ambiant

La taille de grains obtenue à cœur après chauffe est plus importante qu'en peau. Les différents résultats obtenus sont présentés sur le Tableau A.6.1 en prenant en compte la présence des macles²².

Tableau A.6.1 : Comparaison des tailles de grains obtenues après chauffe à 1050 °C dans les différentes conditions de l'étude

Etat	Zone de prélèvement	Type de refroidissement	D_{moy} (μm)	$D_{\text{med_eq}}$ (μm)	D_{ASTM}
Brut	Cœur	/	45	37	7,0
Brut	Peau	/	12	12	10,0
1050 °C	Cœur	Eau	78	65	5,0
1050 °C	Peau	Eau	43	38	7,0
1050 °C	Cœur	Air	84	68	5,0
1050 °C	Peau	Air	52	41	6,5

La taille de grains des quatre échantillons ayant subi le traitement thermique à 1050 °C a augmenté par rapport à l'état brut de réception. Toutefois, la dispersion de tailles de grains de plus de deux indices ASTM observable entre le cœur et la peau sur l'état brut de réception est conservée après la chauffe. Bien que les tailles de grains présentées dans le Tableau A.6.1 prennent en compte les macles de recuit, l'amplitude de la dispersion entre le cœur et la périphérie est également validée par détermination de la taille de grains par comparaison d'images-types. Avec cette méthode, les tailles de grains obtenues sont $D_{\text{ASTM}} = 4,0$ ($D \approx 110 \mu\text{m}$) pour le cœur et $D_{\text{ASTM}} = 5,5$ ($D \approx 60 \mu\text{m}$) pour la peau.

Comme discuté dans le Chapitre 2, la fraction de phase δ précipitée est un indicateur de la vitesse de refroidissement. Toutefois, les dimensions importantes des lopins étudiés empêchent un refroidissement suffisamment rapide pour inhiber la précipitation de phase δ , la vitesse de refroidissement devant être supérieure à 3 °C/s [GEN97]. Bien que, certaines vitesses de refroidissement soient supérieures à cette valeur (Tableau 3.2.1), celles-ci sont calculées sans prendre en compte le temps de transfert, ce qui explique la présence de phase δ sur les micrographies de la Figure A.6.2. Quantitativement, le raisonnement reste valable puisqu'il y a plus de phase δ qui a précipité en peau pour un refroidissement air (0,3 °C/s) que pour une trempe eau (19 °C/s). Néanmoins, cette fraction est trop faible ($f_s < 1 \%$) pour être déterminée précisément par analyse d'images. L'analyse des microstructures obtenues après mise en forme va être réalisée (Figure A.6.3).

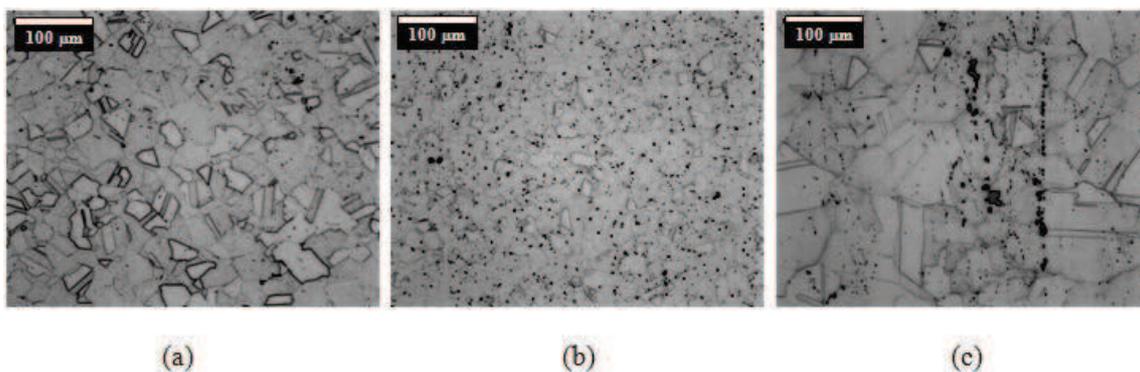


Figure A.6.3 : Micrographies optiques du lopin déformé à 1050 °C, $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et $\varepsilon = 0,69$ puis refroidi à l'air, (a) à cœur, (b) en peau et (c) au niveau du tas de compression

²² les tailles de grains en excluant les macles de l'algorithme sont trop importantes ($D_0 > 140 \mu\text{m}$ et $D_{\text{ASTM}} > 3$) pour avoir un nombre de grains statistiques à l'EBS (>1000). Le choix a donc été de conserver les macles dans l'algorithme afin de comparer qualitativement les tailles de grains présentées dans le Tableau A.6.1 pour les lopins chauffés à 1050 °C. Cette hypothèse est cohérente que si la fraction de macles est équivalente dans les conditions de l'étude, ce qui est le cas : $53\% < \Sigma 3 < 59 \%$.

L'observation de la figure précédente illustre que le taux de déformation n'est pas équivalent dans l'ensemble du lopin. La zone au contact des tas de compression, aussi appelée "zone morte", a conservé la microstructure initiale alors que les deux autres zones semblent complètement recristallisées. Le gradient de déformation est évalué au cours d'une simulation réalisée avec le logiciel FORGE® et les lois de comportement déterminées au Chapitre 3 (Figure A.6.4).

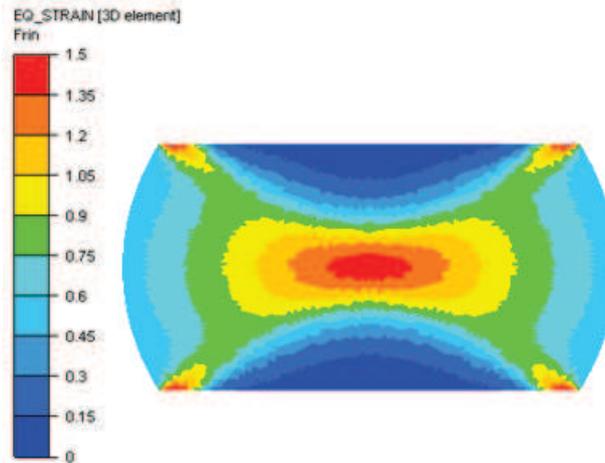


Figure A.6.4 : Gradient de déformation dans un lopin pour les conditions thermomécaniques suivantes : $T = 1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 5.10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et $\epsilon = 0,69$

Le gradient de déformation observé décrit un "X" où la zone la plus sollicitée correspond au cœur et la moins déformée, à la zone morte. Ce gradient définit ce que l'on appelle "la croix du forgeron" et confirme le faible niveau de déformation au contact des tas de compression par rapport aux deux autres zones analysées du lopin.

Le temps de transfert important du lopin déformé à $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ est cohérent avec l'existence d'un phénomène de recristallisation métadynamique, pour les deux modes de refroidissement. Ce phénomène permet d'homogénéiser les distributions de tailles de grains. Celles-ci sont présentées dans le Tableau A.6.2.

Tableau A.6.2 : Tailles de grains déterminées sur différentes zones après déformation à $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ refroidi à l'air comparées à la taille de grains obtenue sur un pion de compression ($\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$)

	Zone	Méthode	$D_{\text{moy}} (\mu\text{m})$	$D_{\text{med eq}} (\mu\text{m})$	D_{ASTM}
Lopin	Cœur	EBSD	41	37	7,0
Lopin	Peau	EBSD	31	26	8,0
Lopin	Tas	Optique	/	/	5,5 ($\approx 60 \mu\text{m}$)
Pion	Cœur	EBSD	25	20	8,5

La taille de grains correspondant à la zone en contact avec un tas de compression montre que celle-ci possédait la même microstructure que le cœur avant déformation. Ce résultat est vérifiable en comparant les tailles de grains des deux zones qui sont du même ordre de grandeur ($\approx 60 \mu\text{m}$).

Après mise en forme, il existe toujours une disparité de tailles de grains entre le cœur et la peau. On observe également que les tailles de grains ont diminué par rapport aux tailles de grains déterminées après la chauffe à $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ sauf pour la zone correspondant au tas de compression qui conservent la même taille de grains.

La taille de grains déterminée sur un pion de compression ayant subi une déformation dans des conditions équivalentes à celles du lopin de la présente étude, est légèrement plus faible que pour celle

déterminée à cœur du lopin. Cette différence peut s'expliquer par la différence de temps de refroidissement entre les deux échantillons conduisant à une croissance de grains pour l'échantillon refroidi le plus lentement. Cette hypothèse est étayée par la détermination des tailles de grains plus faibles mesurées dans le lopin déformé à 1050 °C et trempé eau : $D_{\text{med_eq}}$ à cœur = 33 μm ($D_{\text{ASTM}} = 7,0$) et $D_{\text{med_eq}}$ en peau = 23 μm ($D_{\text{ASTM}} = 8,0$).

La comparaison des tailles de grains obtenues entre les lopins et les pions ne peut pas être réalisée de manière absolue car les pions de compression proviennent de la périphérie de la barre de demi-produit et présente donc une taille de grains initiale plus faible que le lopin observé à cœur. Toutefois, les observations micrographiques réalisées et les tailles de grains déterminées dans ce chapitre sont en excellent accord avec les observations réalisées sur les pions de compression au Chapitre 3 validant le changement d'échelle au cours de la mise en forme à 1050 °C. La validation de la mise en forme sur des lopins de dimensions industrielles va maintenant être réalisée en conditions de mise en forme sub- δ -solvus.

A.6.2 Mise en forme à 980 °C

A.6.2.1 Conditions unipasse

La mise en forme unipasse en conditions sub- δ -solvus est réalisée avec des lopins de mêmes dimensions que dans l'étude super- δ -solvus. Les lopins subissent une chauffe jusqu'à 980 °C pendant 60 min. Dans cette étude, seuls deux lopins sont utilisés : l'un trempé à l'eau après la chauffe et le second trempé à l'eau après mise en forme. La vitesse de déplacement du coulisseau est de 9 mm/s soit une vitesse de déformation nominale de $4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Le temps de transfert entre la forge et le bac à eau après mise en forme est de 34 s.

Le cycle de chauffe du lopin a été suivi avec deux thermocouples, placés à cœur et en peau de ce dernier (Figure A.6.5). Cette figure permet également de voir la position des thermocouples sur le lopin. Bien que la température visée dans cette étude soit de 980 °C, la température de consigne du four à traitements thermiques est de 985 °C.

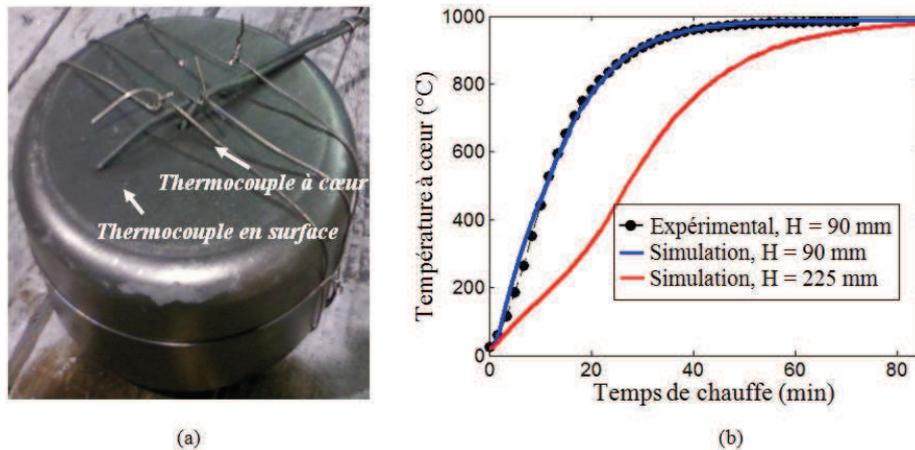


Figure A.6.5 : (a) Lopin témoin utilisé dans la validation industrielle de la chauffe, H = 90 mm et (b) Cycle de chauffe à cœur des lopins pour une mise en forme industrielle à 980 °C

Sur la Figure A.6.5(b), le cycle de chauffe d'un lopin témoin de hauteur 90 mm a servi de courbe de calage pour une simulation de chauffe réalisée à partir du modèle présenté dans l'Annexe 2. Le lopin témoin a subi uniquement le cycle thermique puis est trempé après 70 min de chauffe. Le lopin témoin a été refroidi à une vitesse de 5,2 °C/s, proche de la vitesse de refroidissement critique pour inhiber la précipitation de phase δ au cours du refroidissement (3 °C/s). Toutefois, la mise en forme ayant été réalisée en conditions sub- δ -solvus, et malgré le phénomène d'échauffement adiabatique, on observe de la phase δ sur les microstructures obtenues (Figure A.6.6).

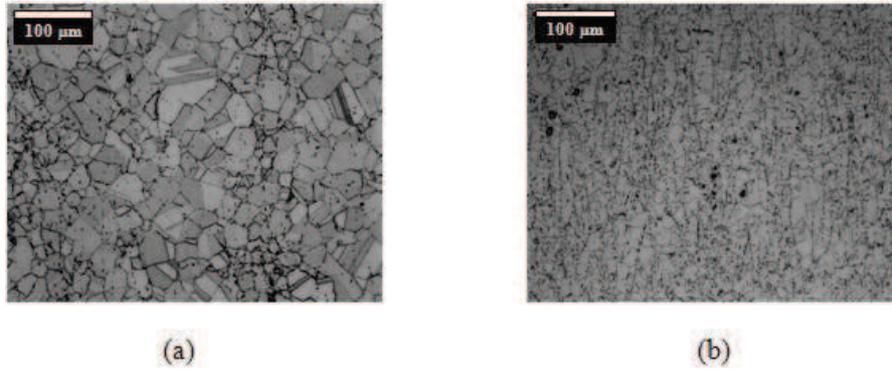


Figure A.6.6 : Micrographies optiques du lopin témoin chauffé à 980 °C puis trempé à l'eau, (a) à cœur et (b) en peau

Les tailles de grains finales obtenues sont : $D_{\text{med_eq}}$ à cœur = 33 μm ($D_{\text{ASTM}} = 7,0$) et $D_{\text{med_eq}}$ en peau = 12 μm ($D_{\text{ASTM}} = 10$) et sont identiques à l'état brut de réception. Ainsi la différence de tailles de grains entre les deux zones représentées sur la Figure A.6.6 est uniquement due à la dispersion initiale de taille de grains sur l'échantillon brut de réception. Il y a donc dans les deux zones analysées suffisamment de phase δ pour ancrer les joints de grains et ainsi empêcher la croissance de grains au cours de la chauffe.

En comparaison, le lopin déformé par compression avait une hauteur initiale de 225 mm. La prévision de son cycle de chauffe, prenant en compte cette hauteur, est représentée sur la Figure A.6.5(b). On remarque qu'à partir de cette simulation, le temps de chauffe utilisé de 60 min serait trop faible pour amener le lopin à une température homogène et égale à la température de consigne. La conséquence est double :

- la température du lopin est inférieure à celle attendue donc la mise en forme est réalisée à une température inférieure à 980 °C. Le champ de température initial est hétérogène dans la pièce, ce qui implique une hétérogénéité de déformation supplémentaire à celle observée en conditions super- δ -solvus (Figure A.6.4),

- le temps de traitement pour la précipitation de phase δ est trop faible, ce qui implique une fraction de phase δ inférieure à celle nécessaire à l'ancrage des joints de grains et donc une potentielle croissance de grains.

Les microstructures obtenues dans les trois zones caractéristiques définies sur la Figure A.6.1 après mise en forme sub- δ -solvus à une vitesse de déformation nominale de $4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ sont représentées sur la Figure A.6.7.

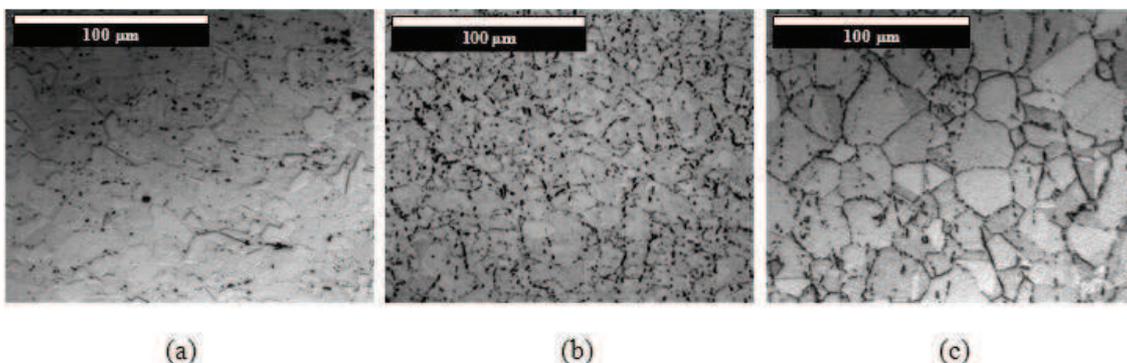


Figure A.6.7 : Micrographies optiques du lopin déformé à 980 °C, $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et $\epsilon = 0,69$ puis refroidi à l'eau, (a) à cœur, (b) en peau et (c) au niveau du tas de compression

La zone morte conserve la taille de grains déterminée à cœur avant déformation ($D_{\text{med_eq}} = 37 \mu\text{m}$ et $D_{\text{ASTM}} = 7,0$) et même avant chauffe. En comparaison, les tailles de grains obtenues après mise en forme à $980 \text{ }^\circ\text{C}$ dans les zones correspondant au cœur et à la peau sont inférieures aux tailles de grains mesurées à l'état de réception ($D_{\text{med_eq}}$ à cœur = $16 \mu\text{m}$ et $D_{\text{ASTM}} = 9,5$ et $D_{\text{med_eq}}$ en peau = $8 \mu\text{m}$ et $D_{\text{ASTM}} = 11,5$) confirmant l'influence de mécanismes de recristallisation sur la microstructure.

En conditions de mise en forme sub- δ -solvus, au cours de la chauffe, la présence de phase δ empêche la croissance de grains et, au cours de la mise en forme, permet les phénomènes de recristallisation dynamique et métadynamique qui amènent à une diminution de la taille de grains par un facteur deux.

Toutefois, la faible déformation en zone morte (sous les tas de compression) amène à une taille de grains trop importante par rapport aux zones les plus déformées.

A.6.2.2 Conditions multipasses

La dernière condition étudiée dans cette validation de la mise en forme industrielle est la mise en forme sub- δ -solvus multipasses, qui, de plus, est la condition industrielle optimale pour avoir le maximum de phase δ (précipitation au cours de la chauffe et pendant la (ou les) remise(s) au four interpasse(s)).

Le Chapitre 3 a mis en évidence que le mécanisme de PSN permet le déclenchement de la recristallisation dynamique pour des taux de déformation plus faibles. Ce constat permet de supposer que s'il y a suffisamment de phase δ dans l'échantillon, alors la recristallisation peut être initiée, y compris dans des zones à faibles déformations comme au niveau des tas de compressions (zone morte). Cela pourrait également permettre à la zone morte d'être suffisamment déformée pour initier le mécanisme de recristallisation dynamique et donc de diminuer la taille de grains.

Le lopin étudié dans cette partie a les mêmes dimensions que dans l'étude précédente. Il subit le cycle thermomécanique de la Figure A.6.8.

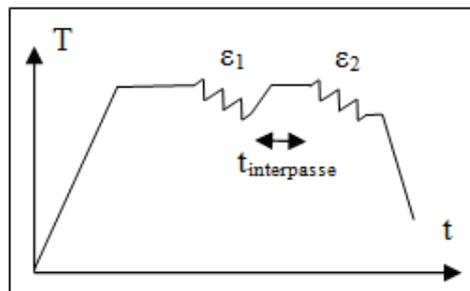


Figure A.6.8 : Cycle thermomécanique anisotherme subi par le lopin dans l'étude sub- δ -solvus multipasses

Le taux de déformation correspondant à la première passe (ϵ_1) est de $0,31$ et celui de la seconde passe (ϵ_2) de $0,20$, correspondant à une réduction totale de la hauteur initiale de 40% . La première passe est réalisée à une vitesse de déformation de $1,2 \text{ s}^{-1}$ et la seconde, à une vitesse de déformation de $1,9 \text{ s}^{-1}$ avec remise au four intermédiaire pendant 60 min pour que le lopin soit à $980 \text{ }^\circ\text{C}$ en début de seconde passe.

L'étude de la chauffe d'un lopin à $980 \text{ }^\circ\text{C}$ ayant déjà été réalisée dans la partie précédente, seule l'analyse des microstructures déformées est réalisée dans la présente étude. Seules les microstructures finales sont disponibles et présentées sur la Figure A.6.9.

A cœur, la morphologie de la phase δ évolue d'une forme aciculaire à une forme globulaire au cours de la mise en forme comme cela a été mis en évidence dans le Chapitre 3. Cette évolution est rendue possible car c'est la zone la plus déformée du matériau. En comparaison, en peau, on observe encore des aiguilles, preuve que la déformation n'a pas été maximale dans cette zone. Toutefois, bien que le taux de déformation soit plus faible en périphérie, celui-ci est suffisamment élevé pour déclencher la recristallisation dynamique (observation d'une réduction de la taille de grains en peau après déformation).

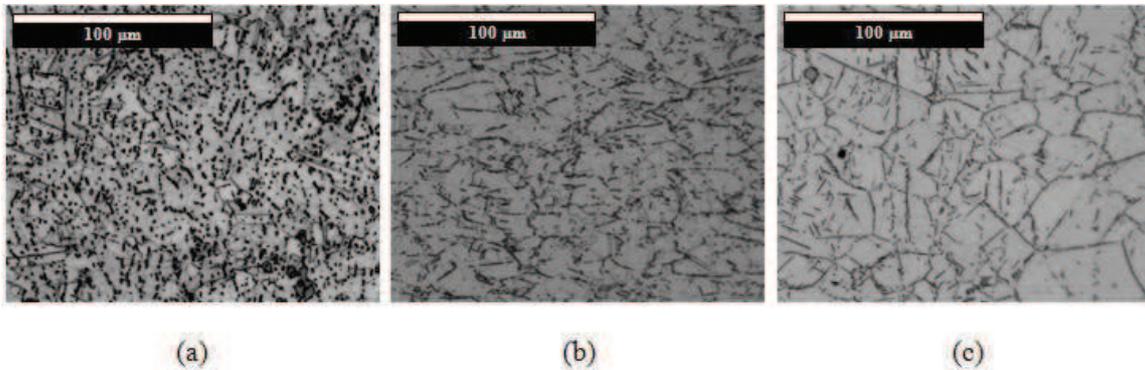


Figure A.6.9 : Micrographies optiques du lopin déformé en multipasses à 980 °C et $\epsilon_{TOT} = 0,51$ puis refroidi à l'eau, (a) à cœur, (b) en peau et (c) au tas de compression

L'état de recristallisation décrit précédemment peut être évalué en observant la Figure A.6.10 obtenue par EBSD. Sur la Figure A.6.10(a), les grains sont délimités par une ligne noire symbolisant une désorientation supérieure ou égale à 15°. On remarque surtout une série de nouveaux grains ayant germé sur la partie supérieure gauche des cartographies.

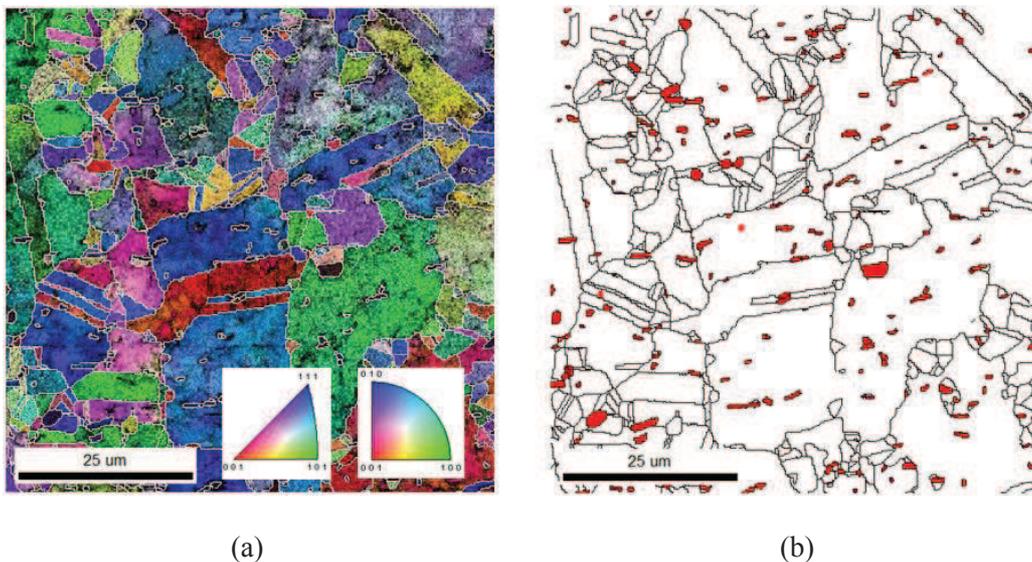


Figure A.6.10 : Informations obtenues par EBSD sur l'échantillon correspondant à la peau en considérant que la microstructure est biphasée γ - δ , (a) cartographie d'orientations avec l'indice de confiance superposé en échelle de gris et (b) la répartition des phases (γ en blanc et δ en rouge)

Un développement a été réalisé afin d'indexer correctement la phase δ par la technique EBSD (détermination du protocole pour la révéler sans trop de relief, choix du nombre et de la nature des plans diffractant, détermination du protocole de nettoyage de la cartographie obtenue...). Cette approche originale, mise au point en fin de thèse, n'a pas pu être appliquée à d'autres échantillons.

Toutefois, dans l'optique de réaliser une indexation automatique de la phase δ par EBSD, le premier obstacle correspond aux diverses morphologies de la phase δ . Sous la forme aciculaire, elle est difficilement indexable car de dimension trop faible par rapport au pas d'acquisition, ce qui sous-estime l'éventuelle fraction surfacique déterminée. Malgré cela, une application de l'indexation de la phase δ au cours d'une acquisition EBSD a été présentée sur la Figure A.6.10 et montre un excellent accord avec les résultats obtenus par la méthode d'analyses d'images (Tableau A.6.3).

Tableau A.6.3 : Fractions surfaciques de phase δ déterminées pour la validation industrielle de la mise en forme multipasses sub- δ -solvus

	Fraction surfacique de phase δ (%)	Ecart-type (%)
Cœur	2,7	0,2
Peau	3,7 / 3,6 ²³	0,4 / 0,4
Tas de compression	2,6	0,2

La dispersion de fraction de phase δ entre cœur et peau, notée dans le Tableau A.6.3, est principalement un héritage de la dispersion initiale présente dans le matériau brut de réception (f_s^{ini} à cœur = 0,3 % et f_s^{ini} en peau = 1,8 %). Une observation complémentaire des cinétiques d'évolution de la fraction de phase δ (Figure 3.4.18) permet de confirmer qu'au cours du cycle de chauffe, même si le lopin reste jusqu'à 30 min dans la gamme des températures de précipitation de la phase δ ($T > 850$ °C), la dispersion de phase δ initiale diminue légèrement, mais reste globalement conservée.

Au cours de la mise en forme, à condition d'être comprise entre 2,5 % et 4 % (Figure 3.4.19), la fraction de phase δ diminue de manière proportionnelle. Ce constat permet donc de conclure que la disparité de fraction de phase δ est due principalement à l'état brut de réception.

Cette disparité de fraction de phase δ est cruciale car elle expliquerait également la distribution bimodale de grains observée en peau : si la fraction de phase δ est trop importante, elle inhibe le déplacement des joints de grains et donc la recristallisation statique responsable de l'homogénéisation de la taille de grains.

Les tailles de grains obtenues au cours de l'étude du lopin déformé en conditions sub- δ -solvus multipasses ainsi qu'un bilan de l'ensemble des tailles de grains obtenues au cours de cette étude sont présentées sur la Figure A.6.11.

La Figure A.6.11 permet d'observer que seule la mise en forme sub- δ -solvus multipasses satisfait pleinement les critères industriels attendus pour la taille de grains (application en fatigue). Ce critère est d'ailleurs identique à celui présenté dans l'étude bibliographique (Figure 1.3.5).

Toutefois, les microstructures issues de la peau correspondant à la mise en forme sub- δ -solvus multipasses présentent des populations bimodales de grains (Figure A.6.10). Une hétérogénéité plus faible de phase δ dans le matériau à l'état brut de réception permettrait probablement d'obtenir une microstructure plus homogène en peau.

Une seconde piste à emprunter pouvant permettre d'obtenir une taille de grain fine consiste en la réalisation de traitements thermiques avant et / ou après déformation. Ceux-ci sont réalisés dans l'étude de Cone [CON01] sur des lopins de dimensions industrielles. Ce dernier réalise le cycle thermomécanique suivant : une déformation à 980 °C suivi d'un traitement de précipitation à 900 °C pendant 8 h, puis une déformation à 980 °C et enfin un traitement à 980°C pendant une heure. Le dernier traitement thermique réalisé par Cone permet de dissoudre une fraction conséquente de phase δ , ce qui permet aux microstructures de présenter une taille de grains finale homogène de 12 ASTM.

²³ la deuxième fraction surfacique donnée de cette cellule a été déterminée à l'aide de l'EBSD (Figure A.6.10(b))

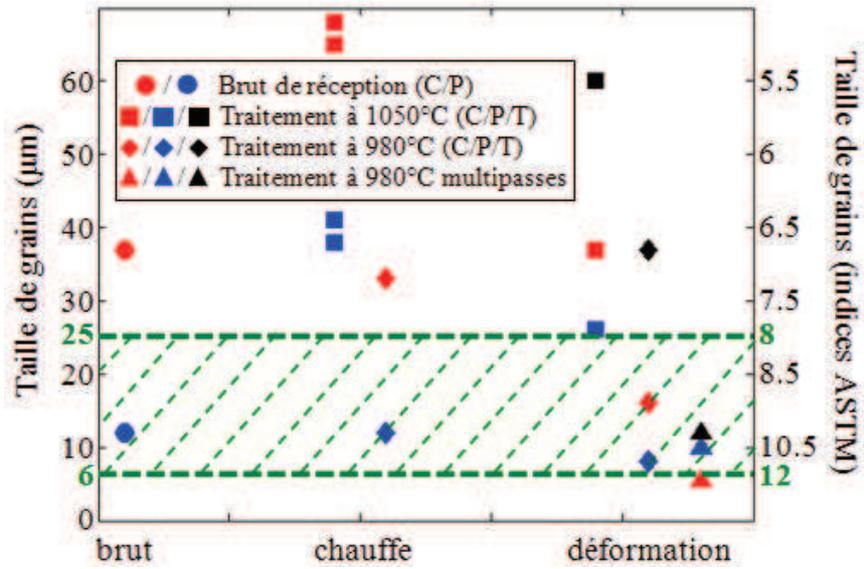


Figure A.6.11 : Bilan des tailles de grains obtenues au cours de la validation industrielle. Le domaine hachuré en vert représente le critère de tailles de grains pour des pièces sollicitées en fatigue

CONTRIBUTION À L'ÉTUDE DE LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE DE L'INCONEL 718 À L'ÉCHELLE MÉSCOSCOPIQUE, LORS DU FORGEAGE À CHAUD. APPROCHES EXPÉRIMENTALE ET NUMÉRIQUE.

L'Inconel 718 est un superalliage base nickel, élaboré dans les années 60, utilisé dans la fabrication de pièces pour les parties chaudes des moteurs d'avion. Il acquiert ses propriétés mécaniques et sa microstructure finale au cours du procédé de mise en forme appelé forgeage à chaud. La maîtrise de ce procédé nécessite de comprendre l'interaction entre les phénomènes d'écrouissage et de recristallisation dynamique tout en intégrant l'influence de diverses conditions thermomécaniques.

Cette étude s'est focalisée, expérimentalement, sur les phénomènes liés au forgeage à chaud en mise en forme unipasses et multipasses super- δ -solvus (1050 °C). Afin de les caractériser, des essais de compression ont été réalisés à l'échelle de pions. Des trempes à l'hélium, après déformation, ont permis de figer les microstructures dans le but de comprendre leur évolution en fonction des paramètres thermomécaniques (ϵ , $\dot{\epsilon}$ et T). Des observations ont ensuite été réalisées expérimentalement : microscopie optique et à balayage, EBSD et diffraction des neutrons.

Une attention particulière a été portée sur l'évolution de la phase δ , influençant indirectement les propriétés mécaniques de l'alliage, au cours de traitements thermiques puis thermomécaniques. La quantification ainsi que la détermination des cinétiques d'évolution statiques et dynamiques de cette phase a permis de mieux comprendre son influence au cours du forgeage sub- δ -solvus (980 °C).

Un chaînage séquentiel a été développé entre deux modèles, l'un de plasticité cristalline implémenté dans un code éléments finis (CPFEM) et l'autre de recristallisation, implémenté dans un code automates cellulaires. Ce chaînage séquentiel permet de décrire les évolutions de champs mécaniques et de microstructures au cours du forgeage à chaud et a été validé par une comparaison avec les résultats expérimentaux.

MOTS CLÉS : forgeage à chaud, Inconel 718, recristallisation dynamique, mise en forme multipasses, phase δ , plasticité cristalline (CPFEM), automates cellulaires, chaînage séquentiel, agrégats polycristallins 3D.

MESOSCOPIC EXPERIMENTAL AND NUMERICAL STUDY OF DYNAMIC RECRYSTALLIZATION OF INCONEL 718 DURING HOT FORGING

Developed in the 60's, the nickel-base superalloy, Inconel 718, is widely used for hot parts of aircraft engines. The hot forging process confers to the alloy its final microstructure and its mechanical properties. The control of the process requires a deep knowledge of the interactions between the hardening phenomena and the dynamic recrystallization for the various thermomechanical conditions which are used.

The present study mainly focuses on the experimental characterization of the phenomena linked to hot forging in the super- δ -solvus domain (1050 °C), as well for a single pass process as for a multipass one. Hot compression tests are used to simulate forging. After deformation, samples are helium quenched in order to freeze the microstructure that allows understanding its evolution as a function of the thermomechanical parameters (ϵ , $\dot{\epsilon}$ and T). Microstructure analyses have then been performed using optical and scanning microscopy, EBSD, and neutron diffraction.

A specific attention is paid on the study of the δ -phase evolution as it has a direct influence on the mechanical properties of the alloy. Its evolution is followed along thermal and thermomechanical treatments. The measure of the static and dynamic precipitation kinetics has led to a better understanding of the δ -phase role during hot forging at temperatures below δ solvus (980 °C).

A sequential coupling is developed, based on two models; the first one is a crystal plasticity model implemented in a finite element code (CPFEM), the second one being a modeling of recrystallization using a cellular automata approach. The coupling allows the evolutions of the mechanical fields and the microstructure to be simulated during hot forging. The numerical results fit correctly most of the experimental data, mechanical and structural.

KEYWORDS: hot forging, Inconel 718, dynamic recrystallization, multipass forming, δ phase, crystal plasticity (CPFEM), cellular automata, sequential coupling, 3D polycrystalline aggregate.