



HAL
open science

Influence de la mise en forme sur les cinétiques de précipitation durcissante dans les superalliages base nickel Inconel® 625 et AD730™

Anthony Seret

► **To cite this version:**

Anthony Seret. Influence de la mise en forme sur les cinétiques de précipitation durcissante dans les superalliages base nickel Inconel® 625 et AD730™. Matériaux. Mines ParisTech - PSL University, 2019. Français. NNT: . tel-02501550v1

HAL Id: tel-02501550

<https://theses.hal.science/tel-02501550v1>

Submitted on 7 Mar 2020 (v1), last revised 6 Apr 2020 (v2)

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

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

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech

**Influence de la mise en forme
sur les cinétiques de précipitation durcissante
dans les superalliages base nickel Inconel® 625 et AD730™**

Soutenue par

Anthony Seret

Le 14 octobre 2019

École doctorale n°364

**Sciences fondamentales et
appliquées**

Spécialité

**Mécanique numérique et
Matériaux**

Composition du jury :

Florence PETTINARI-STURMEL Professeur, CEMES	<i>Président</i>
Andras BORBELY Professeur, Mines Saint-Étienne – SMS	<i>Rapporteur</i>
Michel PEREZ Professeur, INSA Lyon – MATEIS	<i>Rapporteur</i>
Charbel MOUSSA Docteur, MINES ParisTech – CEMEF	<i>Examineur</i>
Anne-Laure ROUFFIÉ Docteur, SafranTech	<i>Examineur</i>
Nathalie BOZZOLO Professeur, MINES ParisTech – CEMEF	<i>Directeur de thèse</i>
Marc BERNACKI Professeur, MINES ParisTech – CEMEF	<i>Codirecteur de thèse</i>

Table des matières

1	Matériaux étudiés	17
1.1	Inconel® 625	17
1.2	AD730™	25
2	Méthodes	39
2.1	Moyens d'essais thermomécaniques	41
2.2	Moyens et protocole de préparation métallographique	43
2.3	Analyse par microscopie électronique à balayage	45
2.4	Post-traitement	48
3	Quantification de la densité de GND	59
3.1	État de l'art du principe de l'estimation de densité de GND à partir de cartographies EBSD	59
3.2	État de l'art du de l'origine du bruit d'orientation et influence sur la densité de GND calculée	61
3.3	Méthode	62
3.4	Exemples tests et discussion de l'efficacité du filtre LLASS	72
3.5	Conclusion	79
4	Influence des dislocations sur la précipitation γ'' dans l'alliage Inconel® 625	81
4.1	État de l'art de l'influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ'' dans les alliages Inconel® 625 et Inconel® 718	82
4.2	Caractérisation d'un état matériau homogénéisé puis fluotourné à froid et détendu présentant des cinétiques de précipitation γ'' différentes de celles d'un état matériau homogénéisé	85
4.3	Plan d'expériences	91
4.4	Résultats	93
5	Interactions recristallisation–précipitation γ' dans l'alliage AD730™	103
5.1	Effet des dislocations sur la croissance de précipités γ' préexistants	103
5.2	Effet des dislocations sur la germination et interactions front de recristallisation–précipités γ'	108
6	Modélisation des cinétiques de précipitation	135
6.1	État de l'art	135
6.2	Sélection d'un modèle de précipitation	138
6.3	Modélisation des phénomènes physiques	138
6.4	Implémentation	145
6.5	Comparaison avec les résultats expérimentaux	154
	Bibliographie	179

A	Théorie continue des dislocations	197
B	Résolution matricielle du filtre LLASS	199
C	Calcul du nombre d'agglomérations et validation	203
	C.1 Calcul du nombre d'agglomérations	203
	C.2 Validation du calcul en champ moyen par une simulation en champ complet	207

Don't fear failure. — Not failure, but low aim, is the crime.
In great attempts it is glorious even to fail.

Bruce Lee

Remerciements

Cette thèse représente trois années d'efforts à titre personnel, mais également en collaboration avec de nombreux acteurs. Ce manuscrit, et cette section en particulier, constituent l'opportunité de les remercier individuellement pour leur contribution.

Je débute par remercier mes encadrants, les professeurs Nathalie Bozzolo et Marc Bernacki, ainsi que le docteur Charbel Moussa. Malgré un emploi du temps extrêmement chargé, ils se sont montrés présents pour m'orienter dans les grandes lignes grâce à leur recul et expérience. Un point qui me tient particulièrement à cœur est la confiance que Nathalie et Marc ont placée en moi lors de ma candidature. J'espère l'avoir honorée du mieux possible à travers ce travail.

J'adresse également mes remerciements à nos partenaires industriels du groupe Safran et académiques de l'institut P' avec qui j'ai échangé régulièrement au cours de ces trois années. Les conseils qu'ils m'ont prodigués grâce à leurs connaissances et leur expérience m'ont permis d'éviter bien des écueils et ainsi d'avancer plus efficacement. Je remercie donc Jean-Michel Franchet, Mickaël Pielard, Anne-Laure Rouffié chez Safran et Jonathan Cormier et Patrick Villechaise de l'institut P' pour leur professionnalisme et tout particulièrement leurs recommandations.

Je remercie les membres du jury les professeurs Andras Borbely, Michel Perez et Florence Pettinari-Sturmel, ainsi qu'Anne-Laure Rouffié à nouveau, de s'être intéressés à mes travaux et de s'être déplacés le 14 octobre 2019 pour assister à ma soutenance et discuter de ma thèse de manière enrichissante sous plusieurs angles de vues. J'exprime notamment ma reconnaissance au professeur Michel Perez de m'avoir fait confiance en me formulant une proposition de collaboration au laboratoire MATEIS à Lyon.

L'aboutissement de ce travail aurait été impossible sans les ingénieurs Gilbert Fiorucci et Suzanne Jacomet du centre de mise en forme des matériaux, qui m'ont considérablement aidé pour la réalisation d'essais thermomécaniques et l'analyse d'échantillons par microscopie électronique à balayage. Je remercie également Cyrille Collin qui m'a formé et conseillé pour la préparation d'échantillons.

Je suis reconnaissant envers le personnel technique, administratif et informatique du centre de mise en forme des matériaux qui assurent le fonctionnement au quotidien et se sont toujours montrés disponibles et réactifs au cours de ces trois années. Je pense en particulier à Muriel Bermont, Denis Vigano, Jean Zerafa, Marie-Françoise Guénégan, Patrick Coels, Emmanuel Levrat, Jérôme Dupré et Valéry Lang.

J'en viens désormais à remercier les collègues que j'ai eu le plaisir de côtoyer au quotidien : Suzanne Vernier, Marie-Agathe Charpagne, Ludovic Maire, Alexis Nicolaj, Julien Fausty, Malik Durand, Jules Baton, Juhi Sharma, Saoussen Ouhiba, Sebastian Florès, Karen Alvarado, Corentin Perderiset, Gautier Masbou, Pierrick Rambaud. Je rajouterai à cette liste les collègues de l'institut P' que j'ai eu l'occasion de voir régulièrement dans le cadre de la chaire OPAL : François Bourdin, Nicolas Mrozowski, Marco Panella, Adèle Goavère, Louis Thébaud et Arantxa Vilalta Clemente.

Je fais également part de mes remerciements au professeur Javier Signorelli de m'avoir accueilli à l'institut de physique de Rosario en Argentine, dans le contexte d'une mission de collaboration financée par l'organisme Ecosud et le ministère argentin des sciences et technologies (Ministerio de

Ciencia y Tecnología MINCyT). Je souhaite remercier chaleureusement Martín Eduardo Leonard pour son accueil et aide au quotidien sur place, ainsi que les membres de l'institut pour leur sympathie, dont Emmanuel Nicoletti et Francesco Farías.

Enfin, je remercie du fond du coeur les personnes qui m'ont fait part de leur soutien indéfectible dans le cadre privé, en particulier : Catherine Estève, Jean-Claude Seret et Nathalie Potier.

Table des abréviations

abréviation	nom
c.f.c.	cubique à face centrées
GND	dislocations géométriquement nécessaires
ρ_{GND}	densité de GND
$GA\rho_{\text{GND}}$	densité de GND moyenne dans le grain
MEB	microscopie électronique à balayage
MET	microscopie électronique à transmission
SE	électrons secondaires
BSE	électrons rétrodiffusés
SE-in-lens	détecteur SE situé dans la lentille
SE	détecteur SE (type Everhart-Thornley [1])
BSE	détecteur BSE
EBSD	diffraction d'électrons rétrodiffusés
TTT	temps-température-transformation
RLL	régression linéaire locale
SS	<i>smoothing splines</i>
LLASS	<i>local linear adaption of smoothing splines</i>
DL	direction de laminage
DT	direction transverse
DN	direction normale
DTrac	direction de traction
DC	direction de compression
DR	direction radiale
MOOPI	<i>MOdular software dedicated to Optimisation and Parameters Identification</i>

Introduction générale

Histoire des superalliages

Prémices des superalliages : une révolution métallurgique coïncidant avec une recherche de performances

Historiquement, le premier superalliage remonte à 1926. Merica découvrit que l'ajout d'aluminium dans des alliages à base de nickel augmentait leur dureté et préservait *a minima* leur résistance à la corrosion. Il déposa un brevet [2] (figure 1a) publié en 1926. S'inscrivant dans cette découverte, la Société de Commentry, Fourchambault et Decazeville, où Chevenard [3] officiait au sein du département recherche, breveta [4] (figure 1b) un traitement thermique renforçant par précipitation les alliages de nickel après ajout d'aluminium au préalable.

Patented Feb. 9, 1926. 1,572,744

UNITED STATES PATENT OFFICE.

PAUL D. MERICA, OF NEW YORK, N. Y., ASSIGNOR TO THE INTERNATIONAL NICKEL COMPANY, OF NEW YORK, N. Y., A CORPORATION OF NEW JERSEY.

NICKEL ALLOY AND METHOD OF MAKING THE SAME.

No Drawing. Application filed June 26, 1923. Serial No. 647,811.

To all whom it may concern:

Be it known that I, PAUL D. MERICA, a citizen of the United States, residing in New York, in the county of New York and State of New York, have invented a new and useful Improvement in Nickel Alloys and Methods of Making the Same, of which the following is a full, clear, and exact description:

After heating and rolling, aluminum Monel alloys containing as much as 5% aluminum can be machined with ordinary tools.

The addition of aluminum increases both the hardness and tensile strength of the metal. The best mechanical properties are obtained with aluminum between 3% and 5%, although amounts above 1% are effective.

(a)

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE.

MINISTÈRE DU COMMERCE ET DE L'INDUSTRIE.

DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 8. — Cl. 2. N° 698.724

Procédé de traitement thermique des alliages à haute teneur en nickel et en chrome (additions d'aluminium, de cuivre et de silicium).

SOCIÉTÉ ANONYME DE COMMENTRY, FOURCHAMBAULT ET DECAZEVILLE résidant en France (Seine).

Demandé le 11 octobre 1929, à 16^h 30^m, à Paris.
Délivré le 29 novembre 1930. — Publié le 3 février 1931.

[Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'art. 11 § 7 de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.]

(b)

Fig. 1 : Brevets (a) du premier superalliage conçu à partir de l'alliage nickel-chrome «80/20» en y ajoutant de l'aluminium, publié au nom de Merica en 1926 [2] et (b) du procédé de traitement thermique durcissant par précipitation les alliages à haute teneur en nickel et chrome résistants à la corrosion, après ajout d'aluminium, publié au nom de la Société de Commentry, Fourchambault et Decazeville en 1931.

Pour comprendre la dynamique que vont enclencher les travaux de Merica et Chevenard, il est indispensable de resituer le contexte technologique de l'époque.

Les moteurs à turbine étaient de plus en plus recherchés par l'industrie en général et le secteur aéronautique en particulier qui réclamaient en outre des performances toujours supérieures [5].

Le cas le plus illustratif de cette recherche de performance est le moteur à réaction pour la propulsion aéronautique. Les progrès de l'aérodynamique théorique avaient permis de comprendre que la propulsion par hélices ne permettrait pas d'accroître considérablement les performances. Un changement de

paradigme a alors été adopté dans la propulsion des aéronefs, avec le concept de moteur à réaction, qui constitua une révolution. Le principe du moteur à réaction a été breveté par Whittle en 1931 [6] (figure 2a). Le premier moteur à réaction, le WU (Whittle Unit) (figure 2b) a été testé le 12 avril 1937 [7]. Enfin, le premier aéronef volant en utilisant uniquement un moteur à réaction fut le Heinkel HE 178, ayant volé le 27 août 1939 et équipé d'un moteur Von Ohain HeS3B [5].

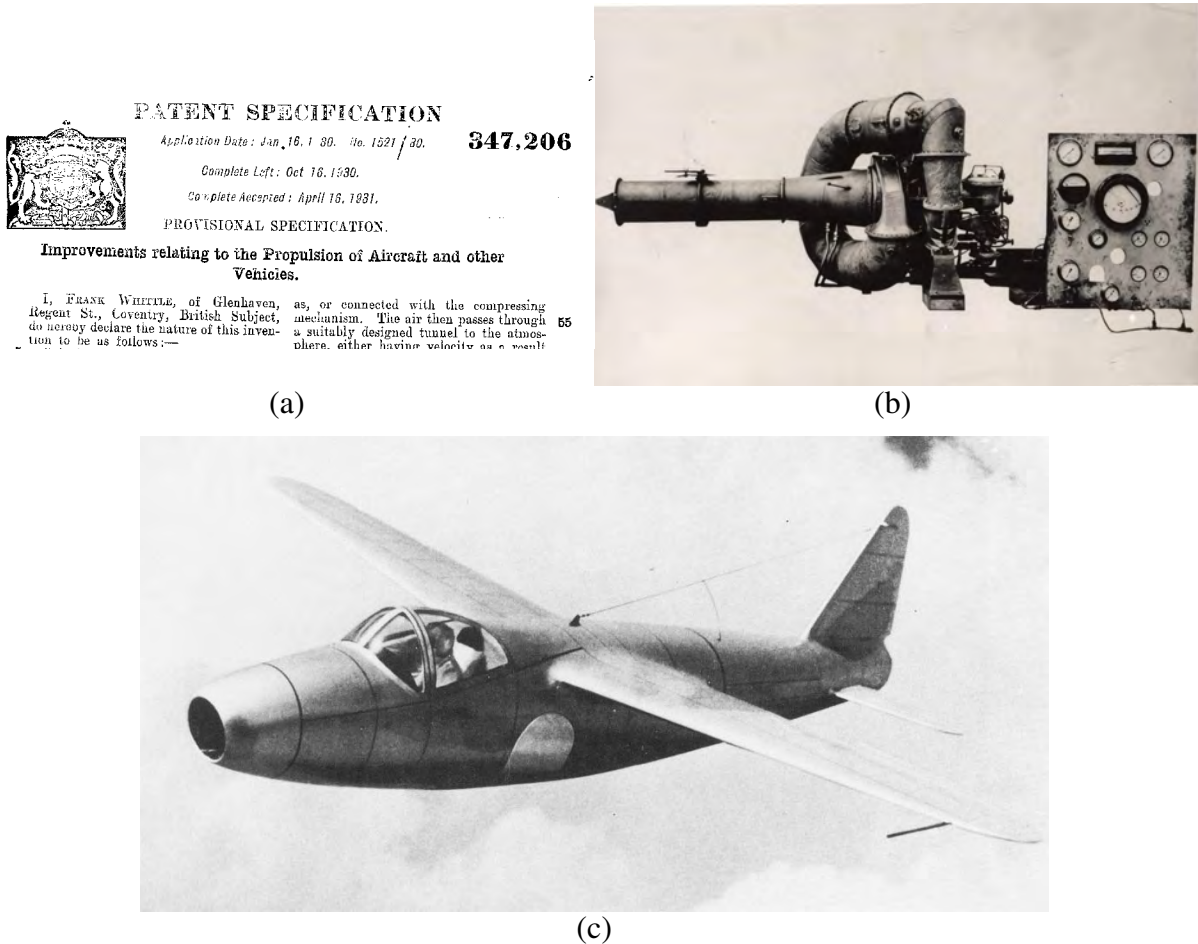


FIG. 2 : (a) Brevet du moteur à réaction publié par Whittle en 1931 [6]. (b) Premier moteur à réaction, le Power Jets W.U. (Whittle Unit), développé par Whittle et testé en le 12 avril 1937 [7]. Image issue de [8]. (c) Premier aéronef motorisé uniquement par un moteur à réaction, le Heinkel HE 178, ayant volé le 27 août 1939 et équipé d'un moteur Von Ohain HeS3B [5]. Image issue de [9].

Les superalliages étaient alors les candidats idéaux pour répondre à des exigences de performances toujours plus élevées, pour l'industrie en général et tout particulièrement pour l'aéronautique où le potentiel du moteur à réaction apparaissait comme illimité. La figure 3 souligne notamment la coïncidence chronologique entre les débuts des superalliages (encadrés en rouge) et du moteur à réaction (encadrés en bleu).

Développement des superalliages

Ainsi, la recherche de performances imposée par l'industrie et notamment l'avènement des moteurs à réaction a stimulé le développement de superalliages toujours plus performants, et ce jusqu'à aujourd'hui.

Un premier axe de développement a naturellement consisté à explorer différentes compositions chimiques en jouant sur les nombreux éléments d'alliage (figure 4).

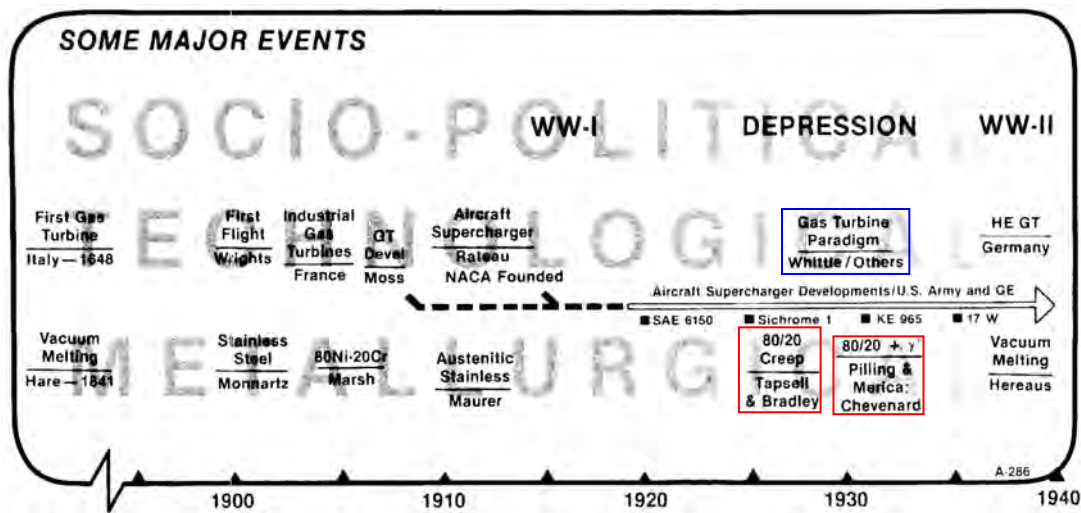


FIG. 3 : Données historiques selon les points de vue socio-politiques (ligne du haut), technologiques (ligne du milieu) et métallurgique (ligne du bas). On note la coïncidence historique entre les révolutions technologiques que constituent les débuts des superalliages (encadrés en rouge) et du moteur à réaction (encadrés en bleu). Figure adaptée de [5].

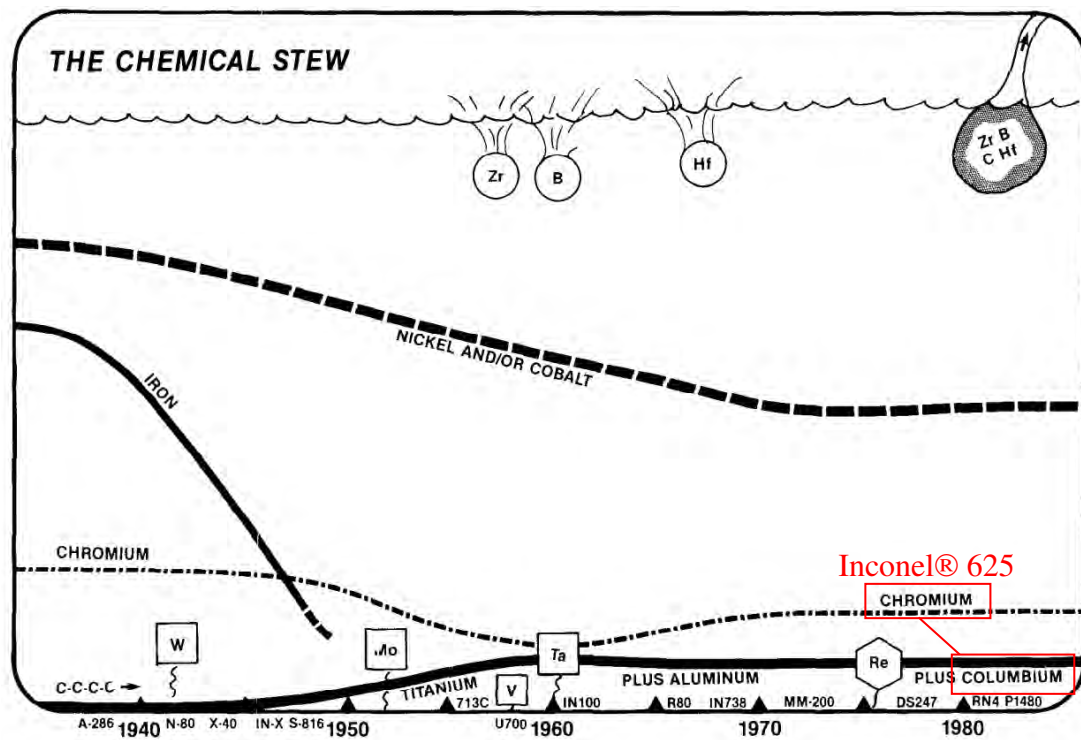


FIG. 4 : Tendances dans l'évolution de la composition chimique au cours des développements des superalliages base nickel. L'alliage Inconel® 625 étudié dans cette thèse (section 1.1) est situé dans ces tendances. Figure adaptée de [5]. L'autre alliage étudié dans cette thèse, AD730™ (section 1.2), n'apparaît pas sur cette figure.

Un second axe de progression a concerné les procédés d'élaboration et de mise en forme. Ceux-ci se sont considérablement diversifiés (figure 5) en fonction notamment de la composition chimique, de la forme des pièces et des propriétés recherchés.

Concernant les procédés d'élaboration, la fusion par induction sous vide (entourée en rouge dans la figure 5) a permis des ajouts en plus grande quantité et mieux maîtrisés d'éléments volatiles essentiels comme l'aluminium, permettant notamment d'enrichir la plage de composition chimique explorée (fi-

gure 4).

Concernant les procédés de mise en forme, deux directions majeures de développement peuvent être citées. La première direction est le développement de superalliages monocristallins. La solidification isotrope a été remplacée par la solidification dirigée (orientant les joints de grains parallèlement aux contraintes centripètes) puis par la solidification monocristalline (supprimant donc tout joint de grain), améliorant ainsi les propriétés notamment en fluage des aubes de turbine [10]. La seconde direction concerne le développement des superalliages polycristallins. Dans ces superalliages, les phases précipitées peuvent remplir deux fonctions essentielles : d'une part durcir le matériau, d'autre part contrôler la taille de grains. De manière générale, dans les superalliages polycristallins, contrôler la microstructure globale permet d'améliorer les propriétés.

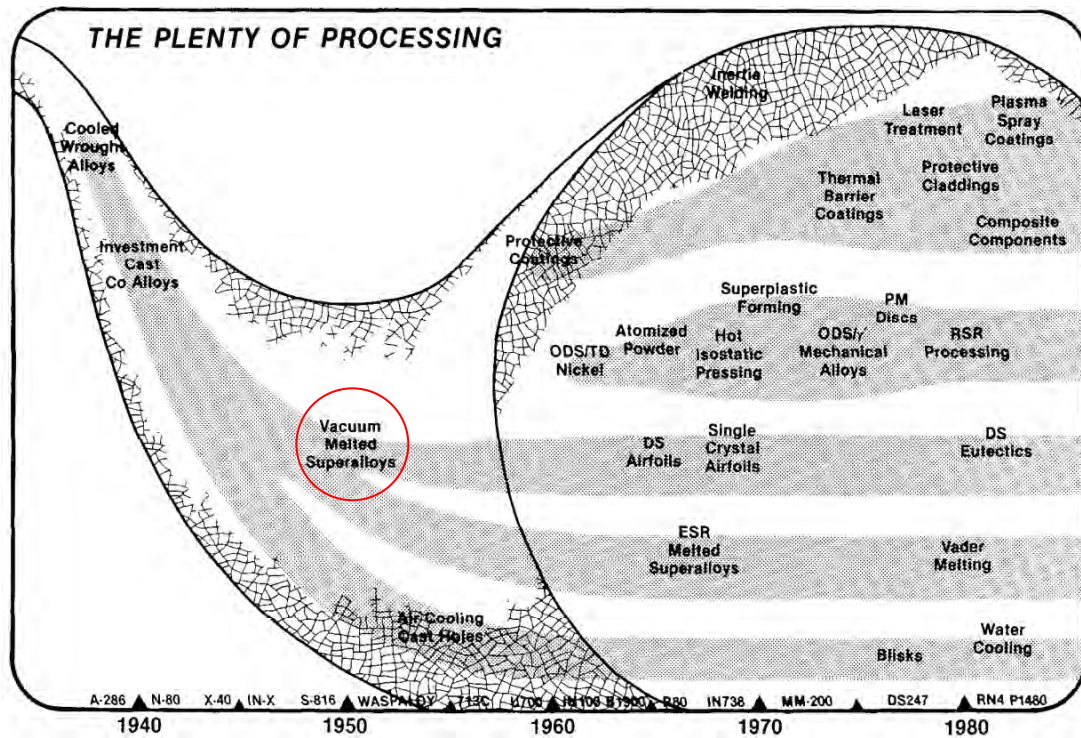


FIG. 5 : Procédés de mise en forme développés au cours des études et développements des superalliages base nickel. Figure issue de [5].

Enfin, un troisième axe d'amélioration a résidé dans l'identification des nombreuses phases présentes et de leurs conséquences sur les propriétés (figure 6). Deux phases majeures durcissantes, et plus globalement bénéfiques pour les propriétés, sont la phase $\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Ta})$ quadratique γ'' [11, 12, 13, 14] et la phase $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ cubique γ' [15, 13, 14]. Les phases γ'' et γ' sont présentes dans les alliages Inconel® 625 et AD730™ étudiés dans la thèse, respectivement. Les mailles unitaires des cristaux de la matrice γ et des phases précipitées γ' et γ'' sont présentées dans la figure 7.

Sujet étudié dans la thèse

La thèse s'inscrit dans le contexte de la chaire OPALÉ [16] consacrée à l'optimisation des propriétés des superalliages base nickel polycristallins en contrôlant la microstructure résultant de la mise en forme.

L'objectif global de cette thèse est de mieux comprendre comment les opérations de mise en forme peuvent influencer la précipitation des phases durcissantes γ'' ou γ' .

Les superalliages Inconel® 625 et AD730™, présentés de manière détaillée dans les sections 1.1 et 1.2

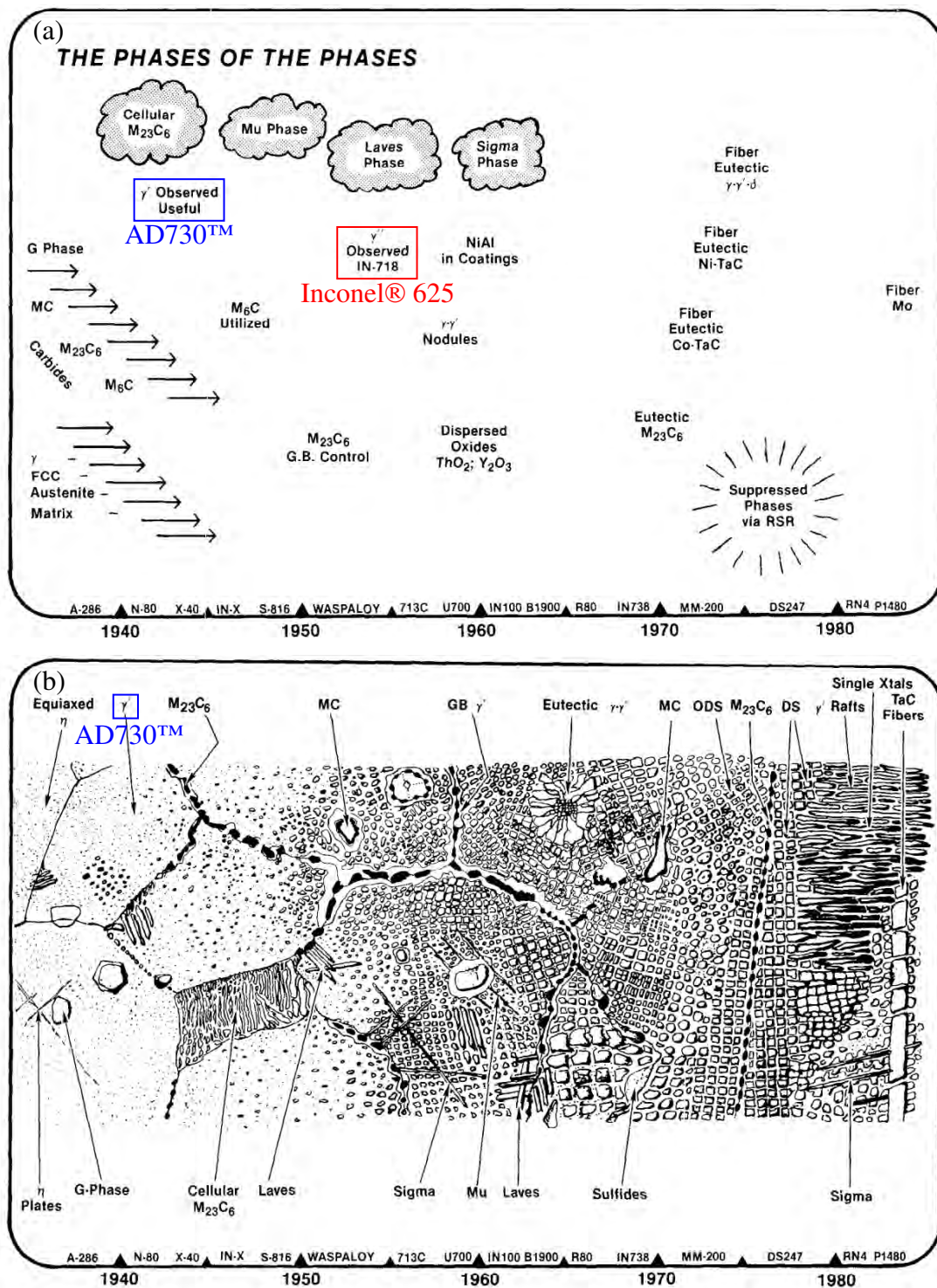


FIG. 6 : (a) Phases et (b) phases dans la microstructure observées au cours des études et développements des superalliages base nickel. Phases bénéfiques et néfastes pour les propriétés mécaniques respectivement en haut et en bas. Les phases durcissantes associées aux superalliages étudiés dans la thèse (Inconel® 625, section 1.1 et AD730™, section 1.2) sont encadrées. Figure adaptée de [5].

(chapitre 1) ont été retenus pour cette thèse. Ces deux alliages diffèrent par leurs applications industrielles et leur phase précipitée durcissante.

L'alliage Inconel® 625 a été breveté par Herbert Louis Eiselstein et John Gadbut en 1964 [17]. Il est renforcé par la précipitation de la phase γ'' . L'alliage Inconel® 625 fut initialement conçu dans les années 1950 pour la centrale électrique à charbon d'Eddystone en Pennsylvanie. Il est aujourd'hui utilisé de manière versatile dans les secteurs aéronautiques, nucléaire et pétrochimique. Sa polyvalence

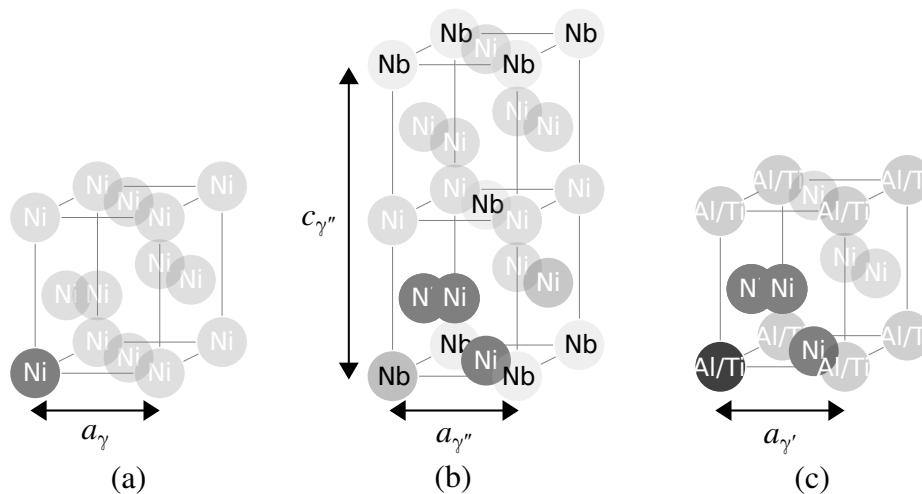


FIG. 7 : Maille unitaire des cristaux (a) cubique à face centrées (c.f.c.) à base nickel de la matrice γ , (b) de la phase précipitée Ni_3Nb quadratique γ'' , et (c) de la phase précipitée $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ quadratique γ' .

s'explique par la combinaison de propriétés mécaniques élevées, d'une exceptionnelle résistance à la corrosion, auxquelles d'ajoutent une formabilité et une soudabilité très intéressantes.

L'alliage AD730TM est une marque déposée de la société Aubert & Duval (marque française [18], marque internationale [19]). Il est renforcé par précipitation de la phase γ' . L'alliage AD730TM est conçu principalement pour disques de turbines de motorisations aéronautiques. Sur ce marché, il se positionne notamment comme un concurrent de l'Udimet720 [20, 21] avec des performances équivalentes et un coût (matière première et mise en forme) inférieur [22].

L'alliage Inconel® 625 est utilisé par l'entreprise Safran Nacelles pour pièces de nacelles de motorisations aéronautiques. Sa mise en forme implique une ou plusieurs étapes de mise en forme à température ambiante, qui exploitent la ductilité de l'alliage Inconel® 625 (déformation plastique à rupture pouvant atteindre 60 % [23]). Une fois la pièce mise en forme, il est possible de la renforcer par un traitement thermique provoquant la précipitation de la phase γ'' . L'influence des étapes de mise en forme sur les cinétiques de précipitation γ'' lors du traitement thermique apparaît alors comme un point clé, qui sera étudié dans la thèse. Les dislocations accommodant la déformation plastique dans la microstructure se répartissent de manière hétérogène. Or, le niveau de densité de dislocations peut altérer la précipitation γ'' . Une hétérogénéité de densité de dislocations pourrait donc induire une hétérogénéité de l'état de précipitation et donc des propriétés mécaniques dans la pièce industrielle, ce qui complexifie le dimensionnement. Le sujet de l'influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ'' constituera donc la problématique étudiée pour l'alliage Inconel® 625.

La figure 8 présente un effet de la déformation plastique sur la cinétique de précipitation δ , forme stable de la phase γ'' , métastable. Après un traitement thermique pourtant plus court (337 h contre 500 h), l'état matériau déformé plastiquement sous l'effet de la contrainte présente un état de précipitation δ plus avancé que celui non soumis à une contrainte. Les dislocations accommodant la déformation plastique ont donc accéléré les cinétiques de précipitation. Ce phénomène peut s'expliquer par deux mécanismes cumulables : (1) la diffusion accélérée de niobium le long des dislocations [25, 26, 27] (qui accélère la germination et la croissance¹ de précipités) et (2) la relaxation élastique à la germination près (*i.e.* dans le champ de contrainte) des dislocations [28, 29, 30] (qui accélère la germination de précipités).

L'AD730TM est mis en forme à chaud, ce qui implique que des phénomènes de recristallisation dynamique (pendant la déformation) et post-dynamique (au cours du refroidissement) peuvent intervenir. Des grains recristallisés et des grains non recristallisés sont alors présents dans la microstructure. La

1. plus généralement, l'évolution de taille, qui comprend la croissance *et* la dissolution

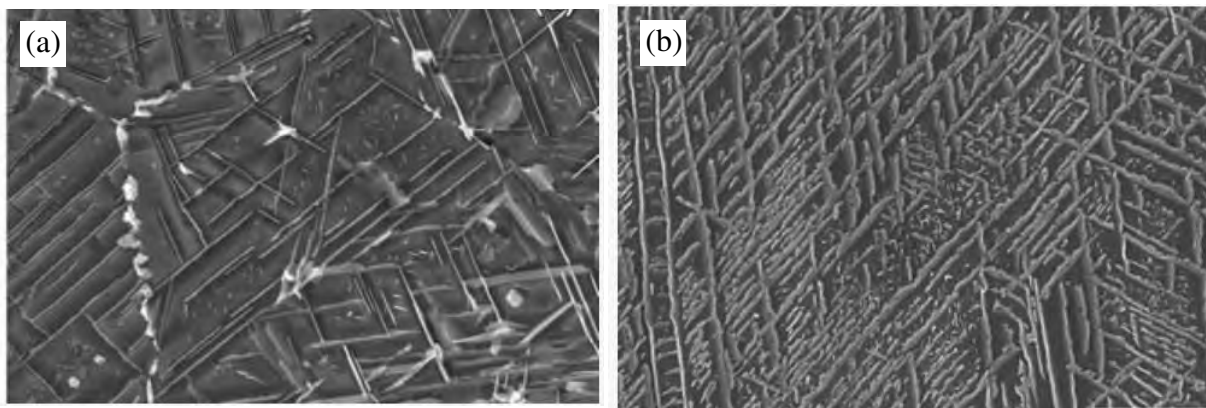


FIG. 8 : Effet de la déformation plastique sur la cinétique de précipitation δ dans un Inconel® 625 homoénéisé puis traité thermiquement (a) pendant 500 h à 750 °C. (b) pendant 337 h à 750 °C sous une contrainte constante de 200 MPa. Figure adaptée de [24].

présence des deux types de grains implique deux phénomènes importants à considérer.

Le premier phénomène vient du fait que les grains non recristallisés possèdent des niveaux de densités de dislocations plus élevés que les grains recristallisés. Ainsi, pendant le refroidissement au cours duquel la phase γ' précipite, et/ou lors de traitements thermiques successifs, les cinétiques de précipitation γ' peuvent potentiellement être différentes entre les grains recristallisés et les grains non recristallisés.

Le second phénomène vient du fait que les grains recristallisés consomment les grains non recristallisés pendant le refroidissement et/ou lors de traitements thermiques successifs. L'interface entre les grains recristallisés et les grains non recristallisés, *i.e.* le front de recristallisation est donc mobile et peut interagir de manière complexe avec les précipités γ' (un exemple est présenté dans la figure 9). Les sujets de l'influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ' et l'interaction entre le front de recristallisation et les précipités γ' constituent les deux problématiques étudiées pour l'alliage AD730™.

Les précipités γ' se forment sur le front de recristallisation (on parle de précipitation *discontinue* [31]). Ils prennent la forme de « rivières » de phase γ' qui suivent le front de recristallisation. Celui-ci continue de progresser des grains recristallisés vers les grains non recristallisés pour consommer ces derniers.

Pour résumer les problématiques étudiées dans la thèse, deux lignes directrices sont définies : (1) l'influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ'' dans l'Inconel® 625 et γ' dans l'AD730™, et (2) les interactions entre la précipitation γ' et le front de recristallisation dans l'AD730™.

Le plan de la thèse comporte 6 chapitres.

Dans le premier chapitre sont présentés les superalliages étudiés, Inconel® 625 et AD730™. Ils sont décrits sous les aspects du contexte du marché, de leur définition légale et notamment par leur composition chimique, des phases observées et de la matière reçue.

Dans le deuxième chapitre sont décrites les méthodes utilisées.

Dans le troisième chapitre est présentée une méthodologie de post-traitement de cartographies d'orientation cristallographique, par exemple obtenue par la technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD). Ce post-traitement permet d'une part le calcul de la cartographie de la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) grâce à la définition d'une régression linéaire locale (RLL) pour calculer rigoureusement la cartographie du gradient d'orientation, et d'autre part de générer une cartographie d'orientation cristallographique filtrée, dans laquelle est atténué l'effet du bruit d'orientation expérimental.

Dans le quatrième chapitre est étudiée l'influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ'' dans l'Inconel® 625.

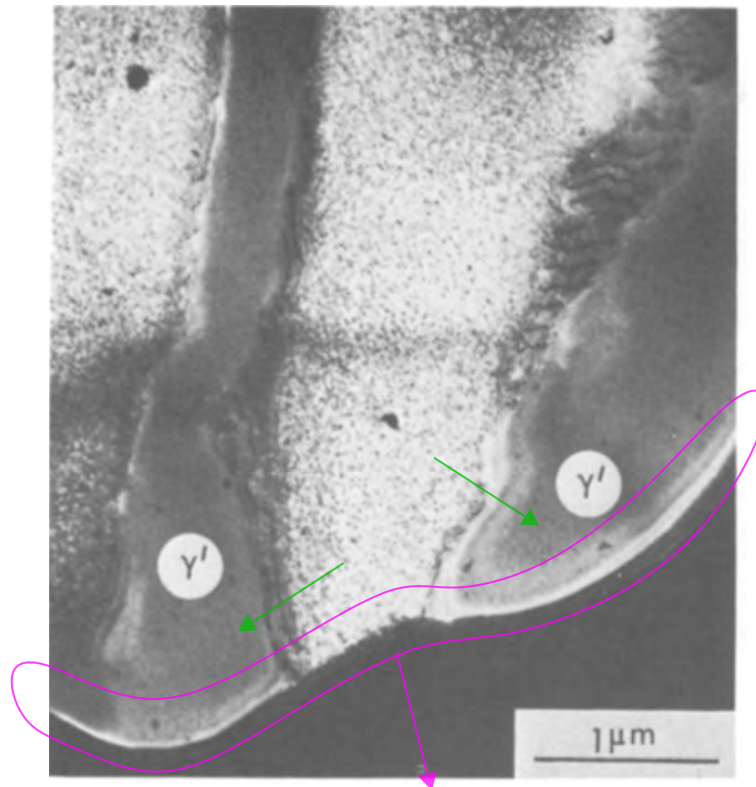


FIG. 9 : Précipitation de phase γ' (flèches vertes) sur un front de recristallisation (entouré en magenta). Les précipités γ' en cours de précipitation prennent des formes allongées dans le sillage du front de recristallisation. Celui-ci continue de progresser (flèche magenta) des grains recristallisés vers les grains non recristallisés. Figure adaptée de [31].

Dans le cinquième chapitre est étudiée l'influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ' et les interactions entre le front de recristallisation et les précipités γ' dans l'AD730TM.

Dans le sixième et dernier chapitre, un modèle de précipitation implémenté durant la thèse est présenté, ainsi que son enrichissement par deux aspects nouveaux : (1) un modèle d'agglomération des précipités et (2) une gestion adaptative du pas de temps. Ce modèle de précipitation est appliqué aux chemins thermomécaniques appliqués expérimentalement réalisés aux alliages Inconel® 625 et AD730TM durant la thèse, et les résultats quantitatifs de cinétiques de précipitation sont comparés entre l'expérience et le modèle.

Chapitre 1

Matériaux étudiés

Dans ce chapitre sont présentés les deux superalliages base nickel étudiés, Inconel® 625 et AD730™. Pour chacun, la présentation se déroule en quatre sous-sections. La première section est dédiée à une introduction de l'alliage sous l'angle du marché et des applications industrielles dans lesquels s'inscrivent le développement et l'utilisation de l'alliage. La seconde section est consacrée à la définition de l'alliage sur le plan légal (brevet, marque, norme...) et précise à sa composition chimique et la fonction des principaux éléments d'alliage. La troisième section est dédiée aux phases présentes dans l'alliage. Enfin, la quatrième section est consacrée à la matière reçue pour cette thèse.

1.1 Inconel® 625

1.1.1 Introduction

L'alliage Inconel® 625 est un superalliage base nickel dont le développement débuta dans les années 1950 pour les tuyauteries de centrales électriques à vapeur. La centrale Eddystone à proximité de Philadelphie nécessitait le transport de vapeur à une pression de 13.8 MPa et une température de 649 °C. L'acier inoxydable 316 alors utilisé pour cette fonction devait être remplacé par un matériau plus adapté. Le cahier des charges regroupait de nombreuses exigences, telles que la soudabilité, la formabilité en tubes, la résistance au fluage et la stabilité dans le temps [32].

L'alliage Inconel® 625 est aujourd'hui utilisé dans le domaine aéronautique pour pièces de nacelles, tubulures hydrauliques, blindage ou inverseurs de poussées [24]. Le secteur pétrochimique utilise également ce matériau pour des colonnes de distillation [33], ainsi que l'industrie maritime pour des pièces soudées [34] ou encore le secteur nucléaire pour des échangeurs de chaleur [35]. Ces applications démontrent la polyvalence de l'alliage Inconel® 625 plébiscité pour sa combinaison de propriétés mécaniques, résistance à la corrosion et soudabilité [36].

1.1.2 Conception

Les premiers essais de stabilité dans le temps sur différentes nuances de composition chimique consistèrent à tester des éprouvettes de traction avant et après un traitement de vieillissement à 704 °C pendant 16 h [32]. Il s'est avéré que contrairement à l'objectif de stabilité dans le temps recherché, l'alliage durcissait considérablement lors de ce traitement de vieillissement, comme l'illustre la figure 10. Ce résultat a mis un frein au développement de l'alliage Inconel® 625 au profit de l'alliage Inconel® 718. Pour comprendre la raison de cet arrêt du développement de l'alliage Inconel® 625, nous pouvons supposer qu'un durcissement au cours du temps laissait craindre une perte de ductilité associée. L'Inconel®625 put par la suite se positionner sur le marché grâce à son potentiel en termes de propriétés mécaniques à température ambiante et à sa résistance à la corrosion favorisées par le mo-

lybdène et le chrome. Afin d'exploiter pleinement ce potentiel, les teneurs en chrome et molybdène ont alors été augmentées respectivement à 22 % et 9 %.

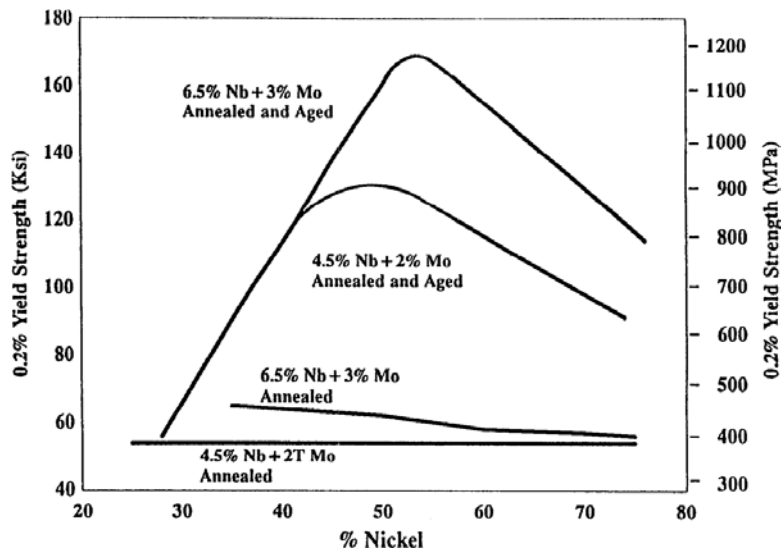


FIG. 10 : Effet de la teneur en nickel et niobium sur la limite élastique à température ambiante pour des alliages homogénéisés et homogénéisés puis vieillis Ni, Cr, Nb, Mo, Al, Ti, bal. Fe. Homogénéisé = 1038 °C pendant 1 h. Homogénéisé puis vieilli = 1038 °C pendant 1 h puis trempé à l'eau puis 704 °C pendant 16 h. Figure issue de [32].

L'alliage Inconel® 625 a été breveté par Herbert Louis Eiselstein et John Gadbut en 1964 [17] (figure 11). La désignation Inconel® 625 est équivalente à la désignation UNS N06625 [32].

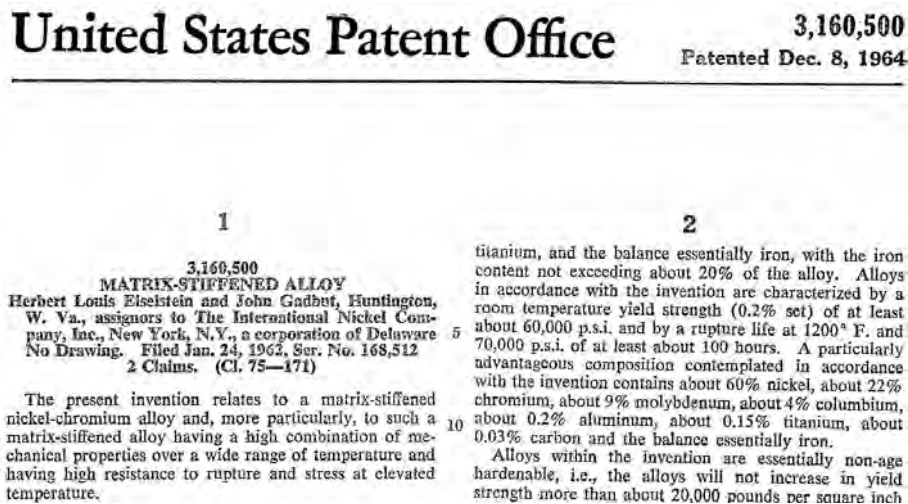


FIG. 11 : Brevet de l'alliage Inconel® 625 publié au nom de Herbert Louis Eiselstein et John Gadbut en 1964 [17].

La composition chimique de l'alliage Inconel® 625 est présentée dans le tableau 1.

Ni	Cr	Fe	Mo	Nb (+ Ta)	C	Mn	Si	Al	Ti
58.0 min	20.0 - 23.0	5.0 max	8.0 - 10.0	3.15 - 4.15	0.10 max	0.50 max	0.50 max	0.40 max	0.40 max

TAB. 1 : Composition chimique de l'alliage Inconel® 625. Figure issue de [32].

Le chrome et le molybdène renforcent la résistance à la corrosion et durcissent l'alliage par solution solide. Le fer et le niobium durcissent eux aussi l'alliage par solution solide. L'aluminium et le titane ne sont pas utilisés en proportions trop élevées pour pour deux raisons : (1) favoriser la soudabilité [32] et (2) éviter un durcissement par vieillissement [36]. Enfin, la combinaison (niobium + titane + aluminium) favorise le durcissement par précipitation γ'' (définie dans le tableau 2) [32].

1.1.3 Propriétés

Une des propriétés à l'origine du succès de l'Inconel®625 est sa résistance à la corrosion. Par exemple, l'épaisseur d'oxide suite à une exposition dans de l'eau dégazée à 500 °C pendant 500 h était de 20 nm pour l'alliage Inconel® 625 contre 30 nm pour l'Inconel® 718, interprétée comme un bénéfice dû à la teneur en chrome [37]. La résistance à la corrosion par piqûres en milieu acide chloré exposé à du sulfure de dioxygène de l'alliage Inconel® 625 est supérieure à celles d'autres alliages, dont les aciers inoxydables pourtant conçus notamment pour ce type de sollicitation (telles que des canalisations pour acide sulfurique), comme présenté dans la figure 12.

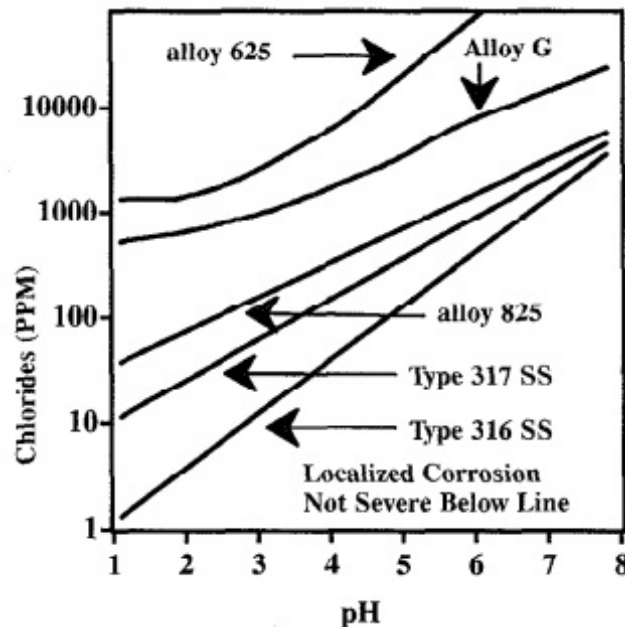


FIG. 12 : Résistance à la corrosion par piqûres en milieu acide chloré exposé à du sulfure de dioxygène, de l'alliage Inconel® 625 et d'autres alliages, dont des aciers inoxydables. Figure issue de [38].

1.1.4 Phases en présence et cinétiques de précipitation

1.1.4.1 Liste des phases

L'alliage Inconel® 625 comporte une matrice, la phase γ , cristal c.f.c. de nickel et qui accueille des atomes d'alliage en solution solide [32].

Bien qu'ayant été conçu comme un alliage renforcé par solution solide, la présence d'éléments d'alliage implique la précipitation de différentes phases dans l'alliage Inconel® 625. Ces phases sont présentées dans les tableaux 2 et 3. Deux tableaux sont utilisés pour distinguer les phases précipitées selon leur fréquence d'observation : le tableau 2 pour les phases précipitées observées fréquemment

et le tableau 3 pour les phases précipitées observées rarement.

nom	composition chimique	structure cristallographique	références
γ''	$\text{Ni}_3 (\text{Nb}_{>0.5}\text{Ti}_{<0.5}\text{Al}_{<0.5})$	quadratique centré DO_{22} $I4/mmm$ $a = 0.36 \text{ nm}$ $c = 0.74 \text{ nm}$	[36, 39, 40, 41, 32]
δ	Ni_3Nb $\text{Ni}_{63}\text{Nb}_{25}\text{Mo}_7\text{Cr}_3\text{Fe}_1\text{Ti}_1$	orthorhombique DO_a $Pmmm$ $a = 0.51 \text{ nm}$ $b = 0.42 \text{ nm}$ $c = 0.45 \text{ nm}$	[36, 40, 42]
μ	$\text{Ni}_2 (\text{Cr}, \text{Mo})$	orthorhombique centré type Pt_2Mo DO_{2h}^{25} $Immm$	[43, 44, 39, 32]
	Mo_6Ni_7		[45]
MC	primaires (« <i>matrix blocky</i> ») $(\text{Ti}_{0.07}\text{Cr}_{0.04}\text{Fe}_{0.02}\text{Ni}_{0.09}\text{Nb}_{0.75}\text{Mo}_{0.03}) \text{C}$ $(\text{Ti}_{0.53}\text{Cr}_{0.03}\text{Ni}_{0.04}\text{Nb}_{0.39}\text{Mo}_{0.01}) \text{C}$	cubique $Fm3m$ $a_0 = 0.43 \text{ nm}$	[36, 42]
	secondaires (« <i>grain boundary</i> ») $(\text{Ti}_{0.15}\text{Cr}_{0.04}\text{Fe}_{0.01}\text{Ni}_{0.08}\text{Nb}_{0.67}\text{Mo}_{0.01}) \text{C}$		
	$\text{Ni}_{13}\text{Nb}_{60}\text{Mo}_{11}\text{Cr}_6\text{Fe}_1\text{Ti}_9$		
M_6C	$(\text{Cr}_{0.21}\text{Fe}_{0.02}\text{Ni}_{0.37}\text{Nb}_{0.08}\text{Mo}_{0.24}\text{Si}_{0.08})_6 \text{C}$ $\text{Ni}_{35}\text{Nb}_{13}\text{Mo}_9\text{Cr}_{13}\text{Fe}_2\text{Ti}_1\text{Si}_{27}$	cubique $Fd3m$ $a_0 = 1.13 \text{ nm}$	[36, 43, 41, 42]
M_{23}C_6	$(\text{Cr}_{0.85}\text{Fe}_{0.01}\text{Ni}_{0.07}\text{Mo}_{0.07})_{23} \text{C}_6$	cubique $Fm3m$ $a_0 = 1.08 \text{ nm}$	[36, 43, 41]

TAB. 2 : Phases précipitées fréquemment observées dans l'alliage Inconel® 625.

nom	composition chimique	structure cristallographique	références
γ'	$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$	$L1_2$ cubique simple	[46]
η	«riche» en Si	cubique $Fd\bar{3}m$ (variante de M_6C)	[47]
σ	$\text{Cr}_5\text{Ni}_3\text{Mo}_2$		[47]
$\alpha - \text{Cr}$	«riche» en Cr		[46, 40]
Laves	$(\text{Cr}_{0.3}\text{Fe}_{0.08}\text{Ni}_{0.41})_2 (\text{Si}_{0.17}\text{Ti}_{0.01}\text{Nb}_{0.19}\text{Mo}_{0.63})$ $\text{Ni}_{47}\text{Nb}_{23}\text{Mo}_{16}\text{Cr}_{13}\text{Fe}_1$	hexagonale $P6_3/mmc$ $a = 0.47 \text{ nm}$ $c = 0.77 \text{ nm}$	[36, 42, 48, 49]

TAB. 3 : Phases précipitées rarement observées dans l'alliage Inconel® 625.

La phase γ'' précipite dans la matrice γ avec une interface cohérente [50, 32]. La relation d'orientation cristallographique entre la matrice γ et les précipités γ'' est $\{100\}_{\gamma''} \parallel \{100\}_{\gamma}, [001]_{\gamma''} \parallel \langle 001 \rangle_{\gamma}$ [51]. Cette relation d'orientation explique la présence de trois variants d'orientation morphologique et cristallographique des précipités γ'' pour une orientation cristallographique de la matrice [50]. Cette même relation d'orientation, associée à la cohérence de l'interface γ/γ'' , explique la morphologie discoïdale [43, 52, 24] et entraîne des déformations locales qui durcissent l'alliage Inconel® 625 [40, 52]. Par exemple, la précipitation de γ'' peut doubler la limite élastique sur la gamme de température 20–650 °C [52]. La phase γ'' est thermodynamiquement métastable et, selon la température, peut se transformer à terme en phase δ [24]. La phase γ'' peut précipiter de manière hétérogène en privilégiant les lignes de dislocations et les joints de macles cohérentes [50]. Les trois variants de l'orientation morphologique des précipités γ'' peuvent être présents sur chacun des deux types de dislocations (coin et vis) [50].

La phase δ est la version stable de la phase γ'' [24, 50, 53]. La phase δ précipite de manière semi-cohérente ou incohérente [32] dans la matrice avec une morphologie en aiguilles [50] ou plaquettes [40, 54]. Elle précipite également sur les joints de grains avec une forme de disque [40] ou d'aiguille [50], et sur des fautes d'empilement de la phase γ'' [53, 55]. La phase δ localisée à l'intérieur des grains semble durcir le matériau alors que celle localisée sur les joints de grains semble favoriser la ductilité et donc la mise en forme [56].

La phase μ présente une morphologie de type «flocon de neige» [43, 44]. Une phase μ de type Ni_6Mo_7 a également été observée, précipitant préférentiellement sur les joints de grains et les carbures riches en molybdène. Cette phase dégrade sensiblement la ductilité et considérablement la résilience et la résistance à la corrosion à température ambiante, et ne modifie pas les propriétés à haute température [45].

La phase MC est un carbure présent [42, 57, 36] sous deux formes possibles. La première forme, nommée primaire, désigne les carbures MC formés à la solidification lors de la coulée initiale de l'alliage. Le niobium ségrège dans les zones interdendritiques et stimule la précipitation des carbures MC primaires. La deuxième forme, nommé secondaire désigne les carbures MC absents à la fin de la coulée initiale et précipitant lors d'un traitement thermique. Les carbures MC secondaires précipitent sur les joints de grains. Les carbures MC constituent des sites d'amorçage de fissure et dégradent les propriétés mécaniques de l'alliage Inconel® 625 [57] de manière similaire à d'autres superalliages base nickel tels que l'Inconel® 718 [58] et le STAL15-CCPhD [59].

Les phases $M_{23}C_6$ et M_6C [42] sont des carbures secondaires et précipitent préférentiellement sur les joints de grains [43, 58] et sur les joints de macle incohérents [58]. Cependant, les M_6C peuvent aussi précipiter à l'intérieur des grains [43]. Lorsque ces carbures deviennent plus nombreux et plus

rapprochés le long des joints de grains, ils constituent chacun des sites d'amorçage de fissures qui se rejoignent plus rapidement, et le mode de rupture bascule donc de transgranulaire à intergranulaire [58].

La phase γ' n'a été observée que dans [46], cette rareté s'expliquant par une teneur insuffisante en aluminium et titane.

La phase η est une variante riche en silicium et pauvre en chrome des carbures secondaires M_6C et a été observée aux joints de grains avec une morphologie de type diamant [47]. Cette phase est différente de celle définie dans la page 27 au sujet de l'AD730TM.

La phase σ précipite préférentiellement aux joints de grains. Elle est fragilisante en elle-même, cependant sa fraction volumique est suffisamment faible pour ne pas dégrader les propriétés mécaniques [47].

La phase $\alpha - Cr$ a été observée dans [46, 40] et peu d'informations sont disponibles quant à son impact sur les propriétés mécaniques.

Les phases de Laves ont été observées dans [42, 48, 49] et semblent se localiser préférentiellement dans des zones de ségrégations riches en niobium, type zones interdendritiques formées lors de la solidification de l'alliage [36].

Les phases γ'' , δ et η sont présentées sur la figure 13.

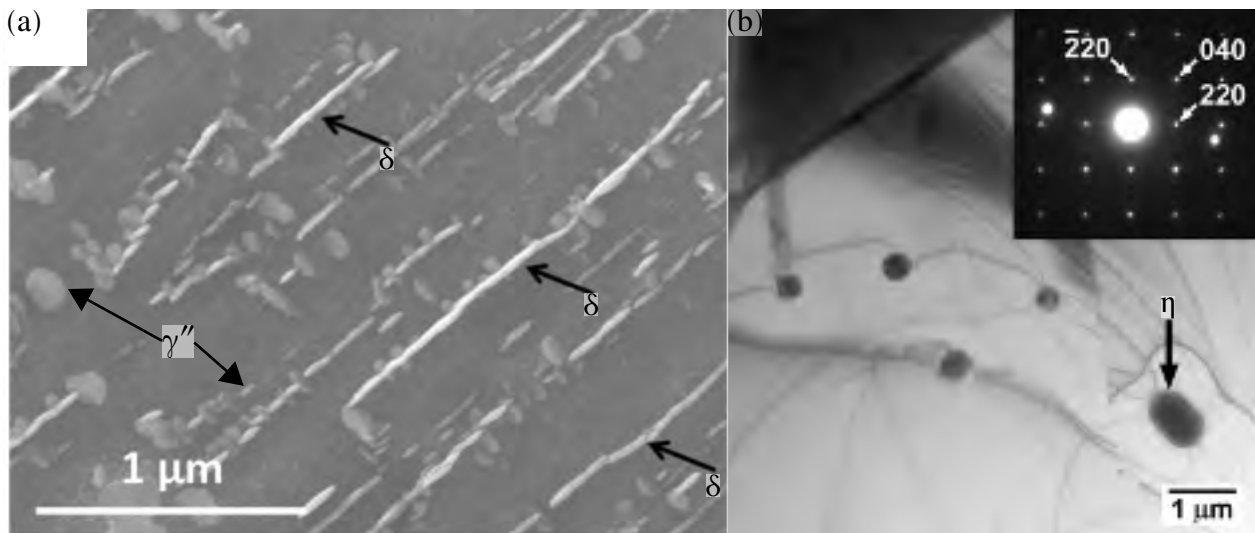


FIG. 13 : Phases (a) γ'' , δ et (b) η observées dans l'Inconel® 625 par (a) MEB et (b) MET. Figure adaptée de (a) [24], et (b) [47].

1.1.4.2 Cinétiques de précipitation

Nous nous intéressons ici uniquement à la phase γ'' étudiée dans la thèse et sa version stable, la phase δ .

Les cinétiques de précipitation rencontrées dans la littérature sont globalement [24] en accord. Les diagrammes temps-température-transformation (TTT) établis par Mataveli Suave *et al.* [24] les illustrant sont présentés dans les figures 14 et 15.

Concernant les cinétiques de précipitation de la phase γ'' qui sera étudiée dans cette thèse, deux points importants émergent.

1. La phase γ'' est métastable et se transforme en la phase δ , sa version stable [53, 55]
2. D'après la figure 15, l'histoire thermomécanique influence les domaines TTT de précipitation γ''/δ . En l'occurrence, un fluotournage à froid suivi d'un revenu a favorisé la précipitation δ au détriment de la précipitation γ'' . Cela a été interprété comme une accélération de la cinétique de

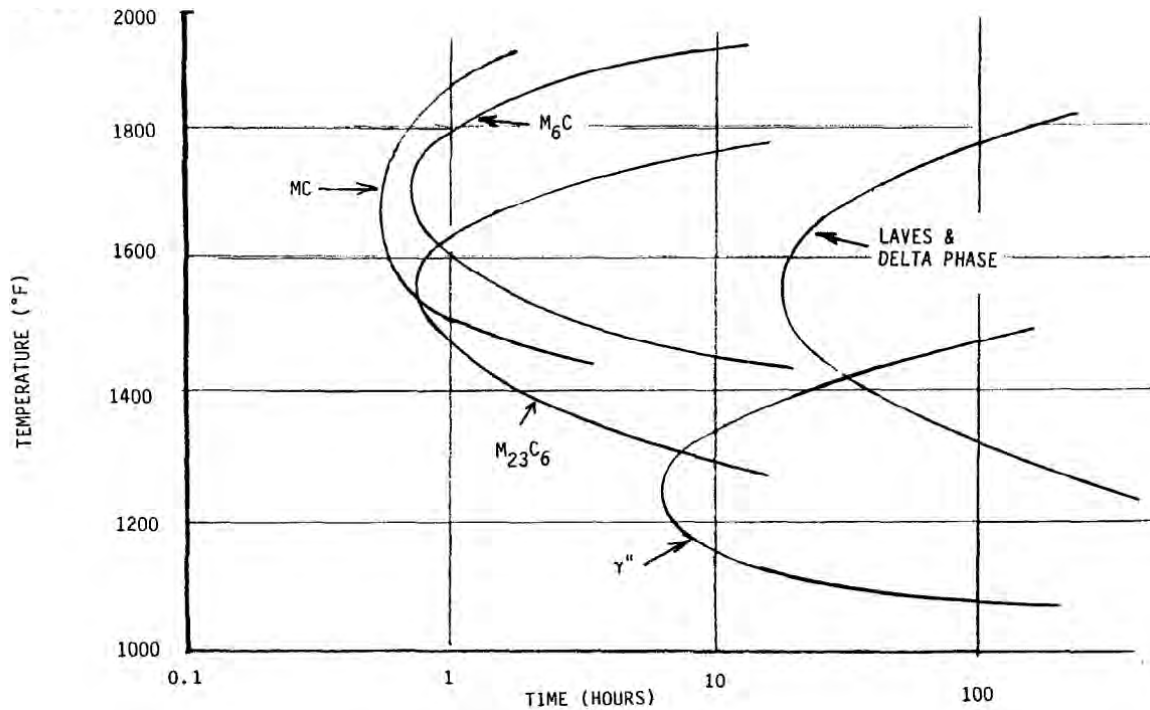


FIG. 14 : Diagrammes TTT des phases précipitées dans un Inconel® 625 homogénéisé où seuls les carbures MC primaires ont précipité. Figure issue de [36].

précipitation δ par des dislocations introduites par le fluotournage et non restaurées statiquement lors du revenu. Cette précipitation δ accélérée a consommé le niobium alors indisponible pour la phase γ'' dont la précipitation est ainsi ralentie [52].

1.1.5 Matière reçue

La matière est fournie par l'entreprise Safran Nacelles sous la forme de tôles carrées de côté 500 mm et d'épaisseur 1 mm. Ces tôles ont auparavant été homogénéisées par l'entreprise Haynes® par un traitement thermique de 4 h atteignant une température maximale de 1038 °C. La composition chimique des tôles est présentée dans le tableau 4.

Inconel® 625										
espèce	Ni	Cr	Nb	Fe	Mo	Mn	Al	Co	C	Ti
fraction massique [%]	base	21.19	3.599	3.88	8.64	0.27	0.2	0.13	0.03	0.25

TAB. 4 : Composition chimique en fraction massique des tôles d'Inconel® 625.

La microstructure de la matière reçue est présentée dans la figure 16. Les grains présentent un diamètre équivalent visuellement estimé de 10–30 μm et des mâcles thermiques. Des carbures contenant du niobium et molybdène sont présents. Aucun précipité γ'' ou δ n'a été observé.

Un échantillon provenant de [24] est également utilisé. Cet échantillon est issu d'une tôle fluotournée à froid puis traitée thermiquement à 850 °C pendant 30 min pour relaxer les contraintes résiduelles. Cet échantillon a été étudié afin de déterminer si le niveau de densité de dislocations géométriquement nécessaires qu'il contient suite au fluotournage est suffisamment élevé pour expliquer les différences de cinétiques de précipitation observées (4).

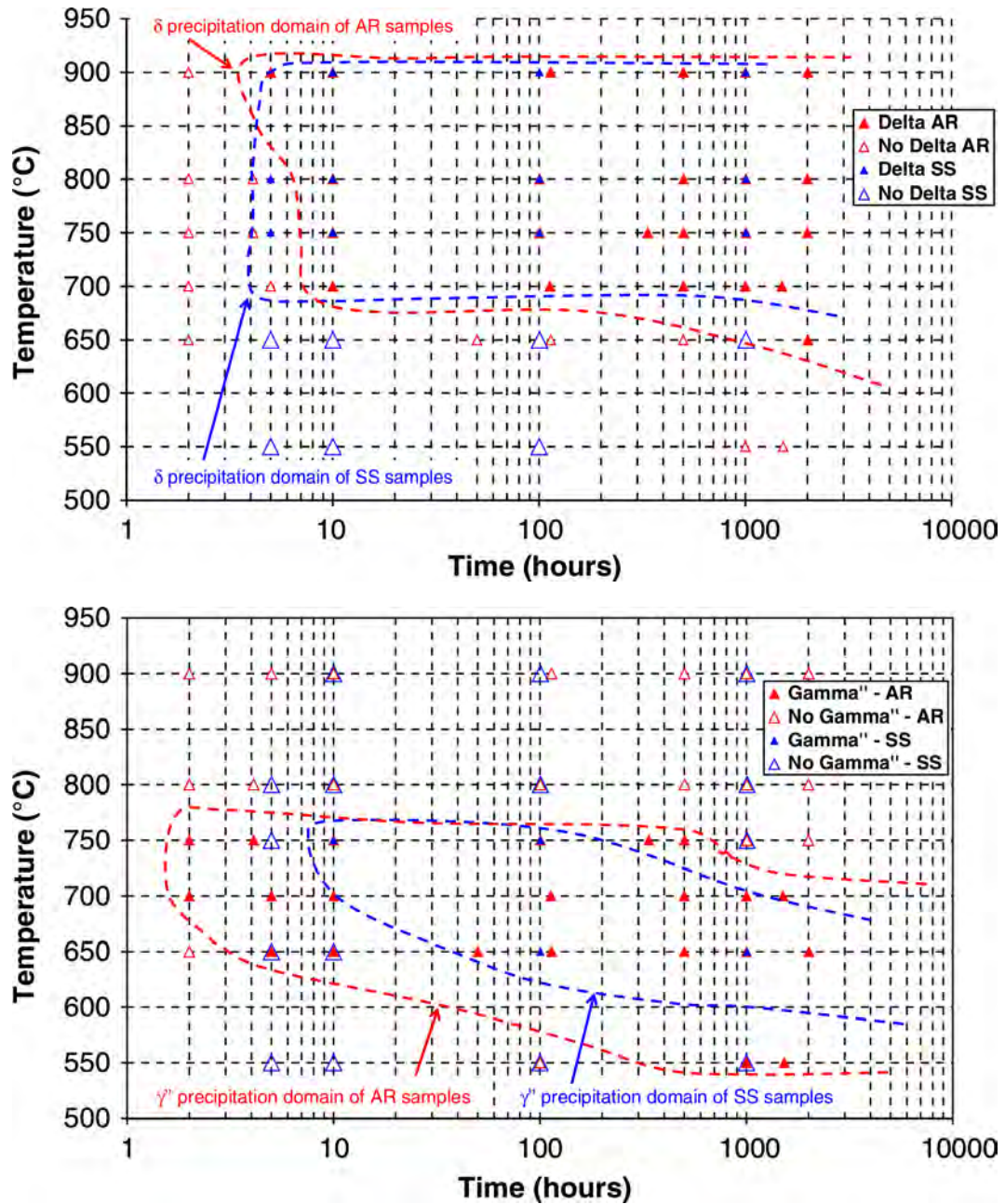


FIG. 15 : Diagrammes TTT dans un Inconel® 625 des phases précipitées (a) γ'' et (b) δ dans un matériau homogénéisé (AR) et dans un matériau homogénéisé puis fluotourné à froid puis revenu à 850 °C pendant 30 min (SS). Figure adaptée de [24].

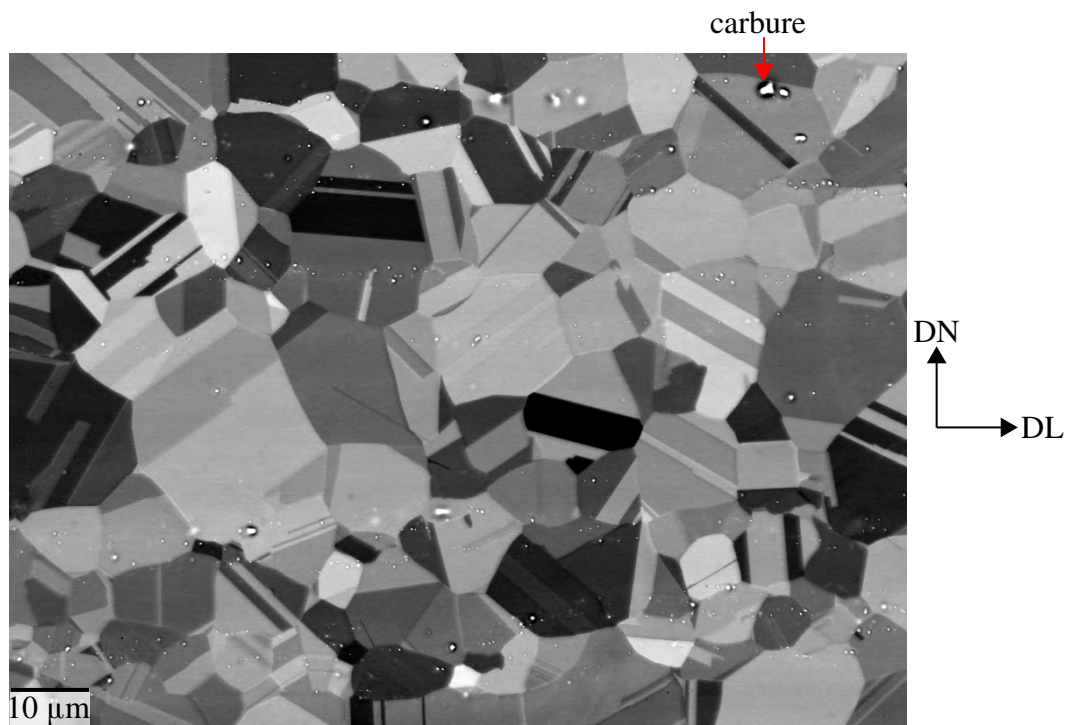


FIG. 16 : Microstructure de la matière reçue Inconel® 625. Image BSE. DL et DN désignent respectivement la direction de laminage et la direction normale.

1.2 AD730™

1.2.1 Introduction

L'alliage AD730™ est une marque déposée de la société Aubert & Duval (marque française [18], marque internationale [19]). Il s'agit d'un superalliage conçu par la société Aubert & Duval destiné à des applications à hautes performances mécaniques à hautes températures [22, 60]. De telles applications incluent les disques de turbines aéronautiques haute pression et basse pression (abrégiés par la suite «disques de turbine») [22, 60], mais aussi les arbres de turbocompresseurs pour motorisations automobiles suralimentées ou encore l'outillage à chaud [60].

Le positionnement typique d'un disque de turbine haute pression est présenté dans la figure 17. Son rôle est de transformer l'énergie interne de chaleur émise par la combustion du mélange carburant kérosène-comburant air en travail mécanique pour la rotation de l'arbre moteur.

Le marché des superalliages pour disques de turbines voit s'affronter une concurrence dont les acteurs, à savoir les superalliages eux mêmes, présentent chacun des forces et faiblesses. Ces forces et faiblesses sont la capacité des superalliages à répondre à des exigences de nature technique et économique :

- propriétés mécaniques (traction, fatigue, fluage, fluage-fatigue, propagation de fissure) à hautes températures (idéalement jusqu'à 750 °C),
- stabilité microstructurale à hautes températures (idéalement jusqu'à 750 °C),
- aptitude à être mis en forme,
- coût de la matière première.

Le superalliage le plus utilisé est l'Inconel® 718, plébiscité pour son compromis entre propriétés mécaniques, coût de production et soudabilité (intéressantes pour les réparations de pièces). Néanmoins,

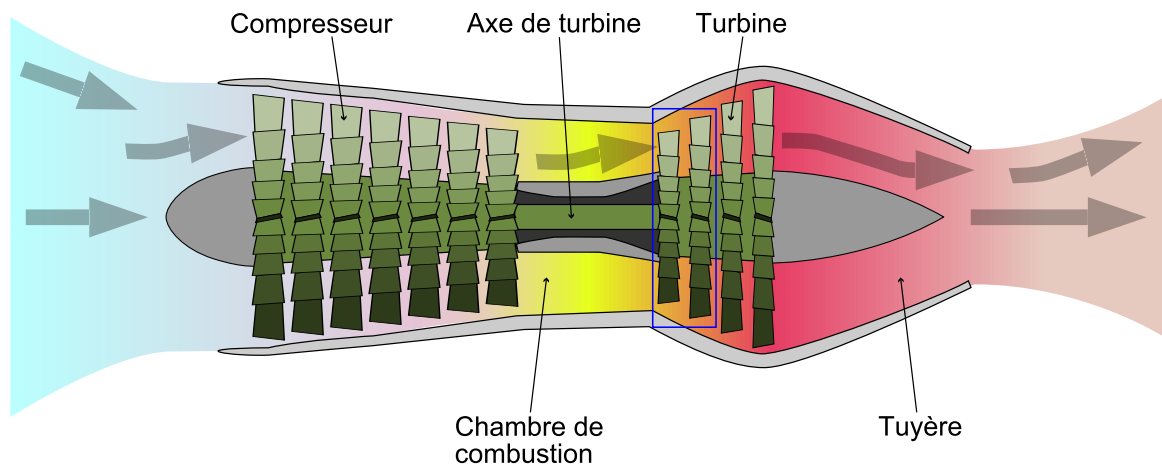


FIG. 17 : Schéma d'un moteur à réaction. L'alliage AD730™ se positionne en tant que superalliage pour disques de turbine haute pression, typiquement placé dans le cadre bleu. Figure adaptée de [61].

ses propriétés mécaniques diminuent à partir de 650 °C car la phase précipitée durcissante γ'' métastable se transforme en phase δ stable [62].

Des concurrents présentent des températures d'utilisation supérieures, tels que les alliages René65 [63], Inconel® 718Plus [64], Udimet720Li [20, 21], TMW4 [65] et N18 [66]. Cependant, leur coût de fabrication augmente en rapport, de par la composition chimique dont le coût intrinsèque est supérieur (cobalt dans l'alliage TMW4) ou le procédé d'élaboration (métallurgie des poudres pour l'alliage N18).

L'alliage AD730™ se positionne en particulier face à l'alliage Udimet720Li et au René65, et présente trois intérêts principaux en vue d'une application pour disques de turbines haute pression [22] :

1. des propriétés mécaniques et une stabilité microstructurale à haute température supérieures à celles de l'Inconel® 718, l'Inconel® 718Plus et du Waspalloy et équivalentes à celles de l'alliage Udimet720Li,
2. un coût de matière première équivalent à celui de l'alliage Inconel® 718Plus et inférieur à celui de l'alliage Udimet720Li et d'autres superalliages γ/γ' pour disques de turbines,
3. une possibilité d'élaboration par voie coulée/forgée (moins onéreuse que la métallurgie des poudres), avec une forgeabilité supérieure à celle des alliages Udimet720Li et Waspalloy.

1.2.2 Conception

La composition chimique de l'alliage AD730™ et d'autres superalliages base nickel pour voie coulé/forgé sont présentées dans le tableau 5.

(a)	Ni	Fe	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	B	C	Zr	(Ti+Nb)/Al wt%	Presence of η -Eta
Ni30	Base	5	9	15.2	3	2.5	2.0	3.5	1	0.01	0.015	0.03	2.25	No
Ni50	Base	5.6	9.5	15.2	3	2.5	2.0	3.8	1.2	0.01	0.015	0.03	2.5	Yes +
Ni40	Base	5	9	15.3	3	2.5	1.75	3.9	1.3	0.01	0.01	0.03	3	Yes ++
Ni33	Base	3.2	9.2	14.8	2.9	2.3	2.3	4	1.3	0.01	0.015	0.03	2.3	No
AD730™	Base	4	8.5	15.7	3.1	2.7	2.25	3.4	1.1	0.01	0.015	0.03	2	No

(b)	Ni	Fe	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	B	C	Zr	P
718	Base	18	-	18	3	-	0.5	1	5.4	0.004	0.03	-	0.01
718Plus	Base	10	9	18	2.75	1	1.5	0.7	5.5	0.004	0.02	-	0.01
Waspaloy	Base	-	13.5	19.5	4.25	-	1.5	3	-	0.006	0.05	0.03	-
U720Li	Base	-	15	16	3	1.25	2.5	5	-	0.015	0.015	0.03	-

TAB. 5 : Composition chimique de (a) l'alliage AD730™ et d'autres superalliages base nickel, dont les nuances Ni30 et Ni33 desquelles il est issu et (b) de superalliages concurrents de l'alliage AD730™. Figures issue de [22].

L'alliage AD730™ est durci par solution solide et précipitation de la phase γ' et a été adapté des nuances Ni30 et Ni33 [22].

La teneur en cobalt pour le durcissement en solution solide est limitée à 8.5 % car il ne durcit plus par solution solide pour des teneurs supérieures [67, 68]. Le fer apporte un durcissement par solution solide à moindre coût.

Le rapport (Ti+Nb)/Al est abaissé à 2 (contre 2.25 dans les Ni30 et Ni33) afin d'éviter la précipitation de la phase η pour des durées importantes en service (figure 18). Cette phase est définie par une stoechiométrie $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Nb})$ et une structure hexagonale [69], et a été découverte dans les années 1930 [70]. La phase η précipite avec une interface non-cohérente avec la matrice et sous la forme de plaquettes qui peuvent s'étendre sur plusieurs grains [69]. Cette phase est fragile (ne se déforme pas ou «peu» plastiquement) et, de manière générale, diminue les propriétés mécaniques (ténacité, ductilité en fluage) [69].

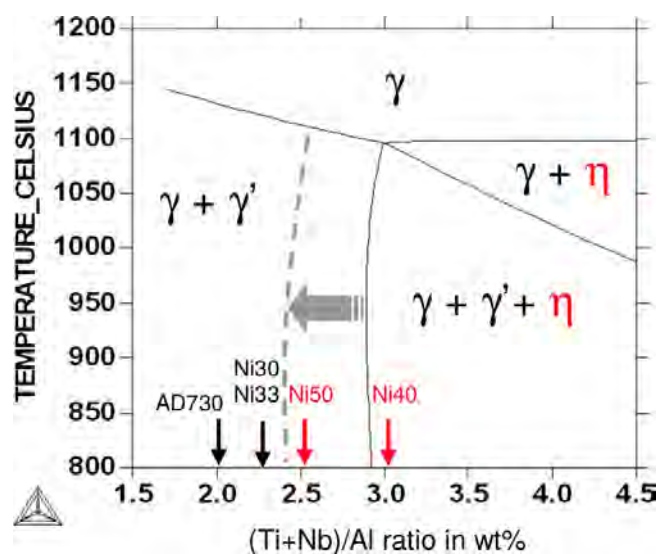


FIG. 18 : Stabilité de la phase η en fonction du rapport (Ti+Nb)/Al calculée par le logiciel ThermoCalc où sont reportées les compositions chimiques du tableau 5. Figure issue de [22].

Pour compenser une diminution des propriétés mécaniques due à la diminution du rapport (Ti+Nb)/Al, la teneur en tungstène est augmentée par rapport aux nuances Ni30 et Ni33 [22] pour renforcer l'alliage par solution solide. Enfin, pour favoriser la mise en forme, la température de solvus de la phase γ' est abaissée en augmentant la teneur en aluminium par rapport à la nuance Ni30 et en diminuant celles de titane et niobium par rapport à la nuance Ni33 [22]. La température de solvus de la phase γ' calculée par ThermoCalc est effectivement inférieure dans l'alliage AD730TM comparée à l'alliage Udimet720Li (figure 19).

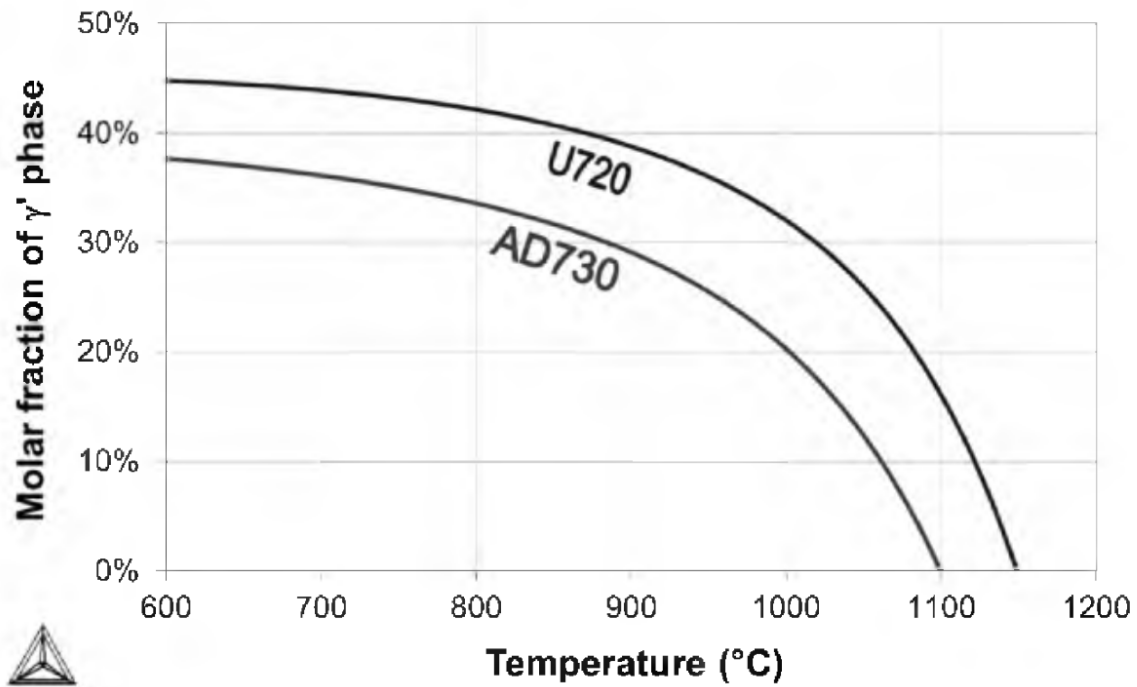


FIG. 19 : Fraction molaire de la phase γ' en équilibre avec la phase γ calculée par ThermoCalc. Figure issue de [71].

1.2.3 Propriétés

Dans cette section, nous détaillons les principales propriétés de l'alliage AD730TM qui résultent de sa conception, au regard du cahier des charges présenté dans la section 1.2.1.

1.2.3.1 Propriétés mécaniques

La microstructure et les propriétés d'un disque forgé en AD730™ ont été étudiées [71] et sont présentées dans la figure 20.

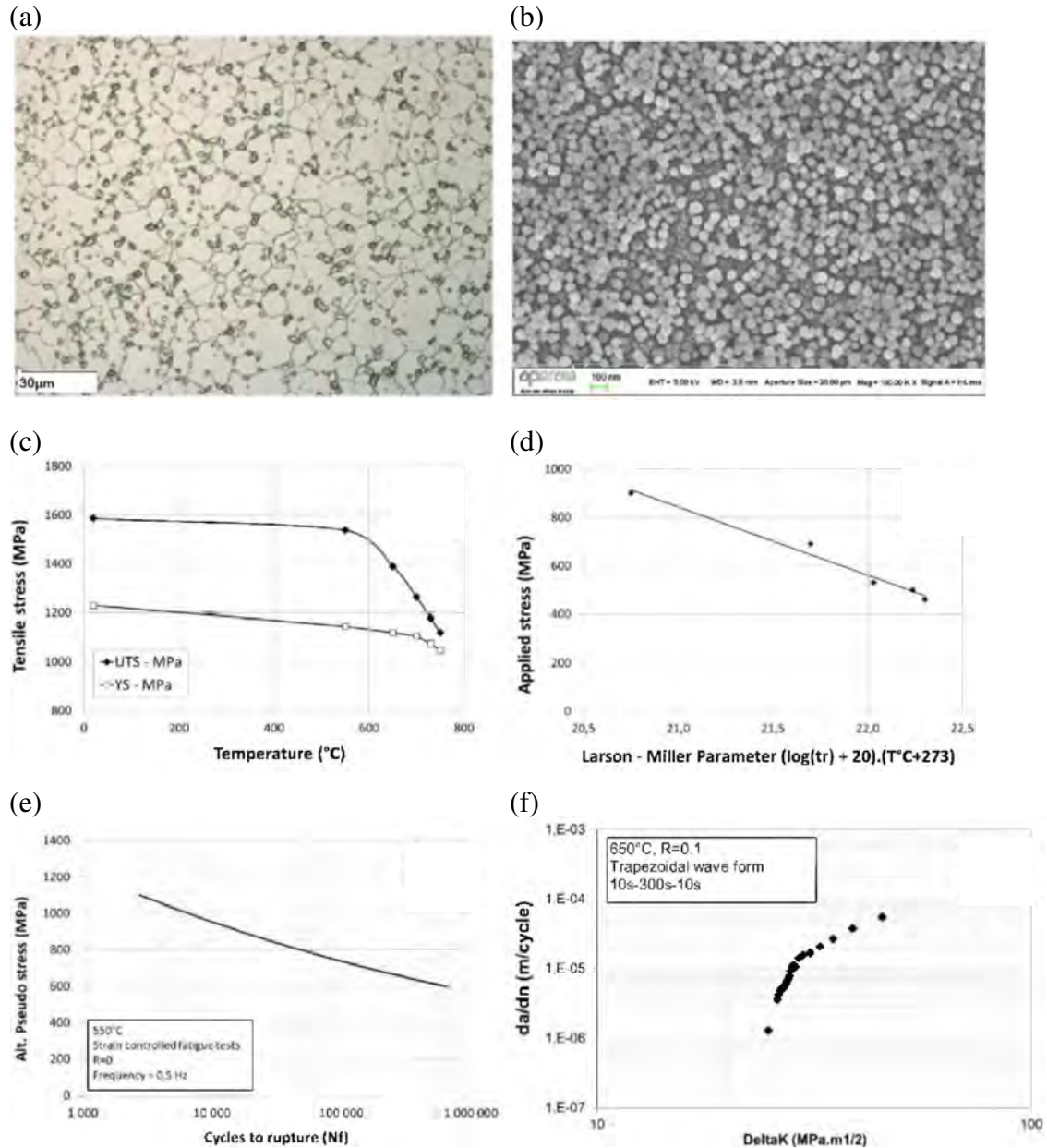


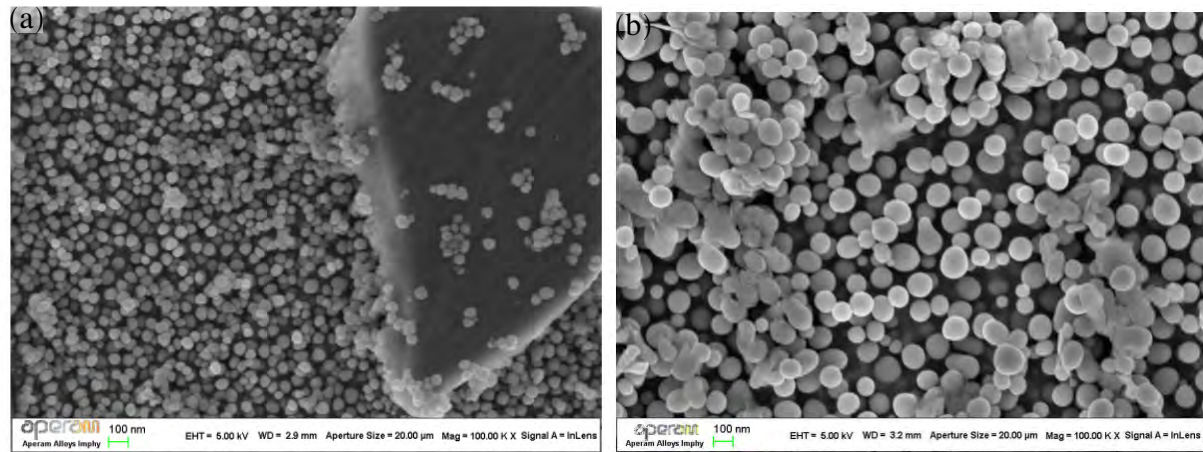
FIG. 20 : Version à grains fins de l'alliage AD730™. Structure de (a) grains et (b) précipitation γ' intragranulaire. Propriétés en (c) traction, (d) fluage, (e) et (f) fatigue. Figure adaptée de [71].

Des grains équiaxes avec un diamètre équivalent visuellement estimé de 10–30 µm sont présents (figure 20a). Des précipités γ' primaires sont également présents avec un diamètre équivalent visuellement estimé de 1–3 µm aux joints de grains majoritairement (figure 20a), ainsi que des secondaires de diamètre équivalent inférieur à 100 nm à l'intérieur des grains (figure 20b).

La limite élastique amorce une diminution marquée avec l'augmentation de la température entre 725 °C et 750 °C, ce qui est cohérent avec la température d'utilisation maximale visée de 750 °C.

1.2.3.2 Stabilité microstructurale

La version grains fins de l'alliage AD730™ a été testée afin d'étudier sa stabilité à haute température dans le temps [22]. Les résultats sont présentés sur la figure 21. Aucune phase η n'a été observée



(c)

		1080°C/4h/200°C/min 760°C/16h	1080°C/4h/200°C/min 760°C/16h 750°C/3000h
Charpy notch impact (J)		31J	30J
Tensile 650°C	UTS	1368 MPa	1257 MPa
	YS	1088 MPa	1024 MPa
	El	28%	40%
	RA	28%	53%
Creep 700°C 690MPa	tr	128 h	55 h
	El	10%	19%
	RA	26%	38%

FIG. 21 : Précipitation γ' (a) avant et (b) après survieillissement à 750 °C pendant 3000 h. (c) Propriétés mécaniques avant et après ce survieillissement. Version à grains fins de l’alliage AD730™. Figure adaptée de [22].

après survieillissement, comme recherché lors de la définition de la composition chimique. Les diminutions de propriétés mécaniques sont dues à la croissance des précipités γ' et sont moins prononcées que sur les alliages Udimet720Li [72], Inconel® 718 et Waspalloy [73] survieillis dans des conditions moins sévères.

1.2.4 Phases en présence et cinétiques de précipitation

1.2.4.1 Phases en présence

L’alliage AD730™ comporte une matrice, la phase γ , cristal c.f.c de nickel et qui accueille des atomes d’alliage en solution solide [74].

La présence d’éléments d’alliage implique la précipitation de différentes phases dans l’alliage AD730™

définies dans le tableau 6.

nom	composition chimique	structure cristallographique	référence
γ'	Ni ₃ (Al, Ti)	L1 ₂ cubique simple $a = 3.583 \text{ \AA}$	[75, 76, 77, 22, 78]
MC	M = Nb ou Ti ou Mo	non indiqué spécifiquement pour l'AD730™	[77]
M ₂₃ C ₆	M = Cr ou Mo ou W	non indiqué spécifiquement pour l'AD730™	[77]
M ₃ B ₂	M = Nb ou Ti ou Mo	non indiqué spécifiquement pour l'AD730™	[77]

Tab. 6 : Phases précipitées observées dans l'alliage AD730™.

La phase γ' peut apparaître sous différentes formes.

La première forme est la population de précipités primaires, appelés ainsi car ils sont relativement gros. Ils se sont formés pendant la conversion du lingot en billette au passage de la température de solvus lors du refroidissement. Ces précipités se situent aux joints de grains et leur interface avec la matrice est généralement incohérente. Ils jouent un rôle clé dans le contrôle de la taille de ses grains. Ils évoluent avec le chemin thermomécanique appliqué à l'alliage des étapes de forgeage mais aussi des traitements thermiques de mise en solution (partielle ou totale) et de vieillissement. Si les traitements de mise en solution sont effectués à des températures inférieures au solvus de la phase γ' , située entre 1100 °C [22] et 1120 °C (selon discussions avec Safran), alors les précipités γ' primaires resteront présents (bien qu'éventuellement partiellement dissous). Ils vont alors bloquer par ancrage de Smith-Zener la croissance de grains. Cette démarche permet d'obtenir des propriétés élevées en traction et en fatigue. Cette version de l'alliage AD730™ est ainsi appelée «grains fins» et les étapes du chemin thermomécanique la composant ont été développées et optimisées tout au long de plusieurs études [71, 74, 79, 80]. Réciproquement, si l'un des traitements de mise en solution est effectué à une température supérieure au solvus de la phase γ' , alors les précipités γ' primaires peuvent être totalement dissous et ainsi laisser libre cours à la croissance de grains. Cette démarche permet d'obtenir des propriétés élevées en fluage. Cette version de l'alliage AD730™ est ainsi appelée «gros grains» et les étapes du chemin thermomécanique la composant ont été développées et optimisées tout au long de plusieurs études [74, 81, 82]. La thèse de L. Thébaud effectuée à l'institut P' en parallèle de la chaire OPALE est consacrée notamment aux propriétés mécaniques des versions «grains fins» et «gros grains» de l'alliage AD730™ [74]. [71, 74, 79, 80].

La deuxième forme est la population de précipités secondaires, appelés ainsi car ils précipitent lors du refroidissement après le forgeage à chaud [22]. La fraction volumique d'équilibre de la phase γ' dans l'alliage AD730™ augmente lorsque la température diminue, comme le montre la figure 19. Les précipités γ' secondaires possèdent une interface cohérente [71] avec la matrice et bloquent le passage des dislocations [74] grâce à leur limite d'élasticité, bien plus élevée que celle de la phase γ comme

illustré sur la figure 22, durcissant ainsi l'alliage.

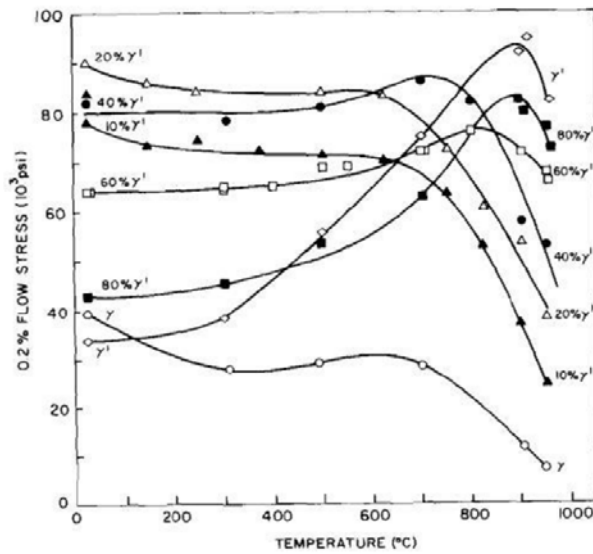


FIG. 22 : Limite d'élasticité du système Ni-Cr-Al en fonction de la température pour différentes fractions volumiques de phase γ' . Figure issue de [83].

Enfin, une troisième population de précipités γ' , appelés tertiaires, peut également apparaître durant le refroidissement après les secondaires si ce refroidissement est suffisamment lent comme observé dans l'alliage AD730TM [22, 76, 77] mais aussi les alliages Udimet720Li [84], René88DT [85, 86], RR1000 [87] et LSHR («low-solvus, high refractory») [88]. Typiquement, les diamètres équivalents des précipités γ' secondaires et tertiaires en fin de refroidissement sont respectivement de l'ordre de 50–250 nm [22] et < 50 nm [22, 87], et varient selon la vitesse de refroidissement.

Des précipités γ' primaires, secondaires et tertiaires dans l'AD730TM sont illustrés dans la figure 23.

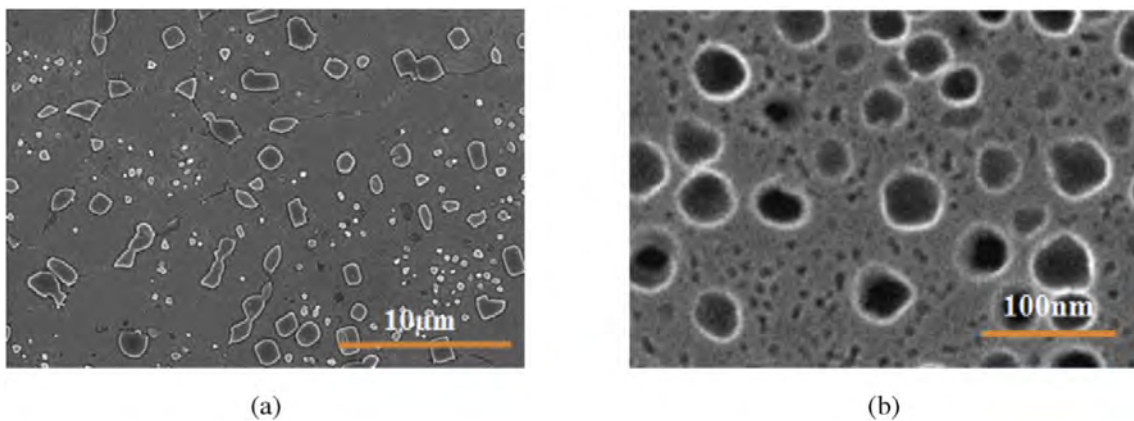


FIG. 23 : Précipités γ' (a) primaires (formés lors du passage sous la température de solvus γ' pendant la conversion du lingot en billette) et (b) secondaires et tertiaires (formés lors du refroidissement après mise en solution). Figure issue de [77].

Les phases MC (figure 24) et $M_{23}C_6$ sont des carbures dont les MC sont formés pendant la solidification de l'alliage [77]. Leur effet sur la tenue en fatigue spécifiquement dans l'alliage AD730TM font l'objet d'une thèse dans le cadre de la chaire OPALE (thèse d'A. Govaere en cours à l'institut P'). Cependant, pour d'autres superalliages base nickel (alliages Inconel® 625 [57, 58], Inconel® 718

[58] et STAL15-CCPhD [59]), il a été démontré que ces carbures constituent des sites d'amorçage de fissures et produisent un effet fragilisant.

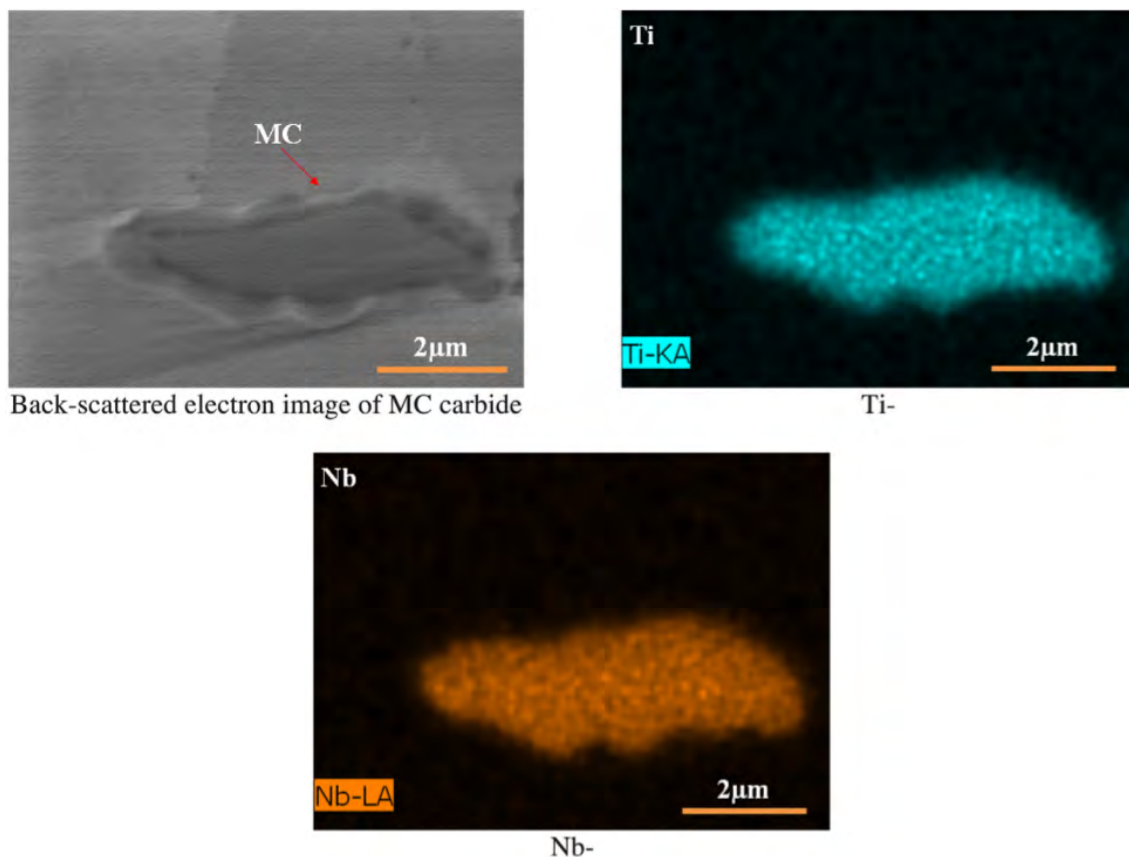


FIG. 24 : Carbure MC formé lors de la solidification où M = Nb ou Ti ou Mo. Figure issue de [77].

Enfin, la phase M_3B_2 est un borure dont l'effet sur les propriétés mécaniques spécifiquement dans l'alliage AD730™ n'est pas connu. Elle a été observée sur les joints de grains [77].

1.2.4.2 Cinétiques de précipitation

Nous nous intéressons ici uniquement à la phase γ' étudiée dans la thèse. Il convient de s'intéresser à deux cinétiques de précipitation γ' :

1. la cinétique de précipitation des précipités γ' secondaires, et éventuellement tertiaires, lors du refroidissement après forgeage ou après traitement thermique de mise en solution [76],
2. la cinétique d'évolution de la précipitation γ' lors d'un traitement de vieillissement qui peut être appliqué après une mise en solution post-forgeage, afin d'ajuster et de stabiliser la précipitation γ' pour améliorer les propriétés mécaniques [22, 71].

Concernant la cinétique de précipitation lors du refroidissement, les conditions de celui-ci vont imposer la vitesse de refroidissement et donc l'état de précipitation γ' obtenu à température ambiante. Au plus le refroidissement est rapide, au plus les précipités γ' sont nombreux, fins et sphériques [22, 76]. En pratique, les dimensions des pièces industrielles limitent la vitesse de refroidissement possible. En pratique, le refroidissement le plus rapide possible est recherché pour obtenir les précipités γ' les plus

fins possibles afin de maximiser les propriétés mécaniques [22]. L'effet de la vitesse de refroidissement sur la précipitation γ' obtenue à température ambiante est illustré sur les figures 25 et 26.

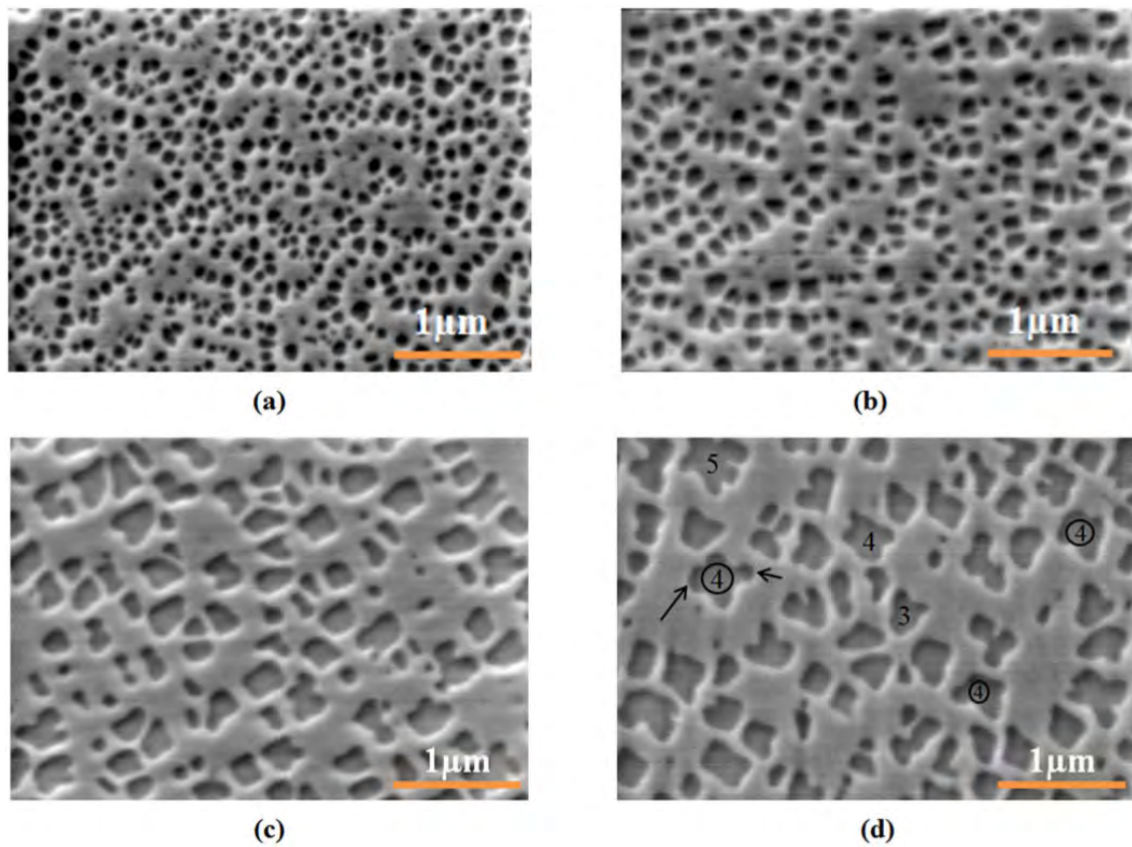


FIG. 25 : Effet de la vitesse de refroidissement sur la précipitation γ' en fin de refroidissement dans l'AD730TM. Refroidissement après mise en solution totale à 1200 °C à des vitesses de (a) 120, (b) 65, (c) 15 et (d) 10 °C · min⁻¹. Figure issue de [76].

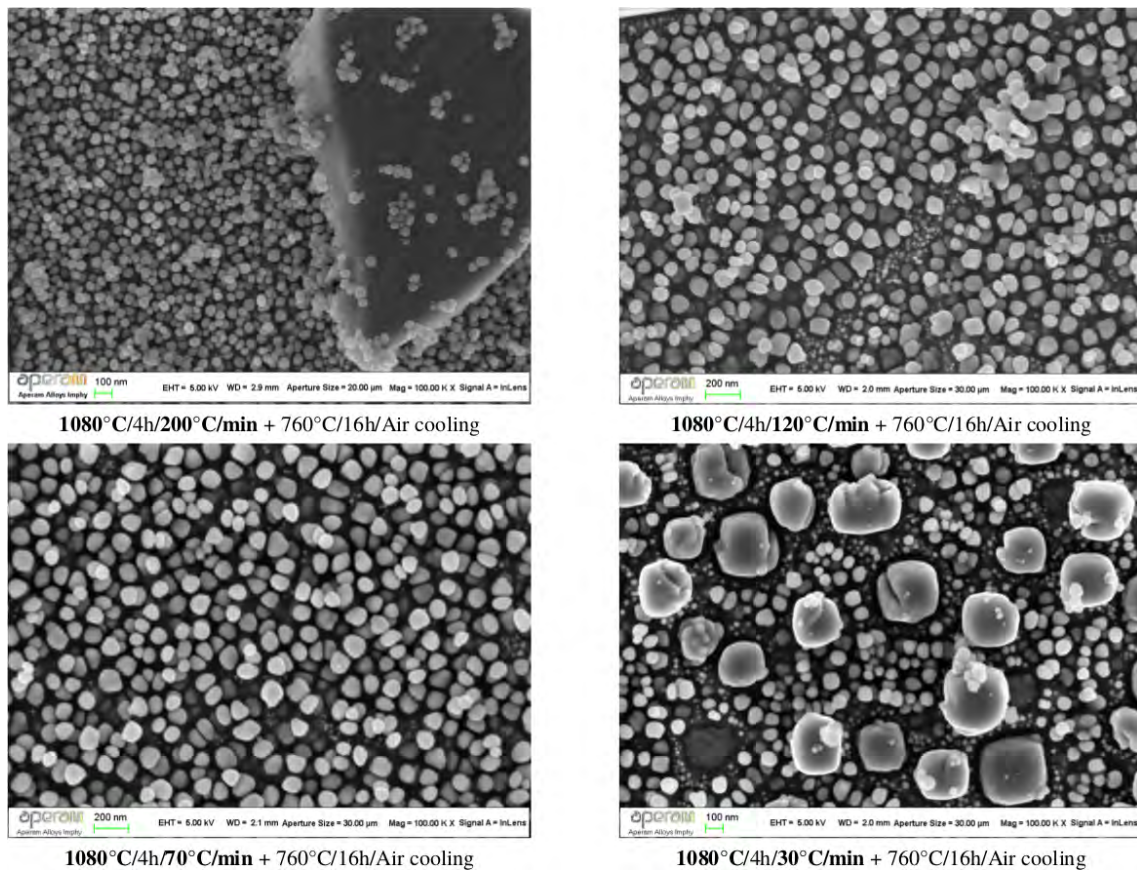


FIG. 26 : Effet de la vitesse de refroidissement sur la précipitation γ' obtenue après refroidissement puis traitement thermique de vieillissement à une température supérieure à la température de service maximale dans l'AD730™. Refroidissement après mise en solution à 1080 °C pendant 4 h. Traitement thermique de vieillissement à 760 °C pendant 16 h. Dans (d), des précipités γ' tertiaires (diamètres équivalent entre 75 nm et 150 nm) voire quaternaires (diamètres équivalent inférieur à 75 nm) sont observés, apparus car la vitesse de refroidissement était suffisamment faible. Figure issue de [22].

La phase γ' possède une particularité qu'il est important de souligner : sa vitesse de germination est si rapide qu'il est en pratique impossible, même sur des échantillons de laboratoires trempés et plus petits que des pièces industrielles, de refroidir l'alliage assez vite pour figer la microstructure et éviter la précipitation γ' [88, 76].

Après une mise en solution post-forgeage, un (voire plusieurs) traitement thermique de vieillissement peut être appliqué pour optimiser les propriétés mécaniques notamment en induisant une évolution des précipités γ' , notamment les secondaires et éventuels tertiaires. Ce sujet a été étudié dans [71] et un traitement à 730 °C pendant 8 h a permis d'augmenter les propriétés en traction en conservant des propriétés satisfaisantes en fluage, tout en restant raisonnable en termes de temps requis. L'évolution des précipités secondaires lors d'un traitement thermique de vieillissement est illustrée dans la figure 27.

1.2.5 Matière reçue

La matière est fournie par le groupe Safran sous la forme de pions cylindriques de révolution de diamètre 8 mm et de hauteur 12 mm. Ces spécimens sont prélevés à mi-rayon d'une tranche de billette de diamètre 8 pouces et leur axe de révolution est parallèle à celui de la billette. Le schéma de

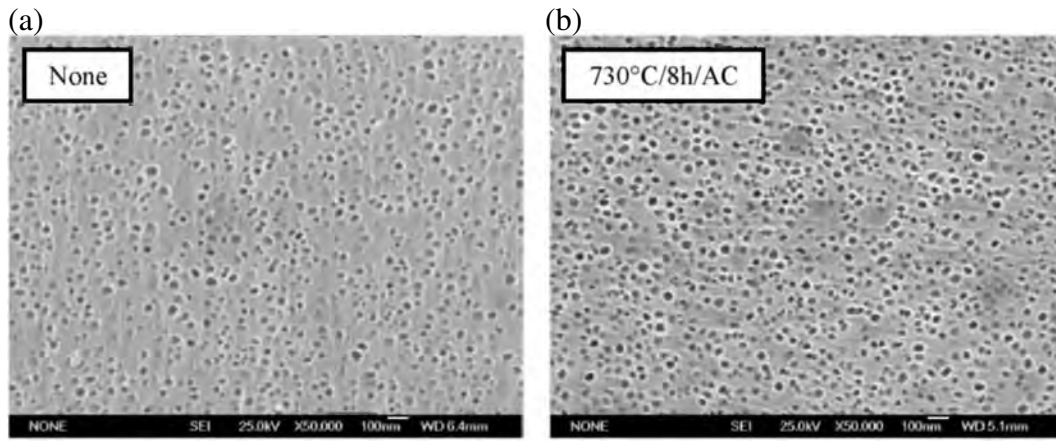


FIG. 27 : Évolution de l'état de précipitation γ' secondaire lors d'un traitement de vieillissement après mise en solution dans l'AD730TM. (a) avant et (b) après vieillissement à 730 °C pendant 8 h. Figure adaptée de [71].

prélèvement est présenté dans la figure 28.

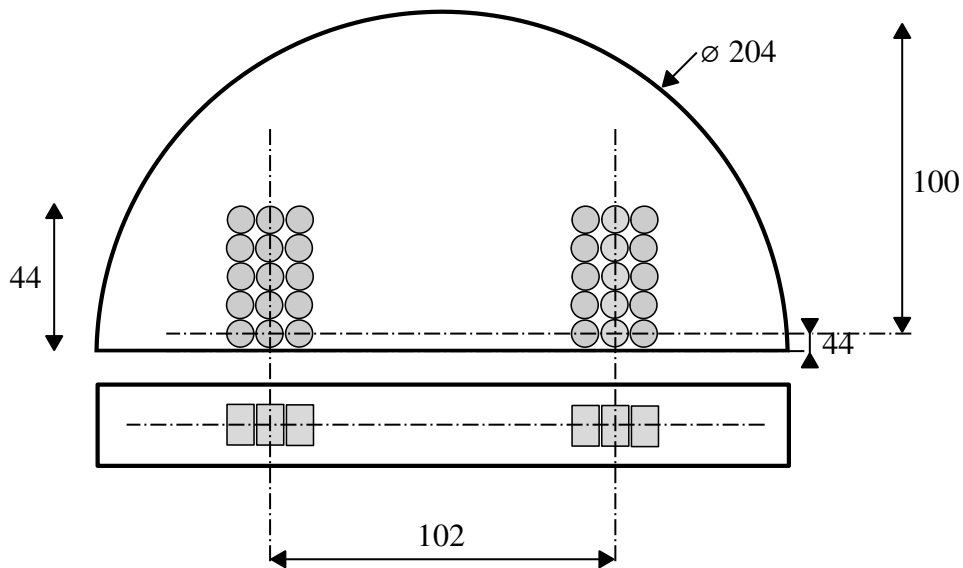


FIG. 28 : Schéma de prélèvement des spécimens d'AD730TM. Document fourni par Safran.

La composition chimique de la tranche est présentée dans le tableau 7.

AD730 TM												
espèce	Ni	Cr	Co	Fe	Ti	Mo	W	Al	Nb	C	B	Zr
fraction massique [%]	base	15.6	8.5	4.1	3.40	3.03	2.72	2.30	1.12	0.01	0.01	0.033

TAB. 7 : Composition chimique en fraction massique de la tranche de billette d'AD730TM.

La microstructure de la matière reçue est présentée dans la figure 29.

grain restauré

- allongé le long de la billette
- orientation cristallographique hétérogène
- précipités γ' secondaires plus gros que dans les grains recristallisés

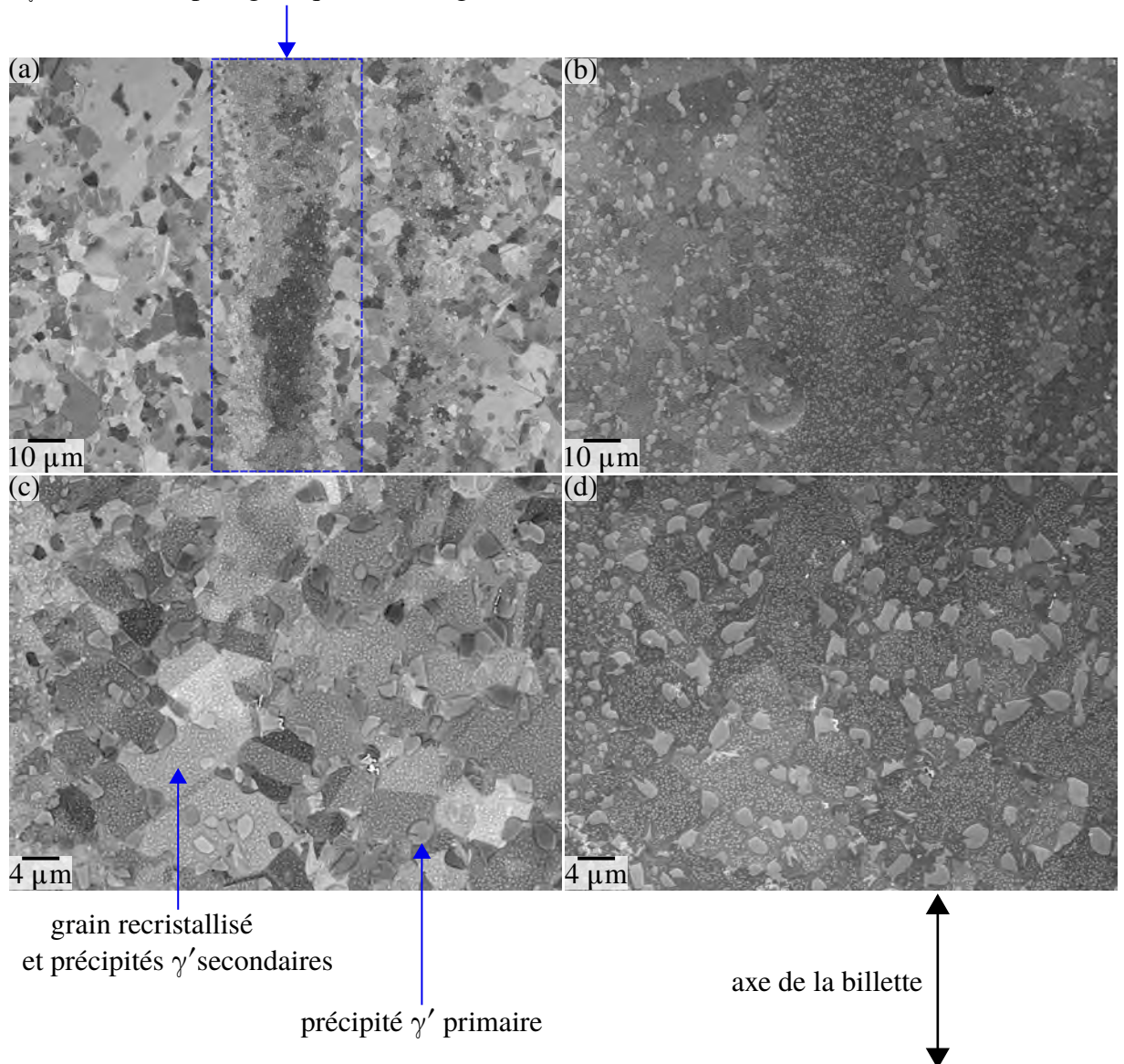


FIG. 29 : Microstructure de la matière reçue AD730™. (a, c) Grains, mûcles et précipités γ' primaires et secondaires. Images BSE. (b, d) Précipités γ' primaires et secondaires mieux visibles que dans (a, c) qui couvrent les mêmes zones respectives. Images SE-in-lens.

La microstructure de la matière reçue contient notamment des grains allongés le long de l'axe de la billette, dont l'orientation cristallographique est hétérogène (le signal BSE est hétérogène) et dont les précipités γ' secondaires formés sont plus gros par rapport à ceux des grains recristallisés. Ces grains ont été étudiés par Suzanne Vernier dans sa thèse dans le cadre de la chaire OPALE [89, 75, 90].

Conclusion

Deux superalliages base nickel sont étudiés : Inconel® 625 et AD730™. Ces deux alliages sont très différents du point de vue de la précipitation durcissante.

- Dans l'alliage AD730™, la phase γ' précipite tellement vite qu'elle est impossible à éviter (même lors d'une trempe depuis un état homogénéisé) et constitue une phase stable.
- Dans l'Inconel® 625 la phase γ'' précipite bien plus lentement et présente un caractère métastable en se transformant par la suite en phase δ stable. Dans la suite du manuscrit, nous nous concentrerons sur la phase γ'' .

Chapitre 2

Méthodes

Ce chapitre présente les méthodes utilisées dans la thèse. Les étapes expérimentales mises en oeuvre sont schématisées dans la figure 30. Chaque étape encadrée sur la figure 30 fait l'objet d'une section de ce chapitre. Les plans d'expérience seront présentés dans les chapitres 4 et 5 avant de

détailler les résultats correspondants.

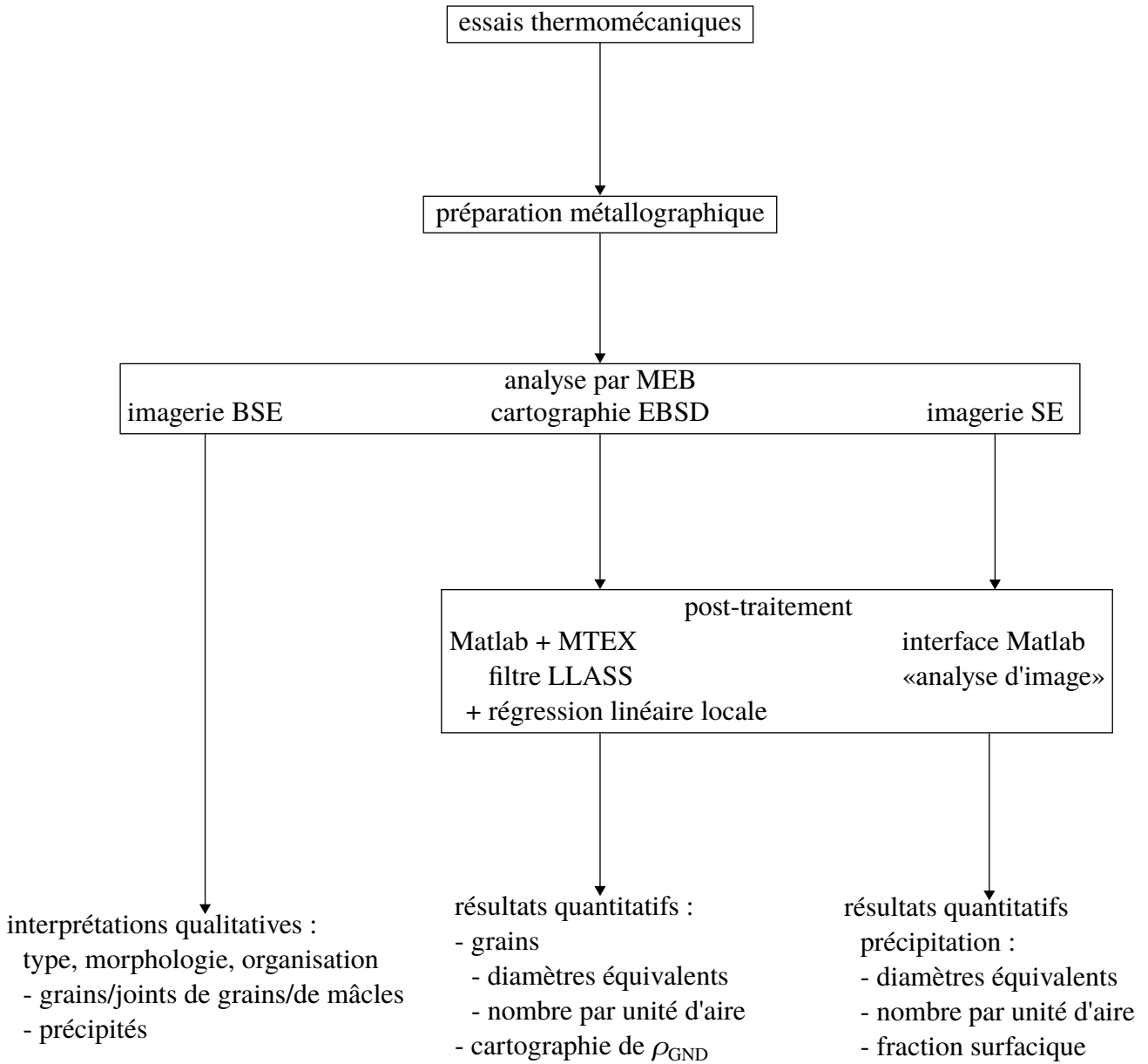


FIG. 30 : Étapes expérimentales mises en oeuvre.

2.1 Moyens d'essais thermomécaniques

Des essais mécaniques et thermomécaniques, ainsi que des traitements thermiques de précipitation ont été réalisés afin d'obtenir des microstructures avec différents niveaux de densités de dislocations (section 4.3 et 5.1.1), partiellement recristallisées dynamiquement (section 5.2.1) et déclencher la précipitation de la phase γ'' (section 4.3), l'évolution de précipités γ' existants (section 5.1.1).

Les dispositifs d'essais mécaniques, thermomécaniques et de traitement thermiques sont présentés dans la figure 31. Nous ne rentrerons pas dans le détail de leurs caractéristiques techniques.

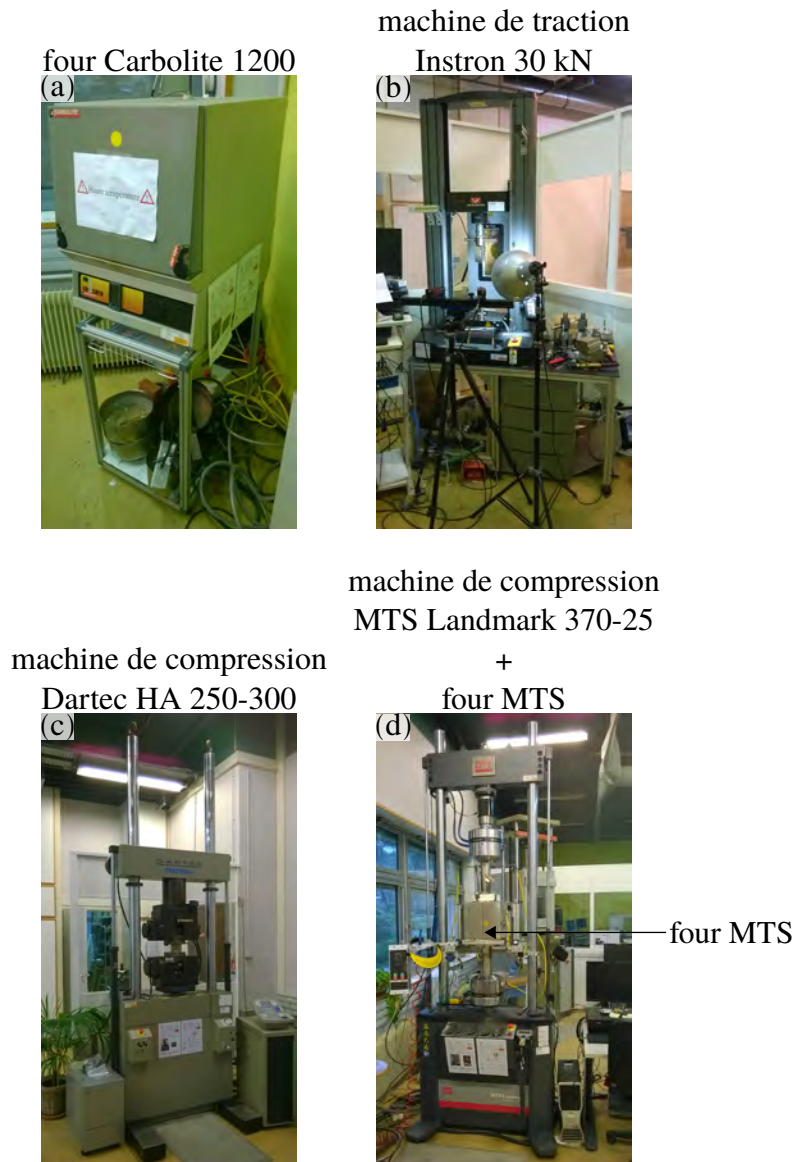


FIG. 31 : Dispositifs d'essais. (a) Four Carbolite 1200. (b) Instron 30 kN pour traction à température ambiante. (c) Dartec HA 250-300 pour compression à température ambiante. (d) MTS Landmark 370-25 équipée d'un four MTS pour compression à chaud.

Concernant le contrôle des températures lors d'essais de compression à chaud (MTS Landmark 370-25 équipée d'un four MTS, figure 31d), deux thermocouples sont utilisés pour mesurer la température, l'un sur l'outil supérieur et l'autre sur l'outil inférieur. Au début de chaque compression, les températures qu'ils affichent sont égales à celle visée. Leur précision absolue est de l'ordre de 5 °C.

Lors d'essais de compressions, les deux contacts entre le spécimen et les outils sont lubrifiés par du nitrure de bore Jelt .

Lorsque les valeurs de déformation et vitesse de déformation seront par la suite précisées pour chaque essai, elles désigneront respectivement la déformation équivalente plastique de Von Mises (par la suite abrégée «déformation») et la vitesse de déformation équivalente plastique de Von Mises (par la suite abrégée «vitesse de déformation»), où le matériau est considéré purement plastique *i.e.* en négligeant la déformation élastique (réversible à l'échelle du spécimen) devant la déformation plastique (irréversible à l'échelle du spécimen).

La vitesse de déformation équivalente plastique de Von Mises $\dot{\bar{\epsilon}}_p$ est définie comme suit :

$$\dot{\bar{\epsilon}}_p = \sqrt{\frac{2}{3} \cdot \left\| \underline{\underline{D}}_p \right\|^2}. \quad (2.1)$$

Dans l'équation 2.1, $\underline{\underline{D}}_p$ est le tenseur de vitesse de déformation plastique, défini comme la dérivée temporelle du tenseur de déformation plastique, lui-même défini comme la partie symétrique de la distorsion plastique (équation A.3). De même, $\left\| \underline{\underline{D}}_p \right\|^2$ désigne la norme euclidienne de $\underline{\underline{D}}_p$ [91] définie comme le produit doublement contracté de $\underline{\underline{D}}_p$ avec lui-même ¹.

La déformation équivalente plastique de Von Mises $\bar{\epsilon}_p$ est définie comme l'intégrale temporelle sur l'essai de la vitesse de déformation équivalente plastique de Von Mises.

1. si une base orthonormée est considérée, alors $\left\| \underline{\underline{D}}_p \right\|^2$ est la racine carrée de la somme des carrés des composantes de $\underline{\underline{D}}_p$

2.2 Moyens et protocole de préparation métallographique

Les équipements employés pour la préparation métallographique sont présentés dans la figure 32.

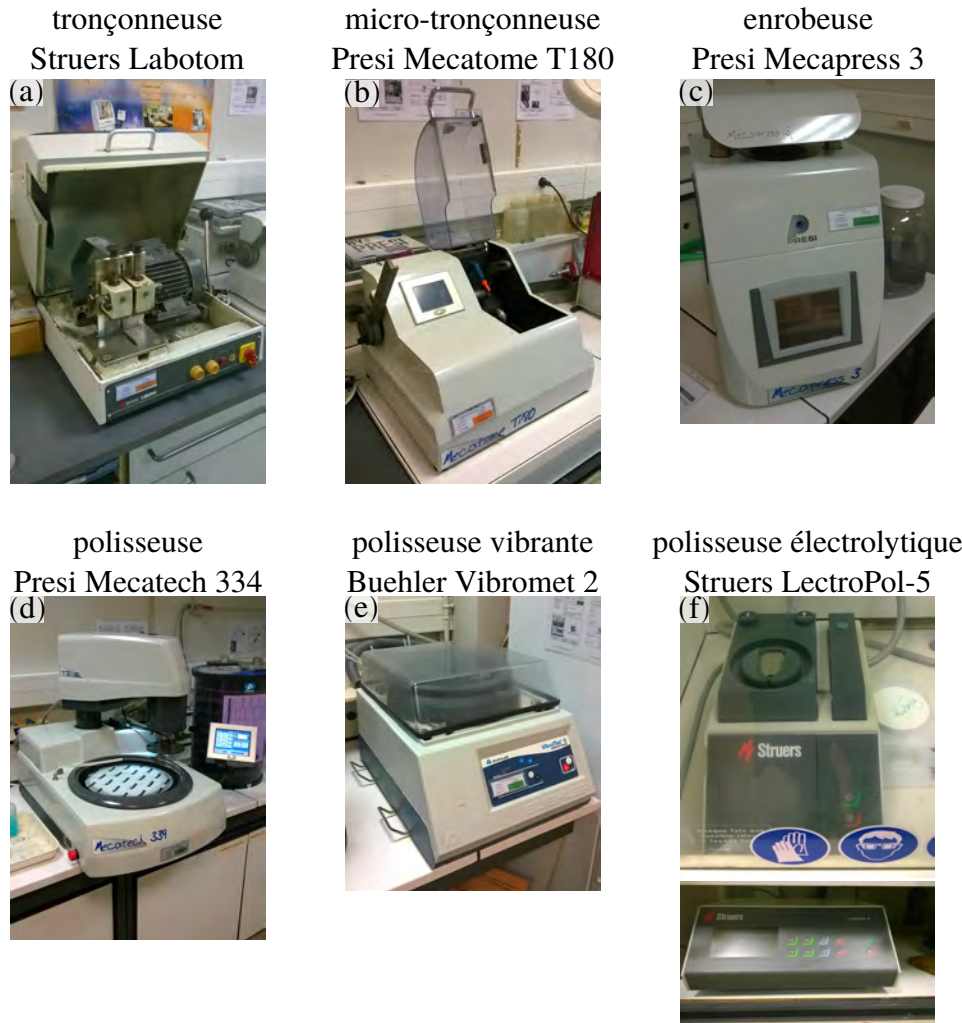
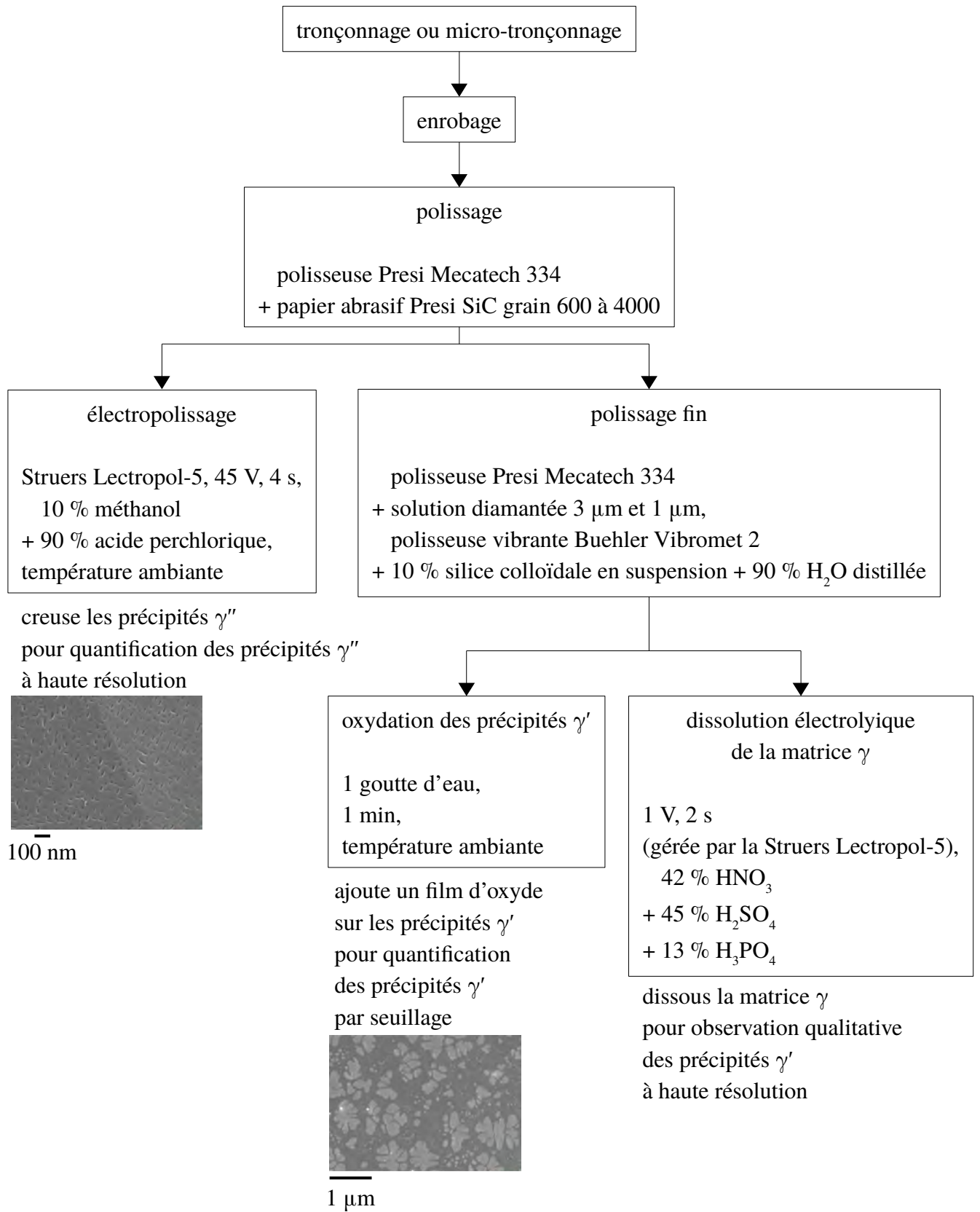


FIG. 32 : Équipements de préparation métallographique. (a) Tronçonneuse Struers Labotom. (b) Micro-tronçonneuse Presi Mecatome T180. (c) Enrobeuse Presi Mecapress 3. (d) Polisseuse Presi Mecatech 334. (e) Polisseuse électrolytique Struers LectroPol-5. (f) Polisseuse vibrante Buehler Vibromet 2.

Les étapes de préparation métallographique sont schématisées dans la figure 33.



précipités γ' dans l'AD730TM et a été mise au point dans la thèse de Malik Durand dans le cadre de la chaire OPALE.

Concernant la quantification des précipités γ'' (Inconel® 625) et γ' (AD730TM), il est important de préciser que dans l'optique d'analyses quantitatives des précipités, l'image doit idéalement représenter l'*intersection* de la matière par le plan de la surface polie. Cette configuration est rencontrée lorsque les précipités sont dissous [92]². Dans le cas de l'Inconel® 625, cette configuration est assurée puisque les précipités γ'' sont dissous par l'électropolissage. En revanche, le cas de l'alliage AD730TM mérite une explication. Dissoudre les précipités γ' est possible par une attaque chimique à l'eau régale (3/4 d'acide chlorhydrique et 1/4 d'acide nitrique en volume), cependant les images obtenues sont de qualité moyenne et inadaptées à un seuillage simple pour segmenter la matrice et les précipités γ' (qui existaient avant d'être dissous) [92]. Ainsi, au lieu de dissoudre les précipités γ' , il a été décidé d'obtenir un film d'oxyde sur les précipités γ' qui les révèle en relief par rapport à la matrice, en laissant une goutte d'eau pendant une minute. L'épaisseur de ce film d'oxyde permet de produire des images avec deux niveaux de gris (figure 33, sombre = γ , clair = γ'), très adaptées à un seuillage simple. Cette épaisseur a été estimée en prenant des images où l'échantillon était incliné à 45° et aboutit à une estimation entre 5 nm et 10 nm. Cette méthode simple utilisant une goutte d'eau a été mise au point pendant cette thèse.

2.3 Analyse par microscopie électronique à balayage

Les analyses microstructurales sont réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) Carl Zeiss Supra 40 (figure 34) équipé de systèmes EDS et EBSD Bruker. Les détecteurs utilisés sont présentés dans le tableau 8. Le MEB est piloté *via* le logiciel Carl Zeiss SmartSEM pour son

2. Cette configuration n'est en revanche pas assurée lorsque la matrice est dissoute, par exemple par la dissolution électrolytique

pilotage général et le logiciel Bruker Esprit 2.1 est utilisé pour l'acquisition de données EBSD.

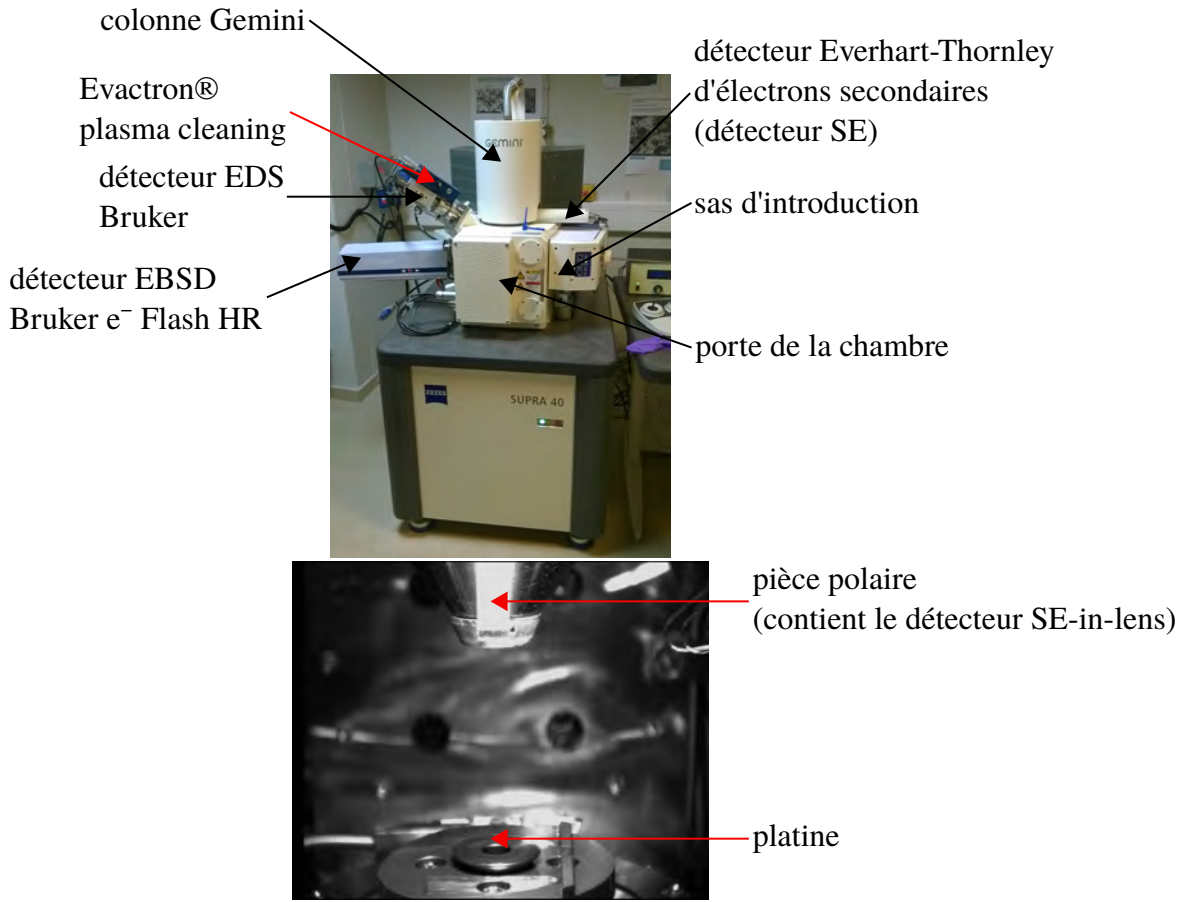


FIG. 34 : MEB Carl Zeiss Supra 40 : vues (a) extérieure et (b) intérieure de la chambre.

notation	conditions de MEB	information recueillie
SE-in-lens	tension d'accélération 1–15 kV diamètre de diaphragme 30 μm distance de travail 2–4 mm	topologie de surface haute résolution
BSE	tension d'accélération 7.5–15 kV diamètre de diaphragme 60 μm distance de travail 10 mm	composition chimique orientation cristallographique
SE (type Everhart-Thornley [1])	tension d'accélération 15 kV diamètre de diaphragme 60 μm distance de travail 15 mm	topologie de surface
détecteur EBSD	tension d'accélération 15 kV diamètre de diaphragme 120 μm distance de travail 15 mm	diagramme de Kikuchi

TAB. 8 : Détecteurs utilisés sur le MEB. SE = électrons secondaires, BSE = électrons rétrodiffusés.

Dans la suite de cette section, nous présentons les trois principaux types d'analyses effectuées pendant la thèse.

2.3.1 Imagerie BSE

Deux exemples d'images BSE sont présentés dans la figure 35. Le signal BSE dépend de la composition chimique, ce qui permet de distinguer différentes phases selon leur numéro atomique moyen. Le signal BSE dépend également de l'orientation cristallographique en raison de la canalisation d'électrons incidents, ce qui permet de distinguer, au sein d'une même phase, en l'occurrence dans la matrice, différents grains et mâcles (figures 35(a, b)), voire des hétérogénéités intragranulaires d'orientation cristallographique (figure 35b). Ainsi, l'imagerie BSE permet d'observer de manière globale et dans une seule image la microstructure, du point de vue de la répartition des phases précipitées et de la structure de grains et mâcles, voire hétérogénéités intragranulaires d'orientation cristallographique, dans la matrice.

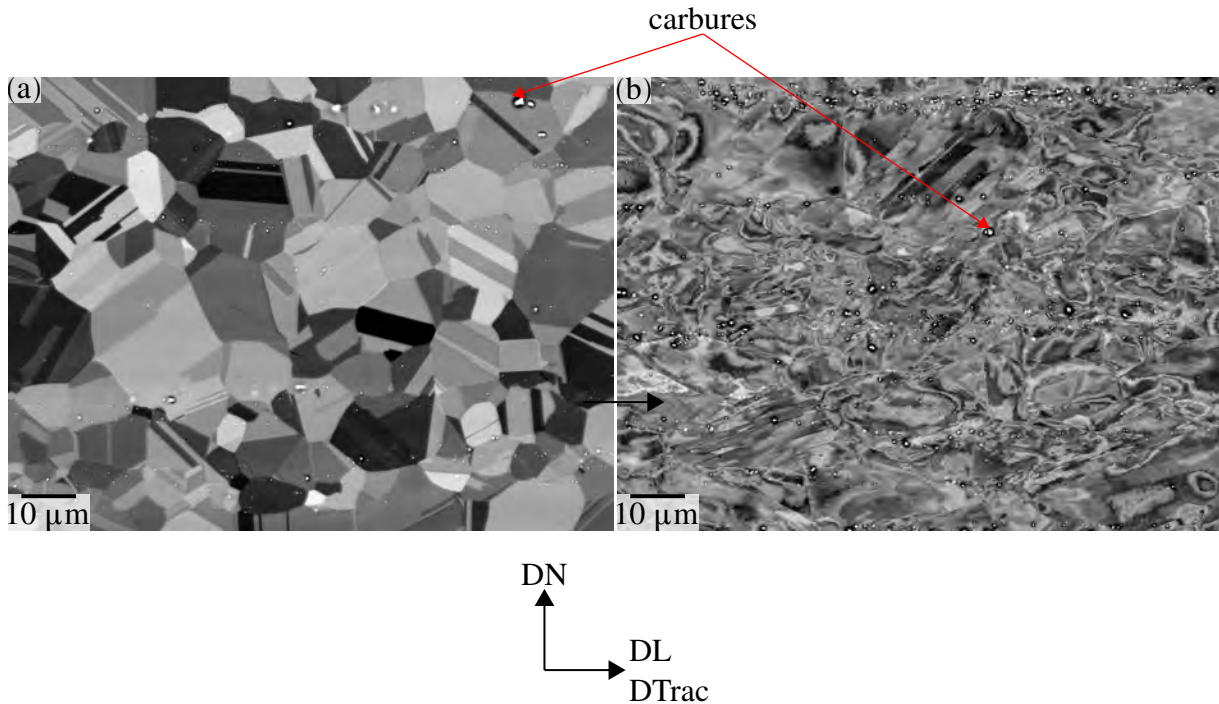


FIG. 35 : (a) Image BSE montrant la structure de grains et mâcles de la matrice, et des carbures. État initial de l'Inconel® 625. (b) Image BSE montrant la structure de grains et mâcles déformés de la matrice, ainsi que des hétérogénéités intragranulaires d'orientation cristallographique. État H + ϵ_{40} de l'Inconel® 625 (état initial déformé en traction à 40 % à température ambiante, défini dans la section 4.3). DTrac désigne la direction de traction. DL et DN désignent respectivement la direction de laminage et la direction normale.

2.3.2 Imagerie SE-in-lens

Des exemples d'image SE-in-lens sont présentés dans la figure 36. Le signal d'électrons secondaires collecté dépend de la topologie de surface, ce qui permet d'exploiter cette dernière créée par le polissage électrolytique (γ'' dissous dans l'Inconel® 625) ou l'oxydation par la goutte d'eau (film d'oxyde sur les précipités γ' dans l'alliage AD730™) (voir figure 36). Cela permet d'observer qualitativement les précipités mais aussi d'obtenir des images adaptées à un seuillage des niveaux de gris

pour segmentation matrice/précipités et analyses quantitatives sur les précipités ainsi identifiés.

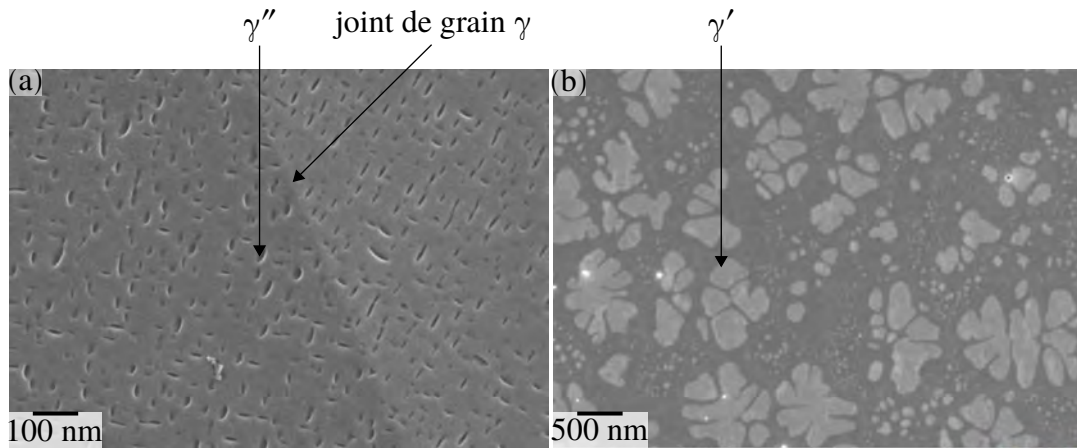


FIG. 36 : Images SE-in-lens montrant l'état de précipitation (a) γ'' de l'Inconel® 625 dans l'état H + V₁₀₀ (défini dans la section 4.3) et (b) γ' dans l'état T₄₀₀ (définis dans les sections 5.1.1 et 5.2.1) de l'alliage AD730™.

2.3.3 Cartographie EBSD

Lors de l'acquisition d'une cartographie d'orientation cristallographique par EBSD, le faisceau d'électrons parcourt la surface d'analyse (d'où le terme «cartographie») point après point sur une grille (carrée pour les analyses effectuées dans la thèse) dont le pas est choisi par l'opérateur. Par la suite, le terme «grille» désigne la grille de la cartographie EBSD. Pour chaque point de la surface d'analyse, le diagramme de Kikuchi collecté sur le détecteur EBSD est (si possible) indexé par rapport au cristal étudié (sauf mention contraire, celui de la matrice) afin d'en déduire son orientation cristallographique. La cartographie d'orientation cristallographique sur la zone analysée permet de distinguer dans la matrice différents grains et mâcles, voire des hétérogénéités intragranulaires d'orientation cristallographique, comme en imagerie BSE, mais permet leur analyse quantitative. Afin d'alléger le mémoire, le principe de la technique EBSD, désormais bien connue, n'est pas rappelé. Le post-traitement des données et les modes de représentation adoptés feront en revanche l'objet de la section 2.4.2.

2.4 Post-traitement

Cette section est consacrée au post-traitement des images SE-in-lens et des cartographies EBSD. L'objectif de ce post-traitement est d'accéder à des informations quantitatives décrivant l'état matériau et que nous classons en deux familles. La première famille est associée à la structure de précipitation. Le principe utilise l'analyse d'images telles que celles présentées dans la figure 36 par une interface utilisateur Matlab développée dans la thèse. La seconde famille est la structure de grains et mâcles, des joints associés (défauts surfaciques) et dislocations (défauts linéiques). Le principe utilise des analyses EBSD telles que celles présentées dans la figure 38 et leur post-traitement sous le logiciel Matlab [93] avec la boîte à outils *open source* MTEX [94] et une boîte à outils s'intégrant à Matlab et MTEX et développée dans la thèse.

2.4.1 Imagerie SE-in-lens

Les images SE-in-lens de précipités sont post-traitées afin de segmenter la matrice et les précipités et décrire ces derniers de manière quantitative. Afin de post-traiter ces images de manière rapide et efficace, une interface, nommée «analyse d'image» par la suite, a été développée sous la forme d'une

boîte à outils s'intégrant à Matlab. Celle-ci prend en entrée un nombre quelconque d'images expérimentales et les grossissements associés, rentrés de manière interactive dans Matlab via des fenêtres de dialogue et fournit en sortie les données suivantes.

- Les images d'entrée avec les précipités identifiés coloriés en semi-transparence, ce qui permet une vérification visuelle par l'opérateur.
- La liste des diamètres équivalents des précipités, où le diamètre équivalent d'un précipité est celui du disque dont l'aire est égale à celle du précipité sur l'image. Les précipités en contact avec au moins un bord de l'image sont tronqués et il est donc impossible de connaître leur diamètre équivalent réel, c'est pourquoi leurs diamètres équivalents ne sont pas considérés, notamment pour le calcul de la moyenne et de la distribution (section 2.4.2.7).
- Diverses quantités telles que la fraction surfacique de précipités, le nombre de précipités par unité d'aire, le périmètre de précipités par unité d'aire. Pour ces dernières, les précipités en contact avec le(s) bord(s) de l'image sont considérés.
- Un fichier texte résumant les résultats clés : diamètre équivalent moyen, fraction surfacique de précipités, nombre de précipités par unité d'aire et nombre de précipités identifiés (sans compter ceux touchant le bord de l'image). Les trois premières quantités décrivent l'état de précipitation et la dernière quantité permet d'évaluer le caractère statistique du post-traitement.

L'interface réalise automatiquement une égalisation adaptative d'histogramme par la fonction Matlab *adaphisteq* [95]. L'égalisation d'histogramme applique une fonction sur les niveaux de gris qui fournit une image dont l'histogramme est le plus constant possible. Le caractère adaptatif traduit le fait que l'opération s'applique à des sous-carrés de l'image suivi d'une fusion des résultats. Ceci permet de gérer une image dont l'histogramme est hétérogène, par exemple si un gradient de niveau de gris est présent sur l'arrière-plan (la matrice).

La fonctionnalité la plus utilisée de l'interface est le seuillage des images par niveaux de gris de manière automatique (seuillage d'Otsu [96]) en laissant à l'utilisateur la possibilité de changer manuellement le seuil par un curseur où l'image seuillée est rafraîchie en direct. D'autres fonctions permettent par exemple d'éliminer les précipités contenant moins de pixels qu'un nombre choisi par l'utilisateur (en appelant notamment la fonction Matlab *bwareaopen* [97]). D'autres fonctionnalités permettent de retirer manuellement des précipités en cliquant dessus ou ajouter/retirer manuellement à précipités des zones de manière interactive en dessinant un polygone (en appelant notamment la fonction Matlab

roipoly [98]).

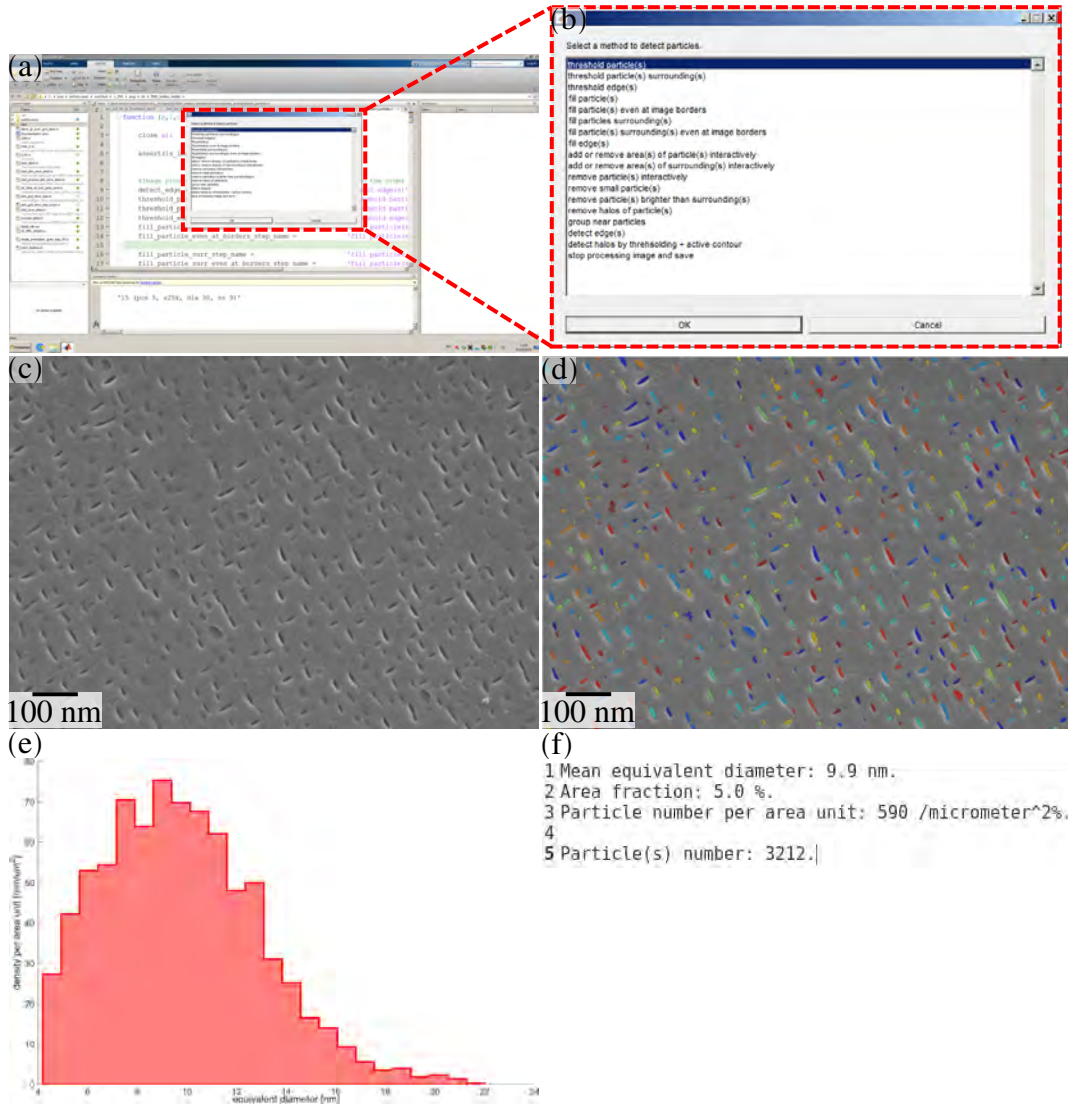


FIG. 37 : Interface «analyse d'image» développée pendant la thèse. (a) Capture d'écran lors de l'utilisation. (b) Zoom sur le menu de sélection de l'étape suivante de traitement d'image. (c) Donnée d'entrée. Image de précipités. Précipitation γ'' dans l'état H + V₅₀₀ (défini dans la section 4.3) de l'alliage Inconel® 625. Image SE. (d) Donnée de sortie. Précipités identifiés coloriés en semi-transparence pour vérification visuelle par l'utilisateur. (e) Donnée de sortie. Figure de la distribution de diamètre équivalent des précipités identifiés en densité (section 2.4.2.7) et par unité d'aire. (f) Donnée de sortie. Fichier texte résumant les résultats clés.

2.4.2 Cartographies EBSD

2.4.2.1 Mode de représentation

Les cartographies d'orientation cristallographiques sont représentées par un code couleur lié à une direction *macroscopique* choisie (en général reliée à l'historique du matériau, par exemple la direction de laminage), où une couleur correspond à la direction *cristallographique* parallèle à cette direction macroscopique telle que définie dans le triangle standard. Ainsi, le mode de représentation, dont un exemple est présente dans la figure 38, requiert trois éléments pour être complet : (1) l'orientation

macroscopique choisie, (2) le triangle standard et (3) la cartographie d'orientation cristallographique.

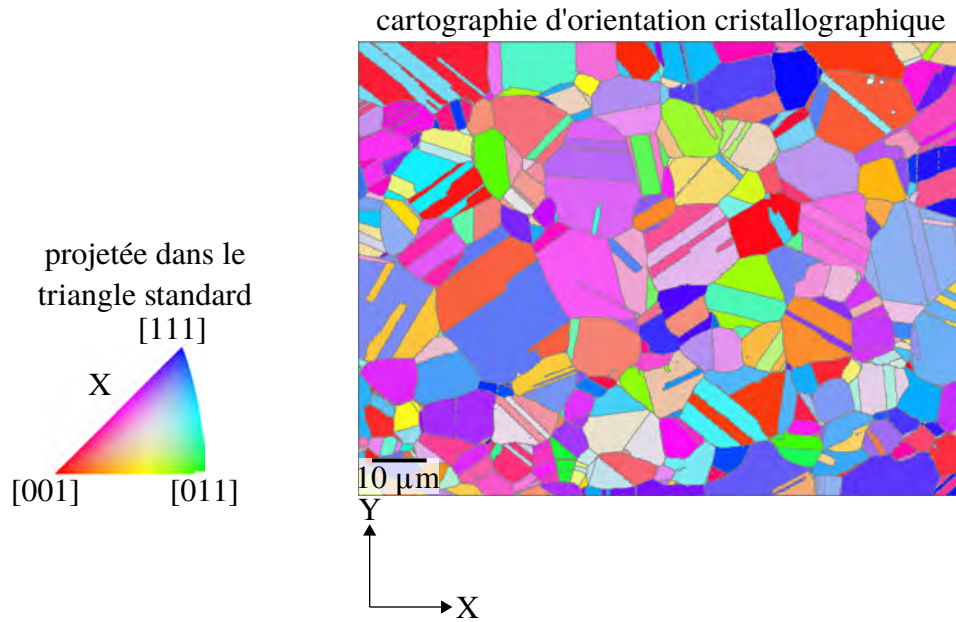


FIG. 38 : Représentation d'une cartographie d'orientation cristallographique EBSD où le code couleur est défini par rapport à la direction macroscopique X. État initial de l'Inconel® 625. Zone identique à celle présentée dans la figure 35. X et Y représentent des directions macroscopiques et seront indiquées par rapport à l'historique du matériau dans chaque figure. X est également l'axe de rotation de la platine pour l'analyse EBSD.

2.4.2.2 Joints de mâcles

Les joints de mâcles sont identifiés par la méthode MTEX *isTwinning* de la classe `<grainBoundary>` avec une tolérance de 5° en angle de désorientation avec la relation de mâcle théorique (rotation de 60° autour de la direction $\langle 111 \rangle$). La tolérance de 5° est suffisamment élevée pour compenser les erreurs de mesure de l'analyse EBSD. En effet, elle est supérieure au double (pour tenir compte du cumul d'erreur sur les deux orientations) de 0.5° qui est l'ordre de grandeur de fluctuation de la mesure autour de l'orientation cristallographie réelle [99, 100, 101, 102, 103].

2.4.2.3 Joints de grains et grains

Les joints de grains sont identifiés en deux étapes.

1. Un seuil ϑ_{GB} d'angle de désorientation est fixé et la fonction MTEX *calcGrains* est utilisée avec ϑ_{GB} en argument d'entrée pour identifier les joints de grains. Le fonctionnement de *calcGrains* est détaillé dans [104]. Sauf mention contraire, $\vartheta_{GB} = 10^\circ$ est choisi. Cette valeur est sélectionnée car elle apparaît comme un compromis satisfaisant après vérifications manuelles. En effet, cette valeur est suffisamment élevée pour considérer les sous-structures de désorientation comme des phénomènes intragranulaires et suffisamment basse pour considérer les joints de grains comme des caractéristiques intergranulaires. Avec ce critère, un grain est donc défini comme un ensemble de points respectant une désorientation maximale de ϑ_{GB} de proche en proche.
2. Une correction des résultats de la première étape est appliquée. En effet, des joints de mâcle, déjà été identifiés par la méthode dédiée décrite dans la section 2.4.2.2, sont interprétés par l'étape 1 comme des joints de grains. Dans ce cas, les domaines séparés par un tel joint de mâcle sont fusionnés en un seul grain au moyen de la fonction MTEX *merge*. Les joints de grains associés

sont ensuite redéfinis, c'est-à-dire que les joints de grains fins sont en fait les joints de grains identifiés lors de l'étape 1, auquel les joints de mâcles sont retirés. Le grain devient donc un ensemble de points voisins respectant une désorientation maximale de ϑ_{GB} de proche en proche ou en relation de mâcle.

On définit le diamètre équivalent d'un grain comme le diamètre du disque dont l'aire est égale à celle de ce grain. Les grains en contact avec au moins un bord de la cartographie EBSD sont tronqués et il est donc impossible de connaître leur diamètre équivalent réel, c'est pourquoi leurs diamètres équivalents ne sont pas considérés, notamment pour le calcul de la moyenne et de la distribution (section 2.4.2.7). En revanche, les grains en contact avec au moins un bord de l'image sont considérés pour le calcul du nombre de grains par unité d'aire et de la fraction surfacique.

2.4.2.4 Cristallite

Une cristallite est un ensemble de points non séparés par un joint de mâcle ou un joint de grain. En d'autres termes, une cristallite est un grain tel que défini à l'étape 1 dans la section 2.4.2.3. La notion de cristallite sera utilisée dans le calcul de la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) pour définir le voisinage d'un point de la grille (voir section 3.3.1).

2.4.2.5 Description quantitative des grains

Une fois identifiés (selon la méthode présentée dans la section 2.4.2.3), les grains peuvent être décrits de manière quantitative par les diamètres de disques équivalents (par la suite abrégé «diamètres équivalents»), le diamètre équivalent moyen et le nombre de grains par unité d'aire. Selon l'état matériau étudié, plusieurs types de grains sont définis selon notamment leur niveau de densité de GND (section 2.4.2.6). La fraction surfacique occupée par un type de grain peut alors être utilisée, tout comme le diamètre équivalent moyen ou le nombre de grains par unité d'aire de chaque type de grain.

2.4.2.6 Description quantitative des dislocations géométriquement nécessaires (GND)

Le principe utilisé pour quantifier les dislocations est le suivant. Les dislocations peuvent générer des hétérogénéités d'orientation cristallographique qui sont mesurables par EBSD si les dislocations sont suffisamment nombreuses. Des cartographies d'orientation par EBSD permettent de décrire ces hétérogénéités et ainsi les dislocations associées. Cette démarche est appliquée pour quantifier de manière locale les dislocations, c'est-à-dire en chaque point de la grille. La figure 39 illustre le principe à la base de ces analyses.

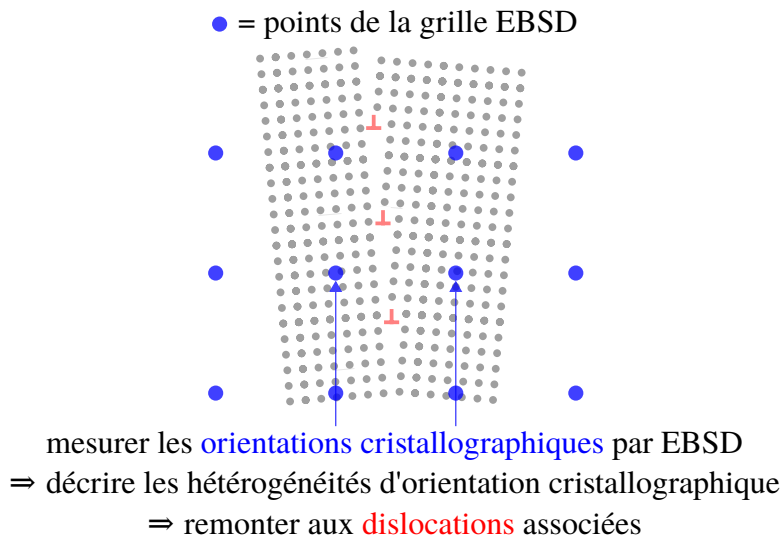


FIG. 39 : Principe utilisé pour quantifier les dislocations. Mesurer les orientations cristallographique par cartographie EBSD et relier le gradient d'orientation à la densité de dislocations géométriquement nécessaires. Schéma inspiré de [105].

Pour décrire quantitativement les dislocations, la notion de densité de dislocations est utilisée. La densité de dislocations $\rho(M)$ en un point M du matériau est définie par :

$$\rho(M) = \frac{\mathcal{L}(\mathcal{D}(M))}{V(\mathcal{D}(M))} \quad (2.2)$$

où $\mathcal{D}(M)$ est un domaine de matériau à l'échelle mésoscopique, c'est-à-dire infiniment plus petite que l'échelle d'étude qui est l'échelle statistique de la microstructure et infiniment plus grande que l'échelle atomique de la dislocation physique (figure 40) $\mathcal{L}(M)$ est la longueur de lignes de dislocations dans $\mathcal{D}(M)$ et $V(\mathcal{D}(M))$ le volume de $\mathcal{D}(M)$.

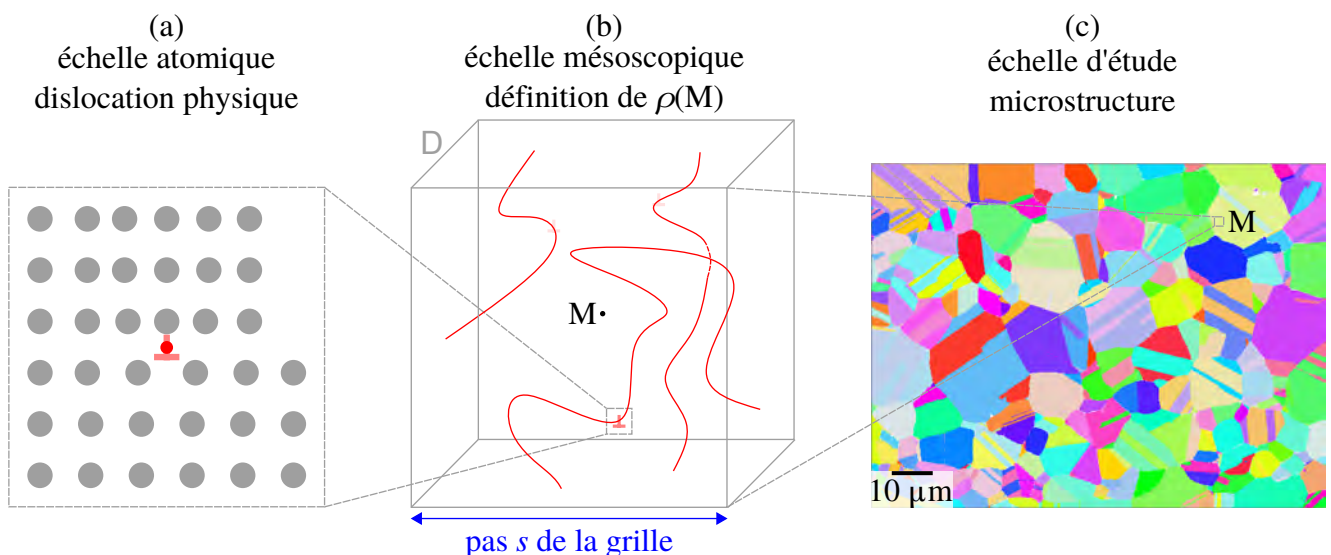


FIG. 40 : (a) échelle atomique de la dislocation physique, (b) échelle mésoscopique de la définition de la densité de dislocations $\rho(M)$ au point M et (c) échelle d'étude de la microstructure.

Une désorientation mesurée par EBSD pour la grille utilisée résulte de l'effet cumulatif de plusieurs dislocations que l'on qualifie alors de «dislocations géométriquement nécessaires» (GND). Les

dislocations dont les effets se compensent sont quant à elles appelées «dislocations statistiquement stockées» et par définition ne peuvent donc pas être capturées par cette méthode. Cette décomposition amène à la définition de la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) ρ_{GND} et de la densité de dislocations statistiquement stockées ρ_{SSD} (comme les longueurs de catégories respectives de dislocations par unité de volume mésoscopique de matériau), qui vérifient donc :

$$\rho = \rho_{\text{GND}} + \rho_{\text{SSD}}. \quad (2.3)$$

Dans la suite du manuscrit, seules les GND seront donc quantifiées, à travers la densité de GND ρ_{GND} . Au sujet du vocabulaire, le terme de dislocations sera utilisé pour traduire un point de vue global (en considérant l'ensemble des dislocations physiques), alors que l'expression «dislocations géométriquement nécessaires» (GND) sera spécifiquement associée aux quantifications (par la densité de GND).

La figure 41 montre également que pour une même surface analysée par EBSD, le statut GND/SSD d'une dislocation physique dépend de la position des points de la grille. En particulier, le pas de la grille EBSD influe sur la densité de GND : lorsque le pas augmente, de plus nombreuses dislocations physiques produisent des effets qui se compensent entre deux points de la grille et sont alors des SSD, donc la densité de GND diminue. C'est pourquoi dans toute la thèse, les analyses EBSD pour lesquelles des cartographies de densité de GND sont comparées entre elles sont réalisées avec un pas identique. Ce pas est choisi inférieur à la taille caractéristique des sous-structures (figure 41) pour capturer un maximum de dislocations physiquement présentes en les détectant comme des GND. Cependant, le pas ne doit pas diminuer excessivement, car cela induit les deux phénomènes suivants :

- les orientations cristallographiques réelles sont de plus en plus proches entre voisins, donc les désorientations cristallographiques réelles entre voisins sont de plus en plus faibles,
- les fluctuations (*i.e.* bruit) des orientations cristallographiques mesurées conservent le même niveau, donc les fluctuations (*i.e.* bruit) des désorientations cristallographiques entre voisins calculées à partir de ces dernières conservent le même niveau.

Ainsi, lorsque le pas diminue, les désorientations cristallographiques calculées entre voisins (à la base du calcul de la densité de GND) à partir des orientations cristallographiques mesurées, contiennent une part croissante de fluctuations, en d'autres termes leur rapport signal/bruit diminue.

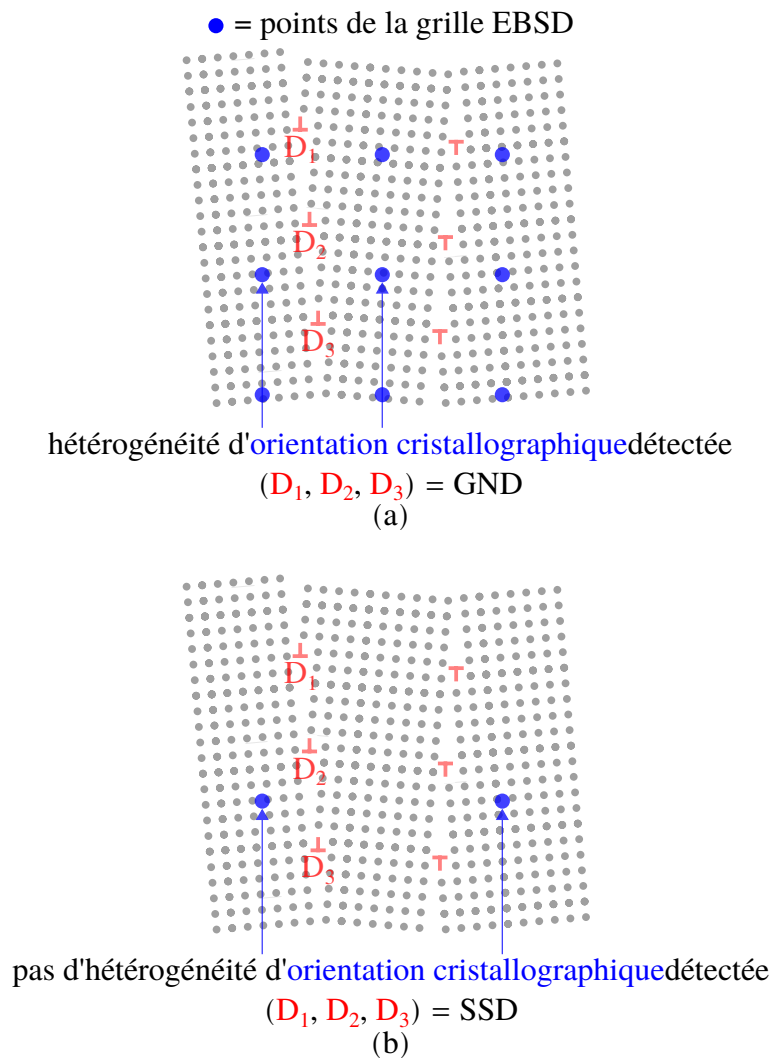


FIG. 41 : Effet du pas de la grille EBSD sur la détection (GND) ou non (SSD) de dislocations physiquement présentes. En fonction du pas de la grille de la cartographie EBSD, l'orientation cristallographique apparaît (a) hétérogène, révélant les dislocations qui sont alors des GND, ou (b) homogène, masquant les dislocations qui sont alors des SSD.

La densité de GND est calculée en chaque point d'une cartographie EBSD. La méthode utilisée pour cette opération, incluant la régression linéaire locale (RLL) développée dans la thèse, est présentée dans la section 3.3.1. En outre, le bruit de mesure expérimental (par la suite appelé «bruit d'orientation») des données EBSD affecte les orientations cristallographiques mesurées et se propage à la densité de GND calculée. C'est pourquoi un filtre nommé *local linear adaptation of smoothing splines* (LLASS) a été développé pour atténuer l'effet du bruit d'orientation spécifiquement pour le calcul de la densité de GND. Ce filtre est présenté dans la section 3.3.2. De manière plus générale, l'origine physique du bruit d'orientation, la méthode développée pour calculer la densité de GND à partir de données EBSD et le filtre LLASS sont détaillés dans le chapitre 3.

Afin de produire une information plus condensée, la densité de GND moyennée par grain $GA\rho_{\text{GND}}$ est calculée en moyennant les valeurs de densité de GND aux points appartenant ce grain. Les résultats typiques de cette approche sont présentés dans la figure 42.

Les opérations décrites ci-avant sont réalisées à l'aide d'une boîte à outils «post-traitement EBSD» développée dans la thèse. Cette boîte à outil s'intègre au logiciel Matlab et à la boîte à outils MTEX.

Sauf mention contraire, les cartographies de densité de GND et densité de GND moyenne par grain utilisées sont calculées à partir des cartographies d'orientation cristallographique résultant du filtre LLASS. Un exemple de l'effet du filtre LLASS sur les cartographies de densité de GND et densité

de GND moyenne par grain est présenté dans la figure 42.

Inconel 625 état matériau initial

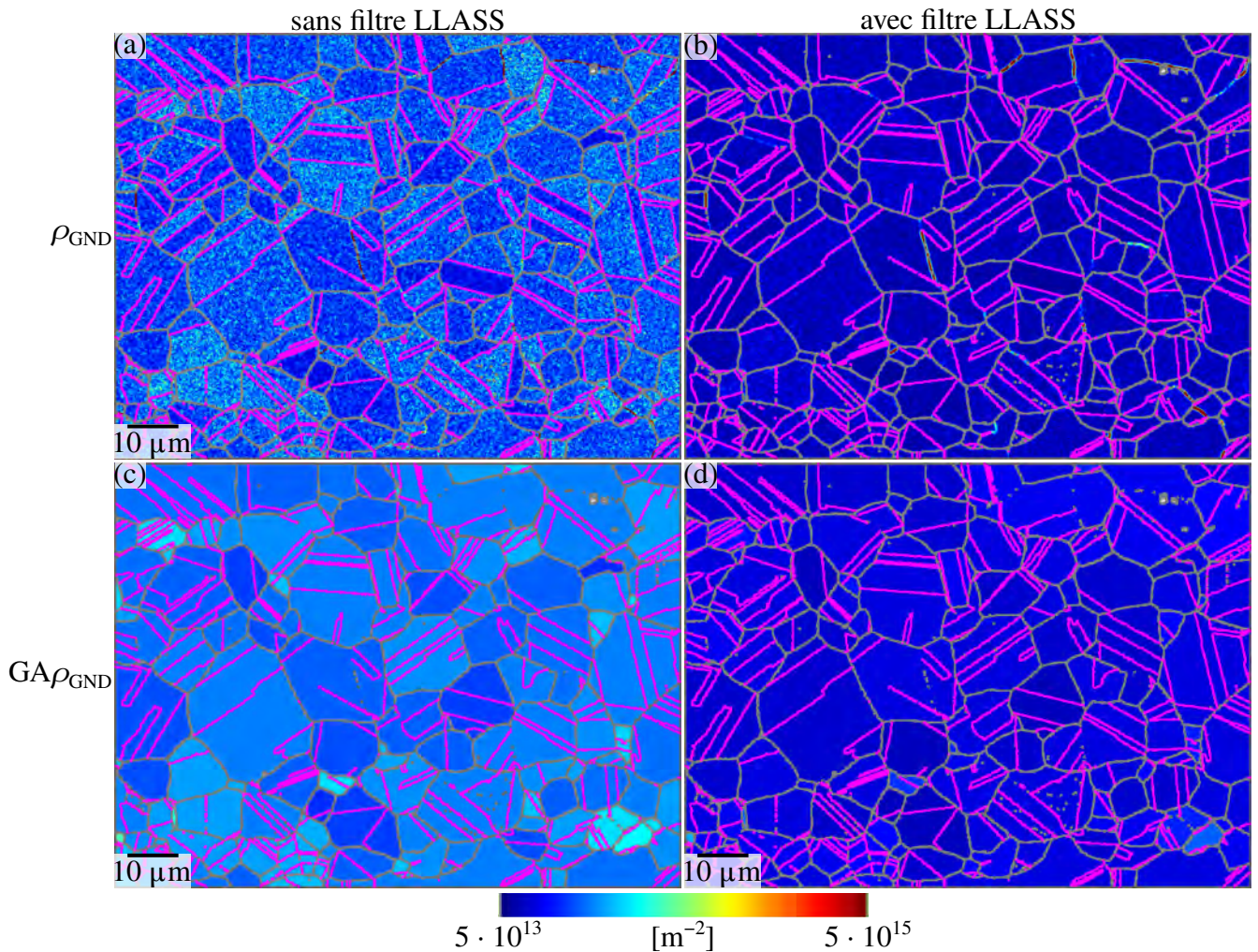


FIG. 42 : Cartographies de (a, b) densité de GND (ρ_{GND}) et (c, d) densité de GND moyenne par grain ($GA\rho_{\text{GND}}$). Dans (a) et (c) la cartographie EBSD utilisée est la cartographie EBSD brute. Dans (b) et (d) la cartographie EBSD considérée est la cartographie EBSD brute sur laquelle a été appliquée le filtre LLASS. Les joints de mâcles sont magenta et les joints de grain sont gris. État initial de l’Inconel® 625. Zone identique à celle présentée dans les figures 35 et 38.

2.4.2.7 Représentation sous forme d’histogramme

Cette section définit la méthode de représentation choisie sous forme d’histogramme des grandeurs quantifiées.

La distribution d’un ensemble de valeurs est son histogramme tracé en densité et à largeur de classe uniforme. Le fait de tracer en densité est défini de la manière suivante : pour un ensemble de valeurs, l’intégrale de la distribution d’une valeur v_1 à une autre v_2 (où $v_1 < v_2$) est égale au nombre de valeurs entre v_1 et v_2 (*countdensity* dans [106]). Ceci signifie qu’en pratique, la hauteur d’une classe est le nombre de valeur de la classe divisée par sa largeur. Tracer les distributions en densité permet de rendre la hauteur des classes indépendante de la largeur de classe. Ceci permet de comparer des distributions dont les largeurs de classes sont différentes. La largeur de classe est choisie par l’opérateur et doit être suffisamment fine pour représenter les tendances réelles et suffisamment large pour lisser

les fluctuations de mesures. La largeur de classe est calculée d'après le critère de Scott [107]:

$$h = \frac{2 \cdot 3^{\frac{1}{3}} \cdot \pi^{\frac{1}{6}} \cdot \sigma}{n^{\frac{1}{3}}}. \quad (2.4)$$

où n est le nombre de valeurs et σ est l'estimateur (corrigé) de l'écart-type [108] des valeurs suivant :

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i \in \{1;2;\dots;n\}} (v_i - \bar{v})^2}{n - 1}}. \quad (2.5)$$

où $\{v_i\}_{i \in \{1;2;\dots;n\}}$ est l'ensemble des valeurs et \bar{v} leur moyenne.

Conclusion

Le travail de thèse se base sur des données expérimentales mesurées par différentes techniques de microscopie électronique à balayage (imagerie BSE, imagerie SE-in-lens et cartographie EBSD) et post-traitées par des outils développés dans la thèse :

- une interface Matlab pour l'analyse d'images de précipités,
- une méthode de calcul de la densité de GND en chaque point d'une cartographie EBSD et le lissage de cartographies EBSD spécifiquement pour le calcul de la densité de GND.

Ces outils sont par ailleurs déployés à l'échelle de l'équipe MSR au CEMEF en utilisant le logiciel de gestions de versions Git [109] (dépôt GitLab).

Chapitre 3

Quantification de la densité de GND à partir de cartographies EBSD par régression linéaire locale (RLL) et lissage par *local linear adaptation of smoothing splines (LLASS)*

Une méthode de calcul de la cartographie de densité de GND à partir d'une cartographie d'orientation cristallographique est proposée, en introduisant une régression linéaire locale (RLL). La RLL traduit la définition théorique du gradient d'orientation dans un milieu continu, en une formulation pratique applicable à des données discrètes comme la grille d'une analyse EBSD. Une implémentation des *smoothing splines* (SS), nommée *local linear adaptation of smoothing splines* (LLASS) est ensuite développée pour réduire l'effet du bruit expérimental d'orientation cristallographique dans les cartographies EBSD sur le calcul de la densité de GND. Cette implémentation est orientée vers le calcul de la densité de GND et utilise en particulier la RLL à cet effet, qui est ainsi au coeur de l'approche globale proposée afin de quantifier la densité de GND. Le filtre LLASS présente deux avantages par rapport à l'implémentation classique des SS : (1) il permet une calibration intuitive du compromis entre fidélité et lissage par rapport à la cartographie d'orientation cristallographique brute, et (2) il peut être appliqué indifféremment aux grilles carrées et hexagonales, ainsi qu'aux données 2D et 3D EBSD. Dans ce chapitre, le filtre LLASS est appliqué sur (1) un joint de faible désorientation simulé avec une grille carrée et corrompu par un bruit d'orientation artificiel et (2) des données EBSD expérimentales acquises avec une grille carrée sur un spécimen partiellement recristallisé d'alliage AD730™. Le filtre LLASS lisse l'effet du bruit d'orientation sur la densité de GND tout en préservant de manière raisonnable les structures réelles de GND. De plus, les résultats sont comparés à ceux des filtres disponibles dans la boîte à outils MTEX.

3.1 État de l'art du principe de l'estimation de densité de GND à partir de cartographies EBSD

L'accumulation de dislocations dans un cristal produit des déformations et des rotations de réseau cristallin. Une telle rotation du réseau cristallin est appelée une désorientation intragranulaire. La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) permet de cartographier l'orientation cristallographique, par la suite abrégée «orientation» dans ce chapitre, en analysant les diagrammes de diffraction de Kikuchi collectés sur un détecteur EBSD pour chaque point d'une grille discrète régulière (carrée ou hexagonale) à la surface de l'échantillon. L'analyse classique effectuée par la transformée de Hough [103, 110] pour détecter les positions des bandes de Kikuchi dans les diagrammes de diffraction fournit des informations sur les orientations locales des cristaux. Les déformations élastiques du cristal peuvent également être quantifiées à partir de données EBSD, mais cela nécessite des tech-

niques de traitement avancées, telles que la corrélation croisée des clichés de diffraction [111, 112]. Dans le présent travail, l'analyse classique basée sur la transformée de Hough est utilisée, de sorte que seules les rotations du réseau cristallin sont considérées. Une désorientation d'une orientation à une autre est définie comme la rotation qui permet d'aligner les deux bases de référence cristallines. En raison de la symétrie cristallographique, une désorientation physique peut en fait être décrite par un ensemble de rotations équivalentes. Par convention, la représentation considérée est celle avec le plus petit angle de désorientation et l'axe contenu dans le triangle standard.

Des désorientations intragranulaires peuvent être utilisées pour estimer la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND). Les GND sont les dislocations dont les effets cumulatifs en termes de rotation du réseau cristallin pour la grille considérée, sont détectables. Une seule dislocation induit une distorsion locale du réseau qui ne peut pas être mesurée en EBSD en raison des résolutions angulaire et spatiale de la technique. Le système EBSD conventionnel est capable de détecter des désorientations de 0.5° environ. Cet angle peut être obtenu en cumulant les distorsions induites par de nombreuses dislocations individuelles. Le nombre de dislocations nécessaires pour aboutir à un angle de désorientation donné est le nombre de GND, par définition. Dans un cristal déformé, certaines dislocations induisent des distorsions qui se compensent entre deux points de la grille considérée et celles-ci n'ont pas d'effet cumulatif en termes de rotation du réseau cristallin pour la grille considérée. Ces dernières, appelées dislocations stockées statistiquement (SSD), sont plus difficiles à évaluer à partir des données EBSD, bien que des progrès ont été accomplis dans ce domaine [113, 114]. L'idée est d'utiliser les distributions de contraintes calculées à partir de données EBSD à haute résolution angulaire (HR-EBSD). La queue des distributions de contraintes est une signature de la quantité de toutes les dislocations, comprenant donc les GND et les SSD. Cependant, cela dépasse le cadre de ce chapitre, qui porte sur l'estimation de la densité de GND (longueur de GND par unité de volume) à partir de jeux de données EBSD classiques.

Pour estimer la densité de GND à partir des données EBSD, deux approches existent. La première approche est géométrique et compte la quantité nécessaire de GND pour induire un angle de désorientation donné. Le *kernel average misorientation* (KAM), défini comme l'angle de désorientation moyen d'un point donné d'une carte EBSD avec ses voisins, est alors utilisé pour estimer le niveau de désorientation local. Pour cela, plusieurs modèles existent pour obtenir une valeur de densité GND à partir d'un angle de désorientation. Le plus simple est dérivé du modèle de Read et Shockley [105] pour relier l'angle de désorientation d'un joint de grains à faible désorientation (accumulation de dislocations coins) avec l'agencement des dislocations le composant. Sur la base du modèle de Read-Shockley, la densité de GND (ρ_{GND}) entre deux points distants du pas de la grille s (notation conservée dans tout le chapitre) est donnée par : $\rho_{GND} = \frac{\theta}{b \cdot s}$ où θ est l'angle de désorientation et b est la norme du vecteur de Burgers. Ce modèle a été modifié pour prendre en compte : (1) la nature tridimensionnelle des structures de dislocations, et (2) le caractère flexion/torsion des structures de désorientation et des types de dislocations associés (coin/vis), en considérant un facteur multiplicatif dans la partie droite de la formule précédente [105, 115, 116, 117]. Une telle approche géométrique présente l'avantage d'être simple à mettre en œuvre, mais ne prend en compte qu'une information partielle, à savoir l'angle de désorientation, et omet l'axe de désorientation.

La seconde approche est basée sur la théorie continue des défauts. Bien que les dislocations physiques possèdent une nature discrète, des théories considérant la matière comme un milieu continu ont été proposées pour les décrire [118, 119, 120, 121, 122], telles que résumées dans [123]. La théorie du milieu continu décrite par deWit [122] et utilisée dans [124] est considérée dans la suite de ce chapitre. Dans cette théorie, deux quantités importantes sont le tenseur de courbure élastique, par la suite abrégé en courbure élastique, et le tenseur de rang 2 de GND, par la suite abrégé tenseur de GND. Le tenseur de GND a été introduit pour la première fois par Nye et exprimé en fonction de la courbure élastique [118], puis cette expression a été enrichie de Kröner [119] pour tenir compte du rotationnel de la déformation élastique. La courbure élastique modélise les désorientations à l'échelle locale et le tenseur de GND modélise les incompatibilités de déplacement détectables *i.e.* les fautes

de fermetures détectables. Les désorientations étant en partie¹ associées aux GND, une relation existe reliant la courbure élastique et le tenseur de GND. Dans la pratique, les données EBSD fournissent des orientations sur une grille, qui permettent de calculer les désorientations locales, conduisant à la courbure élastique, ce qui donne accès au tenseur de GND et enfin à la densité de GND.

3.2 État de l'art du de l'origine du bruit d'orientation et influence sur la densité de GND calculée

Les orientations obtenues par la technique EBSD contiennent des erreurs inhérentes dues à plusieurs sources, divisées en deux familles. La première famille de sources d'erreurs est associée à la technique EBSD utilisant la transformée de Hough [103]. La première étape consiste en la détection des bandes de Kikuchi dans le cliché de diffraction par la transformée de Hough. Trois sources d'erreur effectent cette étape : les résolutions de (1) l'image du cliché de diffraction et de (2) la transformée de Hough sont limitées, et (3) le masque de convolution utilisé pour détecter les bandes de Kikuchi dans l'espace de Hough qui suppose qu'elles ont toutes la même forme et la même largeur, ce qui n'est pas parfaitement vérifié en pratique. La deuxième étape consiste en la localisation du centre de projection du cliché de diffraction. Celui-ci est considéré comme étant à l'intersection de tous les plans dont les traces sont les bandes des Kikuchi. La localisation du centre de projection est donc affectée par les trois sources d'erreurs intervenant lors de la première étape. Elle est de plus influencée par l'algorithme utilisée, qui se base sur la minimisation d'une fonction objective travaillant sur les angles entre normales aux plans (qui constitue donc une quatrième source d'erreur). La troisième étape consiste en le calcul de la rotation (passive *i.e.* décrivant le même objet, à savoir les plans, dans deux bases différentes) qui passe de la base liée à l'écran du détecteur EBSD à la base du cristal. Pour calculer cette rotation, les vecteurs considérés sont les normales aux plans identifiés précédemment (dont les traces sur l'écran du détecteur EBSD sont les bandes de Kikuchi et passant tous par le centre de projection). Ainsi, le calcul de cette rotation est affecté par les quatre sources d'erreur mentionnées précédemment. La quatrième et dernière étape réside dans le calcul de la rotation qui passe de la base liée à l'écran du détecteur EBSD à la base liée à l'échantillon. Deux sources d'erreur interviennent dans cette étape : (1) l'erreur d'alignement de l'échantillon par rapport à la platine et (2) l'erreur des informations angulaires renvoyées par le logiciel décrivant l'alignement entre la platine et l'écran du détecteur EBSD.

La seconde famille de sources d'erreurs est de nature physique. L'orientation cristallographique influe sur le bruit à travers deux effets. Le premier effet peut se manifester de la manière suivante : différentes orientations cristallographiques conduisent à des clichés de diffraction constitués de bandes de Kikuchi plus ou moins intenses, ce qui influe sur la précision de la détermination de la position de la bande et donc sur celle de l'orientation cristallographique indexée, et donc sur le niveau de bruit. Le deuxième effet peut se manifester comme suit : les différentes orientations cristallographiques ont différentes valeurs de facteur de Schmid, et ainsi différents niveaux de déformation plastique et différents niveaux de densités de dislocations (GND et SSD). Ces dislocations induisent des distorsions locales du réseau cristallin qui dégradent le cliché de diffraction. Les positions des bandes ne peuvent pas être détectées de manière très précise, ce qui induit un bruit plus élevé dans les grains possédant une densité de dislocations physiques (GND et SSD) plus élevée. Ainsi, la seconde famille de sources d'erreurs concerne la technique EBSD au sens général *via* les clichés de diffraction, et ne restreint donc pas à celle utilisant la transformée de Hough mais s'applique aussi à l'indexation d'orientation cristallographique par dictionnaire [125, 126] ou par corrélation-croisée [127].

Parmi les six sources d'erreur décrites dans la première famille, les deux dernières (c'est-à-dire celles concernant exclusivement la quatrième étape *i.e.* les alignements relatifs échantillon–platine–écran du détecteur EBSD) s'appliquent de la même manière à tous les points de l'analyse EBSD. Ainsi, elles

1. L'autre partie provenant de distorsions élastiques, voir équation 3.23.

ne représentent pas du bruit d'orientation (par la suite abrégé «bruit» dans ce chapitre) mais plutôt une erreur constante sur l'ensemble du jeu de données EBSD. Le filtre LLASS ne vise pas à corriger cette erreur constante sur l'ensemble du jeu de données EBSD, mais uniquement le bruit, qui se propage jusqu'au calcul de la densité de GND.

Le bruit est particulièrement problématique si les angles réels de désorientations sont du même ordre de grandeur que, ou inférieurs, aux angles du bruit (typiquement 0.5 à 1°). Cela se produit dans des grains dont l'orientation est uniforme, par exemple des grains recristallisés ou faiblement déformés. Dans ce cas, le calcul de la densité de GND, par l'une des deux approches présentées ci-dessus (géométrique ou par la théorie continue des défauts), surestime la densité de GND, en considérant le cumul des désorientations locales réelles modulées par celles issues du bruit. De plus, cette surestimation s'aggrave lorsque le pas de la grille diminue, alors qu'il est précisément intéressant de diminuer le pas de la grille afin de détecter plus de dislocations grâce à leurs effets cumulatifs pour la grille considérée, qui sont alors des GND (figure 41).

Pour réduire le niveau du bruit, Moussa *et al.* [128] a adapté une idée proposée par Kamaya [129] à l'approche géométrique utilisant le KAM. Bien que cette approche donne des résultats intéressants, elle ne considère en particulier pas l'axe de désorientation. Différentes méthodes de lissage, parfois inspirées voire adaptées directement du traitement d'image, existent également pour réduire le bruit de données EBSD. De telles méthodes incluent les filtres moyen, médian, Kuwahara [130] et les SS [131]. Chaque filtre possède cependant des inconvénients. Le filtre moyen est affecté par les valeurs extrêmes et tend à effacer les sous-structures de désorientations/sous-joints de grains [132, 133]. Le filtre Kuwahara considère, pour un point de la grille, les quatre fenêtres dont un coin est ce point. Ensuite l'écart-type des valeurs dans les pixels de la fenêtre est calculé, pour chacune des quatre fenêtres. La fenêtre à l'écart-type le plus faible est considérée et la moyenne de ses valeurs est attribuée au point de la grille. Cette méthode peut cependant produire des artefacts sous la forme de blocs d'orientation constante qui ne représentent pas la cartographie d'orientation réelle [134, 135]. Les SS peuvent lisser excessivement ou insuffisamment la cartographie d'orientation si la calibration entre la fidélité (à la cartographie d'orientation brute) et le lissage est paramétrée de manière inadéquate. Enfin, Chen *et al.* [136] ont implémenté le filtre bilatéral et l'ont appliqué sur des données EBSD acquises sur du cuivre pur et ont réussi à préserver les sous-structures de désorientation («low-angle grain boundaries») et les joints de grains («high angle grain boundaries»). Le filtre bilatéral moyenne les orientations dans un voisinage en appliquant un poids à chaque orientation en fonction de sa distance au point d'intérêt et sa désorientation avec l'orientation au point d'intérêt.

Dans ce chapitre nous présentons un filtre pour les cartographies d'orientation EBSD orienté vers le calcul de la densité de GND, qui est notamment une implémentation particulière des SS. Ce filtre, appelé *local linear adaptation of smoothing splines* (LLASS), présente deux avantages pratiques par rapport à l'implémentation classique des SS : (1) il permet une calibration intuitive du compromis fidélité/lissage et (2) il est applicable directement et indifféremment aux grille EBSD carrées et hexagonale, pour tout voisinage considéré et à des données EBSD 2D comme 3D. La méthode globale est détaillée dans la section 3.3 et trois applications sont présentées, sur une cartographie d'orientation artificielle contaminée par un bruit artificiel et sur des cartographies EBSD expérimentales, dans la section 3.4. Les résultats sont comparés à ceux produits par d'autres filtres disponibles dans la boîte à outils MTEX, en termes de réduction du bruit d'orientation de densité de GND et de préservation des sous-joints et structures de dislocations.

3.3 Méthode

La méthode proposée pour calculer la cartographie de la densité de GND à partir de la cartographie d'orientation est présentée dans la section 3.3.1. Le filtre LLASS proposé est ensuite détaillé dans la section 3.3.2. La théorie continue des défauts utilisée est présentée dans l'annexe A.

Dans la suite de ce chapitre, les composantes d'un vecteur, écrites sous la forme d'une matrice ligne ou colonne, et les coefficients d'un tenseur écrits sous la forme d'une matrice sont considérés par rapport à la base canonique $(\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$ de \mathbb{R}^3 . Le vecteur \vec{e}_3 est choisi orthogonal à la surface de l'échantillon scannée par le faisceau d'électrons lors de l'acquisition EBSD.

3.3.1 De la cartographie d'orientation à la cartographie de densité de GND

La courbure élastique ($\underline{\underline{\kappa}}_{\text{el}}$) est un tenseur de rang 2 représentant l'hétérogénéité de l'orientation (équation 3.1). Son rang 1 est associé au *vecteur* désorientation (défini dans l'équation 3.2) entre l'orientation d'un point d'intérêt à celle d'un point voisin. Son rang 2 est associé à la position relative de ce voisin «très proche» par rapport à ce point d'intérêt.

Les données EBSD acquises sur une seule section d'un échantillon ne capturent pas l'hétérogénéité d'orientation orthogonalement à la surface analysée (*i.e.* le long de la direction définie par \vec{e}_3). L'orientation sera donc considérée comme homogène orthogonalement à la surface analysée. Une possibilité expérimentale pour s'affranchir de cette limitation est d'avoir recours à un microscope muni d'une colonne *focused ion beam* afin d'obtenir une analyse EBSD 3D de l'échantillon [137]. Une autre possibilité consiste en un traitement théorique en considérant l'équilibre statique, ou 3ème loi de Newton, pour ajouter des informations concernant les dérivées spatiales de la distorsion élastique et donc du tenseur de GND [138].

Considérons un point matériel de l'échantillon et notons le \vec{x} . La courbure élastique en \vec{x} est notée $\underline{\underline{\kappa}}_{\text{el}}(\vec{x})$ et peut être exprimée en fonction des désorientations locales [139]:

$$\underline{\underline{\kappa}}_{\text{el}}(\vec{x}) = \left(\underline{\underline{\text{grad}}}_{\vec{x}}^{\text{loc}} \right) (\vec{x}), \quad (3.1)$$

où $\underline{\underline{\theta}}_{\vec{x}}^{\text{loc}}$ est la fonction qui, à un point matériel \vec{x}' , associe $\underline{\underline{\theta}}_{\vec{x}}^{\text{loc}}(\vec{x}')$ le *vecteur* désorientation (défini dans l'équation 3.2) de l'orientation en \vec{x} , notée $\underline{\underline{g}}(\vec{x})$, à l'orientation en \vec{x}' , notée $\underline{\underline{g}}(\vec{x}')$. En d'autres termes, $\underline{\underline{\theta}}_{\vec{x}}^{\text{loc}}$, associe à un point \vec{x}' (voisin de \vec{x}) la désorientation locale condensée sous forme de vecteur. Dans la suite du chapitre, l'exposant "loc" signifie "local" et indique que la quantité considérée implique un voisin (par exemple \vec{x}') ou tous les voisins de \vec{x} . Le *vecteur* désorientation $\underline{\underline{\theta}}_{\vec{x}}^{\text{loc}}(\vec{x}')$ permet de condenser en un vecteur l'écriture d'une désorientation, qui est une rotation :

$$\underline{\underline{\theta}}_{\vec{x}}^{\text{loc}}(\vec{x}') = \vec{a} \left(\underline{\underline{g}}(\vec{x}), \underline{\underline{g}}(\vec{x}') \right) \cdot \vartheta \left(\underline{\underline{g}}(\vec{x}), \underline{\underline{g}}(\vec{x}') \right), \quad (3.2)$$

où le vecteur unitaire $\vec{a} \left(\underline{\underline{g}}(\vec{x}), \underline{\underline{g}}(\vec{x}') \right)$ et $\vartheta \left(\underline{\underline{g}}(\vec{x}), \underline{\underline{g}}(\vec{x}') \right)$ sont respectivement l'axe et l'angle de la désorientation de $\underline{\underline{g}}(\vec{x})$ à $\underline{\underline{g}}(\vec{x}')$. Notons que dans l'équation 3.1 \vec{x} est une position *fixe*, ainsi le gradient de la désorientation locale $\underline{\underline{\text{grad}}}_{\vec{x}}^{\text{loc}}$ par rapport à $\underline{\underline{g}}(\vec{x})$ (orientation *fixe*) peut directement être interprété comme le gradient d'orientation. Ainsi $\underline{\underline{\kappa}}_{\text{el}}(\vec{x})$ représente effectivement le gradient d'orientation en \vec{x} *i.e.* l'hétérogénéité locale d'orientation autour de \vec{x} .

La définition théorique de la courbure élastique *i.e.* gradient d'orientation (équation 3.1) considère un milieu continu, ce qui est inapproprié en pratique à la nature discrète d'une cartographie d'orientation EBSD, définie sur une grille. Nous proposons alors dans la section 3.3.1.1 la notion de *régression linéaire locale* (RLL) pour traduire cette définition théorique pour un milieu continu en une formulation pratique pour une grille EBSD. Concrètement, nous détaillons comment calculer $\underline{\underline{\kappa}}_{\text{el}}(\vec{x})$ à partir d'une cartographie d'orientation sur une grille EBSD.

3.3.1.1 De la cartographie d'orientation à la cartographie de courbure élastique

La définition de la courbure élastique en \vec{x} (équation 3.1) peut être réécrite sous la forme d'un développement limité à l'ordre 1 de la fonction $\vec{\theta}_x^{\text{loc}}$ en \vec{x} , qui constitue la définition même du gradient [91] :

$$\vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}') = \vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}) + \left(\text{grad} \vec{\theta}_x^{\text{loc}} \right) (\vec{x}) \cdot (\vec{x}' - \vec{x}) + o(\|\vec{x}' - \vec{x}\|). \quad (3.3)$$

Le terme d'ordre 0 est le vecteur désorientation de $\underline{g}(\vec{x})$ à elle-même, donc il est le vecteur nul *i.e.* $\vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}) = \vec{0}$. De plus, en remplaçant le gradient de la désorientation locale en \vec{x} par la courbure élastique en \vec{x} dans l'équation 3.3 nous obtenons :

$$\vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}') = \underline{\kappa}_{\text{el}}(\vec{x}) \cdot (\vec{x}' - \vec{x}) + o(\|\vec{x}' - \vec{x}\|). \quad (3.4)$$

L'idée pour obtenir la courbure élastique en \vec{x} $\underline{\kappa}_{\text{el}}(\vec{x})$ est de traduire la nature continue de l'équation 3.4 en une formulation discrète compatible avec la nature d'une grille EBSD.

Pour cela, la limite $\|\vec{x}' - \vec{x}\| \rightarrow 0$ dans l'équation 3.4 est traduite en considérant \vec{x}' par rapport aux voisins of \vec{x} sur la grille. Dans le membre de gauche, le vecteur désorientation locale $\vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}')$ est alors calculé à partir de la cartographie d'orientation EBSD. Dans le membre de droite, les positions relatives $\vec{x}' - \vec{x}$ sont calculées à partir des positions des points sur la grille EBSD. Enfin, le point clé constitue la détermination de la courbure élastique en \vec{x} $\underline{\kappa}_{\text{el}}(\vec{x})$, calculée afin de minimiser $\vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}') - \underline{\kappa}_{\text{el}}(\vec{x}) \cdot (\vec{x}' - \vec{x})$, où \vec{x}' parcourt les voisins \vec{x} , c'est-à-dire l'équivalent discret de $o(\|\vec{x}' - \vec{x}\|)$ dans l'équation 3.4, comme décrit ci-après.

Définition de la régression linéaire locale (RLL) Dans un premier temps, définissons un voisinage de \vec{x} $\mathcal{N}(\vec{x})$ dans la même cristallite dans la grille (excluant \vec{x}). La figure 43 montre les points autour de \vec{x} où l'entier indiqué est l'ordre du voisin (basé sur la distance à \vec{x}), pour une grille carrée (figure 43a) et une grille hexagonale (figure 43b). Imposer que les voisins appartiennent à la même cristallite que \vec{x} garantit que les défauts cristallographiques surfaciques (joints de grains et de mâcles) n'interviennent pas dans le calcul de la courbure élastique en \vec{x} .

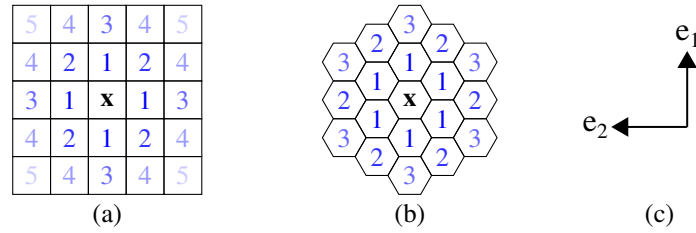


FIG. 43 : Points voisins autour de \vec{x} numérotés selon une distance à \vec{x} croissante sur une grille (a) carrée et (b) hexagonale. (c) Base utilisée pour les positions des points.

Dans un second temps, calculons $\underline{\kappa}_{\text{el}}(\vec{x})$ de manière à minimiser la quantité

$$\sum_{\vec{x}' \in \mathcal{N}(\vec{x})} \left\| \vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}') - \underline{\kappa}_{\text{el}}(\vec{x}) \cdot (\vec{x}' - \vec{x}) \right\|^2. \quad (3.5)$$

Ce problème de minimisation est la régression linéaire locale (RLL). Définissons alors le *carré du résidu local* en \vec{x} $R^{\text{loc}^2}(\vec{x})$ comme la quantité 3.5). Le carré du résidu local en \vec{x} $R^{\text{loc}^2}(\vec{x})$ traduit à quel point l'orientation évolue *non* linéairement à l'échelle locale (d'autant plus linéairement que $R^{\text{loc}^2}(\vec{x})$ est faible). Réciproquement, la courbure élastique en \vec{x} $\underline{\kappa}_{\text{el}}(\vec{x})$ traduit comment l'orientation évolue linéairement à l'échelle locale. Concrètement, la RLL peut-être résolue comme décrit dans la section 3.3.1.1.

Le principe de la RLL pour une grille carrée et un voisinage constitué des quatre premiers voisins est résumé dans la figure 44 :

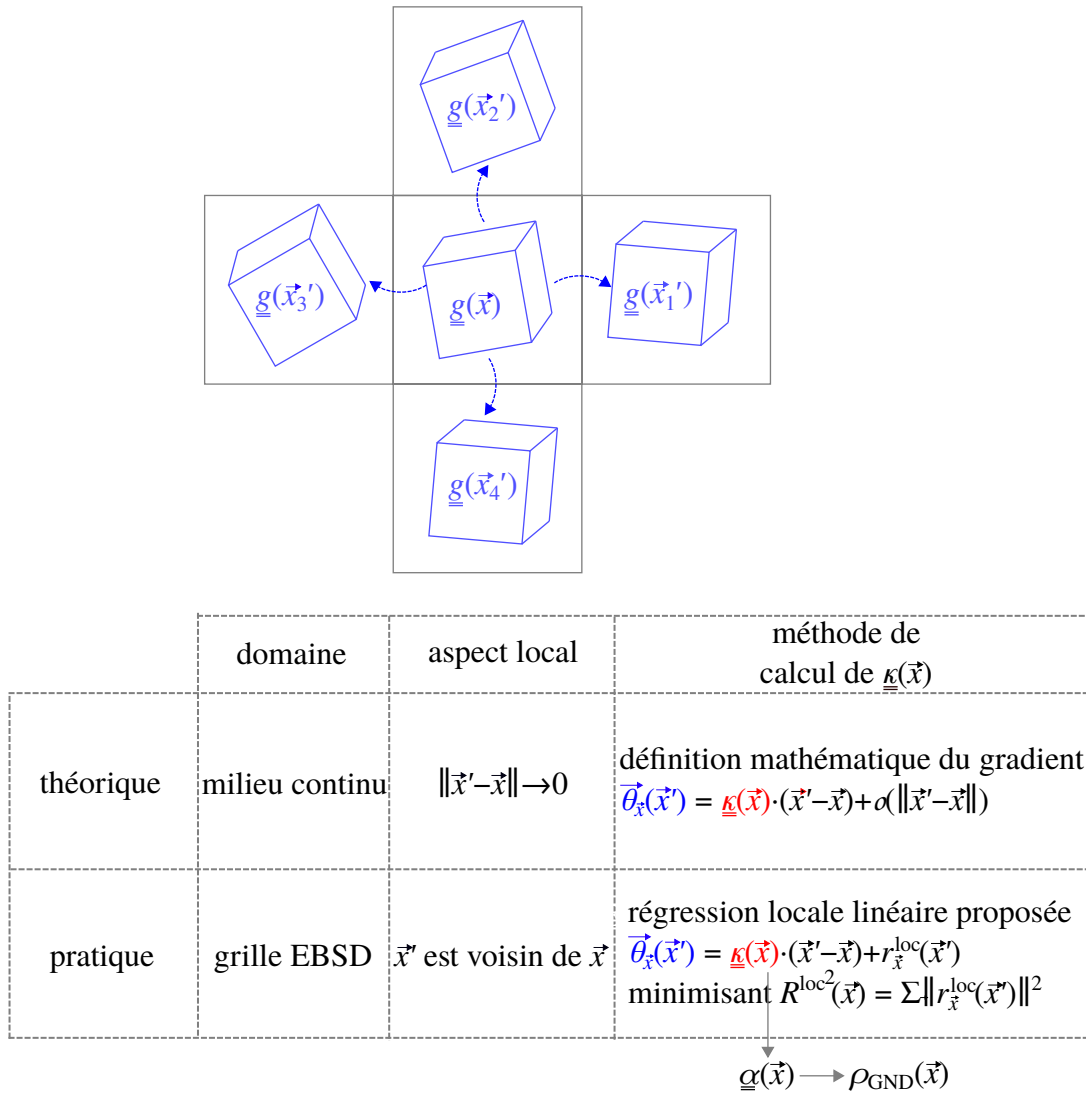


FIG. 44 : Principe de la régression linéaire locale pour calculer en un point \vec{x} , à partir d'une orientation \underline{g} définie sur une grille (par exemple issue d'une cartographie EBSD), la courbure élastique $\underline{\kappa}_{\text{el}}(\vec{x})$ et par suite le tenseur de GND $\underline{\alpha}_{\text{GND}}(\vec{x})$ et la densité de GND $\rho_{\text{GND}}(\vec{x})$.

Résolution matricielle de la régression linéaire locale Notons n le nombre de voisins de \vec{x} (excluant \vec{x}). La dépendance de n en \vec{x} n'est pas explicitement incluse dans la notation, bien que n puisse être modifié par la position de \vec{x} sur les bords de la grille, la présence d'orientations non indexées aux voisins et les positions des joints de grains et mâcles. Définissons la matrice de désorientation locale en \vec{x} $\Theta^{\text{loc}}(\vec{x})$ comme la matrice à n lignes et 3 colonnes, construite en considérant les vecteurs désorientation locale avec les n voisins écrits horizontalement et empilés verticalement :

$$\Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) = \begin{pmatrix} \vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}'_1) \\ \vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}'_2) \\ \vdots \\ \vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}'_n) \end{pmatrix}. \quad (3.6)$$

Définissons la matrice de position relative locale en \vec{x} $\Delta X^{\text{loc}}(\vec{x})$ comme la matrice à n lignes et 2 colonnes, construite en considérant les vecteurs position relative avec les n voisins écrits horizontalement

et empilés verticalement :

$$\Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x}) = \begin{pmatrix} \vec{x}'_1 - \vec{x} \\ \vec{x}'_2 - \vec{x} \\ \vdots \\ \vec{x}'_n - \vec{x} \end{pmatrix}. \quad (3.7)$$

Définissons la matrice de courbure élastique en \vec{x} $\mathbf{K}_{\text{el}}(\vec{x})$ comme la matrice à 2 lignes et 3 colonnes construite en transposant les coefficients de la courbure élastique en \vec{x} $\underline{\kappa}_{\text{el}}$:

$$\mathbf{K}_{\text{el}}(\vec{x}) = \begin{pmatrix} \kappa_{11}(\vec{x}) & \kappa_{21}(\vec{x}) & \kappa_{31}(\vec{x}) \\ \kappa_{12}(\vec{x}) & \kappa_{22}(\vec{x}) & \kappa_{32}(\vec{x}) \end{pmatrix}. \quad (3.8)$$

Pour des données EBSD 2D, l'orientation n'est pas analysée le long de la direction normale à la surface scannée, donc l'orientation est considérée comme homogène le long de cette direction, c'est-à-dire que la courbure élastique le long de cette direction est nulle *i.e.* $\kappa_{13}(\vec{x}) = \kappa_{23}(\vec{x}) = \kappa_{33}(\vec{x}) = 0 \cdot \mu\text{m}^{-1}$ puisque le vecteur \vec{e}_3 est défini comme normal à la surface scannée. Pour des données EBSD 3D, la matrice de courbure élastique comporterait une troisième ligne ($\kappa_{31}(\vec{x}) \quad \kappa_{32}(\vec{x}) \quad \kappa_{33}(\vec{x})$) à déterminer et la matrice de position relative locale comporte 3 colonnes, où la troisième colonne contient la composante selon \vec{e}_3 *i.e.* normale à la surface scannée du vecteur position relative.

Alors, la RLL (minimisation de la quantité 3.5) est équivalent à calculer la matrice $\mathbf{K}_{\text{el}}(\vec{x})$ pour minimiser la quantité

$$\left\| \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) - \Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \mathbf{K}_{\text{el}}(\vec{x}) \right\|^2. \quad (3.9)$$

Définissons alors $\Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x})^+$ comme l'inverse de Monroe-Penrose de $\Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x})$. La solution à la minimisation de la quantité 3.9 fournit alors la matrice de courbure élastique en \vec{x} suivante :

$$\mathbf{K}_{\text{el}}(\vec{x}) = \Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x})^+ \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}). \quad (3.10)$$

Bien que dans l'immédiat, la quantité d'intérêt soit la courbure élastique en \vec{x} , il est également possible de calculer le carré du résidu local en \vec{x} R^{loc^2} . Définissons la matrice de résidu local en \vec{x} $\mathbf{R}^{\text{loc}}(\vec{x})$ comme :

$$\mathbf{R}^{\text{loc}}(\vec{x}) = \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) - \Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \mathbf{K}_{\text{el}}(\vec{x}). \quad (3.11)$$

Définissons la matrice $\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x})$ comme :

$$\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) = \mathbf{I}_n - \Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x})^+. \quad (3.12)$$

Alors la matrice de résidu local en \vec{x} $\mathbf{R}^{\text{loc}}(\vec{x})$ peut être directement écrite comme :

$$\mathbf{R}^{\text{loc}}(\vec{x}) = \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}). \quad (3.13)$$

D'après l'équation 3.11, le carré du résidu local en \vec{x} $R^{\text{loc}^2}(\vec{x})$ est égal à la norme² de la matrice de résidu local en \vec{x} $\left\| \mathbf{R}^{\text{loc}}(\vec{x}) \right\|^2$:

$$R^{\text{loc}^2} = \left\| \mathbf{R}^{\text{loc}}(\vec{x}) \right\|^2, \quad (3.14)$$

et, en utilisant l'équation. 3.13, peut être écrit en fonction de la matrice $\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x})$ (qui dépend elle-même uniquement de la matrice de position relative en \vec{x} $\Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x})$) et de la matrice de désorientation locale $\Theta^{\text{loc}}(\vec{x})$:

$$R^{\text{loc}^2} = \left\| \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) \right\|^2. \quad (3.15)$$

2. Dans le manuscrit, la norme d'une matrice désigne la norme de Frobenius *i.e.* la racine carrée de la somme des carrés de ses coefficients [140]. Cela permet également de garantir la cohérence avec les vecteurs écrits comme des matrice lignes ou colonnes ; En effet, ils sont alors écrits dans une base orthonormale et leur norme en tant que vecteurs est alors aussi la norme de Frobenius de la matrice ligne/colonne qui les représente dans la base.

Ainsi, le carré du résidu local en \vec{x} $R^{\text{loc}2}$ peut être calculé comme :

$$R^{\text{loc}2} = \text{tr} \left(\Theta^{\text{loc}}(\vec{x})^T \cdot M_{\Theta \rightarrow R}^{\text{loc}}(\vec{x})^T \cdot M_{\Theta \rightarrow R}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) \right), \quad (3.16)$$

où tr est la trace et T la transposée.

Application de la régression linéaire locale aux premiers voisins dans les grilles carrée et hexagonale Les grilles carrée et hexagonale considérées sont montrées dans les figures 43a et b respectivement. Les positions des premiers voisins de \vec{x} (quatre pour la grille carrée, six pour la grille hexagonale) définissent la matrice de position relative locale en \vec{x} $\Delta X^{\text{loc}}(\vec{x})$ en appliquant sa définition (équation. 3.7).

$$\Delta X^{\text{loc}}(\vec{x}) = s \cdot \begin{pmatrix} -1 & 0 \\ 0 & -1 \\ 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \quad \text{pour la grille carrée,} \quad (3.17)$$

$$\Delta X^{\text{loc}}(\vec{x}) = s \cdot \begin{pmatrix} -1 & 0 \\ -\frac{1}{2} & -\frac{\sqrt{3}}{2} \\ \frac{1}{2} & -\frac{\sqrt{3}}{2} \\ 1 & 0 \\ \frac{1}{2} & \frac{\sqrt{3}}{2} \\ -\frac{1}{2} & \frac{\sqrt{3}}{2} \end{pmatrix} \quad \text{pour la grille hexagonale.} \quad (3.18)$$

La résolution de la RLL en appliquant l'équation 3.10 fournit la matrice de courbure élastique en \vec{x} :

$$K_{\text{el}}(\vec{x}) = \frac{1}{s} \cdot \begin{pmatrix} -\frac{1}{2} & 0 & \frac{1}{2} & 0 \\ 0 & -\frac{1}{2} & 0 & \frac{1}{2} \end{pmatrix} \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) \quad \text{pour la grille carrée,} \quad (3.19)$$

$$K_{\text{el}}(\vec{x}) = \frac{1}{s} \cdot \begin{pmatrix} -\frac{1}{3} & -\frac{1}{6} & \frac{1}{6} & \frac{1}{3} & \frac{1}{6} & -\frac{1}{6} \\ 0 & -\frac{\sqrt{3}}{6} & -\frac{\sqrt{3}}{6} & 0 & \frac{\sqrt{3}}{6} & \frac{\sqrt{3}}{6} \end{pmatrix} \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) \quad \text{pour la grille hexagonale.} \quad (3.20)$$

Pour la grille carrée, l'équation 3.19 fournit le résultat bien connu de la formule de différences finies centrées pour le gradient, en incluant notamment le facteur $\frac{1}{2}$ pour comptabiliser deux fois le pas de la grille entre les voisins de bas en haut et de gauche à droite.

Pour la grille hexagonale, l'équation. 3.20 montre que calculer la courbure élastique en \vec{x} $K_{\text{el}}(\vec{x})$ est moins évident que pour la grille carrée. Les deux lignes de la matrice de courbure élastique en \vec{x} sont différentes car les voisins ne sont pas disposés de la même manière le long des directions verticale (\vec{e}_1) et horizontale (\vec{e}_2).

Bien que dans l'immédiat, la quantité d'intérêt soit la courbure élastique en \vec{x} , il est également possible de calculer le carré du résidu local en \vec{x} $R^{\text{loc}2}$. En appliquant l'équation 3.12 pour calculer $M_{\Theta \rightarrow R}^{\text{loc}}(\vec{x})$ et l'équation 3.16 fournit le carré du résidu local en \vec{x} :

$$R^{\text{loc}2} = \text{tr} \left(\Theta^{\text{loc}}(\vec{x})^T \cdot \begin{pmatrix} \frac{1}{2} & 0 & \frac{1}{2} & 0 \\ \frac{1}{2} & 0 & \frac{1}{2} & 0 \\ 0 & \frac{1}{2} & 0 & \frac{1}{2} \\ 0 & \frac{1}{2} & 0 & \frac{1}{2} \end{pmatrix} \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) \right) \quad \text{pour la grille carrée,} \quad (3.21)$$

$$R^{\text{loc}^2} = \text{tr} \left(\Theta^{\text{loc}}(\vec{x})^T \cdot \begin{pmatrix} \frac{2}{3} & -\frac{1}{6} & \frac{1}{6} & \frac{1}{3} & \frac{1}{6} & -\frac{1}{6} \\ -\frac{1}{6} & \frac{2}{3} & -\frac{1}{6} & \frac{1}{6} & \frac{1}{6} & \frac{1}{6} \\ \frac{1}{6} & -\frac{1}{6} & \frac{2}{3} & -\frac{1}{6} & \frac{1}{6} & \frac{1}{6} \\ \frac{1}{3} & \frac{1}{6} & -\frac{1}{6} & \frac{2}{3} & -\frac{1}{6} & \frac{1}{6} \\ \frac{1}{6} & \frac{1}{6} & \frac{1}{6} & -\frac{1}{6} & \frac{2}{3} & -\frac{1}{6} \\ -\frac{1}{6} & \frac{1}{6} & \frac{1}{6} & \frac{1}{6} & -\frac{1}{6} & \frac{2}{3} \end{pmatrix} \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) \right) \quad \text{pour la grille hexagonale.} \quad (3.22)$$

Pour la grille carrée, dans l'équation 3.21 le carré du résidu local en \vec{x} R^{loc^2} est égal à la somme des carrés des dérivées secondes le long de \vec{e}_1 et de \vec{e}_2 calculées par différences finies, puis multipliées par $\frac{\lambda^2}{2}$. En conséquence, dans l'équation 3.21 R^{loc^2} est en réalité le carré du terme d'ordre 2 dans le développement de Taylor en \vec{x} , de la fonction vecteur désorientation locale par rapport à \vec{x} $\vec{\theta}_x^{\text{loc}}$. Ainsi, le carré du résidu local en \vec{x} R^{loc^2} quantifie effectivement à quel point la désorientation locale évolue localement de manière non linéaire³. Pour la grille hexagonale, l'équation 3.22 montre que calculer le carré du résidu local en \vec{x} R^{loc^2} est moins évident que pour la grille carrée, comme pour la matrice de courbure élastique en \vec{x} .

Pour une grille carrée, traditionnellement des formules différences finies sont utilisées pour calculer la courbure élastique, cependant de telles formules deviennent plus compliquées si des points sont ajoutés au voisinage et/ou si une grille hexagonale est considérée au lieu d'une grille carrée (équations 3.20 et 3.22).

La LLR (minimisation de la quantité 3.5) unifie cette opération dans un unique formalisme mathématique, et peut donc être appliquée et résolue de manière indifférente pour les grilles carrée et hexagonale et n'importe quel voisinage. Pour cela, les seules données sont les vecteurs position relative $\vec{x}' - \vec{x}$ (écrites horizontalement et empilées verticalement pour construire la matrice de position relative locale en \vec{x} $\Delta X^{\text{loc}}(\vec{x})$) et les vecteurs désorientation locaux $\vec{\theta}_x^{\text{loc}}(\vec{x}')$ (écrits horizontalement et empilés verticalement pour construire la matrice de désorientation locale en \vec{x} $\Theta^{\text{loc}}(\vec{x})$), où \vec{x}' sont les voisins de \vec{x} . La LLR peut également être appliquée à des données EBSD 3D en considérant la composante orthogonale à la surface scannée des vecteurs position relative. Dans ce cas, la matrice de position relative locale en \vec{x} $\Delta X^{\text{loc}}(\vec{x})$ comporte trois colonnes et la matrice de courbure élastique en \vec{x} $K_{\text{el}}(\vec{x})$ comporte trois lignes.

3.3.1.2 De la cartographie de courbure élastique à la cartographie de densité de GND

Dans cette section nous calculons le tenseur de GND puis la densité de GND.

Le tenseur de GND $\underline{\underline{\alpha}}_{\text{GND}}$ (également appelé tenseur de Nye-Kröner [119]) décrit l'état des dislocations à l'échelle mésoscopique (figure 40) (les détails de la théorie continue des défauts sont présentés dans l'annexe A) :

$$\underline{\underline{\alpha}}_{\text{GND}} = \underline{\underline{\text{curl}}} \underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{el}} - \text{tr} \underline{\underline{\kappa}}_{\text{el}} \cdot \underline{\underline{I}} + \underline{\underline{\kappa}}_{\text{el}}^T, \quad (3.23)$$

où $\underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{el}}$ est le tenseur de déformation élastique (de rang 2), $\underline{\underline{I}}$ est le tenseur identité de rang 2 et de dimension 3 et T est la transposée.

Analysons le premier terme du membre de droite de l'équation 3.23 qui implique la déformation élastique. Deux sources peuvent contribuer à la déformation élastique : des contraintes macroscopiques appliquées à l'échantillon par l'extérieur lors de l'acquisition EBSD qui génèreraient des déformations élastiques à l'échelle de l'échantillon et des dislocations qui génèreraient des déformations élastiques à l'échelle atomique. Aucune contrainte macroscopique n'est appliquée à l'échantillon, et comme décrit précédemment, les analyses EBSD par la transformée de Hough ne peuvent accéder à la déformation élastique induite par les dislocations, donc le tenseur de déformation élastique est considéré nul :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{el}} = \underline{\underline{0}}. \quad (3.24)$$

3. *i.e.* plus simplement, à quel point l'orientation évolue localement de manière non linéaire (car le vecteur désorientation locale est considérée par rapport à l'orientation fixe $\underline{\underline{g}}(\vec{x})$)

Pour calculer la densité de GND à partir du tenseur de GND, deux approches existent. La première approche considère toutes les modes de dislocations cristallographiquement possible et cherche un jeu de densité de GND (une densité de GND par mode de dislocations) tel que le tenseur de GND résultant est égal au tenseur de GND calculé. Cette approche présente l'avantage du respect de la physique et de la cristallographie. Cependant, un inconvénient considérable réside dans le fait que pour un cristal c.f.c 18 modes de dislocations [141] sont possibles et un tel jeu de densités de GND n'est pas unique. Une approche physique pour en sélectionner un est de conserver celui qui minimise l'énergie interne de déformation élastique totale [139], seulement une telle minimisation ne possède pas de solution unique et peut dépendre du jeu de densité de GND considéré comme point de départ de l'algorithme de recherche. Enfin, appliquer un tel algorithme pour chaque point de la grille peut aboutir à des temps de calcul inacceptablement longs. Ainsi, cette première approche, bien que très proche de la physique d'un point de vue théorique, apparaît difficile à appliquer d'un point de vue pratique. La seconde approche consiste à calculer plus directement la densité de GND comme une fonction d'une norme bien choisie du tenseur de GND. Ruggles *et al.* ont étudié spécifiquement cette question et ont conclu que pour un jeu de données EBSD 2D, la formule suivante est raisonnablement précise (notamment au regard de la simplicité du calcul) pour calculer la densité de GND :

$$\rho_{\text{GND}} = \frac{3.6}{b} \cdot \left\| \underline{\underline{\alpha}}_{\text{GND}} \right\|_1, \quad (3.25)$$

où $\left\| \underline{\underline{\alpha}}_{\text{GND}} \right\|_1$ est la norme 1 du tenseur de GND, définie comme la somme des valeurs absolues de ses composantes dans la base des tenseurs de rang 2 ($\vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1, \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_1, \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_1, \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_2, \dots, \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3$).

Un point important est que le facteur 3.6 tient compte de la nature des dislocations mais aussi du caractère 2D du jeu de données EBSD et permet donc de tenir compte de la possible hétérogénéité d'orientation le long de la direction normale à la surface scannée de l'échantillon.

3.3.2 Filtre LLASS

Un point critique pour calculer la densité de GND réside dans la qualité de l'estimation de la courbure élastique. Or, le filtre LLASS est conçu avec le calcul de la densité de GND comme objectif. C'est pourquoi le filtre LLASS se focalise sur la qualité du calcul de la courbure élastique, qui est interprétée comme le caractère linéaire de l'évolution de l'orientation à l'échelle locale.

Définissons tout d'abord quelques notations.

Dans la suite du chapitre, \vec{x} désigne désormais un point de la grille (et non plus un point quelconque dans le matériau).

L'orientation brute (issue d'une analyse EBSD pour les cas expérimentaux), au sens du champ (*i.e.* de la cartographie) qui à \vec{x} associe l'orientation en \vec{x} , est notée $\underline{\underline{g}}$.

L'orientation réelle est notée $\underline{\underline{g}}_{\text{réel}}$. Notons que $\underline{\underline{g}}_{\text{réel}}$ est parfaitement connu uniquement dans le cas d'une orientation artificielle. En revanche, $\underline{\underline{g}}_{\text{réel}}$ n'est jamais précisément connu dans le cas d'une orientation issue d'une cartographie EBSD expérimentale. Pour représenter la différence entre l'orientation réelle et l'orientation brute, définissons le bruit réel $\vec{\theta}_{\text{bruit réel}}$ comme le champ qui à \vec{x} associe le vecteur désorientation de l'orientation réelle en \vec{x} $\underline{\underline{g}}_{\text{réel}}(\vec{x})$ à l'orientation brute en \vec{x} $\underline{\underline{g}}(\vec{x})$:

$$\vec{\theta}_{\text{bruit réel}}(\vec{x}) = \vec{a} \left(\underline{\underline{g}}_{\text{réel}}(\vec{x}), \underline{\underline{g}}(\vec{x}) \right) \cdot \vartheta \left(\underline{\underline{g}}_{\text{réel}}(\vec{x}), \underline{\underline{g}}(\vec{x}) \right), \quad (3.26)$$

où le vecteur unitaire $\vec{a} \left(\underline{\underline{g}}_{\text{réel}}(\vec{x}), \underline{\underline{g}}(\vec{x}) \right)$ et $\vartheta \left(\underline{\underline{g}}_{\text{réel}}(\vec{x}), \underline{\underline{g}}(\vec{x}) \right)$ sont respectivement l'axe et l'angle dans la représentation axe-angle de la désorientation de $\underline{\underline{g}}_{\text{réel}}(\vec{x})$ à $\underline{\underline{g}}(\vec{x})$. Comme l'orientation réelle n'est pas connue dans le cas de cartographies EBSD expérimentales, le bruit réel ne peut être connu non plus. L'orientation réelle peut seulement être approchée en utilisant un filtre réduisant le bruit.

L'objectif du filtre LCLASS est d'obtenir une densité de GND (au sens de champ *i.e.* de cartographie) calculée à partir de l'orientation filtrée qui soit moins impactée par le bruit que la densité de GND calculée à partir de l'orientation brute. Les données EBSD obtenues en utilisant une transformée de Hough présentent un bruit $\vec{\theta}_{\text{bruit réel}}$ dont la norme (angle) est typiquement de $\approx 0.5-1$ [99, 100, 101, 102, 103]. L'angle du bruit calculé par le filtre $\left\| \vec{\theta}_{\text{bruit LCLASS}}(\vec{x}) \right\|$ doit nécessairement être du même ordre de grandeur si le filtre est efficace, c'est-à-dire si $g_{\text{LCLASS}}(\vec{x})$ est proche de $g_{\text{réel}}(\vec{x})$. Le principe du filtre LCLASS se base sur le raisonnement qui suit. L'idée est de trouver l'orientation filtrée, ajustée par rapport à l'orientation brute, qui satisfait du mieux possible deux conditions. La première condition réside dans le fait que, bien que bruitée, l'orientation brute est la base de travail et qu'ainsi l'orientation filtrée doit y rester la plus fidèle possible. Cette condition tend donc à imposer une orientation filtrée égale à l'orientation brute, d'où l'adjectif employé de «fidélité». La seconde condition part du fait que la densité de GND est calculée à partir de la courbure élastique. L'idée est donc de rechercher une orientation filtrée résultant du filtre LCLASS qui fournit une courbure élastique de meilleure qualité car moins affectée par le bruit. Comme la courbure élastique représente le gradient de l'orientation, la courbure élastique est considérée d'autant plus fiable et robuste que l'orientation évolue linéairement à l'échelle locale. Une évolution linéaire à l'échelle locale de l'orientation correspond à une dérivée seconde nulle. Cette condition tend à produire une orientation filtrée suivant une évolution linéaire qui lisse les fluctuations, d'où l'adjectif employé de «lissage». La recherche de satisfaction simultanée de ces deux conditions constitue le formalisme général du filtre SS [131]. En pratique, l'implémentation classique des SS peut poser quelques difficultés, auxquelles le filtre LCLASS se propose de répondre par une implémentation différente des SS, comme détaillé ci-après.

3.3.2.1 Implémentation classique des *smoothing splines* (SS) : terme de lissage basé sur le carré de la dérivée seconde filtrée

Définissons g_{SS} comme l'orientation filtrée résultant de l'implémentation classique des SS et le bruit calculé par l'implémentation classique des SS $\vec{\theta}_{\text{bruit SS}}$ comme le champ qui, à \vec{x} , associe le vecteur désorientation de l'orientation brute en \vec{x} à l'orientation filtrée résultant de l'implémentation classique des SS en \vec{x} .

L'implémentation classique des SS est défini comme le fait de trouver g_{SS} afin de minimiser la quantité

$$\sum_{\vec{x} \in \text{grille}} \left(\underbrace{\left\| \vec{\theta}_{\text{bruit SS}}(\vec{x}) \right\|^2}_{\text{fidélité}} + c_{\text{SS}} \cdot \underbrace{\left\| g_{\text{SS}}''(\vec{x}) \right\|^2}_{\text{lissage}} \right), \quad (3.27)$$

où $\left\| g_{\text{SS}}''(\vec{x}) \right\|^2$ est le carré de la dérivée seconde de l'orientation filtrée résultat du filtre SS en \vec{x} et c est un réel positif. Le terme $\sum_{\vec{x} \in \text{EBSD grid}} \left(\left\| \vec{\theta}_{\text{noise filt}}(\vec{x}) \right\|^2 \right)$ est le terme de fidélité et sa minimisation tend à fournir une orientation filtrée résultant du filtre SS proche de l'orientation brute. Le terme $\sum_{\vec{x} \in \text{EBSD grid}} \left(\left\| g_{\text{filt}}''(\vec{x}) \right\|^2 \right)$ est le terme de lissage et sa minimisation tend à fournir une orientation filtrée résultant du filtre SS g_{LCLASS} qui évolue linéairement à l'échelle locale. Le facteur c_{SS} est un paramètre de calibration qui contrôle le compromis entre fidélité et lissage. La calibration optimale de c_{SS} est une tâche délicate, bien que MTEX en possède une automatique [132].

En pratique, deux difficultés sont rencontrées en implémentant les SS *via* la minimisation de la quantité 3.27.

La première difficulté consiste à exprimer dans le terme de lissage $\left\| g_{\text{SS}}''(\vec{x}) \right\|^2$ en fonction de g_{SS} . Pour cela, des formules de type différences finies sont classiquement utilisées pour tenir compte de la nature discrète de la grille. Si une grille carrée est utilisée et que le voisinage constitué des quatre pre-

miers voisins est considéré, alors les formules différences finies sont simples. Si une grille hexagonale est utilisée, de telles formules sont plus difficiles à établir du fait des couplages entre les directions. Enfin, ajouter des points pour enrichir le voisinage ajoute encore à la complexité de ces formules.

La seconde difficulté réside dans la calibration du compromis entre fidélité et lissage par le choix de la valeur du paramètre c_{SS} . Le terme de fidélité se base sur l'angle de désorientation et le terme de lissage sur la dérivée seconde de l'orientation filtrée résultant du filtre SS. Ces deux termes ne sont donc pas homogènes (l'homogénéisation devant être incorporée dans la dimension de c_{SS}) et intuitivement comparables. Il est alors délicat d'estimer la contribution de chacun à la quantité minimisée (quantité 3.27), ce qui serait pourtant intéressant pour la calibration optimale de leur compromis.

Filtre LLASS : terme de lissage basé sur le carré du résidu local filtré Définissons $\underline{g}_{\text{LLASS}}$ comme l'orientation filtrée résultant du filtre LLASS et le bruit calculé par le filtre LLASS $\vec{\theta}_{\text{bruit LLASS}}$ comme le champ qui, à \vec{x} , associe le vecteur désorientation de l'orientation brute en \vec{x} à l'orientation filtrée résultant du filtre LLASS en \vec{x} .

Définissons également deux quantités destinées à relier \underline{g} et $\underline{g}_{\text{LLASS}}$.

La matrice locale du bruit calculé par le filtre LLASS $\Theta_{\text{noise filt}}^{\text{loc}}(\vec{x})$ est définie comme la matrice à n lignes et 3 colonnes, construite par les vecteurs de bruit calculé par le filtre LLASS aux voisins de \vec{x} écrits horizontalement et empilés verticalement :

$$\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}) = \begin{pmatrix} \vec{\theta}_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}'_1) \\ \vec{\theta}_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}'_2) \\ \vdots \\ \vec{\theta}_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}'_n) \end{pmatrix}. \quad (3.28)$$

Le carré du résidu local *filtré* $R_{\text{LLASS}}^{\text{loc}2}$ est défini comme suit :

$$R_{\text{LLASS}}^{\text{loc}2} = \left\| \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow R}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot (\Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) - \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x})) \right\|^2. \quad (3.29)$$

Le carré du résidu total local filtré $R_{\text{LLASS}}^{\text{loc}2}$ est la quantité minimisée par la RLL pour calculer le gradient d'orientation (*i.e.* la courbure élastique) appliquée non pas à l'orientation brute comme dans la minimisation de la quantité 3.5, mais à l'orientation *filtrée résultant du filtre LLASS* $\underline{g}_{\text{LLASS}}$. Le signe moins dans l'équation 3.29 traduit le fait que l'orientation filtrée résultant du filtre LLASS $\underline{g}_{\text{LLASS}}$ est l'orientation brute \underline{g} à laquelle la rotation $-\vec{\theta}_{\text{bruit LLASS}}$ est appliquée.

Le filtre LLASS est défini en remplaçant le $\left\| \underline{g}_{SS}''(\vec{x}) \right\|^2$ dans le terme de lissage de l'implémentation classique des SS par $R_{\text{LLASS}}^{\text{loc}2}$. Ainsi, le filtre LLASS est défini comme le fait de trouver $\underline{g}_{\text{LLASS}}$ afin de minimiser

$$\sum_{\vec{x} \in \text{EBSD grid}} \left(\underbrace{\left\| \vec{\theta}_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}) \right\|^2}_{\text{fidélité}} + c_{\text{LLASS}} \cdot \underbrace{R_{\text{LLASS}}^{\text{loc}2}}_{\text{lissage}} \right). \quad (3.30)$$

Dans le filtre LLASS et l'implémentation classique des SS, le terme de lissage représente à quel point l'orientation filtrée résultant du filtre correspondant évolue *non* linéairement à l'échelle locale.

Cependant, le terme de lissage considéré pour le filtre LLASS présente deux avantages pratiques comparé à celui considéré pour l'implémentation classique des SS.

Le premier avantage réside dans le fait que $R_{\text{LLASS}}^{\text{loc}2}$ représente des angles de désorientation à l'échelle locale, entre $\underline{g}_{\text{LLASS}}(\vec{x})$ et l'orientation (fictive) qui suivrait une loi parfaitement linéaire

dans le voisinage de \vec{x} ⁴. Ainsi, dans le filtre LLASS, les termes de fidélité et lissage correspondent tous deux à des angles de désorientation à l'échelle locale du voisinage, et sont donc directement comparables, ce qui permet une calibration plus intuitive du compromis entre fidélité et lissage. Comme nous recherchons un comportement équilibré entre fidélité et lissage, le filtre LLASS est calibré pour conférer une importance égale à chacun des deux termes :

$$c_{\text{LLASS}} = 1. \quad (3.31)$$

Le second avantage réside dans le fait que la RLL, initialement introduite pour calculer le gradient d'orientation *via* sa partie linéaire, peut aussi être utilisée pour calculer $R_{\text{LLASS}}^{\text{loc}}$ ² *via* sa partie non linéaire. Or, la RLL peut être appliquée directement et indifféremment à une grille carrée ou hexagonale, un voisinage considéré quelconque et des données EBSD 2D comme 3D. Ainsi, la RLL peut en particulier être utilisée pour calculer le terme de lissage dans le filtre LLASS pour des grilles carrée et hexagonale en considérant les premiers voisins (équations. 3.21 et 3.22).

Ainsi, le filtre LLASS apporte une réponse à deux difficultés pratiques soulevées par l'implémentation classique des SS.

Le filtre LLASS est implémenté dans le logiciel Matlab [93] et utilise la boîte à outils *open source* MTEX [94], et se base sur une résolution matricielle présentée dans l'annexe B.

3.4 Exemples tests et discussion de l'efficacité du filtre LLASS

Le filtre LLASS est appliqué et comparé à d'autres filtres disponibles dans MTEX pour deux cas : (1) une cartographie d'orientation artificielle sur une grille carrée comportant un sous-joint et contaminée par un bruit artificiel (section 3.4.1) et (2) une cartographie EBSD expérimentale sur une grille carrée, obtenue sur un échantillon comprimé d'AD730TM (section 3.4.2).

Dans toutes les applications, le voisinage est défini par les premiers voisins afin de conserver une information la plus locale possible. Notons que pour une grille carrée, ce voisinage diffère de celui considéré par Pantleon [139] où seulement les voisins du haut et à droite étaient considérés. Cependant, pour les grilles carrées une exception est appliquée pour certains points : si le nombre de voisin pour un point donné est inférieur à 4, ce qui se produit si le point est adjacent à un joint de grain ou de macle, alors le ou les voisins diagonaux sont ajoutés au voisinage. Cette méthode rajoute de l'information, bien que moins locale, pour le point considéré et permet alors d'éviter un artefact local aux joints de grains et de mâcles. En effet, si un seul voisin le long de la direction orthogonale au joint de grain ou de macle est considéré, alors la dérivée seconde est considérée comme nulle le long de cette direction (implémentation classique des SS) *i.e.* ce voisin ne contribue pas au carré du résidu local filtré (LLASS). En pratique, cela induit une absence de lissage *orthogonalement* aux joints de grains et de mâcles et donc des valeurs de densité de GND localement plus élevées d'environ un facteur 2.

3.4.1 Cartographie d'orientation artificielle avec un sous-joint sur une grille carrée

Dans ce cas, l'orientation réelle $\underline{g}_{\text{réel}}$ est imposée de manière à représenter une densité de GND homogène excepté le long d'un sous-joint (3°) et est dégradée par un bruit réel ($\vec{\theta}_{\text{bruit réel}}$) dont l'angle moyen est typique de celui présent expérimentalement (0.5°) [99, 100, 101, 102, 103], pour définir l'orientation brute \underline{g} .

Le domaine étudié (figure 45) est un carré de 50 pixels de côté avec un pas de 100 nm, coupé en deux par une ligne horizontale qui représente le sous-joint. L'orientation réelle dans chaque moitié est

4. de tels angles de désorientation sont les équivalents pour $\underline{g}_{\text{LLASS}}$ de la matrice locale de résidu $R^{\text{loc}}(\vec{x})$ définie dans l'équation 3.11

uniforme et le sous-joint qui sépare les deux moitiés correspond à une désorientation de 3° autour de \vec{e}_3 (normal au domaine). La valeur de b prise est la norme du vecteur de Burgers pour le cristal c.f.c. γ de l'alliage AD730™, dont le paramètre de maille, noté a_γ , est pris à 3.58 \AA [142] et on a $b = \frac{a_\gamma}{\sqrt{2}}$.

Un bruit est introduit sur le domaine et son application définit la rotation de l'orientation réelle à l'orientation brute. En chaque point, le bruit est une rotation définie par un axe et un angle aléatoires.

- L'axe aléatoire est défini par un vecteur unitaire aléatoire, lui-même défini en coordonnées sphériques par une longitude aléatoire (de loi uniforme dans $[0; 2\pi]$ rad) et une colatitude aléatoire (loi uniforme dans $[0; \pi]$ rad).
- L'angle aléatoire suit une loi normale centrée sur 0° avec un écart-type de $\sqrt{\frac{\pi}{2}} \cdot 0.5^\circ$. Le facteur $\sqrt{\frac{\pi}{2}}$ est appliqué car l'angle du bruit est la valeur *absolue* de l'angle aléatoire, il suit donc une loi normale *pliée*. Le facteur $\sqrt{\frac{\pi}{2}}$ implique alors que l'espérance de l'angle du bruit est 0.5° .

La densité de GND calculée à partir de l'orientation brute et de l'orientation filtrée résultant de différents filtres disponibles dans MTEX et du filtre LLASS est présentée dans la figure 46. Le tableau 9 résume l'erreur $L2^5$ entre la densité de GND réelle (calculée à partir de l'orientation réelle) et la densité de GND calculée à partir de

- l'orientation brute (ligne 1 du tableau 9),
- l'orientation filtrée issus de différents filtres MTEX (lignes 2–5 du tableau 9),
- l'orientation filtrée issue du filtre LLASS (ligne 6 du tableau 9).

Cette erreur $L2$ est calculée dans le domaine entier (colonne de gauche du tableau 9), près du sous-joint (colonne du centre du tableau 9) et loin du sous-joint (colonne de droite du tableau 9). Le domaine près du sous-joint est défini comme l'ensemble des points dont le voisinage est traversé par le sous-joint. Pour le voisinage choisi, le domaine près du sous-joint est donc la bande horizontale de deux pixels de large centrée sur le sous-joint.

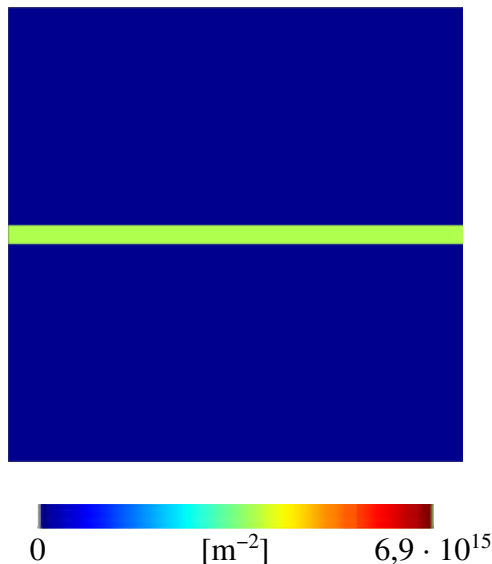


FIG. 45 : Densité de GND réelle (calculée à partir de l'orientation réelle). Valeur de $3.7 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ dans la bande horizontale de deux pixels de large (*i.e.* aux pixels en contact avec le sous-joint *i.e.* dans le domaine près du sous-joint) et nulle ailleurs.

5. racine carrée de la somme des carrés des différences

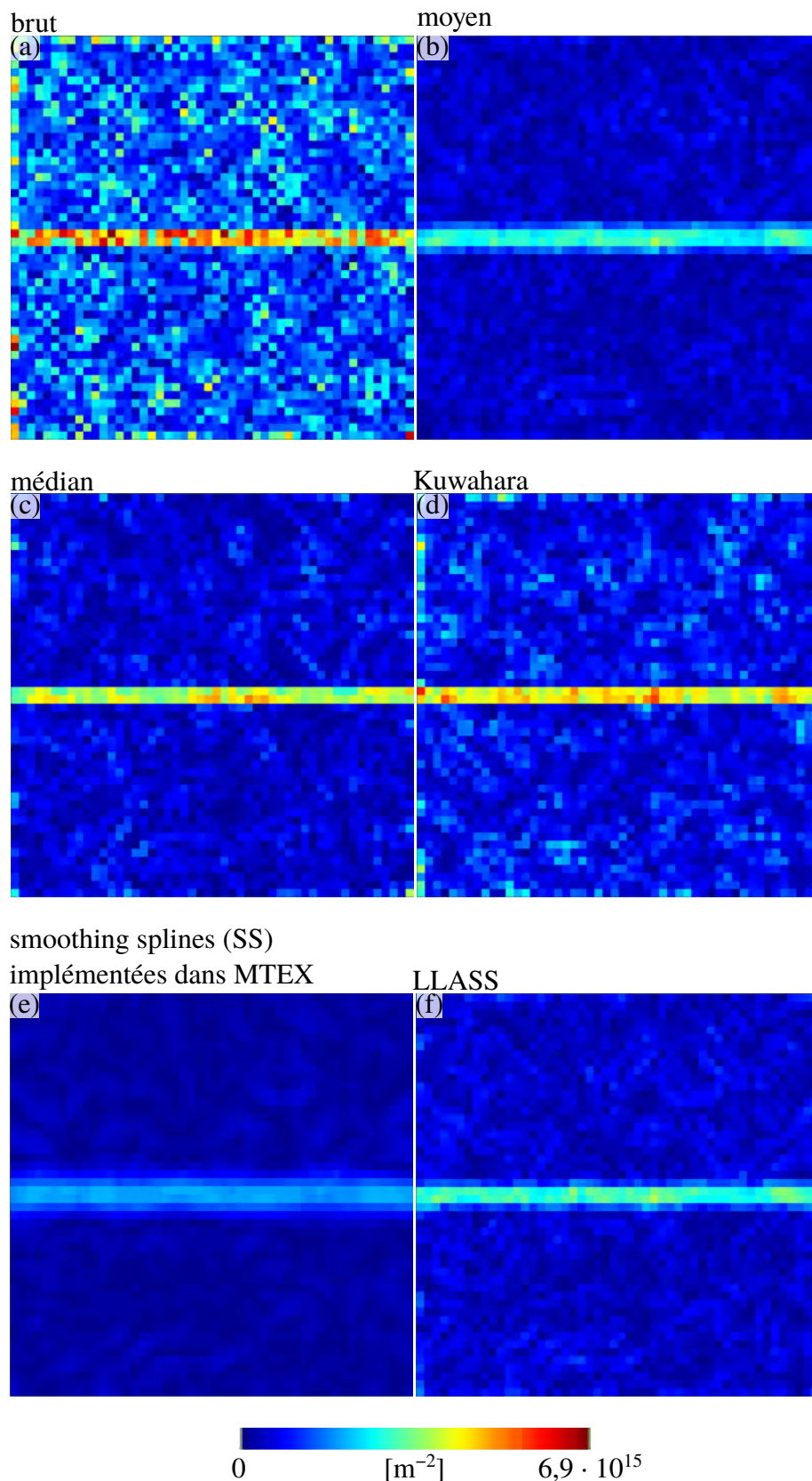


FIG. 46 : Densité de GND calculée à partir de l'orientation (a) brute et (b–f) filtrée résultant du (b) moyen MTEX, (c) médian MTEX, (d) Kuwahara MTEX et (e) *smoothing splines* (SS) implémentées dans MTEX et (f) LLASS.

En se basant uniquement sur le tableau 9, le filtre médian (ligne 3 du tableau 9) fournit les meilleurs résultats. Deux raisons peuvent expliquer ce résultat. La première raison réside dans le fait que de manière générale, le filtre médian est insensible aux *outliers* ce qui le rend particulièrement efficace pour

Erreur L2 en densité de GND [m ⁻²]			
	domaine entier	près du sous-joint	loin du sous-joint
brute	$8.17 \cdot 10^{16}$	$1.26 \cdot 10^{16}$	$8.08 \cdot 10^{16}$
filtre moyen MTEX	$2.70 \cdot 10^{16}$	$1.03 \cdot 10^{16}$	$2.50 \cdot 10^{13}$
filtre médian MTEX	$2.97 \cdot 10^{16}$	$4.94 \cdot 10^{15}$	$2.93 \cdot 10^{16}$
filtre Kuwahara MTEX	$4.48 \cdot 10^{16}$	$6.87 \cdot 10^{15}$	$4.43 \cdot 10^{16}$
<i>smoothing splines</i> (SS) implémentées dans MTEX	$2.58 \cdot 10^{16}$	$1.83 \cdot 10^{16}$	$1.81 \cdot 10^{16}$
filtre LLASS	$2.86 \cdot 10^{16}$	$8.59 \cdot 10^{15}$	$2.73 \cdot 10^{16}$

TAB. 9 : Erreur L2 entre la densité de GND réelle et celle calculée à partir des orientations (ligne 1) brute et (lignes 2 à 6) filtrée résultant (lignes 2 à 5) de différents filtres disponibles dans MTEX et (ligne 6) du filtre LLASS.

une fonction de débruitage. La seconde raison réside dans le fait que le filtre médian tend à créer des blocs d'orientation homogène et que l'orientation réelle de ce cas d'étude est précisément homogène dans chaque moitié. Le filtre médian peut donc fournir des blocs d'orientation homogène qui correspondent naturellement à l'orientation réelle. Ainsi, ce cas d'étude artificiel est en particulier très favorable au filtre médian. Cependant, un cas expérimental ne présente *a priori* pas cette caractéristique, ce résultat ne garantit donc pas la pertinence du filtre médian pour une orientation expérimentale réelle typiquement issue d'une analyse EBSD. Le filtre Kuwahara tend également à produire des blocs d'orientation constante mais est ici moins pertinent que les autres filtres.

Concernant les filtres moyens, SS implémentées dans MTEX et LLASS, leur comportement global est similaire, à savoir un effet lissant. Visuellement et qualitativement (figure 46(b, e et f)), cet effet lissant est moins prononcé pour le filtre LLASS que pour le filtre moyen, lui-même moins prononcé que pour le filtre SS implémentées dans MTEX. Quantitativement, cela correspond au fait que le filtre LLASS est, près du sous-joint (tableau 9, colonne 2) plus précis que le filtre moyen, lui-même plus précis que le filtre SS implémentées dans MTEX. En effet, la préservation du sous-joint est d'autant meilleure que le caractère lissant du filtre est faible *i.e.* que son caractère fidèle est prononcé. Réciproquement, la tendance s'inverse lorsque l'on considère le domaine loin du sous-joint. Cela implique que la calibration choisie pour le filtre LLASS afin d'obtenir un comportement équilibré entre fidélité et lissage (équation 3.31) privilégie plus la fidélité au détriment du lissage comparé à la calibration automatique dans le filtre SS implémentées dans MTEX. En pratique, cela signifie que de manière générale, le filtre LLASS doit lisser de manière moins prononcée le bruit et son effet sur la densité de GND, mais mieux préserver les structures de GND, comparé aux filtres moyen et, de manière plus prononcée, SS implémentées dans MTEX.

3.4.2 Orientation issue d'une analyse EBSD expérimentale avec une grille carrée sur l'alliage AD730™

L'échantillon d'alliage AD730™ utilisé possède les caractéristiques suivantes :

1. cylindre (diamètre 8 mm, hauteur 12 mm) prélevés à mi-rayon d'une billette cylindrique de diamètre 8 pouces (axe de du cylindre parallèle à celui de la billette) et fourni par Safran,
2. mis en solution pendant 2 h à la température de 1125 °C afin de restaurer statiquement les dislocations et recristalliser statiquement la microstructure, tout en éliminant la phase γ' ,
3. comprimé jusqu'à mi-hauteur à 1125 °C à une vitesse de déformation macroscopique de $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ afin de déclencher une recristallisation dynamique partielle et d'obtenir des grains présentant des niveaux différents de densité de GND,

4. immédiatement trempé à l'eau afin de figer la microstructure.

L'échantillon a ensuite été préparé pour analyses par EBSD dans un plan longitudinal selon la procédure décrite dans la section 2.2.

Typiquement, après une déformation à chaud la densité de GND dans les grains recristallisés dynamiquement est inférieure à celle présente dans les grains non recristallisés. Cette densité de GND est cependant non nulle car les grains recristallisés ont vécu une partie de la déformation.

Une analyse EBSD a été effectuée sur une aire rectangulaire de $466 \mu\text{m}$ par $349 \mu\text{m}$ avec un pas de 500 nm couvrant à la fois des grains recristallisés et un grain non recristallisé. Le nombre de bandes de Kikuchi pour l'indexation était fixé à 6, mais plus de 75 % des orientations indexées l'étaient à partir de 9 bandes ou plus. Le taux d'indexation était de 98,9 %. Le seuil ϑ_{GB} d'angle de désorientation au-delà duquel une désorientation entre 2 voisins est considérée comme inter-granulaire est fixé dans cette sous-section à 5° . Le paramètre de maille du cristal c.f.c. γ dans l'AD730TM, noté a_γ , est pris à $3,58 \text{ \AA}$ [142] et la norme du vecteur de Burgers $b = \frac{a_\gamma}{\sqrt{2}}$. L'orientation brute indexée est représentée dans la figure 47.

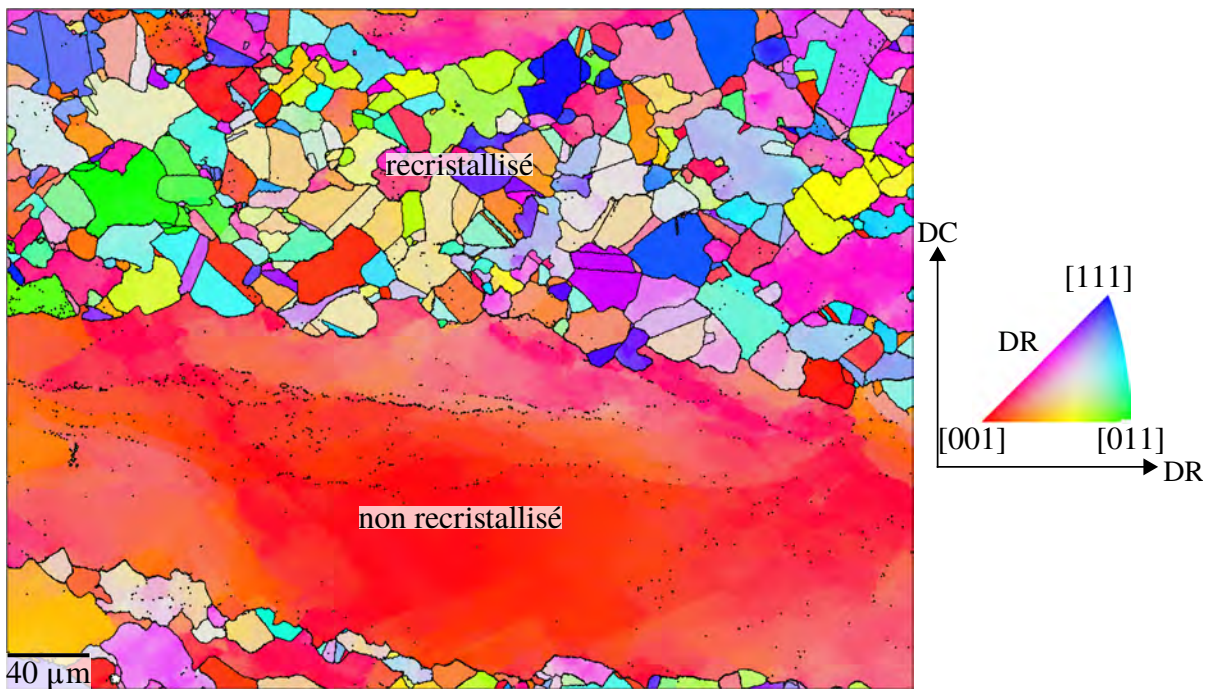


FIG. 47 : Cartographie d'orientation dans un cylindre d'AD730TM contenant des grains recristallisés et un grain non recristallisé. DC = direction de compression, DR = direction radiale. La direction macroscopique considérée pour le code de couleur est DR. Le seuil ϑ_{GB} est fixé à 5° et les joints de grains et de mâcles sont tracés en noir.

3.4.2.1 Densité de GND

La figure 48 compare la densité de GND calculée à partir de l'orientation (a) brute, (b–e) filtrée résultant de différents filtres implémentés dans MTEX et (f) filtrée résultant du filtre LLASS.

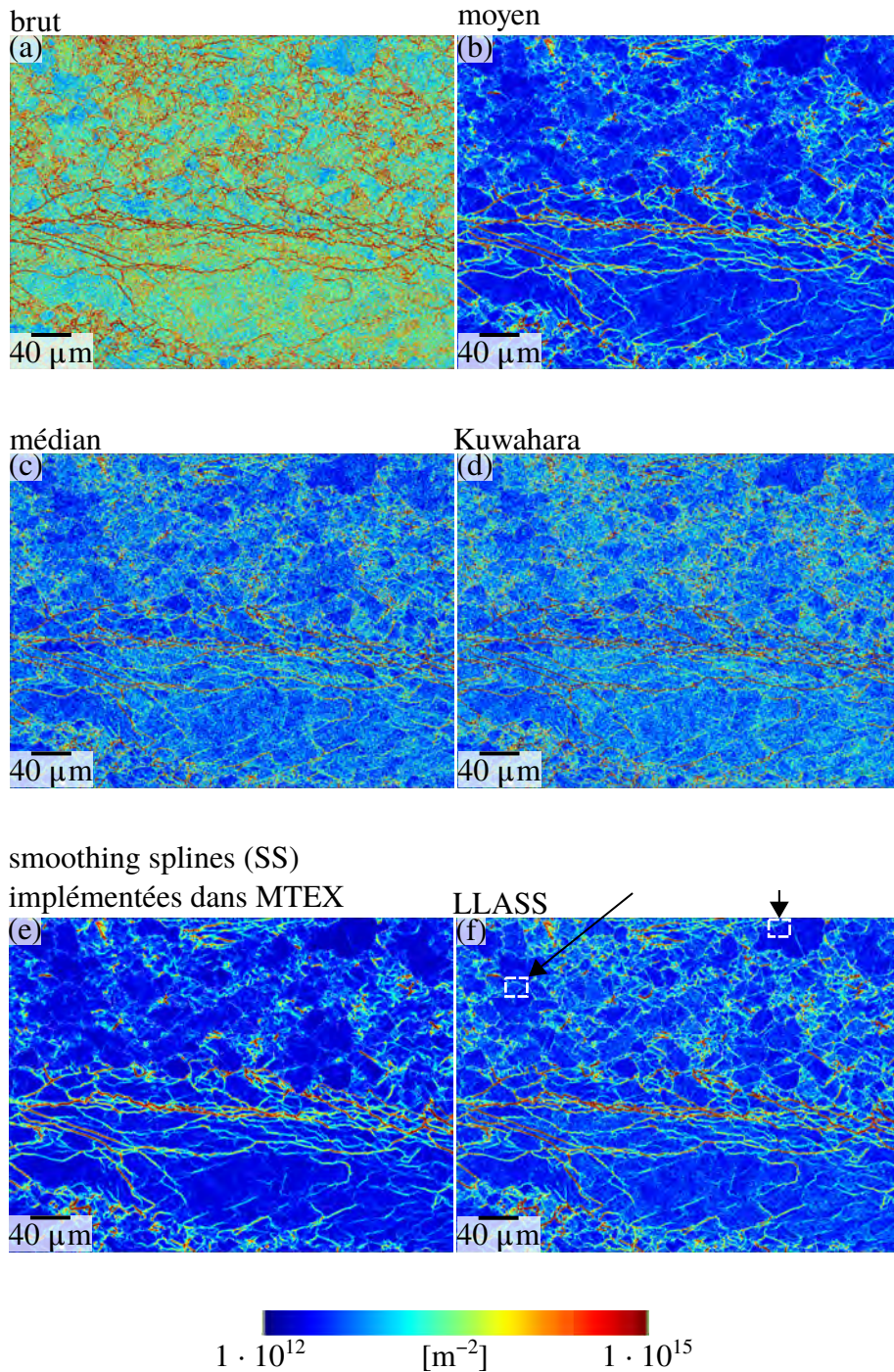


FIG. 48 : Densité de GND calculée à partir de l'orientation (a) brute \underline{g} , (b–f) filtrée résultant du filtre (b) moyen MTEX, (c) médian MTEX, (d) Kuwahara MTEX, (e) *smoothing splines* (SS) implémentées dans MTEX et (f) LLASS. Les carrés blancs pointés par des flèches noires montrent des structures de GND mieux préservées par le filtre LLASS que les filtres moyen MTEX et SS implémentées dans MTEX.

Les filtres médian et Kuwahara (figures 48(c, d)) produisent des densités de GND dont l'aspect est bruité. Cet aspect ne correspond pas à des structures de dislocations et est donc interprété comme un artefact ou mauvaise efficacité des filtres. Cet artefact peut provenir de la tendance de ces filtres à créer

des blocs d'orientation homogène, en particulier le filtre Kuwahara [135]. A l'intérieur de tels blocs, la densité de GND calculée est uniforme et nulle alors qu'à la frontière entre deux blocs, la densité de GND est plus élevée : dans les deux cas, la densité de GND calculée à partir de l'orientation filtrée est significativement influencée par le comportement des filtres et ne garantit pas de traduire la réalité. Les filtres moyen (figure 48b), SS implémentées dans MTEX (figure 48e) et LLASS produisent globalement des densités de GND similaires, où les dislocations s'agencent en structures bien visibles et où l'effet du bruit sur la densité de GND est réduit. Notons que de telles structures sont présentes sur les figures 48(c, d) mais sont moins visibles du fait de l'aspect bruité discuté ci-avant. De manière cohérente avec les résultats de la section 3.4.1, le filtre LLASS lisse moins l'effet du bruit sur la densité de GND et préserve mieux les structures de GND que le filtre SS implémentées dans MTEX, comme le montrent les carrés blancs pointés par des flèches noires dans la figure 48f.

3.4.2.2 Angle et axe du bruit calculé par le filtre LLASS

La figure 49 montre (a) l'angle du bruit calculé par le filtre LLASS ($\vartheta(\underline{g}_{\text{LLASS}}(\vec{x}), \underline{g}(\vec{x}))$) et (b) la distribution de ses valeurs.

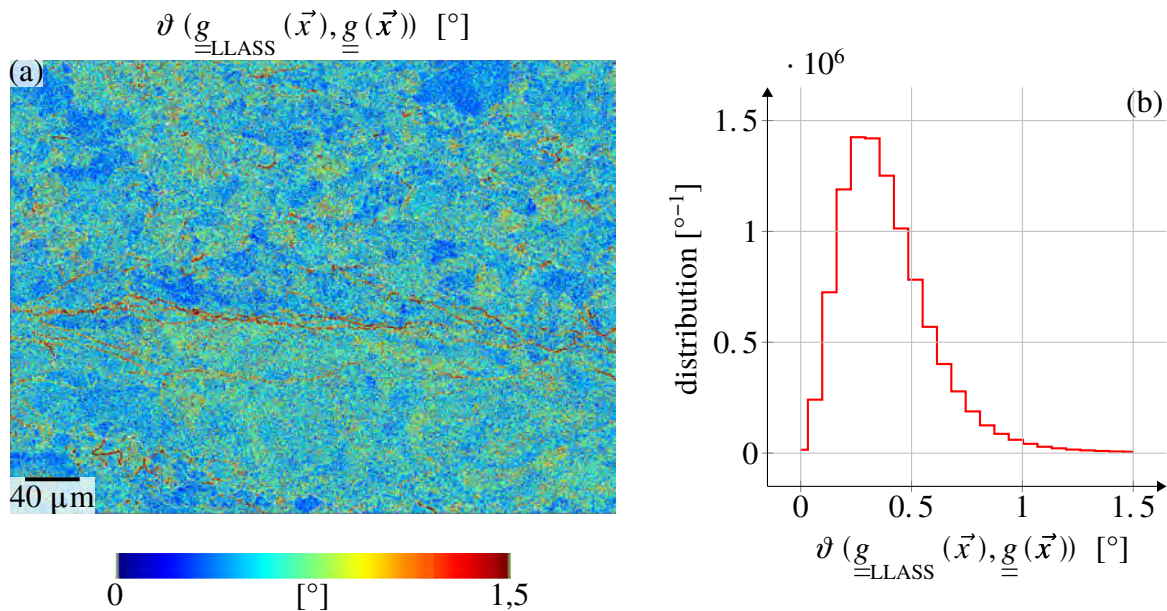


FIG. 49 : (a) angle du bruit calculé par le filtre LLASS ($\vartheta(\underline{g}_{\text{LLASS}}(\vec{x}), \underline{g}(\vec{x}))$) et (b) distribution de ses valeurs.

Les valeurs de l'angle du bruit calculé par le filtre LLASS (figure 49) sont cohérentes avec l'intervalle $0.5\text{--}1^\circ$ rapporté dans la littérature [99, 100, 101, 102, 103]. De plus, le coefficient de corrélation [143] entre $\vartheta(\underline{g}_{\text{LLASS}}(\vec{x}), \underline{g}(\vec{x}))$ (figure 49a) et la densité de GND calculée à partir de $\underline{g}_{\text{LLASS}}$ (filtre 48f) a été calculée et vaut 0.8437. Cette valeur est positive, ce qui traduit le fait que l'angle du bruit réel augmente lorsque la densité de GND réelle augmente. Physiquement, cela correspond au fait que la présence de dislocations dégrade la qualité du diagramme de Kikuchi et donc la précision de mesure de l'orientation.

La figure 50 montre la densité normalisée de l'axe du bruit calculé par le filtre LLASS ($\vec{a}(\underline{g}_{\text{LLASS}}(\vec{x}), \underline{g}(\vec{x}))$) représenté au moyen d'une projection stéréographique le long de la normale à l'écran du détecteur

EBSD.

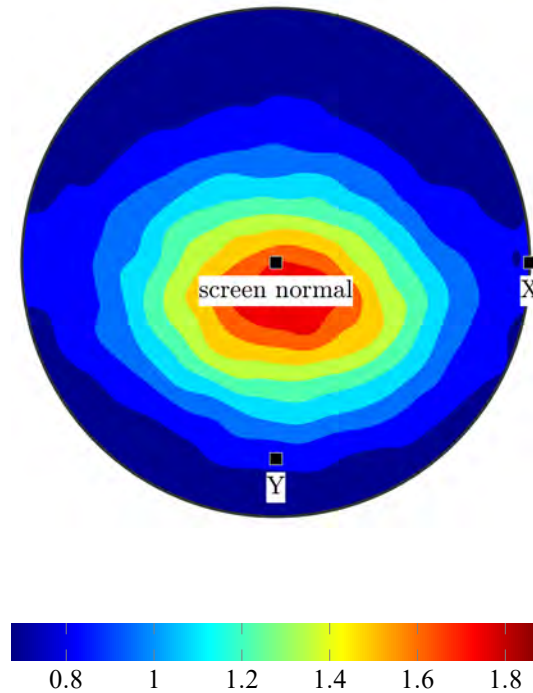


FIG. 50 : Densité normalisée de l'axe du bruit calculé par la filtre LLASS ($\vec{a}(\underline{g}_{\text{LLASS}}(\vec{x}), \underline{g}(\vec{x}))$) représenté au moyen d'une projection stéréographique le long de la normale à l'écran du détecteur EBSD.

L'axe du bruit semble se concentrer autour de la direction normale à l'écran du détecteur EBSD, ce qui serait cohérent avec l'erreur commise dans la détection des bandes dans le cliché de diffraction. Ainsi, l'axe du bruit calculé par le filtre LLASS semble se concentrer autour d'une direction particulière qui suggère une source physique de bruit associée au dispositif expérimental, ce qui renforce la fiabilité du filtre LLASS.

3.5 Conclusion

Une méthode de calcul de la cartographie de densité de GND à partir d'une cartographie d'orientation est proposée, en introduisant une régression linéaire locale (RLL). La RLL traduit la définition théorique dans un milieu continu du gradient d'orientation en une formulation pratique applicable à des données discrètes comme la grille d'une analyse EBSD. Une implémentation des *smoothing splines* (SS), nommée *local linear adaptation of smoothing splines* (LLASS) est ensuite développée pour réduire l'effet du bruit expérimental d'orientation cristallographique dans les cartographies EBSD sur le calcul de la densité de GND. Cette implémentation est orientée vers le calcul de la densité de GND et utilise notamment la RLL à cet effet, qui est ainsi au coeur de l'approche globale proposée afin de quantifier la densité de GND. Le filtre LLASS présente deux avantages par rapport à l'implémentation classique des SS : (1) il permet une calibration intuitive du compromis entre fidélité et lissage par rapport à la cartographie d'orientation cristallographique brute, et (2) il peut être appliqué indifféremment aux grilles carrées et hexagonales, ainsi qu'aux données 2D et 3D EBSD. Le filtre LLASS est en particulier calibré en conférant une importance égale aux termes de fidélité et de lissage afin d'obtenir un comportement équilibré entre, respectivement, préservation des structures réelles de GND et lissage de l'effet du bruit d'orientation sur la densité de GND.

Dans ce chapitre, l'efficacité du filtre LLASS est établie sur la base de deux applications : (1) un joint de faible désorientation simulé avec une grille carrée et corrompu par un bruit d'orientation artificiel et (2) des données EBSD expérimentales acquises avec une grille carrée sur un spécimen

partiellement recristallisé d'AD730™. Dans les deux premiers cas, le filtre LLASS est également comparé à d'autres filtres disponibles dans la boîte à outils MTEX. Par rapport aux filtres moyen et (plus encore) SS implémentées dans MTEX, le filtre LLASS lisse moins l'effet du bruit d'orientation sur la densité de GND et préserve mieux les structures réelles de GND. Globalement, le filtre LLASS se comporte de manière identique dans les trois cas étudiés et notamment entre les deux cas expérimentaux où sont considérées des grilles carrée et hexagonale.

Comme insiqué dans la section 2.4.2.6, sauf mention contraire les cartographies de densité de GND et densité de GND moyenne par grain utilisées sont calculées à partir des cartographies d'orientation cristallographique résultant du filtre LLASS (sauf mention contraire).

Le filtre LLASS a également été utilisé dans le cadre d'autres travaux en cours, et notamment la thèse d'Alexis Nicolaj̆ où il a permis de discriminer différents types de grains recristallisés dans l'Inconel® 718 [144].

Chapitre 4

Influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ'' dans l'alliage Inconel® 625

Introduction

L'alliage Inconel® 625 est utilisé dans de nombreux domaines tel que l'aéronautique (pièces de nacelles, tubulures hydrauliques, ou inverseurs de poussée, blindage) [24], la pétrochimie pour des colonnes de distillation [33], le maritime pour des pièces soudées [34] ou le nucléaire pour des échangeurs de chaleur [35]. Un exemple de secteur circulaire de nacelle pour motorisation aéronautique est présenté dans la figure 51. Les applications de l'alliage impliquent des opérations de mise en forme exploitant notamment sa ductilité à température ambiante (déformation plastique à rupture pouvant atteindre 60 % [23]). Directement après la mise en forme, un traitement thermique de précipitation de la phase γ'' peut être appliqué pour durcir la pièce [52]. Il est alors possible que les dislocations stockées lors de la mise en forme influencent les cinétiques de précipitation et/ou la morphologie des précipités γ'' obtenus lors de ce traitement thermique. L'objectif de ce chapitre est d'étudier cette problématique.



FIG. 51 : Secteur circulaire de pièce de nacelle, mise en forme à 20 % de déformation. Pièce fournie par Safran Nacelles.

4.1 État de l'art de l'influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ'' dans les alliages Inconel® 625 et Inconel® 718

L'alliage Inconel® 718 est renforcé par les précipités γ'' comme l'alliage Inconel® 625. De plus, son utilisation plus répandue implique un nombre de travaux plus importants comparé à l'alliage Inconel® 625. C'est pourquoi il est inclus dans cet état de l'art.

L'influence des dislocations sur la cinétique de précipitation γ'' et la morphologie des précipités γ'' a été étudiée dans l'Inconel®718 [145, 146] et aboutissent à des conclusions similaires. Le laminage à température ambiante avant traitement thermique accélère, dans un premier temps, la cinétique de précipitation (en termes de fraction volumique) de la phase γ'' , et dans un second temps, la cinétique de transformation de la phase γ'' en la phase δ , sa version stable. L'accélération de la transformation $\gamma'' \mapsto \delta$ par la déformation plastique a également été constatée dans le cadre d'autres études sur l'Inconel® 718 [147, 148]. Ces accélérations de cinétiques par les dislocations ont été interprétées comme une conséquence de plusieurs phénomènes possibles. Les effets de diffusion accélérée le long des lignes de dislocations tout comme de germination favorisée par relaxation élastique près des dislocations ont été mentionnés pour expliquer l'accélération des deux cinétiques (précipitation γ'' et transformation $\gamma'' \mapsto \delta$) [145]. Pour l'accélération de la cinétique de la transformation $\gamma'' \mapsto \delta$, une explication supplémentaire a été évoquée. Lors de la transformation $\gamma'' \mapsto \delta$, la structure cristallographique change du système quadratique au système orthorhombique. Or, les dislocations distordent le réseau de la matrice et donc (par cohérence de l'interface γ/γ'') potentiellement celui des précipités γ'' . Cela pourrait rendre la transition du cristal de la phase γ'' vers le cristal de la phase δ moins radicale et donc plus aisée [145]. De plus, la morphologie des précipités γ'' devient plus sphérique lorsque le niveau de réduction par laminage à température ambiante augmente avant traitement thermique de précipitation (figure 52) [145].

L'effet d'une contrainte dans le domaine élastique, imposée pendant un traitement thermique déclenchant la précipitation γ'' a été étudié [149]. La conclusion principale est que la contrainte extérieure appliquée, qu'elle soit de type tension ou compression, diminue l'énergie par unité d'aire de l'interface cohérente γ/γ'' et favorise ainsi la germination de précipités γ'' . Ce point est validé sous l'angle expérimental par une imagerie en microscopie électronique à transmission et sous l'angle théorique par un calcul de l'énergie par unité d'aire de l'interface cohérente γ/γ'' .

Ainsi, les aspects élastiques semblent jouer un rôle de premier ordre dans la favorisation de la précipitation γ'' .

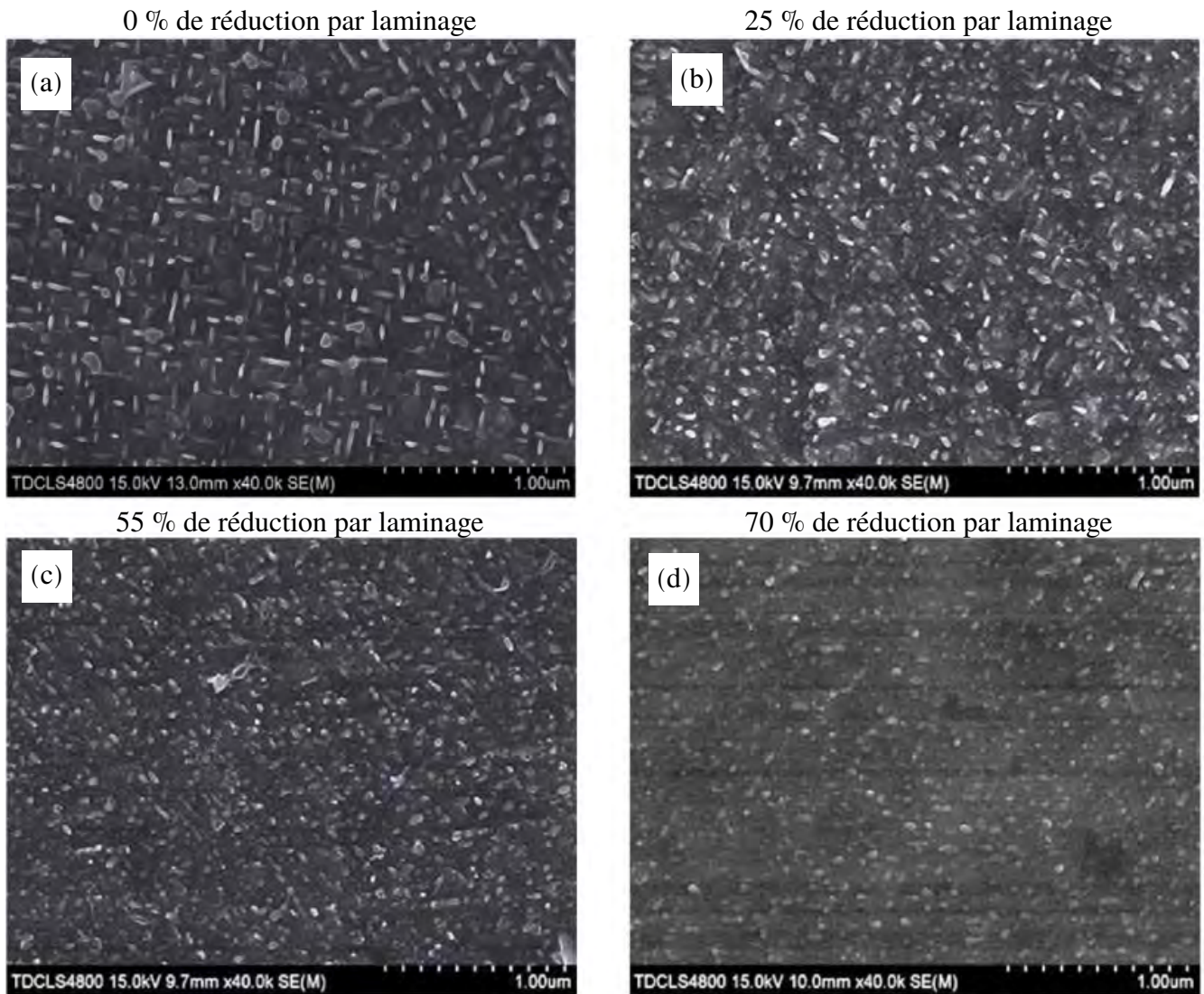


FIG. 52 : Influence du niveau de réduction par laminage à froid sur les précipités γ'' obtenus lors d'un traitement thermique de précipitation (800 °C pendant 8 h) dans l'Inconel® 718. Figure adaptée de [145].

L'influence des dislocations sur la cinétique de précipitation γ'' a été étudiée dans l'Inconel® 625 [50]. Des dislocations générées lors d'une trempe après une homogénéisation ont été décorées de précipités γ'' , suite à un traitement thermique de précipitation à 750 °C pendant 24 h, alors que les zones sans dislocations étaient dépourvues de précipités γ'' (figure 53a). En revanche, après un traitement thermique à 650 °C pendant 6 h, les précipités γ'' étaient présents de manière homogène (figure 53b). Au vu des diagrammes TTT existants pour l'Inconel® 625 (figures 14 et 15) [36], la sursaturation en niobium causant la précipitation γ'' à 650 °C est supérieure à celle à 750 °C. Cela implique que les dislocations accélèrent la précipitation γ'' lorsque la sursaturation est «faible» (par exemple à 750°) mais pas lorsque la sursaturation est «élevée», par exemple à 650°. Pai *et al.* [41] ont également observé des précipités γ'' obtenus lors d'un traitement thermique à 700 °C pendant 24 h présents uniquement sur des dislocations générées lors d'une trempe après homogénéisation. En augmentant la durée de traitement thermique à 100 h, des précipités étaient de plus présents de manière homogène hors des dislocations, prouvant que la germination intervient plus tôt sur les dislocations qu'hors des dislocations. Des traitements thermiques à des températures de 600 h à 675° ont amené à un état de précipitation γ''

homogène, sans décoration préférentielle de dislocations par les précipités, en accord avec [50]. Enfin, Mataveli Suave *et al.* [24] ont observé la germination préférentielle de précipités γ'' sur les dislocations, intervenue au cours d'un traitement thermique à 700 h pendant 10 h dans un état homogénéisé. Quelques dislocations peuvent en effet demeurer malgré l'homogénéisation et/ou être produites lors d'une trempe. En revanche, la même durée de traitement pour une température de 650 h a induit une précipitation γ'' homogène dans le matériau. Ces résultats sont là encore cohérents avec [41, 50]. Nous pouvons cependant tenter de développer encore plus l'interprétation des résultats de la littérature [24, 41, 50], pour préciser par quel mécanisme physique les dislocations accélèrent la précipitation γ'' à faible sursaturation. En effet, deux phénomènes peuvent expliquer cette accélération : la diffusion accélérée de niobium le long des dislocations [25, 26, 27] et la relaxation élastique à la germination cohérente près des dislocations [29, 30]. Or, la diffusion accélérée de niobium le long des dislocations produit des effets d'autant plus prononcés que la température est faible, puisque les dislocations deviennent alors le seul chemin de diffusion rapide [27]. Ainsi, à 750 °C l'effet procuré par la diffusion accélérée le long des dislocations est plus faible qu'à 650 °C. Pourtant, c'est bien à 750 °C que les précipités γ'' décorent des dislocations et sont absents hors des dislocations. Ainsi, cela soutient que les dislocations favorisent la précipitation γ'' non pas par diffusion accélérée le long des dislocations, mais par relaxation élastique à la germination cohérente près de celles-ci. Notons que ce dernier mécanisme n'impacte que la germination et pas la croissance des précipités. Cette conclusion selon laquelle les aspects élastiques sont prépondérants est en accord avec celle obtenue par une approche différente sur l'Inconel® 718, décrite dans le paragraphe précédent [149].

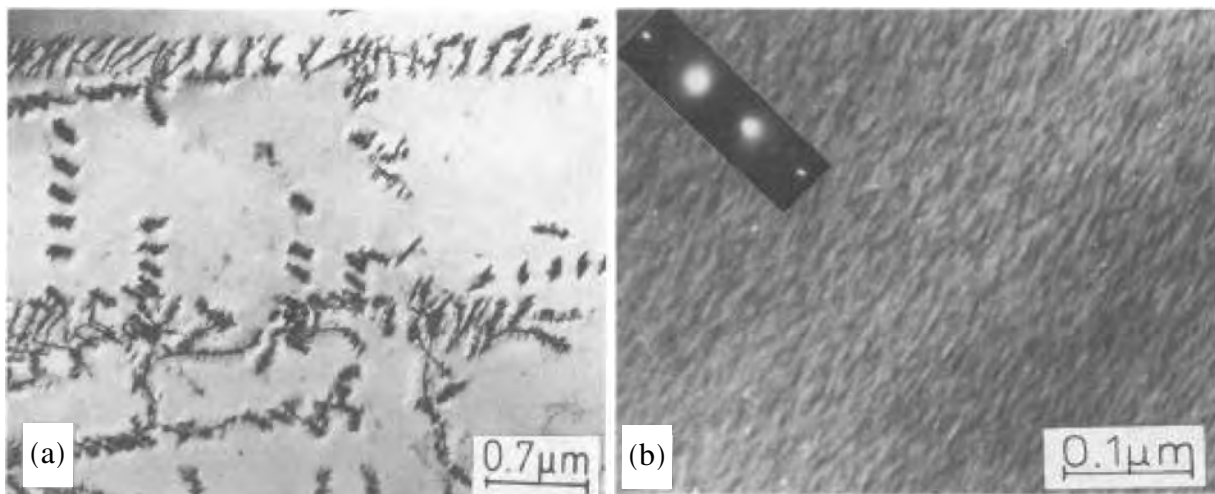


FIG. 53 : Effet des dislocations obtenues lors d'une trempe après une homogénéisation sur les précipités γ'' obtenus lors d'un traitement thermique de précipitation (a) à 750 °C pendant 24 h et (b) à 650 °C pendant 6 h dans l'Inconel® 625. Figure adaptée de [50].

Néanmoins, à l'exception de [24] aucune étude spécifique à l'Inconel® 625 n'a été trouvée sur l'influence des dislocations stockées par une déformation macroscopique contrôlée et comparable aux niveaux atteints lors de la mise en forme de pièces industrielles. Ce chapitre apporte des éléments de réponse à cette question. Pour cela, il est organisé en deux parties. Dans la première partie, un échantillon déjà étudié dans [24] est caractérisé du point de vue de la structure de grains et de la densité de GND. L'objectif est d'expliquer des différences de cinétiques de précipitation γ'' et δ au cours d'un traitement thermique entre un état homogénéisé et un état fluotourné à température ambiante puis détendu. Dans la seconde partie, un plan d'expériences est défini, en utilisant notamment des niveaux de déformation macroscopique contrôlés et comparables à des ceux atteints au cours de la mise en forme de pièces industrielles.

4.2. Caractérisation d'un état matériau homogénéisé puis fluotourné à froid et détendu présentant des cinétiques de précipitation γ'' différentes de celles d'un état matériau homogénéisé

4.2 Caractérisation d'un état matériau homogénéisé puis fluotourné à froid et détendu présentant des cinétiques de précipitation γ'' différentes de celles d'un état matériau homogénéisé

La figure 54 présente une partie des chemins thermomécaniques utilisés dans [24]. Une partie des résultats sont présentés ici et demandent des analyses complémentaires pour être expliqués. C'est pourquoi dans cette thèse un des états matériau a été caractérisé du point de vue de la structure de

grains et de la densité de GND.

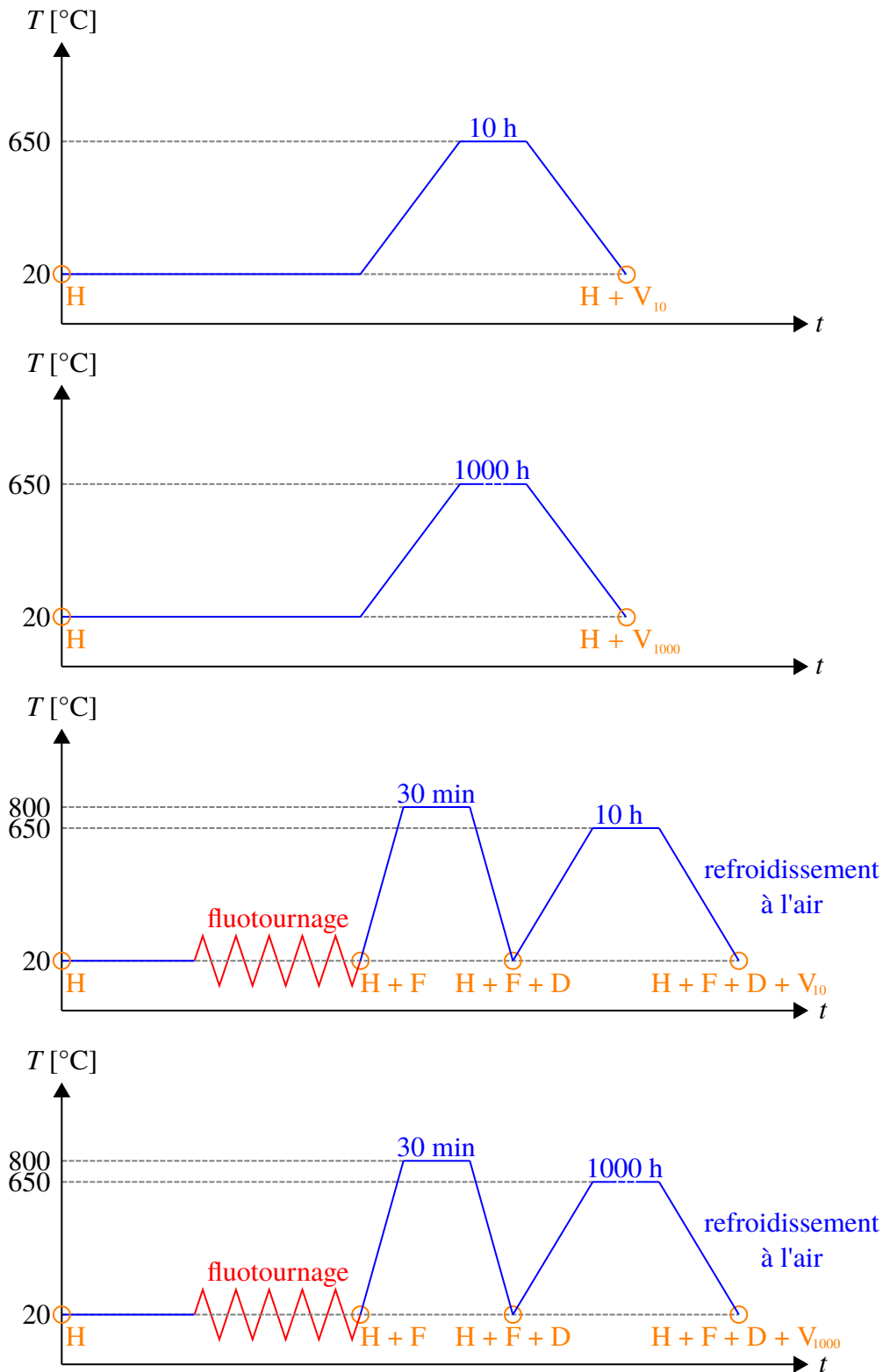


FIG. 54 : Chemins thermomécaniques utilisés dans [24] pour étudier l'influence du procédé de mise en forme sur les cinétiques de précipitation γ'' lors d'un traitement thermique de précipitation.

L'état H a été homogénéisé par un traitement thermique de 4 h avec un maximum de température à 1038 °C par l'entreprise Haynes. L'étape de mise en forme par flutournage à température ambiante a pour conséquence de stocker des dislocations. L'étape de détente à 800 °C pendant 30 min a pour objectif de réduire les contraintes résiduelles dues au flutournage à froid.

4.2. Caractérisation d'un état matériau homogénéisé puis fluotourné à froid et détendu présentant des cinétiques de précipitation γ'' différentes de celles d'un état matériau homogénéisé

La figure 55 présente la caractérisation par microscopie à balayage de l'état de précipitation γ'' (figures 55(a, b)) après un traitement thermique à 650 °C pendant 10 h, et de l'état de précipitation δ (figures 55(c, d)). La colonne de gauche (figures 55(a, c)) correspond aux états non fluotournés et celle de droite (figures 55(b, d)) aux états fluotournés puis détendus avant traitement thermique de précipitation.

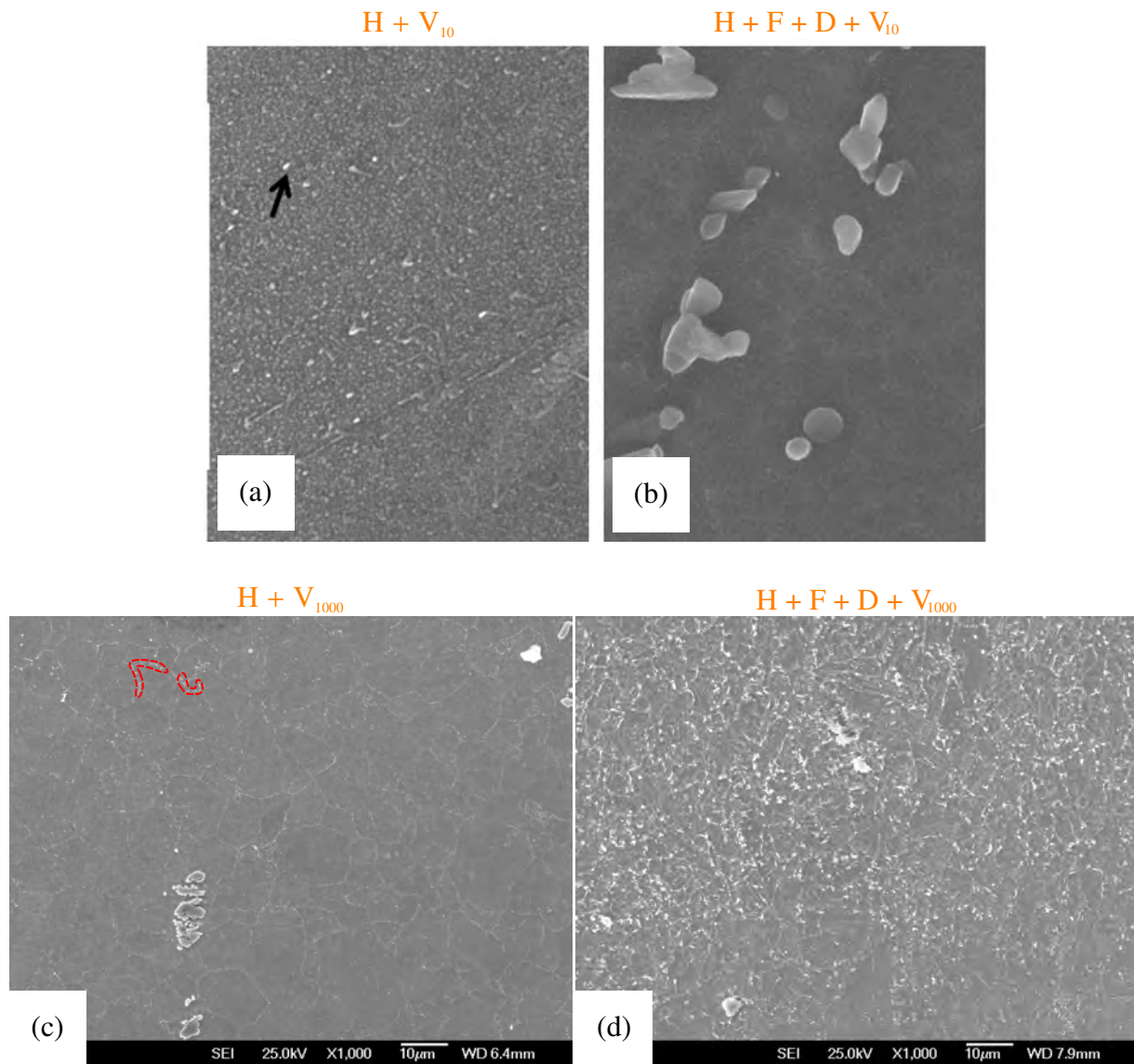


FIG. 55 : Influence de la mise en forme avant traitement thermique de précipitation sur l'état de précipitation γ'' et δ après traitement thermique de précipitation. État de précipitation γ'' produits lors d'un traitement thermique à 650 °C pendant 10 h appliqué à un état (a) homogénéisé (H) et (b) homogénéisé puis fluotourné à température ambiante puis détendu (H + F + D). État de précipitation δ (entourée en rouge dans (c)) produit lors d'un traitement thermique à 650 °C pendant 1000 h appliqué à un état (c) homogénéisé (H) et (d) homogénéisé puis fluotourné à température ambiante puis détendu. États matériau (a) H + V₁₀ et (b) H + F + D + V₁₀ et (c) H + V₁₀₀₀ et (d) H + F + D + V₁₀₀₀. Figure adaptée de (a, b) [24] et (c, d) [150].

Deux conclusions peuvent être tirées.

La première conclusion est associée à la précipitation de la phase γ'' (figures 55(a, b)). Dans l'état matériau non fluotourné (H + V₁₀) (figure 55a), les précipités γ'' sont présents de manière homogène après un traitement thermique de précipitation à 650 °C, sans décoration de dislocations, en accord avec [50, 41]. Quelques dislocations sont bien présentes car un traitement thermique de la même du-

rée à 700 °C et donc à plus faible sursaturation, a montré des précipités γ'' décorant les dislocations [24]. Ceci peut être interprété comme une germination favorisée par une relaxation élastique à la germination près des dislocations, en accord avec [50, 41]. Donc les dislocations dans l'état homogénéisé (H) n'ont pas influencé la cinétique de précipitation γ'' lors du traitement thermique de précipitation à 650 °C pendant 10 h (amenant à l'état matériau H + V₁₀). Dans l'état matériau floutourné à température ambiante puis détendu (H + F + D + V₁₀) (figure 55b), des dislocations devraient *a priori* être stockées suite au floutournage à froid. Ces dislocations ne devraient *a priori pas influencer* la cinétique de précipitation γ'' lors de ce traitement thermique à 650 °C, d'après la littérature [50, 41]. Pourtant, aucun précipité γ'' n'est observé. Cela implique que la cinétique de précipitation γ'' est ici *ralentie* par les étapes de floutournage et détente. Ceci est en contradiction la littérature spécifique à l'Inconel® 625 à 650 °C [50, 41], mais également avec la littérature dans les matériaux cristallins en général, où les dislocations accélèrent les cinétiques de précipitation ¹. Afin d'expliquer ces observations, l'état matériau floutourné et détendu *avant* traitement thermique (H + F + D) a été caractérisé d'un point du vue différent, en termes de structure de grains et de densité de GND (figure 56(b, d)).

La seconde conclusion est associée à la précipitation de la phase δ (figures 55(c, d)). Dans l'état matériau H + V₁₀₀₀ (figure 55c), de «très fines» (quasiment invisibles au grossissement approprié pour la structure de grains) aiguilles ou plaquettes (coupées en 2D par le «quasi»-plan d'observation ²) de phase δ décoorent les joints de grains (un exemple est entouré en rouge sur la figure 55c). Cela implique que la phase δ croît plus rapidement sur les joints de grains que dans la matrice, en accord avec la littérature [24, 40, 50]. En revanche, dans l'état matériau H + F + D + V₁₀₀₀ (figure 55d), les précipités δ présentent une fraction surfacique plus importante, sont plus nombreux à tel point qu'il n'est pas possible d'identifier les joints de grains. Cela pourrait s'expliquer par les dislocations stockées lors du floutournage qui pourraient avoir accéléré la cinétique de précipitation δ . Cela impliquerait alors que la cinétique de précipitation de la phase métastable γ'' est ralentie par les dislocations dues au floutournage au profit de la cinétique de précipitation de sa version stable, la phase δ .

La figure 56 montre les cartographies d'orientation cristallographique et de densité de GND dans

1. par diffusion accélérée le long de leur coeur [25, 26, 27] et/ou relaxation élastique à la germination dans leur voisinage [29, 30, 28]

2. en réalité, le plan d'observation comporte une épaisseur égale à la profondeur du volume émettant les électrons secondaires collectés pour l'imagerie, soit entre 10 nm et 100 nm [151]

4.2. Caractérisation d'un état matériau homogénéisé puis fluotourné à froid et détendu présentant des cinétiques de précipitation γ'' différentes de celles d'un état matériau homogénéisé

les états matériau H et H + F + D afin d'analyser la structure de grains et l'organisation des GND.

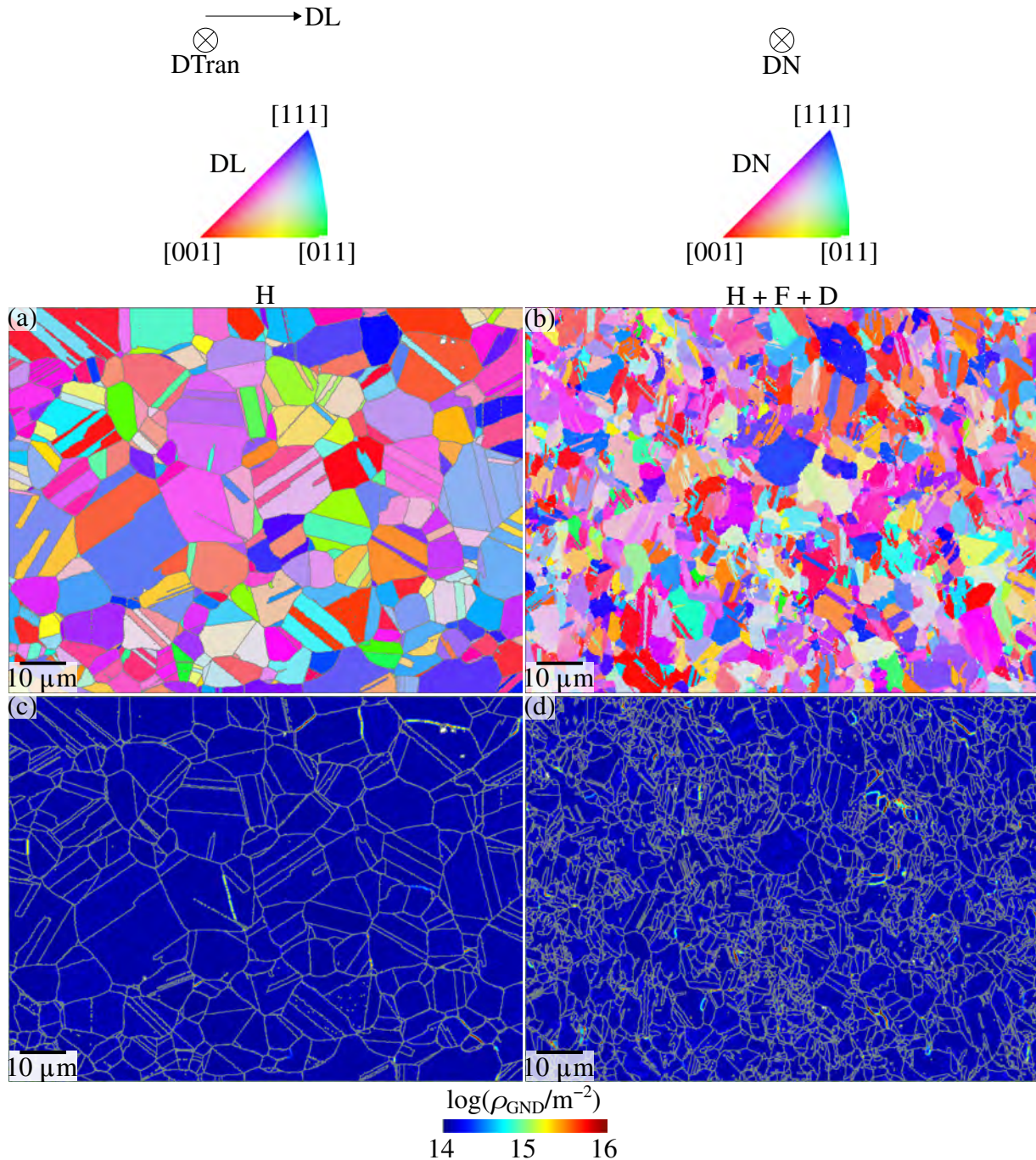


FIG. 56 : Cartographies d'orientation cristallographique dans les états (a) H (homogénéisé pendant 4 h avec un maximum de température à 1038 °C) où le code couleur est défini par rapport à la direction de laminage (DL) et (b) H + F + D (homogénéisé pendant 4 h avec un maximum de température à 1038 °C puis fluotourné à froid puis détendu) où le code couleur est défini par rapport à la direction normale (DN). Cartographies de densité de GND dans les états (c) H (homogénéisé pendant 4 h avec un maximum de température à 1038 °C) et (d) H + F + D (homogénéisé pendant 4 h avec un maximum de température à 1038 °C puis fluotourné puis détendu). Joints de grains et de mâcles en gris.

La figure 57 montre les densités normalisées (d'intégrale égale à 1) de distribution du logarithme base 10 densité de GND issues des cartographies de la figure 56 dans les états matériau H et H + F + D.

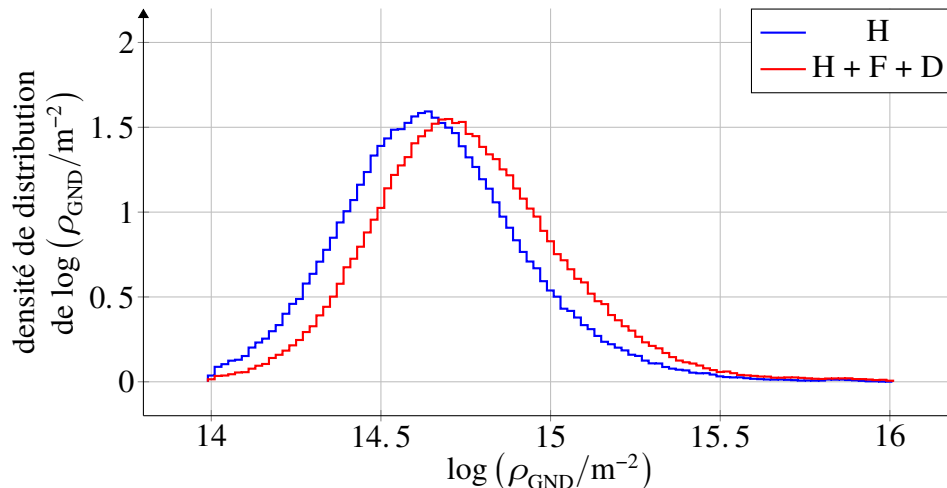


FIG. 57 : Densités normalisées (d'intégrale égale à 1) de distribution du logarithme base 10 de la densité de GND dans les états matériau H et H + F + D.

En termes de structures de grains, l'état matériau H + F + D (figure 56b) présente des grains plus fins que l'état H (figure 56a). En termes de densité de GND, l'état H + F + D présente quelques structures de GND (figure 56d), mais au vu des distributions les niveaux atteints sont comparables à ceux de l'état H (figure 56e).

Ces résultats peuvent être expliqués par deux raisons physiques, potentiellement cumulables. La première raison réside dans le fait que le fluotournage, bien que réalisé à température ambiante, a pu amener de l'énergie mécanique qui s'est convertie en énergie interne de chaleur. Cela a pu provoquer une augmentation de température dans le matériau (auto-échauffement), favorisant des mécanismes de restauration dynamique et/ou recristallisation dynamique qui tendent à diminuer les niveaux de densité de GND. La deuxième raison réside dans l'étape de détente, qui a pu déclencher la restauration statique et/ou la recristallisation statique, diminuant là encore les niveaux de densité de GND. L'état matériau H + F + D présente des grains plus fins que l'état matériau H, ce qui implique nécessairement que de nouveaux grains sont apparus, c'est-à-dire qu'au moins un phénomène de recristallisation ait eu lieu. Ce phénomène de recristallisation a pu donc prendre place pendant le fluotournage, auquel cas il s'agit d'une recristallisation dynamique, et/ou pendant la détente, auquel cas il s'agit d'une recristallisation statique.

Ces observations permettent de proposer une explication pour les résultats observés dans la figure 55. Au cours des traitements thermiques, le niobium diffuse dans les joints de grains pour y nourrir la précipitation de la phase stable δ [24, 40, 50]. L'intérieur des grains de la matrice s'appauvrit alors en niobium, ce qui ralentit le développement de la précipitation γ'' . Les grains sont plus petits, donc les joints de grains présentent une aire par unité de volume plus importante dans l'état matériau H + F + D comparé à l'état matériau H. Ainsi, le mécanisme décrit ci-avant, qui alimente la précipitation δ sur les joints de grains et inhibe la précipitation γ'' , est renforcé dans l'état matériau H + F + D comparé à l'état matériau H, expliquant les résultats illustrés dans la figure 55.

En conclusion, le fluotournage suivi de la détente n'est pas adapté pour mettre en évidence l'influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ'' . Il a en réalité mis en évidence l'influence de la taille de grains sur les cinétiques de précipitation des phases γ'' et δ . C'est pourquoi un plan d'expériences est établi spécifiquement pour étudier l'impact des dislocations générées lors de la mise en forme de pièces industrielles sur la cinétique de précipitation de la phase γ'' (section 4.3).

4.3 Plan d'expériences

La figure 58 présente le plan d'expériences adopté pour étudier l'influence des dislocations sur la cinétique de précipitation de la phase γ'' lors d'un traitement thermique de précipitation.

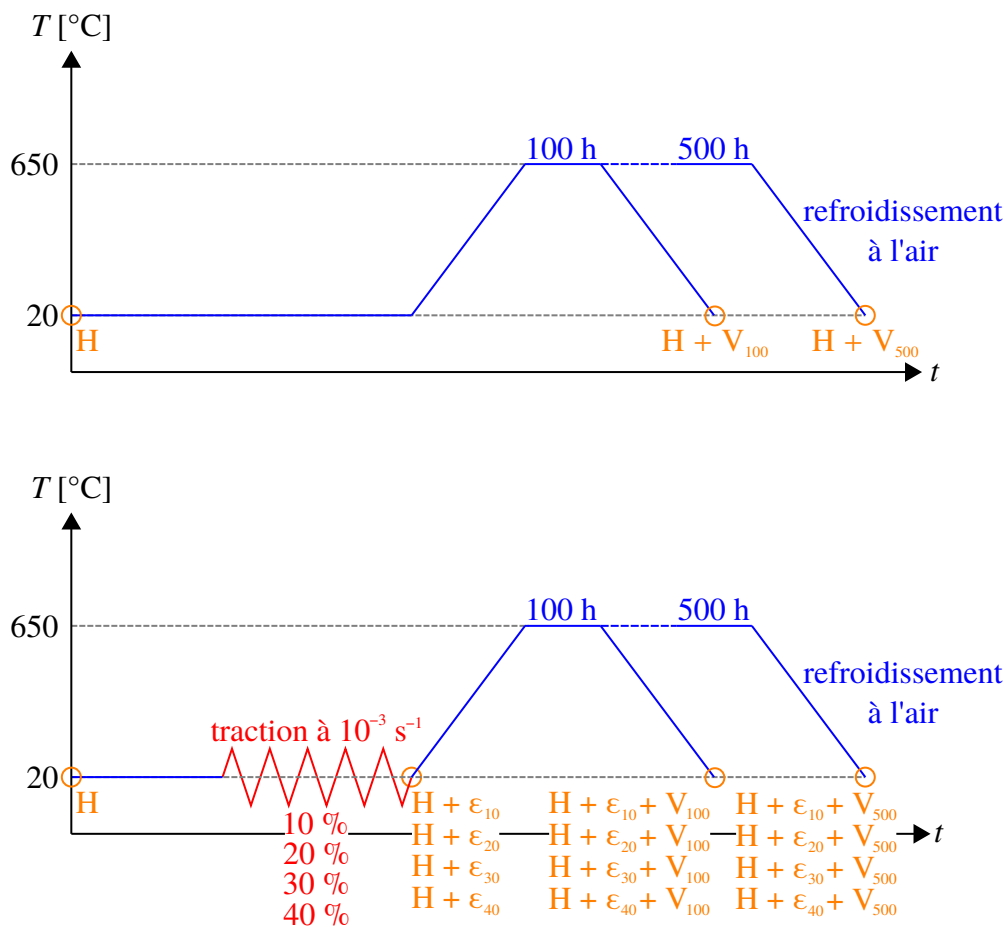


FIG. 58 : Chemins thermomécaniques appliqués pour étudier l'effet des dislocations sur la cinétique de précipitation de la phase γ'' . La déformation en traction est la déformation totale.

L'état H est identique à celui présenté dans la figure 54 (homogénéisé pendant 4 h avec un maximum de température à 1038 °C par l'entreprise Haynes).

Les différents niveaux de déformation permettent de stocker différents niveaux de densité des dislocations, afin d'en étudier l'influence sur les cinétiques de précipitation γ'' lors du traitement thermique de précipitation. Pour ce dernier, la température de 650 °C et les durées de 100 h et 500 h ont été sélectionnées sur la base de plusieurs critères. Le premier critère était l'objectif d'obtenir la phase métastable γ'' et d'éviter l'apparition de sa version stable, la phase δ [24]. Le second critère avait pour but de comparer les résultats avec ceux obtenus dans la littérature [24, 41, 50]. Dans ces travaux, l'effet des dislocations est prouvé de manière évidente en montrant notamment des précipités γ'' absents hors des dislocations et présents sur des dislocations, pour des traitements thermiques à 750 °C, (et dans une moindre mesure à 725 °C et 700 °C), proche du solvus et donc à faible sursaturation en niobium. Cependant, après un traitement thermique à 650 °C, donc à plus importante sursaturation en niobium, les précipités γ'' sont répartis de manière homogène dans la matrice. Cela suggère qu'à 650 °C la sursaturation en niobium est prépondérante devant les relaxations élastiques près des dislocations, pour la germination de précipités γ'' , et donc que les dislocations n'influencent pas la cinétique de précipitation γ'' à 650 °C. Ceci présente un intérêt dans le cadre d'une application industrielle, puisque l'état de précipitation généré au cours d'un traitement thermique serait ainsi homogène, procurant un durcissement homogène à la pièce. Cependant, il faut rappeler que les dislocations sur lesquelles auraient

pu germer les précipités γ'' étaient issues d'une trempe après homogénéisation [41, 50] ou présentes dans un état homogénéisé (par l'entreprise Haynes) [24]. Or, au cours d'opérations de mise en forme de l'alliage pour des applications industrielles, des déformations plastiques macroscopiques sont appliquées et induisent des niveaux de densité de GND *a priori* plus élevés. Les résultats obtenus à 650 °C pour des dislocations demeurant dans des états homogénéisés ne peuvent donc pas être extrapolés au cas de dislocations produites par des opérations de mise en forme industrielle à froid. Ainsi, la température de 650 °C présentait l'intérêt de pouvoir confirmer ou infirmer les résultats de la littérature [24, 41, 50] pour la même température, cette fois-ci pour des états matériaux présentant des niveaux de densité de GND plus élevés, quantifiables (partiellement *via* la densité de GND) sur une grille d'analyse EBSD (section 3.3.1) et produits par une déformation macroscopique contrôlée et comparable à celles appliquées lors de la mise en forme de l'alliage.

Sur la base de ce second critère, la température de 650 °C a donc été retenue, puis les durées de 100 h et 500 h ont été retenues sur la base du premier critère (obtenir des précipités γ'' en évitant la phase δ) en utilisant les diagrammes TTT établis dans [24] (figure 15).

La densité de GND est calculée selon la méthode présentée dans la section 3.3.1 et développée dans la thèse. Cette méthode permet de quantifier la densité de GND en chaque point d'une grille analysée par EBSD. Les zones où la densité de GND est la plus élevée sont ainsi révélées. De telles zones sont les plus susceptibles de mettre en évidence un effet des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ'' . Les précipités γ'' sont donc observés (figure 63) en particulier dans ces zones.

La figure 59 présente la géométrie des éprouvettes de traction. La direction de traction est choisie parallèle à la direction de laminage afin de maximiser la ductilité pour la traction à température ambiante. L'épaisseur des éprouvettes est celle de la matière reçue sous forme de tôle (1 mm). Chacune de ces éprouvettes correspond donc aux états matériaux H avant traction et l'état matériau H + ϵ_{10} , H + ϵ_{20} , H + ϵ_{30} ou H + ϵ_{40} après traction à respectivement 10 %, 20 %, 30 % ou 40 %. Aucune striction n'a été

observée lors des essais.

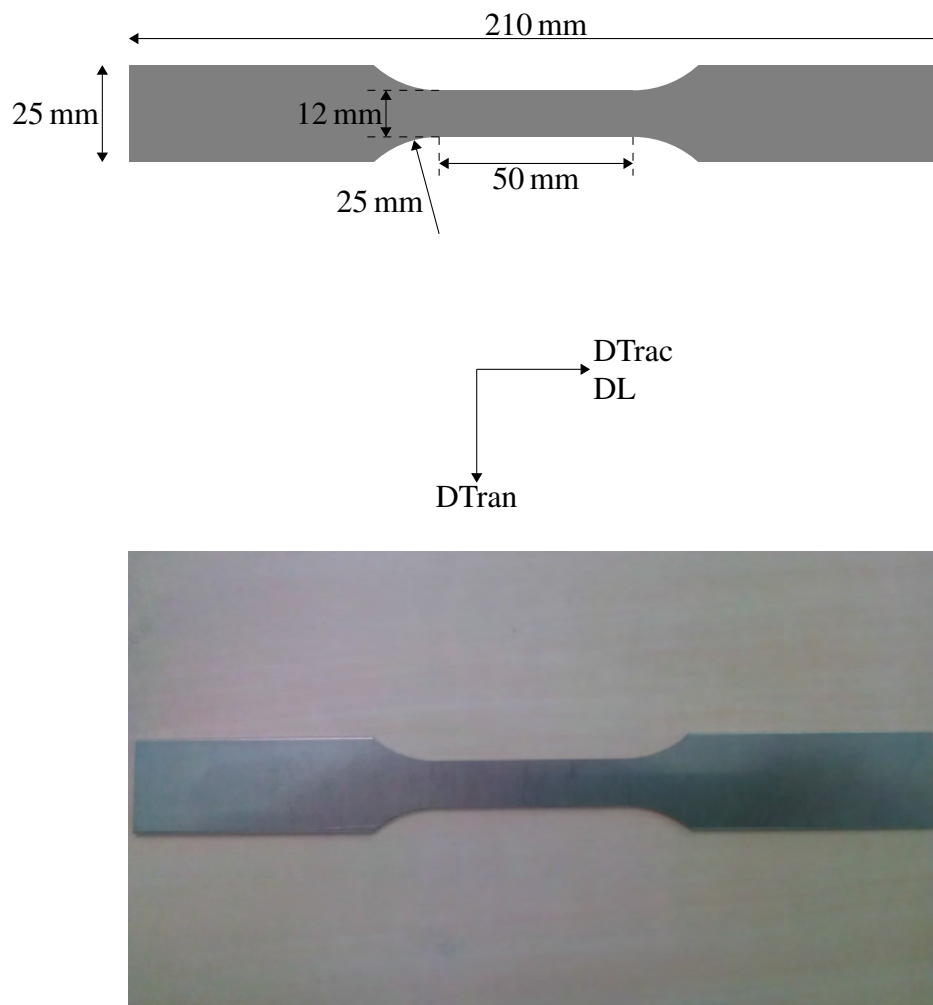


FIG. 59 : Éprouvettes de traction (d'épaisseur 1 mm, celle de la matière reçue), pour passer de l'état matériau H à l'état matériau $H + \epsilon_{10}$, $H + \epsilon_{20}$, $H + \epsilon_{30}$ ou $H + \epsilon_{40}$ après traction à respectivement 10 %, 20 %, 30 % ou 40 %. La direction de traction (DTrac) est choisie parallèle à la direction de laminage (DL). DTran = direction transverse. (a) géométrie et (b) photographie d'une éprouvette non déformée. Aucune striction n'a été observée lors des essais.

4.4 Résultats

Dans les analyse par MEB présentées, la direction de laminage est horizontal et est également la direction de traction (pour les états matériaux déformés en traction), et la direction verticale est la direction normale.

4.4.1 Niveaux atteints de densités de GND

La figure 60 montre les cartographies d'orientation cristallographique dans les états matériau ayant subi différents niveaux de déformation plastique en traction à température ambiante (H, $H + \epsilon_{10}$, $H + \epsilon_{20}$,

H + ϵ_{30} et H + ϵ_{40}).

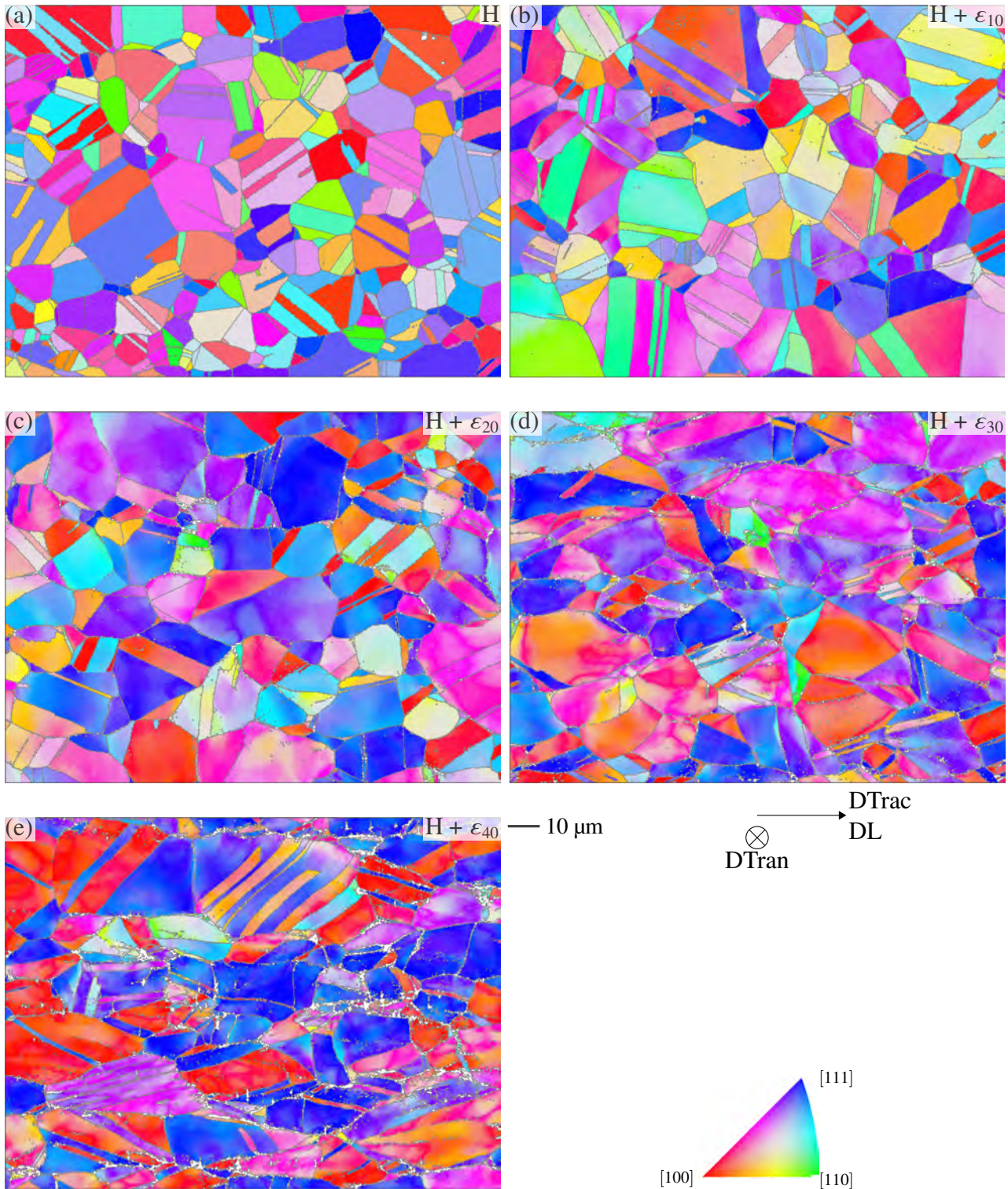


FIG. 60 : Cartographie de l'orientation cristallographique par rapport à la direction de traction DTrac (=DL) selon le code couleur du triangle standard dans les états matériau (a) H, (b) H + ϵ_{10} , (c) H + ϵ_{20} , (d) H + ϵ_{30} et (e) H + ϵ_{40} . Joints de gains et de mâcles en gris.

Deux tendances sont observées lorsque la déformation plastique augmente : les grains sont plus allongés le long de la direction de traction et les hétérogénéités intragranulaires d'orientation cristallographiques sont plus nombreuses et prononcées (figure 60).

La figure 61 montre les cartographies de densité de GND ρ_{GND} .

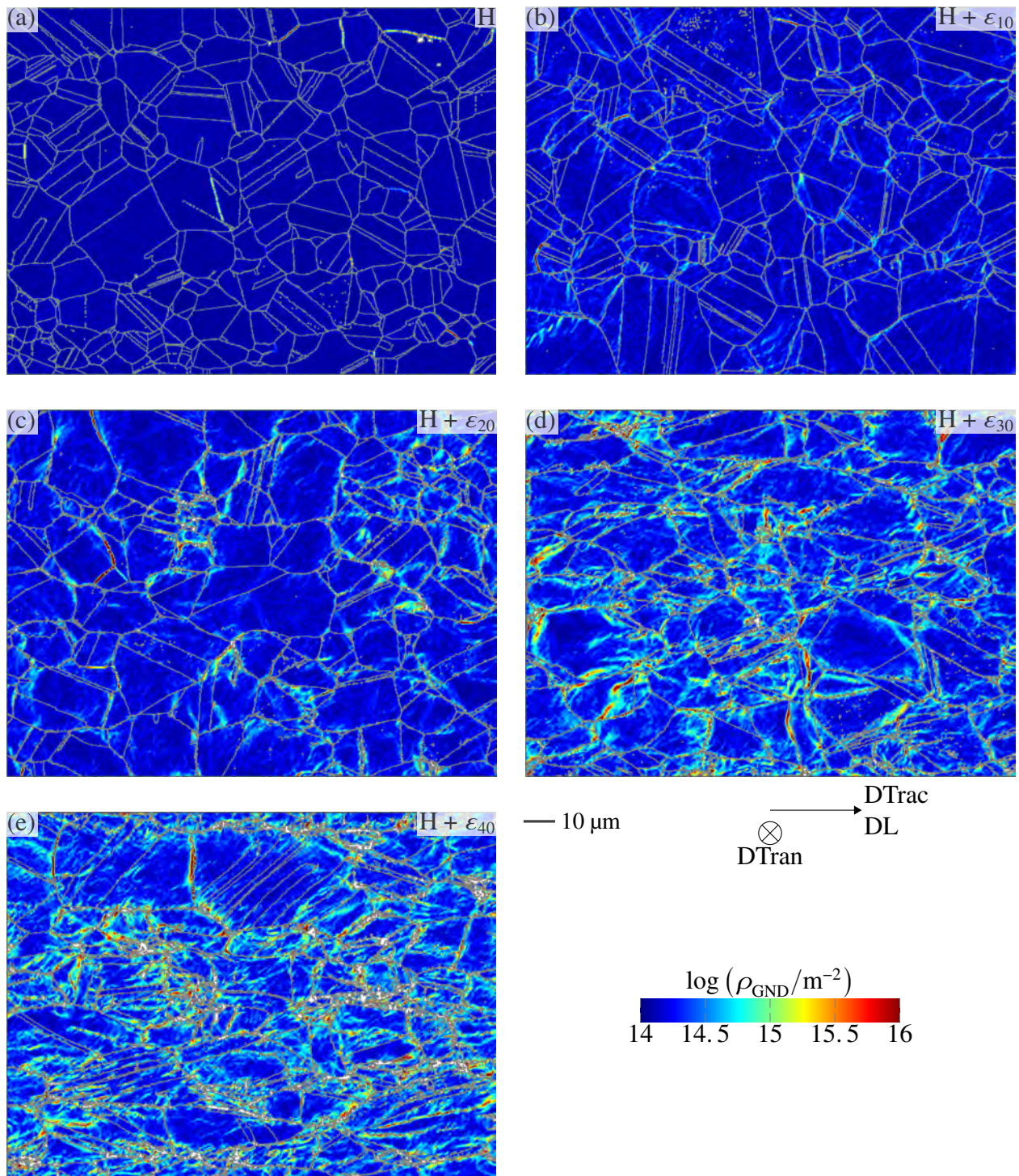


FIG. 61 : Cartographies de densité de GND (échelle logarithmique base 10) dans les états matériau (a) H, (b) $H + \epsilon_{10}$, (c) $H + \epsilon_{20}$, (d) $H + \epsilon_{30}$ et (e) $H + \epsilon_{40}$. Zones correspondantes à la figure 60. Joints de gains et de mâcles en gris.

Les valeurs de densités de GND au coeur comme aux bords des grains augmentent avec la déformation plastique appliquée en traction (figure 61).

La figure 62 montre les densités normalisées (d'intégrale égale à 1) de distribution du logarithme

base 10 densité de GND issues des cartographies de la figure 61.

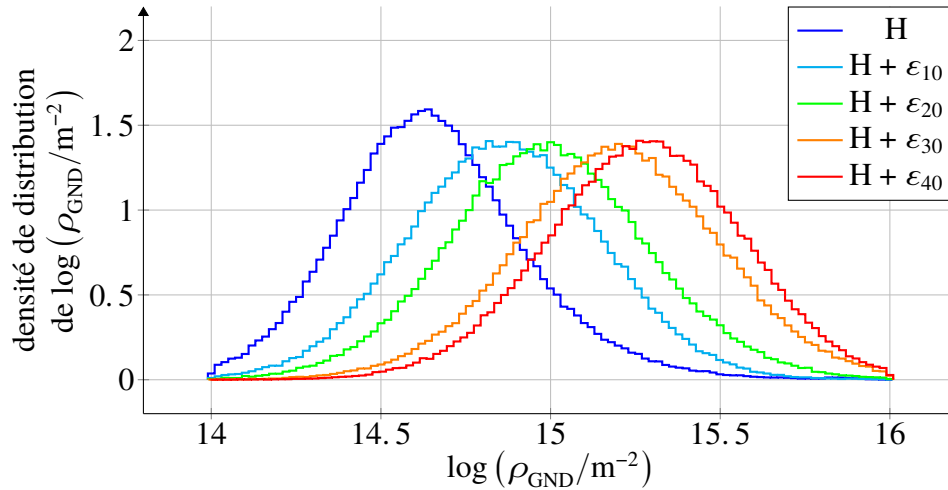


FIG. 62 : Densités normalisées (d'intégrale égale à 1) de distribution du logarithme base 10 de la densité de GND dans les états matériau H, H + ϵ_{10} , H + ϵ_{20} , H + ϵ_{30} et H + ϵ_{40} .

Les distributions de la densité de GND présentent un écart-type similaire et une moyenne qui augmente logiquement avec la déformation plastique appliquée en traction à température ambiante (figure 62).

4.4.2 Précipitation γ''

Les précipités γ'' intragranulaires générés lors des traitements thermiques de précipitation durant respectivement 100 h et 500 h sont présentés sur la figure 63. Les états non déformés et déformés à 40 % (extrêmes en terme de déformation) avant traitement thermique de précipitation sont étudiés.

Ainsi, les états matériau étudiés sont $H + V_{100}$ et $H + \varepsilon_{40} + V_{100}$, $H + V_{500}$ et $H + \varepsilon_{40} + V_{500}$.

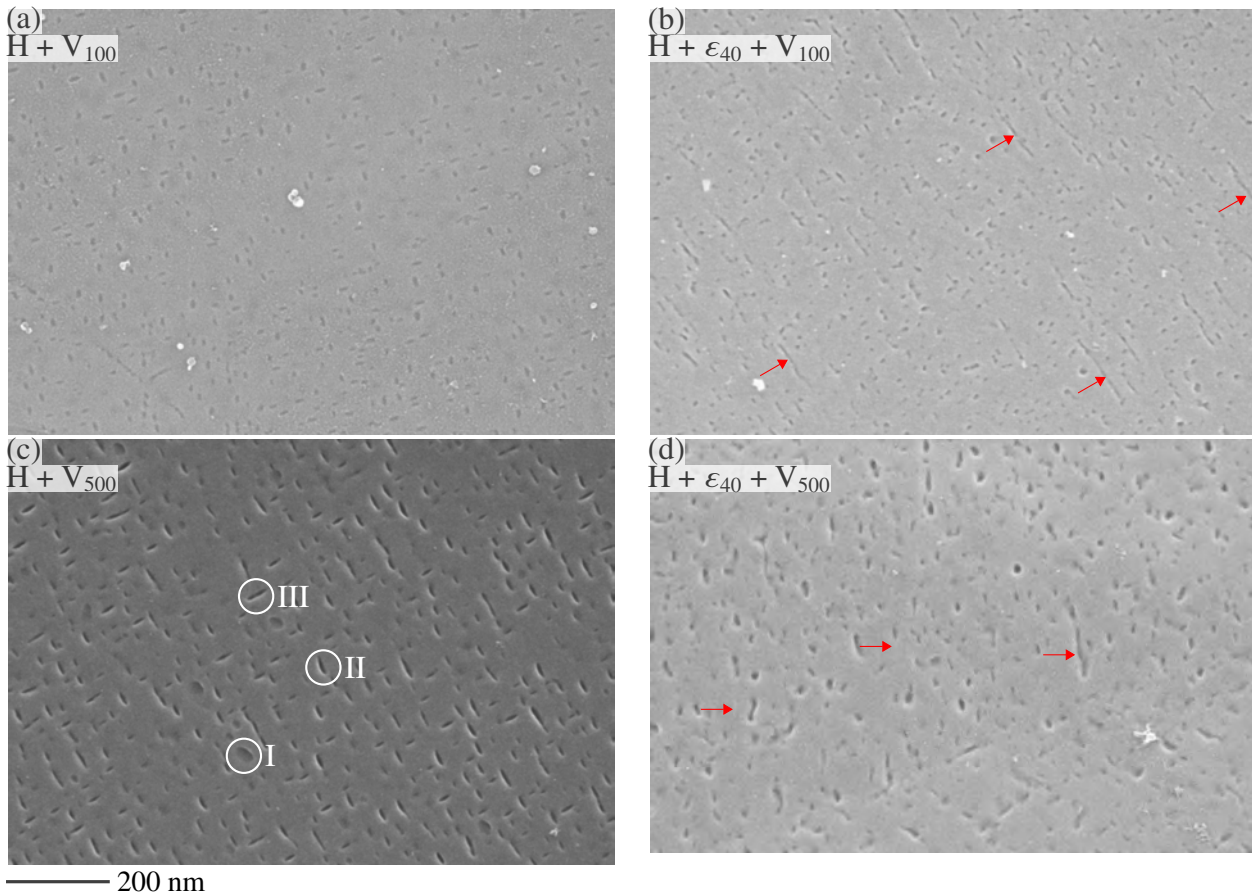


FIG. 63 : États de précipitation γ' intragranulaire dans les états matériau (a) $H + V_{100}$, (b) $H + \varepsilon_{40} + V_{100}$, (c) $H + V_{500}$ et (d) $H + \varepsilon_{40} + V_{500}$. Les trois variants (I, II et III) d'orientation morphologique des précipités γ'' ellipsoïdaux sont indiqués dans (c). Les flèches rouges indiquent des précipités γ'' (b) de morphologies allongées/d'aspect groupés et (d) de morphologie ellipsoïdale déformée voire ondulée.

Ce paragraphe se concentre sur les états matériaux non déformés ($H + V_{100}$ et $H + V_{500}$).

Schématiquement, après 100 h (état matériau $H + V_{100}$, figure 63a) et 500 h (état matériau $H + V_{500}$, figure 63c), les précipités γ' sont respectivement sphériques et ellipsoïdaux avec trois variants d'orientation morphologique, nommés I, II et III dans la figure 63c.

Ces trois variants ont déjà été observés dans l'Inconel® 718 [152] et l'Inconel® 625 [50, 43, 52, 24] et proviennent de la combinaison de deux raisons physiques. La première raison est la minimisation de l'énergie élastique générée par la cohérence de l'interface γ/γ'' . La seconde raison tient dans l'écart de paramètre de maille entre la matrice et la phase γ'' . Ce dernier associé à la direction $\langle 001 \rangle$ de la phase γ'' est supérieur à celui associé aux directions $\langle 100 \rangle$ et $\langle 010 \rangle$ de la phase γ'' [152]. Ainsi, pour minimiser l'énergie élastique due à la cohérence de l'interface γ/γ'' les précipités adoptent une forme minimisant le nombre d'atomes le long de la direction $\langle 001 \rangle$ de la phase γ'' . Cela amène à une forme ellipsoïdale dont l'épaisseur est parallèle *simultanément* aux directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice et à la direction $\langle 001 \rangle$ de la phase γ'' . Cela établit donc une relation en termes d'orientation morphologique et cristallographique entre les précipités γ'' et la matrice.

La différence de morphologie des précipités γ'' après 100 h et 500 h de traitement thermique montre que leur caractère ellipsoïdal se renforce au cours du traitement thermique. Cette évolution a également été observée dans [152] et peut être expliquée comme suit. Lorsque le volume d'un précipité γ'' augmente, il tente en permanence de minimiser le nombre d'atomes dans l'interface cohérente le long de la direction $\langle 001 \rangle$ de la phase γ'' d'après les raisons présentées ci-avant pour expliquer la morphologie ellipsoïdale. En considérant un cas extrême pour visualiser le processus physique, deux

atomes seraient présents dans cette interface le long de la direction $\langle 001 \rangle$ de la phase γ'' . Le précipité γ'' serait alors un cylindre de révolution d'épaisseur $c_{\gamma''}$. Et ce alors même que le nombre d'atomes dans le précipité augmente. La seule solution pour le précipité est donc d'augmenter le diamètre du cylindre à épaisseur constante. Ainsi, l'aspect ellipsoïdal du cylindre est d'autant plus prononcé que ce dernier grossit. Cette configuration idéale illustre le mécanisme selon lequel les précipités adoptent une forme d'autant plus ellipsoïdale au fur et à mesure qu'il grossissent.

Ce paragraphe se concentre sur les états matériaux déformés à 40 % ($H + \varepsilon_{40} + V_{100}$ et $H + \varepsilon_{40} + V_{500}$). Après 100 h (état matériau $H + V_{100}$, figure 63b) de traitement thermique, certains précipités γ'' présentent une forme allongée et/ou semblent groupés le long de lignes parallèles d'environ 100 nm de long (flèches rouges dans la figure 63b). Ceux-ci rappellent, d'une manière moins prononcée, les résultats de la littérature ([24, 41, 50], figure 53a) où les précipités γ'' étaient exclusivement présents sur les dislocations. Ces interprétations issues de ces résultats et développées dans la section 4.1 (page 84) apparaissent donc également plausibles ici. Ces interprétations suggèrent donc que les dislocations stockées par la traction à température ambiante ont ici joué le rôle de sites de germination γ'' préférentiels par relaxation élastique à la germination dans leur voisinage, et que la diffusion accélérée le long des dislocations n'entre pas en jeu de manière significative.

Après 500 h (état matériau $H + V_{500}$, figure 63d), quelques précipités de morphologie ellipsoïdale déformée voire ondulée sont présents (flèches rouges dans la figure 63d). Cet aspect pourrait s'expliquer par la combinaison des deux raisons suivantes. La première raison est l'hétérogénéité de l'orientation cristallographique de la matrice, dues aux dislocations stockées lors de la traction à température ambiante. La seconde raison est le mécanisme (décrit dans le paragraphe précédent) induisant la morphologie ellipsoïdale des précipités γ'' . Ainsi, pour l'état matériau $H + \varepsilon_{40} + V_{500}$ ce mécanisme s'applique dans une matrice d'orientation cristallographique hétérogène, ce qui affecte la morphologie des précipités γ'' grossissant au sein de celle-ci.

Le fait que les différences de morphologie et d'orientation morphologique soient plus prononcées après un traitement plus court (100 h contre 500 h) suggère qu'elle s'atténuent par la suite et donc qu'elles sont reliées à la germination des précipités et non à leur croissance. Les dislocations peuvent influencer les cinétiques de précipitation à travers la diffusion accélérée le long de leur cœur [25, 26, 27], qui accélère la germination et la croissance, et la relaxation élastique à la germination dans leur voisinage [29, 30], qui accélère uniquement la germination. Ainsi, ils semblerait que l'influence observée des dislocations ne provienne pas de mécanismes de diffusion accélérée le long des dislocations, mais plutôt de relaxation élastique à la germination dans leur voisinage. Cette conclusion est en accord avec celles issues du raisonnement proposé dans la section 4.1 dédiée à la littérature existante [41, 50], qui utilisait pourtant un argument différent (l'importance des mécanismes d'influence des dislocations à différentes températures) pour conclure que la relaxation élastique à la germination peut intervenir de manière «importante» mais pas la diffusion accélérée le long des dislocations. Enfin, les résultats présentés dans cette section sont en accord avec ceux de la littérature [41, 50], donc ce raisonnement proposé dans la section 4.1 est applicable, et renforce la conclusion selon laquelle la relaxation élastique à la germination peut intervenir de manière «importante» mais pas la diffusion accélérée le long des dislocations.

Les densités de distribution du diamètre équivalent, normalisées par unité d'aire analysée, ont été calculées en considérant un minimum de 8 images à l'intérieur des grains au grandissement des images dans la figure 63, couvrant donc une aire minimale de $8.1 \mu\text{m}^2$. Le nombre de précipités γ'' identifiés est de 6964, 9846, 3212 et 4809 pour les états matériaux $H + V_{100}$, $H + \varepsilon_{40} + V_{100}$, $H + V_{500}$ et $H + \varepsilon_{40} + V_{500}$ respectivement. Les images ont été acquises à différents endroits de la microstructure

et notamment dans des zones où les valeurs de densité de GND (figure 61) étaient les plus élevées.

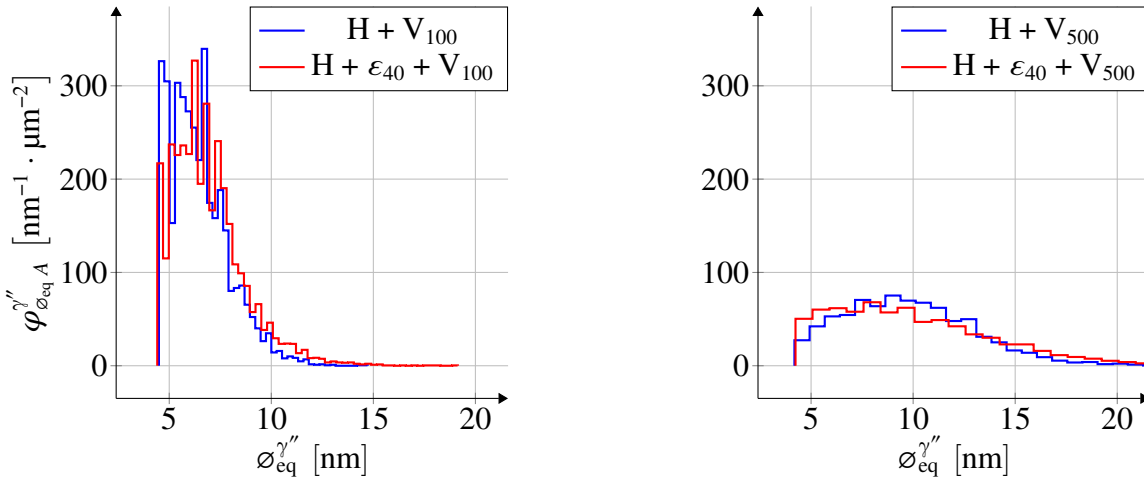


FIG. 64 : Densités de distribution $\phi_{\delta_{eq}^{\gamma''} A}$ du diamètre équivalent $\delta_{eq}^{\gamma''}$ des précipités γ'' intragranulaires, normalisées par unité d'aire analysée, pour les états matériaux (a) H + V₁₀₀ (bleu) et H + ε₄₀ + V₁₀₀ (rouge), (b) H + V₅₀₀ (bleu) et H + ε₄₀ + V₅₀₀ (rouge).

état matériau	$A_A^{\gamma''}$ [%]	$\bar{\delta}_{eq}^{\gamma''}$ [nm]	$N_A^{\gamma''}$ [μm^{-3}]
H + V ₁₀₀	3.5	6.5	970
H + ε ₄₀ + V ₁₀₀	4.2	6.9	990
H + V ₅₀₀	5.0	9.8	590
H + ε ₄₀ + V ₅₀₀	5.8	10	610

TAB. 10 : Fraction surfacique $A_A^{\gamma''}$, diamètre équivalent moyen $\bar{\delta}_{eq}^{\gamma''}$ et nombre $N_A^{\gamma''}$ de précipités γ'' intragranulaires par unité d'aire analysée pour les états matériaux non déformés (colonne de gauche) et déformés à 40 % (colonne de droite) après 100 h (première ligne) et 500 h (seconde ligne) de traitement thermique à 650 °C.

Les densités de distribution du diamètre équivalent des précipités γ'' (figure 64) normalisées par unité d'aire analysée, traduisent bien les similarités visuelles entre les états matériau non déformés (courbes bleues) et les états matériau déformés à 40 % (courbes rouges). Les fractions surfaciques, diamètres équivalents moyen et nombres de précipités γ'' par unité d'aire analysée sont également similaires entre les états matériau non déformés (courbes bleues) et les états matériau déformés à 40 % (tableau 10). Au vu de ces similarités, les états matériaux moins déformés (à 10 %, 20 % et 30 %) et traités thermiquement n'apporteraient aucune valeur ajoutée aux résultats et n'ont donc pas

été étudiés.

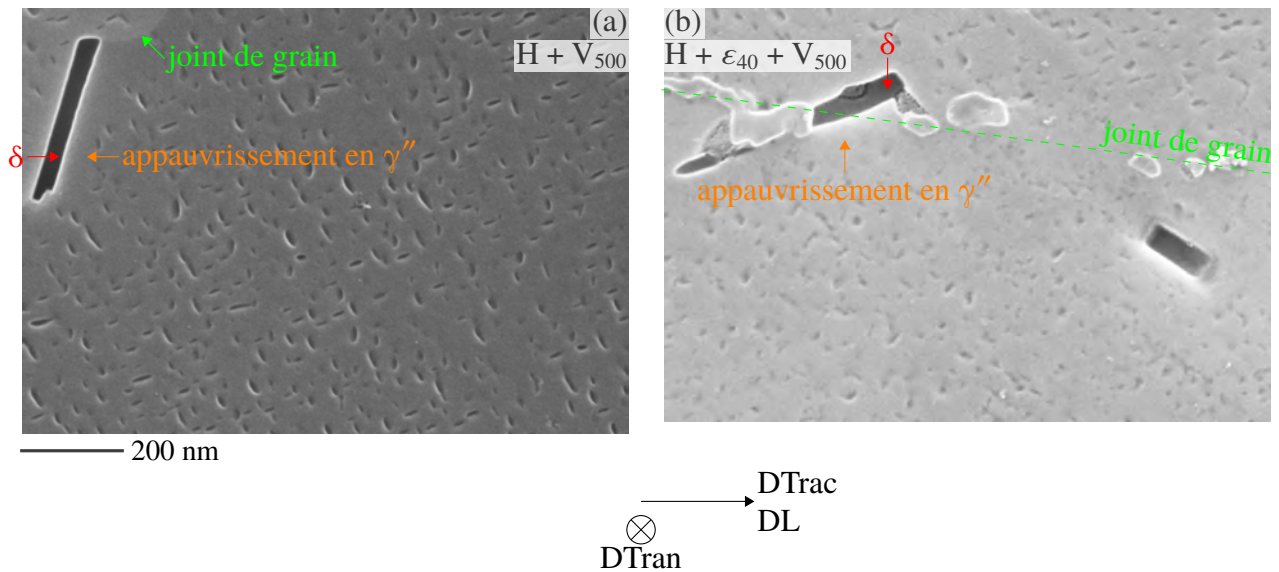


FIG. 65 : État de précipitation γ' sur les joints de grains dans les états matériau (a) $H + V_{500}$ et (b) $H + \epsilon_{40} + V_{500}$.

Des précipités en forme de bâtonnets sont observés sur les joints de grains (figure 65) et présentent un diamètre équivalent visuellement supérieur à 5 fois le diamètre équivalent moyen des précipités γ'' intragranulaires. Ces précipités sont observés dans les états matériau $H + V_{500}$ et $H + \epsilon_{40} + V_{500}$, donc indépendamment de la traction à température ambiante. De plus, dans le voisinage de ces précipités, on n'observe pas de précipités γ'' . Ces précipités sont donc interprétés comme appartenant à la phase δ , version stable de la phase γ'' . Le fait qu'ils aient réagi de manière similaire à la préparation (en étant dissous) que les précipités γ'' est expliqué par leur composition chimique identique à celle de la phase γ'' . L'absence locale de précipités γ'' s'explique par le fait que ces derniers ont consommé le niobium environnant, qui n'est donc plus disponible pour nourrir la précipitation γ'' . Enfin, leur taille supérieure s'explique par leur croissance accélérée par la diffusion accélérée de niobium dans les joints de grains [153]. Cette croissance accélérée des précipités δ sur les joints de grains est cohérente avec la littérature [24, 40, 50].

Conclusion

L'influence des dislocations sur la cinétique de précipitation γ'' obtenue lors d'un traitement thermique dans l'Inconel® 625 a été étudiée. Différents niveaux de déformation par traction à température ambiante ont été appliqués et suivis de traitements thermiques déclenchant la précipitation de la phase γ'' . Les états de précipitation γ'' ont été décrits qualitativement (morphologie, orientation morphologique et cristallographique par rapport à la matrice) et quantitativement (distribution de diamètre équivalent normalisée par unité d'aire d'analysée).

En termes de conclusions, les résultats relatifs à la morphologie des précipités γ'' et le fait que les différences de morphologie et d'orientation morphologique soient plus prononcées après un traitement plus court (100 h contre 500 h), montrent qu'elles s'atténuent par la suite. Cela suggère que les dislocations impactent la germination des précipités γ'' et non leur croissance. Ainsi, il semblerait que l'influence observée des dislocations ne provienne pas de mécanismes de diffusion accélérée le long des dislocations, mais de relaxation élastique à la germination dans leur voisinage. Cette prépondérance des mécanismes élastiques sur les mécanismes de diffusion accélérée le long des dislocations est

cohérente avec l'interprétation des résultats de la littérature [24, 41, 50] proposée dans la section 4.1. Les résultats de [149] avaient également mis en évidence l'importance des aspects élastiques. Globalement, les résultats de ce chapitre et l'interprétation de résultats issus de la littérature (à d'autres températures) semblent indiquer que les phénomènes de relaxation élastique à la germination près des dislocations sont prépondérants face aux phénomènes de diffusion accélérée le long des dislocations. Sur le plan quantitatif, au vu des distributions de diamètre équivalent normalisées par unité d'aire analysée, les dislocations n'ont finalement pas influencé significativement la cinétique de précipitation γ'' à 650 °C.

En termes de perspectives du point de vue de l'application industrielle, un point clé réside dans l'homogénéité de l'état de précipitation γ'' généré par un traitement thermique après la mise en forme, pour obtenir des caractéristiques mécaniques homogènes. Or, la littérature montre de manière évidente une hétérogénéité possible de l'état de précipitation γ'' selon la présence ou non de dislocations. Après un traitement thermique à 700 °C ou plus (à «faible» sursaturation) les précipités γ'' décoraient les dislocations et étaient absents hors de celles-ci. Ainsi un traitement thermique à de telles températures serait susceptible de produire un état de précipitation γ'' hétérogène et donc un durcissement et des propriétés mécaniques hétérogènes. En revanche, aucune influence des dislocations n'avait été mise en évidence après un traitement thermique à 650 °C (à plus forte sursaturation). Ces dislocations étaient cependant générées uniquement lors d'une trempe depuis une homogénéisation ou étaient présentes dans un état homogénéisé. Ceci ne permettait pas de garantir que pour les niveaux de déformation atteints lors d'une mise en forme industrielle, et les niveaux de densité de GND associés, les dislocations n'auraient pas d'influence sur la cinétique de précipitation γ'' . Les résultats présentés dans ce chapitre viennent confirmer l'absence d'influence significative des dislocations sur la cinétique de précipitation γ'' , pour le cas de déformations comparables, voire supérieures à celles rencontrées au cours de la mise en forme industrielle de l'alliage.

En conséquence, la température de 650 °C semble garantir une absence d'influence des dislocations sur la cinétique de précipitation γ'' . La température de 650 °C paraît donc appropriée pour obtenir un durcissement homogène de l'alliage Inconel® 625 lors d'un traitement thermique de précipitation γ'' directement après la mise en forme de pièces industrielles.

Mentionnons cependant que les joints de grains favorisent la précipitation δ au détriment de la phase γ'' . Ainsi, les joints de grains constituent le paramètre d'ordre un qui impacte la précipitation γ''/δ . Il paraît donc judicieux d'étudier l'influence de l'aire de joints de grains par unité de volume et/ou de la taille de grains sur les cinétiques de précipitation γ''/δ . Toujours dans une optique d'application industrielle, une telle étude inclurait idéalement un volet consacré aux propriétés mécaniques. Trois composantes constitueraient alors l'étude en question : l'histoire thermomécanique, la précipitation γ''/δ et les propriétés mécaniques. L'objectif final serait relier ces composantes en établissant l'influence de la taille de grains sur les cinétiques de précipitation γ''/δ et de la précipitation γ''/δ ainsi produite sur les propriétés mécaniques.

Chapitre 5

Interactions entre la recristallisation et la précipitation γ' au cours de la mise en forme de l'alliage AD730TM

Introduction

Les superalliages base nickel γ/γ' sont utilisés pour les disques de turbines de motorisations aéronautiques et sont renforcés par la précipitation de la phase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$). Les propriétés en service sont contrôlées par la structure de grains γ et la structure de précipitation γ' , qui dépendent elles-mêmes des conditions thermomécaniques de mise en forme. La mise en forme de disques de turbine implique plusieurs opérations de forgeage à chaud. Lors de ce dernier, la structure de grains γ évolue par recristallisation dynamique, les précipités γ' sont partiellement voire totalement dissous, en fonction notamment de leur taille et de la température [154]. Lors du refroidissement après le forgeage à chaud, la structure de grains évolue par recristallisation post-dynamique et la structure de précipités γ' évolue avec la formation de précipités γ' et/ou la croissance de ceux présents en fin de déformation. Ces deux aspects, dont l'étude individuelle est en elle-même complexe, sont de plus couplés, ce qui nécessite une compréhension plus précise de leurs interactions.

L'objectif de ce chapitre est d'étudier les deux aspects suivants. Le premier aspect concerne l'influence des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ' . L'étude de cet aspect provient de la motivation suivante. Les grains non recristallisés ont vécu l'intégralité du forgeage, par opposition aux grains recristallisés qui présentent donc des niveaux de densité de dislocations inférieurs. Ainsi, si les dislocations influent sur les cinétiques de précipitation γ' , alors les populations de précipités γ' peuvent différer entre les grains non recristallisés et les grains recristallisés. Le second aspect concerne les interactions entre le front de recristallisation et les précipités γ' .

Ainsi, ce chapitre comporte deux parties, chacune avec son propre plan d'expériences. La première partie (section 5.1) est destinée à étudier l'influence des dislocations sur la cinétique de croissance de précipités γ' . La seconde partie (section 5.2) est destinée à étudier l'influence des dislocations sur la cinétique de germination γ' et les interactions entre le front de recristallisation et les précipités γ' .

5.1 Effet des dislocations sur la croissance de précipités γ' préexistants

5.1.1 Plan d'expériences

Le plan d'expériences (figure 66) consiste à appliquer un même traitement thermique isotherme à deux états matériaux contenant un même état de précipitation γ' préexistant et deux niveaux différents

de densités de dislocations.

Afin de favoriser la croissance la plus rapide possible, les précipités γ' préexistants doivent être les plus petits possibles. Pour obtenir cela, l'échantillon est homogénéisé à une température supérieure au solvus de la phase γ' afin de supprimer tous les précipités γ' puis trempé, fournissant l'état matériau H. En effet, la phase γ' germe à vitesse telle qu'il est en pratique impossible d'empêcher sa formation, y compris lors d'une trempe [88, 76]. La durée et la température de l'homogénéisation ne sont pas choisies trop élevées afin d'éviter une croissance excessive des grains, pour préserver un nombre statistiquement représentatif de grains et de joints de grains. L'échantillon est ensuite trempé, fournissant l'état matériau H. En effet, la phase γ' germe à vitesse telle qu'il est en pratique impossible d'empêcher sa formation, y compris lors d'une trempe [88, 76].

Afin d'obtenir deux niveaux de densités de dislocations différents, un pion de l'état matériau H est comprimé à température ambiante jusqu'à une déformation macroscopique de 10% (hauteur de 12 mm à 10.85 mm) à une vitesse de déformation macroscopique de $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ pour stocker des dislocations, fournissant l'état matériau (H + ϵ).

Les échantillons des états matériau H et H + ϵ sont ensuite traités thermiquement à 900 °C pendant 30 min pour déclencher la croissance des précipités γ' préexistants puis trempés à l'eau fournissant ainsi respectivement les états matériau H + V et H + ϵ + V (V pour «vieilli»).

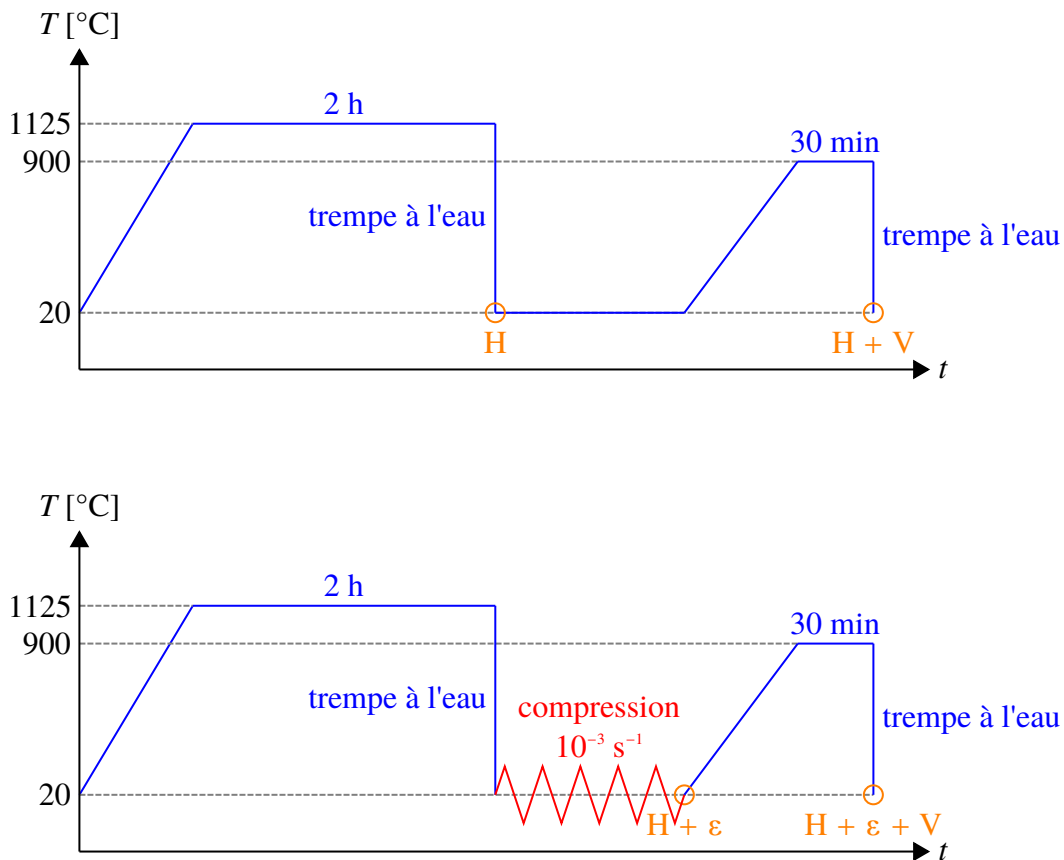


FIG. 66 : Chemins thermomécaniques appliqués pour étudier l'effet des dislocations sur la croissance de précipités γ' préexistants.

5.1.2 Résultats

Dans les analyses par MEB présentées (section 5.1.2), la direction de compression (DC) est verticale.

5.1.2.1 Niveau atteint de densité de GND avant traitement thermique

La compression à froid à 10 % a effectivement induit le stockage de GND dans l'état H + ϵ comparé à l'état H (figure 67). Ces GND sont distribuées de manière hétérogène, notamment en structures visibles comme des lignes dans la surface analysée et aux abords des joints de grains et de mâcles (figure 67). Pour étudier au mieux l'impact des dislocations sur la cinétique de croissance des précipités γ' , il sera intéressant de distinguer (1) les zones à valeurs de densités de GND les plus élevées dans l'état H + ϵ , donc typiquement aux abords des joints de grains et (2) et les zones à moindres valeurs de densités de GND, donc typiquement au coeur des grains (figure 67).

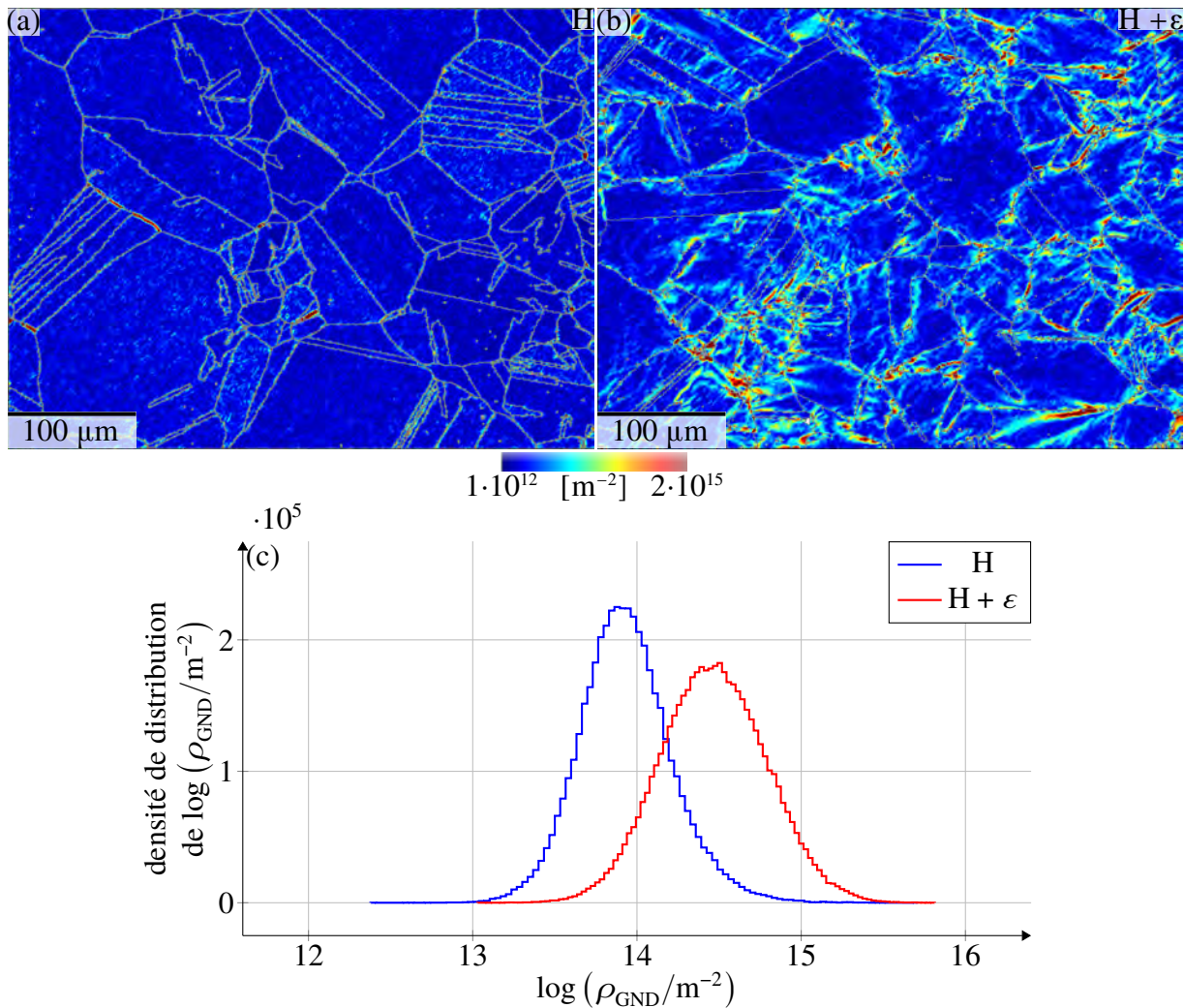


FIG. 67 : Cartographies de la densité de GND dans les états matériau (a) H (homogénéisé 2 h à 1125 °C) et (b) H + ϵ (homogénéisé 2 h à 1125 °C puis comprimé à 10 % à froid, la direction de compression est verticale). Joints de grains et de mâcles en gris. (c) Distributions de la densité de GND dans les états matériau H (homogénéisé 2 h à 1125 °C puis trempé, correspondant à la zone dans (a)) et H + ϵ (homogénéisé 2 h à 1125 °C trempé puis comprimé à 10 % à froid, correspondant à la zone dans (b)).

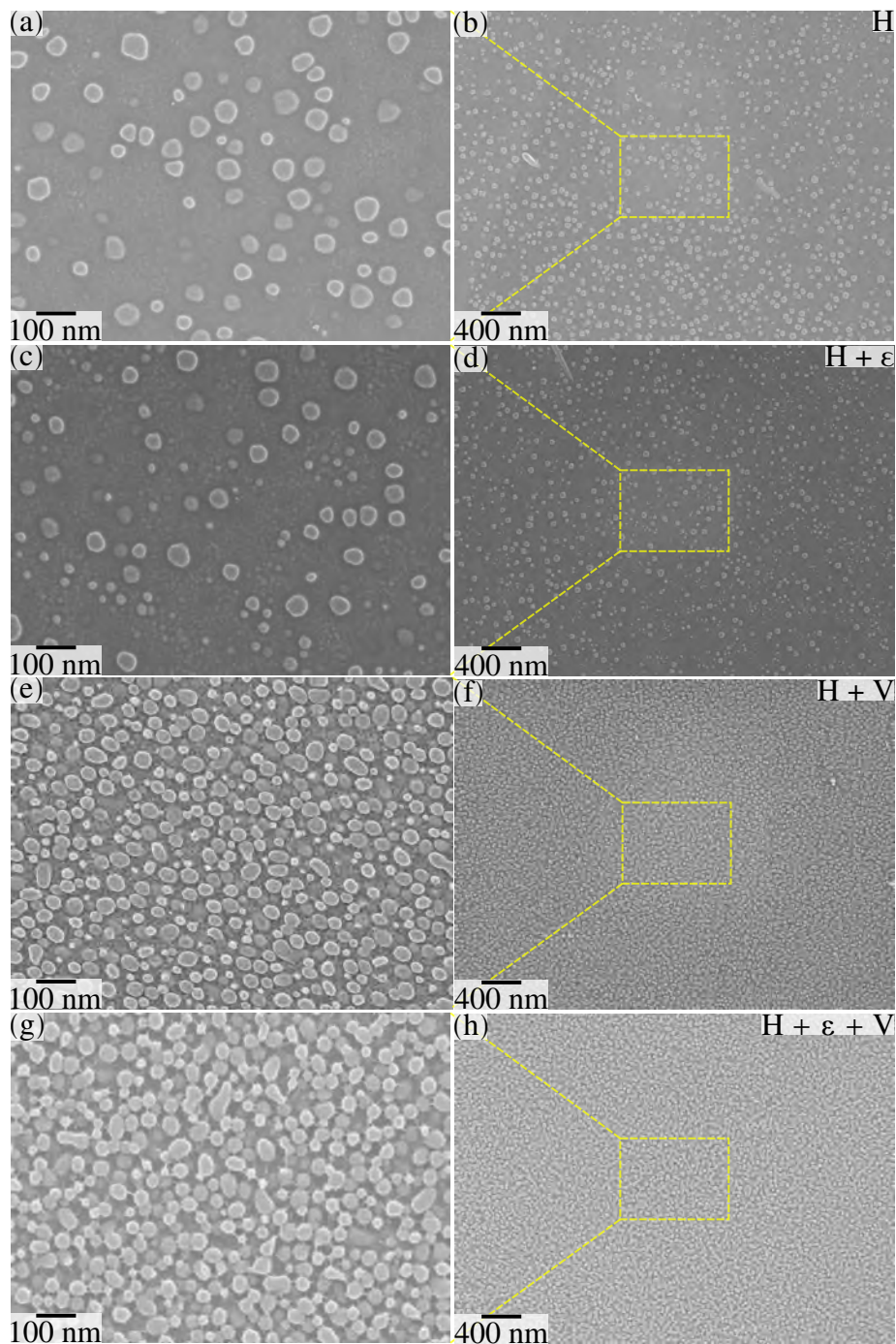
5.1.2.2 État de précipitation γ' avant et après traitement thermique

FIG. 68 : Précipitation γ' , dans les états matériau (a, b) H (homogénéisé 2 h à 1125 °C puis trempé à l'eau), (c, d) H + ϵ (homogénéisé 2 h à 1125 °C puis trempé à l'eau puis comprimé à 10 % à froid), (e, f) H + V (homogénéisé 2 h à 1125 °C puis trempé à l'eau puis vieilli 30 min à 900 °C) et (g, h) H + ϵ + V (homogénéisé 2 h à 1125 °C puis trempé à l'eau puis comprimé à 10 % à froid puis vieilli 30 min à 900 °C). Images SE-in-lens et préparation utilisant la dissolution électrolytique au triacide dissolvant la matrice (figure 33).

Afin d'observer les plus petits précipités γ' , cette analyse a été réalisée avec la préparation qui dissout la matrice γ (figure 33), qui permet les observations à haute résolution mais empêche des analyses quantitatives. Une piste qui permettrait de décrire de manière plus complète et quantitative la population de précipités à haute résolution pourrait venir de l'acquisition de plusieurs images à angles

de tilt différents, suivi d'une reconstruction tridimensionnelle de la population de précipités γ' [155]. Les états de précipitation γ' sont homogènes d'après un minimum de 5 images au grossissement des figures 68(b, d) prises à différentes localisations (coeur des grains, abords des joints de grains/mâcles) couvrant donc $82 \mu\text{m}^2$ dans chaque état matériau, y compris dans l'état matériau déformé et vieilli ($H + \varepsilon + V$). Pour l'illustrer, la figure 69 présente l'état de précipitation γ' dans l'état matériau déformé et vieilli ($H + \varepsilon + V$) au coeur d'un grain et à proximité d'un joint de grain et d'un joint triple.

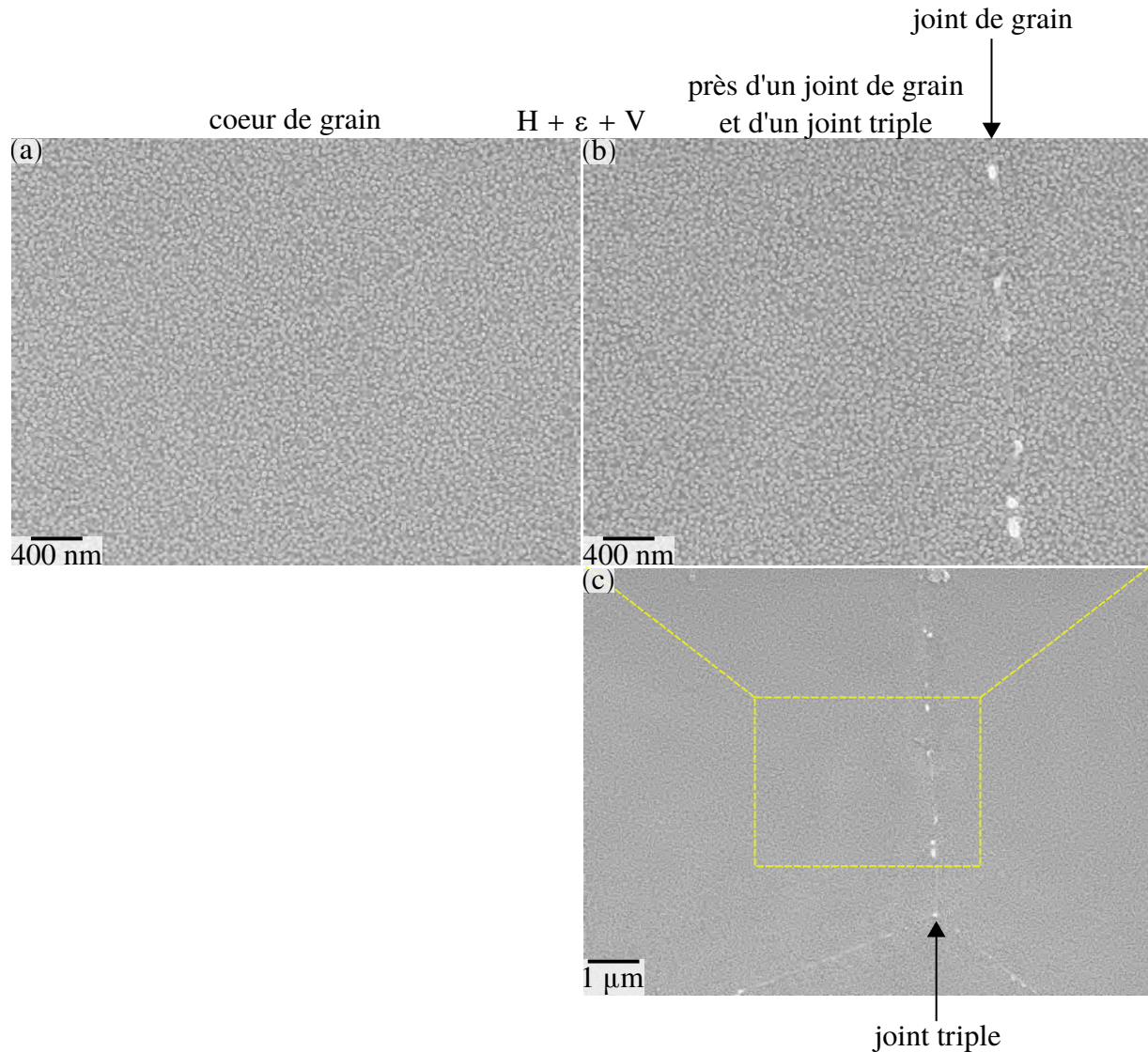


FIG. 69 : Précipitation γ' , dans l'état matériau $H + \varepsilon + V$ (homogénéisé 2 h à 1125°C puis trempé à l'eau puis comprimé à 10 % à froid puis vieilli 30 min à 900°C). (a) coeur d'un grain, (b) à proximité d'un joint de grain et (c) dézoom de (b) montrant un joint triple à proximité. Dans (b, c) les joints de grains peuvent être repérés par les carbures qui les décorent.

Avant traitement thermique (à 900°C pendant 30 min), des précipités γ' sont présents et visuellement similaires dans les états matériaux H et $H + \varepsilon$ (figures 68(a–d)). Les précipités γ' les plus gros présentent un diamètre équivalent supérieur, estimé à 100 nm, et paraissent trop gros pour avoir germé durant la trempe à l'eau après l'homogénéisation. En effet, Semiatin *et al.* [88] et Masoumi *et al.* [76] ont obtenu des précipités γ' de diamètre équivalent moyen inférieur 13 nm après trempe à l'eau depuis une température d'homogénéisation pourtant plus élevée (figures 70(a, b) respectivement). Ainsi, les précipités γ' présents dans les états matériaux H et $H + \varepsilon$ dont le diamètre équivalent est supérieur à 13 nm proviennent certainement d'une dissolution incomplète au cours de l'homogénéisation. Réaliser une homogénéisation plus longue et/ou à une température plus élevée aurait probablement permis de

dissoudre tous les précipités γ' , mais aurait déclenché une croissance excessive des grains et pénalisé la représentativité statistique du nombre de grains et de joints de grains.

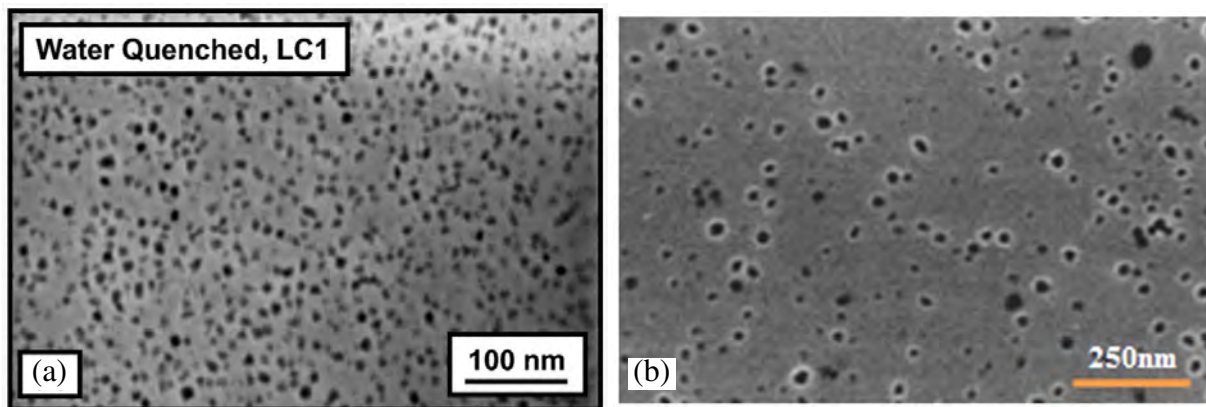


FIG. 70 : Précipités γ' apparue au cours d'une trempe depuis une température γ' supersolvus. Diamètre équivalent moyen des précipités γ' de 13 nm. Figure adaptée de (a) [88] et (b) [76].

Les diamètres équivalents des précipités γ' sont similaires entre les états matériaux H + V (figures 68(e, f)) et H + ϵ + V (figures 68(g, h)). Cela implique en particulier que les GND (et certainement toutes les dislocations physiquement présentes) plus nombreuses dans l'état matériau H + ϵ que dans l'état matériau H n'ont pas influencé la cinétique de croissance des précipités γ' déjà existants.

De manière étonnante, aucune étude n'a été trouvée se concentrant sur l'influence des dislocations sur les cinétiques de croissance de précipités γ' dans les superalliages base nickel γ/γ' pour comparaison avec ces résultats. La littérature la plus approchante est constituée par une étude de Kontis *et al.* [156] qui ont montré que la diffusion de chrome et de cobalt est accélérée le long des dislocations intraprecipités γ' et à l'interface $\gamma-\gamma'$, accélérant la dissolution anisotrope des précipités γ' (figure 71) et les déstabilisant. Cependant, deux différences majeures éloignent cette étude des résultats présentés dans cette section. La première différence réside dans la localisation des dislocations : dans [156] les dislocations sont à l'interface γ' et dans les précipités γ' alors que dans cette section elles se localisent dans la matrice γ . La seconde différence réside dans l'évolution des précipités γ' : dans [156, 59] ceux-ci se dissolvent alors que dans cette section ils grossissent.

5.2 Effet des dislocations sur la germination de précipités γ' et interactions entre le front de recristallisation et les précipités γ'

5.2.1 Plan d'expériences

Le plan d'expériences (figure 72) consiste à obtenir une recristallisation dynamique *partielle* lors de la compression, puis à suivre la microstructure au cours du refroidissement en trempant le matériau à différentes températures.

Un chemin thermomécanique est appliqué à chaque pion, comme défini ci-dessous et sur la figure 72.

- Homogénéisation par traitement thermique isotherme à 1125 °C pendant 2 h 20 min. La température de solvus γ' estimée à 1120 °C (selon discussions avec Safran). Cette homogénéisation a pour but de supprimer les dislocations par restauration et recristallisation statique et dissoudre la phase γ' précipités γ' . Cela permet de simplifier l'état matériau tout en évitant une croissance de grains exagérée.

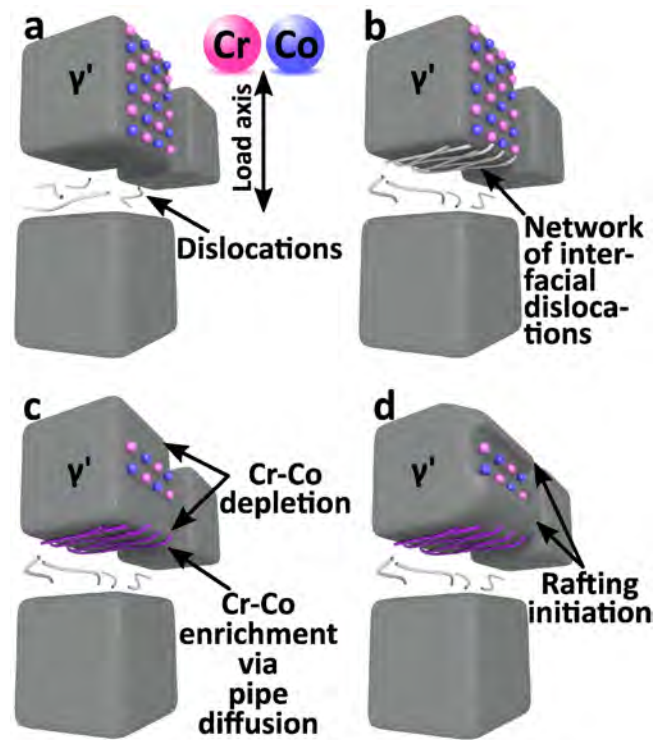


FIG. 71 : Mécanisme de *pipe diffusion* le long des dislocations à l'interface γ/γ' dues au chargement en fluage, qui extrait le chrome et le cobalt hors des précipités γ' et accélère la dissolution anisotrope des précipités γ' . Figure issue de [156].

- Compression uniaxiale à 1125 °C jusqu'à une déformation macroscopique de 69 % (hauteur de 12 mm à 6 mm) à une vitesse de déformation macroscopique de $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. L'objectif est d'obtenir une recristallisation dynamique *partielle* et donc deux types de grains : recristallisés dynamiquement *et* non recristallisés. Les grains non recristallisés présentent une densité de dislocations supérieure à celle des grains recristallisés dynamiquement.
- Le pion associé à l'état matériau T_{1125} est trempé à l'eau le plus rapidement possible à la fin de la compression. Ce délai de trempe est inférieur à 2 s d'après un enregistrement vidéo de l'opération.
- Pour les pions associés aux états matériaux T_{1075} , T_{1050} , T_{1025} , T_{1000} et T_{400} , le four est arrêté et ouvert. Le pion refroidit alors jusqu'à la température 1075 °C, 1050 °C, 1025 °C, 1000 °C et 400 °C respectivement, où il est trempé à l'eau. La vitesse moyenne de refroidissement entre 1125 °C et 400 °C est de l'ordre de $20 \text{ °C} \cdot \text{s}^{-1}$ (figure 73).

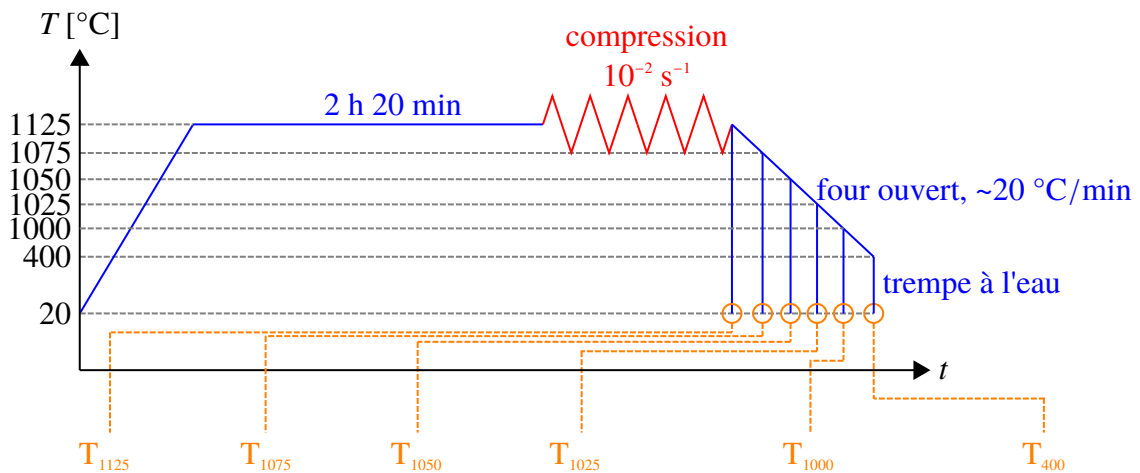


FIG. 72 : Chemins thermomécaniques utilisés pour étudier l'effet des dislocations sur la germination de précipités γ' et les interactions entre le front de recristallisation et la précipitation γ' .

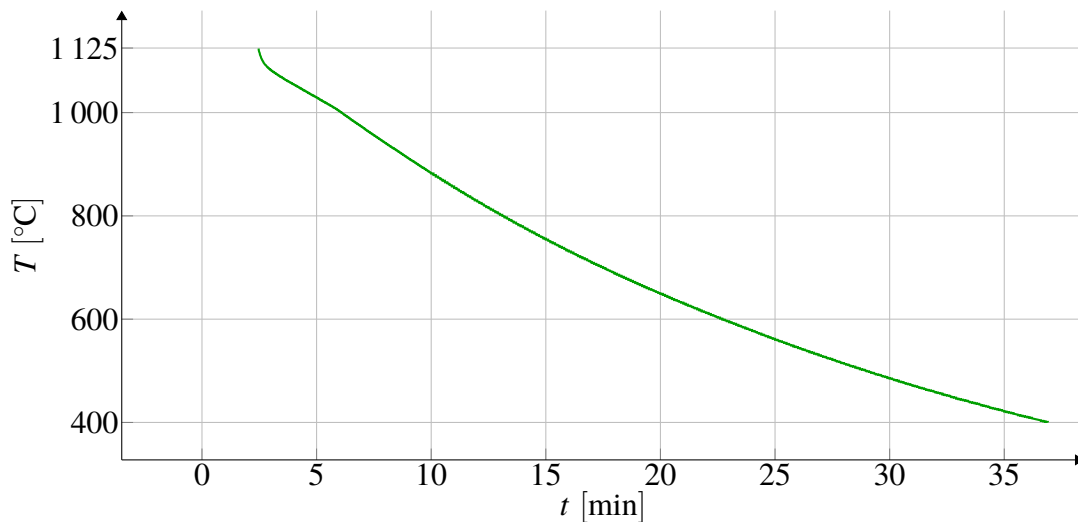


FIG. 73 : Température au cours du temps lors du refroidissement depuis la fin de la compression à 1125 °C jusqu'à 400 °C.

Malgré la lubrification pion/outil au nitrure de bore, les frottements sont présents et induisent une forme bombée au pion comprimé. Cela implique que la déformation équivalente de Von Mises est hétérogène dans le pion. Ainsi, tous les échantillons sont analysés par MEB dans la zone rectangulaire de 2.3 mm de largeur par 1.7 mm de hauteur (hauteur parallèle à la direction de compression) centrée sur l'intersection des diagonales définies par les coins de la section (figure 74). Dans les analyses par

MEB présentées (section 5.2), la direction de compression est verticale.

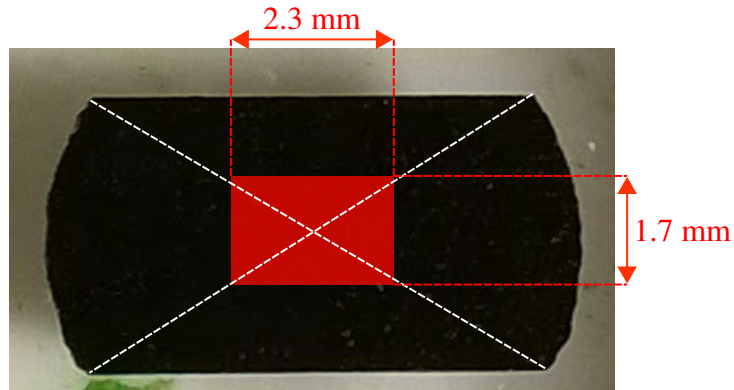


FIG. 74 : Zone analysée sur les échantillons pour limiter l'effet de l'hétérogénéité de déformation sur l'état matériau due aux frottements pion/outils malgré la lubrification au nitrure de bore.

5.2.2 Résultats

5.2.2.1 Niveau atteint de densité de GND en fin de compression

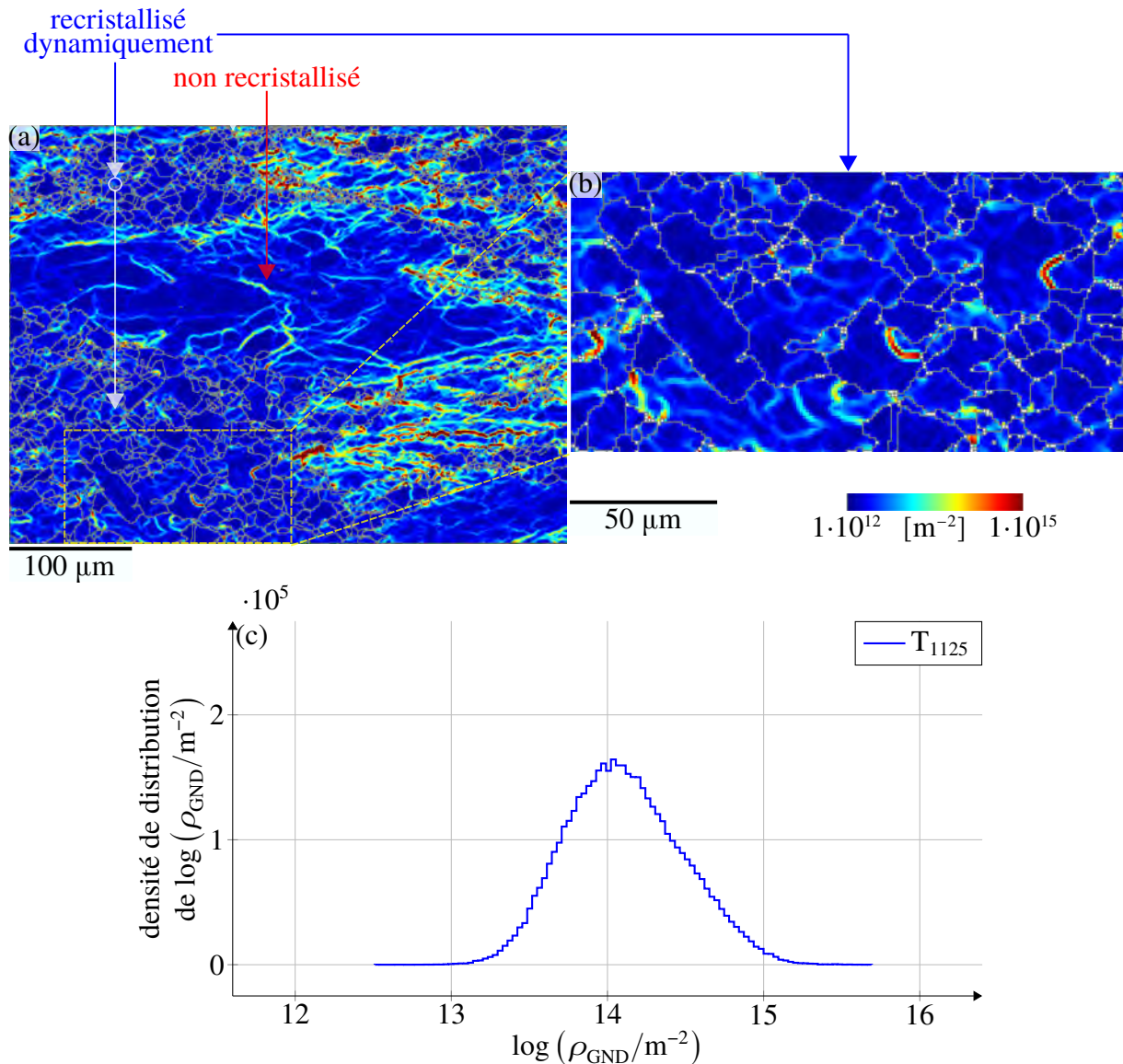


FIG. 75 : (a) Cartographie de la densité de GND dans une zone couvrant des grains non recristallisés et des grains recristallisés dynamiquement. (b) Zoom dans une zone contenant uniquement des grains recristallisés dynamiquement. État matériau T_{1125} (après compression à 69 % à 1125 °C et trempe immédiate). Joints de grains et de mâcles en gris. Code couleur identique à la figure 67 pour comparer les niveaux de densité de GND atteints. (c) Distribution (correspondant à la zone dans (a)) de la densité de GND dans l'état matériau T_{1125} .

Après compression à 1125 °C, deux types de grains sont observés : non recristallisés et recristallisés dynamiquement (figure 75). Les grains non recristallisés sont reconnaissables à leur morphologie aplaniée orthogonalement à la direction de compression (verticale), leur dimension caractéristique orthogonale à la direction de compression supérieure à $200 \mu m^1$ et leur structures de GND, qui traduisent

1. Cette dimension provient de la taille des grains dans l'état matériau avant compression. Cet état matériau est comparable à l'état matériau H (défini dans la section 5.1.1) homogénéisé à la même température pendant 2 h alors que l'état matériau T_{1125} est homogénéisé pendant 2 h 20 min avant compression. La taille des grains dans l'état matériau H est visible sur la figure 67a et leur diamètre équivalent est compris entre $100 \mu m$ et $150 \mu m$.

le fait qu'ils ont vécu l'intégralité de la compression. Les grains recristallisés dynamiquement sont reconnaissables à leur morphologie équiaxe, leur diamètre équivalent moyen de $13\ \mu\text{m}$ (figure 78b) et leur structures de GND présentes mais moins prononcées que dans les grains non recristallisés, qui traduisent le fait qu'ils ont vécu seulement une partie de la compression.

Les niveaux de densité de GND atteints dans les grains non recristallisés par compression à 69 % à $1125\ ^\circ\text{C}$ (valeurs de densité de GND les plus élevées dans la figure 75c) sont inférieurs à ceux atteints dans l'état matériau $\text{H} + \varepsilon$ par compression à 10 % à froid (figure 67c, courbe rouge).

5.2.2.2 Structure de grains au cours du refroidissement

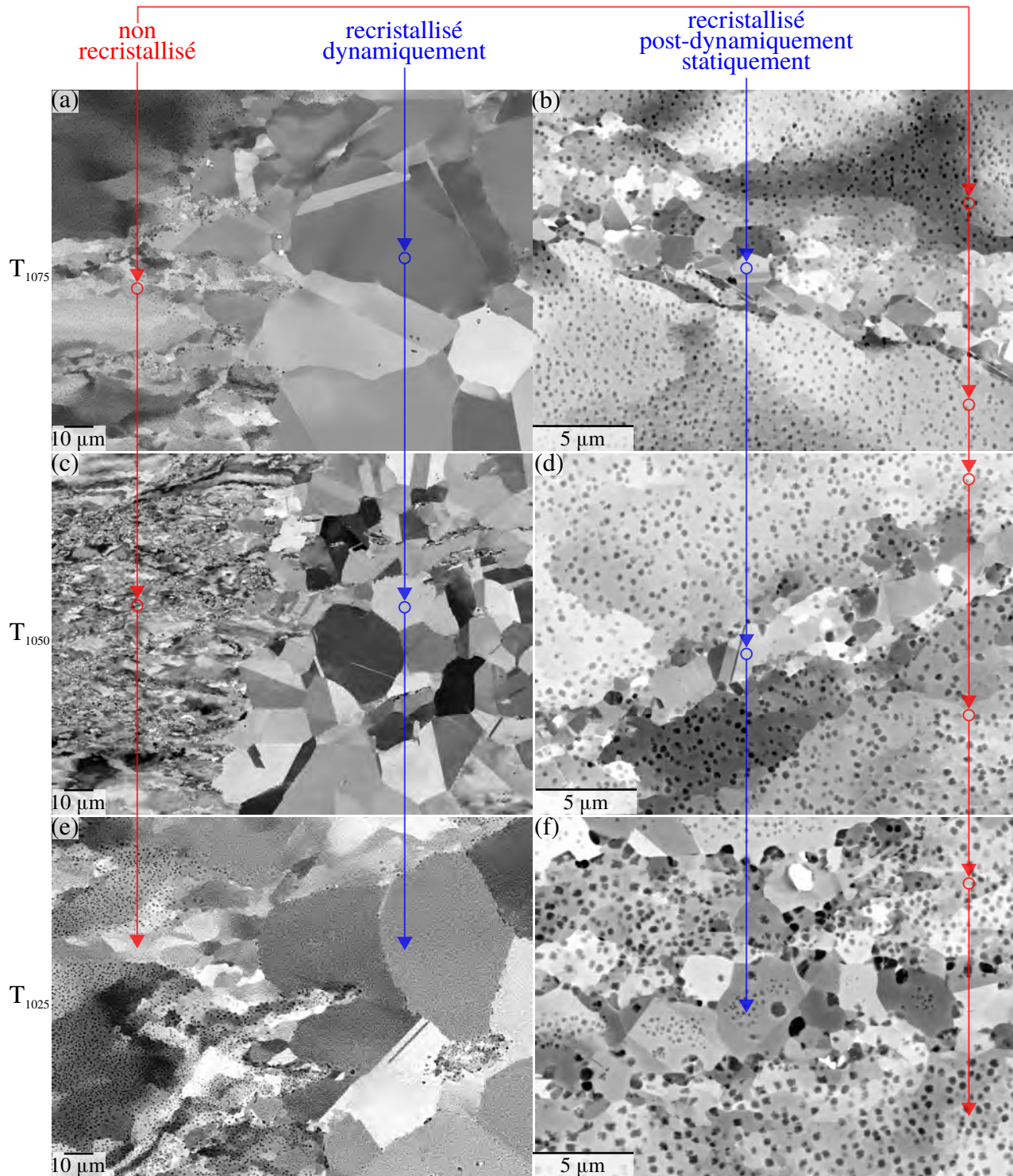


FIG. 76 : (a, c, e) Grains non recrystallisés et grains recrystallisés dynamiquement. (b, d, f) Grains recrystallisés post-dynamiquement statiquement sur les joints entre grains non recrystallisés par germination en collier. Images BSE. États matériels (a, b) T_{1075} , (c, d) T_{1050} et (e, f) T_{1025} (après trempe respectivement à 1075 °C, 1050 °C et 1025 °C lors du refroidissement après la compression à 1125 °C).

Après un refroidissement de 1125 °C à 1075 °C, 1050 °C et 1025 °C, la microstructure contient des grains recrystallisés dynamiquement qui consomment les grains non recrystallisés (figures 76(a, c, e) respectivement), mais également de nouveaux grains recrystallisés apparus par recrystallisation

post-dynamique statique, et localisés le long des joints entre grains non recristallisés (figures 76(b, d, f) respectivement). La localisation de ces nouveaux grains recristallisés est expliquée par les dislocations accumulées aux abords des joints de grains non recristallisés lors de la compression, déclenchant ainsi la germination dite *en collier*, connue dans les superalliages γ/γ' [157, 158]. En revanche, après un refroidissement jusqu'à 1000 °C ou 400 °C, tous les grains recristallisés sont similaires et ne sont donc pas distingués. En effet, leur distinction d'origine dynamique ou post-dynamique statique a été effacée par la restauration et la recristallisation lors du refroidissement.

La structure globale de grains au cours du refroidissement est analysée de manière quantitative en deux étapes. La première étape consiste à (1) réaliser une cartographie EBSD sur la zone d'étude présentée dans la figure 74 pour réaliser une approche statistique, à (2) calculer la cartographie de densité de GND associée, puis à (3) seuiller les grains en fonction de la densité de GND moyenne par grain ($GA\rho_{\text{GND}}$) pour déterminer ceux non recristallisés et ceux recristallisés, sur base d'un critère à la fois physique et quantitatif. Les résultats de cette première étape sont présentés dans la figure 77. La seconde étape consiste à décrire la structure de grains recristallisés par les grandeurs suivantes : la fraction surfacique, le diamètre équivalent moyen et le nombre par unité de surface. Les résultats de cette étape sont présentés dans la figure 78.

Deux points de méthodologie lors de cette analyse doivent être précisés. Le premier point concerne les grains recristallisés post-dynamiquement statiquement (figures 76(b, d, f)). Ces grains ne sont pas considérés dans les calculs présentés en figure 78 pour les températures de trempes 1050 °C et 1025 °C. En effet, ces grains sont trop petits (diamètre équivalent inférieur à 5 μm) par rapport au pas (2 μm) des cartographies EBSD pour être considérés avec précision. Les grains recristallisés considérés pour les températures de trempes 1050 °C et 1025 °C sont donc uniquement les grains recristallisés dynamiquement. Le second point concerne l'état matériau T_{1075} qui n'est pas présenté car les analyses quantitatives ne sont pas pertinentes pour le pion utilisé. En effet, l'état matériau T_{1075} trempé après refroidissement de 1125 °C à 1075 °C présentait un état de recristallisation moins avancé que l'état matériau T_{1125} pourant trempé immédiatement à la fin de la compression. Ceci est cohérent avec les valeurs maximales enregistrées pour la force de compression, supérieures de 50 % pour l'état matériau T_{1075} comparé à l'état matériau T_{1125} . Cela peut être expliqué par la morphologie du pion en fin d'essai qui était asymétrique entre les parties haute et basse. Ceci suggère deux causes possibles et cumulables : une asymétrie de lubrification ou une différence de température entre les contacts haut et bas pion/outil. Cette différence dans la condition expérimentale lors de la compression a très certainement modifié la cinétique de recristallisation dynamique. Ainsi, bien qu'exploitable qualitativement pour définir les différents types de grains (figures 76(a, b)), l'état matériau T_{1075} n'est pas exploitable pour les analyses quantitatives de la structure de grains recristallisés et n'est donc pas présenté dans les figures 77 et 78.

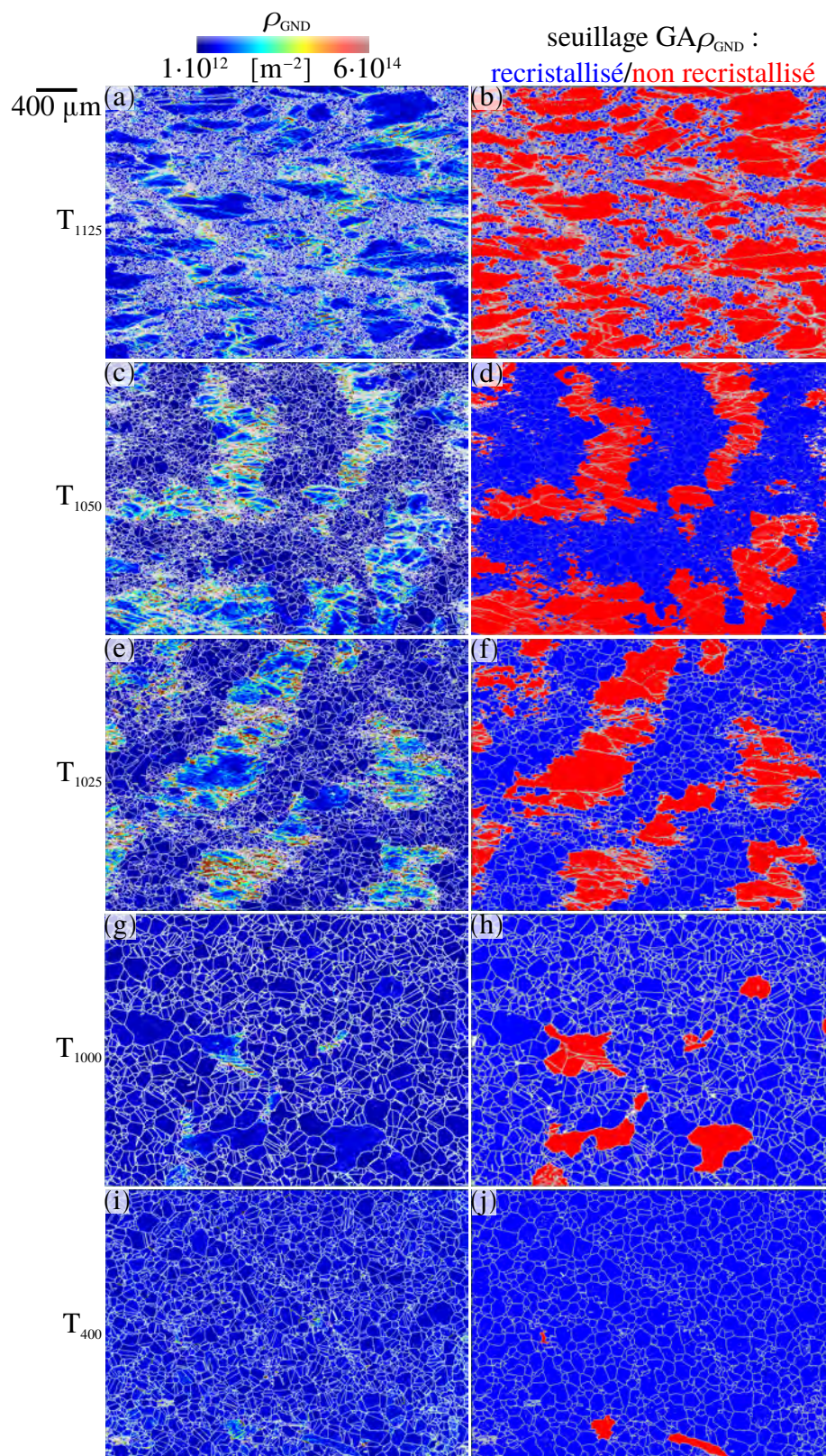


FIG. 77 : Cartographies de la densité de GND et du caractère recrystallisé (bleu) ou non (rouge) des grains dans la zone d'étude (figure 74) au cours du refroidissement. Le caractère recrystallisé ou non d'un grain est évalué en seuillant la densité de GND moyenne par grain ($GA\rho_{\text{GND}}$). Joints de grains et de mâcles en gris. Direction de compression verticale. Températures de tremp (a, b) 1125 °C, (c, d) 1050 °C, (e, f) 1025 °C, (g, h) 1000 °C et (i, j) 400 °C.

Les grains recrystallisés et non recrystallisés semblent s'organiser en colonnes parallèles à la direction de compression, qui est aussi l'axe de la billette. Cela pourrait s'expliquer par des ségrégations

chimiques allongées le long de l'axe de la billette, communément observées dans ce type d'alliage, très chargé, observées par Vernier dans l'AD730TM en particulier [89] qui induiraient une hétérogénéité des cinétiques de recristallisation.

Lors du refroidissement, les grains recristallisés consomment les grains non recristallisés, afin de réduire l'énergie interne associée aux dislocations. Cela implique la présence d'un front de recristallisation nécessairement *mobile*. Cette migration du front de recristallisation est à l'origine d'interactions complexes entre le front de recristallisation lui-même et la précipitation γ' . Ces interactions sont étudiées dans la section 5.2.2.4.

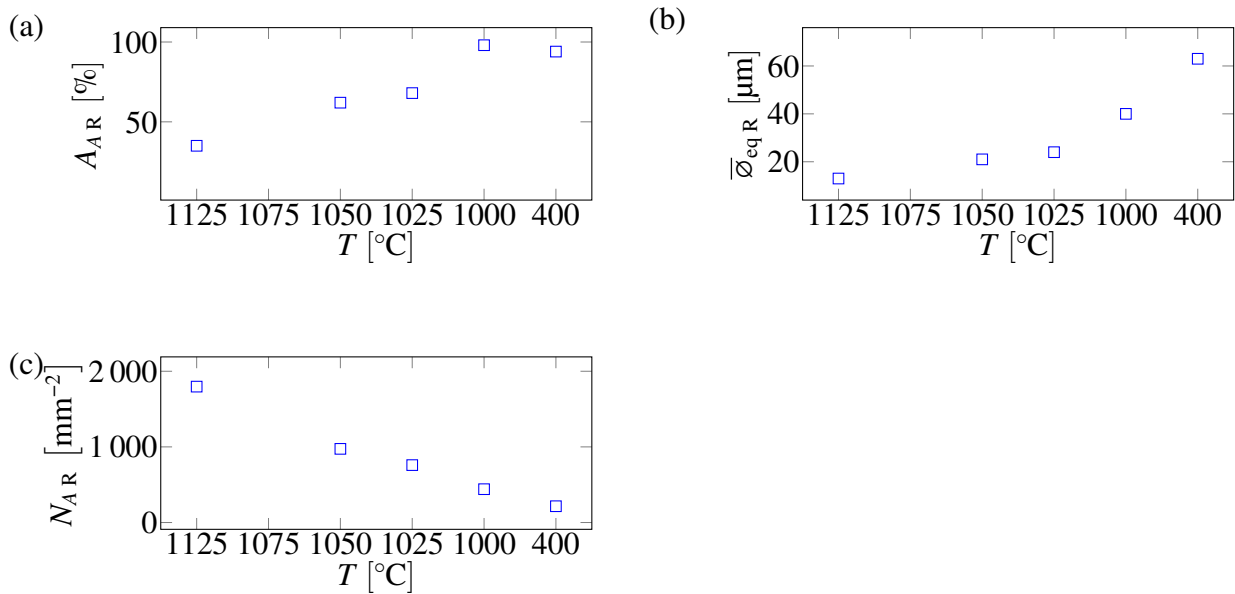


FIG. 78 : (a) Fraction surfacique (A_{AR}) de grains recristallisés, (b) diamètre équivalent moyen ($\bar{\phi}_{eqR}$) des grains recristallisés, (c) nombre (N_{AR}) de grains recristallisés par unité de surface en fonction de la température T de trempe. Pour les températures de trempe 1050 °C et 1025 °C, l'expression «grains recristallisés» désigne les grains recristallisés dynamiquement (figure 76). Pour les températures de trempe 1000 °C et 400 °C, tous les grains recristallisés sont similaires et ne sont donc pas distingués. En effet, leur distinction d'origine dynamique ou post-dynamique statique a été effacée par la restauration et la recristallisation lors du refroidissement.

La fraction surfacique de grains recristallisés (figure 78a) augmente au cours du temps afin de consommer les grains non recristallisés et ainsi diminuer l'énergie interne associée aux dislocations stockées dans les grains non recristallisés.

Le diamètre équivalent moyen des grains recristallisés (figure 78b) augmente lui aussi au cours du temps pour la même raison, mais également afin de diminuer la surface de joints de grains entre grains recristallisés et donc l'énergie interne associée à ces joints de grains. Il s'agit donc d'un mécanisme de croissance de grains qui s'applique uniquement aux grains recristallisés (et exclut les grains non recristallisés).

Le nombre de grains recristallisés par unité de surface (figure 78c) diminue au cours du temps. Cela s'explique par la disparition de grains recristallisés qui peut provenir de la croissance de grains recristallisés mentionnée ci-avant.

Il convient de mentionner que si les grains recristallisés post-dynamiquement statiquement avaient été

pris en compte, au vu de leur nombre par unité de surface et de leur diamètre équivalent, cela aurait certainement entraîné une diminution du diamètre équivalent moyen et une augmentation du nombre de grains recristallisés par unité d'aire analysée entre 1125 °C et 1050 °C.

5.2.2.3 État de précipitation γ' intragranulaire au cours du refroidissement

Les figures 79 et 81 présentent respectivement les observations MEB et les caractérisations quantitatives de l'état de précipitation γ' au cours du refroidissement dans les grains recristallisés et non recristallisés.

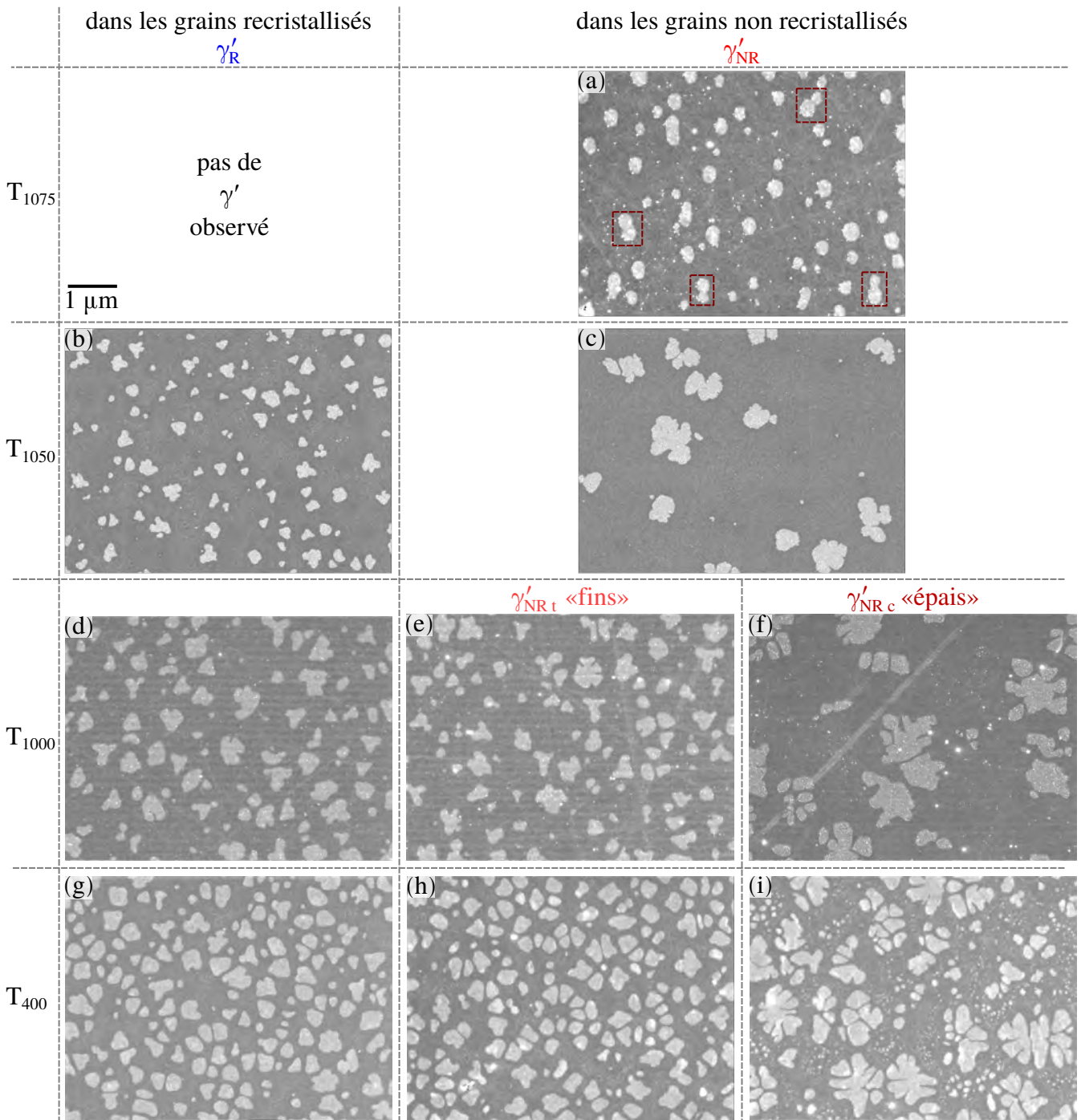


FIG. 79 : État de précipitation γ' dans les grains recristallisés et non recristallisés au cours du refroidissement. Pour les températures de trempe 1075 °C et 1050 °C , les grains recristallisés sont ceux recristallisés dynamiquement (figures 76(a, c)) et pour les températures de trempe 1000 °C et 400 °C, tous les grains recristallisés sont similaires et ne sont donc pas distingués. Les symboles γ'_R , γ'_{NR} , γ'_{NRt} et γ'_{NRc} désignent respectivement les précipités γ' dans les grains recristallisés, non recristallisés (pour les températures de trempe 1075 °C et 1050 °C), «fins» dans les grains non recristallisés (définis ci-après et illustrés dans la figure 80a, pour les températures de trempe (e) 1000 °C et (h) 400 °C) et (f, i) «épais» dans les grains non recristallisés (définis ci-après et illustrés dans la figure 80a, pour les températures de trempe (f) 1000 °C et (i) 400 °C). Températures de trempe (a) 1075 °C, (b, c) 1050 °C, (d–f) 1000 °C et (g–i) 400 °C. Des précipités γ' en cours d'agglomération sont entourés par les rectangles rouges dans (a).

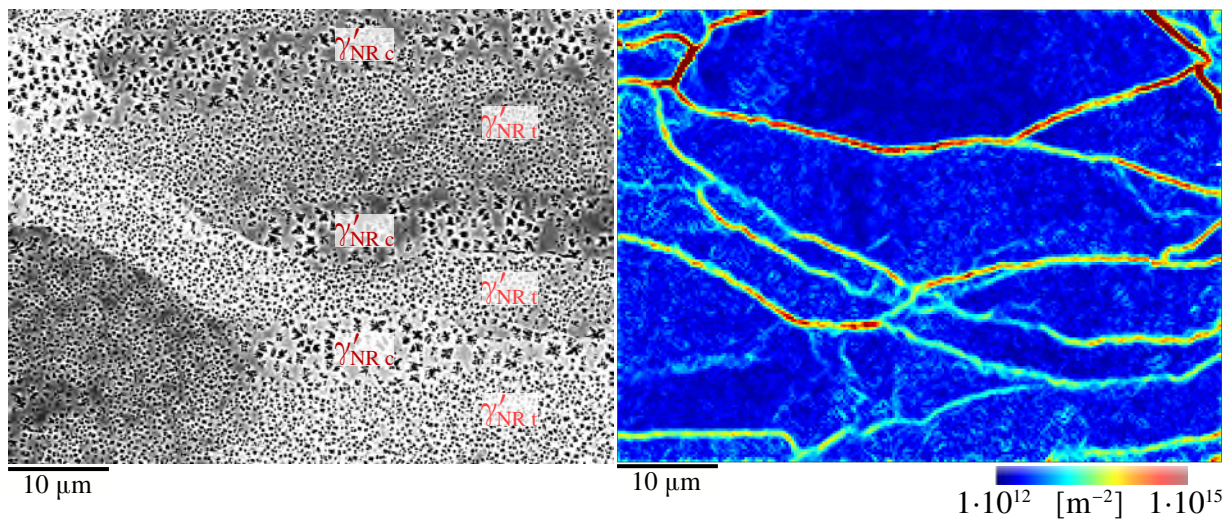


FIG. 80 : Grain non recristallisé dans l'état matériau T₁₀₀₀. (a) Précipités γ' organisés en deux populations "fine" ($\gamma'_{NR,t}$ où "t" pour "thin") et "épaisse" ($\gamma'_{NR,c}$ où "c" pour "coarse") agencées selon des bandes horizontales *i.e.* orthogonales à la direction de compression. (b) Densité de GND révélant notamment des structures de GND intragranulaires.

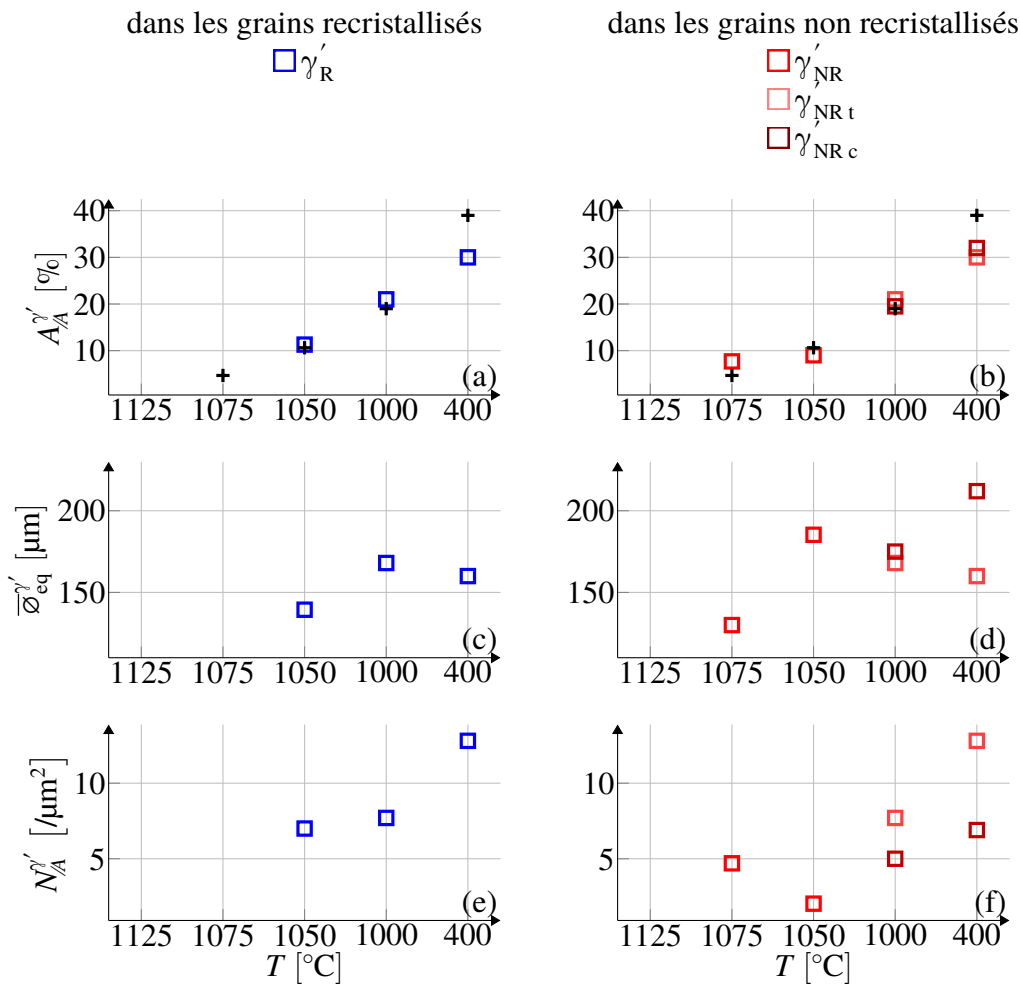


Fig. 81 : Fractions surfaciques de précipités ($A_A^{\gamma'}$) expérimentale et d'équilibre d'après ThermoCalc (+) ([159]) dans les grains (a) recristallisés et (b) non recristallisés ; diamètre équivalent moyen des précipités γ' ($\bar{\phi}_{eq}^{\gamma'}$) dans les grains (c) recristallisés et (d) non recristallisés ; nombre par unité d'aire de précipités γ' ($N_A^{\gamma'}$) dans les grains (e) recristallisés et (f) non recristallisés ; en fonction de la température de trempe (de haut en bas : 1075 °C, 1000 °C, 400 °C). Les précipités tertiaires dans les précipités γ' « épais » dans les grains non recristallisés ($\bar{\phi}_{eq}^{\gamma'} < 80$ nm) ne sont pas considérés. Les symboles γ'_R , γ'_{NR} , γ'_{NR_t} et γ'_{NR_c} désignent respectivement les précipités γ' dans les grains recristallisés, dans les grains non recristallisés pour les températures de trempe 1075 °C et 1050 °C, « fins » dans les grains non recristallisés pour les températures de trempe 1000 °C et 400 °C et « épais » dans les grains non recristallisés pour les températures de trempe 1000 °C et 400 °C.

Dans un premier temps, nous nous intéressons aux précipités γ' dans les grains recristallisés. On observe le développement d'un état de précipitation γ' au cours du refroidissement. Cela s'explique par la fraction volumique à l'équilibre chimique de phase γ' qui augmente tout au long du refroidissement [159], tout comme la fraction volumique obtenue expérimentalement (figure 81a). Sur les images MEB, des précipités γ' sont observés à 1050 °C (figures 79b) et des précipités en nombre similaire mais plus gros sont observés à 1000 °C (confirmé par les analyses quantitatives (figures 81(c, e)). Il semble donc que ces précipités grossissent entre 1050 °C et 1000 °C (figure 79d). La vitesse de croissance de ces précipités γ' s'explique par les cinétiques de diffusion à de telles températures et par le fait que la diffusion d'aluminium et titane est le facteur limitant la cinétique de croissance des précipités γ' [160]. En revanche, à 400 °C on observe des précipités plus nombreux et sensiblement plus petits (confirmé par les analyses quantitatives (figures 81(c, e)). De plus, la proximité entre certains précipités suggèrent qu'ils résultent d'une subdivision de précipités auparavant plus gros. Celle-ci

s'explique par la relaxation élastique globale ainsi procurée et est communément observée dans superalliages base nickel γ/γ' [161, 162, 163, 164, 165]. Ainsi, il semble plausible que les précipités γ' continuent de grossir en-dessous de 1000 °C jusqu'à ce qu'ils atteignent une taille critique où ils se subdivisent pour diminuer l'énergie élastique.

Sur le plan des mécanismes physiques, nous concluons que dans les grains recristallisés, les précipités γ' commencent à germer entre 1075 °C et 1050 °C et grossissent jusqu'à atteindre une taille critique où ils se subdivisent.

Dans un second temps, nous nous intéressons aux précipités γ' dans les grains non recristallisés. On observe le développement d'un état de précipitation γ' au cours du refroidissement avec une fraction volumique expérimentale de précipités γ' qui augmente au cours du refroidissement (figure 81b). Néanmoins, le cas des précipités γ' dans les grains non recristallisés est plus compliqué que celui des précipités γ' dans les grains recristallisés, nous commençons donc par les remarques les plus globales. La première remarque globale indique que les précipités γ' germent plus tôt dans les grains non recristallisés que dans les grains recristallisés. Cela est attribué à la présence des dislocations dans les grains non recristallisés. Néanmoins, les dislocations peuvent favoriser la germination à travers deux mécanismes possibles et cumulables. Le premier mécanisme possible est la diffusion accélérée le long des dislocations qui favorise la ségrégation d'atomes de soluté sur les germes². Or, les résultats de la section 5.1.2 ont montré que la vitesse de croissance de précipités γ' n'était pas affectée par les dislocations. Cette vitesse de croissance est limitée par la diffusion d'aluminium et titane dans la matrice, donc cela soutient que les cinétiques de diffusion ne sont pas affectées par les dislocations. Ainsi le mécanisme accélérant la ségrégation d'atomes de soluté sur les germes ne paraît pas plausible. Le second mécanisme possible est la relaxation élastique lorsque le précipité germe près des dislocations [28, 29, 30] et constitue par élimination l'unique explication possible. Ainsi, les dislocations dans les grains non recristallisés avancent la germination de précipités γ' par relaxation élastique à la germination. La seconde remarque globale concerne l'observation de deux populations de précipités γ' , γ'_{NRt} (indice «t» pour *thin*) (figures 79(e, h)) et γ'_{NRc} (indice «c» pour *coarse*, figures 79(f, i)) (figure 80a). De plus, le nombre de précipités γ' par unité d'aire analysée augmente et le diamètre équivalent moyen diminue de 1050 °C à 1000 °C, de manière plus prononcée pour les précipités «fins» γ'_{NRt} que pour les «épais» γ'_{NRc} . Cela s'observe qualitativement sur les figures 79(c, e, f) et quantitativement sur les figures 81(f, d) respectivement. Cela suggère qu'entre 1050 °C et 1000 °C les précipités γ' se subdivisent et que ce phénomène est plus marqué dans certaines zones (où il aboutit à la population de précipités γ'_{NRt}) que dans d'autres (où il aboutit à la population de précipités γ'_{NRc}). Deux points doivent alors être expliqués du point de vue de l'origine physique : la subdivision elle-même et son hétérogénéité dans les grains non recristallisés. Concernant la subdivision, comme évoqué ci-avant, celle-ci s'explique par la relaxation élastique globale ainsi procurée [161, 162, 163, 164, 165]. Concernant l'hétérogène de cette subdivision, on observe que les populations de précipités γ'_{NRt} et γ'_{NRc} sont disposées en structures alternées de types bras/bandes orthogonales à la direction de compression (figure 80a). Cela suggère que l'occurrence de telles subdivisions dépend au premier ordre de la déformation macroscopique. Celle-ci pourrait induire des champs de contraintes/déformations élastiques interférant avec ceux générés par les précipités γ' et notamment la cohérence de leur interface γ/γ' . Cette interférence pourrait provoquer une hétérogénéité dans la subdivision de précipités γ' , plus précisément dans des structures orthogonales à la direction de compression. Comme les dislocations génèrent des contraintes et déformations élastiques en leur voisinage, nous avons tenté de relier la disposition des populations de précipités γ'_{NRt} et γ'_{NRc} à la densité de GND (figure 80). Aucune corrélation n'a été observée. Deux explications sont avancées. La première explication résiderait dans le fait que la méthode utilisée ne quantifie qu'une partie des dislocations physiquement présentes, les GND et pas les SSD. La seconde explication consisterait dans la nécessité de capturer directement l'état de déformation élastique plutôt que de le corrélérer avec les dislocations. Plus précisément, l'idée

2. voir la vitesse de ségrégation proportionnelle à la diffusivité et définie par la théorie classique de la germination, équation 6.10

serait d'estimer le tenseur de déformation élastique (défini dans la théorie continue des défauts, équation A.6, annexe A). Pour cela, l'EBSD haute résolution angulaire [127, 101, 166] semble une méthode intéressante.

Enfin, deux remarques supplémentaires peuvent être formulées quant à l'évolution des précipités γ' dans les grains non recristallisés au cours du refroidissement. La première remarque concerne la diminution du nombre de précipités γ' par unité d'aire analysée et l'augmentation du diamètre équivalent moyen de manière surprenante entre 1075 °C à 1050 °C dans les grains non recristallisés. Cela s'observe qualitativement sur les figures 79(a, c) et quantitativement sur les figures 81(f, d) respectivement. Cette observation ne peut provenir que de la dissolution de précipités³ et/ou d'une agglomération des précipités. De 1075 °C à 1050 °C dans les grains non recristallisés, l'équilibre chimique est atteint (figure 81b), ce qui est une condition favorable au mûrissement d'Ostwald. Il est cependant important de modérer ce constat, puisque le traitement n'est pas ici à fraction volumique d'équilibre constante au cours du temps, mais croissante [159], ce qui semble peu propice à la dissolution de précipités. De plus, le mûrissement d'Ostwald n'explique pas les morphologies des précipités à 1050 °C (figure 79c). Ces morphologies suggèrent en effet que les précipités résultent d'un mécanisme d'agglomération. Un tel mécanisme d'agglomération est possible au vu des cinétiques de croissance à ces températures et des distances inter-précipités à 1075 °C (figure 79a). Enfin, l'explication du mécanisme d'agglomération est confortée par les agglomérations en cours observées de manière plus évidente à 1075 °C (carrés rouges dans la figure 79a). Ainsi, des mécanismes d'agglomérations semblent présents au cours du refroidissement jusqu'à au moins 1050 °C au point d'influencer la caractérisation quantitative de la population de précipités. La seconde remarque concerne l'observation d'une population de précipités γ' tertiaires⁴ à 400 °C préférentiellement dans les espaces entre les précipités γ' secondaires (figure 79i). La germination d'une nouvelle génération de précipités est classiquement observée dans les superalliages base nickel γ/γ' lorsque le refroidissement est suffisamment lent [84, 85, 76, 86, 87, 88]. Du point de vue physique, elle s'explique par la combinaison de deux phénomènes. D'une part, la force motrice chimique augmente au cours du refroidissement puisque la fraction volumique à l'équilibre chimique de phase γ' croît au cours du refroidissement [159]. D'autre part, les cinétiques de diffusion ralentissent au cours du refroidissement, ce qui ne permet pas la croissance suffisamment rapide des précipités γ' déjà existants pour suivre l'augmentation de la fraction volumique à l'équilibre chimique de phase γ' . Ainsi, aux plus faibles températures, la germination de nouveaux précipités γ' apparaît comme un moyen plus efficace que la croissance de ceux déjà existants pour réduire la sursaturation en aluminium et titane de la matrice. Le fait que des précipités tertiaires soient observés uniquement dans les grains non recristallisés et entre les précipités «épais» γ'_{NRc} peut s'expliquer de la raison suivante. Les précipités secondaires «épais» γ'_{NRc} sont moins nombreux car plus gros⁵ que les autres⁶. Les espaces entre les précipités γ' et donc les hétérogénéités de concentration en aluminium et titane sont alors plus importantes. Cela augmente les valeurs maximales de concentrations qui se trouvent au milieu des espaces entre les précipités γ' *i.e.* à équidistance des interfaces γ/γ' . La force motrice pour la germination d'une population de précipités γ' tertiaires est alors plus importante entre les précipités «épais» γ'_{NRc} qu'entre les autres.

Sur le plan des mécanismes physiques, nous concluons que les précipités γ' débutent plus tôt (avant 1075 °C) dans les grains non recristallisés que dans les grains recristallisés, sous l'effet des relaxations élastiques permises à la germination près des dislocations. Ces précipités croissent sous l'effet de cinétiques de diffusions à ces température et s'agglomèrent du fait de leur proximité. En atteignant une taille critique, ces précipités se subdivisent pour diminuer l'énergie élastique. Cette subdivision est hétérogène et présente deux niveaux d'intensité, formant ainsi les populations de précipités «fins» et «épais». Cette hétérogénéité s'organise en structures alternées *a priori* planes et orthogonales la

3. la dissolution des plus petits précipités diminue le nombre et augmente mécaniquement le diamètre équivalent moyen

4. ils sont appelés tertiaires bien qu'étant la seconde population ayant germé au cours du refroidissement, car les précipités γ' primaires ont été dissous lors de l'homogénéisation (figure 72)

5. principalement car ils ne se sont pas subdivisés

6. ceux dans les grains recristallisés (figure 79(b, d, g)) et les «fins» dans les grains non recristallisés (figure 79(e, h))

direction de compression. La déformation macroscopique pourrait générer des champs de déformation/contrainte élastiques interagissant avec ceux produits par la présence des précipités. Cette interaction pourrait induire une hétérogénéité dans la subdivision des précipités. Enfin, une population de précipités tertiaires apparaît uniquement entre les précipités «épais» γ'_{NRc} du fait des espaces inter-précipités supérieurs à ceux des autres précipités γ' .

Enfin, dans les grains recristallisés comme dans les grains non recristallisés, à 1075 °C, 1050 °C et 1000 °C), la fraction volumique⁷ de précipité est similaire à celle à l'équilibre chimique, contrairement à 400 °C (figure 81(a, b)). De 1075 °C à 1000 °C, les cinétiques de diffusion et donc la croissance des précipités γ' sont suffisamment rapides pour que l'augmentation de leur fraction volumique suive celle de la fraction volumique à l'équilibre chimique de phase γ' au cours du refroidissement. En revanche, de 1000 °C à 400 °C, les cinétiques de diffusion et donc la croissance des précipités γ' sont trop lentes pour que l'augmentation de leur fraction volumique suive l'augmentation de la fraction volumique à l'équilibre chimique de phase γ' au cours du refroidissement. La germination de précipités γ' de 1000 °C à 400 °C ne suffit pas à atteindre la fraction volumique à l'équilibre chimique de phase γ' (y compris en incluant les tertiaires dans la population de précipités γ'_{NRc}).

Résumons les résultats et interprétations sur les états de précipitation γ' intragranulaire au cours du refroidissement.

Dans les grains recristallisés, des précipités γ' germent entre 1075 °C et 1050 °C et grossissent jusqu'à atteindre une taille critique et se subdivisent.

Dans les grains non recristallisés, des précipités γ' germent avant 1075 °C, grossissent au point de s'agglomérer, jusqu'à se subdiviser de manière «prononcée» (aboutissant aux précipités «fins» γ'_{NRf}) ou «peu prononcée» (aboutissant aux précipités «épais» γ'_{NRc}) selon des zones orthogonales à la direction de compression, puis finalement des précipités γ' tertiaires germent uniquement entre les précipités «épais» γ'_{NRc} .

5.2.2.4 Interactions front de recristallisation–précipités γ' au cours du refroidissement

Avant de présenter les résultats obtenus, nous procédons à un état de l'art des interactions entre le front de recristallisation et les précipités γ' dans les superalliages base nickel γ/γ' .

Six mécanismes principaux décrivant les interactions entre le front de recristallisation et les précipités γ' dans les superalliages base nickel γ/γ' ont été répertoriés dans la littérature (figure 82).

7. on considère la fraction volumique de précipités égale à la fraction surfacique [167]

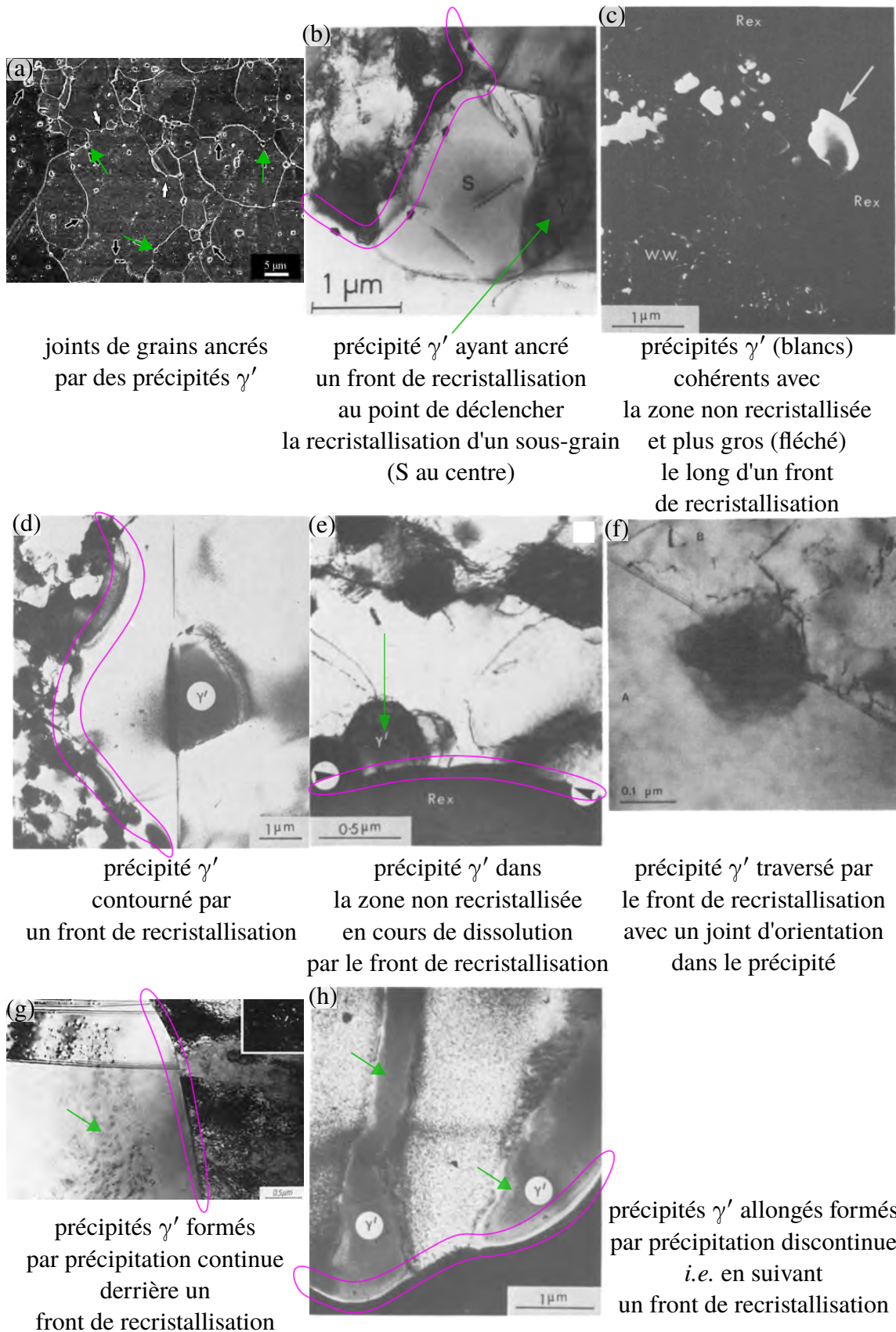


FIG. 82 : Mécanismes d'interaction entre un front de recristallisation et un précipité γ' . Les flèches vertes désignent les précipités γ' et les parties magenta entourent les fronts de recristallisation. Figure issue de/adaptée de (a) [168], (b) [169], (c) [31], (d) [31], (e) [31], (f) [170], (g) [171] et (h) [31].

Le premier mécanisme est l'ancrage de Smith-Zener du front de recristallisation ([172]) par un précipité γ' . Dans le cas particulier de l'ancrage d'un front de recristallisation par un précipité γ' ,

deux cas peuvent se présenter selon le type de précipité γ' . Dans le premier cas, le précipité γ' est incohérent avec les grains de la matrice l'entourant, il s'agit alors d'un cas d'ancrage de Smith-Zener par un précipité incohérent [172, 173]. Physiquement, le précipité γ' ancre le front de recristallisation pour réduire au maximum la surface d'interface γ/γ' incohérente [172, 173]. La configuration est par exemple celle rencontrée industriellement lorsque les précipités γ' primaires (définis dans la section 1.2.4.1) permettent de contrôler la taille de grains lors d'un traitement thermique. L'ancrage de joints de grains et notamment du front de recristallisation par les précipités γ' incohérents a été étudié par Song *et al.* [168] et Charpagne *et al.* [174] (figure 82a). Dans le second cas, le précipité γ' est à l'intérieur d'un grain non recristallisé et est cohérent avec ce dernier. Physiquement, le précipité γ' ancre le front de recristallisation pour éviter la création d'une interface γ/γ' incohérente qui se formerait dans la zone recristallisée en progression [173]. En effet, le précipité γ' est cohérent avec le grain non recristallisé, alors que la matrice l'entourant du côté recristallisé en progression possède une orientation cristallographique différente. L'ancrage du front de recristallisation par les précipités γ' cohérents des grains non recristallisés (et ses conséquences sur la structure de grains) a été étudié par Porter et Ralph [169] (figure 82b).

Le second mécanisme est la croissance accélérée de précipités γ' présents dans la zone non recristallisée lorsque le front de recristallisation les rencontre, comme mentionné par Bee *et al.* [31] (figure 82c), qui semble mettre en jeu des phénomènes de type diffusion d'aluminium et titane accélérée dans le front de recristallisation.

Le troisième mécanisme est le contournement d'un précipité γ' présent dans la zone non recristallisée par le front de recristallisation, ce qui implique que l'interface $\gamma-\gamma'$ nouvellement formée dans la zone recristallisée est alors incohérente, comme noté par Bee *et al.* [31] et Kreye *et al.* [171] (figure 82d).

Le quatrième mécanisme est la dissolution d'un précipité γ' présent dans la zone non recristallisée par le front de recristallisation, également observé par Bee *et al.* [31], Kreye *et al.* [171] et Porter et Ralph [175] (figure 82e).

Le cinquième mécanisme est la traversée d'un précipité γ' présent dans la zone non recristallisée par le front de recristallisation, avec création d'un joint d'orientation à l'intérieur du précipité γ' . Ce joint d'orientation permet la cohérence de l'interface $\gamma-\gamma'$ des deux côtés du front de recristallisation. Ce mécanisme est décrit par Randle et Ralph [170], Doherty [176] et Porter et Ralph [175] (figure 82f). Les mécanismes de contournement, dissolution et traversée décrivent le franchissement des précipités γ' par le front de recristallisation et sont incompatibles entre eux lorsque l'on considère un précipité γ' particulier.

Concernant la compétition entre ces mécanismes, Bee *et al.* [31] notent que les précipités γ' sont d'autant plus susceptibles d'être dissous qu'ils sont petits et d'autant plus susceptibles d'être contournés qu'ils sont volumineux. Une explication avancée est le fait que ces deux phénomènes sont en compétition cinétique, donc les plus petits précipités γ' sont probablement dissous avant d'être contournés.

Enfin, le sixième mécanisme consiste en une séquence de précipitation γ' derrière le front de recristallisation ou même sur ce dernier. Cette précipitation du côté recristallisé est déclenchée par les atomes d'aluminium et titane composant la phase γ' laissés derrière/sur le front de recristallisation. Cette séquence de précipitation γ' peut se manifester sous deux formes distinctes. La première forme est un procédé *continu*, où les atomes d'aluminium et titane dans la zone recristallisée –i.e. derrière le front de recristallisation, une fois celui-ci passé– initie un processus de germination et croissance classique, comme noté par Kreye *et al.* [171] (figure 82g). La seconde forme est un procédé *discontinu* où les atomes d'aluminium et titane stimulent la précipitation de phase γ' directement sur le front de recristallisation. Des précipités γ' de forme allongée sont alors observés dans la zone nouvellement recristallisée et le long le front de recristallisation comme décrit par Bee *et al.* [31] et Porter et Ralph [175] (figure 82h).

Au sujet de la compétition entre les deux formes (continue/discontinue) du mécanisme de précipitation (respectivement derrière/sur) le front de recristallisation, Porter et Ralph [175] ont conclu que la forme discontinue est favorisée par les fractions volumiques de phase γ' élevées à l'équilibre. Ceci

est expliqué par la diffusion accrue à l'intérieur du front de recristallisation en tant que joint de grain.

Dans la suite de cette section sont présentés les résultats obtenus.

La figure 83 présente un front de recristallisation distordu autour de précipités γ' . Ces derniers sont en contact avec le front de recristallisation des deux côtés et sont de taille supérieure aux précipités γ' intragranulaires. Cette observation incite à étudier plus en détails les interactions entre le front de recristallisation et la précipitation γ' .

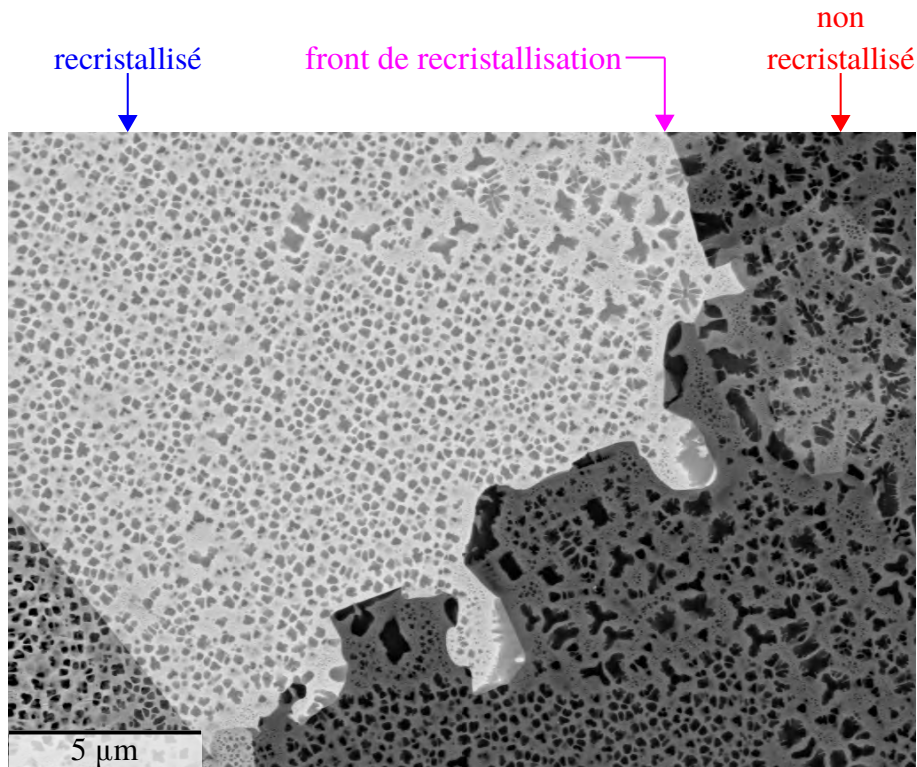


FIG. 83 : Front de recristallisation distordu et précipités γ' en contact avec ce dernier des deux côtés, de tailles supérieures aux précipités γ' intragranulaires et de morphologies torturées. État matériau T_{400} . Image BSE.

La figure 84 présente l'étude d'une zone contenant différents grains non recristallisés et recristallisés, des précipités γ' intragranulaires et en contact avec un front de recristallisation dans l'état

matériau T₄₀₀.

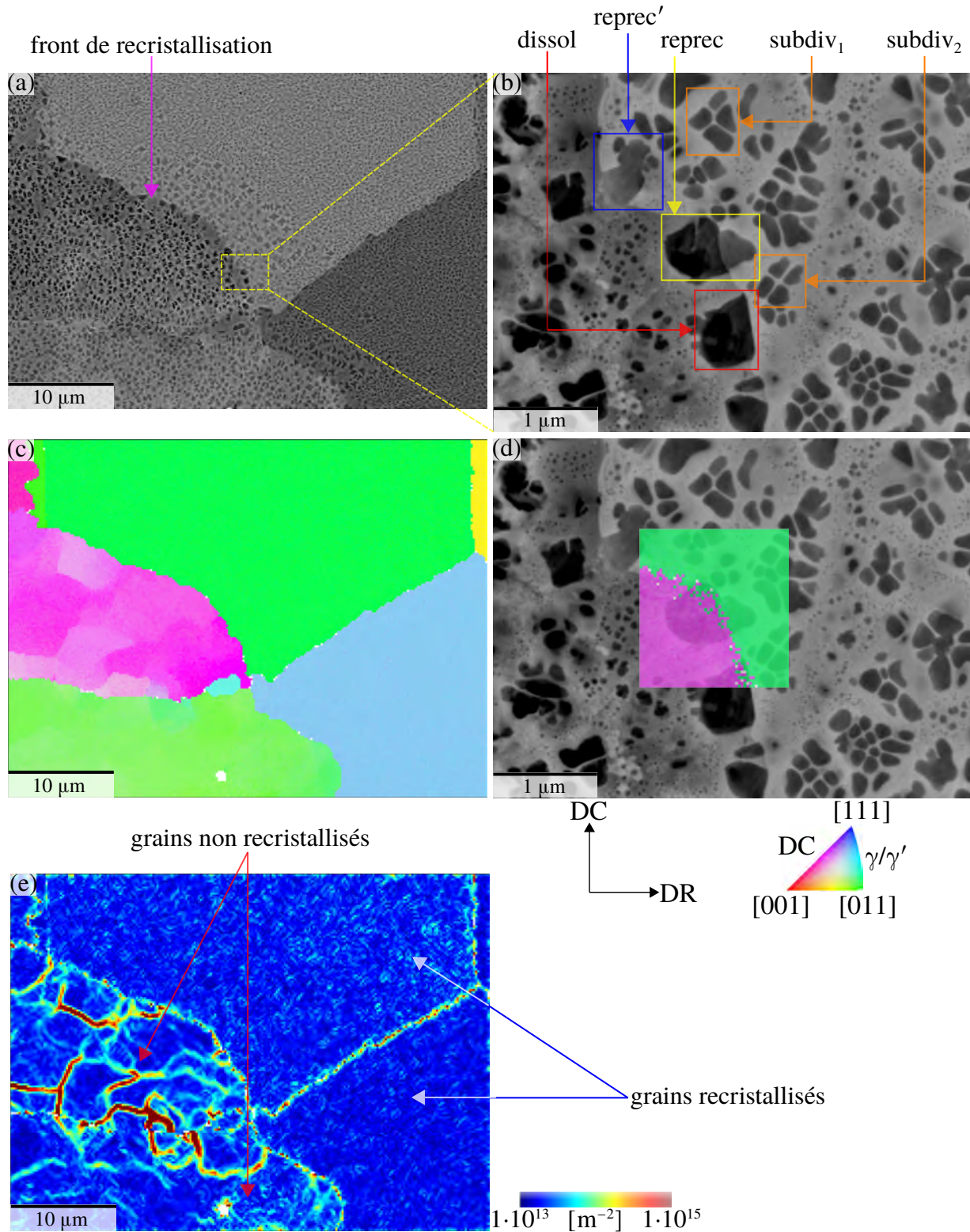


FIG. 84 : (a, c, e) Zone contenant différents grains recristallisés et non recristallisés, et des précipités γ' . (b, d) zoom sur un front de recristallisation et des précipités γ' en contact avec ce dernier. (a) Vue globale de la zone. Image BSE. (b) Domaines de phase γ' en contact avec ou proches du front de recristallisation. Image BSE. (c) Orientation cristallographique des phases γ/γ' où le code couleur considéré est défini par le triangle standard par rapport à la direction de compression (DC). (d) orientation cristallographique de la matrice ou de la phase γ' superposée avec (b). (e) Densité de GND. État matériau T₄₀₀.

La figure 84a présente la zone étudiée. La figure 84c présente l'orientation cristallographique sur la zone d'étude, ce qui permet de déterminer plus clairement les grains. Enfin, la figure 84e montre la densité de GND sur la zone d'étude, qui révèle des structures de GND dans certains grains et pas dans d'autres, ce qui permet alors d'identifier les grains comme respectivement non recristallisés ou recristallisés. La figure 84b présente un zoom sur un front de recristallisation et des précipités γ' en contact avec ce dernier et définit plusieurs domaines de phase γ' . La figure 84d montre l'orientation cristallographique du cristal sur une zone couvrant : «reprec» le domaine de phase γ' présent des deux côtés du front de recristallisation, la matrice environnante, et partiellement quelques précipités γ' voisins. Cette cartographie d'orientation cristallographique n'est pas filtrée par le filtre LCLASS car son objectif n'est pas de quantifier la densité de GND mais d'étudier la relation entre l'orientation cristallographique entre la matrice γ et la phase γ' des deux côtés du front de recristallisation. Trois résultats au sujet de l'interaction entre les précipités γ' et le front de recristallisation sont développés ci-après.

Le premier résultat concerne les précipités γ' en contact avec le front de recristallisation du côté non recristallisé. Ces précipités sont parsemés le long du front de recristallisation (84a) et d'après la figure 84b leur diamètre équivalent moyen semble es estimé à plus de 400 μm , supérieur à celui des précipités γ' à l'intérieur des grains non recristallisés (212 nm, figure 81d). Cette différence peut s'expliquer par le mécanisme en deux étapes proposé ci-après. Au cours de la première étape, le front de recristallisation rencontre un précipité γ' cohérent avec la matrice dans le grain non recristallisé et est ancré par ce dernier par ancrage de Smith-Zener [169, 173]. Ce mécanisme cherche à éviter la formation d'une interface incohérente γ/γ' dans le grain recristallisé. Cet ancrage peut se voir à la morphologie du front de recristallisation localement autour des précipités «reprec» et «dissol» dans la figure 84b. Cette étape d'ancrage de Smith-Zener est schématisée dans la figure 85b. Au cours de la seconde étape, deux phénomènes potentiellement cumulables peuvent amener au grossissement du précipités γ' . Le premier mécanisme réside dans le fait que le front de recristallisation se courbe pour tenter de progresser malgré l'ancrage de Smith-Zener. En se courbant, il progresse dans la zone avoisinante, ce qui lui permet d'absorber de l'aluminium et du titane en solution solide aux alentours. Ces atomes vont alors diffuser de manière accélérée dans le front de recristallisation jusqu'au précipité γ' du côté non recristallisé, et ainsi nourrir sa croissance accélérée. Le second mécanisme réside dans le fait que l'interface γ/γ' est cohérente dans le grain non recristallisé et incohérente dans le grain recristallisé. Cela amène à une forme aplatie du précipité γ' sur le front de recristallisation et son grossissement dans le grain recristallisé, avec un hémisphère (diamètre sur le front de recristallisation) qui augmente de 26 % d'après le calcul de Doherty [176] (à volume de précipité γ' constant) par cet effet. Par effet Gibbs [177, 178]-Thompson [179, 180, 181], cela favorise la diffusion d'aluminium et titane dans le grain non recristallisé qui nourrit le grossissement du précipité γ' dans le grain non recristallisé. Notons enfin que le grossissement du précipité par le premier mécanisme (diffusion accélérée le long du front de recristallisation) renforce encore l'effet Gibbs-Thompson intervenant dans le second mécanisme et stimulant la croissance du précipité. Cette étape de croissance du précipité γ' dans le grain non recristallisé par les deux mécanismes décrits ci-avant est schématisée dans la figure 85c. La croissance accélérée de précipités γ' présents dans la zone non recristallisée lorsque le front de recristallisation les rencontre a déjà été observé [31]. Il s'agit du deuxième mécanisme présenté dans la section 5.2.2.4.

Le second résultat concerne le franchissement de ces mêmes précipités γ' par le front de recristallisation. La figure 84d montre qu'à la résolution angulaire près de l'identification EBSD employée, la matrice γ et la phase γ' partagent la même orientation cristallographique des deux côtés du front de recristallisation. Cela implique que l'interface γ/γ' est cohérente des deux côtés du front de recristallisation. En particulier, cela supporte le fait que le mécanisme de contournement des précipités γ' par le front de recristallisation [31, 171] (troisième mécanisme présenté dans la section 5.2.2.4) n'est pas prédominant dans l'AD730TM. Ce mécanisme laisserait en effet derrière lui un précipité γ' incohérent avec la matrice environnante dans la zone recristallisée nouvellement formée. En revanche, cela suggère que les mécanismes de dissolution des précipités par le front de recristallisation [31, 171, 175]

(cinquième mécanisme présenté dans la section 5.2.2.4) et de précipitation discontinue cohérente en suivant le front de recristallisation [31, 175] (forme discontinue du sixième mécanisme présenté dans la section 5.2.2.4) interviennent pour éviter toute interface γ/γ' incohérente. Ces deux phénomènes sont schématisés respectivement dans les figures 85(d, e). La possibilité d'une traversée des précipités γ' par le front de recristallisation avec création d'un joint d'orientation à l'intérieur du précipité (quatrième mécanisme présenté dans la section 5.2.2.4) paraît peu probable. En effet, les positions des précipités «disso» et «reprec'» dans la figure 84d suggèrent qu'ils sont en cours de dissolution par le front de recristallisation et en cours de reprécipitation discontinue, respectivement, ce qui appuie les interprétations précédentes.

Le troisième résultat concerne les précipités γ' formés par reprécipitation discontinue cohérente en suivant le front de recristallisation. Une fois séparés du front, ces précipités γ' peuvent se subdiviser tels que les précipités γ' «subdiv₁» et «subdiv₂» dans la figure 84b. Cette subdivision s'explique par la diminution d'énergie interne élastique qu'elle autorise et qui provient notamment de la cohérence de l'interface γ/γ' [161, 162, 163, 164] et est schématisé dans la figure 85g. Des zones de précipités γ' en cours de subdivisions sont observées dans les grains recristallisés à proximité du front de recristallisation (figure 86).

La figure 85 schématise les interactions front de recristallisation/précipités γ' en une séquence comportant sept étapes. Le nom de chaque étape est basé sur le mécanisme physique et est indiqué au dessus de son illustration. La force motrice dudit mécanisme physique est quant à elle indiquée sous l'illustration. Dans la réalité, certaines étapes succesives de cette séquence peuvent se produire

simultanément.

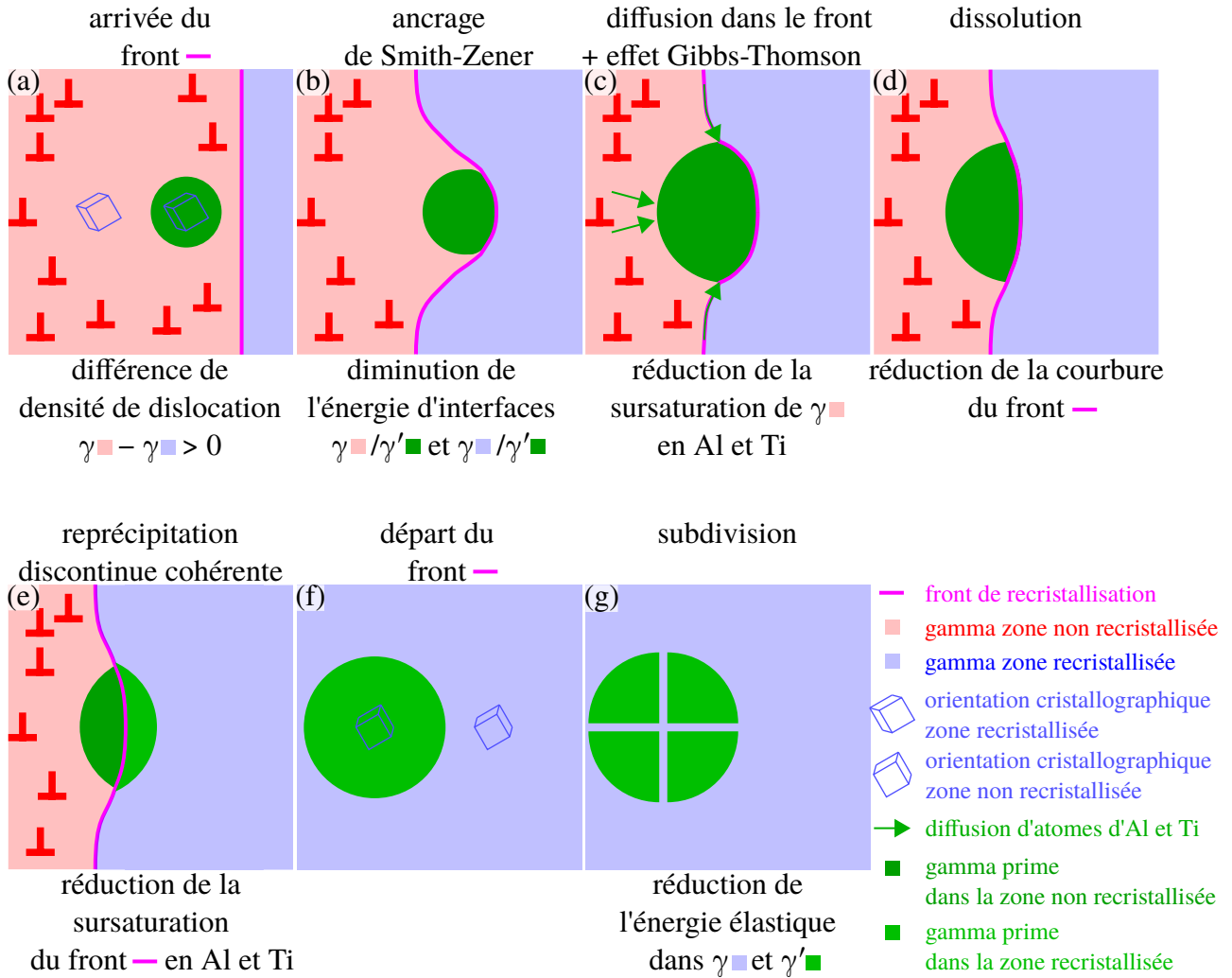


FIG. 85 : Séquence d'interaction entre le front de recristallisation et un précipité γ' dans la zone non recristallisée lorsqu'il le rencontre lors de son déplacement au cours du refroidissement.

La figure 85 schématise les interactions front de recristallisation/précipités γ' en une séquence comportant sept étapes. Le nom de chaque étape est basé sur le mécanisme physique et est indiqué au dessus de son illustration. La force motrice dudit mécanisme physique est quant à elle indiquée sous l'illustration. Dans la réalité, certaines étapes succesives de cette séquence peuvent se produire

simultanément.

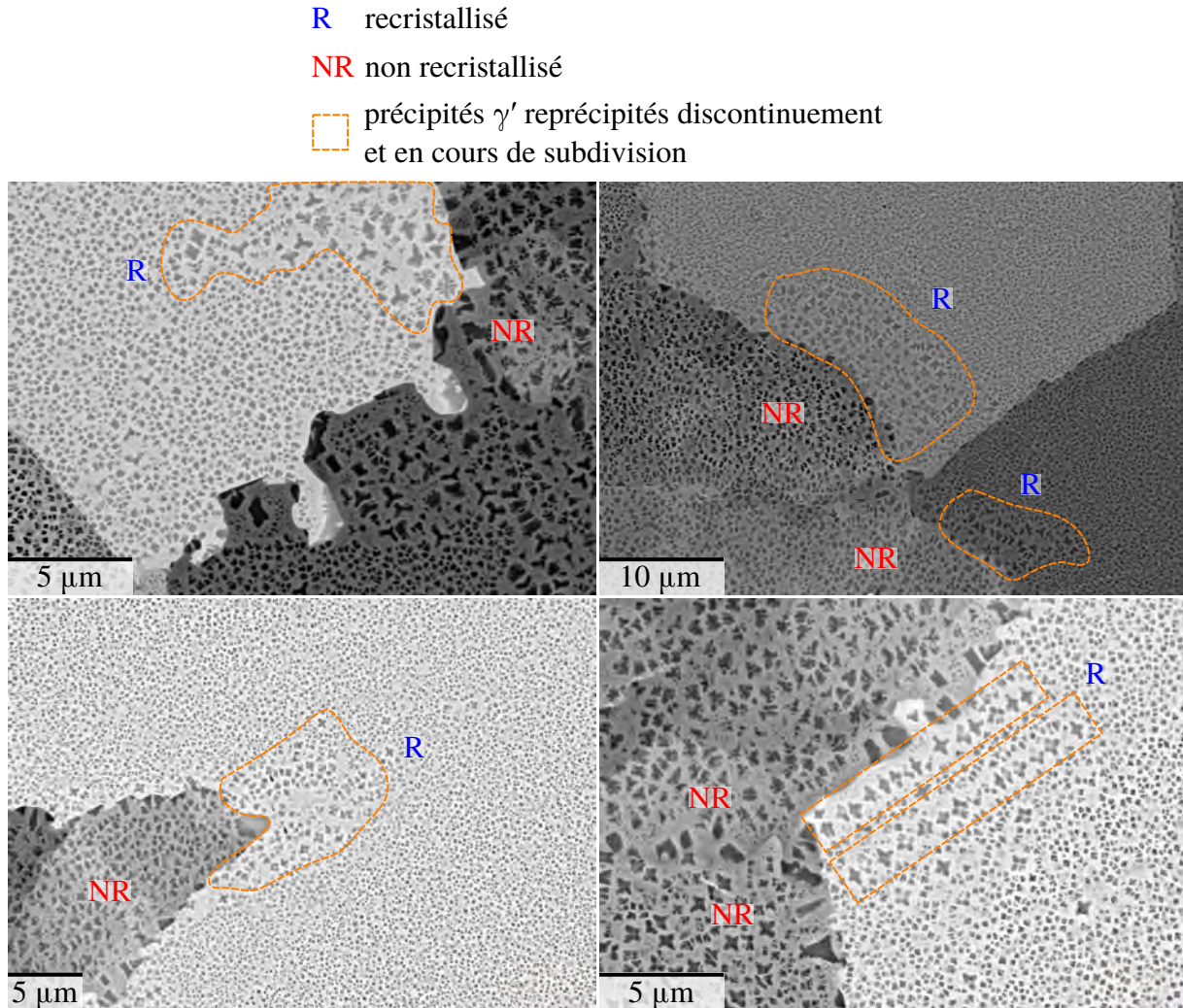


FIG. 86 : Zones de précipités γ' (entourés en pointillés orange) ayant reprécipités sur le front de recrystallisation et désormais en cours de subdivision dans le grain recrystallisé.

Conclusion

Les couplages entre la recrystallisation et la précipitation γ' lors de la mise en forme de l'alliage AD730™ ont été étudiés. Les conclusions se résument comme suit.

- Les dislocations stockées lors d'une compression à froid n'influencent pas la vitesse de croissance de précipités γ' préexistants et donc les cinétiques de diffusion. Il semble donc qu'il n'y ait pas d'effet de type diffusion accélérée le long des lignes de dislocations, du moins pour les niveaux de densité de GND atteints.
- Les dislocations déclenchent la précipitation γ' plus tôt dans les grains non recrystallisés par rapport aux grains recrystallisés dynamiquement. D'après le point précédent, la possibilité d'une diffusion accélérée le long des lignes de dislocations (qui aurait pu accélérer les cinétiques de germination et/ou croissance) est éliminée. Donc cette observation est interprétée par une cinétique de germination accélérée par la relaxation élastique lorsque les germes γ' se forment dans la matrice.
- Le front de recrystallisation mobile interagit avec la précipitation γ' selon la séquence suivante : ancrage de Smith-Zener ralentissant l'avancée du front, qui donne alors du temps pour favoriser

la croissance dans le grain non recristallisé des précipités γ' ancrant le front, par le cumul de la diffusion accélérée le long du front et de l'effet Gibbs-Thompson dû à son rayon plus important dans le grain non recristallisé. Puis le front se courbe de plus en plus tandis qu'il dissout le précipité γ' qui ensuite (5) reprécipite sur le front dans la zone recristallisée avec une interface γ/γ' cohérente. Lorsque le front est passé et le précipité γ' nouvellement formé dans la zone recristallisée s'en est détaché, le précipité γ' se subdivise pour diminuer l'énergie élastique associée à sa présence et notamment à la cohérence de son interface γ/γ' .

Le dernier point montre qu'il est délicat voire dangereux d'interpréter les états de précipitation γ' observés à température ambiante. En particulier dans le cas des grains recristallisés, où les précipités γ' peuvent avoir vécu une séquence complexe d'interaction avec le front de recristallisation, ce qui est totalement différent d'une germination suivie d'une croissance directement dans le grain recristallisé.

Dans l'optique de la formulation d'un modèle de précipitation de la phase γ' pour les superalliages base nickel γ/γ' mis en forme à chaud, trois points semblent alors importants à formuler.

- Les effets de diffusion accélérée le long des lignes de dislocations ne semblent pas essentiels à prendre en compte,
- Les effets d'énergie élastique semblent en revanche indispensables à prendre en compte à travers (1) la présence des dislocations favorisant la germination et (2) la subdivision des précipités,
- La précipitation au cours du refroidissement dans les grains recristallisés ne doit pas être considérée comme un simple mécanisme de germination suivie d'une croissance dans le grain recristallisé. Modéliser le mécanisme effectif demanderait une simulation de l'interaction avec le front de recristallisation et donc, plus globalement, avec la structure de grains évoluant lors de la recristallisation.

Chapitre 6

Modélisation des cinétiques de précipitation

6.1 État de l'art

Les premières observations des phases dans les métaux remontent aux progrès de la métallographie accomplis à la fin du 19^{ème} siècle, auxquels Martens contribua significativement par une série d'articles entre 1878 et 1889. Entre 1875 et 1877, Gibbs publia un article historique traitant des équilibres entre phases [177, 178] et considéré comme fondateur de la thermodynamique. En 1897, Ostwald observa que les espèces chimiques dissoutes se redéposaient préférentiellement sur les surfaces des plus larges précipités [182], d'où le nom de mûrissement d'Ostwald attribué à ce phénomène. Concernant l'aspect cinétique, Arrhenius introduisit en 1889 sa relation décrivant la vitesse de réaction basée sur le concept d'énergie d'activation [183]. Dans cette section sont présentées les principales approches utilisées pour modéliser les cinétiques de précipitation pour différentes échelles de temps et de longueur.

6.1.1 Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov

En 1937, Kolmogorov a calculé la fraction volumique d'une phase germinant et croissant dans une phase mère [184]. Les cas particuliers de la vitesse de germination et de la vitesse de croissance constantes au cours du temps ont été étudiés par Johnson et Mehl en 1939 [185]. Une particularité de leur travail est la prise en compte correcte des contacts entre précipités, comme admis par Avrami malgré ses objections initiales [186]. Ce dernier a popularisé le cas particulier du taux constant de germination et de la vitesse constante de croissance dans une série de 3 articles parus entre 1939 et 1941 [187, 188, 189].

6.1.2 Théorie classique de la germination-croissance

6.1.2.1 Théorie classique de la germination

Volmer a réutilisé en 1926 les concepts introduits par Gibbs pour proposer une expression de la vitesse de germination [190] comme base de la *théorie classique de la germination*. Cette expression a été modifiée par Becker et Döring en 1935 [191], Frenkel en 1939 [192, 193] et Zeldovich en 1943 [194]. Russell a proposé une expression pour la vitesse de ségrégation d'atomes de soluté sur un germe, laquelle est un facteur dans l'expression de la vitesse volumique de germination [195]. Kampmann et Wagner ont ensuite introduit le temps d'incubation ainsi qu'un facteur modélisant son effet dans la même expression [196]. Maugis *et al.* ont proposé une expression différente pour ce facteur [197] et comparé les résultats avec un modèle en dynamique d'amas de type Monte Carlo cinétique [197].

6.1.2.2 Modèle classique de croissance

In 1949, Zener a présenté la solution exacte de la vitesse de croissance d'un précipité sphérique dans une matrice infinie sursaturée [198].

In 1961, Lifshitz et Slyozov [199] ainsi que Wagner [200] ont présenté la solution exacte pour l'évolution temporelle de la distribution de taille d'une population de précipités sphériques dans une matrice à l'équilibre chimique, utilisant notamment le résultat de Zener [198]. Ils donnent alors naissance à la théorie Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW). Les effets de capillarité y jouent un rôle crucial en induisant la dissolution des précipités les plus petits dont les atomes de soluté nourrissent la croissance des précipités les plus gros. Ce résultat théorique est cohérent avec l'observation expérimentale du mûrissement d'Ostwald [182] 60 ans auparavant.

La combinaison de la théorie classique de la germination et du résultat de Zener est parfois appelé théorie classique de la germination-croissance. Deschamps et Brechet ont utilisé une approche en *rayon moyen* qui détermine l'évolution temporelle du rayon moyen et du nombre de particules [201]. Perez *et al.* ont proposé une approche multi-classes pour représenter la distribution complète de taille des précipités [202]. Deux approches ont été présentées : une taille de précipité est suivie au cours du temps par un formalisme Eulérien ou Lagrangien, dont la dénomination s'inspire directement de la stratégie employée en mécanique des fluides ou des solides. Les deux approches ont été comparées à l'approche en rayon moyen. Cette dernière ne peut modéliser l'évolution temporelle d'une population de précipités ne suivant pas la distribution théorique de la théorie LSW. Les deux approches ont également été confrontées l'une à l'autre. L'approche eulérienne considère des intervalles fixes qui constituent les classes pour décrire l'amplitude des tailles possibles. Elle calcule alors (1) les flux inter-classes traduisant l'évolution de taille des précipités et (2) un terme intra-classe de source traduisant la germination. L'approche Eulérienne s'inspire du modèle numérique de Kampmann et Wagner (KWN). Ce dernier se base sur une équation différentielle traduisant le bilan local de précipités [203], dont une formulation en différences finies a été proposée par Myhr et Grong [204]. La variante Eulérienne a été appliquée par den Ouden *et al.* à la précipitation de cobalt dans le cuivre [205] et aux précipitations multiples dans un acier à bas carbone hautes performances [206] et par Perez à la précipitation AlZr_3 dans un alliage d'aluminium [202]. Citons également son application par Kamp *et al.* à la précipitation de MgZn_2 dans un alliage d'aluminium 7xxx aluminium [207] et Dumont et Deschamps dans un alliage d'aluminium Al-Zn-Mg [208]. L'approche multi-classes Lagrangienne suit individuellement chaque classe de taille de précipités et s'inspire du modèle MultiPreci développé par Maugis et Gouné [209]. La variante Lagrangienne présente l'inconvénient d'une gestion des classes plus complexe que son alternative Eulérienne. Cependant, elle ne nécessite pas la définition manuelle des intervalles de taille, dont le choix peut influencer les résultats. La variante Lagrangienne a été utilisée par Maugis *et al.* [209] pour simuler la précipitation de carbonitrides de vanadium dans un acier, par Perez *et al.* dans le logiciel PreciSo [210].

6.1.3 Dynamique d'amas

La dynamique d'amas trouve son origine dans les gas d'amas développés initialement pour décrire la formation de gouttes d'eau liquide dans une atmosphère humide, avant d'être adaptés à la thématique de la précipitation. L'idée générale est d'écrire la variation du nombre d'atomes d'un n-mère comme le résultat d'adsorption et émission d'atomes (termes de flux), production (source) et perte (puit) de n-mères. En particulier, les taux d'adsorption et d'émission sont proportionnels à la diffusivité dans la matrice des atomes du cluster. Une principale difficulté réside dans l'expression du taux d'émission en fonction de l'énergie libre d'un monomère (*i.e.* un atome de soluté), (n-1)-mère et n-mère. Idéalement, toutes les configurations d'un n-mère doivent être considérées. Typiquement, pour $n > 8$ cette méthode est trop onéreuse en temps de calcul. Perini *et al.* ont proposé un modèle Monte-Carlo pour calculer

l'énergie libre d'un n-mère [211] pour n jusqu'à 80 [212]. Kelton *et al* a été l'un des premiers à implémenter numériquement la dynamique d'amas pour traiter des problèmes de solidification [213]. La dynamique d'amas a été utilisée au Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA) à Saclay, France, pour la simulation de cinétiques de précipitation dans des alliages irradiés fer–cuivre [214] et aluminium–scandium [215].

6.1.4 Champ de phase

Les modèles en champs de phase représentent les interfaces telles que les joints de phases comme des régions fines mais d'épaisseur non nulle, au sein desquelles les variables évoluent continuellement. L'épaisseur en question étant en général un paramètre numérique et non l'épaisseur physique de l'interface considérée. Ce concept a initialement été introduit par van der Walls [216] pour modéliser des interfaces gas-liquide. Ginzburg et Landau [217] et Cahn et Hilliard [218] ont également introduit des interfaces diffuses pour modéliser respectivement la supraconductivité et les gradients de propriétés thermodynamiques. Enfin, les modèles en champs de phase ont été développés pour modéliser la précipitation dans des alliages aluminium–cuivre [219], considérer les effets des déformations élastiques sur la précipitation dans des alliages nickel–aluminium [220] et la co-précipitation de phase $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ (γ'), quadratique Ni_3Nb (γ'') et orthorhombique Ni_3Nb (δ) dans la matrice (γ) d'un superalliage base nickel Inconel®718 [51].

6.1.5 Dynamique moléculaire

Alder et Wainwright ont appliqué la mécanique de Newton aux atomes en 1957 [221] donnant ainsi naissance à la dynamique moléculaire (DM). Les forces considérées sur chaque atome dérivent du premier principe de la mécanique quantique (*ab initio* DM) ou de potentiels définis empiriquement (DM classique). L'intégration temporelle, typiquement à partir du développement de Taylor d'ordre 1 sur les positions des atomes, fournit alors la position de chaque atome au cours du temps [222]. La dynamique moléculaire "Coarse grained" vise à élargir l'échelle physique de temps et de longueur simulée en considérant des groupes d'atomes plutôt que des atomes seuls [223]. La dynamique moléculaire a également été utilisée pour simuler la précipitation de carbure de silicium dans les alliages silicium–carbone [224] et pour déterminer la contrainte de scission critique dans le cas d'une interaction super dislocation coin–précipité γ dans un précipité γ' [225].

6.1.6 Monte-Carlo cinétique

Metropolis a proposé en 1953 une vision probabiliste en considérant des saut aléatoires d'atomes et a développé l'algorithme de Metropolis Monte-Carlo pour obtenir l'évolution temporelle de la matière [226].

En raison de leur coût plus élevé en temps de calcul, les modèles de Monte-Carlo cinétique peuvent être utilisés pour des échelles physique de temps plus courtes que la dynamique d'amas ou la théorie classique de germination-croissance. Cependant, ils peuvent être utilisés dans un contexte de modélisation multi-échelle comme pourvoyeur de données d'entrées à l'échelle supérieure. L'exemple de l'algorithme Monte-Carlo proposé par Perini pour calculer l'énergie libre d'un n-mère utilisée en dynamique d'amas (pour n jusqu'à 80) en est une illustration [211]. Enfin, les modèles Monte-Carlo cinétique peuvent servir comme base de comparaison/validation de modèles à échelles supérieures comme la théorie classique de germination-croissance ou la dynamique d'amas [227, 197].

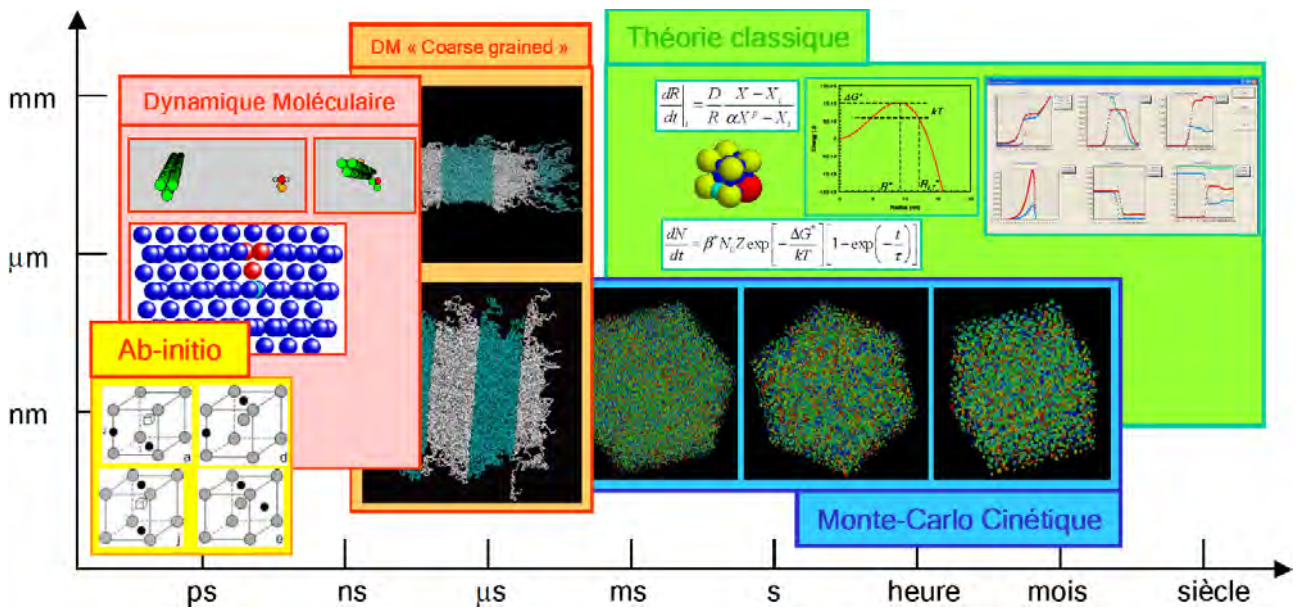


FIG. 87 : Échelle physique de temps (abscisse) et longueur (ordonnée) pour différents types de modèles de précipitation. *Ab initio* : calcul des énergies de configurations de lacunes de carbone dans une matrice à cristal de fer. Dynamique moléculaire : interaction carbone-coin et vis. "Coarse grained" dynamique moléculaire : structure almellaire d'un copolymère. Monte-Carlo cinétique : précipitation dans une solution solide sursaturée. Equations basées sur la théorie classique de germination-croissance et logiciel PreciSo. Figure issue de [228].

6.2 Sélection d'un modèle de précipitation

Comme présenté en section 6.1, divers modèles de précipitation sont disponibles dans la littérature. Le choix de l'un d'entre eux pour base est fondé sur les échelles physiques de temps et de longueur étudiés, ainsi que leurs avantages et limitations spécifiques.

Dans le contexte de la chaire OPALE, l'état de précipitation doit être décrit afin d'évaluer son effet sur les évolutions microstructurales telles que la recristallisation statique et dynamique, ainsi que sur les propriétés mécaniques. Ainsi, l'échelle mésoscopique de modélisation est visée. La théorie classique de la germination et la dynamique d'amas se présentent alors comme des candidats naturels. Néanmoins, la dynamique d'amas nécessite une fraction volumique faible pour l'ensemble des précipités étudiés. Cette situation n'est pas garantie dans le cadre de cette thèse, où l'AD730™ présente par exemple une fraction volumique d'équilibre de la phase γ' supérieure à 38 % à 600 °C [159]. La théorie classique de la germination n'est pas limitée par cette contrainte et a donc été retenue comme base du modèle de précipitation développé.

6.3 Modélisation des phénomènes physiques

Tout d'abord, plusieurs assertion simplificatrices sont formulées :

- Le matériau est biphasé.
- La matrice γ est une solution solide de structure c.f.c. de base nickel et de paramètre de maille noté a_γ (figure 7a page 14).
- Dans l'Inconel®, les précipités γ'' contiennent un cristal quadratique centré de stoechiométrie Ni_3Nb et de paramètres de maille $a_{\gamma''}$ et $c_{\gamma''}$ (figure 7b page 14).

- Dans l'AD730™, les précipités γ' contiennent un cristal cubique simple de stoechiométrie $\text{Ni}_3\text{Al}_1\text{Ti}_{\frac{1}{2}}$ et de paramètre de maille $a_{\gamma'}$ (figure 7c page 14).
- les précipités sont sphériques,
- les précipités ne contiennent pas d'atomes en solution solide,

6.3.1 Germination

La germination est le résultat de contributions thermodynamiques issues de la chimie, de la déformation élastique et des interfaces matrice–précipités. La théorie classique de la germination considère ces différents effets pour prédire le rayon et la vitesse de germination de précipités stables.

Le matériau est considéré comme subissant une évolution isotherme et isobare, ainsi l'enthalpie libre –ou énergie libre de Gibbs– est la fonction d'état naturelle à utiliser, puisque celle-ci décroît au cours du temps d'après le second principe de la thermodynamique, tandis que le matériau évolue vers son état d'équilibre.

La contribution chimique de la formation d'un précipité dans la matrice est quantifiée par la variation d'enthalpie libre chimique induite par la formation d'un précipité, par unité de volume dudit précipité, ci-après notée $\Delta G_{V^p, \text{ch}}$ ou contribution volumique chimique. Aaronson [229] a établi l'expression suivante :

$$\Delta G_{V^p, \text{ch}} = -\frac{k_B \cdot T}{V^{\text{atP}}} \cdot \sum_{\text{sp} \in \text{p}} \left(x_{\text{sp}}^{\text{p}} \cdot \frac{x_{\text{sp}}^{\text{m}}}{x_{\text{sp}}^{\text{m,eq}}} \right) \quad (6.1)$$

où

- p est l'ensemble des espèces chimiques sp présentes dans le précipité,
- V^{atP} est le volume moyen d'un atome dans le précipité,
- x_{sp}^{p} est la fraction atomique de l'espèce chimique sp dans le précipité,
- x_{sp}^{m} est la fraction atomique de l'espèce chimique sp dans la matrice,
- $x_{\text{sp}}^{\text{m,eq}}$ est la fraction atomique de l'espèce chimique sp dans la matrice à l'équilibre chimique avec le précipité.

Remarque : si la matrice est sursaturée en une espèce chimique sp , alors par définition $x_{\text{sp}}^{\text{m}} > x_{\text{sp}}^{\text{m,eq}}$, ce qui ajoute *via* le signe moins, une contribution négative à $\Delta G_{V^p, \text{ch}}$ et promeut la formation du précipité.

La contribution de la déformation élastique associée à la formation d'un précipité dans la matrice est quantifiée par la variation d'enthalpie libre de déformation élastique induite par la formation du précipité, par unité de volume dudit précipité, ci-après notée $\Delta G_{V^p, \underline{\varepsilon}}$ et appelée contribution volumique de déformation élastique. Si l'interface matrice–précipité est cohérente, Barnett [230] a obtenu l'expression suivante :

$$\Delta G_{V^p, \underline{\varepsilon}} = 3 \cdot \varepsilon_L \cdot \delta^{\text{p}} \cdot \left(1 - \left(1 + \frac{\delta^{\text{m}}}{\delta^{\text{p}}} \cdot \left(\frac{3 \cdot (1 - \nu^{\text{m}})}{1 + \nu^{\text{p}}} - 1 \right) \right)^{-1} \right) \quad (6.2)$$

où

- ε_L est l'écart de paramètre de maille matrice–précipité, défini par $\varepsilon_L = (1 + \varepsilon_V)^{\frac{1}{3}} - 1$ où ε_V est l'écart de volume d'atome matrice–précipité défini par $\varepsilon_V = \frac{V^{\text{atP}}}{V_{\text{eq}}^{\text{atNi}^{\text{m}}}}$ où $V_{\text{eq}}^{\text{atNi}^{\text{m}}}$ est le volume moyen d'un atome du cristal de la matrice,
- ν^{m} et ν^{p} sont les coefficients de Poisson de la matrice et du précipité, respectivement.

- δ^m et δ^p sont des modules d'élasticités utilisés ci-après comme intermédiaires de calcul.

Les modules d'élasticité δ^m et δ^p sont définis comme :

$$\delta^m = \nu^m \cdot \frac{1 - \nu^m}{1 + 2 \cdot \nu^m}, \quad \delta^p = \nu^p \cdot \frac{1 - \nu^p}{1 + 2 \cdot \nu^p}. \quad (6.3)$$

La contribution cumulée de la chimie et de la déformation élastique est quantifiée par la variation d'enthalpie libre induite par la formation d'un précipité, par unité de volume dudit précipité, ci-après notée ΔG_{VP} .

$$\Delta G_{VP} = \Delta G_{VPch} + \Delta G_{VP\varepsilon}. \quad (6.4)$$

La contribution de l'interface matrice-précipité est quantifiée par l'enthalpie libre par unité de surface d'interface matrice-précipité, notée ci-après γ ou tension d'interface.

6.3.1.1 Rayons critique et de germination

Le rayon critique r^{cr} est défini comme le rayon minimal pour lequel la croissance d'un précipité est thermodynamiquement favorable, c'est-à-dire tel que sa croissance induit une réduction de l'enthalpie libre du matériau. L'étude (figure 88) de la variation d'enthalpie libre ΔG induite par la formation d'un précipité en fonction de son rayon r fournit [228]:

$$r^{cr} = \frac{2 \cdot \gamma}{\Delta G_{VP}}. \quad (6.5)$$

Cependant, l'agitation thermique peut amener le précipité de rayon critique à perdre un voire plusieurs atomes, ce qui suffit à déclencher sa décroissance jusqu'à dissolution. Ainsi, le rayon de germination est défini comme le rayon minimal d'un précipité *stable i.e.* insensible à l'agitation thermique [228]. Graphiquement, sur la figure 88 l'agitation thermique est exprimée comme la zone d'épaisseur $k_B \cdot T$ sous l'enthalpie libre critique ΔG^{cr} et amène (en suivant les flèches) au rayon de germination $r_{k_B}^{cr}$. Analytiquement, le calcul du rayon de germination $r_{k_B}^{cr}$ fournit alors, d'après par Kampmann et Wagner [196]:

$$r_{k_B}^{cr} = r^{cr} + \frac{1}{2} \cdot \sqrt{\frac{k_B \cdot T}{\pi \cdot \gamma}}. \quad (6.6)$$

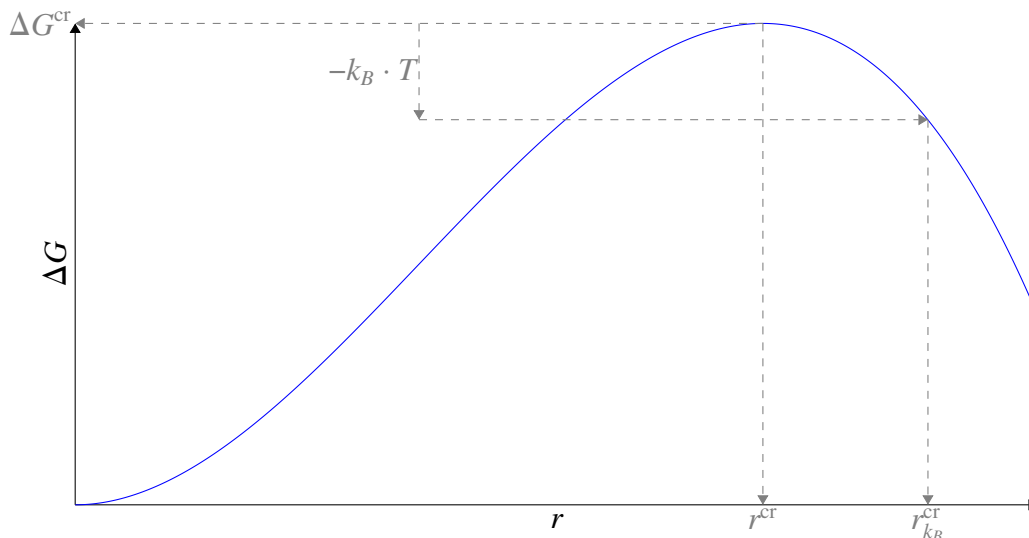


FIG. 88 : Variation d'enthalpie libre ΔG induite par la formation d'un précipité en fonction de son rayon r , rayon critique r^{cr} , rayon de germination $r_{k_B}^{cr}$ et barrière d'enthalpie libre critique ΔG^{cr} .

Afin de calibrer le modèle, un paramètre p_r^{nucl} (constant pour un état matériau donné) est défini. Ce paramètre influence le rayon de germination qui est alors calculé comme :

$$r_{k_B}^{\text{cr}} = p_r^{\text{nucl}} \cdot \left(r^{\text{cr}} + \frac{1}{2} \cdot \sqrt{\frac{k_B \cdot T}{\pi \cdot \gamma}} \right). \quad (6.7)$$

6.3.1.2 Vitesse volumique de germination

La vitesse volumique de germination \dot{N}_{V_m} est défini comme le nombre de précipités stables formés par unité de temps et par unité de volume de matrice (d'où l'adjectif "volumique"). Volmer a proposé une expression pour la vitesse volumique de germination [190]. Frenkel [192, 193], Becker et Döring [191], Zeldovich [194], Kampmann et Wagner [196] l'ont enrichie par la suite. Maugis *et al.* [197] a proposé une expression rendant compte du temps d'incubation. La vitesse volumique de germination est alors exprimée comme :

$$\dot{N}_{V_m} = N_{V_m}^{\text{site}} \cdot \dot{\beta} \cdot Z \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G^{\text{cr}}}{k_B \cdot T}\right) \cdot Z \cdot \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right) \quad (6.8)$$

où

- $N_{V_m}^{\text{site}}$ est le nombre de sites de germination par unité de volume de matrice,
- $\dot{\beta}$ est la vitesse de ségrégation sur la surface d'un précipité de rayon critique,
- ΔG^{cr} est la barrière d'enthalpie libre critique (défini ci-après, voir l'équation 6.12),
- Z est le facteur de Zeldovich (défini ci-après, voir l'équation 6.14),
- k_B est la constante de Boltzmann,
- T est la température absolue,
- τ est le temps d'incubation.

Un site de germination est un ensemble d'atomes dans la matrice suffisant (en terme de nombre) pour construire une molécule de la phase précipitée. Ainsi, intuitivement, le nombre de site de germination par unité de volume de matrice serait le nombre, par unité de volume de matrice, de molécules de la phase précipitée réalisables avec les atomes disponibles dans la matrice. Or, lorsque le précipité se forme au rayon critique (encore instable¹) il englobe un certain volume qui contient des molécules de la phase précipitée. Ces molécules contenues dans le précipité de rayon critique sont alors indisponibles pour la formation simultanée d'autres précipités. Ce raisonnement a également été utilisé par den Ouden [205]. Ainsi, le nombre de sites de germination par unité de volume de matrice est exprimé comme :

$$N_{V_m}^{\text{site}} = \frac{N_{V_m}^p}{N^{p\text{cr}}}, \quad (6.9)$$

où

- $N_{V_m}^p$ est le nombre de groupes d'atomes par unité de volume de matrice suffisant (en terme de nombre) pour construire une molécule de la phase précipitée,
- $N^{p\text{cr}}$ est le nombre de molécules de la phase précipitée contenues dans un précipité de rayon critique.

1. Il doit survivre aux fluctuations dues à l'agitation thermique, modélisées par le facteur de Zeldovich Z pour devenir un précipité stable et donc de rayon $r_{k_B}^{\text{cr}}$

Russell [195] a proposé une expression pour la vitesse de ségrégation $\dot{\beta}$ en considérant des sauts d'atomes sur une sphère de rayon r^{cr} à travers une coquille sphérique d'épaisseur d_{jump} et de rayon intérieur r^{cr} car entourant le précipité de rayon critique (donc instable). Pour un précipité contenant plusieurs espèces chimiques, la vitesse de ségrégation utilisée par Perez *et al.* [231] est :

$$\dot{\beta} = \frac{4 \cdot \pi \cdot r^{cr2}}{d_{jump}^4} \cdot \left(\sum_{sp \in p} \frac{x_{sp}^p}{D^{sp} \cdot x_{sp}^m} \right)^{-1}, \quad (6.10)$$

où

- x_{sp}^m est la fraction atomique de l'espèce chimique sp dans la matrice,
- x_{sp}^p est la fraction atomique de l'espèce chimique sp dans le précipité,
- D^{sp} est la diffusivité dans la matrice des atomes de l'espèce chimique sp.

Dans cette thèse, les phases précipitées sont γ' et γ'' dans la matrice γ de superalliages base nickel. La matrice contient un cristal d'atomes à base de nickel, qui n'ont donc pas à diffuser dans la matrice pour venir ségréger sur la surface du précipité de rayon critique. C'est pourquoi, le nickel n'est pas considéré dans l'ensemble p dans l'équation 6.10.

La distance de saut d'atome d_{jump} est exprimée comme la distance minimale entre deux atomes du cristal de la matrice. Ce dernier étant cubique à faces centrées, on a :

$$d_{jump} = \frac{a^\gamma}{\sqrt{2}}, \quad (6.11)$$

où a^γ est le paramètre de maille cristalline de la matrice γ .

La barrière d'enthalpie libre critique ΔG^{cr} est définie comme la variation d'enthalpie libre due à la formation d'un précipité critique (*i.e.* de rayon r^{cr}). Graphiquement elle est illustrée sur les figures 88 (abscisse = r) et 89 (abscisse = nombre d'atomes n), et analytiquement son calcul fournit :

$$\Delta G^{cr} = \frac{16 \cdot \pi \cdot \gamma^3}{3 \cdot \Delta G_{\gamma p}^2}. \quad (6.12)$$

Afin de calibrer le modèle, un paramètre ΔG (constant pour un état matériau donné) est introduit. Ce paramètre influence la vitesse volumique de germination en intervenant au même niveau que la barrière d'enthalpie libre critique. La vitesse volumique de germination est alors calculée comme :

$$\dot{N}_{Vm} = N_{Vm}^{site} \cdot \dot{\beta} \cdot Z \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G^{cr} - \Delta G}{k_B \cdot T}\right) \cdot Z \cdot \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right). \quad (6.13)$$

Si ΔG est positif/négatif, la vitesse volumique de germination augmente/diminue respectivement. La germination de précipités γ' dans l'AD730TM est favorisée dans les grains non recristallisés par des effets élastiques à proximité des dislocations (figure 79a, section 5.2.2.4). Ce mécanisme pourrait être pris en compte au niveau des aspects purement élastiques en modifiant le calcul de $\Delta G_{\gamma p}$ (équation 6.2) pour obtenir des valeurs inférieures, qui diminuerait la barrière d'enthalpie libre critique (équation 6.12) et augmenterait la vitesse volumique de germination (équation 6.8) en conséquence. Cependant, agir uniquement sur $\Delta G_{\gamma p}$ pour tenir compte d'effets élastiques implique une limitation sur la calibration du modèle. En effet, il ne serait alors pas possible de jouer sur la barrière d'enthalpie libre critique dans un état matériau exempt de dislocations (et/ou de déformations/contraintes élastiques macroscopiques). Cela peut être pourtant utile pour calibrer le modèle sur des données expérimentales. Les autres paramètres de calibration du modèle n'influent pas la vitesse volumique de germination (p_r^{nuc1} et p_v^e intervenant dans les équations 6.7 et 6.20 respectivement). Il ne serait donc pas possible d'influencer la vitesse volumique de germination dans un état matériau exempt de

dislocations (et/ou de déformations/contraintes élastiques macroscopiques), ne serait-ce que pour le calibrer sur des données expérimentales. Le paramètre ΔG répond à cette problématique en agissant directement sur la vitesse volumique de germination. En particulier, les effets élastiques stimulant la germination tendent à augmenter la valeur de ΔG appropriée.

Le facteur de Zeldovich [194] est défini comme la probabilité qu'un précipité critique devienne stable *i.e.* résiste à l'agitation thermique. Zeldovich [194] l'exprime comme :

$$Z = \sqrt{\frac{-1}{2 \cdot \pi \cdot k_B \cdot T} \cdot \frac{\partial^2 \Delta G}{\partial N^{\text{atP}^2}} \Big|_{N^{\text{atP}} = N^{\text{atP}^{\text{cr}}}}, \quad (6.14)$$

où N^{atP} et $N^{\text{atP}^{\text{cr}}}$ sont les nombres d'atomes dans un précipité et dans un précipité critique, respectivement.

L'équation 6.14 implique la dérivée seconde de la variation d'enthalpie libre en fonction du nombre d'atomes dans le précipité. La correspondance nombre d'atomes/volume étant assurée par le volume moyen V^{atP} d'un atome dans le précipité, le facteur de Zeldovich Z peut être réexprimé d'une manière plus pratique en fonction du rayon critique r^{cr} [231]:

$$Z = \frac{V^{\text{atP}}}{2 \cdot \pi \cdot r^{\text{cr}^2}} \cdot \sqrt{\frac{\gamma}{k_B \cdot T}}. \quad (6.15)$$

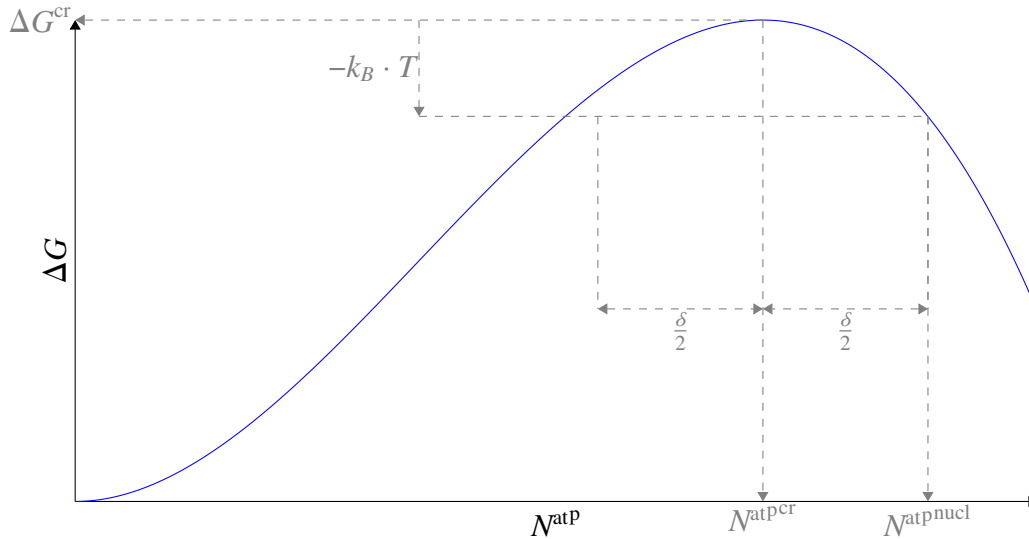


FIG. 89 : Variation d'enthalpie libre ΔG induite par la formation d'un précipité en fonction de son nombre d'atomes N^{atP} , nombre critique d'atomes $N^{\text{atP}^{\text{cr}}}$, nombre d'atomes $N^{\text{atP}^{\text{nucl}}}$ nécessaires pour former un précipité stable, nombre d'atomes δ sujets aux fluctuations thermiques et barrière d'enthalpie libre critique ΔG^{cr} .

Le temps d'incubation τ est défini comme le délai nécessaire pour former un précipité stable. Pour exprimer le temps d'incubation τ , on peut considérer (1) $N^{\text{atP}^{\text{nucl}}}$ le nombre d'atomes nécessaires pour former un précipité stable et (2) la fréquence de sauts d'atomes. On peut alors lier les deux par les statistiques de marche aléatoire pour exprimer le temps d'incubation τ .

Le temps d'incubation τ est alors exprimé comme la durée moyenne pour amener $N^{\text{atP}^{\text{nucl}}}$ atomes. Cependant, les $N^{\text{atP}^{\text{cr}}} - \frac{\delta}{2}$ premiers atomes sont considérés comme amenés en un temps négligeable devant les atomes entre $N^{\text{atP}^{\text{cr}}} - \frac{\delta}{2}$ et $N^{\text{atP}^{\text{cr}}} + \frac{\delta}{2}$ car ces derniers résultent de l'agitation thermique. Ainsi, le temps d'incubation est la durée moyenne pour amener δ atomes au cours d'une marche aléatoire de fréquence β :

$$\tau = \frac{\delta^2}{2 \cdot \beta}. \quad (6.16)$$

La longueur δ des fluctuations thermiques est exprimée en considérant (1) le développement de Taylor au second ordre de la fonction $N^{\text{at}} \mapsto \Delta G$ au point $N^{\text{at}^{\text{cr}}}$ et (2) le fait que les fluctuations thermiques sont définies par une variation $-k_B \cdot T$ de la variation d'enthalpie libre ΔG . Graphiquement, δ est exprimé sur la figure 89.

$$\delta = \sqrt{\frac{-8 \cdot k_B \cdot T}{\frac{\partial^2 \Delta G}{\partial N^{\text{at}^2}}}}. \quad (6.17)$$

L'expression de δ dans l'équation 6.17 implique la dérivée seconde de la fonction $N^{\text{at}^{\text{p}}} \mapsto \Delta G$. Or, par définition le facteur de Zeldovich Z implique lui aussi cette dérivée seconde (equation 6.14). Ainsi, la longueur de marche aléatoire δ peut être exprimée en fonction du facteur de Zeldovich Z :

$$\delta = \frac{2}{\sqrt{\pi} \cdot Z}. \quad (6.18)$$

6.3.2 Évolution de taille

6.3.2.1 Loi de Zener

Considérons un précipité sphérique monoatomique de rayon r dans une matrice infinie. Le terme "concentration" désigne ci-après la concentration de l'unique espèce chimique du précipité. Définissons c^{m} comme la concentration moyenne dans la matrice, qui est alors la concentration dans la matrice loin du précipité, puisque la matrice est infinie. Supposons que l'évolution de taille du précipité est limitée par la diffusion des atomes dans la matrice jusqu'à l'interface matrice-précipité et non par la traversée de cette interface. Cette hypothèse est vérifiée dans le cas des superalliages base nickel pour la précipitation des phases γ' et γ'' dans la matrice γ : [232] pour la phase γ' et [152] pour la phase γ'' . Alors, la concentration c_{eq} dans la matrice à l'interface matrice-précipité, est la concentration dans la matrice à l'équilibre avec le précipité, l'équilibre disposant du temps pour s'établir à chaque instant. Définissons D comme la diffusivité dans la matrice de (l'unique) espèce chimique constituant le précipité. Zener [198] décrit l'évolution temporelle de la taille du précipité en fournissant la solution exacte de la dérivée temporelle de son rayon r . Supposons enfin que la sursaturation soit faible *i.e.* $\frac{c^{\text{m}} - c_{\text{eq}}}{c^{\text{p}} - c_{\text{eq}}} \ll 1$. Alors la dérivée temporelle du rayon r , ou vitesse d'évolution de taille, s'exprime comme :

$$\dot{r} = \frac{D}{r} \cdot \frac{c^{\text{m}} - c_{\text{eq}}}{c^{\text{p}} - c_{\text{eq}}}. \quad (6.19)$$

Si le précipité contient plusieurs espèces chimiques, une équation de ce type par espèce chimique a été utilisée par Perez *et al.* [210]. Dans leur approche, pour chaque équation, la concentration en espèce chimique dans la matrice à l'équilibre avec le précipité, est considérée comme une inconnue ; l'équilibre chimique constitue une équation supplémentaire sans ajouter d'inconnue ; l'ensemble constitue un système dont le nombre d'inconnues égale le nombre d'équations est résolu pour obtenir \dot{r} .

Comme déjà considéré lors de l'expression de la vitesse de ségrégation (equation 6.10) la phase précipitée contient du nickel qui est également l'unique espèce chimique dans le cristal de la matrice. Ainsi, le nickel n'a pas à diffuser dans la matrice pour entrer dans (croissance)/quitter (dissolution) le précipité. Ceci implique que pour un précipité γ'' seul le niobium pilote la cinétique d'évolution de taille ; ceci permet de se ramener au cas monoatomique et de n'appliquer l'équation 6.19 qu'au niobium. Pour un précipité γ' , l'aluminium et le titane doivent toujours être considérés. L'équation 6.19 est appliquée séparément à l'aluminium et au titane en considérant les concentrations déjà connues dans la matrice à l'équilibre avec le précipité, par exemple) partir de ThermoCalc [159]. La valeur de \dot{r} conservée est la plus faible en valeur absolue, correspondant alors à l'espèce chimique limitant la cinétique d'évolution de taille du précipité dans son ensemble. Les fractions volumiques des phases à l'équilibre chimique sont fournies par le logiciel ThermoCalc et permettent d'obtenir les concentrations dans la matrice à l'équilibre *chimique* avec le précipité.

Enfin, l'aluminium et le titane peuvent présenter une valeur de \dot{r} aux signes opposés. Cela signifie que l'un nourrit la croissance du précipité alors que l'autre stimule sa dissolution. Dans ce cas, nous considérons que l'absence d'une des deux espèces chimiques ne peut pas être compensée et donc que la dissolution l'emporte sur la croissance. Ainsi, la valeur négative de \dot{r} est conservée.

Afin de calibrer le modèle, un paramètre $p_v^{e\ t}$ (constant pour un état matériau donné) est introduit. La dérivée temporelle du rayon est alors calculée comme :

$$\dot{r} = p_v^{e\ t} \cdot \frac{D}{r} \cdot \frac{c^m - c_{eq}}{c^p - c_{eq}}. \quad (6.20)$$

6.3.2.2 Effet Gibbs-Thompson

La concentration c_{eq} dans la matrice à l'équilibre avec le précipité résulte de contributions volumiques chimiques l'enthalpie libre du système prédites par ThermoCalc [159] mais aussi de l'interface matrice-précipité. Cette influence de l'interface est connue sous le nom d'effet Gibbs [177, 178]-Thompson [179, 180, 181].

Soit V^{atP} le volume moyen d'un atome dans le précipité, x^p la fraction atomique dans le précipité et $c_{eq\ ch}$ la concentration dans la matrice à l'équilibre *chimique* avec le précipité. Alors en réécrivant l'équilibre *complet* avec toutes ses contributions à l'interface matrice-précipité entre la matrice et le précipité de rayon r , on exprime c_{eq} [228]:

$$c_{eq} = c_{eq\ ch} \cdot \exp\left(\frac{2 \cdot \gamma \cdot V^{atP}}{r \cdot k_B \cdot T}\right). \quad (6.21)$$

La concentration c_{eq} dans la matrice à l'interface matrice-précipité est donc supérieure à la concentration $c_{eq\ ch}$ dans la matrice à l'équilibre chimique.

6.3.2.3 Précipités de faible rayon

Un précipité est considéré comme contenant au minimum une maille unitaire de la phase précipitée. Ainsi le rayon minimal possible r_{min} pour un précipité est défini comme le rayon de la boule de volume égal à celui d'une maille unitaire de la phase précipitée. Si un précipité germe/atteint avec le rayon r_{min} , alors il est respectivement non considéré/supprimé.

Les précipités de rayon suffisamment faible peuvent nécessiter une gestion particulière. L'effet Gibbs-Thompson qui augmente la concentration c_{eq} dans la matrice à l'interface matrice-précipité. Au vu du membre droit de l'équation 6.21, cette concentration tend vers l'infini lorsque le rayon du précipité tend vers zéro. Ainsi, pour des précipités de rayon suffisamment faible, cette concentration devient supérieure à la concentration c^p dans le précipité. Dans ce cas, le précipité est considéré comme se dissolvant immédiatement. Pour cela, la valeur de \dot{r} dans l'équation 6.19 est fixée à $-\infty$.

6.4 Implémentation

6.4.1 Sélection d'une description de la population de précipités

Perez *et al.* présentent deux approches d'implémentation pour la théorie classique de germination-croissance [202]. Dans la première approche, nommée *rayon moyen*, le rayon moyen et le nombre de précipités est calculé au cours du temps, et la transition croissance-mûrissement d'Ostwald est incorporée *via* une fraction de mûrissement par Deschamps et Brechet [201]. Dans la seconde approche, nommée *multi-classes*, la distribution complète de tailles de précipités est représentée, ce qui présente l'avantage de modéliser naturellement le mûrissement d'Ostwald à travers l'effet Gibbs-Thompson dans la loi d'évolution de taille. Une conséquence directe est une meilleure description de l'évolution temporelle d'une distribution de taille ne correspondant pas à la solution stationnaire de la théorie LSW.

L'approche multi-classes a été retenue afin de modéliser tout types de distributions de tailles de précipités, et en particulier des distributions multimodales comme déjà observées dans les superalliages base nickel lors d'un refroidissement suffisamment lent (79i, [84, 85, 76, 86, 87, 88]).

L'approche multi-classes se décline sous deux approches possibles : Eulérienne (intervalles/classes de rayon fixes) et Lagrangienne (suivi de chaque classe). Leur nom est choisi par analogie à la méthode de description temporelle des particules en mécanique des fluides. Le formalisme Eulérien considère un opérateur fixe par rapport aux référentiel d'observation qui observe à chaque instant la situation courante ; le formalisme Lagrangien suit chaque particule au cours du temps.

6.4.1.1 Approche multi-classes Eulérienne

L'approche Eulérienne est inspirée du modèle numérique de Kampmann et Wagner (Kampmann and Wagner Numerical model, ou KWN) [203]. Le modèle KWN considère une équation différentielle qui traduit le bilan local des précipités. Cette équation est écrite en différences finies [204]. Des intervalles fixes et contigus, ci-après appelés classes, doivent être définies manuellement et à chaque instant sont calculés :

- le terme de source intra-classe traduisant la germination, pour la classe contenant le rayon de germination $r_{k_B}^{cr}$ (section 6.3.1), si la vitesse volumique de germination est non nul,
- les termes de flux inter-classes traduisant l'évolution de taille des précipités (section 6.3.2).

Les classes typiques sont représentées sur la figure 90.

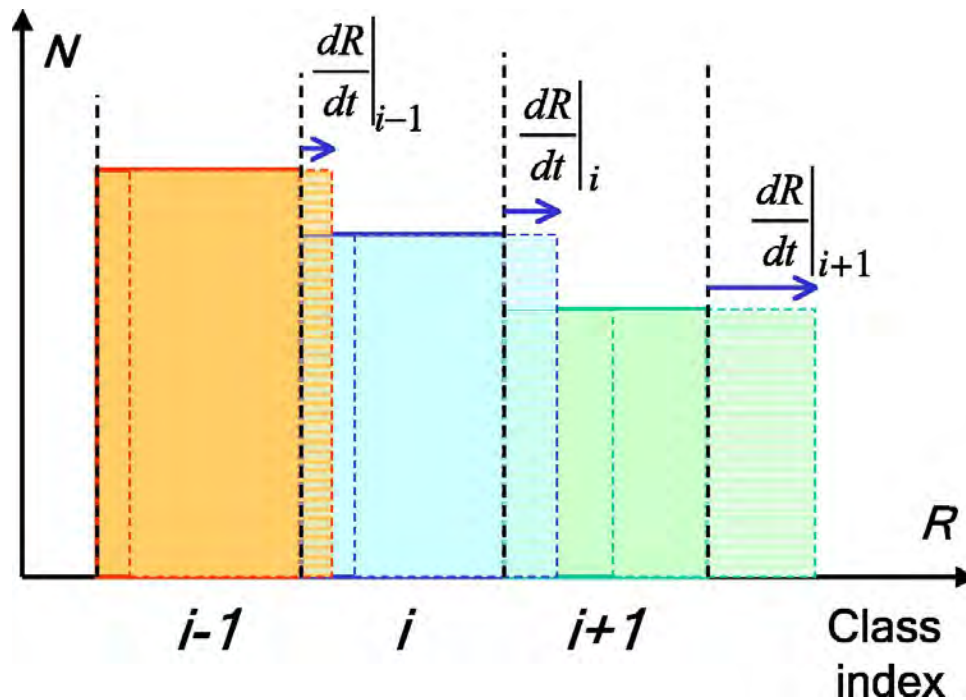


FIG. 90 : Intervalles fixes, ou classes, dans la approche Eulérienne. La loi d'évolution de taille (section 6.3.2) permet de calculer les flux inter-classes. Figure issue de [202].

Une classe ne doit pas présenter une évolution de taille qui la transférerait intégralement dans une autre classe. Ainsi, une borne supérieure sur le pas de temps est imposée en fonction de vitesses d'évolution de taille et des largeurs des différentes classes. Cette borne supérieure ne garantit cependant pas la précision de la résolution numérique de l'équation différentielle.

Un aspect pratique important provient de la loi d'évolution de taille. L'équation 6.19 pilotant l'évolution de taille, fournit des vitesses négatives (dues à l'effet Gibbs-Thompson, section 6.3.2.2) et dont

la valeur absolue tend vers l'infini (*via* le rayon au dénominateur). Ceci impose que la borne supérieure sur le pas de temps tende vers 0. Pour gérer cela, un rayon minimal de précipité peut être accepté. Ce rayon minimum accepté est défini dans la section 6.3.2.3.

6.4.1.2 Approche multi-classes Lagrangienne

L'approche Lagrangienne a été proposée par Maugis et Gouné [209] et considère une classe par taille de précipité. Chaque classe est définie par un rayon et un nombre de précipités. À chaque pas de temps,

- si la vitesse volumique de germination est non nul, une classe est créée pour traduire la germination,
- le rayon de chaque classe est recalculé pour traduire l'évolution de taille de ses précipités.

Cette évolution est schématisée sur la figure 91.

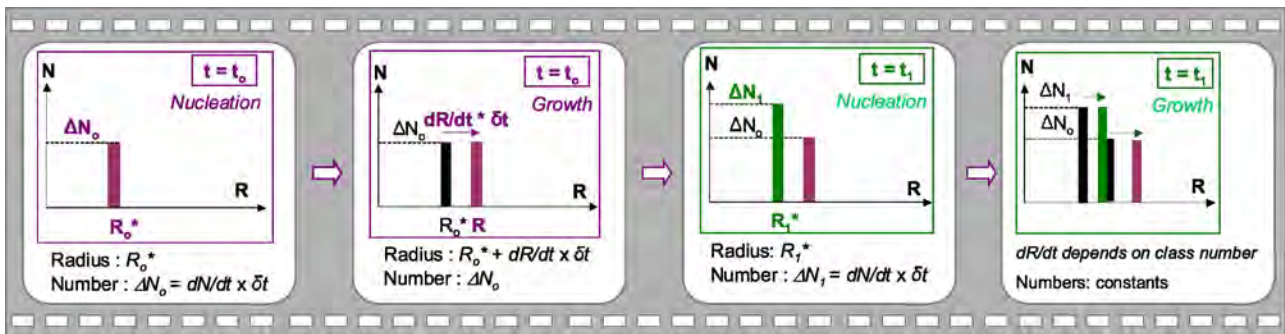


FIG. 91 : Évolution des classes dans la approche multi-classes Lagrangienne. À chaque pas de temps, la loi de germination (section 6.3.1) fournit le rayon de germination $r_{k_B}^{cr}$ et le nombre de précipités N^{nucl} pour définir une nouvelle classe à ajouter ; la loi d'évolution de taille (section 6.3.2) pilote les variations de rayons de chaque classe. Figure issue de [202].

6.4.1.3 Comparaison et sélection d'une approche multi-classes

Les avantages de chaque approche multi-classes sont résumés dans le tableau 11. Un désavantage

Lagrangienne	Eulérienne
<ul style="list-style-type: none"> • ne demande pas la définition au préalable de classes • n'impose pas de borne supérieure sur le pas de temps • peut modéliser des précipités de différentes compositions chimiques 	<ul style="list-style-type: none"> • précision moins sensible au pas de temps • gestion des classes plus simple une fois créées

TAB. 11 : Comparaison des deux approches multi-classes : Lagrangian vs. Eulerian

de l'approche Lagrangienne est la gestion des classes, où deux cas non désirables mais parfaitement gérables peuvent intervenir. Le premier cas intervient en présence de germination, où une nouvelle classe est créée à chaque pas de temps. Cependant, cette opération ne réclame que le stockage de deux réels positifs (le rayon et le nombre de précipités) ce qui est très peu coûteux en mémoire². Le second cas intervient si le nombre de classes devient trop faible, par exemple lors de la dissolution de précipités par mûrissement d'Ostwald. La description de la population perd alors son aspect continu. Perez propose une procédure pour gérer ce cas en ajoutant une classe intermédiaire en respectant la densité de la distribution et le volume [202]. Un autre désavantage de l'approche Lagrangienne est la sensibilité supérieure de sa précision au pas de temps, comparé à l'approche Eulérienne. En réalité, cette dernière nécessite la définition préalable de classes, qui peuvent influencer la précision de la résolution. Ainsi, la précision de l'approche Eulérienne est sensible à la fois au pas de temps (discrétisation temporelle) et aux classes (discrétisation de rayon). Afin de construire un modèle de précipitation le plus indépendant possible du choix subjectif de l'opérateur, l'approche Lagrangienne a été retenue dans cette thèse. De plus, l'approche de Lagrange n'impose pas une borne supérieure sur le pas de temps, pour éviter le déplacement d'une classe dans une autre. Enfin, cette dernière peut modéliser des précipités de différentes compositions chimiques, ce qui offre des perspectives d'extension par la suite.

En résumé, une approche multi-classes a été retenue pour la possibilité de représenter tout type de distribution de taille de précipités, en particulier multimodale. L'approche Lagrangienne a été retenue car elle ne nécessite pas de choisir au préalable les classes discrétisant les rayons, n'impose pas de pas de temps maximal et peut modéliser des précipités de différentes compositions chimiques, ce qui constitue une possibilité d'extension intéressante.

6.4.2 Définition mathématique de l'approche Lagrangienne

Une population Lagrangienne de précipités \mathcal{P} est définie comme un $\mathcal{N}(\mathcal{P})$ -uplet de doublets (les classes) de la forme (r_j, N_j) où $j \in \{1, 2, \dots, \mathcal{N}(\mathcal{P})\}$, $r_j \in \mathbb{R}_+^*$ et $N_j \in \mathbb{R}_+^*$ sont respectivement le rayon et nombre de précipités de la j -ème classe.

Notons $V^m(\mathcal{P})$ le volume de matrice en présence d'une population \mathcal{P} de précipités. On peut alors

2. Par exemple, sous Matlab une variable de classe *double* utilise 8 o, donc un calcul avec 1000000 pas de temps au cours desquels une classe est ajoutée à chaque pas de temps utilise $1000000 \cdot 2 \cdot 8 = 16$ Mo de mémoire, ce qui est parfaitement gérable.

exprimer les quantités suivantes pour décrire l'état de précipitation.

Rayon moyen $\bar{r}^p(\mathcal{P})$:

$$\bar{r}^p(\mathcal{P}) = \frac{\sum_{j \in \mathcal{N}(\mathcal{P})} N_j(\mathcal{P}) \cdot r_j(\mathcal{P})}{\sum_{j \in \mathcal{N}(\mathcal{P})} N_j(\mathcal{P})}. \quad (6.22)$$

Nombre de précipités $N^p(\mathcal{P})$:

$$N^p(\mathcal{P}) = \sum_{j \in \mathcal{N}(\mathcal{P})} N_j(\mathcal{P}). \quad (6.23)$$

Volume précipité $V^p(\mathcal{P})$:

$$V^p(\mathcal{P}) = \sum_{j \in \mathcal{N}(\mathcal{P})} \left(N_j(\mathcal{P}) \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r_j^3(\mathcal{P}) \right). \quad (6.24)$$

Volume de matériau $V(\mathcal{P})$:

$$V(\mathcal{P}) = V^m(\mathcal{P}) + V^p(\mathcal{P}). \quad (6.25)$$

Nombre de précipités par unité de volume (de matériau) $N_V^p(\mathcal{P})$:

$$N_V^p(\mathcal{P}) = \frac{N^p(\mathcal{P})}{V(\mathcal{P})}. \quad (6.26)$$

Fraction volumique de précipité $V_V^p(\mathcal{P})$:

$$V_V^p(\mathcal{P}) = \frac{V^p(\mathcal{P})}{V(\mathcal{P})}. \quad (6.27)$$

L'évolution de la population de précipités lors d'un pas de temps peut être exprimée comme suit. On définit les notations suivantes valables dans cette section uniquement :

- Δt_i le pas de temps de la i -ième itération,
- \mathcal{P}_i la population de précipités au début de la i -ième itération,
- r_{ij} le rayon de la j -ième classe de \mathcal{P}_i ,
- N_{ij} le nombre de précipités de la j -ième classe de \mathcal{P}_i ,
- r_{nucl_i} le rayon de germination au début de la i -ième itération (section 6.3.1),
- \dot{N}_{V^m} le taux volumique de germination au début de la i -ième itération (section 6.3.1),
- V_i^m le volume de matrice au début de la i -ième itération,
- \dot{r}_{ij} la dérivée temporelle du rayon de la j -ième classe de \mathcal{P}_i au début de la i -ième itération (section 6.3.2).

Alors l'évolution de \mathcal{P}_i lors du pas de temps Δt_i est définie comme l'expression de la/des classe(s) de

la population \mathcal{P}_{i+1} à travers leur(s) rayon(s) $((r_{i+1j})_{j \in \mathcal{N}_{i+1}})$ et nombres de précipités $((N_{i+1j})_{j \in \mathcal{N}_{i+1}})$:

Germination :

si $\dot{N}_{V^m} \neq 0$ (i.e. si germination il y a), alors créer une classe dont l'id est $\mathcal{N}_i + 1$

où

$$r_{i+1j+1} = r_{k_B}^{cr} \text{ (rayon de germination),} \quad (6.28a)$$

$$\dot{N}_i = \dot{N}_{V^m} \cdot V_i^m \text{ (vitesse de germination),} \quad (6.28b)$$

$$N_{i+1j+1} = \dot{N}_i \cdot \Delta t_i \text{ (nombre de précipités germés).} \quad (6.28c)$$

Évolution de taille :

$$\forall j \in \{1, 2, \dots, \mathcal{N}_i\}, r_{i+1j} = r_{ij} + \dot{r}_{ij} \cdot \Delta t_i.$$

Gestion post-itération :

éliminer la/les class(es) de rayon négatif,

fusionner les classes de rayons identiques en additionnant leurs nombres de précipités.

6.4.3 Procédure complète d'un pas de temps

La procédure complète lors du i -ième pas de temps est la suivante :

Calculer le volume de précipité V_i^p :

$$V_i^p = \sum_{c \in \mathcal{N}(\mathcal{P}_i)} \left(N_c \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r_c^3 \right).$$

Calculer le nombre d'atomes de chaque espèce dans la phase précipitée :

$$\forall \text{sp} \in \mathfrak{p},$$

$$N_i^{\text{at}^{\text{sp}^p}} = N_{V^p}^{\text{at}^{\text{sp}}} \cdot V_i^p.$$

Calculer le nombre d'atomes de chaque espèce dans la matrice :

$$\forall \text{sp} \in \mathfrak{m},$$

$$N_i^{\text{at}^{\text{sp}^m}} = N^{\text{at}^{\text{sp}}} - N_i^{\text{at}^{\text{sp}^p}}.$$

où \mathfrak{m} est l'ensemble des espèces chimiques présentes dans la matrice

Calculer le volume de matrice :

$$V_i^m = N^{\text{Ni}^m} \cdot V_{\text{eq}}^{\text{at}^{\text{Ni}^m}}$$

Calculer la population de précipités \mathcal{P}_{i+1} (procédure 6.28, section 6.4.2).

6.4.4 Pas de temps adaptatif

Afin d'accroître la précision de la résolution, le pas de temps Δt peut être réduit au prix d'un temps de calcul accru. De plus, pour une précision donnée, le pas de temps Δt requis peut changer en fonction

de la physique modélisée (germination, croissance, mûrissement). Ainsi, un pas de temps adaptatif est développé dans cette thèse.

Ce pas de temps adaptatif s'articule autour du volume de précipité à l'équilibre chimique. L'idée est de garantir que le volume de la population de précipités se rapproche de manière contrôlée du volume de précipité à l'équilibre chimique à chaque pas de temps. Plus précisément, dans un premier temps le pas de temps est fixé pour garantir que la variation (en valeur absolue) de volume de précipité est inférieure à la différence (en valeur absolue) entre le volume de précipité actuel et le volume de précipité à l'équilibre chimique : le pas de temps associé est appelé *pas de temps contraint* Δ_{cot} et défini dans l'équation 6.38. Dans un second temps, ce pas de temps naturel est multiplié par une constante $c_{préc}$ choisie par l'utilisateur et fixe pour tout le calcul, inférieure à 1 pour améliorer la précision : le pas de temps ainsi obtenu (equation 6.39) est alors celui utilisé dans le modèle.

Définissons $\Delta_{base}t$ comme un pas de temps de base. Le volume de précipité change au cours d'un pas de temps de base à travers la germination (section 6.3.1) et l'évolution de taille (section 6.3.2). Dans la suite du paragraphe, les variations étudiées sont considérées pour un pas de temps de base. La variation $\Delta_{base}V^p$ de volume de précipité due à la germination s'écrit :

$$\Delta V_g^p = \dot{N} \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r_{KB}^{cr3} \cdot \Delta_{base}t. \quad (6.30)$$

Notons r_i le rayon d'un précipité, \dot{r}_i sa dérivée temporelle (équation 6.3.2) et N_i le nombre de précipités possédant ce rayon. La variation $\Delta_{base}V_{ev\ t, s\ d_i}^p$ de volume des précipités de rayon r_i due à l'évolution de taille et en l'absence de dissolution s'écrit :

$$\Delta_{base}V_{ev\ t, s\ d_i}^p = N_i \cdot 4 \cdot \pi \cdot \left(r_i^2 \cdot (\dot{r}_i \cdot \Delta_{base}t) + r_i \cdot (\dot{r}_i \cdot \Delta_{base}t)^2 + \frac{1}{3} \cdot (\dot{r}_i \cdot \Delta_{base}t)^3 \right). \quad (6.31)$$

Pour tenir compte de la possibilité de dissolution, la variation $\Delta_{base}V_{ev\ t_i}^p$ de volume des précipités de rayon r_i due à l'évolution de taille s'écrit :

$$\Delta_{base}V_{ev\ t_i}^p = \begin{cases} \Delta_{base}V_{ev\ t, s\ d_i}^p & \text{si } \dot{r}_i \geq 0 \\ \max \left\{ \Delta_{base}V_{ev\ t, s\ d_i}^p, -N_i \cdot 4/3 \cdot \pi \cdot r_i^3 \right\} & \text{si } \dot{r}_i < 0 \end{cases}. \quad (6.32)$$

Il est possible de majorer $\Delta_{base}V_{ev\ t, s\ d_i}^p$ par la quantité $\Delta_{MAJ\ base}V_{ev\ t_i}^p$ définie ci-après en utilisant l'inégalité triangulaire :

$$\Delta_{MAJ\ base}V_{ev\ t_i}^p = \Delta_{base}V_{ev\ t, s\ d_i}^p = N_i \cdot 4 \cdot \pi \cdot \left(r_i^2 \cdot (|\dot{r}_i| \cdot \Delta_{base}t) + r_i \cdot (\dot{r}_i \cdot \Delta_{base}t)^2 + \frac{1}{3} \cdot (|\dot{r}_i| \cdot \Delta_{base}t)^3 \right). \quad (6.33)$$

Ainsi, la variation $\Delta_{base}V_{ev\ t_i}^p$ de volume des précipités de rayon r_i due à l'évolution de taille est majorée par :

$$\Delta_{MAJ\ base}V_{ev\ t_i}^p = \begin{cases} \Delta_{MAJ\ base}V_{ev\ t, s\ d_i}^p & \text{si } \dot{r}_i \geq 0 \\ \min \left\{ \Delta_{MAJ\ base}V_{ev\ t, s\ d_i}^p, N_i \cdot 4/3 \cdot \pi \cdot r_i^3 \right\} & \text{si } \dot{r}_i < 0 \end{cases}. \quad (6.34)$$

En notant \mathcal{N} le nombre de classes de précipités (et donc de rayons distincts), la variation de volume des précipités due à l'évolution de taille est majorée par $\Delta_{MAJ\ base}V_{ev\ t}^p$ défini par :

$$\Delta_{MAJ\ base}V_{ev\ t}^p = \sum_{i \in \{1, \dots, \mathcal{N}\}} \Delta_{MAJ\ base}V_{ev\ t_i}^p. \quad (6.35)$$

Enfin, la variation de volume des précipités est majorée par $\Delta_{MAJ\ base}V^p$ défini par :

$$\Delta_{MAJ\ base}V^p = \Delta_{base}V_g^p + \Delta_{MAJ\ base}V_{ev\ t}^p. \quad (6.36)$$

L'autre point considéré est la différence entre le volume actuel de précipité V^p et le volume de précipité à l'équilibre chimique V_p^{eq} .

Ainsi, il est possible de trouver un pas de temps induisant une variation de volume de précipité inférieure à $|V^p - V_p^{eq}|$, il suffit de prendre le pas de temps naturel $\Delta_{nat}t$ défini par :

$$\Delta_{nat}t = \frac{|V^p - V_p^{eq}|}{\Delta_{MAJ\ base} V^p} \cdot \Delta_{base}t. \quad (6.37)$$

Cependant, les termes en $\Delta_{base}t^2$ et $\Delta_{base}t^3$ font que la condition de majoration associée à l'équation 6.37 n'est garantie que si $\Delta_{nat}t$ est inférieur à $\Delta_{base}t$. On définit alors le pas de temps contraint $\Delta_{co}t$ comme :

$$\Delta_{co}t = \min \{ \Delta_{nat}t, \Delta_{base}t \}. \quad (6.38)$$

Le pas de temps contraint garantit que la variation de volume de précipité est, en valeur absolue, inférieure à la variation de volume de précipité qui aboutirait à la fraction volumique de précipité à l'équilibre chimique.

En utilisant la constante $c_{préc}$ (inférieure à 1) pour améliorer la précision (en ralentissant la convergence vers le volume de précipité à l'équilibre chimique), on définit le pas de temps Δt pour l'itération par :

$$\Delta t = c_{préc} \cdot \Delta_{co}t. \quad (6.39)$$

L'implémentation du modèle décrite dans cette section est réalisée sous Matlab.

6.4.5 Agglomération entre précipités : proposition du modèle d'agglomération équivalente

De par leur proximité et leur croissance, des précipités au sein d'une matrice peuvent rentrer en contact, on parle alors d'agglomération. Par la suite, le précipité ainsi formé voit généralement sa morphologie évoluer vers une morphologie sphérique pour, à volume constant, diminuer la contribution de l'énergie d'interface matrice-précipité, ce phénomène étant appelé coalescence [233]. Les superalliages base nickel et notamment les γ/γ' n'y font pas exception [234, 235, 236], l'AD730™ en particulier ([77] et rectangles rouges sur la figure 79a).

Ce phénomène d'agglomération est par nature très dépendant des positions relatives des précipités. Les méthodes à champ moyen, qui ne considèrent par définition pas les positions relatives des entités modélisées, ne sont donc pas *a priori* capables de modéliser ces mécanismes [237]. Ces derniers sont donc traditionnellement étudiés par des méthodes à champ complet tel que les champs de phases, où les superalliages base nickel γ/γ' constituent notamment des exemples d'applications [237]. Masoumi *et al.* [77] ont cependant proposé d'enrichir la modélisation du mûrissement de précipités par une prise en compte de l'agglomération. pour cela, un coefficient représentant l'agglomération a été ajouté à celui de la loi LSW [200, 199] qui modélise le mûrissement d'Ostwald [182].

Dans cette thèse un modèle analytique pour tenir compte de la coalescence des précipités est développé et présenté dans cette section. L'idée est d'exploiter l'unique information relative à l'agencement spatial des précipités, à savoir leur nombre par unité de volume de matériau, pour estimer combien d'entre eux entrent en contact au cours d'un pas de temps. Plus précisément, cette démarche se définit en deux étapes :

1. Calculer le nombre d'agglomérations par unité de volume de matériau au cours d'un pas de temps.
2. Recalculer la population de précipités à la fin de ce pas de temps en considérant (1) celle calculée au préalable sans tenir compte de l'agglomération et (2) le nombre d'agglomérations par unité de volume de matériau au cours de ce pas de temps.

On considère une population de précipités au début d'un pas de temps et ne se superposant pas³. On suppose que les positions des centres de gravités des précipités⁴ sont aléatoires. Pour calculer le nombre N_V^{agg} d'agglomérations par unité de volume de matériau au cours du pas de temps, l'idée est de considérer que l'évolution des précipités au cours du pas de temps s'opère en deux étapes successives. D'abord les précipités évoluent en taille, puis de nouveaux précipités germent instantanément. Cette notion d'instantanéité peut être contestée puisque les précipités réclament un délai pour passer ne serait-ce que du rayon critique (où ils sont instables) au rayon de germination (où ils sont stables) (section 6.3.1.1 et équations 6.5 et 6.6). Ce délai est modélisé par le temps d'incubation (équation 6.16). Cependant, les effets de ce délai sont déjà pris en compte dans la vitesse volumique de germination (équation 6.8).

La décomposition en deux étapes de l'évolution des précipités au cours du pas de temps présente un avantage pratique. Comme les précipités qui germent sont considérés comme apparaissant à la fin du pas de temps, ils n'interfèrent pas avec ceux qui grossissent. On s'affranchit ainsi des précipités qui germent dans le raisonnement qui s'en trouve simplifié.

Enfin, on suppose qu'une agglomération met en jeu exactement deux précipités.

On note N_V^p le nombre de précipités par unité de volume de matériau déjà existants au début du pas de temps, \bar{r} leur rayon moyen, \bar{v} la moyenne de la dérivée temporelle de leur rayon (*i.e.* de la vitesse d'évolution de taille), \bar{v}_+ sa partie positive ($\bar{v}_+ = \max\{\bar{v}, 0\}$) et Δt le pas de temps.

Le nombre $N_V^{p, \text{agg}}$ d'agglomérations par unité de volume de matériau est estimé d'après le calcul détaillé dans l'annexe C :

$$N_V^{p, \text{agg}} = \frac{1}{2} \cdot N_V^p \cdot (1 - \exp(-N_*^{\text{renc}})), \quad (6.40)$$

où N_*^{renc} est défini par :

$$N_*^{\text{renc}} = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot N_V^p \cdot \left((2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3 \right). \quad (6.41)$$

La partie positive \bar{v}_+ permet de conserver une formulation unifiée tout en traitant le cas $\bar{v} < 0$. Lorsque $\bar{v} < 0$ on a des précipités qui globalement se dissolvent, ce qui suggère que les agglomérations doivent être négligeables pour une telle configuration, ce qui est cohérent avec le résultat $N_V^{p, \text{agg}} = 0$.

On note que l'expression utilisée pour $N_V^{p, \text{agg}}$ n'utilise pas la distribution de taille de précipités mais uniquement le rayon moyen. Ainsi, cette expression ne peut pas rendre compte de possibles différences dans les cinétiques d'agglomérations entre deux distributions de taille de même rayon moyen, mais de nature différente et/ou d'écart-type différentes. Ceci ce qui constitue une perspective d'amélioration par la suite.

Enfin, on introduit un paramètre de calibration p^{agg} qui permet d'ajuster le nombre d'agglomérations par unité de volume de matériau lors du pas de temps, qui s'exprime alors comme :

$$N_V^{p, \text{agg}} = \min \left\{ p^{\text{agg}} \cdot \frac{1}{2} \cdot N_V^p \cdot (1 - \exp(-N_*^{\text{renc}})), \frac{1}{2} \cdot N_V^p \right\}, \quad (6.42)$$

L'opérateur minimum permet de majorer $N_V^{p, \text{agg}}$ afin qu'il reste inférieur à $\frac{1}{2} \cdot N_V^p$ qui est le maximum possible.

La population de précipités à la fin du pas de temps sans tenir compte de l'agglomération a déjà été calculée. Pour l'itération i , il s'agit donc de la population \mathcal{P}_{i+1} calculée selon la procédure décrite dans la section 6.4.3. L'objectif est de la remplacer par une population qui tient en plus compte de l'agglomération. Cette population est notée $\mathcal{P}_{i+1}^{\text{agg}}$ pour l'explication de sa construction dans la suite de

3. Même si plusieurs sphères se superposent, on peut définir une unique sphère équivalente ne se superposant pas avec les autres. Il suffit de considérer la sphère de volume égal à celui de toutes les sphères se superposant, et centrée sur le centre de gravité des centres de gravité des sphères se superposant.

4. qui pourraient correspondre aux positions de leurs sites de germination

cette section, et une fois déterminée remplacera \mathcal{P}_{i+1} .

La population $\mathcal{P}_{i+1}^{\text{agg}}$ ne contient aucune classe de précipités au début de sa construction.

Dans un premier temps, la classe de précipités dans \mathcal{P}_{i+1} ayant germé au cours du pas de temps est recopiée⁵ dans la population $\mathcal{P}_{i+1}^{\text{agg}}$ et ne seront pas modifiées. Cela correspond au fait que les précipités qui germent ont été écartés de l'analyse en considérant qu'ils germent instantanément à la fin du pas de temps⁶.

Dans un second temps, les autres classes de précipités dans la population \mathcal{P}_{i+1} , c'est-à-dire celles *résultant de l'évolution de taille*, sont elles aussi recopiées dans la population $\mathcal{P}_{i+1}^{\text{agg}}$. En revanche, elles seront modifiées ultérieurement pour tenir compte des effets de l'agglomération intervenant au cours de l'évolution de taille. Plus précisément, leurs nombres de précipités par unité de volume de matériau et leurs rayons de précipités seront modifiés. Sans tenir compte de l'agglomération, le nombre de précipités par unité de volume de matériau à la fin du pas de temps et *résultant de l'évolution de taille* est noté $N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés sans agg}}$ ⁷. En tenant compte de l'agglomération, le nombre $N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés avec agg}}$ de précipités par unité de volume de matériau *résultant des évolutions de taille* est inférieur ou égal à $N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés sans agg}}$. Plus précisément, par rapport à $N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés sans agg}}$, ce nombre diminue de $2 \cdot N_{\mathcal{V}}^{\text{p, agg}}$ puisque chaque agglomération implique 2 précipités, et simultanément augmente de $N_{\mathcal{V}}^{\text{agg}}$ en tenant compte des précipités agglomérés ainsi formés. Donc le nombre de précipités $N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés avec agg}}$ à la fin du pas de temps, qui résultent de l'évolution de taille *et* des agglomérations associées (en excluant donc ceux ayant germé), est :

$$N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés avec agg}} = N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés sans agg}} - \underbrace{2 \cdot N_{\mathcal{V}}^{\text{p, agg}} + N_{\mathcal{V}}^{\text{p, agg}}}_{\text{résultats d'agglomérations}}, \quad (6.43)$$

On définit alors le ratio $f^{\text{agg}} = \frac{N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés avec agg}}}{N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés sans agg}}}$ qui symbolise les effets de l'agglomération. Pour tenir compte des effets de l'agglomération, l'idée est de multiplier, pour les classes de précipités concernées, leurs nombres de précipités par unité de volume par f^{agg} et leurs rayons par $(f^{\text{agg}})^{-\frac{1}{3}}$ pour conserver le volume de précipités constant.

Concrètement, on identifie dans \mathcal{P}_{i+1} (population de précipité à la fin du pas de temps mais qui ne tient pas compte de l'agglomération) les classes de précipités résultant des évolutions de taille au cours du pas de temps (la somme de leurs nombres de précipités par unité de volume de matériau est $N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés sans agg}}$). On multiplie alors leurs nombres de précipités par unité de volume de matériau par f^{agg} et leurs rayons par $(f^{\text{agg}})^{-\frac{1}{3}}$ pour conserver le volume de précipités constant.

La population $\mathcal{P}_{i+1}^{\text{agg}}$ qui se place à la fin du pas de temps *et* qui tient compte de l'agglomération est ainsi définie et est renommée \mathcal{P}_{i+1} pour écraser celle qui ne tenait pas compte de l'agglomération.

6.5 Comparaison avec les résultats expérimentaux

Dans cette section, le modèle de précipitation est comparé avec les résultats expérimentaux en termes de cinétiques précipitation γ'' dans l'Inconel® 625 (section 4.4.2) et γ' dans l'AD730™ (section 5.2.2.3).

5. cette classe est connue puisque l'on suit l'évolution de chaque classe de précipités tout au long des itérations (il s'agit de l'esprit même de l'approche Lagrangienne)

6. donc sans interférer avec les évolutions de taille et agglomérations associées

7. on a $N_{\mathcal{V}}^{\text{non germés sans agg}} = \underbrace{N_{\mathcal{V}}^{\text{p}}}_{\text{présents au début du pas de temps}} - \underbrace{N_{\mathcal{V}}^{\text{p, diss}}}_{\text{dissous}}$, où $N_{\mathcal{V}}^{\text{p, diss}}$ est le nombre de précipités par unité de volume de matériau s'étant

dissous au cours du pas de temps

Pour alléger la rédaction, les densités de distributions de diamètre équivalent en 3D et normalisées par unité de volume de matériau sont abrégées *distributions de diamètre équivalent* dans la suite de la section. Elles sont calculées par la méthode de Saltykov [238], où le choix des classes de diamètre équivalent est celui issu de la méthode de représentation en histogrammes (section 2.4.2.7), utilisant donc le critère de Scott pour la largeur de classe [107]. Pour une classe si son nombre de précipités par unité de volume de matériau est négatif alors celui-ci est fixé à 0. Ensuite les nombres de précipités par unité de volume de matériau sont multipliés par un facteur tel que la fraction volumique est égale à la fraction surfacique [167].

Les fractions volumiques à l'équilibre chimique sont issues de ThermoCalc [159]. Cependant, celles-ci sont elles-mêmes basées sur des résultats expérimentaux qui incluent donc des contributions chimiques et élastiques groupés. Cela va à l'encontre de l'approche adoptée dans le modèle, qui pousse le détail jusqu'à évaluer séparément les effets chimiques élastiques (équation 6.4). Le paramètre de calibration ΔG intervenant au même niveau que la barrière d'enthalpie libre critique permet cependant de compenser cette différence de prise en compte dans les contributions élastiques.

Une perspective naturelle consisterait alors à découpler les effets chimique et élastique dans les données ThermoCalc, en utilisant l'état de l'art conséquent sur l'élasticité des inclusions dans une matrice. Le cas d'une inclusion ellipsoïdale à interface cohérente a été traité par Barnett [230] et utilisé dans ce modèle (équation 6.2). Des résultats pour d'autres morphologies d'inclusions [239, 240], caractère cohérent ou incohérent de l'interface [241], nature homogène/hétérogène [242] d'inclusions sont également disponibles dans la littérature. Plus généralement, la théorie des inclusions d'Eshelby [243, 244] constitue un outil puissant pour étudier les inclusions de germes dans une matrice. Dissocier les contributions chimique et élastique pour les données ThermoCalc permettrait donc de correspondre au niveau de détail adopté pour le modèle. En termes de perspectives visant à prendre en compte la présence des dislocations, cela permettrait de modifier spécifiquement le terme associé aux effets élastiques pour modéliser la relaxation élastique à la germination près des dislocations [28, 29, 30], observée notamment dans l'AD730TM (section 5.2.2.3). Cette tâche peut notamment être abordée en utilisant le traitement analytique de Barnett [230] pour un précipité ellipsoïdal à interface cohérente. La théorie des inclusions d'Eshelby et/ou des approches numériques semblent constituer les meilleures pistes pour traiter les cas plus complexes de morphologies différentes d'inclusions, d'interface incohérente, d'inclusion hétérogène ou encore d'une matrice préchargée en contrainte par l'environnement extérieur.

Les valeurs des paramètres de calibration physique du modèle (p_r^{nuc1} , ΔG , p_v^e et p^{agg} intervenant respectivement dans les équations 6.7, 6.13, 6.20 et 6.42) sont déterminées par tentatives successives. Les valeurs de départ correspondent à l'absence de calibration *i.e.* les quatre paramètres sont égaux à 1 ; à la fin de chaque tentative une seule valeur de paramètre est modifiée manuellement pour améliorer la correspondance de la fraction volumique, du rayon moyen et du nombre de précipités par unité de volume par rapport aux résultats expérimentaux. La procédure est arrêtée lorsqu'aucune modification (parmi les quatre paramètres) ne permet plus d'améliorer cette correspondance. Le nombre de tentatives pour chacun des deux matériaux avant d'aboutir aux résultats présentés est inférieur à 80. Les valeurs des paramètres de calibration physique du modèle sont indiquées dans les équations 6.45 à 6.48 pour l'Inconel® 625 et les équations 6.53 à 6.55 pour l'AD730TM.

Cette méthode de calibration présente l'avantage d'étudier précisément et à chaque tentative le comportement physique du modèle en fonction des valeurs des paramètres de calibration physique. En revanche, elle ne garantit pas que les valeurs déterminées minimisent l'écart entre les résultats du modèle et les résultats expérimentaux. Cette méthode ne garantit pas non plus qu'elles minimisent l'écart entre les paramètres déterminés et ceux correspondant à l'absence de calibration (*i.e.* la valeur 1), par exemple par des compensations entre les effets mutuels des paramètres. Ainsi, des méthodes d'analyse inverse spécifiques telles que le module MOOPI (*MOdular software dedicated to Optimisation and Parameters Identification*) [245] développé au CEMEF constituent une possibilité pour améliorer la procédure de calibration des paramètres physiques, notamment en la rendant plus indépendante de l'opérateur.

quantité	valeur	référence
a_γ	3.6073 Å	[246]
$a_{\gamma''}$	3.6154 Å	[246]
$c_{\gamma''}$	7.6699 Å	[246]
E_γ	224 MPa	[247]
ν_γ	86.5 MPa	[247]
$E_{\gamma''}$	211 MPa	[247]
$\nu_{\gamma''}$	79.7 MPa	[247]

Tab. 12 : Valeurs numériques issues de la littérature pour la modélisation de la précipitation γ'' dans l'Inconel® 625 lors des traitements thermiques à 650 °C durant 100 h et 500 h.

Les paramètres de gestion adaptative du pas de temps ($\Delta_{\text{base } t}$ et $c_{\text{préc}}$ intervenant respectivement dans la section 6.4.3 et l'équation 6.4.3) sont choisis pour deux raisons. La première raison est qu'ils permettent d'obtenir des simulations dont le temps de calcul est inférieur à 3 min et la mémoire consommée par le processus Matlab inférieure à 2 Go. La seconde raison est que si les valeurs de $\Delta_{\text{base } t}$ et $c_{\text{préc}}$ sont divisées par 5, alors les évolutions au cours du temps de la distribution de diamètre équivalent normalisée par unité de volume de matériau, de la fraction volumique, du rayon moyen et du nombre de précipités par unité de volume ne sont pas modifiées de manière perceptible. Les valeurs des paramètres de gestion adaptative du pas de temps sont indiquées dans les équations 6.50 et 6.51 pour l'Inconel® 625 et les équations 6.61 et 6.62 pour l'AD730™.

Les simulations ont été menées sur un ordinateur muni d'un processeur Intel® Xeon E5-1650 v3 et de 24 Go de mémoire vive.

6.5.1 Précipitation γ'' lors de traitement thermiques isothermes dans l'Inconel® 625

Le modèle de précipitation est appliqué pour les traitements thermiques de précipitation de 100 h et 500 h à 650 °C (figure 58) et comparé aux résultats expérimentaux pour les états matériau non déformés ($H + V_{100}$ et $H + V_{500}$ respectivement). Les états matériau déformés à 40 % en traction avant traitement thermiques ne sont pas étudiés car leurs distributions expérimentales 2D sont très similaires à celles des états matériau non déformés avant traitement thermiques (figure 64).

6.5.1.1 Valeurs numériques des quantités physiques et calibration du modèle

Les paramètres de maille sont utilisés directement dans les équations 6.11 et indirectement *via* le volume d'une molécule dans les équations 6.15, 6.1 et 6.2. Les constantes élastiques sont utilisées dans les équations 6.2 et 6.3. Leurs valeurs numériques sont résumées dans le tableau 12.

La fraction volumique de phase γ'' à l'équilibre est fournie par ThermoCalc [159] et est fixée à 11.07 %. La diffusivité du niobium dans la phase γ de l'Inconel® 625 est prise de [152] où la phase γ'' a été étudiée dans l'Inconel®718. Elle est considérée comme celle du niobium dans le nickel pur et modélisée par une loi d'Arrhénius :

$$D_{\text{Nb}} = D_{0\text{Nb}} \cdot \exp\left(-\frac{E_{\text{Nb}}}{k_B \cdot T}\right). \quad (6.44)$$

Les valeurs numériques du préfacteur $D_{0\text{Nb}}$ et de l'énergie d'activation E_{Nb} sont issues de [152] : $D_{0\text{Nb}} = 8.8 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et $E_{\text{Nb}} = 4.5167 \cdot 10^{-19} \text{ J}$.

La valeur numérique de la tension interfaciale γ est issue de [152] où elle a été calculée en tenant notamment compte de la morphologie ellipsoïdale des précipités γ'' : $\gamma = 95 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$.

Le modèle a été calibré en jouant sur les quatre paramètres de calibration physique p_r^{nucl} , ΔG , $p_v^{\text{e t}}$ et p^{agg} :

$$p_r^{\text{nucl}} = 0.8, \quad (6.45)$$

$$\Delta G = 2.9 \cdot 10^{-18} \text{ J}, \quad (6.46)$$

$$p_v^{\text{e t}} = 0.001, \quad (6.47)$$

$$p^{\text{agg}} = 15. \quad (6.48)$$

Notons t_{final} la durée du traitement thermique de 500 h (notation valable uniquement dans cette section) :

$$t_{\text{final}} = 500 \text{ h}. \quad (6.49)$$

Le pas de temps adaptatif (section 6.4.4) est géré par les valeurs suivantes :

$$\Delta_{\text{base t}} = 0.1 \cdot t_{\text{final}}, \quad (6.50)$$

$$C_{\text{préc}} = \frac{1}{100}. \quad (6.51)$$

6.5.1.2 Résultats

La figure 92 présente les distributions de diamètre équivalent expérimentales et issues du modèle.

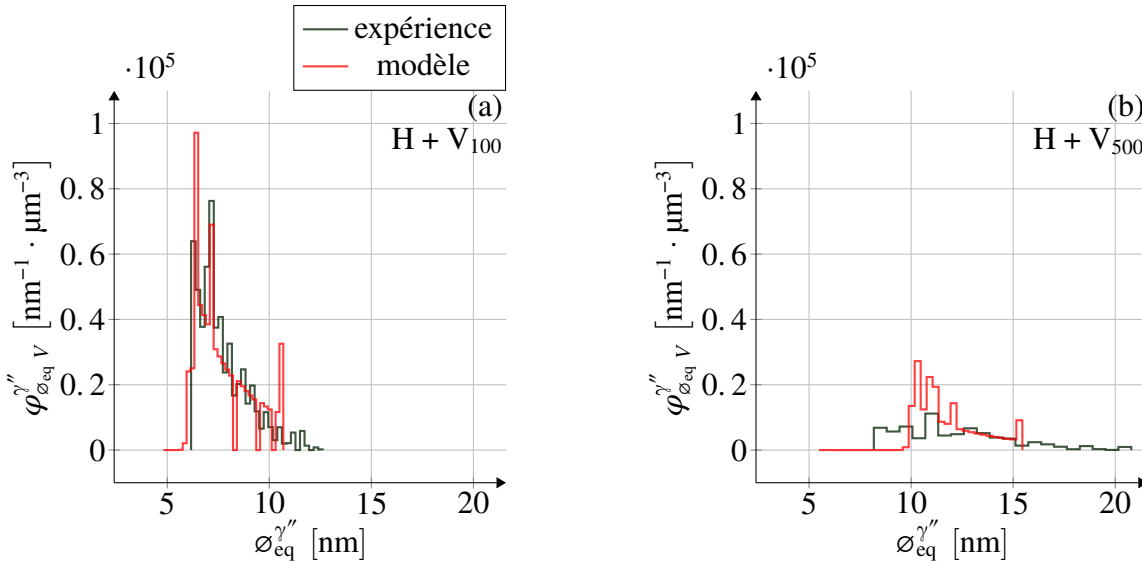


FIG. 92 : Densités de distribution ($\varphi_{\delta_{\text{eq}}^{\gamma''}}^{\gamma''}$) par unité de volume du diamètre équivalent $\delta_{\text{eq}}^{\gamma''}$ des précipités γ'' , expérimentale (vert) et issue du modèle (rouge) après (a) 100 h (état matériau H + V₁₀₀) et (b) 500 h (état matériau H + V₅₀₀) à 650 °C.

Le modèle capture bien les distributions expérimentales. Pour présenter une information plus condensée, la figure 93 montre l'évolution au cours du temps de la fraction volumique, du diamètre équivalent moyen et du nombre de précipités par unité de volume, expérimentaux et issus du modèle.

Les résultats sont également montrés lorsque le modèle d'agglomération équivalente (section 6.4.5) est désactivé ($p^{\text{agg}} = 0$) pour étudier son effet.

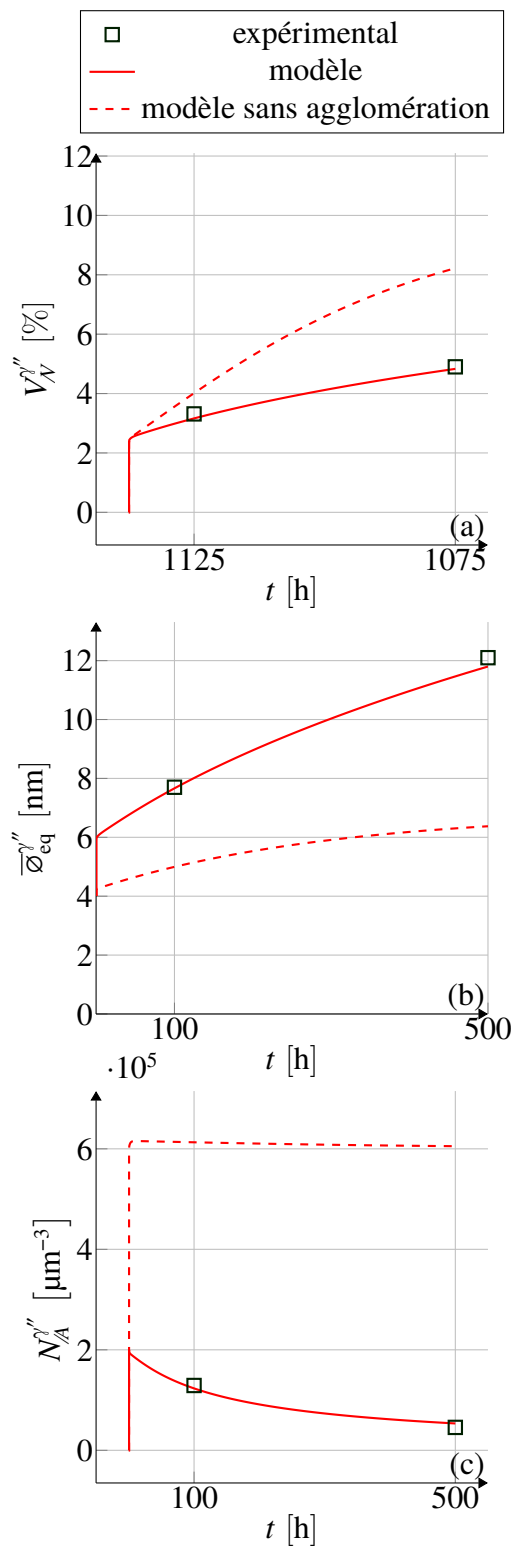


FIG. 93 : (a) fraction volumique précipitée V_V'' , (b) diamètre équivalent moyen $\bar{\varnothing}_{\text{eq}}''$, (c) nombre de précipités N_A'' par unité de volume, en fonction du temps pour l'expérience (carrés) et le modèle (lignes). Les courbes pleines correspondent au modèle d'agglomération équivalente activé et les courbes en pointillés au modèle d'agglomération équivalente désactivé.

Le modèle capture très bien les évolutions au cours du traitement thermique de la fraction vo-

lumique, du diamètre équivalent moyen et du nombre de précipités par unité de volume. L'erreur relative maximale parmi les 6 valeurs expérimentales est de 17 % et correspond au nombre de précipités par unité de volume (figure 93c) à 500 h). Ces évolutions correspondent aux deux mécanismes majeurs pilotant l'évolution des précipités, à savoir la germination et la croissance, ainsi qu'au mécanisme d'agglomération. L'augmentation du nombre de précipités par unité de volume et de la fraction volumique de précipité dans les premiers instants est associée à la germination ; l'augmentation du diamètre équivalent moyen et de la fraction volumique sur l'ensemble du traitement thermique après les premiers instants est associée à la croissance et à l'agglomération ; la diminution du nombre de précipités par unité de volume sur cette même période est associée à l'agglomération. La présence de l'agglomération est déduite du raisonnement suivant par l'absurde. En l'absence d'agglomération entre précipités, l'unique possibilité pour modéliser la diminution du nombre de précipités par unité de volume devient la dissolution des précipités les plus petits. Ce mécanisme intervient typiquement dans le cas d'un mûrissement d'Ostwald [182] où les plus gros précipités se nourrissent du soluté rendu disponible par la dissolution des plus petits. Or, le mûrissement d'Ostwald intervient typiquement à fraction volumique de précipité constante et égale à celle à l'équilibre chimique. Cette dernière est estimée à 11 % d'après ThermoCalc et supérieure à la fraction volumique expérimentale à 100 h (3.5 %) et 500 h (5 %). Ainsi, un mûrissement d'Ostwald à partir de 100 h ne paraît pas plausible pour expliquer la diminution du nombre de précipités par unité de volume à partir de 100 h. Ceci ne laisse donc aucune autre possibilité pour expliquer cette diminution. Sur la base de ce raisonnement, nous considérons que l'agglomération est l'unique explication pour la diminution du nombre de précipités par unité de volume à partir de 100 h.

En comparant les courbes avec (pleines) et sans (pointillées) le modèle d'agglomération équivalente, on montre que celui-ci capture la diminution du nombre de précipités par unité de volume (figure 93c) entre 100 h et 500 h. Cette diminution est attribuée aux agglomérations comme discuté précédemment. Le modèle d'agglomération rend donc compte de ce mécanisme physique. Il tend également à renforcer l'augmentation du diamètre équivalent moyen au cours du traitement thermique (figure 93b), ce qui est cohérent avec la physique modélisée. Enfin, le modèle d'agglomération ralentit l'augmentation de la fraction volumique de précipité (figure 93a). Ceci est une conséquence de l'augmentation du diamètre équivalent qu'il induit. En effet, les précipités plus gros vont grossir moins vite⁸ ce qui va ralentir l'augmentation de la fraction volumique de précipité.

Concernant la calibration du modèle, trois points peuvent être discutés.

Le premier point concerne le paramètre relatif à la vitesse volumique de germination, fixé à $\Delta G = 2.9 \cdot 10^{-18}$ J (équation 6.46). La valeur numérique utilisée pour la calibration est positive afin de promouvoir la germination. Si l'on fixe $\Delta G = 0$ J, alors aucune germination n'a lieu. Cela peut s'expliquer par le fait que la théorie de la germination considère une germination homogène alors qu'en réalité celle-ci s'opère de manière hétérogène sur des sites préférentiels. De tels sites pourraient ici être des dislocations individuelles demeurant après la mise en solution et au cours du traitement thermique et opérant par relaxation élastique (chapitre 4 et [50, 41]).

Le second point concerne le paramètre relatif à l'évolution de taille des précipités est fixé à $p_v^{e,t} = 0.001$ (équation 6.47), ce qui signifie qu'il faut ralentir par un facteur 1000 les cinétiques prévues par le modèle pour retrouver les résultats expérimentaux. Quatre explications, potentiellement cumulables, peuvent expliquer ce constat. La première explication réside dans la morphologie ellipsoïdale des précipités qui grossissent préférentiellement en s'élargissant sans s'épaissir. Autrement dit, ils ne grossissent que latéralement, si l'on considère que la hauteur est la direction de l'épaisseur. Les précipités ellipsoïdaux présentent donc une surface aux atomes de niobium pour venir nourrir leur croissance, inférieure à celle présentée par des précipités sphériques comme supposé dans le modèle d'évolution de taille (équation 6.19). A volume identique, une sphère et un cylindre de révolution de rapport diamètre/hauteur égal à 4 (similaire à celui observé pour les précipités dans la figure 63c) pré-

8. car le rayon est au dénominateur dans l'équation 6.19 et l'effet Gibbs-Thompson (équation 6.3.2.2) est «peu» influent pour ces rayons «importants»

senteraient alors un rapport de $(\frac{1}{3})^{\frac{2}{3}} = 0.48$ pour la surface présentée au niobium (surfaces latérale pour le cylindre). Ce rapport ne peut expliquer à lui seul la valeur de 0.001 pour la calibration mais peut apporter une contribution en ce sens. Cela impliquerait qu'il faut ralentir manuellement la cinétique d'évolution de taille estimée par le modèle en diminuant la valeur choisie du paramètre $p_v^{e\ t}$. La seconde explication réside dans la valeur numérique de la diffusivité choisie. Celle-ci est établie pour la diffusion du niobium dans un cristal de nickel pur, alors que la matrice l'Inconel® 625 comprend des éléments d'alliage qui peuvent potentiellement affecter les cinétiques de diffusion. Cela pourrait aider à expliquer la calibration de la cinétique d'évolution de taille estimée par le modèle. La troisième explication réside dans l'influence de la proximité des précipités qui peut aplanir les profils de concentration en niobium dans les espaces entre précipités, ce qui potentiellement peut ralentir les cinétiques de diffusion dans la matrice jusqu'à l'interface matrice-précipité et donc d'évolution de taille des précipités. La quatrième explication provient de la courbure élevée des précipités sur les parties latérales qui pilotent la croissance, plus élevée que si les précipités étaient sphériques. Cette courbure renforce l'effet Gibbs-Thompson, qui augmente alors la concentration en niobium dans la matrice à l'interface matrice-précipité et donc aplanit les profils de concentration, ralentissant ainsi la diffusion et l'évolution de taille des précipités.

Enfin le troisième point concerne le paramètre relatif à l'agglomération des précipités, fixé à $p^{agg} = 15$ (équation 6.48) implique que le modèle d'agglomération équivalente sous-estime le nombre d'agglomération. Cela peut être expliqué par deux raisons possiblement cumulables. La première raison est l'hypothèse de précipité sphérique utilisée alors que les précipités γ'' sont ellipsoïdaux, modifiant ainsi les probabilités de rencontres lors de la croissance de ces précipités. La seconde raison est que les précipités γ'' sont de plus orientés morphologiquement selon 3 variants par rapport à l'orientation cristallographique de la matrice, ce qui affecte encore les probabilités de rencontre lors de la croissance de ces précipités.

6.5.2 Précipitation γ' au cours du refroidissement dans l'AD730™

Le modèle de précipitation présenté a été appliqué au refroidissement et comparé aux résultats expérimentaux pour les précipités dans les grains non recristallisés à 1075 °C et 1050 °C et pour les précipités «épais» γ'_{NRc} à 1000 °C et 400 °C.

En effet, les précipités γ' dans les grains recristallisés et les précipités «fins» γ'_{NRt} dans les grains non recristallisés impliquent des subdivisions «prononcées». En revanche, les précipités «épais» γ'_{NRc} dans les grains non recristallisés résultent de subdivisions «peu prononcées».

Le modèle n'est pas conçu pour modéliser la subdivision de précipités, donc il n'est comparé aux résultats expérimentaux que pour les précipités dans les grains non recristallisés à 1075 °C et 1050 °C et pour les précipités «épais» γ'_{NRc} à 1000 °C et 400 °C⁹.

6.5.2.1 Valeurs numériques des quantités physiques et calibration

Les paramètres de maille sont utilisés directement dans les équations 6.11 et indirectement *via* le volume d'une molécule dans les équations 6.15, 6.1 et 6.2. Les constantes élastiques sont utilisées dans les équations 6.2 et 6.3. Leurs valeurs numériques sont résumées dans le tableau 13. La fraction volumique de phase γ'' à l'équilibre est fournie par ThermoCalc [159] et est fixée à 11.07 %.

La diffusivité du niobium dans la phase γ de l'Inconel® 625 est prise de [152] où la phase γ'' a été étudiée dans l'Inconel®718. Elle est considérée comme celle du niobium dans le nickel pur et modélisée par une loi d'Arrhénius :

9. Néanmoins, bien que «peu prononcées», ces subdivisions se traduisent quantitativement par une augmentation associée du nombre de précipités par unité de volume (figure 81f) et une diminution du diamètre équivalent moyen (figure 81d) de 1050 °C à 1000 °C. Le modèle n'est pas conçu pour modéliser la subdivision de précipités, donc nous ne recherchons pas à prévoir ces résultats expérimentaux de 1050 °C à 1000 °C.

quantité	valeur	référence
a_γ	3.58 Å	[142]
$a_{\gamma'}$	3.583 Å	[78]
E_γ	224 MPa	[247]
ν_γ	86.5 MPa	[247]
$E_{\gamma'}$	202 MPa	[247]
$\nu_{\gamma'}$	77.4 MPa	[247]

TAB. 13 : Valeurs numériques issues de la littérature pour la modélisation de la précipitation γ' dans les grains non recristallisés de l'AD730™ lors du refroidissement de 1125 °C à 400 °C.

La diffusivité de l'aluminium et du titane dans la phase γ de l'AD730™ sont prises de la base de données [248] pour les superalliages base nickel. Elles sont modélisées par une loi d'Arrhénius :

$$\forall \text{sp} \in \{\text{Al}, \text{Ti}\}, D_{\text{sp}} = D_{0\text{sp}} \cdot \exp\left(-\frac{E_{\text{sp}}}{k_B \cdot T}\right). \quad (6.52)$$

Les valeurs numériques des préfacteurs ($D_{0\text{Al}}, D_{0\text{Ti}}$) et des énergies d'activation ($E_{\text{Al}}, E_{\text{Ti}}$) sont : $D_{0\text{Al}} = 4.1 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $D_{0\text{Ti}} = 2.94 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, et $E_{\text{Al}} = 4.5665 \cdot 10^{-19} \text{ J}$ et $E_{\text{Ti}} = 4.4669 \cdot 10^{-19} \text{ J}$.

La valeur numérique de la tension interfaciale γ est issue de [249] où elle a été calculée en tenant notamment compte de la morphologie ellipsoïdale des précipités γ'' : $\gamma = 14 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$.

Le modèle a été calibré en jouant sur les trois paramètres de calibration physique ΔG , p_v^e et p^{agg} (le paramètre p_r^{nuc1} n'est pas utilisé et est donc fixé à 1). Les valeurs fixées pour les paramètres sont :

$$\Delta G = -2.85 \cdot 10^{-19} \text{ J}, \quad (6.53)$$

$$p_v^e = 0.17, \quad (6.54)$$

$$p^{\text{agg}} = 50. \quad (6.55)$$

La fraction volumique $V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma'}$ d'équilibre de phase γ' en équilibre avec la phase γ en fonction de la T est fixée d'après ThermoCalc et les retours d'expérience de l'entreprise Safran Aircraft Engines. Cette fraction est modélisée par une fonction qui reproduit les forme de la courbe fournie par ThermoCalc :

$$V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma'} = \max\left(0, V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{max}} \cdot \left(1 - \exp\left(\frac{T - V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{sol}}}{V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{c}}}\right)\right)\right) \quad (6.56)$$

où

- $V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{max}}$ est la fraction volumique maximale de phase γ' à l'équilibre en fonction de la température,
- $V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{c}}$ est une constante homogène à une température et pilote à quelle vitesse la fraction volumique d'équilibre de la phase γ' augmente vers son maximum $V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{max}}$ lorsque la température diminue
- $V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{sol}}$ est la température de solvus de la phase γ' .

La valeur numérique de $V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{sol}}$ a été fixée d'après les retours d'expériences de l'entreprise Safran Aircraft Engines. En particulier, elle diffère de la valeur de 1080 °C prédite par ThermoCalc. Les valeurs numériques des coefficients $V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{max}}$ et $V_{\mathcal{N}_{\text{eq}}}^{\gamma' \text{c}}$ sont fixées de manière à obtenir à 600 °C la même valeur de

$V_{V_{eq}}^{\gamma'}$ que celle fournie par ThermoCalc.

$$V_{V_{eq}}^{\gamma',max} = 39.5 \% \quad (6.57)$$

$$V_{V_{eq}}^{\gamma',c} = 140.0733 \text{ K} \quad (6.58)$$

$$V_{V_{eq}}^{\gamma',sol} = 1120 \text{ }^\circ\text{C} \quad (6.59)$$

La figure 94 trace la fraction volumique $V_{V_{eq}}^{\gamma'}$ de phase γ' à l'équilibre en fonction de la température, fixée pour le modèle (equations 6.56, 6.57, 6.58 et 6.59) et issue de ThermoCalc [159].

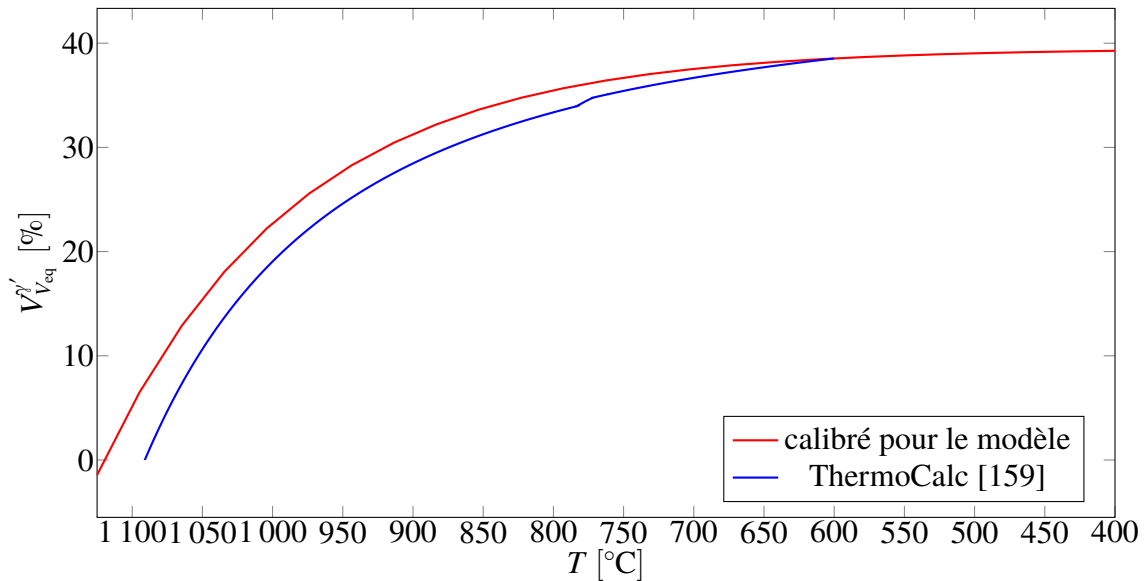


FIG. 94 : Fraction volumique $V_{V_{eq}}^{\gamma'}$ de phase γ' à l'équilibre en fonction de la température T , calibrée pour le modèle (equations 6.56, 6.57, 6.58 et 6.59) et issue de ThermoCalc [159].

Notons t_{final} la durée du refroidissement jusqu'à $400 \text{ }^\circ\text{C}$ (notation valable uniquement dans cette section) :

$$t_{final} = 34 \text{ min } 33 \text{ s.} \quad (6.60)$$

Le pas de temps adaptatif (section 6.4.4) est géré par les valeurs suivantes :

$$\Delta_{base} t = 0.01 \cdot t_{final}, \quad (6.61)$$

$$c_{préc} = \frac{1}{10}. \quad (6.62)$$

6.5.2.2 Résultats

Rapellons que les précipités tertiaires ($\gamma'_{400 \text{ NR c III}}$) expérimentaux étaient définis pour les précipités «épais» dans les grains non recristallisés étaient définis par un diamètre équivalent 2D inférieur à 80 nm . Ils sont présents uniquement à $400 \text{ }^\circ\text{C}$ et sont considérés dans cette section et notamment dans les figures 95 et 96. Cela permet d'illustrer le caractère bimodal de la distribution de diamètre équivalent (figure 95) et son impact sur la fraction volumique, le diamètre équivalent moyen et le nombre par unité de volume.

La figure 92 présente les distributions de diamètre équivalent expérimentales et issues du modèle.

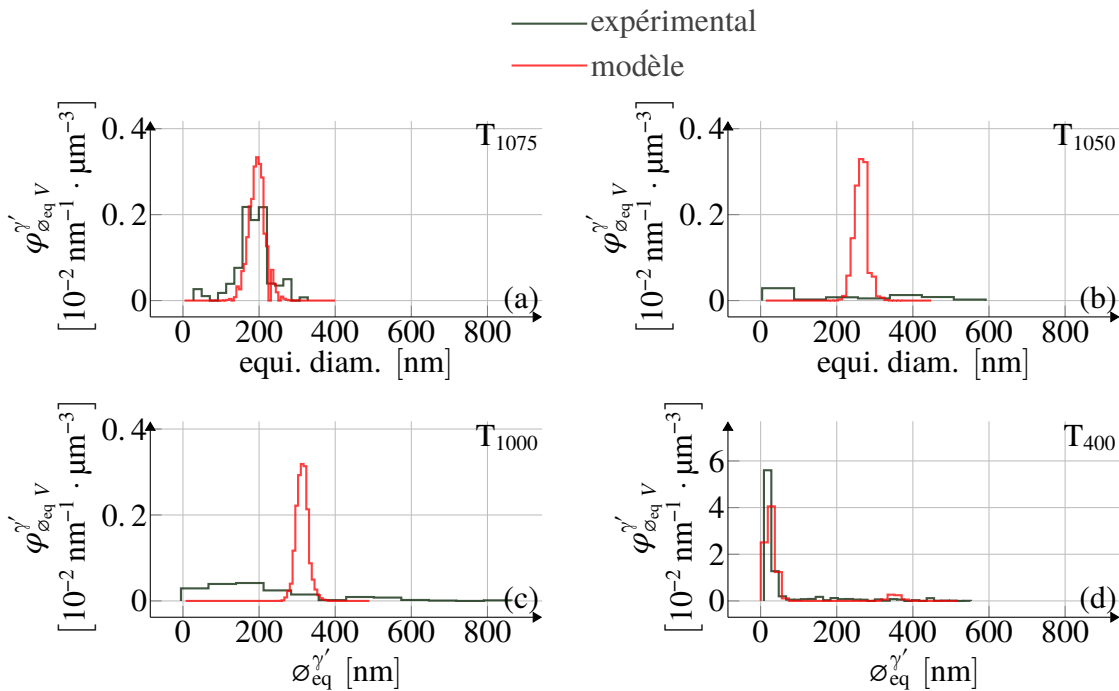


FIG. 95 : Distributions ($\varphi'_{\varnothing_{eq} V}$) expérimentales (vert) et issues du modèle (rouge) du diamètre équivalent (\varnothing_{eq}) des précipités dans les grains non recristallisés (a) γ'_{NR} à 1075 °C, (b) γ'_{NR} à 1050 °C (c) «épais» $\gamma'_{NR c}$ à 1000 °C et (d) «épais» $\gamma'_{NR c}$ et $\gamma'_{400 NR c III}$ à 400 °C.

À 1050 °C et 1000 °C, le modèle prévoit une distribution «beaucoup» moins dispersée que l'expérimentale. Enfin, à 400 °C, dans la distribution issue du modèle, la partie correspondant aux précipités secondaires ($\gamma'_{400 NR c}$) est là encore «beaucoup» moins dispersée que celle de la distribution expérimentale, tout comme aux autres températures. Le principal point positif est que le modèle prévoit une distribution bimodale comme l'expérimentale et capture donc bien la seconde vague de germination qui produit les précipités tertiaires ($\gamma'_{400 NR c III}$).

La figure 96 montre l'évolution au cours du refroidissement de la fraction volumique, du diamètre équivalent moyen et du nombre de précipités par unité de volume, expérimentaux et issus du modèle. Les précipités tertiaires ($\gamma'_{400 NR c III}$ présents uniquement à 400 °C) sont considérés comme dans la figure 95 des données 2D expérimentales) et correspondent donc aux distributions (expérimentales

comme issues du modèle) dans la figure 95.

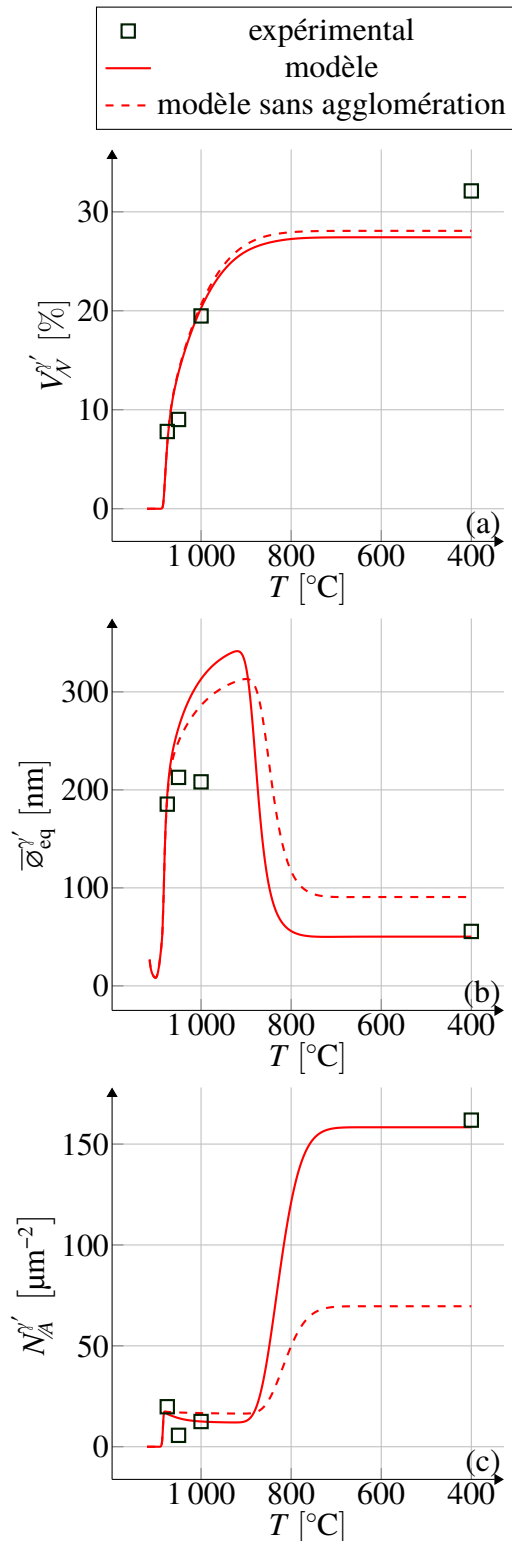


FIG. 96 : (a) fraction volumique V_N' , (b) diamètre équivalent moyen $\bar{\phi}'_{eq}$, (c) nombre N_A' par unité de volume de matériau, expérimentaux (carrés) et issus du modèle (ligne) des précipités γ'_{NR} en fonction de la température T au cours du refroidissement. Pour les données expérimentales, les précipités sont ceux dans les grains non recristallisés (à 1075 °C et 1050 °C) et les «épais» γ'_{NRc} (à 1000 °C et 400 °C) qui sont le résultat de subdivisions «peu prononcées». Les courbes pleines correspondent au modèle d'agglomération équivalente activé et les courbes en pointillés au modèle d'agglomération équivalente désactivé.

Le modèle capture bien les évolutions globales de la fraction volumique, le diamètre équivalent moyen et le nombre de précipités par unité de volume. Et ce y compris après la seconde vague de germination qui perturbe l'évolution de ces quantités. Ces évolutions correspondent aux trois mécanismes prépondérants régissant l'évolution des précipités : la première vague de germination, la croissance des précipités et la seconde vague de germination.

Le modèle prédit également la diminution du nombre de précipités par unité de volume de 1075 °C à 1050 °C. Cette évolution correspond aux agglomérations de précipités observées expérimentalement (figures 79(a, c)). Le modèle ne capture pas parfaitement cette tendance. Cela s'explique par la difficulté de capturer l'évolution du nombre de précipités par unité de volume tout au long du refroidissement. En effet, celui-ci diminue simultanément d'un facteur 3 par les effets d'agglomération et réaugmente ensuite d'un facteur 15 par la seconde vague de germination.

Enfin, le modèle ne capture pas du tout la réaugmentation du nombre de précipités par unité de volume et la diminution du diamètre équivalent moyen de 1050 °C à 1000 °C. Cette évolution correspond à la subdivision des précipités de 1050 °C à 1000 °C (figure 79(c, f)). Le modèle n'intègre pas ce mécanisme donc il est logique qu'il ne capture pas du tout cette évolution.

Conclusion

Un modèle de précipitation basé sur la théorie classique de germination-croissance a été sélectionné pour modéliser les cinétiques de précipitation. Il a été enrichi au niveau de l'implémentation d'un modèle analytique de l'agglomération des précipités développé dans la thèse et nommé *agglomération équivalente*. Ce dernier se base sur des considérations physiques pour compter le nombre d'agglomérations dues à la croissance des précipités et actualiser la description de la population de précipités.

Quatre paramètres de calibration sont introduits sur des quantités physiques qui régissent l'évolution des précipités dans le modèle : le rayon de germination, la vitesse volumique de germination, la vitesse d'évolution de taille et le nombre d'agglomérations par unité de volume lors d'un pas de temps. Le premier paramètre permet d'ajuster le rayon de germination et peut être utile pour les populations de précipités de tailles «faibles». Cela a été le cas pour les précipités γ'' dans l'Inconel® 625, de diamètre équivalent moyen inférieur à 15 nm. Les deuxième et troisième paramètres permettent de calibrer séparément les cinétiques respectives de germination et d'évolution de taille. De manière générale, le paramètre relatif à la vitesse volumique de germination peut être utilisé pour calibrer le modèle par rapport aux données expérimentales. De manière plus spécifique, il peut être augmenté pour rendre compte d'une germination favorisée par relaxation élastique près des dislocations ou par diffusion accélérée le long des dislocations (non observée dans la thèse). Similairement, de manière générale le paramètre relatif à la vitesse d'évolution de taille peut servir à calibrer le modèle au sens général. De manière plus spécifique, il peut être augmenté pour rendre compte d'évolutions de taille accélérées par diffusion accélérée le long des dislocations. Le paramètre relatif à l'agglomération permet enfin de calibrer l'intensité des phénomènes d'agglomération. Ce modèle de précipitation a été implémenté suivant une approche multi-classes afin de représenter tout type de distribution de taille de précipités, notamment multimodale comme déjà observé dans les superalliages base nickel après un refroidissement suffisamment lent. La variante Lagrangienne a été retenue pour les avantages suivants par rapport à la variante Eulérienne. Elle ne nécessite pas de choisir au préalable les classes discrétisant les rayons, n'impose pas de pas de temps maximal et elle peut modéliser des précipités de composition chimique différente, ce qui constitue une possibilité d'extension intéressante.

L'implémentation du modèle de précipitation inclut également une gestion du pas de temps adaptatif proposé dans la thèse, qui contrôle la variation de volume de précipité à chaque pas de temps en se basant sur le volume de précipité à l'équilibre chimique.

Le modèle de précipitation a été appliqué à l'Inconel® 625 pour la précipitation γ'' au cours de traitements thermiques isothermes de 100 h et 500 h à 650 °C. Les distributions de diamètre équivalent,

la fraction volumique, le diamètre équivalent moyen et le nombre de précipités par unité de volume sont capturés de manière satisfaisante. Le modèle d'agglomération équivalente se montre particulièrement efficace pour rendre compte de la diminution du nombre de précipités au cours du temps. Cette dernière est en effet attribuée à l'agglomération des précipités au cours de leur croissance plutôt qu'au mûrissement d'Ostwald puisque la fraction volumique d'équilibre n'est pas atteinte.

Le modèle de précipitation a également été appliqué à l'AD730™ pour la précipitation γ' au cours d'un refroidissement à $20\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ depuis une température supersolvus. Globalement, les distributions de diamètre équivalent prédites par le modèle sont moins dispersées que dans les données expérimentales et la fraction volumique, le diamètre équivalent moyen et le nombre de précipités par unité de volume sont bien prédits par le modèle, y compris après la seconde vague de germination qui perturbe l'évolution de ces quantités. En accord, la distribution de diamètre équivalent est bimodale et illustre bien la présence des précipités tertiaires issus de la seconde vague de germination. Le modèle d'agglomération équivalente ne prédit que de manière limitée la diminution du nombre de précipités par unité de volume (de $1075\text{ }^\circ\text{C}$ à $1050\text{ }^\circ\text{C}$) associée aux phénomènes d'agglomérations observés sur les images de précipités (à $1075\text{ }^\circ\text{C}$ et $1050\text{ }^\circ\text{C}$). Cela s'explique par la difficulté de capturer l'évolution du nombre de précipités par unité de volume tout au long du refroidissement. En effet, celui-ci diminue simultanément d'un facteur 3 par les effets d'agglomération et réaugmente ensuite d'un facteur 15 par la seconde vague de germination. Enfin, le modèle de précipitation ne capture pas la réaugmentation du nombre de précipités par unité de volume de $1050\text{ }^\circ\text{C}$ à $1000\text{ }^\circ\text{C}$ et surestime le diamètre équivalent moyen à $1000\text{ }^\circ\text{C}$. Cela signifie qu'il ne rend pas compte des subdivisions de précipités intervenant de $1050\text{ }^\circ\text{C}$ à $1000\text{ }^\circ\text{C}$, ce qui constitue une limitation attendue puisque le modèle n'intègre pas ce mécanisme.

Concentrons-nous à présent sur les perspectives du modèle de précipitation.

Une première perspective consiste à utiliser les outils d'analyse inverse, tels que le module MOOPI développé au CEMEF, pour déterminer les valeurs des paramètres de calibration physique. Cette méthode présenterait trois avantages potentiels par rapport à la calibration manuelle utilisée : (1) fournir des résultats issus du modèle plus proches des résultats expérimentaux, (2) rapprocher les valeurs des paramètres de calibration physique de ceux qui correspondent à l'absence de calibration, et (3) rendre la calibration plus indépendante de l'utilisateur.

Une deuxième perspective consiste à modéliser deux mécanismes observés dans l'Inconel® 625 et l'AD730™ et en l'état actuel non décrits par le modèle.

Le premier mécanisme est la cinétique de précipitation accélérée dans l'Inconel® 625 sur les joints de grains, où des bâtonnets interprétés comme de la phase δ , variant stable de phase γ'' métastable ont été observés. Pour cela, deux points pourraient être utilisés. Le premier point serait de considérer des sites de germination uniquement sur la surface des joints de grains. Cela implique d'avoir à quantifier leur présence dans la microstructure : la quantité naturelle serait l'aire de joints de grains par unité de volume. Cette quantité peut être calculée expérimentalement à partir de coupes planes du matériau, *via* des formules de stéréologies [167] pour passer de la longueur de joints de grains par unité d'aire de matériau analysé à l'aire de joints de grains par unité de volume. La technique EBSD ou plus simplement la microscopie optique combiné à une attaque chimique révélant les joints de grains permettent d'identifier les joints de grains sur des coupes planes de matériau. Le principe de considérer les sites de germinations de manière sélective a été appliqué par Low *et al.* [250] pour la précipitation de phase δ dans l'Inconel®718 uniquement sur des dislocations et des joints de grains.

Le second mécanisme à modéliser est la subdivision des précipités γ' induite par la réduction de l'énergie élastique. Ce phénomène a déjà été étudiée sous l'angle de la modélisation [165] ce qui pourrait aider à construire un modèle analytique à appliquer à chaque pas de temps. Ce modèle intégrerait par exemple une partie thermodynamique pour décider du déclenchement de la subdivision et une partie cinétique pour fixer sa progression au cours de chaque pas de temps.

Enfin, une dernière perspective plus large d'amélioration pour le modèle de précipitation serait la prise en compte des interactions avec le front de recristallisation. Plus précisément, l'objectif serait de rendre compte de la séquence de dissolution par le front/reprécipitation discontinue (*i.e.* dans le

front) éventuelle (figure 85(a-f)) dans les superalliages γ/γ' . Une approche consisterait à actualiser à chaque pas de temps la population de précipités en considérant une vitesse de dissolution par le front et une vitesse de précipitation discontinue. Ces quantités dépendraient directement de la vitesse de déplacement du front de recristallisation et de l'aire de front de recristallisation par unité de volume. Ceci implique que le modèle de précipitation devrait être nourri à chaque pas de temps par un modèle de recristallisation décrivant la structure de grains recristallisés et non recristallisés ainsi que son évolution dans le temps. Notons qu'en élargissant encore la perspective, le modèle de précipitation pourrait lui aussi nourrir le modèle de recristallisation afin par exemple de modéliser des phénomènes d'ancrage de Smith-Zener. Les deux types de modèles dédiés chacun à une échelle et un type d'entité microstructurale déterminante pour la prévision des propriétés mécaniques (structure de grains et état de précipitation dans les superalliages γ/γ'), seraient alors directement couplés.

Conclusions générales et perspectives

Conclusions générales

Objectif global

L'objectif global de cette thèse était d'étudier l'influence des opérations de mise en forme industrielles, plus précisément de l'écrouissage induit, sur les cinétiques de précipitation durcissante dans deux superalliages base nickel : Inconel® 625 et AD730™. Ces deux alliages diffèrent par leurs applications industrielles et leur phase précipitée durcissante. L'Inconel® 625 est utilisé dans les secteurs aéronautiques, nucléaire et pétrochimique où il est plébiscité pour sa résistance à la corrosion, sa formabilité et sa soudabilité, alors que l'AD730™ est conçu par la société Aubert & Duval principalement pour disques de turbines de motorisations aéronautiques. L'Inconel® 625 est renforcé par la phase précipitée Ni_3Nb quadratique γ'' alors que l'AD730™ est renforcé par la phase précipitée $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ cubique γ' .

Méthodologie globale

La méthodologie globale a été basée sur la réalisation d'essais mécaniques, traitements thermiques et essais thermomécaniques, afin de reproduire d'une part les niveaux de déformation plastique et/ou la structure de grains obtenus à la fin d'étapes de mise en forme industrielle, et d'autre part de déclencher la précipitation ou de faire évoluer des précipités existants. Les plans d'expérience ont notamment été élaborés afin de découpler les mécanismes physiques d'influence possible des dislocations sur les cinétiques de précipitation afin d'en faciliter l'interprétation. Des échantillons ont été prélevés et analysés par microscopie électronique à balayage pour acquérir des cartographies EBSD d'orientation cristallographique et des images à haute résolution de l'état de précipitation. Ces données expérimentales ont été post-traitées pour caractériser quantitativement la structure de grains, l'organisation des dislocations et les états de précipitation. Pour cela des outils spécifiques de post-traitement ont été développés au cours de cette thèse. Ces outils ont par ailleurs été déployés au sein de l'équipe et mis à jour en utilisant le logiciel de gestion de versions GiT [109].

Développement d'outils de post-traitement d'images MEB et de cartographies d'orientation cristallographique EBSD

Post-traitement d'images MEB

Une interface interactive d'analyse d'images a été implémentée sous la forme d'une boîte à outils Matlab. Celle-ci a été conçue afin d'automatiser au maximum la segmentation matrice/précipités d'images MEB et la caractérisation quantitative des précipités identifiés. Plus précisément, cette interface peut analyser successivement un nombre quelconque d'images à des grossissements possiblement différents. Chaque image est automatiquement pré-traitée (égalisation adaptative d'histogramme [95]) pour supprimer un éventuel gradient d'intensité de l'arrière-plan (la matrice) avant segmentation matrice/précipités. Puis la segmentation peut être réalisée par un ensemble d'actions successives, du

seuillage automatique (critère d'Otsu [96]) à l'ajout/retrait manuel de portions de l'image aux précipités (utilisant notamment [98]). Une fois toutes les images segmentées, est notamment calculée (et exportée sous forme d'image) la distribution de diamètre équivalent des précipités normalisée par unité d'aire analysée sous forme d'histogramme, avec une largeur de classe calculée selon un critère approprié (de Scott [107]) et tracé en densité ([106]) pour être comparable à d'autres distributions avec des largeurs de classes possiblement différentes. Un fichier texte est automatiquement généré résumant les données clés décrivant quantitativement l'état de précipitation (fraction surfacique, diamètre équivalent moyen et nombre de précipités par unité d'aire analysée) et le caractère statistique de l'analyse (nombre de précipités identifiés sans compter ceux touchant le bord de l'image).

Post-traitement de cartographies d'orientation cristallographique EBSD

Un ensemble d'outils de post-traitement de cartographies d'orientation a été implémenté sous la forme d'une boîte à outils Matlab s'intégrant à la boîte à outils en source ouverte MTEX [94]. Deux contributions majeures sont apportées par ces outils.

La première contribution est le calcul de la cartographie de densité de GND à partir d'une cartographie d'orientation. Les différentes étapes utilisent la littérature existante sur ce sujet, à l'exception de l'étape critique que constitue le calcul du gradient d'orientation. Pour cette étape, est définie dans cette thèse une régression linéaire locale, pour traduire rigoureusement la définition théorique du gradient d'orientation dans un milieu continu vers une formulation pratique dans le domaine discret de la grille EBSD. Un avantage pratique de cette régression linéaire est la possibilité de l'appliquer indifféremment à des grilles EBSD carrées ou hexagonales, à tout voisinage considéré sur cette grille, et à des données EBSD 2D ou 3D.

La seconde contribution est la possibilité de générer une cartographie d'orientation filtrée, où l'impact du bruit expérimental d'orientation sur le calcul des cartographies de gradient d'orientation et de densité de GND est atténué. Le principe du filtre (LLASS) repose sur un compromis entre le respect de la cartographie d'orientation expérimentale (fidélité) et l'amélioration de la qualité et de la précision du gradient d'orientation calculé (lissage). La qualité du gradient d'orientation est en effet un point critique dans le calcul de la densité de GND, comme mentionné au sujet de la première contribution. Le filtre LLASS constitue une implémentation particulière et nouvelle du principe générale des *smoothing splines*, avec deux avantages pratiques comparé à l'implémentation classique. Le premier avantage est la possibilité de l'appliquer indifféremment à des grilles EBSD carrées ou hexagonales, à tout voisinage considéré sur cette grille, et à des données EBSD 2D ou 3D. Le seconde avantage réside dans le fait que la calibration du compromis entre fidélité et lissage est naturelle et intuitive. Ces deux avantages proviennent en réalité de la régression linéaire locale qui est au coeur des deux contributions. Le filtre LLASS a été utilisé dans la thèse d'Alexis Nicolaj sur la mise en forme de l'Inconel® 718 par presse à vis également réalisée dans le cadre de la chaire OPALE, et a permis d'y lever le verrou de la discrimination des grains recristallisés dynamiquement et post-dynamiquement [144, 251].

Alliage Inconel® 625

L'effet des dislocations sur les cinétiques de précipitation γ'' a été évalué. Les dislocations ont été stockées par application de cinq niveaux de déformation macroscopique contrôlés (en traction à température ambiante) jusqu'à 40 %, donc jusqu'à des niveaux supérieurs à ceux rencontrés lors de la mise en forme de certaines pièces industrielle de nacelles pour motorisation aéronautiques par l'entreprise Safran Nacelles (20 %). Des traitements thermiques de précipitation ont ensuite été appliqués sur les états matériau déformés ou non au préalable. La température de ces traitements thermique (650 °C) a été sélectionnée par rapport à la littérature existante sur le sujet de l'effet des dislocations sur la précipitation γ'' dans l'Inconel® 625. L'effet des dislocations sur la germination est montré de manière évidente dans la littérature à des températures supérieures : les précipités γ' décorent des dislocations

et ne sont pas observés hors des dislocations. En effet, la sursaturation en niobium γ'' est plus faible donc la précipitation γ'' bénéficie de la relaxation élastique procurée en germant près des dislocations. En revanche, à 650 °C cet effet n'est pas mis en évidence : la précipitation γ'' est homogène, c'est-à-dire qu'il est impossible de mettre en évidence des dislocations par les précipités γ'' . Cependant pour les études disponibles dans la littérature, les dislocations présentes étaient relativement rares dans le matériau, puisqu'ils s'agissait de dislocations n'ayant pas restauré au cours d'une homogénéisation, ou de dislocations formées pendant une trempe après homogénéisation. Les résultats de la littérature à 650 °C ne pouvaient donc être extrapolés aux niveaux de densité de dislocations *a priori* «bien» supérieurs atteints après une déformation macroscopique à température ambiante, typiquement rencontrée au cours de la mise en forme industrielle. Sélectionner la température de traitement thermique de 650 °C permettait de répondre à cette question. Une fois la température sélectionnée, les durées de traitement thermiques ont été choisies afin d'obtenir uniquement la phase γ'' et d'éviter la formation de la phase δ .

Globalement, les dislocations stockées lors de la déformation macroscopique à 40 % n'ont pas eu d'effet significatif sur les cinétiques de précipitation γ'' , en particulier sur le plan quantitatif (distribution de diamètre équivalent moyen normalisée par l'aire analysée, fraction surfacique, diamètre équivalent moyen, nombre par unité d'aire analysée). Seule la morphologie des précipités γ'' a été affectée, ce qui s'explique par la combinaison de l'hétérogénéité de l'orientation cristallographique de la matrice et la cohérence de l'interface γ/γ'' . Les quelques remarques notables après 100 h (précipités γ'' de forme allongée et/ou groupés le long de lignes parallèles d'environ 100 nm de long) suggèrent que des effets limités de germination favorisée sur des dislocations ont eu lieu par relaxation élastique, puis se sont atténués au fur et à mesure que le traitement thermique a progressé. De tels effets, bien que limités, seraient en accord avec ceux bien plus prononcés mentionnés dans la littérature à 750 °C et donc à plus faible sursaturation en niobium. En revanche, et également en accord avec la littérature, les effets de diffusion le long des dislocations ne semblent pas intervenir de manière significative.

Enfin, en accord avec la littérature, les joints de grains accélèrent de manière bien plus marquée les cinétiques de précipitation puisque des bâtonnets de phase δ , variant stable de la phase γ'' métastable γ ont été observés de manière récurrente.

Ces conclusions amènent à suggérer d'étudier l'influence des joints de grains sur les cinétiques de précipitation γ''/δ . Pour cela, une étude pourrait comporter trois volets : chemins thermomécaniques afin d'obtenir différentes tailles de grains, traitements thermiques de précipitation γ''/δ et essais mécaniques. Une telle étude permettrait de relier ces composantes en établissant l'influence de la taille de grains sur les cinétiques de précipitation γ''/δ et de la précipitation γ''/δ ainsi produite sur les propriétés mécaniques.

Alliage AD730™

Hétérogénéités de cinétiques de précipitation γ' entre grains recristallisés et non recristallisés

Deux plans d'expériences ont été élaborés et réalisés afin d'étudier séparément l'influence des dislocations sur les cinétiques de croissance et de germination de précipités γ' . Les dislocations dans les grains écrouis n'ont pas accéléré la cinétique de croissance de précipités γ' déjà existants. En revanche elles sont accéléré la germination de précipités γ' dans les grains non recristallisés après le passage sous le solvus de la phase γ' lors du refroidissement après une compression supersolvus. La combinaison de ces observations a permis de conclure sur deux mécanismes physiques par lesquels les dislocations pourraient influencer les cinétiques de précipitation. Le premier mécanisme est la diffusion accélérée le long des dislocations et ne semble pas intervenir de manière significative (comme dans l'Inconel® 625). Le second mécanisme est la relaxation élastique à la germination près des dislocations et qui intervient au point d'accélérer de manière observable les cinétiques de germination de précipités γ' .

Ainsi, au cours des procédés de forgeage à chaud, les grains non recristallisés peuvent être le siège

d'une germination de précipités γ' plus précoce au cours du refroidissement. Cela renforce les hétérogénéités microstructurales entre les grains recristallisés et les grains non recristallisés. En effet, les grains non recristallisés, plus durs que les grains recristallisés de par les dislocations stockées, se voient encore durcir par la germination préférentielle de précipités γ' .

Ce mécanisme peut possiblement contribuer à la formation des grains restaurés présents dans les billettes qu'il est difficile de résorber au cours des opérations de forgeage/matriçage et qui ont fait l'objet de la thèse de Suzanne Vernier [89], également dans le cadre de la chaire OPALE.

Interactions entre le front de recristallisation et les précipités γ'

Au cours du refroidissement, il a été constaté que les précipités γ' formés plus tôt dans les grains non recristallisés que dans les grains recristallisés n'empêchaient pas la recristallisation post-dynamique de progresser. En effet, malgré leur taille supérieure (ayant germés plus tôt et s'étant agglomérés) à celles des précipités présents dans les grains recristallisés, l'ancrage de Smith-Zener ne suffit pas à bloquer le front de recristallisation. Un mécanisme de franchissement des précipités par dissolution/reprécipitation γ' au front de recristallisation a pu être mis en évidence. L'aluminium et le titane issus de la dissolution et présents très localement peut déclencher la reprécipitation directement sur le front de recristallisation (discontinue). Le nouveau précipité γ' ainsi formé présente une interface γ/γ' cohérente avec la matrice de la zone recristallisée dans laquelle il se développe. Des domaines de précipités γ' «relativement» gros formés par reprécipitation discontinue cohérente sont ainsi présents près du front de recristallisation, du côté recristallisé, de manière récurrente dans la microstructure. De tels précipités peuvent ensuite se subdiviser pour diminuer l'énergie élastique associée à leur présence et notamment à la cohérence de leur interface γ/γ' .

Ainsi, l'état de précipitation γ' présent dans les grains recristallisés en fin de refroidissement ne provient pas, du moins pour une partie d'entre eux, d'un simple mécanisme de germination-croissance directement dans les grains recristallisés. Une partie de cet état de précipitation trouve son origine dans les grains non recristallisés et ont transité vers les grains recristallisés par une interaction complexe de dissolution-reprécipitation discontinue cohérente avec le front de recristallisation.

Dans une optique de modélisation, il apparaît donc que les seuls mécanismes de germination et de croissance sont insuffisants pour décrire l'ensemble des phénomènes pilotant l'évolution de la précipitation γ' au cours du forgeage à chaud dans l'AD730TM, et probablement des superalliages base nickel γ/γ' en général. Les mécanismes d'agglomération de précipités, de subdivision et d'interaction avec le front de recristallisation (ancrage de Smith-Zener, dissolution-reprécipitation discontinue cohérente) doivent également être pris en compte.

Modélisation des cinétiques de précipitation

Un modèle de précipitation basé sur la théorie classique de germination-croissance a été sélectionné pour modéliser les cinétiques de précipitation. Il a été enrichi par un modèle analytique de l'agglomération des précipités développé dans cette thèse (*agglomération équivalente*). Ce dernier se base sur des considérations géométriques et probabilistes pour compter le nombre d'agglomérations dues à la croissance des précipités.

Quatre paramètres de calibration sont introduits pour calibrer de manière séparée les cinétiques des phénomènes physiques qui régissent l'évolution des précipités dans le modèle : le rayon de germination, la vitesse volumique de germination, la vitesse d'évolution de taille et le nombre d'agglomérations par unité de volume lors d'un pas de temps. Ce modèle de précipitation a été implémenté suivant une approche multi-classes afin de représenter tout type de distribution de taille de précipités, notamment multimodale comme déjà observé dans les superalliages base nickel après un refroidissement suffisamment lent.

L'implémentation du modèle de précipitation inclut également une gestion du pas de temps adaptatif

proposée dans cette thèse, qui contrôle la variation de volume de précipité à chaque pas de temps en se basant sur la fraction volumique de précipité à l'équilibre chimique.

Le modèle de précipitation a été appliqué aux chemins thermiques réalisés lors de cette thèse sur les deux alliages étudiés. L'objectif était de tester sa capacité à prédire quantitativement (fraction volumique, diamètre équivalent moyen, nombre de précipités par unité de volume) les phénomènes physiques pour lesquels il a été conçu (germination, évolution de taille et agglomération des précipités). Les résultats s'avèrent très concluants pour la précipitation γ'' dans l'Inconel® 625 au cours de traitements thermiques isothermes. Les périodes de germination puis croissance sont bien capturées, ainsi que l'agglomération des précipités qui explique la diminution du nombre de précipités au cours du temps (cette dernière ne pouvant provenir d'un mécanisme de mûrissement d'Ostwald puisque le matériau n'est pas à l'équilibre chimique). Les résultats sont intéressants pour la précipitation γ' dans l'AD730™, en particulier car les deux vagues de germinations sont prédites. En revanche, le modèle d'agglomération sous-estime la diminution du nombre de précipités due aux agglomérations aux hautes températures. Il n'a pas été possible de calibrer le modèle afin de prévoir parfaitement et simultanément la fraction volumique, le diamètre équivalent moyen et le nombre de précipités par unité de volume tout au long du refroidissement, au vu des multiples phénomènes à modéliser : première vague de germination, croissance, agglomération, subdivision et seconde vague de germination.

Perspectives

Post-traitement de données EBSD 3D

L'acquisition de cartographies tridimensionnelles d'orientation cristallographique dans un volume représentatif de la structure de grains constitue un axe d'amélioration dans la caractérisation des microstructures, notamment polycristallines. Le Cemef a acquis en janvier 2019 un microscope électronique à balayage Tescan Fera3 [252] équipé d'une sonde ionique (plasma de xénon) focalisée qui permettra de produire de tels jeux de données dans des volumes cubiques d'arête typique 100 μm . Ces données expérimentales permettront en effet de caractériser quantitativement la structure de grains (distribution de diamètre équivalent, nombre par unité de volume) et les hétérogénéités d'orientation cristallographique de manière plus fidèle à la réalité grâce à leur caractère tridimensionnel. Les cartographies 3D d'orientation cristallographique pourront être utilisées pour calculer les cartographies associées de densité de GND. Ce type de données pourra notamment nourrir les modèles champ moyen et champ complet de recristallisation développés dans l'équipe MSR (Métallurgie microStructure Rhéologie). Un défi majeur dans ce contexte réside dans le post-traitement de telles données. Par exemple, le logiciel Cube [253] développé par la société Bruker permet la visualisation de données EBSD 3D et l'analyse des joints de grains. Cependant, un logiciel en source ouverte telle que la boîte à outils MTEX sous Matlab constitue la solution idéale, de par la maîtrise de chaque hypothèse et étape du post-traitement qu'elle procure. Ainsi, le développement d'outils de visualisation, de caractérisation quantitative des structures de grains à partir de données EBSD 3D dans le cadre de la boîte à outils MTEX apparaît comme un axe de travail pertinent, notamment de par sa correspondance avec les moyens expérimentaux disponibles. Mentionnons que les contributions majeures des outils développés durant cette thèse (calcul de cartographies de densité de GND et filtre LLASS) sont applicables directement à des données EBSD 3D.

Caractérisation chimique quantitative par sonde atomique tomographique des précipités γ' dans l'AD730™

Une collaboration avec le groupe «sonde atomique tomographique» de l'institut *Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH* [254] a été engagée dans cette thèse afin d'étudier quantitativement la composition chimique de la matrice γ et des différents types de précipités γ' formés au cours du

refroidissement dans l'AD730™.

Les premiers résultats concernent les possibles différences de compositions chimiques entre les précipités γ' «épais» dans les grains non recristallisés et ceux reprécipités sur le front de recristallisation (discontinuum) dans les grains recristallisés, avant et après subdivision. Aucune différence significative n'a été obtenue en termes de composition chimique (figure 97). Globalement, les résultats suggèrent que les phénomènes de reprécipitation se produisent à des températures suffisamment élevées pour que les cinétiques de diffusion amènent à l'équilibre et donc à des compositions chimiques identiques entre les différents types de précipités γ' , et ce quelle que soit leur historique.

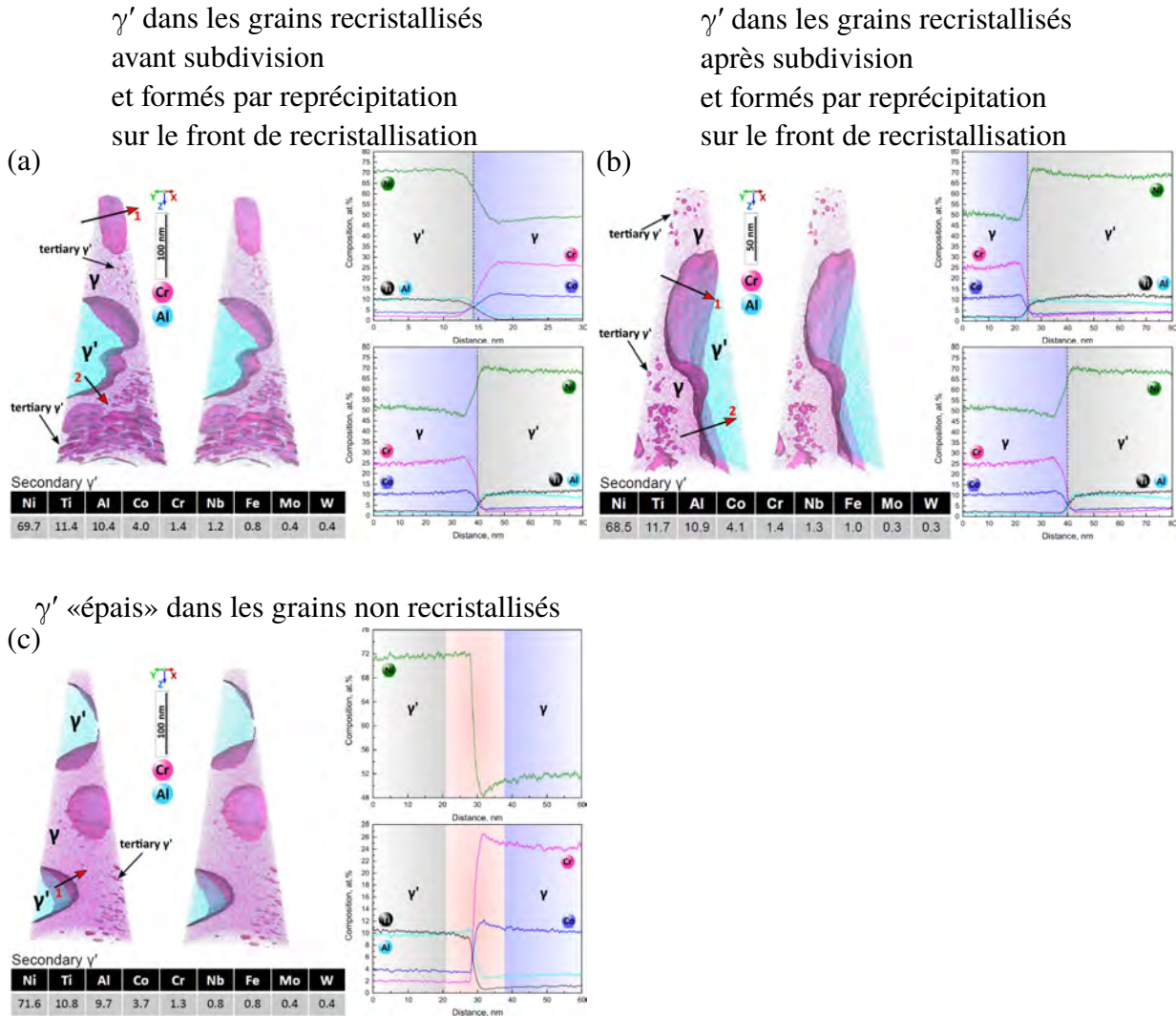


FIG. 97 : Résultats des analyses en sonde atomique tomographique dans l'AD730™ dans l'état matériau T₄₀₀ (trempé à 400 °C après un refroidissement depuis une température γ' supersolus à 20 °C · min⁻¹), pour les précipités γ' (a) dans les grains recristallisés, formés par reprécipitation sur le front de recristallisation et non subdivisés, (b) dans les grains recristallisés, formés par reprécipitation sur le front de recristallisation et subdivisés et (c) «épais» dans les grains non recristallisés.

La suite des analyses se concentre sur les différences de composition chimique entre les précipités γ' «épais» et γ' «fins» au sein des grains non recristallisés afin de mieux identifier les mécanismes responsables de ces hétérogénéités.

Modélisation de la précipitation

Au vu des phénomènes observés durant cette thèse, quatre axes d'améliorations sont définis.

Le premier axe est l'utilisation d'outils d'analyse inverse, tels que le module MOOPI développé au CEMEF, pour déterminer les valeurs des paramètres de calibration physique. Cette méthode présenterait trois avantages potentiels par rapport à la calibration manuelle utilisée : (1) fournir des résultats issus du modèle plus proches des résultats expérimentaux, (2) rapprocher les valeurs des paramètres de calibration physique de ceux qui correspondent à l'absence de calibration, et (3) rendre la calibration plus indépendante de l'utilisateur.

Le second axe est la modélisation des cinétiques de précipitation accélérées dans l'Inconel® 625 sur les joints de grains, où des bâtonnets interprétés comme de la phase δ , variant stable de phase γ'' métastable ont été observés. Pour cela, deux points pourraient être utilisés. Le premier point serait de considérer des sites de germination uniquement sur la surface des joints de grains. Pour les représenter quantitativement, la quantité naturelle serait l'aire de joints de grains par unité de volume. Cette quantité peut être calculée à partir de données expérimentales sur coupes planes du matériau, *via* des formules de stéréologie [167] pour passer de la longueur de joints de grains par unité d'aire analysée à l'aire de joints de grains par unité de volume. Le principe de considérer les sites de germinations de manière sélective a été appliqué par Low *et al.* [250] pour la précipitation de phase δ dans l'Inconel®718 uniquement sur des dislocations et des joints de grains.

Le troisième axe est la modélisation de la subdivision des précipités γ' déclenchée par la réduction de l'énergie élastique. Ce phénomène a déjà été étudié sous l'angle de la modélisation [165]. Ces études peuvent constituer un point de départ pour proposer un modèle analytique à appliquer à chaque pas de temps. Ce modèle intégrerait par exemple une partie thermodynamique pour décider du déclenchement de la subdivision et une partie cinétique pour fixer sa progression au cours de chaque pas de temps. Enfin, le quatrième axe d'amélioration pour le modèle de précipitation est la prise en compte des interactions avec le front de recristallisation dans les superalliages γ/γ' . L'objectif est de rendre compte de la séquence de dissolution par le front de recristallisation/reprécipitation discontinue (*i.e.* sur le front de recristallisation) observée (figure 85(a-f)). Une approche consisterait à actualiser à chaque pas de temps la population de précipités en considérant une vitesse de dissolution par le front et une vitesse de précipitation discontinue. Ces quantités dépendraient directement de la vitesse de déplacement du front de recristallisation et de l'aire de front de recristallisation par unité de volume. Pour cela, le modèle de précipitation pourrait être alimenté à chaque pas de temps par un modèle de recristallisation représentant la structure de grains recristallisés et non recristallisés ainsi que son évolution dans le temps. La direction à adopter est donc d'incorporer le modèle de précipitation aux modèles de recristallisation en champ moyen et/ou champ complet développés au CEMEF [255, 256, 257, 258, 259]. Une perspective plus large consisterait à nourrir les modèles de recristallisation *et* de croissance de grain par celui de précipitation, afin par exemple de modéliser des phénomènes d'ancrage de Smith-Zener. Les deux types de modèles correspondant chacun à une échelle et un type d'entité microstructurale déterminante pour la prévision des propriétés mécaniques (structure de grains et état de précipitation γ'), seraient alors directement couplés.

Liste des communications issues de cette thèse

Posters en conférences

1. A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : Influence de la densité de dislocations sur la précipitation durcissante dans l’Inconel® 625. La métallurgie : Quel avenir !, conférence organisée par la SF2M, Saint-Étienne, France, 27 juin–1er juillet 2016
2. A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : Influence de la densité de dislocations sur la précipitation durcissante dans l’Inconel® 625. Journées annuelles de la SF2M, Villeurbanne, France, 23–27 octobre 2017

Présentations orales en conférences

1. A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : On the coupling between recrystallization and precipitation following hot deformation in a γ - γ' nickel-based superalloy. Third European Symposium on Superalloys and their Applications, 9–13 septembre 2018
2. A. SERET, A. NICOLAÏ, J.-M. FRANCHET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : Lissage de cartographies EBSD pour quantifier la densité de dislocations géométriquement nécessaires – Application à la différenciation de différents types de grains recristallisés dans l’Inconel® 718. La métallurgie : Quel avenir !, conférence organisée par la SF2M, Nancy, France, 8–12 avril 2019

Articles dans des journaux à comité de lecture

Premier auteur

1. A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI, J. SIGNORELLI et N. BOZZOLO : Estimation of geometrically necessary dislocation density from filtered EBSD data by a local linear adaptation of smoothing splines (LLASS). *Journal of Applied Crystallography*, 52, 2019
2. A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : On the Coupling between Recrystallization and Precipitation Following Hot Deformation in a γ - γ' Nickel-Based Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49 :4199–4213, 2018

Co-auteur

1. A. NICOLAÏ, J. FRANCHET, J. CORMIER, H. MANSOUR, M. D. GRAEF, A. SERET et N. BOZZOLO : Discrimination of dynamically and post-dynamically recrystallized grains based on EBSD data. application to inconel® 718. *Journal of Microscopy*, 273 :135–147, 2019

Bibliographie

- [1] T. EVERHART et R. THORNLEY : Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents. *Journal of Scientific Instruments*, 37(7) :246–248, 1960.
- [2] P. MERICA : Nickel Alloys and Method of Making the Same, US patent number 1,572,744. <https://pdfpiw.uspto.gov/.piw?docid=01572744&PageNum=1&IDKey=E12EFDC1DDCC&HomeUrl=http://patft.uspto.gov/netacgi/nph-Parser?Sect1=PTO1%2526Sect2=HITOFF%2526d=PALL%2526p=1%2526u=%25252Fnethtml%25252FPTO%25252Fsrchnum.htm%2526r=1%2526f=G%2526l=50%2526s1=1,572,744.PN.%2526OS=PN/1,572,744%2526RS=PN/1,572,744>, février 1926.
- [3] LES ANNALES DES MINES : Pierre Antoine Jean Sylvestre CHEVENARD (1888-1960). <http://Annales.org/archives/x/chevenard.html>.
- [4] SOCIÉTÉ DE COMMENTRY, FOURCHAMBAULT ET DECAZEVILLE : Procédé de traitement thermique des alliages à haute teneur en nickel et en chrome (additions d'aluminium, de cuivre et de silicium). Brevet d'invention No 698.724. <https://bases-brevets.inpi.fr/fr/document/FR698724/publications.html?p=6&s=1558346393819&cHash=80b6ec3876ddc732315af90210d5e329>, February 1931.
- [5] C. SIMS : A history of superalloys metallurgy for superalloy metallurgists. In S. REICHMANN, D. DUHL, G. MAURER, S. ANTOLOVICH et C. LUND, éditeurs : *Superalloys 1984*, pages 399–419. The Metallurgical Society), 1984.
- [6] F. WHITTLE : Improvements relating to the Propulsion of Aircrafts and other Vehicles. GB patent number 347,206A, avril 1931.
- [7] Y. BROCARD : Frank Whittle – Universalis. <http://www.universalis-edu.com/encyclopedie/frank-whittle/>.
- [8] NATIONAL AIR AND SPACE MUSEUM : Power Jets W.U. (Whittle Unit), Original Bench Test Version, 1937. [Photograph]. <https://airandspace.si.edu/collection-objects/power-jets-wu-whittle-unit-original-bench-test-version-1937-photograph>.
- [9] P. ENCYCLOPEDIA : Heinkel he 178. <https://www.plane-encyclopedia.com/wp-content/uploads/2018/06/He-178-1.jpg>.
- [10] M. GELL, D. DULL et A. GIAMEI : The development of single-crystal superalloy turbine blades. In *Superalloys 1980*, pages 205–214, Warrendale, PA, 1980. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [11] J. MANENC, J. BOURGEOT et H. de BOER : Structure et durcissement d'un alliage austénitique Fe - 30 % Ni - 5 % Nb. *Scripta Metallurgica*, 2 :453–458, 1968.

- [12] R. COZAR, G. RIGAUT et A. PINEAU : Durcissement par précipitation d'un alliage Fe - 30 % Ni - 9 % Ta. *Scripta Metallurgica*, 3(12) :883–886, 1969.
- [13] W. QUIST, R. TAGGART et D. POLONIS : The influence of iron and aluminum on the precipitation of metastable Ni₃Nb phases in the Ni-Nb system. *Metallurgical Transactions*, 2(3) :825–832, Mar 1971.
- [14] R. COZAR et A. PINEAU : Influence of the Co/Ni ratio on the γ' and γ'' precipitation in Fe-Ni-Co-Ta alloys. *Metallurgical Transactions*, 5(11) :2471–2472, Nov 1974.
- [15] H. EISELSTEIN : Metallurgy of a columbium-hardened nickel-chromium-iron alloy. In *Advances in the Technology of Stainless Steels and Related Alloys*, STP369, page 63. West Conshohocken, PA : ASTM International, 1965, 1965. <https://doi.org/10.1520/STP369-EB>.
- [16] ANR, SAFRANTECH, CEMEF MINES PARISTECH, INSTITUT P' : OPALE – Chaire industrielle ANR – Safran. <https://chaire-opale.cemef.mines-paristech.fr/>.
- [17] H. EISELSTEIN et J. GADBUT : Matrix-stiffened alloy, US patent number 3,160,500. <https://pdfpiw.uspto.gov/.piw?Docid=03160500&homeurl=http%3A%2F%2Fpatft.uspto.gov%2Fnetacgi%2Fnph-Parser%3FSect1%3DPTO1%2526Sect2%3DHITOFF%2526d%3DPALL%2526p%3D1%2526u%3D%25252Fnetahhtml%25252FPPTO%25252Fsrchnum.htm%2526r%3D1%2526f%3DG%2526l%3D50%2526s1%3D3160500.PN.%2526OS%3DPN%2F3160500%2526RS%3DPN%2F3160500&PageNum=&Rtype=&SectionNum=&idkey=NONE&Input=View+first+page>, décembre 1964.
- [18] AUBERT & DUVAL : AD730. https://bases-marques.inpi.fr/Typo3_INPI_Marques/marques_fiche_resultats.html?index=2&refId=3855482_201734_fm, 30 août 2011. Institut national de la propriété industrielle. Marque française. Numéro 3855482.
- [19] AUBERT & DUVAL : AD730. https://bases-marques.inpi.fr/Typo3_INPI_Marques/marques_fiche_resultats.html?index=1&refId=1106798_201908_tm, 13 décembre 2011. Institut national de la propriété industrielle. Marque française. Numéro 3855482.
- [20] SPECIAL METALS, INC. CORPORATION DELAWARE : Udimet trademark. <http://tmsearch.uspto.gov/bin/gate.exe?f=doc&state=4803:ukt0he.3.1>, octobre 1962. United States Patent and Trademark Office. Trademark. Serial number 72155660.
- [21] F. SCZERZENIE et G. MAURER : Development of Udimet 720 for High Strength Disk Applications. In S. REICHMANN, D. DUHL, G. MAURER, S. ANTOLOVICH et C. LUND, éditeurs : *Superalloys 1984*, pages 573–580. The Metallurgical Society, 1984.
- [22] A. DEVAUX, B. PICQUÉ, M. GERVAIS, E. GEORGES, T. POULAIN et P. HÉRITIER : AD730TM - a new nickel-based superalloy for high temperature engine rotative parts. In E. HURON, R. REED, M. HARDY, M. MILLS, R. MONTERO, P. PORTELLA et J. TELESMA, éditeurs : *12th International Symposium on Superalloys*, pages 911–919. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2012.
- [23] SPECIAL METALS CORPORATION : Inconel® alloy 625. <http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/alloys/inconel/inconel-alloy-625.pdf>, 2013.

- [24] L. M. SUAVE, J. CORMIER, P. VILLECHAISE, A. SOULA, Z. HERVIER, D. BERTHEAU et J. LAIGO : Microstructural evolutions during thermal aging of alloy 625 : Impact of temperature and forming process. *Metallurgical and Materials Transactions*, 45 :2963–2982, 2014.
- [25] M. LEGROS, G. DEHM, E. ARZT et T. BALK : Observation of giant diffusivity along dislocation cores. *Science*, 319 :1646–1649, 2008.
- [26] G. R. LOVE : Dislocation pipe diffusion. *Acta Metallurgica*, 12(6) :731–737, 1964.
- [27] E. HART : On the role of dislocations in bulk diffusion. *Acta Metallurgica*, 5 :597, 1957.
- [28] J. CAHN : Nucleation on dislocations. *Acta Metallurgica*, 5 :169–172, 1957.
- [29] C. DOLLINS : Nucleation on dislocations. *Acta Metallurgica*, 18 :1209–1215, 1970.
- [30] E. HORNBOKEN : The role of strain energy during precipitation of copper and gold from alpha iron. *Acta Metallurgica*, 10(5) :525–533, 1962.
- [31] J. BEE, A. JONES et P. HOWELL : The interaction of recrystallizing interfaces with intragranular precipitate dispersions in a nickel-base superalloy. *Journal of Materials Science*, 16 :1471–1476, 1981.
- [32] H. EISELSTEIN et D. TILLACK : The invention and definition of alloy 625. In E. LORIA, éditeur : *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 1–14, Warrendale, PA, 1991. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [33] C. THOMAS et P. TAIT : The performance of Alloy 625 in long-term intermediate temperature applications. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 59 :41–49, 1994.
- [34] C. VERNOT-LOIER et F. CORTIAL : Influence of heat treatments, microstructure and mechanical properties and corrosion behavior of alloy 625 forged rod. In E. LORIA, éditeur : *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 409–422, Warrendale, PA, 1991. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [35] V. SHANKAR, K. B. S. RAO et S. MANNAN : Microstructure and mechanical properties of Inconel® 625 superalloy. *Journal of Nuclear Materials*, 288(2) :222–232, 2001.
- [36] S. FLOREEN, G. FUCHS et W. YANG : The metallurgy of alloy 625. In E. LORIA, éditeur : *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 13–37, Warrendale, PA, 1994. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [37] X. REN, K. SRIDHARAN et T. ALLEN : Corrosion Behavior of Alloys 625 and 718 in Supercritical Water. *Corrosion*, 63 :603–612, 2007.
- [38] HEANJIA SUPER METAL CO. LTD. : Corrosion behavior of Inconel® 625, 2019.
- [39] V. SHANKAR, M. VALSAN, K. B. S. RAO et S. L. MANNAN : Room temperature tensile behavior of service exposed and thermally aged service exposed alloy 625. *Scripta Materialia*, 44(12) : 2703–2711, 2001.
- [40] J. RADAVIDICH et A. FORT : Effects of Long-Time Exposure in Alloy 625 at 1200° F, 1400° F and 1600° F. In E. LORIA, éditeur : *Superalloys 718, 625, and Various Derivatives*, pages 635–647, Warrendale, PA, 1994. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [41] H. PAI et M. SUNDARARAMAN : A comparison of the precipitation kinetics of γ particles in virgin and re-solutioned Alloy 625. In E. LORIA, éditeur : *Superalloys 718, 625, and Various Derivatives*, pages 487–495, Warrendale, PA, 2005. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).

- [42] P. PETRZAK, K. KOWALSKI et M. Blicharski : Analysis of Phase Transformations in Inconel® 625 Alloy during Annealing. *Acta Physica Polonica A*, 130 :1041–1044, 2016.
- [43] M. SUNDARARAMAN, L. KUMAR, G. E. PRASAD, P. MUKHOPADHYAY et S. BANERJEE : Precipitation of an intermetallic phase with Pt₂Mo-type structure in alloy 625. *Metallurgical and Materials Transactions*, 30(1) :41–52, 1999.
- [44] M. SUNDARARAMAN, P. MUKHOPADHYAY et S. BANERJEE : Influence of intermetallic phase precipitation during prolonged service in alloy 625 on its property. In E. LORIA, éditeur : *Superalloys 718, 625, and Various Derivatives*, pages 367–378, Warrendale, PA, 2001. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [45] H. TAWANCY : Precipitation characteristics of μ -phase in wrought nickel-base alloys and its effect on their properties. *Journal of Materials Science*, 31(15) :3929–3936, 1996.
- [46] C. CONDER, G. SMITH et J. RADAVICH : Microstructural and mechanical property characterization of aged Inconel® alloy 625LCF. In E. LORIA, éditeur : *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 447–458, Warrendale, PA, 1997. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [47] N. D. EVANS, P. J. MAZIASZ, J. P. SHINGLEDECKER et Y. YAMAMOTO : Microstructure evolution of alloy 625 foil and sheet during creep at 750°C. *Materials Science and Engineering : A*, 498(1) :412–420, 2008. International Conference on Recent Advances in Composite Materials (ICRACM 2007).
- [48] I. WILSON, R. GOURLEY, R. WALKOSAK et G. BRUCK : The effect of heat input on microstructure and cracking in alloy 625 weld overlays. In E. LORIA, éditeur : *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, page 725, Warrendale, PA, 05 1991. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [49] M. CIESLAK : The welding and solidification metallurgy of alloy 625. *Welding journal*, 70 :49s, 1991.
- [50] M. SUNDARARAMAN, R. KISHORE et P. MUKHOPADHYAY : Some aspects of the heterogeneous precipitation of the metastable γ'' phase in alloy 625. In E. LORIA, éditeur : *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 405–417, Warrendale, PA, 1994. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [51] N. ZHOU, D. LV, H. ZHANG, D. McALLISTER, F. ZHANG, M. MILLS et Y. WANG : Computer simulation of phase transformation and plastic deformation in IN718 superalloy : Microstructural evolution during precipitation. *Acta Materialia*, 65 :270–286, 2015.
- [52] L. M. SUAVE, D. BERTHEAU, J. CORMIER, P. VILLECHaise, A. SOULA, Z. HERVIER et J. LAIGO : Impact of microstructural evolutions during thermal aging of alloy 625 on its monotonic mechanical properties. *MATEC Web of conference*, 21 :21001, 2015.
- [53] M. SUNDARARAMAN, P. MUKHOPADHYAY et S. BANERJEE : Precipitation of the δ -Ni₃Nb phase in two nickel base superalloys. *Metallurgical Transactions A*, 19(3) :453–465, 1988.
- [54] S. AZADIAN, L.-Y. WEI et R. WARREN : Delta phase precipitation in Inconel® 718. *Materials Characterization*, 53(1) :7–16, 2004.
- [55] A. NIANG : *Contribution à l'étude de la précipitation des phases intermétalliques dans l'alliage 718*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2010.

- [56] M. ANDERSON, A.-L. THIELIN, F. BRIDIER, P. BOCHER et J. SAVOIE : δ Phase precipitation in Inconel® 718 and associated mechanical properties. *Materials Science and Engineering : A*, 679 :48–55, 2017.
- [57] Q. M. GUO, Z. TANG, LEI, G. L. XIE, J. HU et D. F. LI : The Extrusion Cracks of Inconel® 625 Superalloy Tubes Caused by the Primary MC Carbides. *In Basic Research of Materials*, volume 817 de *Materials Science Forum*, pages 550–555. Trans Tech Publications, 5 2015.
- [58] M. SUNDARARAMAN, P. MUKHOPADHYAY et S. BANERJEE : Carbide precipitation in nickel base superalloys 718 and 625 their effect on mechanical properties. *In E. LORIA, éditeur : Superalloys 718, 625, and Various Derivatives*, pages 367–378, Warrendale, PA, 1997. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [59] P. KONTIS, Z. LI, M. SEGERSÄLL, J. J. MOVERARE, R. C. REED, D. RAABE et B. GAULT : The role of oxidized carbides on thermal-mechanical performance of polycrystalline superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49(9) :4236–4245, 2018.
- [60] A. . DUVAL : Aubert et Duval - Alliage Base Nickel AD730. https://www.aubertduval.com/wp-media/uploads/sites/2/2017/06/AD730_FR.pdf.
- [61] EMOSCOPES / *DERIVATIVE WORK : M0TTY : https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Turbojet_operation-axial_flow-en.svg, 2009.
- [62] J. BROOKS et P. BRIDGES : Metallurgical stability of Inconel® alloy 718. *In S. REICHMANN, D. DUHL, G. MAURER, S. ANTOLOVICH et C. LUND, éditeurs : Superalloys 1988*, pages 33–42. The Metallurgical Society), 1988.
- [63] J. A. HEANEY, M. L. LASONDE, A. M. POWELL, B. J. BOND et C. M. O'BRIEN : Development of a New Cast and Wrought Alloy (René 65) for High Temperature Disk Applications. *In 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2014*, pages 67–77, 12 2014.
- [64] R. KENNEDY : Allvac® 718Plus TM , Superalloy for the Next Forty Years. *In E. LORIA, éditeur : Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, pages 1–14, Warrendale, PA, 2005. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [65] C. CUI, A. SATO, Y. GU, D. PING et H. HARADA : Phase stability and yield stress of Ni-base superalloys containing high Co and Ti. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(11) : 3183–3190, 2006.
- [66] C. DUCROCQ et A. L. and Y. HONNORAT : N 18, A New Damage Tolerant PM Superalloy for High Temperature Turbine Discs. *In S. REICHMANN, D. DUHL, G. MAURER, S. ANTOLOVICH et C. LUND, éditeurs : Superalloys 1988*, pages 63–72. The Metallurgical Society), 1988.
- [67] W.-D. CAO et R. KENNEDY : Role of Chemistry in 718-Alloys - ALLVAC 718Plus Alloy Development. *In K. GREEN, T. POLLOCK, H. HARADA, T. HOWSON, R. REED, J. SCHIRRA et S. WALSTON, éditeurs : Superalloys 2004*, pages 91–99, Warrendale, PA, 2004. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [68] G. MAURER, L. JACKMAN et J. DOMINGUE : Role of Cobalt in Waspaloy. *In Superalloys 1980*, pages 43–52, Warrendale, PA, 1980. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [69] G. BOUSE : eta and platelet phases in investment cast superalloys. *In R. KISSINGER, D. DEYE, D. ANTON, A. CETEL, M. NATHAL, T. POLLOCK et D. WOODFORD, éditeurs : Superalloys 1996*, pages 163–172, Warrendale, PA, 1996. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [70] C. SIMS et W. HAGEL : *The Superalloys*. John Wiley & Sons, New York, 1972.

- [71] A. DEVAUX, A. HELSTROFFER, J. CORMIER, P. VILLECHASSE, J. DOUIN, M. HANTCHERLI et F. PETTINARI-STURMEL : Effect of aging heat-treatment on mechanical properties of AD730TM superalloy. In E. OTT, A. BANIK, X. LIU, I. DEMPSTER, K. HECK, J. ANDERSSON, J. GROH, T. GABB, R. HELMINK et A. WUSATOWSKA-SARNEK, éditeurs : *Proceedings of the 8th International Symposium on Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, page 521, Warrendale, PA, septembre 2014. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [72] D. HELM et O. RÖDER : Influence of long-term exposure in air on microstructure, surface stability and mechanical properties. In T. POLLOCK, R. KISSINGER, R. BOWMAN, K. GREEN, M. MCLEAN, S. OLSON et J. SCHIRRA, éditeurs : *Superalloys 2000*, pages 487–493, Warrendale, PA, 2000. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [73] S. MAMXU, S. PATEL et J. DEBARBADILLO : Long term thermal stability of Inconel® alloys 718, 706, 909 and Waspaloy at 593 °C and 704 °C. In T. POLLOCK, R. KISSINGER, R. BOWMAN, K. GREEN, M. MCLEAN, S. OLSON et J. SCHIRRA, éditeurs : *Superalloys 2000*, pages 449–458, Warrendale, PA, 2000. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [74] L. THÉBAUD : *Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730*. Theses, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 07 2017.
- [75] S. VERNIER, J.-M. FRANCHET, C. DUMONT et N. BOZZOLO : A Mechanism Leading to γ' Precipitates with {111} Facets and Unusual Orientation Relationships to the Matrix in γ - γ' Nickel-Based Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49(9) :4308–4323, 2018.
- [76] F. MASOUMI, D. SHAHRIARI, M. JAHAZI, J. CORMIER et A. DEVAUX : Kinetics and mechanisms of γ' reprecipitation in a ni-based superalloy. *Scientific Reports*, 6 :28650, 2016.
- [77] F. MASOUMI, M. JAHAZI, D. SHAHRIARI et J. CORMIER : Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730TM Ni-based superalloy : Mechanisms and kinetics models. *Journal of Alloys and Compounds*, 658 :981–995, 2016.
- [78] C. BELLOT et P. LAMESLE : Quantitative measurement of gamma prime precipitates in two industrial nickel-based superalloys using extraction and high resolution SEM imaging. *Journal of Alloys and Compounds*, 570 :100–103, 2013.
- [79] A. HELSTROFFER : Optimisation du traitement thermique de vieillissement d'un superalliage base nickel pour disques de turbines aéronautiques. Stage de Master - Aubert & Duval, 2011.
- [80] T. POULAIN : Liens entre microstructure, traitements thermiques et caractéristiques mécaniques pour un nouveau superalliage base nickel. Stage de Master - Aubert & Duval, 2011.
- [81] D. LOCQ : Etude du superalliage C&W A&D AD730 - Résultats complémentaires avril 2015. Rapport Interne - ONERA, 2015.
- [82] D. LOCQ : Etude du superalliage C&W A&D AD730. Rapport Interne - ONERA, 2014.
- [83] P. BEARDMORE, R. DAVIES et T. JOHNSTON : On the temperature dependence of the flow stress of nickel-base alloys. *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, 245 :1537–1545, 1969.
- [84] R. RADIS, M. SCHAFFER, M. ALBU, G. KOTHLEITNER, P. PÖLT et E. KOZESCHNIK : Multimodal size distributions of γ' precipitates during continuous cooling of UDIMET 720 Li. *Acta Materialia*, 57(19) :5739–5747, 2009.

- [85] A. SINGH, S. NAG, J. HWANG, G. VISWANATHAN, J. TILEY, R. SRINIVASAN, H. FRASER et R. BANERJEE : Influence of cooling rate on the development of multiple generations of γ' precipitates in a commercial nickel base superalloy. *Materials Characterization*, 62(9) :878–886, 2011.
- [86] A. SINGH, S. NAG, S. CHATTOPADHYAY, Y. REN, J. TILEY, G. VISWANATHAN, H. FRASER et R. BANERJEE : Mechanisms related to different generations of γ' precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy. *Acta Materialia*, 61(1) :280–293, 2013.
- [87] F. SCHULZ, H. LI, H. KITAGUCHI, D. CHILD, S. WILLIAMS et P. BOWEN : Influence of Tertiary Gamma Prime (γ') Size Evolution on Dwell Fatigue Crack Growth Behavior in CG RR1000. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49 :3874–3884, 07 2018.
- [88] S. SEMIATIN, D. MAHAFFEY, N. LEVKULICH, O. SENKOV et J. TILEY : The effect of cooling rate on high-temperature precipitation in a powder-metallurgy, gamma/gamma-prime nickel-base superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49(12) :6265–6276, 2018.
- [89] S. VERNIER : *Évolution de la microstructure du superalliage base nickel AD730 au cours des opérations de forgeage industrielles*. Thèse de doctorat, PSL Research University, Mines ParisTech, 2018.
- [90] S. VERNIER, J.-M. FRANCHET, C. DUMONT, P. VENNÉGUÈS et N. BOZZOLO : γ' precipitates with a twin orientation relationship to their hosting grain in a γ - γ' nickel-based superalloy. *Scripta Materialia*, 153 :10 – 13, 2018.
- [91] J. GUARRIGUES : Algèbre et analyse tensorielles pour l'étude des milieux continus. <http://jean.garrigues.perso.centrale-marseille.fr/File/TenseursMMC.pdf>, 2018.
- [92] R. SALEHI, A. SAMADI et M. SAVADKOOHI : Influence of Etchants on Quantitative/Qualitative Evaluations of the γ' Precipitates in a Nickel-Base Superalloy. *Metallography, Microstructure, and Analysis*, 1(6) :290–296, 2012.
- [93] MATHWORKS® : Matlab - MathWorks. <https://www.mathworks.com/products/matlab.html>, 2019.
- [94] F. BACHMANN, R. HIELSCHER et H. SCHAEBEN : Texture Analysis with MTEX–Free and Open Source Software Toolbox. *Solid State Phenomena*, 160 :63–68, 2010.
- [95] MATHWORKS : Contrast-limited adaptive histogram equalization (CLAHE). https://fr.mathworks.com/help/images/ref/adapthisteq.html?searchHighlight=adapthisteq&s_tid=doc_srchttitle.
- [96] N. OTSU : A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms. *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics*, 9(1) :62–66, 1979.
- [97] MATHWORKS : Remove small objects from binary image. <https://fr.mathworks.com/help/images/ref/bwareaopen.html>.
- [98] MATHWORKS : Specify polygonal region of interest (ROI). https://fr.mathworks.com/help/images/ref/roipoly.html?searchHighlight=roipoly&s_tid=doc_srchttitle.
- [99] J. VENABLES et R. BIN-JAYA : Accurate microcrystallography using electron back-scattering patterns. *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics, Series 8*, 35 :1317–1332, 1977.

- [100] S. WRIGHT : A review of automated orientation imaging microscopy (oim). *Journal of Computer-Assisted Microscopy*, 5 :207–222, 1993.
- [101] A. WILKINSON, G. MEADEN et D. DINGLEY : High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns : New levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 106 :307–313, 2006.
- [102] A. ZISMAN : Choice of scalar measure for crystal curvature to image dislocation substructure in terms of discrete orientation data. *Journal of the Mechanical Behavior of Materials*, 25 :15–22, 2016.
- [103] F. RAM, S. ZAEFFERER, T. JÄPEL et D. RAABE : Error analysis of the crystal orientations and disorientations obtained by the classical electron backscatter diffraction technique. *Journal of Applied Crystallography*, 48 :797–813, 2015.
- [104] F. BACHMANN, R. HIELSCHER et H. SCHAE BEN : Grain detection from 2d and 3d EBSD data—Specification of the MTEX algorithm. *Ultramicroscopy*, 111(12) :1720–1733, 2011.
- [105] W. READ et W. SHOCKLEY : Dislocations models of crystals grains boundaries. *Physical Review*, 78 :275–289, 1950.
- [106] MATHWORKS : Histogram bin counts. <https://www.mathworks.com/help/matlab/ref/histcounts.html>.
- [107] D. SCOTT : On optimal and data-based histograms. *Biometrika*, 66 :605–610, 1979.
- [108] W. MATHWORLD : Standard deviation – from Wolfram MathWorld. <http://mathworld.wolfram.com/StandardDeviation.html>.
- [109] Git. <https://git-scm.com>.
- [110] P. HOUGH : Method and means for recognizing complex patterns, US patent number 3,069,654 A. [https://pdfpiw.uspto.gov/.piw?Docid=03069654&homeurl=http%3A%2F%2Fpatft.uspto.gov%2Fnetacgi%2Fnph-Parser%3FSect1%3DPTO2%2526Sect2%3DHITOFF%2526p%3D1%2526u%3D%25252Fnetahml%25252FPTO%25252Fsearch-adv.htm%2526r%3D1%2526f%3DG%2526l%3D50%2526d%3DPALL%2526S1%3D\(%2525223,069,654%252522.PN.\)%2526OS%3DPN%2F%2526RS%3D&PageNum=&Rtype=&SectionNum=&idkey=NONE&Input=View+first+page](https://pdfpiw.uspto.gov/.piw?Docid=03069654&homeurl=http%3A%2F%2Fpatft.uspto.gov%2Fnetacgi%2Fnph-Parser%3FSect1%3DPTO2%2526Sect2%3DHITOFF%2526p%3D1%2526u%3D%25252Fnetahml%25252FPTO%25252Fsearch-adv.htm%2526r%3D1%2526f%3DG%2526l%3D50%2526d%3DPALL%2526S1%3D(%2525223,069,654%252522.PN.)%2526OS%3DPN%2F%2526RS%3D&PageNum=&Rtype=&SectionNum=&idkey=NONE&Input=View+first+page), décembre 1962.
- [111] S. VILERT, C. MAURICE, C. WYON et R. FORTUNIER : Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD. *Journal of Microscopy*, 233 :290–301, 2009.
- [112] A. WILKINSON, G. MEADEN et D. DINGLEY : High resolution mapping of strains and rotations using electron backscatter diffraction. *Materials Science and Technology*, 22 :1271–1278, 2006.
- [113] A. WILKINSON, E. TARLETON, A. VILALTA-CLEMENTE, J. JIANG, B. T. BRITTON et D. COLLINS : Measurement of probability distributions for internal stresses in dislocated crystals. *Applied Physics Letters*, 105 :181907, 11 2014.
- [114] S. KALÁCSKA, I. GROMA, A. BORBÉLY et P. D. ISPÁNOVITY : Comparison of the dislocation density obtained by HR-EBSD and X-ray profile analysis. *Applied Physics Letters*, 110 :091912, 3 2017.
- [115] H. GAO, Y. HUANG, W. NIX et J. HUTCHINSON : Mechanism based strain gradient plasticity – I Theory. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47 :1239–1263, 1999.

- [116] L. KUBIN et A. MORTENSEN : Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity : a few critical issues. *Scripta Materialia*, 48 :119–125, 2003.
- [117] Q. LIU, D. JULL JENSEN et N. HANSEN : Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium. *Acta Materialia*, 46 :5819–5838, 1998.
- [118] J. NYE : Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, 1 :153–162, 1953.
- [119] E. KRÖNER : Der fundamentale Zusammenhang zwischen Versetzungsdichte und Spannungsfunktionen. *Zeitschrift für Physik*, 142 :463–475, 1955.
- [120] E. KRÖNER : Allgemeine Kontinuumstheorie der Versetzungen und Eigenspannungen. *Archive for Rational Mechanics and Analysis*, 4 :273–334, 1959.
- [121] B. BILBY, R. BULLOUGH et E. SMITH : Continuous distributions of dislocations : a new application of the methods of non-Riemannian geometry. *Proceedings of the Royal Society*, 231 :263–273, 1955.
- [122] R. BULLOUGH, J. SIMMONS et R. de WIT : *Fundamental aspects of dislocation theory*, volume 1 de *special Publication 317*, chapitre Linear theory of static disclinations, pages 651–680. National Bureau of Standards, Washington, DC, 1970.
- [123] S. DEBENDRANATH : Elastic continuum theories of lattice defects : a review. *Bulletin of Materials Science*, 6 :775–778, 1984.
- [124] C. FRESSENGEAS, V. TAUPIN et L. CAPOLUNGO : An elasto-plastic theory of dislocation and disclination fields. *International Journal of Solids and Structures*, 48 :3499–3509, 2011.
- [125] F. RAM, S. WRIGHT, S. SINGH et M. D. GRAEF : Error analysis of the crystal orientations obtained by the dictionary approach to ebsd indexing. *Ultramicroscopy*, 181 :17–26, 2017.
- [126] Y.-H. CHEN, S. U. PARK, D. WEI, G. NEWSTADT, M. JACKSON, J. P. SIMMONS, M. D. GRAEF et A. HERO : A dictionary approach to the EBSD indexing problem. *Microscopy and Microanalysis*, 21 :739–752, 02 2015.
- [127] A. WILKINSON, G. MEADEN et D. DINGLEY : High resolution mapping of strains and rotations using electron backscatter diffraction. *Materials Science and Technology*, 22 :1271–1278, 2006.
- [128] C. MOUSSA, M. BERNACKI, R. BESNARD et N. BOZZOLO : Statistical analysis of dislocations and dislocation boundaries from EBSD data. *Ultramicroscopy*, 179 :63–72, 2017.
- [129] M. KAMAYA : Assessment of local deformation using ebsd : Quantification of accuracy of measurement and definition of local gradient. *Ultramicroscopy*, 111 :1189–1199, 2011.
- [130] M. KUWAHARA, K. HACHIMURA, S. EIHO et M. KINOSHITA : Processing of RI-angiocardigraphic images. In K. P. JR. et M. ONOE, éditeurs : *Dial Processing of Biomedical Images*, pages 187–202. New York : Plenum, 1976.
- [131] P. GREEN et B. SILVERMAN : *Nonparametric Regression and Generalized Linear Models : A Roughness Penalty Approach*. Chapman & Hall/CRC, 1994.
- [132] R. HIELSCHER, C. B. SILBERMANN et E. SCHMIDL : Denoising of Crystal Orientation Maps, september 2018.
- [133] MTEX TOOLBOX : Smoothing of EBSD data. <http://mtextoolbox.github.io/files/doc/EBSDSmoothing.html>, 08 2018.

- [134] F. HUMPHREYS, P. BATE et P. HURLEY : Orientation averaging of electron backscattered diffraction data. *Journal of microscopy*, 201 :50–58, 2001.
- [135] Z. SHAHCHERAGHI, J. SEE et A. HALIN : Image abstraction using anisotropic diffusion symmetric nearest neighbor filter. In W. OOI, C. SNOEK, H. TAN, C. HO, B. HUET et C. NGO, éditeurs : *Advances in Multimedia Information Processing – PCM 2014*, pages 343–352, 15th Pacific Rim Conference on Multimedia, Kuching, Malaysia, 12 2014.
- [136] D. CHEN et J.-C. KUO : Bilateral filter based orientation smoothing of EBSD data. *Ultramicroscopy*, 110(10) :1297 – 1305, 2010.
- [137] P. KONIJNENBERG, S. ZAEFFERER et D. RAABE : Assessment of geometrically necessary dislocation levels derived by 3D EBSD. *Acta Materialia*, 99 :402–414, 2015.
- [138] T. HARDIN, B. ADAMS, D. FULLWOOD, R. WAGONER et E. HOMER : Estimation of the full Nye’s tensor and its gradients by micro-mechanical stereo-inference using EBSD dislocation microscopy. *International Journal of Plasticity*, 50 :146–157, 2013.
- [139] W. PANTLEON : Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction. *Computers, Materials and Continua*, 58 :994–997, 2008.
- [140] W. MATHWORLD : Frobenius Norm – from Wolfram MathWorld. <http://mathworld.wolfram.com/FrobeniusNorm.html>.
- [141] T. RUGGLES et D. FULLWOOD : Estimations of bulk geometrically necessary dislocation density using high resolution EBSD. *Ultramicroscopy*, 133 :8–15, 2013.
- [142] A. SINGH : *Mechanisms of ordered gamma prime precipitation in Nickel base superalloys*. Thèse de doctorat, University of North Texas, 2011.
- [143] W. MATHWORLD : Coefficient de corrélation – from Wolfram MathWorld. <http://mathworld.wolfram.com/CorrelationCoefficient.html>.
- [144] A. NICOLAÏ, J. FRANCHET, J. CORMIER, H. MANSOUR, M. D. GRAEF, A. SERET et N. BOZZOLO : Discrimination of dynamically and post-dynamically recrystallized grains based on EBSD data. application to inconel® 718. *Journal of Microscopy*, 273 :135–147, 2019.
- [145] Y. MEI, Y. LIU, C. LIU, C. LI, L. YU, Q. GAO et H. LI : Effects of cold rolling on the precipitation kinetics and the morphology evolution of intermediate phases in inconel® 718 alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 649 :949–960, 2015.
- [146] L. RONGBIN, Y. MEI, L. WENCHANG et H. XIANCHAN : Effects of cold rolling on precipitates in inconel® 718 alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 11(5) :504–508, 2002.
- [147] D. FOURNIER et A. PINEAU : Low cycle fatigue behavior of Inconel® 718 at 298 K and 823 K. *Metallurgical Transactions A*, 8(7) :1095–1105, Jul 1977.
- [148] M. CLAVEL, D. FOURNIER et A. PINEAU : Plastic zone sizes in fatigued specimens of INCO 718. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 6(12) :2305, Dec 1975.
- [149] H. QIN, Z. BI, H. YU, G. FENG, J. DU et J. ZHANG : Influence of stress on γ precipitation behavior in Inconel® 718 during aging. *Journal of Alloys and Compounds*, 740 :997–1006, 2018.
- [150] L. M. SUAVE : Étude métallurgique du vieillissement de l’Inconel® 625 et de ses répercussions sur les propriétés mécaniques. Rapport final de stage, Aircelle – groupe Safran, 2012.

- [151] C. F. for ADVANCED MICROSCOPY et MICROANALYSIS : Brief introduction to scanning electron microscopy (sem). <https://cfamm.ucr.edu/documents/sem-intro.pdf>.
- [152] A. DEVAUX, L. NAZÉ, R. MOLINS, A. PINEAU, A. ORGANISTA, J. GUÉDOU, J. UGINET et P. HÉRITIER : Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718. *Materials Science and Engineering*, 486 :117–122, 2008.
- [153] R. HOFFMAN : Anisotropy of Grain Boundary Self-Diffusion. *Acta Metallurgica*, 4 :97–98, 1954.
- [154] M. CHARPAGNE : *Microstructure evolutions of the Rene 65 superalloy during hot forging operations*. Thèse de doctorat, PSL Research University, Mines ParisTech, 2016.
- [155] A. P. TAFTI, A. B. KIRKPATRICK, Z. ALAVI, H. A. OWEN et Z. YU : Recent advances in 3D SEM surface reconstruction. *Micron*, 78 :54–66, 2015.
- [156] P. KONTIS, Z. LI, D. M. COLLINS, J. CORMIER, D. RAABE et B. GAULT : The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys. *Scripta Materialia*, 145 :76–80, 2018.
- [157] M.-A. CHARPAGNE, T. BILLOT, J.-M. FRANCHET et N. BOZZOLO : Heteroepitaxial recrystallization : A new mechanism discovered in a polycrystalline γ - γ' nickel based superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 688, 07 2016.
- [158] J. BEE, A. JONES et P. HOWELL : The development of the “necklace” structure in a powder-produced nickel-base superalloy. *Journal of Materials Science*, 15(2) :337–344, 1980.
- [159] THERMO-CALC SOFTWARE : Thermo-Calc, Nickel Base Superalloys database. Solna, Sweden.
- [160] T. GABB, D. BACKMANN, D. WEI, D. MOURER, D. FURRER, A. GARG et D. L. ELLIS : γ' formation in a Nickel-base disc superalloy. *In Superalloy 2000*, 01 2000.
- [161] S. J. YEOM, D. YOON et M. HENRY : The morphological changes of γ' precipitates in a Ni-8Al (wt pct) alloy during their coarsening. *Metallurgical Transactions A*, 24(9) :1975–1981, Sep 1993.
- [162] M. DOI : Coarsening Behaviour of Coherent Precipitates in Elastically Constrained Systems ;With Particular Emphasis on Gamma-Prime Precipitates in Nickel-Base Alloys. *Materials Transactions, JIM*, 33(7) :637–649, 1992.
- [163] M. DOI, T. MIYAZAKI et T. WAKATSUKI : The effects of elastic interaction energy on the γ' precipitate morphology of continuously cooled nickel-base alloys. *Materials Science and Engineering*, 74(2) :139–145, 1985.
- [164] R. RICKS, A. PORTER et R. ECOB : The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys. *Acta Metallurgica*, 31(1) :43–53, 1983.
- [165] A. HAZOTTE, T. GROSDIDIER et S. DENIS : γ' Precipitate splitting in Nickel-based superalloys : A 3-D finite element analysis. *Scripta Materialia*, 34(4) :601 – 608, 1996.
- [166] T. BRITTON et A. WILKINSON : Measurement of residual elastic strain and lattice rotations with high resolution electron backscatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 111(8) :1395–1404, 2011.
- [167] E. UNDERWOOD : *Quantitative Stereology*. Addison-Wesley Publishing Company, 1970.
- [168] K. SONG et M. AINDOW : Grain growth and particle pinning in a model Ni-based superalloy. *Materials Science and Engineering : A*, 479(1) :365–372, 2008.

- [169] A. PORTER et B. RALPH : Recrystallization of a nickel-base superalloy : Kinetics and microstructural development. *Materials Science and Engineering*, 59 :69–78, 1983.
- [170] V. RANDLE et B. RALPH : Interactions of grain boundaries with coherent precipitates during grain growth. *Acta Metalurgica*, 34 :891–898, 1986.
- [171] H. KREYE, E. HORNBOKEN et F. HOESNE : Recrystallization of supersaturated and plastically deformed solid solutions of nickel. *Physica Status Solidi*, 1 :97–108, 1970.
- [172] C. SMITH : Zener pinning. *Transactions of the Metallurgical Society of American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers*, pages 15–51, 1948.
- [173] E. NES, N. RYUM et O. HUNDERI : On the Zener drag. *Acta Metallurgica*, 33(1) :11–22, 1985.
- [174] M.-A. CHARPAGNE, J.-M. FRANCHET et N. BOZZOLO : Overgrown grains appearing during subsolvus heat treatment in a polycrystalline γ - γ' Nickel-based superalloy. *Materials & Design*, 144 :353 – 360, 2018.
- [175] A. PORTER et B. RALPH : The recrystallization of Ni-base superalloys. *Journal of Materials Science*, 16 :707–713, 1981.
- [176] R. DOHERTY : Role of interfaces in kinetics of internal shape changes. *Metal Science*, 16 :1–14, 1982.
- [177] J. W. GIBBS : On the Equilibrium of Heterogeneous Substances. *Transactions of the Connecticut Academy of Arts and Sciences*, 3 :108–248, 1875.
- [178] J. W. GIBBS : On the Equilibrium of Heterogeneous Substances. *Transactions of the Connecticut Academy of Arts and Sciences*, 3 :343–524, 1875.
- [179] J. THOMPSON : Theoretical considerations on the effect of pressure in lowering the freezing point of water. *Transactions of the Royal Society of Edinburgh*, 16 :575–580, 1849.
- [180] J. THOMPSON : On crystallization and liquefaction, as influenced by stresses tending to changes of form of crystals. *Proceedings of the Royal Society of London*, 11 :473–481, 1862.
- [181] J. THOMPSON : On the equilibrium at vapor at a curved surface of a liquid. *Philosophical Magazine*, 42 :448–452, 1871.
- [182] W. OSTWALD : Studien über die bildung und umwandlung fester körper. *Zeitschrift für physikalische Chemie*, 22 :289–330, 1897.
- [183] S. A. ARRHENIUS : Über die Dissociationswärme und den Einfluß der Temperatur auf den Dissociationsgrad der Elektrolyte. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 4 :96–116, 1889.
- [184] A. KOLMOGOROV : Statistical theory of crystallization of metals. *Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Mat*, 1 :355–359, 1937.
- [185] W. JOHNSON et R. MEHL : Reaction kinetics in processes of nucleation and growth. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 135 :416, 1939.
- [186] K. BARMAK : A commentary on : “reaction kinetics in processes of nucleation and growth”. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(11) :2711–2775, Nov 2010.
- [187] M. AVRAMI : Kinetics of Phase Change. I. General Theory. *The Journal of Chemical Physics*, 7 :1103–1112, 1939.

- [188] M. AVRAMI : Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei. *The Journal of Chemical Physics*, 8 :212, 1940.
- [189] M. AVRAMI : Kinetics of Phase Change. III. Granulation, Phase Change, and Microstructure. *The Journal of Chemical Physics*, 7 :177–184, 1941.
- [190] M. VOLMER et A. WEBER : Keimbildung in übersättigten Gebilden. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 119U :707–713, 1926.
- [191] M. BECKER et W. DÖRING : Kinetische Behandlung der Keimbildung in übersättigten Dämpfen. *Annalen der Physik*, 24 :719–752, 1935.
- [192] J. FRENKEL : Statistical Theory of Condensation Phenomena. *The Journal of Chemical Physics*, 7 :200–201, 1939.
- [193] J. FRENKEL : A General Theory of Heterophase Fluctuations and Pretransition Phenomena. *The Journal of Chemical Physics*, 7 :538–547, 1939.
- [194] Y. ZELDOVICH : On the theory of a new phase formation : Cavitation. *Acta physicochimica USSR*, 18 :1–22, 1943.
- [195] K. RUSSELL : *Phase transformations*, chapitre Nucleation on Solids, pages 219–268. American Society for Metals, 1968.
- [196] R. KAMPMANN et R. WAGNER : *Decomposition of alloys : the early stages*, chapitre Chapter Kinetics of precipitation in metastable binary alloys – theory and application to Cu–1.9 at% Ti and Ni–14 at% Al, pages 91–103. Pergamon Press, 1984.
- [197] P. MAUGIS, F. SOISSON et L. LAE : Kinetics of precipitation : comparison between Monte Carlo simulations, cluster dynamics and the classical theories. *Defect and diffusion Forum*, 237–240 :671–676, 2005.
- [198] C. ZENER : Theory of Growth of Spherical Precipitates from Solid Solution. *Journal of Applied Physics*, 20 :950–953, 1949.
- [199] I. LIFSHITZ et V. SLYOZOV : The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 19 :35–50, 1961.
- [200] C. WAGNER : Theorie der alterung von niederschlägen durch umlösen. *Zeitschrift für Elektrochemie*, 65 :581–594, 1961.
- [201] A. DESCHAMPS et Y. BRECHET : Influence of predeformation and ageing of an Al–Zn–Mg alloy—II. Modeling of precipitation kinetics and yield stress. *Acta Materialia*, 47 :293–305, 1998.
- [202] M. PEREZ, M. DUMONT et D. ACEVEDO-REYES : Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation. *Acta Materialia*, 56 :2119–2132, 2008.
- [203] R. KAMPMANN et R. WAGNER : *Materials Science and Technology : a comprehensive treatment*, chapitre Homogeneous second phase precipitation, pages 213–302. John Wiley & Sons Inc., 1991.
- [204] O. MYRH et O. GRONG : Modelling of non-isothermal transformations in alloys containing a particle distribution. *Acta Materialia*, 48 :1605–1615, 2000.

- [205] D. den OUDEN, F. VERMOLEN, L. ZHAO, C. VUIK et J. SIETSMA : Modelling of particle nucleation and growth in binary alloys under elastic deformation : An application to a Cu–0.95wt% Co alloy. *Computational Materials Science*, 50(8) :2397–2410, 2011.
- [206] D. DEN OUDEN, L. ZHAO, C. VUIK, J. SIETSMA et F. VERMOLEN : Modelling precipitate nucleation and growth with multiple precipitate species under isothermal conditions : Formulation and analysis. *Computational Materials Science*, 79 :933–943, 2013.
- [207] N. KAMP, A. SULLIVAN, R. TOMASI et J. ROBSON : Modelling Heterogeneous Precipitation in 7xxx Aluminium Alloys during Complex Processing. *Materials Science Forum*, 519-521 : 1435–1440, 07 2006.
- [208] M. DUMONT et A. DESCHAMPS : Characterization and modelling of precipitate evolution in an Al–Zn–Mg alloy during non-isothermal heat treatments. *Acta Materialia*, 51 :6077–6094, 2003.
- [209] P. MAUGIS et M. GOUNÉ : Kinetics of vanadium carbonitride precipitation in steel : A computer model. *Acta Materialia*, 53, 2007.
- [210] M. PEREZ, E. COURTOIS, D. ACEVEDO-REYES, T. EPICIER et P. MAUGIS : Precipitation of niobium carbonitrides in ferrite : chemical composition measurements and thermodynamic modelling. *Philosophical Magazine Letters*, 87 :645–656, 2007.
- [211] A. PERINI, G. JACUCCI et G. MARTIN : Cluster free energy in the simple cubic ising model. *Physical Review*, 29 :2689–2697, 1984.
- [212] L. LAÉ : *Etude de la précipitation en dynamique d'amas dans les alliages d'aluminium et dans les aciers*. Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Grenoble, 2007.
- [213] K. KELTON, A. GREER et C. THOMPSON : Transient nucleation in condensed systems. *Journal of Chemical Physics*, 79 :6261–6276, 1983.
- [214] F. CHRISTIEN et A. BARBU : Modeling of copper precipitation in iron during thermal aging and irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 324 :90–96, 2004.
- [215] E. CLOUET : Modeling of nucleation processes. In D. FURRER et S. SEMIATIN, éditeurs : *ASM Handbook, Fundamentals of Modeling for Metals Processing*, volume 22 de A, chapitre Fundamentals of the Modeling of Microstructure and Texture Evolution, pages 203–219. ASM International Handbook Committee, 2009.
- [216] J. ROWLINSON : Translation of J. D. van der Waals' "The thermodynamic theory of capillarity under the hypothesis of a continuous variation of density". *Journal of statistical physics*, 20 : 197–245, 1979.
- [217] V. GINZBURG et L. LANDAU : Toward the superconductivity theory. *Zhurnal Eksp. Yheoret. Physics*, 29 :1064–1082, 1950.
- [218] J. CAHN et J. HILLIARD : Free Energy of a Nonuniform System. I. Interfacial Free Energy. *The Journal of Chemical Physics*, 28(2) :258–267, 1958.
- [219] Y. JI, B. GHAFARI, M. LI et L.-Q. CHEN : Phase-Field Modeling of θ' Precipitation Kinetics in W319 Alloys. In P. MASON, C. FISHER, R. GLAMM, M. MANUEL, G. SCHMITZ, S. AMARENDRA K. et A. STRACHAN, éditeurs : *Proceedings of the 4th World Congress on Integrated Computational Materials Engineering (ICME 2017)*, pages 293–304, Cham, 2017. Springer International Publishing.

- [220] Y. ZHANG, J. WANG, Y. YANG, G. YANG et Y. ZHOU : Phase-Field Simulation of the Elastic Effect on the Transformation Kinetics in Precipitation. *Materials Transactions*, 49 :133–138, 2008.
- [221] B. ALDER et T. WAINWRIGHT : Studies in Molecular Dynamics. I. General Method. *The Journal of Chemical Physics*, 31 :459–466, 1959.
- [222] C. BECQUART et M. PEREZ : Dynamique moléculaire appliquée aux matériaux. <http://michel.perez.net.free.fr/Becquart10.pdf>.
- [223] I. VOLGIN, S. LARIN, A. LYULIN et S. LYULIN : Coarse-grained molecular-dynamics simulations of nanoparticle diffusion in polymer nanocomposites. *Polymer*, 145 :80–87, 2018.
- [224] F. ZIRKELBACH, J. LINDNER, K. NORDLUND et B. STRITZKER : Molecular dynamics simulation of defect formation and precipitation in heavily carbon doped silicon. *Materials Science and Engineering : B*, 159-160 :149–152, 2009. EMRS 2008 Spring Conference Symposium K : Advanced Silicon Materials Research for Electronic and Photovoltaic Applications.
- [225] A. TAKAHASHI et Y. TERADA : Molecular Dynamics Simulation of Dislocation- γ -Precipitate Interactions in γ' -Precipitates. In *Fracture and Strength of Solids VII*, volume 462 de *Key Engineering Materials*, pages 425–430. Trans Tech Publications, 4 2011.
- [226] N. METROPOLIS, A. ROSEMBLUM, M. ROSENBLUTH, A. TELLER et E. TELLER : Equations of State Calculations by Fast Computing Machines. *Journal of Chemical Physics*, 21 :1087–1092, 1953.
- [227] J. LÉPINOUX et C. SIGLI : Precipitate growth in concentrated binary alloys : a comparison between kinetic Monte Carlo simulations, cluster dynamics and the classical theory. *Philosophical Magazine*, 93(23) :3194–3215, 2013.
- [228] M. PEREZ : Approche multi-échelle de la précipitation. Rapport technique, École doctorale matériaux de Lyon, université de Lyon, 2007. mémoire d’habilitation à diriger des recherches.
- [229] H. AARONSON et K. KINSMAN : The volume free energy change associated with precipitate nucleation. *Scripta Metallurgica*, 4 :101–106, 1970.
- [230] D. BARNETT : The strain energy of a coherent ellipsoidal precipitate. *Scripta Metallurgica*, 8 :1447–1450, 1974.
- [231] M. PEREZ, M. DUMONT et D. ACEVEDO-REYES : Corrigendum to “Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation” [*Acta Materialia* 56 (2008) 2119–2132]. *Acta Materialia*, 57 :1318, 2009.
- [232] S. ZHAO, X. XIE, G. D. SMITH et S. J. PATEL : Gamma prime coarsening and age-hardening behaviors in a new nickel base superalloy. *Materials Letters*, 58(11) :1784–1787, 2004.
- [233] W. KOCH et S. FRIEDLANDER : Particle growth by coalescence and agglomeration. *Journal of Aerosol Science*, 21 :S73–S76, 1990. Proceedings of the 1990 European Aerosol Conference.
- [234] J. TIEN et S. COPLEY : The effect of uniaxial stress on the periodic morphology of coherent gamma prime precipitates in nickel-base superalloy crystals. *Metallurgical Transactions*, 2(1) : 215–219, Dec 1971.
- [235] I. SVETLOV, B. GOLOVKO, A. EPISHIN et N. ABALAKIN : Diffusional mechanism of γ -phase particles coalescence in single crystals of nickel-base superalloys. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 26(9) :1353–1358, 1992.

- [236] S. TANG, L. K. NING, X. ZHENG et Z. ZHENG : Coarsening behavior of gamma prime precipitates in a nickel based single crystal superalloy. *Journal of Materials Science & Technology*, 32 :172–176, 10 2015.
- [237] Y. H. WEN, J. P. SIMMONS et C. WOODWARD : Local interface effects on coalescence kinetics in ni-base alloys. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 18(5) :055002, apr 2010.
- [238] S. SALTYSKOV : The determination of the size distribution of particles in an opaque material from a measurement of the size distribution of their sections. In H. ELIAS, éditeur : *Stereology*, pages 163–173, Berlin, Heidelberg, 1967. Springer Berlin Heidelberg.
- [239] F. LÁSZLO : . *JISI*, 164 :5, 1950.
- [240] D. BARNETT : On nucleation of coherent precipitates near edge dislocations. *Scripta Metallurgica*, 5(4) :261 – 266, 1971.
- [241] E. KRÖNER : Über die berechnung der verzerrungsenergie bei keimbildung in kristallen. *Acta Metallurgica*, 2(2) :302–309, 1954.
- [242] S. ONAKA, T. FUJII et M. KATO : The elastic strain energy of a coherent inclusion with deviatoric misfit strains. *Mechanics of Materials*, 20(4) :329–336, 1995.
- [243] J. D. ESHELBY : The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society A*, 241 :376–396, 1957.
- [244] J. D. ESHELBY : The elastic field outside an ellipsoidal inclusion. *Proceedings of the Royal Society A*, 252 :561–569, 1959.
- [245] J. CHENOT, P. BOUCHARD, L. FOURMENT, P. LASNE et E. ROUX : Optimization of metal forming processes for improving final mechanical strength. In E. OÑATE, D. OWEN, D. PERIC et B. SUÁREZ, éditeurs : *XI International Conference on Computational Plasticity. Fundamentals and Applications*, 09 2011.
- [246] P. MUKHERJEE, A. SARKAR et P. BARAT : Lattice Misfit Measurement in Inconel® 625 by X-Ray Diffraction Technique. *International Journal of Modern Physics B*, 22 :3977–3985, 2008.
- [247] H. YASUDA, T. TAKASUGI et M. KOIWA : Elasticity of Ni-based L12-type intermetallic compounds. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40 :381–287, 1992.
- [248] C. CAMPBELL, W. BOETTINGER et U. KATTNER : Development of a diffusion mobility database for Ni-base superalloys. *Acta Materialia*, 50(4) :775–792, 2002.
- [249] A. ARDELL : An application of the theory of particle coarsening : The γ' precipitate in Ni–Al alloys. *Acta Metallurgica*, 16 :511–516, 04 1968.
- [250] Z. K. LOW, T. CHAISE, D. BARDEL, S. CAZOTTES, P. CHAUDET, M. PEREZ et D. NELIAS : A novel approach to investigate delta phase precipitation in cold-rolled 718 alloys. *Acta Materialia*, 156 :31–42, 2018.
- [251] A. NICOLAÏ : *Microstructure et propriétés de l’Inconel 718 DA forgé en presse à vis dans le domaine subsolvus*. Thèse de doctorat, PSL Research University, Mines ParisTech, 2019.
- [252] TESCAN : FERA3 | TESCAN. <https://www.tescan.com/fr/technologie/meb-fib/fera3>.

- [253] BRUKER : Bruker Introduces New Generation of EBSD Detectors and Software for Advanced Post-Processing and Visualization of 3D EBSD/EDS Data Cubes. <https://www.bruker.com/fr/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/eds-wds-ebd-sem-micro-xrf-and-sem-micro-ct/quantax-ebd/esprit-qube.html>.
- [254] MAX-PLANCK-INSTITUT FÜR EISENFORSCHUNG GMBH : Atom Probe Tomography – Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH. https://www.mpie.de/2890898/atom_probe_tomography.
- [255] L. MAIRE : A new topological approach for the mean field modeling of dynamic recrystallization., 2018.
- [256] LUDOVIC MAIRE AND JULIEN FAUSTY AND MARC BERNACKI AND NATHALIE BOZZOLO AND P. DE MICHELI AND CHARBEL MOUSSA : A new topological approach for the mean field modeling of dynamic recrystallization, 2018.
- [257] M. ZOUARI, N. BOZZOLO et R. LOGÉ : Mean field modelling of dynamic and post-dynamic recrystallization during hot deformation of inconel 718 in the absence of δ phase particles. *Materials Science and Engineering : A*, 655, 01 2016.
- [258] O. BELTRAN, K. HUANG et R. LOGÉ : A mean field model of dynamic and post-dynamic recrystallization predicting kinetics, grain size and flow stress. *Computational Materials Science*, 102 :293–303, 2015.
- [259] P. BERNARD, S. BAG, K. HUANG et R. LOGÉ : A two-site mean field model of discontinuous dynamic recrystallization. *Materials Science and Engineering A*, 528 :7357–7367, 09 2011.
- [260] A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : Influence de la densité de dislocations sur la précipitation durcissante dans l’Inconel® 625. La métallurgie : Quel avenir !, conférence organisée par la SF2M, Saint-Étienne, France, 27 juin–1er juillet 2016.
- [261] A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : Influence de la densité de dislocations sur la précipitation durcissante dans l’Inconel® 625. Journées annuelles de la SF2M, Villeurbanne, France, 23–27 octobre 2017.
- [262] A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : On the coupling between recrystallization and precipitation following hot deformation in a γ - γ' nickel-based superalloy. Third European Symposium on Superalloys and their Applications, 9–13 septembre 2018.
- [263] A. SERET, A. NICOLAÏ, J.-M. FRANCHET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : Lissage de cartographies EBSD pour quantifier la densité de dislocations géométriquement nécessaires – Application à la différenciation de différents types de grains recristallisés dans l’Inconel® 718. La métallurgie : Quel avenir !, conférence organisée par la SF2M, Nancy, France, 8–12 avril 2019.
- [264] A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI, J. SIGNORELLI et N. BOZZOLO : Estimation of geometrically necessary dislocation density from filtered EBSD data by a local linear adaptation of smoothing splines (LLASS). *Journal of Applied Crystallography*, 52, 2019.
- [265] A. SERET, C. MOUSSA, M. BERNACKI et N. BOZZOLO : On the Coupling between Recrystallization and Precipitation Following Hot Deformation in a γ - γ' Nickel-Based Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49 :4199–4213, 2018.
- [266] S. HOLMES : Sums of Continuous Random Variables. <http://statweb.stanford.edu/~susan/courses/s116/node114.html>.

Annexe A

Théorie continue des dislocations

Ce chapitre présente la théorie continue des dislocations considérée dans le chapitre 3. La théorie présentée est celle considérée par Fressengeas *et al.* [124] et se base sur la théorie élastique des défauts de deWit [122]. Les définitions de cette théorie utilisée dans la thèse sont rappelées ici.

Les quantités suivantes sont des fonctions définies sur le domaine matériel considéré *i.e.* des champs. Les quantités vectorielle possèdent une flèche et les tenseurs de rang 2 et 3 sont soulignés 2 et 3 fois, respectivement.

on considère une transformation du domaine matériel. Le déplacement est \vec{u} . la distorsion $\underline{\underline{\beta}}$ est définie comme le gradient du déplacement :

$$\underline{\underline{\beta}} = \underline{\underline{\text{grad}}} \vec{u}. \quad (\text{A.1})$$

et est par définition un gradient, donc son rotationnel est nul :

$$\underline{\underline{\text{curl}}} \underline{\underline{\beta}} = \underline{\underline{0}}. \quad (\text{A.2})$$

Mathématiquement, il s'agit d'une conséquence du théorème de Stokes. Physiquement, cela signifie que la transformation ne crée pas de fissure. Or, l'objectif est pourtant de modéliser la physique des dislocations qui sont, par définition, des fautes de fermetures dans le cristal. Pour cela, l'idée est de scinder la distorsion (de rotationnel nul) en deux termes, élastique et plastique, dont le rotationnel n'est pas nécessairement nul. Ainsi, la distorsion élastique $\underline{\underline{\beta}}_{\text{el}}$ et la distorsion plastique $\underline{\underline{\beta}}_{\text{pl}}$ vérifient :

$$\underline{\underline{\beta}} = \underline{\underline{\beta}}_{\text{el}} + \underline{\underline{\beta}}_{\text{pl}}. \quad (\text{A.3})$$

Le tenseur de GND $\underline{\underline{\alpha}}_{\text{GND}}$ est défini par Kröner [119] comme :

$$\underline{\underline{\alpha}}_{\text{GND}} = -\underline{\underline{\text{curl}}} \underline{\underline{\beta}}_{\text{pl}}. \quad (\text{A.4})$$

En combinant les équations A.3 et A.4, le tenseur de GND peut s'écrire en fonction de la distorsion élastique :

$$\underline{\underline{\alpha}}_{\text{GND}} = \underline{\underline{\text{curl}}} \underline{\underline{\beta}}_{\text{el}}. \quad (\text{A.5})$$

La déformation élastique $\underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{el}}$ est définie comme la partie symétrique de la distorsion élastique :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{el}} = \text{sym} \underline{\underline{\beta}}_{\text{el}}. \quad (\text{A.6})$$

La rotation élastique $\underline{\underline{\omega}}_{\text{el}}$ est définie comme la partie antisymétrique de la distorsion élastique :

$$\underline{\underline{\omega}}_{\text{el}} = \text{antisym} \underline{\underline{\beta}}_{\text{el}}. \quad (\text{A.7})$$

Le *vecteur* rotation élastique $\vec{\omega}_{el}$ est défini comme le vecteur adjoint à la rotation élastique :

$$\vec{\omega}_{el} = \underline{\underline{\epsilon}} \cdot \underline{\underline{\omega}}_{el}. \quad (A.8)$$

où $\underline{\underline{\epsilon}}$ est le tenseur de permutation de Levi-Civita de rang 3.

La courbure élastique $\underline{\underline{\kappa}}_{el}$ est définie comme le gradient du vecteur rotation élastique :

$$\underline{\underline{\kappa}}_{el} = \underline{\underline{\text{grad}}} \vec{\omega}_{el}. \quad (A.9)$$

En combinant les équations A.5, A.6 et A.7, le tenseur de GND peut s'écrire en fonction de la déformation élastique et de la courbure élastique :

$$\underline{\underline{\alpha}}_{\text{GND}} = \underline{\underline{\text{curl}}} \underline{\underline{\epsilon}}_{el} - \left(\text{tr} \underline{\underline{\kappa}}_{el} \right) \cdot \underline{\underline{I}} + \underline{\underline{\kappa}}_{el}^T. \quad (A.10)$$

Annexe B

Résolution matricielle du filtre LLASS

La définition du filtre LLASS (équation 3.30) est convertie en un système linéaire dont la solution de moindres carrés est le bruit calculé par le filtre qui permet de calculer l'orientation filtrée. Ce chapitre détaille cette conversion.

La procédure suivante est répétée cristallite par cristallite.

On note n le nombre de points où l'orientation est indexée dans la cristallite. On définit la matrice du bruit calculé par le filtre en \vec{x} $\Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x})$ comme la matrice du bruit en \vec{x} $\theta_{\text{bruit}}(\vec{x})$ écrit comme une ligne de 3 colonnes. Définissons ensuite la matrice du bruit calculé par le filtre sur la cristallite $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ comme la matrice à n lignes et 3 colonnes construite en empilant verticalement les $\Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x})$ où \vec{x} parcourt les points de la grille dans la cristallite. En conséquence, trouver le bruit calculé par le filtre sur la cristallite θ_{bruit} équivaut à trouver la matrice du bruit calculé par le filtre sur la cristallite $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$.

Dans ce chapitre, on montre que la définition du filtre LLASS (équation 3.30) peut être reformulée comme la résolution de moindres carrés d'un système linéaire. En d'autres, nous montrons que le filtre LLASS est équivalent à l'existence de deux matrices \mathbf{T} (pour *target*) et \mathbf{S} (pour *system*), et au au calcul de $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ de manière afin de minimiser

$$\|\mathbf{T} - \mathbf{S} \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}\|^2. \quad (\text{B.1})$$

Les matrices \mathbf{T} et \mathbf{S} sont explicitement définies par les équations B.9 et B.14 respectivement.

Remplaçons dans la définition du filtre LLASS (équation 3.30) le carré du résidu total local par sa définition (équation 3.29). Ainsi la définition du filtre LLASS (équation 3.30) est équivalente à calculer la matrice du bruit sur la cristallite $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\sum_{\vec{x} \in \text{cristallite}} \|\theta_{\text{noise filt}}(\vec{x})\|^2 + \left\| \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot (\Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) - \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x})) \right\|^2, \quad (\text{B.2})$$

et, en développant, est équivalente à trouver $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\sum_{\vec{x} \in \text{cristallite}} \|\theta_{\text{noise filt}}(\vec{x})\|^2 + \left\| \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \right\|^2. \quad (\text{B.3})$$

De plus, comme la matrice fu bruit $\Theta_{\text{bruit LLASS}}$ est simplement définie comme l'empilement vertical des matrices du bruit écrites en ligne pour toute la cristallite, nous avons $\|\Theta_{\text{bruit LLASS}}\|^2 = \|\theta_{\text{bruit}}\|^2$, donc le filtre LLASS est réécrit uniquement en fonction de normes de matrices, et est équivalent à calculer à trouver $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\sum_{\vec{x} \in \text{cristallite}} \|\Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x})\|^2 + \left\| \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \right\|^2. \quad (\text{B.4})$$

Les deux matrices $\Theta_{\text{bruit LLASS}}$ et $\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x})$ ont 3 colonnes donc peuvent être empilées verticalement. Cela permet de réécrire le terme dans l'équation B.4 en remplaçant les deux normes par celle d'une seule matrice. Le filtre LLASS est ainsi équivalent à trouver $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\sum_{\vec{x} \in \text{cristallite}} \left\| \begin{pmatrix} \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}) \\ \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}) \end{pmatrix} \right\|^2. \quad (\text{B.5})$$

Il est possible dans l'équation B.5 de supprimer la somme sur la cristallite en empilant verticalement les matrices qui composent les termes de cette somme. Pour cela, définissons, pour tout i dans $\{1; 2; 3; \dots; n-2; n-1; n\}$, \vec{x}_i comme la position du i -ème point de la cristallite. Ainsi le filtre LLASS est équivalent à trouver $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\left\| \begin{pmatrix} \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_1) \\ \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_1) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \\ \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_2) \\ \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_2) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \\ \vdots \\ \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_n) \\ \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_n) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \end{pmatrix} \right\|^2, \quad (\text{B.6})$$

et, en les réordonnant verticalement, est équivalent à trouver $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\left\| \begin{pmatrix} \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_1) \\ \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_2) \\ \vdots \\ \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_n) \\ \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_1) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \\ \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_2) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \\ \vdots \\ \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_n) - \mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \end{pmatrix} \right\|^2, \quad (\text{B.7})$$

puis, en scindant en deux termes, le premier dépendant du bruit à trouver et le second qui en est indépendant, est équivalent à trouver $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\left\| \begin{pmatrix} \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_1) \\ \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_2) \\ \vdots \\ \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_n) \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \\ \vdots \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} \mathbf{0}_{n3} \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \\ \vdots \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \end{pmatrix} \right\|^2, \quad (\text{B.8})$$

où $\mathbf{0}_{n3}$ est la matrice nulle à n lignes et 3 colonnes.

Définissons alors \mathbf{T} comme le seconde terme *i.e.* celui indépendant du bruit à trouver de l'expression B.8 :

$$\mathbf{T} = \begin{pmatrix} \mathbf{0}_{n3} \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \\ \vdots \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \end{pmatrix}. \quad (\text{B.9})$$

Alors \mathbf{T} peut être calculé à partir des de la cartographie d'orientation brute sur la cristallite, par exemple en parcourant les points $(\vec{x}_i)_{i \in \{1;2;3;\dots;n-2;n-1;n\}}$ et en définissant leur voisinage pour calculer (1) les matrices locales de position relative $\Delta \mathbf{X}^{\text{loc}}(\vec{x}_i)$, (2) les matrices $\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_i)$ (équation 3.12) et les matrices de désorientation locale $\Theta^{\text{loc}}(\vec{x}_i)$. Le but est désormais de manipuler l'autre terme (le premier) dans l'expression B.8 pour l'écrire sous la forme $\mathbf{S} \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$. Cette matrice est composée de deux parties : (1) une partie associée à la fidélité à la cartographie d'orientation brute est $(\Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_i))_{i \in \{1;2;3;\dots;n-2;n-1;n\}}$ et (2) une partie associée au lissage de la cartographie d'orientation brute $(\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_i))_{i \in \{1;2;3;\dots;n-2;n-1;n\}}$.
 Concernant la partie associée à la fidélité, nous avons :

$$\begin{pmatrix} \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_1) \\ \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}) \\ \vdots \\ \Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_n) \end{pmatrix} = \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}} = \mathbf{I}_n \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}} \quad (\text{B.10})$$

qui est la forme recherchée.

Le cas de la partie associée au lissage est plus complexe, notamment car les matrices locales du bruit $(\Theta_{\text{bruit LLASS}}(\vec{x}_i))_{i \in \{1;2;3;\dots;n-2;n-1;n\}}$ sont impliquées, et pas directement la matrice du bruit sur la cristallite $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$. La difficulté consiste ici à passer des matrices locales du bruit, qui sont associées aux voisinages des points, à la matrice du bruit sur la cristallite, qui considère une unique fois chaque point de la cristallite. Pour cela, nous définissons la matrice de voisinage en \vec{x}_i $\mathbf{N}(\vec{x}_i)$ comme la matrice à n lignes et n colonnes, avec des 0 partout sauf un 1 sur chaque ligne, où la colonne de ce 1 est définie comme suit. Pour la l -ième ligne, trouver l'id $c(l)$ dans la cristallite du l -ième voisin de \vec{x} , la colonne du 1 est alors $c(l)$. Ainsi, la matrice de voisinage $\mathbf{N}(\vec{x}_i)$ relie la matrice du bruit sur la cristallite $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ et la matrice locale du bruit $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_i)$:

$$\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{loc}}(\vec{x}_i) = \mathbf{N}(\vec{x}_i) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}} \quad (\text{B.11})$$

Nous réécrivons alors l'expression B.8 en (1) insérant \mathbf{T} et (2) les matrices locales du bruit en fonction de la matrice du bruit sur la cristallite $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ en utilisant les matrices de voisinage. Cela permet d'écrire l'expression B.8 uniquement en fonction de la quantité à trouver $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$. Ainsi, le filtre LLASS est équivalent à calculer $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\left\| \begin{pmatrix} \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}} \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \mathbf{N}(\vec{x}_1) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}} \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \mathbf{N}(\vec{x}_2) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}} \\ \vdots \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \mathbf{N}(\vec{x}_n) \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}} \end{pmatrix} - \mathbf{T} \right\|^2 \quad (\text{B.12})$$

Factorisons par $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$. La filtre LLASS est alors équivalent à trouver $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\left\| \begin{pmatrix} \mathbf{I}_n \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \mathbf{N}(\vec{x}_1) \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \mathbf{N}(\vec{x}_2) \\ \vdots \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \mathbf{N}(\vec{x}_n) \end{pmatrix} \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}} - \mathbf{T} \right\|^2 \quad (\text{B.13})$$

Définissons la matrice \mathbf{S} comme suit :

$$\mathbf{S} = \begin{pmatrix} \mathbf{I}_n \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_1) \cdot \mathbf{N}(\vec{x}_1) \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_2) \cdot \mathbf{N}(\vec{x}_2) \\ \vdots \\ -\mathbf{M}_{\Theta \rightarrow \mathbf{R}}^{\text{loc}}(\vec{x}_n) \cdot \mathbf{N}(\vec{x}_n) \end{pmatrix} \quad (\text{B.14})$$

Au final, le filtre LLASS est équivalent à trouver $\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}$ afin de minimiser

$$\|T - S \cdot \Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}}\|^2. \quad (\text{B.15})$$

Nous avons ainsi atteint l'objectif recherché de cette section. Nous pouvons cependant poursuivre pour détailler comment résoudre cette minimisation.

Définissons S^+ comme l'inverse de Moore-Penrose de S . La solution de la minimisation de la quantité B.15 – c'est-à-dire du filtre LLASS – est la suivante :

$$\Theta_{\text{bruit LLASS}}^{\text{cri}} = S^+ \cdot T. \quad (\text{B.16})$$

Dans l'implémentation sous Matlab+MTEX développée pendant la thèse, S^+ n'est pas calculé car une méthode plus rapide pour minimiser la quantité est d'utiliser l'opérateur « \backslash » de Matlab qui fournit naturellement la solution de moindres carrés.

Annexe C

Modèle d'agglomération équivalente : calcul du nombre d'agglomérations et validation en champ complet

Cette annexe se compose de deux sections. La première section présente le calcul du nombre N_V^{agg} d'agglomérations de précipités par unité de volume de matériau au cours d'un pas de temps. Il s'agit de l'équation 6.40 en page 153, dont les notations définies dans la section correspondantes sont reprises dans cette annexe. La seconde section présente la vérification de ce calcul qui constitue une approche champ moyen par une simulation en champ complet.

C.1 Calcul du nombre d'agglomérations

Pour calculer N_V^{agg} , l'idée est de considérer que l'évolution des précipités au cours du pas de temps s'opère en deux étapes successives. D'abord les précipités évoluent en taille, puis de nouveaux précipités germent instantanément. Cette notion d'instantanéité peut être contestée puisque les précipités réclament un délai pour passer de la phase instable au rayon critique où ils sont instables au rayon de germination où ils sont stables (section 6.3.1.1 et équations 6.5 et 6.6). Ce délai est modélisé par le temps d'incubation (équation 6.16). Cependant, les effets de ce délai sont déjà pris en compte dans la vitesse volumique de germination.

La décomposition en deux étapes de l'évolution des précipités au cours du pas de temps présente un avantage pratique. Comme les précipités qui germent sont considérés comme apparaissant à la fin du pas de temps, ils n'interagissent pas avec ceux qui grossissent. On s'affranchit ainsi des précipités qui germent dans le raisonnement qui s'en trouve simplifié. Enfin, on suppose qu'une agglomération met en jeu exactement deux précipités. Dans la suite de l'annexe, on note $\mathbb{P}(\mathcal{E})$ la probabilité d'un événement \mathcal{E} . On précise également que les notions de proximité *i.e.* les distances se réfèrent aux centres des précipités.

En se basant sur cette idée, et comme les centres des sphères modélisant les précipités sont disposés aléatoirement et indépendamment, on exprime $N_V^{\text{p,agg}}$ comme le produit de deux facteurs. Le premier facteur est la probabilité $\mathbb{P}(\mathcal{R})$ pour un précipité qu'il en rencontre un autre au cours du pas de temps du fait de leur croissance. Cette probabilité est commune à tous les précipités. Le second facteur est le nombre $\frac{N_V^{\text{p}}}{2}$ d'agglomérations produites lorsqu'un précipité en rencontre un autre. Le facteur $\frac{1}{2}$ tient compte du fait que deux précipités se rencontrant comptabilisent deux rencontres mais une seule agglomération.

$$N_V^{\text{p,agg}} = \mathbb{P}(\mathcal{R}) \cdot \frac{N_V^{\text{p}}}{2}. \quad (\text{C.1})$$

L'objectif est donc d'exprimer $\mathbb{P}(\mathcal{R})$. Pour cela, on se place d'abord au début du pas de temps et on considère un précipité particulier déjà existant au début du pas de temps et de rayon \bar{r} . Ce précipité

est nommé *précipité central* et le calcul de $\mathbb{P}(\mathcal{R})$ sera articulé autour de lui. On considère la boule de rayon R et de volume V concentrique avec le précipité central, où R est choisi (suffisamment grand) tel que $N_{\mathcal{V}}^p \cdot V$ est un nombre entier. On insère alors dans cette boule et autour du précipité central $N - 1$ autres *précipités avoisinants* de rayon \bar{r} , où $N = N_{\mathcal{V}}^p \cdot V$. On évite toute superposition entre précipités (en particulier avec le précipité central); cela implique que les précipités avoisinants sont à une distance supérieure à $\underbrace{\bar{r}}_{\text{précipité central}} + \underbrace{\bar{r}}_{\text{précipité avoisinant}} = 2 \cdot \bar{r}$ du précipité central. De plus, on insère les précipités avoisinants

de manière à ce qu'à la fin du pas de temps (lorsqu'ils auront atteint un rayon de $\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t$), ils restent entièrement compris dans la boule de rayon R ; cela implique qu'ils sont à une distance strictement inférieure à $R - (\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t)$ du précipité central. Ces deux conditions précédentes impliquent que les centres des précipités avoisinants sont tous dans la couronne sphérique $C_{2\bar{r}}^{R-(\bar{r}+\bar{v}\cdot\Delta t)}$ de rayon intérieur $2 \cdot \bar{r}$ et de rayon extérieur $R - (\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t)$. La configuration actuelle, au début du pas de temps, est donc bien celle de $N_{\mathcal{V}}^p$ précipités par unité de volume de matériau et dont le rayon moyen est \bar{r} . Cette configuration est représentée sur la figure 98, en ajoutant le rayon à la fin du pas de temps $\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t$.

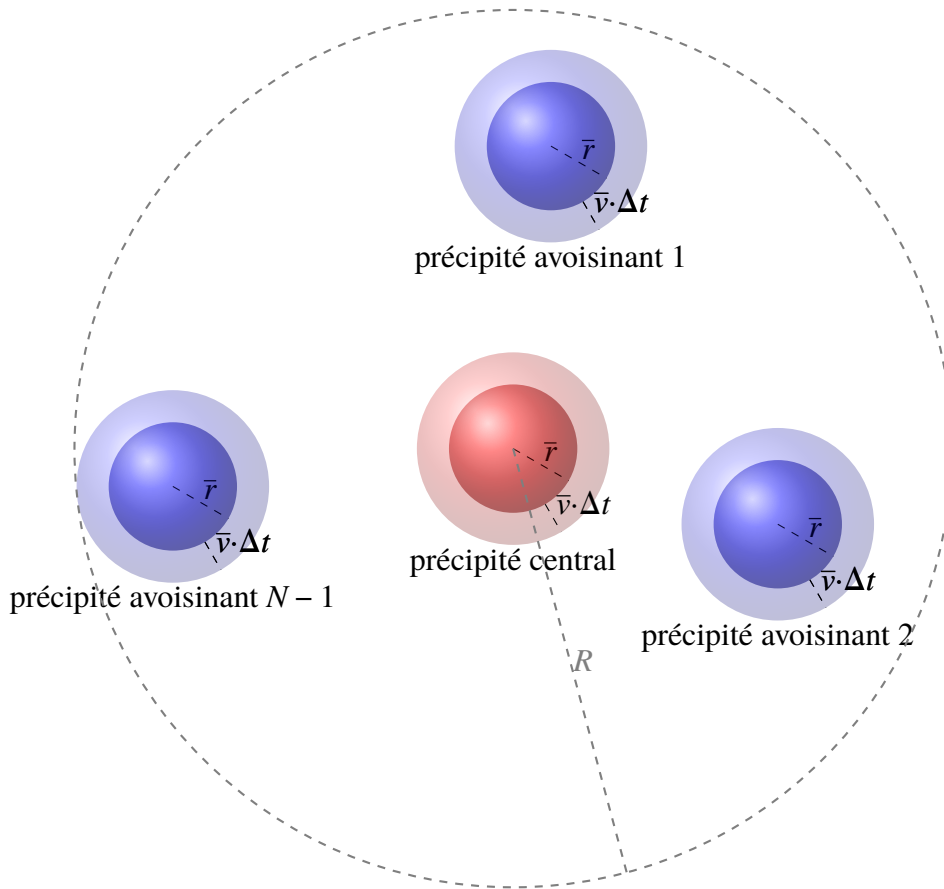


FIG. 98 : Modèle géométrique considéré pour estimer le nombre d'agglomérations. Disposition des $N - 1$ précipités avoisinants (en bleu) autour du précipité central (en rouge) dans la boule de rayon R et de volume V . Le rayon R est choisi tel que $N_{\mathcal{V}}^p \cdot V (= N)$ est un nombre entier. Aucune superposition au début du pas de temps et les précipités avoisinants restent à l'intérieur (y compris à la fin du pas de temps, où le cas limite est illustré par le précipité avoisinant $N - 1$ à gauche) de la boule de rayon R . La coque sphérique semi-transparente d'épaisseur $\bar{v} \cdot \Delta t$ représente le grossissement au cours du pas de temps Δt avec la vitesse d'évolution de taille \bar{v} .

Pour exprimer $\mathbb{P}(\mathcal{R})$ considérons l'évènement $\bar{\mathcal{R}}$ complémentaire de \mathcal{R} , c'est-à-dire l'absence d'agglomération du précipité central avec tout autre précipité. On a alors :

$$\mathbb{P}(\mathcal{R}) = 1 - \mathbb{P}(\bar{\mathcal{R}}). \tag{C.2}$$

L'évènement $\overline{\mathcal{R}}$ est pratique du point de vue calculatoire, car il consiste en l'intersection de plusieurs évènements. Ces évènements sont de la forme «le précipité central ne rencontre *pas* le précipité *p*» où *p* peut désigner n'importe quel précipité autre que le précipité central. Plus précisément, *p* peut être le précipité de numéro 1, 2, ..., jusqu'à $N - 1$. De plus, les précipités possibles désignés par *p* sont disposés de manière indépendante, donc ces évènements sont indépendants. Ainsi, $\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}})$ est le produit des probabilités de chacun de ces évènements. On note $\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}_{1 \text{ préc}})$ la probabilité de ne *pas* agglomérer avec le précipité de numéro *i*. La notation $\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}_{1 \text{ préc}})$ omet délibérément l'indice *i* car les précipités sont disposés suivant la même loi aléatoire, donc cette probabilité ne dépend pas de *i*. Ainsi, on a :

$$\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}) = (\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}_{1 \text{ préc}}))^{N-1}. \quad (\text{C.3})$$

Pour calculer $\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}_{1 \text{ préc}})$, on utilise la distance entre un précipité avoisinant et le précipité central. L'absence de rencontre équivaut à ce que cette distance soit supérieure à $\underbrace{\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t}_{\substack{\text{rayon du} \\ \text{précipité central} \\ \text{à la fin} \\ \text{du pas de temps}}} + \underbrace{\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t}_{\substack{\text{rayon du} \\ \text{précipité avoisinant} \\ \text{à la fin} \\ \text{du pas de temps}}}.$

Cela équivaut à ce que le précipité avoisinant ait son centre dans la couronne sphérique $C_{2 \cdot (\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t)}^{R - (\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t)}$ de rayon intérieur $2(\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t)$, et de rayon extérieur $R - (\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t)$.

Ceci est toujours le cas si $\bar{v} \leq 0$. Sur le plan calculatoire, on a dans ce cas $\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}_{1 \text{ préc}}) = 1$, donc $\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}) = 1$ et ainsi $\mathbb{P}(\mathcal{R}) = 0$, d'où $N_V^{\text{p, agg}} = 0$. Sur le plan physique, lorsque $\bar{v} < 0$ on a des précipités qui globalement se dissolvent, ce qui suggère que les agglomérations doivent être négligeables pour une telle configuration, ce qui est cohérent avec le résultat $N_V^{\text{p, agg}} = 0$.

Si $\bar{v} > 0$, alors $\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}_{1 \text{ préc}})$ est égal au rapport entre le volume de la couronne sphérique $C_{2 \cdot (\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t)}^{R - (\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t)}$ (où doit être le précipité avoisinant pour éviter l'agglomération avec le précipité central) et celui de la couronne sphérique $C_{2 \cdot \bar{r}}^{R - (\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t)}$ (où appartient le précipité avoisinant lors de son insertion). Pour réunir les deux cas ($\bar{v} \leq 0$ et $\bar{v} > 0$) dans une formulation mathématique unifiée, on utilise par la suite la partie positive \bar{v}_+ de la vitesse moyenne d'évolution de taille : $\bar{v}_+ = \max\{\bar{v}, 0\}$. La probabilité $\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}_{1 \text{ préc}})$ est alors :

$$\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}_{1 \text{ préc}}) = \frac{\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot (R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot (2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3}{\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot (R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot (2 \cdot \bar{r})^3} \quad (\text{C.4})$$

$$= \frac{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3}{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3}. \quad (\text{C.5})$$

On a donc

$$\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}) = \left(\frac{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3}{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3} \right)^{N-1}. \quad (\text{C.6})$$

Cependant, on considère jusqu'à présent un volume V fini de matériau. Afin de modéliser les phénomènes se produisant en moyenne, il faut considérer un volume infini de matériau. Pour cela, l'idée est de faire tendre V vers l'infini (en faisant tendre son rayon vers l'infini) en gardant N_V^{p} constant. En effet, ce dernier décrit la population de précipités grossissant déjà existants au début du pas de temps (leur nombre par unité de volume de matériau) indépendamment du volume du système considéré.

On réécrit alors le membre droit de l'équation C.6 de manière à le préparer à un développement limité pour $V \rightarrow \infty$ *i.e.* pour $R \rightarrow \infty$:

$$\mathbb{P}(\overline{\mathcal{R}}) = \left(\frac{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3}{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3} \right)^{N-1} \quad (\text{C.7})$$

$$= \exp \left((N-1) \cdot \ln \left(\frac{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3}{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3} \right) \right) \quad (\text{C.8})$$

$$= \exp((N-1) \cdot \ln(1 - \epsilon)), \quad (\text{C.9})$$

en posant

$$\varepsilon = \frac{(2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3}{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3}. \quad (\text{C.10})$$

En considérant le développement limité au premier ordre du logarithme népérien en 1, puisque $R \rightarrow \infty$ ce qui implique que $\varepsilon \rightarrow 0$:

$$\mathbb{P}(\bar{\mathcal{R}}) =_{R \rightarrow \infty} \exp \left(\left(N_V^p \cdot V - 1 \right) \cdot \left(-\frac{(2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3}{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3} + \mathcal{O}\left(\frac{1}{R^6}\right) \right) \right) \quad (\text{C.11})$$

$$=_{R \rightarrow \infty} \exp \left(\left(N_V^p \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot R^3 - 1 \right) \cdot \left(-\frac{(2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3}{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3} + \mathcal{O}\left(\frac{1}{R^6}\right) \right) \right) \quad (\text{C.12})$$

$$=_{R \rightarrow \infty} \exp \left(-N_V^p \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot \frac{R^3}{(R - (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3} \cdot \left((2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3 \right) + \mathcal{O}\left(\frac{1}{R^3}\right) \right) \quad (\text{C.13})$$

$$\rightarrow_{R \rightarrow \infty} \exp \left(-N_V^p \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot \left((2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3 \right) \right) \quad (\text{C.14})$$

$$= \exp(-N_*^{\text{renc}}) \quad (\text{C.15})$$

en posant

$$N_*^{\text{renc}} = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot N_V^p \cdot \left((2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))^3 - (2 \cdot \bar{r})^3 \right). \quad (\text{C.16})$$

En insérant notamment les équations C.16 et C.15 dans l'équation C.2 On obtient alors le nombre d'agglomérations par unité de volume de matériau durant le pas de temps (équation 6.40).

La méthode de calcul développée ci-dessus peut-être utilisée pour calculer la *densité de probabilité* $\varphi_{R_{ppv}}$ de la distance R_{ppv} du plus proche voisin d'un précipité à ce précipité. Cette densité de probabilité est pratique pour estimer le niveau de distance entre un précipité et son plus proche voisin. Par ailleurs $\mathbb{P}(\bar{\mathcal{R}})$ peut-être montrée graphiquement sur le tracé de R_{ppv} .

Pour calculer $\varphi_{R_{ppv}}$ on peut d'abord calculer sa primitive d'intégrale 1, qui par définition est la fonction de répartition $\Phi_{R_{ppv}}$ de R_{ppv} . La valeur $\mathcal{F}_{R_{ppv}}(r)$ est par définition la probabilité que le plus proche voisin d'un précipité y soit à une distance inférieure à r . Cet évènement équivaut à ce qu'au moins un précipité ait un centre à une distance de celui du précipité central inférieure à r . Sa probabilité est exactement l'expression dans le membre droit de l'équation C.14 où l'on remplace $2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t)$ par r dans l'équation C.16 :

$$\forall r > 2 \cdot \bar{r}, \Phi_{R_{ppv}}(r) = 1 - \exp \left(-\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot N_V^p \cdot (r^3 - (2 \cdot \bar{r})^3) \right). \quad (\text{C.17})$$

On rappelle que $\Phi_{R_{ppv}}$ n'est définie que sur $[2 \cdot \bar{r}; \infty]$ car la disposition des précipités de rayon \bar{r} supposait une absence de superposition. Donc en particulier tout précipité est à une distance $2 \cdot \bar{r}$ supérieure ou égale à celle du précipité central.

On dérive la fonction de répartition $\Phi_{R_{ppv}}$ pour obtenir, par définition, la fonction densité de probabilité $\varphi_{R_{ppv}}$:

$$\forall r > 2 \cdot \bar{r}, \varphi_{R_{ppv}}(r) = 4 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot N_V^p \cdot \exp \left(-\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot N_V^p \cdot (r^3 - (2 \cdot \bar{r})^3) \right). \quad (\text{C.18})$$

On relie désormais $\Phi_{R_{ppv}}$ et $\varphi_{R_{ppv}}$ à $\mathbb{P}(\bar{\mathcal{R}})$. L'évènement associé *i.e.* une rencontre entre un précipité et un autre, équivaut à la présence d'au moins au précipité avoisinant à une distance inférieure à $2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t)$. Cela équivaut à ce que le plus proche voisin du précipité central soit à une distance inférieure à $2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t)$. La probabilité associée est, par définition, la valeur en $2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t)$ de la fonction de répartition $\Phi_{R_{ppv}}$:

$$\mathbb{P}(\bar{\mathcal{R}}) = \Phi_{R_{ppv}}(2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t)). \quad (\text{C.19})$$

Il est également possible de montrer $\mathbb{P}(\mathcal{R})$ graphiquement sur le tracé de la fonction densité $\varphi_{R_{ppv}}$ de probabilité du plus proche voisin, comme sur la figure 99.

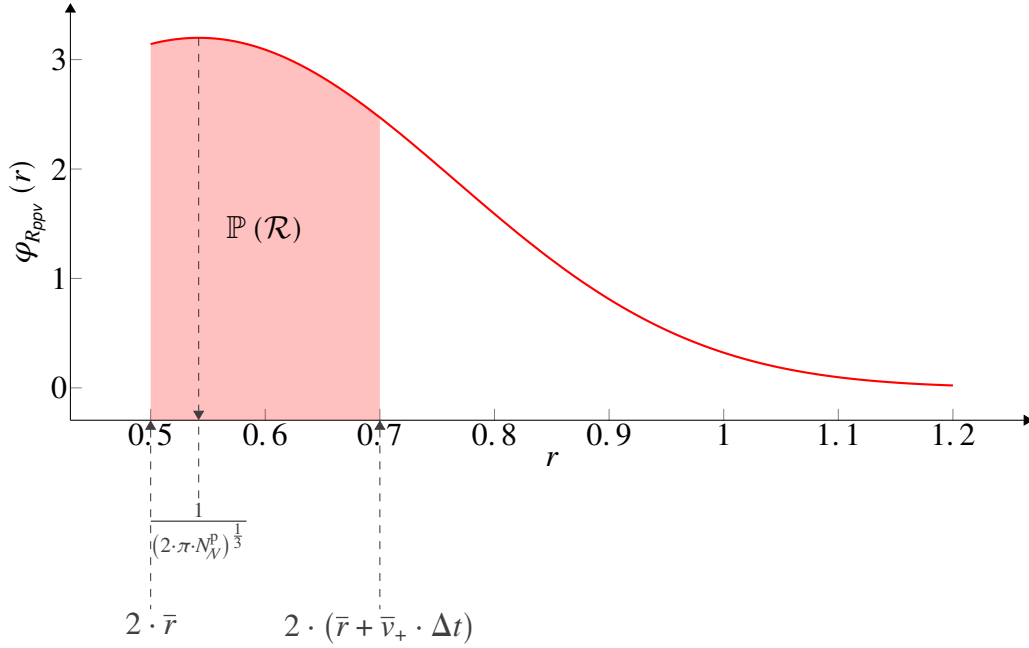


FIG. 99 : Forme de la densité $\varphi_{R_{ppv}}$ de probabilité de la distance (de centre à centre) entre un précipité et son plus proche voisin. Les valeurs de \bar{r} et N_V^p choisies pour le tracé impliquent que $2 \cdot \bar{r} < \frac{1}{(2 \cdot \pi \cdot N_V^p)^{\frac{1}{3}}}$ et donc $\frac{1}{(2 \cdot \pi \cdot N_V^p)^{\frac{1}{3}}}$ est un mode (l'unique) de $\varphi_{R_{ppv}}$. La probabilité de rencontre $\mathbb{P}(\mathcal{R})$ d'un précipité avec un autre précipité est l'aire sous la courbe de $2 \cdot \bar{r}$ à $2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t)$.

La probabilité de rencontre $\mathbb{P}(\mathcal{R})$ est égale à $\Phi_{R_{ppv}}(2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t))$, c'est-à-dire à l'aire sous la courbe $\varphi_{R_{ppv}}$ de la densité de probabilité de $2 \cdot \bar{r}$ à $2 \cdot (\bar{r} + \bar{v}_+ \cdot \Delta t)$.

Enfin, la quantité $\frac{1}{(2 \cdot \pi \cdot N_V^p)^{\frac{1}{3}}}$ est le mode de $\varphi_{R_{ppv}}$ si $2 \cdot \bar{r} < \frac{1}{(2 \cdot \pi \cdot N_V^p)^{\frac{1}{3}}}$ et est intéressante pour estimer le niveau de distance entre un précipité et son plus proche voisin. Remarquons qu'elle est proportionnelle à $\frac{1}{N_V^{\frac{1}{3}}}$ ce qui est intuitivement cohérent avec la notion de distance entre précipités.

C.2 Validation du calcul en champ moyen par une simulation en champ complet

Le calcul présenté dans la section précédente est vérifié ici sur la base d'une simulation en champ complet.

Un ensemble de 200 000 boules de rayon \bar{r} ont été insérées dans un cube représentant le domaine de matériau matrice \cup précipités. Leurs centres sont positionnés de manière aléatoire, en évitant toute superposition et telle qu'en augmentant leur rayon de $\bar{v} \cdot \Delta t$ (représentant le rayon à la fin du pas de temps) elles soient toujours comprises dans le cube. L'arête du cube est calculée de manière à ce que le nombre de boules divisées par le volume du cube soit égal à N_V^p . Ces boules représentent les précipités dans le matériau au début d'un pas de temps et sont représentées pour une simulation dans

la figure 100.

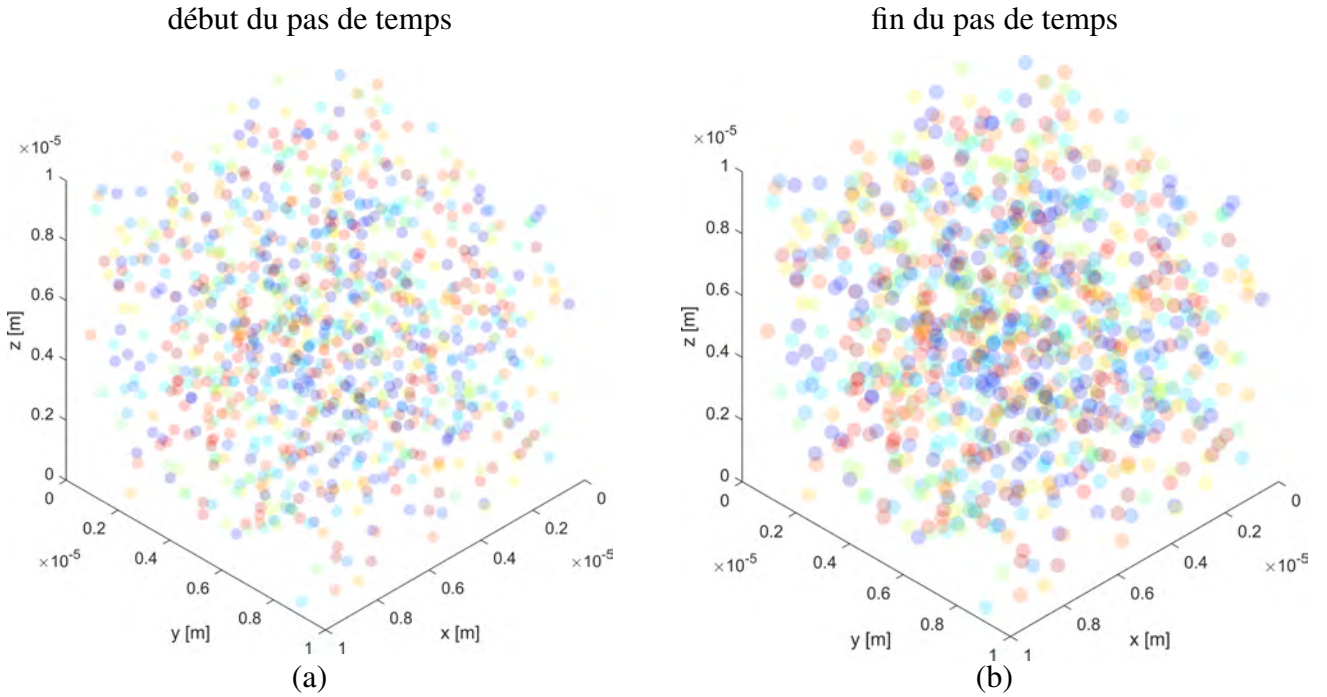


FIG. 100 : Boules placées aléatoirement dans un cube pour vérifier en champ complet le calcul en champ moyen du nombre d'agglomérations $N_V^{p, \text{agg}}$ (section C.1). Les boules représentent les précipités (a) au début et (b) à la fin du pas de temps. Elles sont de rayon \bar{r} et $\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t$ respectivement au début et à la fin du pas de temps et leur nombre divisé par le volume du cube est N_V^p . Les boules sont placées au début du pas de temps sans superposition et telles qu'à la fin du pas de temps elle sont toujours comprises dans le cube. Les valeurs de \bar{r} , N_V^p et \bar{v} sont celles pour la simulation 15 (définie dans le tableau 14). Dans la simulation utilisée pour cette figure, 1000 boules seulement ont été placées afin de favoriser sa lisibilité ; dans les simulations pour vérifier en champ complet le calcul en champ moyen du nombre d'agglomérations $N_V^{p, \text{agg}}$ (tableau 14), 200000 boules ont été placées.

Pour représenter l'évolution des précipités au cours du pas de temps Δt , une dérivée temporelle \bar{v} du rayon de chaque boule est considérées.

En utilisant les distances entre les boules et leurs rayons $\bar{r} + \bar{v} \cdot \Delta t$ à la fin du pas de temps, est déterminé pour chaque boule si elle en a rencontré une autre lors du pas de temps. On assigne respectivement 1 et 0 pour une rencontre et pour l'absence de rencontre. La somme de cette valeur sur l'ensemble des boules, divisée par le volume du cube, constitue le nombre de rencontres par unité de volume de matériau. Ce nombre de rencontres correspond à $\mathbb{P}(\mathcal{R}) \cdot N_V^p$ dans l'équation C.1. Le nombre d'agglomérations $N_V^{p, \text{agg}}$ par unité de volume de matériau est donc calculé en en prenant la moitié (équation C.1).

Afin de comparer les approches champ complet et champ moyen, le nombre d'agglomérations par l'approche champ moyen est également calculé. Le nombre $N_V^{p, \text{agg}}$ d'agglomérations par unité de volume de matériau est calculé par la méthode en champ moyen (équations C.1, C.2, C.15 et C.16) et est multiplié par le volume du cube.

Différentes simulations ont été réalisées en prenant un jeu de 3 valeurs pour chacun des 3 paramètres (N_V^p , \bar{r} , \bar{v}) pouvant influencer sur les résultats, ce qui a donné 27 simulations. Les valeurs choisies ont vocation à représenter des valeurs numériques réalistes par rapport aux populations de précipités rencontrés dans la thèse. Les 3 niveaux sont séparés par des facteurs 4. Il était superflu d'ajouter d'autres niveaux pour tester des valeurs plus faibles, puisque lorsque le rayon moyen, le nombre de précipités par unité de volume de matériau ou la vitesse moyenne d'évolution de taille deviennent aussi faibles, le nombre d'agglomérations par unité de volume de matériau est dans tous les cas nul. Il

était également superflu d'ajouter d'autres niveaux pour tester des valeurs plus élevées, puisque tous les précipités rentraient alors en contact. Dans certains cela était même impossible puisque la fraction volumique de précipité (calculée à l'avance pour vérification) pouvait même dépasser 100 % à la fin du pas de temps, voire au début du pas de temps. Les résultats des simulations (champ complet) et du calcul (champ moyen, équations C.1, C.2, C.15 et C.16) sont résumés dans le tableau 14.

numéro de simulation	\bar{r} [nm]	N_V^p [μm^{-3}]	\bar{v} [$\text{nm} \cdot \text{s}^{-1}$]	nombre d'agglomérations	
				champ moyen	champ complet
1	10	0.25	10	5.9	6
2	40	0.25	10	51	37
3	160	0.25	10	680	714
4	10	1	10	23	25
5	40	1	10	204	216
6	160	1	10	2701	2746
7	10	4	10	94	79
8	40	4	10	814	802.5
9	160	4	10	10373	11821
10	10	0.25	40	104	93
11	40	0.25	40	375	381
12	160	0.25	40	3218	3277.5
13	10	1	40	415	434
14	40	1	40	1490	1459
15	160	1	40	12263	12682
16	10	4	40	1648	1697
17	40	4	40	5808	5809.5
18	160	4	40	40743	45968
19	10	0.25	160	4032	4034
20	40	0.25	160	6432	6482
21	160	0.25	160	21353	21540.5
22	10	1	160	15177	15316.5
23	40	1	160	23351	23344.5
24	160	1	160	61742	63673
25	10	4	160	48233	48022.5
26	40	4	160	65484	65756.5
27	160	4	160	97858	99052

TAB. 14 : Valeurs utilisées pour le nombre (N_V^p) de précipités par unité de volume de matériau, rayon moyen (\bar{r}) et vitesse moyenne (\bar{v}) d'évolution de taille et résultats pour le nombre d'agglomérations durant un pas de temps $\Delta t = 1$ s pour les simulations en champ complet (200 000 boules placées sans superposition dans un cube) et le calcul en champ moyen (équations C.1, C.2, C.15 et C.16).

Les nombres d'agglomérations calculés en champ moyen sont proches de ceux obtenus par les simulations en champ complet (tableau 14) au regard du maximum possible de $\frac{200000}{2} = 100000$ agglomérations, ce qui valide le calcul en champ moyen développé dans la section C.1.

Considérer une population de précipités tous de rayon \bar{r} est une simplification significative. Elle peut sembler raisonnable pour des populations de précipités dont la distribution de taille est monomodale. En revanche, elle peut sembler excessive pour une population de précipités dont la distribution de taille est multimodale. Ce cas intervient par exemple dans les superalliages base nickel γ/γ' refroidis suffisamment lentement (figure 79i, [84, 85, 76, 86, 87, 88]). Le traitement d'une distribution quelconque de taille de précipités apparaît ainsi comme une amélioration pertinente. Il s'agi-

rait alors d'étudier la relation de la distance centre–centre au premier voisin (R_{ppv}) avec la quantité $R_1 + v(R_1) \cdot \Delta t + R_2 + v(R_2) \cdot \Delta t$ où R_1 et R_2 sont deux variables aléatoires suivant la distribution de taille, et $v(R_1)$ et $v(R_2)$ les vitesses d'évolution de taille associées à R_1 et R_2 . Comme R_{ppv} , R_1 et R_2 sont trois variables aléatoires, une double convolution de variables aléatoires [266] pourrait être utilisée. Cela permettrait d'aboutir à la probabilité $\mathbb{P}(\mathcal{R})$ d'une rencontre entre un précipité et au précipité avoisinant lors de leur évolution de taille au cours du pas de temps.

RÉSUMÉ

Les superalliages base nickel possèdent d'exceptionnelles propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion à haute température. Ces propriétés mécaniques proviennent en partie de la précipitation durcissante des phases Ni_3Nb γ'' ou $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ γ' . L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre comment les opérations de mise en forme de pièces industrielles peuvent influencer cette précipitation. Deux superalliages ont été étudiés dans cette thèse : Inconel® 625 mis en forme par déformation à température ambiante et renforcé par la phase γ'' , et AD730™ mis en forme par forgeage à chaud et renforcé par la phase γ' .

Des traitements thermiques, essais mécaniques et thermomécaniques ont été réalisés afin d'une part de reproduire les niveaux de déformation plastique et/ou la structure de grains obtenus à la fin d'étapes de mise en forme industrielle, et d'autre part de déclencher la précipitation ou d'induire l'évolution des précipités existants. Les microstructures ont ensuite été caractérisées quantitativement par microscopie à balayage au regard de la structure de grains, l'organisation des dislocations et d'état de précipitation au moyen d'outils spécifiques développés dans cette thèse : réduction du bruit de mesure dans les cartographies EBSD pour un calcul plus précis des densités de dislocations ; interface d'analyse d'image. Dans l'alliage Inconel® 625, la précipitation γ'' lors d'un traitement thermique à 650 °C n'est pas influencée par une déformation préalable appliquée, validant la pertinence de la température de 650 °C pour procurer un durcissement homogène aux pièces industrielles. Dans l'alliage AD730™, la germination de précipités γ' lors d'un refroidissement après compression à chaud a lieu plus tôt dans les grains non recristallisés que dans les grains recristallisés, par relaxation élastique à la germination. De manière concomitante, le front de recristallisation dissout ces précipités γ' présents dans les grains non recristallisés pour éviter toute interface γ/γ' incohérente. Des précipités γ' reprécipitent ensuite dans le front de recristallisation avec une interface γ/γ' cohérente dans les grains recristallisés, et peuvent par la suite se subdiviser pour diminuer l'énergie élastique globale.

Enfin, les cinétiques de précipitation ont été modélisées par un modèle de précipitation champ moyen pour la germination et l'évolution de taille, enrichi par la création d'un modèle analytique champ moyen d'agglomération basé sur une dérivation topologique et probabilistique.

MOTS CLÉS

superalliages base Ni, essais thermomécaniques, microscopie électronique à balayage, densité de dislocations géométriquement nécessaires, précipitation

ABSTRACT

Nickel-based superalloys possess exceptional mechanical properties and corrosion resistance at high temperature. These mechanical properties result partly from the hardening precipitation of Ni_3Nb γ'' or $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ γ' phases. The objective of this PhD is to better understand how forming operations of industrial parts may influence this precipitation. Two superalloys have been studied in this PhD : Inconel® 625 alloy formed at room temperature and reinforced by the γ'' phase, and AD730™ alloy hot forged and reinforced by the γ' phase. Thermal treatments, mechanical and thermomechanical tests have been performed in order to, on the one hand, reproduce the plastic strain levels and/or the grain structure obtained at the end of industrial forming operations, and on the other hand to trigger the precipitation or the evolution of already existing precipitates. The microstructures have then been quantitatively characterized by scanning electron microscopy regarding the grains structure, the dislocations organization and the precipitation state by specific tools developed in this PhD : reduction of the measurement noise of EBSD maps for a more accurate assessment of geometrically necessary dislocations densities ; image analysis interface.

In the Inconel® 625 alloy, the nucleation of γ'' precipitates during a thermal treatment at 650 °C is not influenced by a strain applied before, supporting the relevancy of the 650 °C temperature to bring an homogeneous hardening to industrial parts. In the AD730™ alloy, the γ' precipitation during a cooling after a hot compression takes place sooner in unrecrystallized grains than in recrystallized grains, by elastic relaxation when nucleating. Concomitantly, the recrystallization front dissolves these γ' precipitates present in unrecrystallized grains to avoid any incoherent γ/γ' interface. Then γ' precipitates reprécipitate on the recrystallization front with a coherent γ/γ' interface in recrystallized grains, and can afterwards subdivide to reduce the global elastic energy.

Eventually, precipitation kinetics have been modelled by a mean field precipitation model of nucleation and size evolution implemented in this PhD, enriched by the creation of an analytical mean field agglomeration model based on a topological and probabilistic derivation.

KEYWORDS

Ni-based superalloy, thermomechanical test, scanning electron microscopy, geometrically necessary dislocation density, precipitation