



**HAL**  
open science

# Etudes expérimentale et numérique des mécanismes de déformation et de recristallisation de l'UDIMET 720 lors du forgeage. Relations entre la microstructure et la perméabilité aux ultrasons

Julien Thebault

## ► To cite this version:

Julien Thebault. Etudes expérimentale et numérique des mécanismes de déformation et de recristallisation de l'UDIMET 720 lors du forgeage. Relations entre la microstructure et la perméabilité aux ultrasons. Autre. Ecole Centrale Paris, 2009. Français. NNT : 2009ECAP0037 . tel-02870714

**HAL Id: tel-02870714**

**<https://theses.hal.science/tel-02870714>**

Submitted on 16 Jun 2020

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

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



ÉCOLE CENTRALE DES ARTS  
ET MANUFACTURES  
« ÉCOLE CENTRALE PARIS »

**THÈSE**  
présentée par

**Julien Thébault**

pour l'obtention du

**GRADE DE DOCTEUR**

**Spécialité : Mécanique & Matériaux**

**Laboratoire d'accueil : MSSMat (CNRS UMR 8579)**

**SUJET : Confidentiel**

**Etudes expérimentale et numérique des mécanismes de déformation et de recristallisation de l'UDIMET 720 lors du forgeage. Relations entre la microstructure et la perméabilité aux ultrasons**

soutenue le : 23 Novembre 2009

devant un jury composé de :

M. Jean-Hubert Schmitt (ECP)  
M. Frank Montheillet (EMSE)  
M. Christophe Pinna (IMMPETUS- Sheffield)  
Mme Colette Rey (ECP)  
M. Thierry Baudin (UPS)  
M. Christian Dumont (Aubert & Duval)  
M. Olivier Fandeur (CEA)  
Mme Bing Tie (ECP)  
M. Denis Solas (UPS)  
M. Hubert Schaff (Aubert & Duval)

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Directrice de thèse  
Co-directeur de thèse  
Examineur  
Examineur  
Invitée  
Invité  
Invité



## Remerciements

Cette Thèse est le résultat d'une collaboration entre la société Aubert & Duval et 2 laboratoires académiques, que sont le MSSMat de l'Ecole Centrale Paris et le LPCES de l'université Paris Sud XI. Je voudrais tout d'abord remercier l'entreprise Aubert & Duval, pour avoir accepté de lancer la thèse dans un délai aussi serré, puisque c'est au cours de mon stage de fin d'études d'ingénieur, que le projet s'est mis en place. Je tiens à exprimer ma gratitude à Monsieur Hubert Schaff (directeur Recherche & Développement d'Aubert & Duval), pour son soutien et son implication dans le projet, ainsi que pour avoir accepté de faire partie de mon Jury de thèse.

Je suis très reconnaissant envers M. Jean Hubert Schmitt, d'une part pour avoir accepté de présider mon jury et d'autre part, pour le regard critique qu'il a pu apporter sur mon travail durant ces trois années. Un grand merci à M Christophe Pinna et M Franck Montheillet, qui m'ont fait l'honneur de rapporter mon manuscrit de thèse. Je tiens à remercier particulièrement ce dernier, pour l'intérêt qu'il a exprimé envers mon travail et pour m'avoir fait partager ses connaissances des mécanismes de recristallisation, notamment au cours d'une visite à l'Ecole des Mines de Saint Etienne.

J'adresse ma plus profonde gratitude à mes encadrants de thèse, Mme Colette Rey, Mme Bing Tie, M Thierry Baudin, M Denis Solas et M Christian Dumont. Il me faudrait plusieurs pages pour exprimer à quel point je leur suis reconnaissant, tant pour ce qu'ils m'ont apportés au niveau scientifique, que pour l'atmosphère amicale et chaleureuse dans laquelle s'est déroulée la thèse. Je les remercie pour leur soutien, leur disponibilité (je sais que nos innombrables échanges par mail du week end vont te manquer Thierry, tu ne sauras pas quoi faire de tant de temps libre !!), leurs précieux conseils prodigués tout au long du projet et enfin la confiance et la liberté d'action qu'ils m'ont accordés. Je tiens à remercier particulièrement : Bing, pour la patience dont elle a fait preuve afin d'expliquer la théorie de la propagation des ondes ultrasonores au néophyte que j'étais, Thierry, pour les nombreuses discussions et conseils sur les mécanismes de recristallisation et l'analyse EBSD, Christian pour m'avoir fait partager ses connaissances industrielles de la mise en forme à chaud et enfin Denis, sans qui cette thèse ne serait pas aussi aboutie, tant il a pu consacrer de temps à m'aider à la réalisation des outils numériques et à réfléchir sur les résultats expérimentaux.

Pour terminer, j'exprime mes plus vifs remerciements et toute ma sympathie à ma directrice de thèse Mme Colette Rey. Cela fait maintenant 8 ans que je la connais, puisqu'elle enseignait la mécanique lorsque j'étais en DEUG en science de la matière. Je me rends compte de la chance que j'ai eu de la rencontrer, puisqu'elle m'a donné le goût de la recherche « industrielle » et l'envie de réaliser un Doctorat. Colette Rey fait partie de ces personnes passionnées et passionnantes, qui, lorsque l'on a l'honneur de les côtoyer, permettent d'accéder à des horizons au départ insoupçonnés.

---

## Remerciements

---

Je ne peux continuer, sans exprimer un énorme merci à l'équipe Matériaux du MSSMat et l'équipe recristallisation, microstructure et texture – simulation du LPCES. Durant ces 3 années, l'extraordinaire dévotion de ces équipes et les liens privilégiés que j'ai pu tisser avec certains, ont été un atout indispensable à la concrétisation de ce projet.

Je tiens à remercier sincèrement : Nicolas pour la réalisation des essais de compressions et les divers développements Matlab, Sylviane et Sokona pour la préparation des échantillons, Paul pour la préparation des lames minces et Eric pour les plans qu'il a pu réaliser. Je suis sincèrement reconnaissant à François et Françoise, pour avoir partagé avec moi leurs connaissances et leurs compétences de l'EBSD, science qui me passionne.

Au cour de ce projet, j'ai pu m'appuyer sur un large panel de compétences scientifiques, incarnées par : Anne-Sophie Mouronval, Clothilde Berdin, Anne Laure Helbert, Isabelle Drouelle, Claude Prioul et Guillaume Puel, qui ont toujours su se rendre disponibles.

Je tiens à exprimer ma plus profonde gratitude à Michel Clavel, d'une part pour l'analyse MET des nombreuses lames minces et d'autre part, pour les innombrables échanges qui m'ont beaucoup appris, sur la métallurgie des superalliages base nickel.

Il est maintenant venu le temps de remercier les forces « vives » du laboratoire, que sont mes collègues thésards. Mis à part le côté scientifique, ces 3 années passées au laboratoire, me laisseront un souvenir inoubliable pour l'ambiance chaleureuse régnant grâce aux doctorants. Lorsque l'on fait partie de la « grande famille des thésards », la bonne humeur communicative et l'entraide, sont des paramètres primordiaux à la réussite de la thèse.

Je tiens à remercier les anciens, Cédric, Jeanne, Benoit, Laurent, David, Amjad, Maximilien, Anne, Christine, pour m'avoir si bien accueilli et pour leurs précieux conseils.

Quand je me remémore les moments difficiles et notamment la découverte de bugs dans l'UMAT, il me vient immédiatement à l'esprit le soutien et la gentillesse de Denis et Anne D.. Je garde un excellent souvenir de la conférence au Danemark avec Denis et de ces fous rires sur les drakars et les baleiniers ...

Quant aux petits nouveaux : Saeid, Huaidong et l'équipe du NCIS avec Julien S. (alias Dinozzo) et Julien D.J. (alias le bleu), c'est leur euphorie débordante et la complicité qu'ils ont su instaurer, qui mérite d'être soulignées. Je me dois de remercier Julien D.J. pour son implication et sa motivation lorsqu'il était en stage avec moi et Julien S., pour m'avoir fait profiter de ses talents en programmation. Je n'oublierai jamais la phrase culte de ce dernier : « ma présentation orale va bien se passer car j'ai les plus belles chaussures », tout un symbole...

Enfin, ces remerciements ne seraient pas complets, sans exprimer ma plus profonde reconnaissance à mes parents, mon frère et mes grands parents. Un immense merci à eux, pour m'avoir permis d'arriver jusqu'ici et pour avoir été présents dans les moments difficiles et de remise en question. Que ma belle-famille trouve ici toute ma considération pour leur soutien au cours de ces 3 années.

---

Enfin, je terminerai par celle qui a dû supporter au quotidien tous ces moments difficiles et mon humeur exécrationnelle : ma fiancée Laure-Hélène. Un énorme merci pour avoir cru en moi et pour avoir été aussi patiente, en acceptant de sacrifier nos week-ends pour que je puisse travailler. Ce manuscrit n'aurait pas pu aboutir sans ta compréhension et ton soutien.

Je dédie ce manuscrit à ce qu'il y a de plus important pour moi : MA FAMILLE au sens large.

---









# Sommaire

<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE 1 PRESENTATION DE L'UDIMET 720 .....</b>	<b>5</b>
I ) HISTORIQUE DES SUPERALLIAGES.....	6
II ) MICROSTRUCTURE DE L'UDIMET 720 .....	8
III ) PROCEDES D'ELABORATION ET DE TRANSFORMATION .....	9
A. <i>Les différents procédés d'élaboration.....</i>	9
B. <i>Mise en forme de l'Udimet 720.....</i>	11
C. <i>Traitements thermiques et applications visées.....</i>	13
IV ) CONTROLE DE LA MICROSTRUCTURE ET PROPRIETES MECANIQUES .....	14
<b>CHAPITRE 2 COMPORTEMENT MECANIQUE ET EVOLUTION MICROSTRUCTURALE DE L'UDIMET 720 LORS DU FORGEAGE.....</b>	<b>21</b>
I ) MISE EN FORME A CHAUD ET MECANISMES ASSOCIES .....	22
A. <i>Les mécanismes statiques.....</i>	23
B. <i>Les mécanismes dynamiques.....</i>	26
II ) MATERIAU DE REFERENCE .....	31
A. <i>Caractéristiques d'un demi-produit à l'état brut de forgeage .....</i>	31
B. <i>Caractérisation microstructurale.....</i>	33
C. <i>Choix de la microstructure initiale pour les essais mécaniques de compression. ....</i>	38
III ) ETUDE POUR UNE TEMPERATURE DE FORGEAGE DE 1100°C .....	43
A. <i>Réalisation d'essais de forgeage isotherme .....</i>	43
B. <i>Analyse microstructurale des échantillons obtenus par forgeage.....</i>	52
C. <i>Comparaison de l'évolution microstructurale des prélèvements centre et périphérie .....</i>	63
D. <i>Identification des mécanismes d'évolution microstructurale .....</i>	67
E. <i>Etude du comportement superplastique pour les faibles vitesses de déformation (<math>\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}</math>) .....</i>	75
IV ) ETUDE POUR UNE TEMPERATURE DE FORGEAGE DE 1050°C .....	82
A. <i>Essais mécaniques.....</i>	82
B. <i>Analyse microstructurale et comparaison centre-périphérie.....</i>	84
V ) ETUDE POUR UNE TEMPERATURE DE FORGEAGE DE 1125°C .....	92
A. <i>Essais mécaniques.....</i>	92
B. <i>Analyse microstructurale et comparaison centre-périphérie.....</i>	93
VI ) INFLUENCE DES CONDITIONS DE MISE EN FORME SUR LA PERMEABILITE AUX ULTRASONS .....	98
<b>CHAPITRE 3 MODELISATION MESOSCOPIQUE DU FORGEAGE.....</b>	<b>107</b>
I ) HISTORIQUE DES DIFFERENTES APPROCHES ET METHODES NUMERIQUES POUR SIMULER LA RECRISTALLISATION .	108
II ) LE MODELE DE DEFORMATION CRISTALECP .....	110
A. <i>Présentation Générale du modèle.....</i>	110
B. <i>Modèle pour l'Udimet 720.....</i>	110
C. <i>Identification des paramètres matériaux .....</i>	114
D. <i>Réalisation des agrégats et conditions limites.....</i>	118
E. <i>Exemple de résultats et intérêt pour la recristallisation dynamique discontinue.....</i>	120
F. <i>Transfert des données vers le modèle de recristallisation .....</i>	123

III ) LE MODELE DE RECRISTALLISATION RECUPS .....	123
A. <i>Présentation générale du modèle des Automates Cellulaires</i> .....	123
B. <i>Maillage, conditions limites et mise en données des calculs</i> .....	124
C. <i>Lois de comportements</i> .....	125
D. <i>Identification des paramètres de calcul</i> .....	129
E. <i>Exemples de résultats</i> .....	130
F. <i>Transfert des données</i> .....	131
IV ) LE COUPLAGE SEQUENTIEL.....	133
A. <i>Présentation de l'approche séquentielle</i> .....	133
B. <i>Les agrégats utilisés</i> .....	134
C. <i>Construction des agrégats au cours du couplage séquentiel</i> .....	136
D. <i>Les résultats</i> .....	137
<b>CHAPITRE 4 INTERACTION MICROSTRUCTURE - PERMEABILITE AUX ULTRASONS .....</b>	<b>163</b>
I ) VALIDATION DES PARAMETRES NEFASTES A LA PERMEABILITE AUX US .....	164
A. <i>Influence des traitements thermiques sur la perméabilité aux US</i> .....	164
II ) MODELISATION DE LA PROPAGATION DES US DANS UN MATERIAU POLYCRISTALLIN .....	174
A. <i>Approche théorique de la propagation des ondes élastiques</i> .....	174
B. <i>Comportement élastique de l'Udimet 720 et présentation du modèle d'éléments finis OOFÉ</i> .....	182
C. <i>Etude de la sensibilité du modèle</i> .....	185
D. <i>Influence de l'orientation cristallographique et de la taille moyenne de grains</i> .....	191
E. <i>Réalisation de calculs sur une microstructure réelle</i> .....	226
<b>Conclusion</b> .....	<b>235</b>
<b>Perspectives</b> .....	<b>237</b>
<b>Annexes</b> .....	<b>239</b>

## Introduction

### Contexte économique :

L'augmentation des performances et des rendements énergétiques des moteurs aéronautiques, mène les industriels à élaborer de nouveaux matériaux aux propriétés mécaniques toujours plus élevées, en raison de l'élévation des contraintes et de la température de service. Actuellement l'entreprise Aubert & Duval utilise à plus de 80% le superalliage base nickel « Inconel 718 » pour sa filière « moteurs ». Afin de rester parmi les 3 premiers fabricants mondiaux, il est nécessaire pour eux d'être en mesure de proposer à leurs clients une offre élargie, notamment pour les parties chaudes en Udimet 720 où l'entreprise possède peu de parts de marché.

L'Udimet 720 est un superalliage base nickel présentant des propriétés mécaniques remarquables, notamment pour des températures élevées (résistance supérieure à 1000MPa à 800°C, fluage faible...). Le marché mondial des pièces dans cette nuance concerne les moteurs TRENT 900 de ROLLS-ROYCE et plus particulièrement les disques HPC5 et 6. Ces disques HPC se situent dans le compresseur à haute pression composé de 6 étages (**Figure 0.1**).



*Figure 0.1 : Vue en coupe d'un moteur TRENT 900*

Bien que les propriétés mécaniques de l'Udimet 720 répondent au cahier des charges, le matériau présente après fabrication une variation de la perméabilité aux ultrasons (US) lors des contrôles non destructifs (CND). Cette variation concerne les zones corticales des pièces, qui possèdent un niveau de bruit de fond plus élevé que les critères d'acceptabilité fixés par ROLLS-ROYCE.

Les résultats impliquent le refus des pièces lors des contrôles, car il est impossible de détecter la présence de fissures de petites dimensions ou de défauts d'élaboration (inclusions...) au sein des pièces.

Des études, réalisées préalablement par Aubert & Duval, ont montré que des observations en microscopie optique ne permettent pas d'identifier les variations microstructurales pouvant être à l'origine de cette hétérogénéité de perméabilité aux ultrasons. Des analyses plus poussées sont donc nécessaires afin de révéler des changements microstructuraux à une échelle plus fine (orientations particulières, recristallisation incomplète

avec une densité élevée de sous-joints...) et de justifier les écarts observés. Parallèlement à cela, il semble que la transformation de cet alliage, au moyen de presses isothermes, permet de s'affranchir des problèmes de perméabilité aux ultrasons. La perméabilité aux ultrasons serait donc fortement liée à l'histoire thermomécanique des produits.

Dans un premier temps, un stage de fin d'études d'ingénieur de 7 mois a été réalisé pour vérifier s'il était possible d'identifier les facteurs microstructuraux à l'origine de la variation de perméabilité aux ultrasons. Cette étude purement expérimentale a consisté en une analyse microstructurale fine (MEB, EBSD, diffraction RX...) de divers produits mis en forme par Aubert & Duval et présentant des atténuations différentes lors des contrôles US. Au final, ce stage a permis d'émettre des hypothèses concernant les particularités microstructurales néfastes à la perméabilité aux ultrasons, mais sans pouvoir identifier ni leurs origines, ni les paramètres thermomécaniques associés à leurs apparition.

A l'issue du stage, il a été décidé de proposer une thèse sur l'origine des microstructures néfastes aux US et sur l'interaction microstructure - US

### **Objectifs de la thèse :**

Les objectifs de la thèse sont d'établir des corrélations entre l'histoire thermomécanique, la microstructure et la perméabilité aux ultrasons (niveau du bruit de fond). Ceci afin de proposer à Aubert & Duval des conditions de matriçage en quasi-isotherme, moins exigeantes, moins coûteuses et plus facilement accessibles compte tenu de leurs procédés, pour l'obtention de disques conformes en US.

Pour cela, les différentes études à réaliser sont :

- Déterminer l'influence des paramètres thermomécaniques de mise en forme (température, vitesse de déformation et taux de déformation) sur l'évolution microstructurale et identifier le (ou les) mécanisme(s) de recristallisation associé(s).
- Mettre au point une modélisation mésoscopique du forgeage, afin de pouvoir prédire l'évolution microstructurale pour une microstructure initiale donnée et des conditions thermomécaniques fixées.
- Identifier le (ou les) paramètre(s) microstructuraux néfaste(s) à la perméabilité aux ultrasons et modéliser la propagation des ultrasons
- Proposer des conditions de mise en forme afin de produire des disques moteurs conformes au cahier des charges.

Le mémoire s'articule autour de quatre chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à la présentation du matériau. D'une part, les particularités de l'Udimet 720 comparativement à d'autres superalliages base nickel sont exposées. D'autre part, les différentes versions de l'Udimet 720 sont présentées, avant de décrire plus en détail la version forgée, qui constitue le matériau de cette étude.

- Le second chapitre traite du comportement mécanique et de l'évolution microstructurale lors du forgeage. Les analyses mécanique et métallurgique des essais de forgeage isotherme entre 1050 et 1125°C, ainsi que l'identification du mécanisme de recristallisation de l'Udimet 720 à 1100°C sont présentés.
- Le troisième chapitre est dédié à la modélisation mésoscopique du forgeage. Le modèle de déformation éléments finis CristalECP (implémenté dans Abaqus<sup>®</sup>) puis le modèle de recristallisation RecUPS basé sur la méthode des automates cellulaires sont décrits. Enfin, le couplage séquentiel de ces deux modèles pour simuler le forgeage à chaud est explicité.
- Le quatrième chapitre concerne l'interaction entre la microstructure et la perméabilité aux ultrasons (US). Ce chapitre est composé d'une partie expérimentale et d'une partie modélisation de la propagation des US.



# Chapitre 1

## Présentation de l'Udimet 720

### Sommaire

---

I ) HISTORIQUE DES SUPERALLIAGES .....	6
II ) MICROSTRUCTURE DE L'UDIMET 720.....	8
III ) PROCEDES D'ELABORATION ET DE TRANSFORMATION .....	9
A. <i>Les différents procédés d'élaboration</i> .....	9
B. <i>Mise en forme de l'Udimet 720</i> .....	11
C. <i>Traitements thermiques et applications visées</i> .....	13
IV ) CONTROLE DE LA MICROSTRUCTURE ET PROPRIETES MECANIQUES.....	14

---



Ce chapitre est dédié à la présentation des superalliages à base de nickel destinés à la réalisation des disques de turbines et plus particulièrement à la famille de ceux durcis par précipitation de phase  $\gamma'$  à laquelle l'Udimet 720 appartient.

Dans un premier temps, un historique des superalliages à base de nickel est présenté afin d'expliquer les différentes évolutions apportées jusqu'au développement de l'Udimet 720. Ensuite, les procédés d'élaboration et les différentes versions d'Udimet 720 développées industriellement sont présentés. Enfin, l'influence des paramètres des traitements thermiques et thermomécaniques sur le contrôle de la microstructure et des propriétés mécaniques est discutée.

## I) Historique des superalliages

Les superalliages sont des alliages métalliques présentant une excellente résistance mécanique, une bonne résistance au fluage à haute température (typiquement 0,7 à 0,8 fois sa température de fusion), ainsi qu'une bonne tenue à l'oxydation et à la corrosion. Les superalliages sont divisés en trois groupes selon l'élément d'alliage utilisé comme base : le nickel, le fer ou le cobalt.

L'apparition des superalliages date des années 1930 en Europe et aux Etats-Unis, via le besoin d'alliages plus résistants pour la réalisation de turbomachines à hautes températures. Le développement de ces alliages a été rendu possible grâce à des innovations dans les domaines de l'élaboration et des procédés de fabrication, réalisées dans les secteurs de l'énergie et de l'aérospatiale. Ce sont les besoins de turbines aéronautiques, dont les propriétés mécaniques à haute température recherchées sont les plus drastiques, qui ont permis l'essor des superalliages à base de nickel. Ces derniers présentent en effet les meilleures propriétés mécaniques (fluage, fatigue, résistance à la traction). Actuellement, les superalliages sont présents dans l'industrie nucléaire (générateurs de vapeur par exemple avec des tubes en Inconel 600), les turbines de l'industrie marine, l'industrie chimique, mais surtout dans les turbines aéronautiques et les turbines à gaz.

Le Nimonic 80 a été l'un des premiers superalliages développé à partir des alliages binaires Ni-20%Cr dans les années 1941-42. Il est à l'origine de la famille des superalliages à base de nickel durcis par précipitation de phase  $\gamma'$  dont l'Udimet 720 fait partie. Il est renforcé par une solution solide de chrome dans le nickel et une faible proportion de précipités  $\gamma'$ . Les évolutions ultérieures des superalliages ont tout d'abord été d'accroître la fraction de phase  $\gamma'$ , en augmentant la teneur en éléments durcissants, tels que le titane, l'aluminium, le niobium, le tantale et le cobalt, tout en diminuant la proportion de chrome. Pour remplacer ce dernier, présent en solution solide, des éléments tels que le cobalt, le molybdène, le tungstène et le vanadium ont été introduits.

Ensuite, du bore et du zirconium ont été insérés dans les compositions chimiques afin d'augmenter la résistance des joints de grains et ainsi améliorer la résistance en fluage et la ductilité. L'effet des divers éléments d'addition est résumé dans le **Tableau 1.1**.

**Tableau 1.1 : Effets des principaux éléments d'alliage dans les superalliages base Nickel [DUR97]**

Éléments	Renforcement de la matrice	Augmentation de la fraction volumique de précipités $\gamma'$	Joint de gains	Autres effets
Cr	Modéré	Modéré	$M_{23}C_6$ et $M_7C_3$	Améliore la résistance à la corrosion Favorise les phases TCP
Mo	Fort	Modéré	$M_6C$ et MC	Augmente la densité
W	Fort	Modéré		Favorise les phases TCP* $\sigma$ et $\mu$
Ta	Fort	Importante (+ $\gamma''$ )		
Nb	Fort	Importante (+ $\gamma''$ )	NbC	Favorise les phases $\gamma'$ et $\delta$
Ti	Modéré	Très importante	TiC	
Al	Modéré	Très importante		Al augmente la résistance à l'oxydation
Fe		$\gamma' \rightarrow \beta, \eta, \gamma''$ ou $\delta$		Diminue la résistance à l'oxydation Favorise les phases TCP $\sigma$ et de Laves
Co	Léger	Modéré pour certains alliages		Élève le solidus ; peut élever ou abaisser le solvus
Re	Modéré			Retarde la coalescence des $\gamma'$ Augmente le "misfit" $\gamma'/\gamma$
C	Modéré		Carbures	
B, Zr	Modéré			Inhibe la coalescence des carbures Augmente la résistance du joint de grains Augmente la résistance en fluage et la ductilité

L'Udimet 720 est un exemple des évolutions récentes réalisées sur les compositions chimiques des superalliages. Il a été développé dans les années 1975, avant d'être modifié dans les années 1980 pour aboutir à l'Udimet 720 LI (Low Interstitial) où les teneurs en carbone, bore et chrome ont diminué (Tableau 1.2).

**Tableau 1.2 : Composition chimique (% en poids) de l'Udimet 720 et de l'Udimet 720 LI [A&D09]**

Alliages	Ni	Cr	Co	Ti	Al	Mo	W	B	Zr	C
<b>U720</b>	base	18,00	14,75	5,00	2,50	3,00	1,25	0,035	0,030	0,035
<b>U720LI</b>	base	16,46	14,27	5,09	2,49	2,98	1,21	0,014	0,029	0,016

Les proportions de carbone et de bore ont été abaissées afin de faciliter la mise en forme. Quant à la teneur en chrome, elle a été réduite pour restreindre la formation de phase  $\sigma$  topologiquement compacte et ainsi moins dégrader les propriétés mécaniques lors du service à haute température [JAC99].

L'Udimet 720 a été développé en vue de remplacer les nuances de référence, telles que l'Inconel 718 et le Waspaloy [GRE88]. L'inconel 718 est un superalliage appartenant à la famille des alliages à durcissement par précipitation  $\gamma''$  (assuré par le niobium). Il a été développé pour des températures d'utilisation maximale de l'ordre de 600°C. Pour des températures de service

plus élevées, le Waspaloy durci par précipitation  $\gamma'$  est employé. Enfin, l'augmentation des contraintes et de la température de service (supérieure à 700°C) a nécessité la mise au point de l'Udimet 720 LI.

## II ) Microstructure de l'Udimet 720

L'Udimet 720 est un superalliage à base de nickel renforcé par précipitation cohérente de phase intermétallique  $\gamma'$ . La microstructure du matériau est donc biphasée, avec une matrice austénitique  $\gamma$  de structure cristallographique Cubique à Faces Centrées (CFC) et une phase durcissante  $\gamma'$  de formule  $Ni_3(Ti,Al)$  et de structure cristallographique de type  $L1_2$ . Pour de nombreux auteurs, cette structure  $L1_2$  peut être considérée comme CFC. Cependant du point de vue cristallographique, le motif de répétition de la structure ordonnée est en fait un motif Cubique Simple (CS) (Figure 1.1).

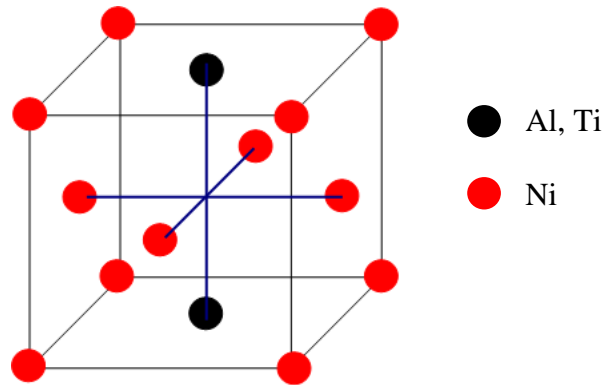


Figure 1.1 : Structure cristallographique des précipités  $\gamma'$

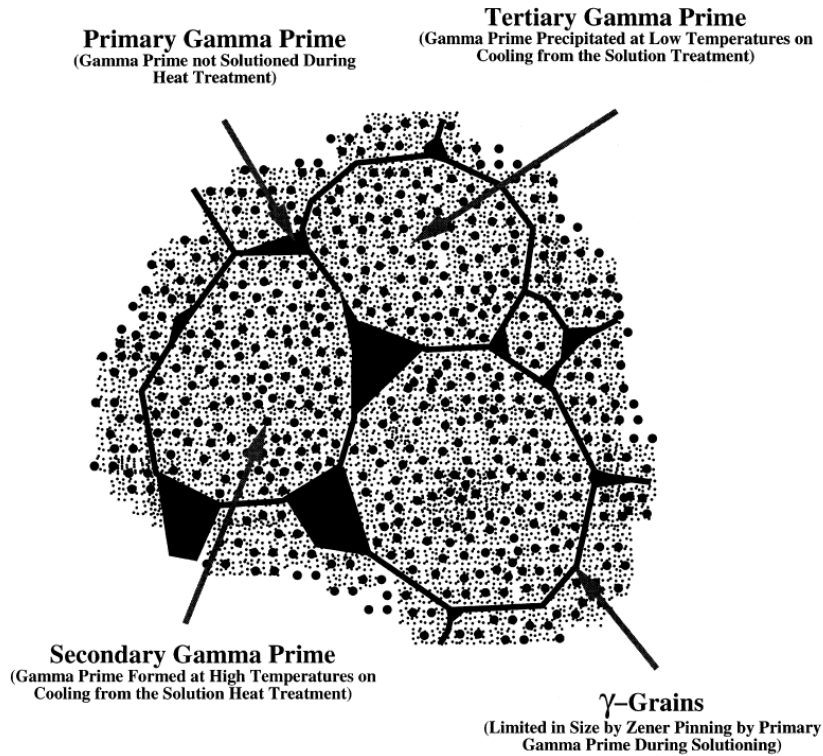
L'Udimet 720 est une des évolutions les plus récentes de la nuance Waspaloy. Toutefois, bien que le mode de durcissement soit identique et les compositions chimiques assez proches (Tableau 1.3), il existe une différence notable en ce qui concerne la microstructure et la mise en forme de ces deux alliages.

Tableau 1.3 : Composition chimique (% en poids) du Waspaloy et de l'Udimet 720 LI [A&D09]

Alliages	Ni	Cr	Co	Ti	Al	Mo	W	B	Zr	C
Waspaloy	base	19	13,50	3,10	1,40	4,10	-	0,040	0,065	0,030
U720LI	base	16,46	14,27	5,09	2,49	2,98	1,21	0,014	0,029	0,016

Les proportions de titane et d'aluminium ayant augmenté considérablement entre le Waspaloy et l'Udimet 720 LI, la fraction volumique de phase durcissante  $\gamma'$ , passe respectivement de 30% à 43%. Cela a pour conséquence, dans certaines conditions de traitements thermiques, la formation de précipités intergranulaires dans l'Udimet 720, qui n'existent pas dans le Waspaloy.

La microstructure de l'Udimet 720 possède donc des précipités  $\gamma'$  intergranulaires et intragranulaires comme le montre la Figure 1.2.



*Figure 1.2 : Schéma de la microstructure de l'Udimet 720 LI [JAC99]*

Les précipités  $\gamma'$  intergranulaires sont nommés «  $\gamma'$  primaires » et possèdent une taille de l'ordre de quelques microns. Ce sont les précipités issus de la solidification et non dissous lors des traitements thermiques d'homogénéisation subsolvus. Dans leur étude, Jackson et Reed ont distingué deux types de précipités intragranulaires suivant leurs tailles. Les précipités «  $\gamma'$  secondaires » possédant une taille comprise entre 90 et 200 nm et les précipités «  $\gamma'$  tertiaires », avec une taille inférieure à 90 nm. Ces deux générations de phase  $\gamma'$  apparaissent lors des refroidissements et des vieillissements.

Note : Ce schéma (figure 1.2) ne sert qu'à présenter le lexique correspondant aux diverses phases présentes dans l'Udimet 720. Les traitements thermomécaniques et thermiques appliqués au matériau, permettent d'obtenir toute une gamme de microstructures variées, avec des tailles qui évoluent pour chacune des phases.

### III ) Procédés d'élaboration et de transformation

#### A. Les différents procédés d'élaboration

L'élaboration des superalliages à base de nickel peut être réalisée de deux manières différentes :

- la voie lingot-forgeage (Cast & Wrought),
- la voie métallurgie des poudres (Powder Metallurgy).

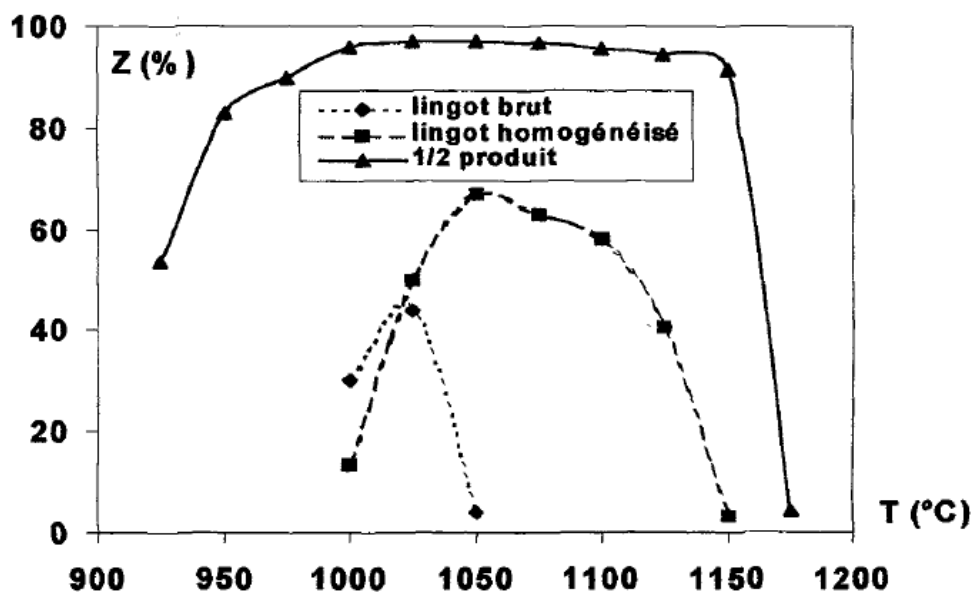
A l'heure actuelle, la voie métallurgie des poudres, très onéreuse, est réservée au secteur aéronautique et plus particulièrement aux applications militaires.

### 1. La voie lingot-forgeage

Cette méthode d'élaboration est la plus utilisée pour la réalisation des superalliages à base de nickel. L'augmentation des propriétés mécaniques au cours du temps a entraîné l'élévation des proportions en éléments d'alliages et donc le risque de ségrégations pendant la solidification du lingot. L'essor des superalliages a donc été rendu possible par le développement simultané des procédés d'élaboration sous vide et de refusion.

La fusion à induction sous vide (Vacuum Induction Melting) a permis l'augmentation des proportions d'éléments durcissants (aluminium et titane) très réactifs à l'air, ainsi que l'obtention d'une bonne régularité de la composition chimique [MAS05]. Cependant, les structures de solidification obtenues par ce procédé apparaissent moins favorables par rapport à une élaboration classique (tailles de grains très hétérogènes, importantes ségrégations chimiques, retassures... [DUM00]) et des opérations de refusion sous laitier ESR (ElectroSlag Remelting) et/ou sous vide VAR (Vacuum Arc Remelting) sont nécessaires. Ces méthodes permettent d'améliorer la microstructure (structure fine et homogène, ségrégation limitée), tout en permettant d'accroître la propreté du matériau (désoxydation, diminution des impuretés et inclusions) [CUN00].

Dans le cas de l'Udimet 720, malgré toutes les précautions prises lors de l'élaboration, le lingot obtenu est non forgeable. Afin d'améliorer la forgeabilité du matériau, un traitement d'homogénéisation à haute température (supérieure au solvus de la phase  $\gamma'$ ) est effectué. Cela a pour but de réduire sensiblement le niveau de ségrégation de l'alliage en favorisant la diffusion des éléments ségrégués. De ce fait, la forgeabilité du matériau devient acceptable comme le montre la **Figure 1.3**.



**Figure 1.3 : Essais de forgeabilité de l'Udimet 720 – évaluation du coefficient de striction à rupture en fonction de la température pour différents états initiaux [DUM00]**

Sur le graphique, il est également reporté la forgeabilité du « 1/2 produit ». Industriellement un demi-produit correspond à un lingot qui a subi une succession d'étapes de refoulement suivies d'étirages, de manière à faire disparaître la structure de solidification par recristallisations successives et améliorer ainsi l'homogénéité de la microstructure.

## ***2. La voie métallurgie des poudres***

La voie métallurgie des poudres permet d'élaborer des superalliages avec de très fortes teneurs en éléments durcissants et présentant donc un fort risque de ségrégation.

Le procédé de fabrication de métallurgie des poudres comporte les étapes suivantes :

- La production de la poudre. Cela est effectué soit par atomisation sous gaz inerte, soit par pulvérisation centrifuge. La méthode la plus utilisée est l'atomisation et dans le cas de l'Udimet 720, elle est réalisée sous argon. L'atomisation consiste à désintégrer le métal liquide par un jet de gaz sous pression. Le liquide se désintègre en fines gouttelettes prenant une forme sphérique sous l'influence de la tension de surface.
- La sélection de la taille de la poudre par tamisage. Avant l'atomisation sous argon, le métal est en fusion et peut contenir des particules de céramique provenant du creuset. Ces dernières peuvent se trouver dans la poudre, puis dans le matériau final, altérant fortement les propriétés mécaniques de la pièce finale.
- La densification et la mise en œuvre de la poudre. Deux voies sont couramment employées :
  - la compression isostatique à chaud (CIC) puis le forgeage (isotherme ou non),
  - l'extrusion puis le forgeage isotherme.

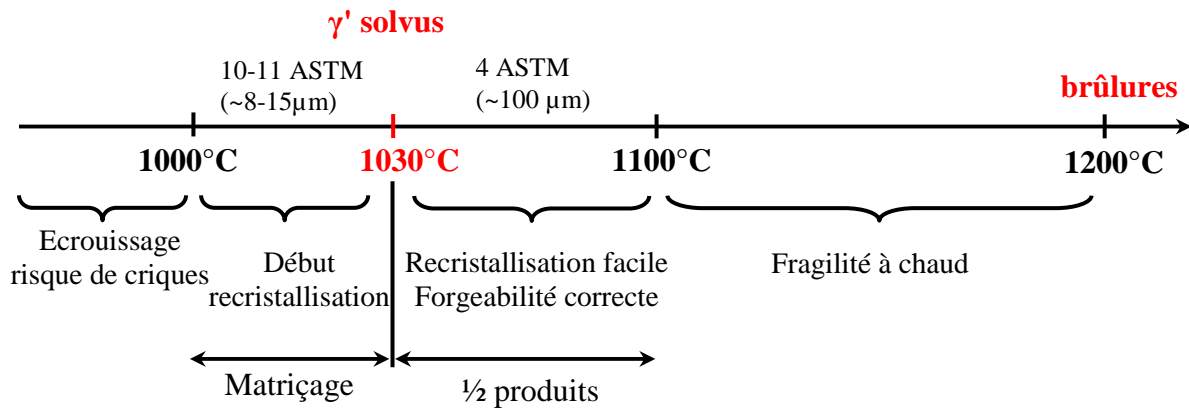
### ***B. Mise en forme de l'Udimet 720***

Nous avons vu précédemment qu'afin d'améliorer les propriétés mécaniques de l'Udimet 720 par rapport au Waspaloy, la fraction en phase durcissante  $\gamma'$  est passée de 30 à 43%. Cette augmentation des caractéristiques par ajouts d'éléments durcissants, s'est faite au détriment de la ductilité. En effet, l'Udimet 720 avec 43% de phase  $\gamma'$ , se positionne à la limite de la forgeabilité, dont la valeur empirique est de 45% de phase durcissante  $\gamma'$ .

De ce fait, les conditions de forgeage de l'Udimet 720 sont relativement différentes de celles d'une nuance plus classique, telle que le Waspaloy.

Concernant le Waspaloy, la mise en forme est déjà assez difficile, puisque la fenêtre de forgeage est comprise entre 1000 et 1100°C [BRO00]. Cette gamme de température peut être divisée en deux parties, car la température de mise en solution de la phase  $\gamma'$  pour cet alliage est estimée aux alentours de 1030°C. Des températures comprises entre 1000 et 1030°C sont généralement utilisées pour le matriçage, de manière à obtenir la géométrie finale de la pièce tout en affinant la microstructure. Quant aux températures comprises entre 1030 et 1100°C, elles sont

utilisées pour la réalisation de demi-produits, afin d'homogénéiser la microstructure en faisant disparaître la structure de solidification (**Figure 1.4**).

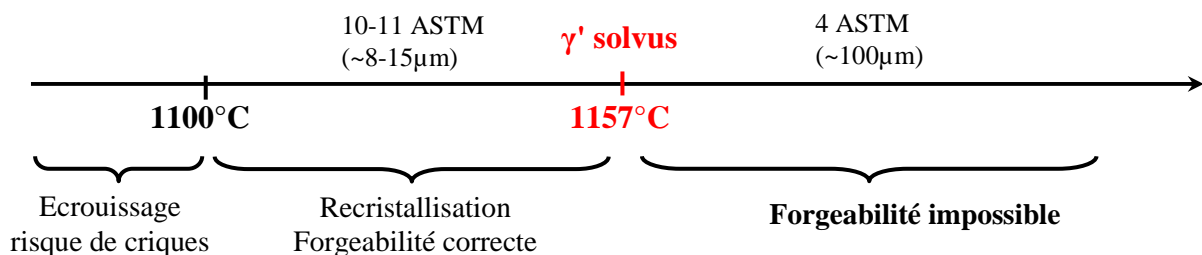


**Figure 1.4 : Fenêtre de forgeage du Waspaloy**

Des températures supérieures à 1100°C peuvent être utilisées, mais la fragilité à chaud peut entraîner la formation de criques. Concernant de plus faibles températures (<1000°C), l'effort nécessaire à la mise en forme devient trop élevé et une déformation hétérogène se produit aisément, pouvant provoquer également la formation de criques. Ces dernières sont souvent intergranulaire et sont causées par la formation de grosses particules  $\gamma'$  et l'enchevêtrement des dislocations aux joints de grains. Ceci a pour effet d'augmenter localement la contrainte d'écoulement et cela jusqu'à l'apparition d'une fissure au joint de grains.

Dans le cas de l'Udimet 720, la fenêtre de forgeage est encore plus restreinte. Nous avons vu précédemment que l'augmentation des teneurs en aluminium et en titane a pour effet d'augmenter la fraction volumique de phase  $\gamma'$ . Cela induit également une élévation de la température de mise en solution de la phase  $\gamma'$  qui atteint 1157°C.

Pour des températures supérieures au solvus, la dissolution de la phase  $\gamma'$  primaire entraîne un fort durcissement de la matrice. Les joints de grains se comportent alors comme des maillons faibles et la forgeabilité devient quasi-nulle (**Figure 1.5**).



**Figure 1.5 : Fenêtre de forgeage de l'Udimet 720 LI [A&D09]**

La mise en forme de l'Udimet 720 est donc réalisée aux alentours de 1100°C, température où l'on note la présence des précipités  $\gamma'$  primaires, limitant la mobilité des joints de grains. De ce fait, l'obtention d'une microstructure à gros grains pour des applications en fluage, nécessite la réalisation d'un traitement thermique de mise en solution supersolvus après mise en forme.

### ***C. Traitements thermiques et applications visées***

Suivant les domaines d'application (énergie, aéronautique...) et les zones d'utilisation des pièces, les propriétés mécaniques recherchées sont différentes (fatigue, fluage...). De ce fait, il est nécessaire d'adapter la microstructure aux conditions de service et cela passe notamment par le contrôle de la taille de grains. Nous avons vu précédemment que l'Udimet 720 ne peut être forgé que de manière subsolvus et donc que la taille de grains finale est proche de 10 - 11 ASTM (8-15 $\mu$ m).

Afin d'obtenir la taille de grains et les propriétés mécaniques nécessaires pour l'application souhaitée, des traitements thermiques post-forgeage sont nécessaires. Ces traitements thermiques sont généralement constitués d'une mise en solution et de un ou deux traitements de vieillissement.

Deux types de traitements thermiques « standard » sont généralement appliqués aux produits forgés.

- Le premier traitement appelé « **High Strength** » (**HS**) permet d'obtenir une microstructure à grain fins (10-15  $\mu$ m) permettant une bonne résistance en fatigue et en traction.
- Le second traitement nommé « **Creep Resistant** » (**CR**) conduit à une microstructure à gros grains (quelques centaines de microns) optimisée pour le fluage.

#### ***1. Le traitement « High Strength »***

Le traitement « **High Strength** » est constitué d'une mise en solution subsolvus et de deux traitements de vieillissements.

- Mise en solution pendant 4 heures à 1110°C puis trempe à l'huile.
- Vieillessement à 650°C pendant 24h, puis refroidissement à l'air.
- Vieillessement à 760°C pendant 16h, puis refroidissement à l'air.

Lors du traitement de mise en solution subsolvus, seuls les précipités  $\gamma'$  intragranulaires sont dissous. Les gros précipités  $\gamma'$  primaires situés aux joints de grains sont peu affectés et empêchent la croissance du grain [JAC99].

Les traitements de vieillissement ont pour but de faire précipiter un maximum de phase  $\gamma'$  intragranulaire, tout en contrôlant la taille des précipités. Ce sont ces précipités qui sont essentiellement responsables des propriétés mécaniques des pièces obtenues. L'objectif final de ces traitements est d'obtenir des précipités stables, permettant un usage de longue durée en température et contrainte élevées.

#### ***2. Le traitement « Creep Resistant »***

Le traitement « **Creep Resistant** » comporte un traitement de mise en solution supersolvus et deux paliers de vieillissement.



- Mise en solution supersolvus pendant 4 heures à 1170°C puis trempe à l'air.
- Vieillissement à 845°C pendant 24h, puis refroidissement à l'air
- Vieillissement à 760°C pendant 16h, puis refroidissement à l'air

Lors du traitement de mise en solution supersolvus, tous les précipités  $\gamma'$  sont remis en solution, y compris les gros  $\gamma'$  primaires situés aux joints de grains. Les grains  $\gamma$  sont donc libres de grossir et peuvent atteindre des tailles de plusieurs centaines de microns (4 ASTM). Lors du refroidissement à l'air, une précipitation fine et homogène de précipités  $\gamma'$  secondaires est obtenue. Le traitement de mise en solution subsolvus, quant à lui, permet la croissance des précipités  $\gamma'$  secondaires.

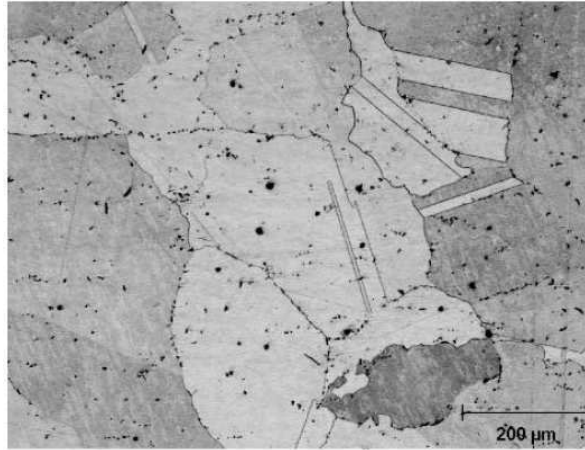
Comme pour le traitement HS, les traitements de vieillissement permettent de faire précipiter un maximum de phase  $\gamma'$  intragranulaire.

## IV ) Contrôle de la microstructure et propriétés mécaniques

L'obtention de microstructures possédant les propriétés mécaniques recherchées, nécessite une parfaite maîtrise des procédés d'élaboration, de mise en forme et de traitements thermiques. La littérature sur l'Udimet 720, fait état de nombreuses études concernant l'évolution microstructurale lors des traitements thermomécaniques et thermiques, et du comportement mécanique en fatigue et en fluage qui y est associé.

La mise en forme des superalliages étant effectuée à haute température, des phénomènes de recristallisation et de précipitation dynamique gouvernent l'évolution microstructurale. Ces derniers étant liés à la température, au taux de déformation et à la vitesse de déformation, les études de Lindlsey et Pierron [LIN00] (pour la recristallisation dynamique) et de Monajati *et al.* [MON05-I] (pour la précipitation dynamique) ont eu pour but d'analyser indépendamment, l'influence de ces paramètres.

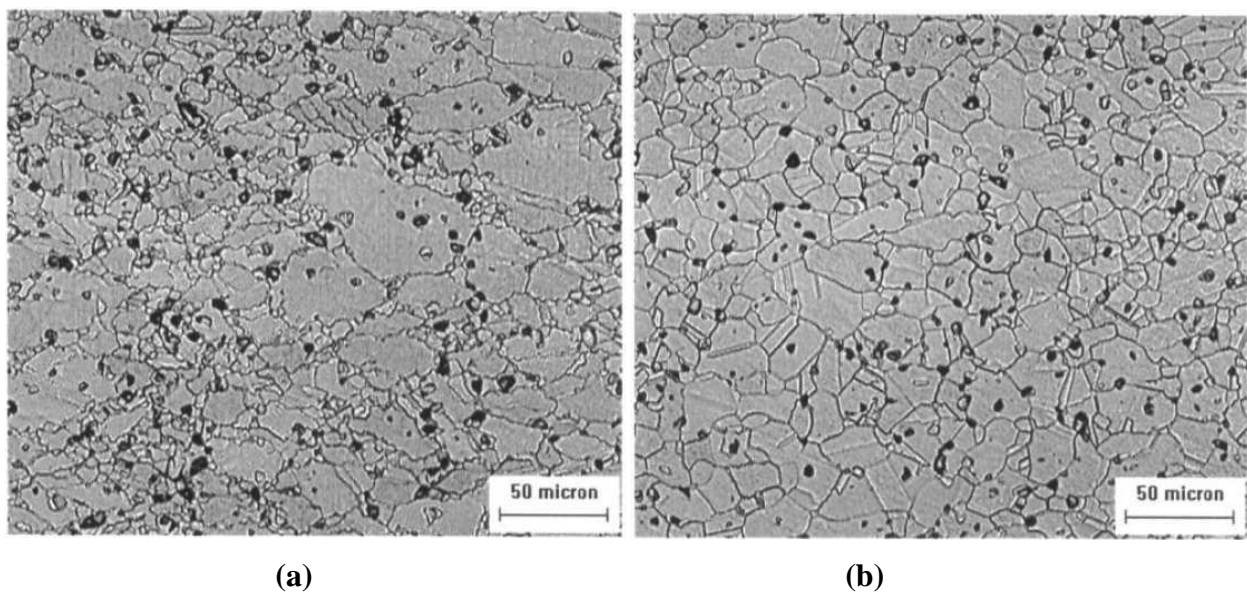
De nombreux articles considèrent l'Udimet 720 comme un matériau à faible énergie de défaut d'empilement, donc présentant un mécanisme de recristallisation dynamique de type discontinu. De ce fait, la recristallisation se produirait par germination et croissance au niveau des anciens joints de grains austénitiques  $\gamma$  [MON05-II], [LIN00], [BRO00]. Il existe cependant peu de bibliographie traitant de l'influence des conditions de déformation sur l'évolution microstructurale. De plus, les examens sont souvent réalisés à partir de microstructures à gros grains, obtenues par traitements thermiques supersolvus et exemptes de précipités  $\gamma'$  primaires aux joints de grains (**Figure 1.6**). En effet, l'utilisation de microstructures à gros grains facilite l'observation de l'apparition de petits grains recristallisés à proximité des joints de grains initiaux.



**Figure 1.6 :** *Microstructure après traitement de mise en solution de 2h à 1175°C puis trempe à l'eau [MON05-II]*

Lindsay et Pierron [LIN00] ont étudié deux types de microstructures initiales différentes. La première est une microstructure de type « laminé » contenant des petits grains ( $15\mu\text{m}$ ) et de gros précipités  $\gamma'$  ( $2,8\mu\text{m}$ ) et la seconde, une microstructure après traitement de mise en solution supersolvus présentant de gros grains ( $3\text{mm}$ ) et de fins précipités  $\gamma'$ . Les résultats obtenus pour la « microstructure à grains fins », montrent que pour des températures et des vitesses de déformation respectivement supérieures à  $1110^\circ\text{C}$  et  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ , on obtient une recristallisation dynamique discontinue. La **Figure 1.7 a** présente une structure en collier typique d'une étape intermédiaire de ce mécanisme et la **Figure 1.7 b**, la microstructure après recristallisation complète.

Pour les auteurs, ce mécanisme de recristallisation dynamique est typique des matériaux monophasés. Puisque dans cette étude, la taille de grains de « la microstructure à grains fins » est de l'ordre de l'espacement entre gros précipités  $\gamma'$ , il existe peu ou pas de  $\gamma'$  dans le grain et donc le matériau peut se comporter de manière similaire à un matériau monophasé.



**Figure 1.7 :** « Microstructure à grains fins » recristallisée : (a) structure en collier (b) recristallisation complète [LIN00]

Cependant, selon les auteurs la présence de seconde phase peut se comporter comme une barrière à la mobilité des joints de grains (ancrage de type Zener). L'espacement entre précipités  $\gamma'$  affectant la compétition entre restauration et recristallisation. De ce fait, puisque la température de mise en forme est supérieure à 0,9 fois la température de fusion, la restauration dynamique (voire la recristallisation dynamique continue) peut se produire rapidement, puisque les joints de grains sont bloqués par les précipités  $\gamma'$ .

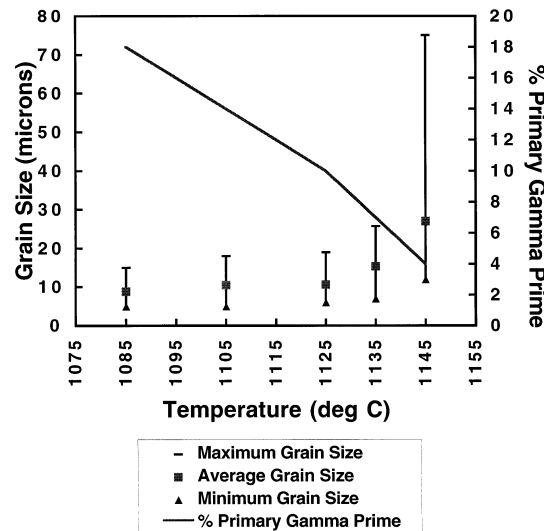
Tout cela conduit à supposer que le mécanisme de recristallisation (continue ou discontinue) peut différer suivant la microstructure initiale et notamment la taille et la distribution (espacement) des précipités  $\gamma'$  primaires.

Concernant la précipitation dynamique, Monajati *et al.* [MON05\_I] ont mis en évidence que la déformation peut affecter la précipitation de la phase  $\gamma'$ . Dans ce cas, le temps d'incubation pour la germination diminue, ce qui conduit à de la précipitation induite par la déformation. Les auteurs concluent que lors du forgeage, la précipitation de  $\gamma'$  induite par la déformation se produit et est probablement achevée au tout début de la mise en forme.

Enfin Jackson et Reed [JAC99] ont montré que lors du forgeage, la recristallisation est hétérogène au sein du galet. Cela provient du fait que lors de la mise en forme, il existe un gradient de déformation (zone la plus déformée au centre et la moins déformée sous les outils et bords libres) et un gradient de température (zone la plus chaude au centre et la plus froide en contact avec les outils à 600°C). Ceci est donc responsable d'une variation de microstructure à l'issue du forgeage, pouvant également engendrer des évolutions différentes lors des traitements thermiques après la mise en forme.

Les traitements thermiques à l'issue de la mise en forme, ont fait l'objet de nombreuses études dans la littérature, puisqu'ils sont essentiellement à l'origine des propriétés mécaniques du matériau. Les travaux réalisés sur les traitements de mise en solution ont consisté à examiner les phénomènes de recristallisation statique et de dissolution - reprécipitation de la phase  $\gamma'$ . Les études de Jackson et Reed [JAC99] et de Monajati *et al.* [MON04] ont montré l'influence de la température de mise en solution sur l'évolution de la fraction et de la taille des précipités  $\gamma'$ .

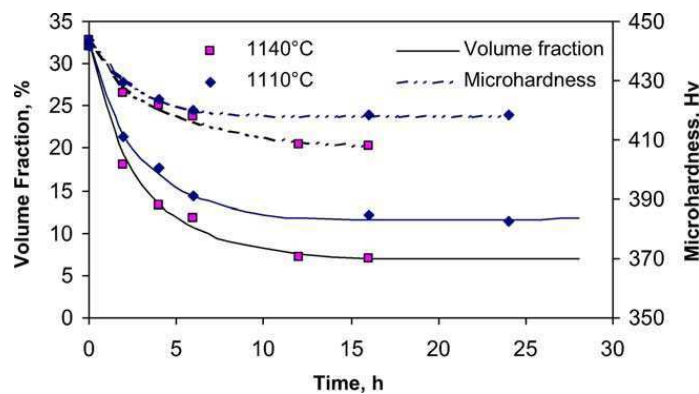
Jackson et Reed montrent que pour une microstructure à grains fins (10 $\mu$ m) et comportant des précipités  $\gamma'$  primaires, plus la température de mise en solution est proche du  $\gamma'$  solvus (1157°C) et plus la taille de grains  $\gamma$  augmente, cette évolution étant accompagnée d'une diminution de la fraction de  $\gamma'$  primaire (**Figure 1.8**).



**Figure 1.8 : Influence de la température de mise en solution sur la taille de grains  $\gamma$  et la fraction de précipités  $\gamma'$  primaires [JAC99]**

De plus, il a été observé que plus la fraction de précipités  $\gamma'$  primaires remis en solution est importante, plus la fraction de  $\gamma'$  secondaires et tertiaires formée au refroidissement est élevée et plus la dureté du matériau augmente.

De son côté, Monajati *et al.* utilisent une microstructure à gros grains ( $300\mu\text{m}$ ) avec une répartition homogène de précipités  $\gamma'$ . Les résultats ont montré que plus la température de mise en solution et le temps de maintien augmentent, plus la fraction de phase  $\gamma'$  et les valeurs de microdureté diminuent (**Figure 1.9**).



**Figure 1.9 : Evolution de la fraction de phase  $\gamma'$  et de la microdureté après plusieurs temps de maintien à 1110 et 1140°C**

Cette diminution de microdureté a été attribuée à l'augmentation de la taille des précipités  $\gamma'$ .

La vitesse de refroidissement, à l'issue du traitement de mise en solution, présente également une forte importance sur l'évolution de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires et la dureté du matériau. Jackson et Reed ont mis en évidence que, pour un même traitement de vieillissement « standard » ( $650^\circ\text{C}/24\text{h} + 760^\circ\text{C}/16\text{h}$ ), plus la vitesse de refroidissement après la

mise en solution est élevée, plus la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires est faible et la dureté élevée (Figure 1.10).

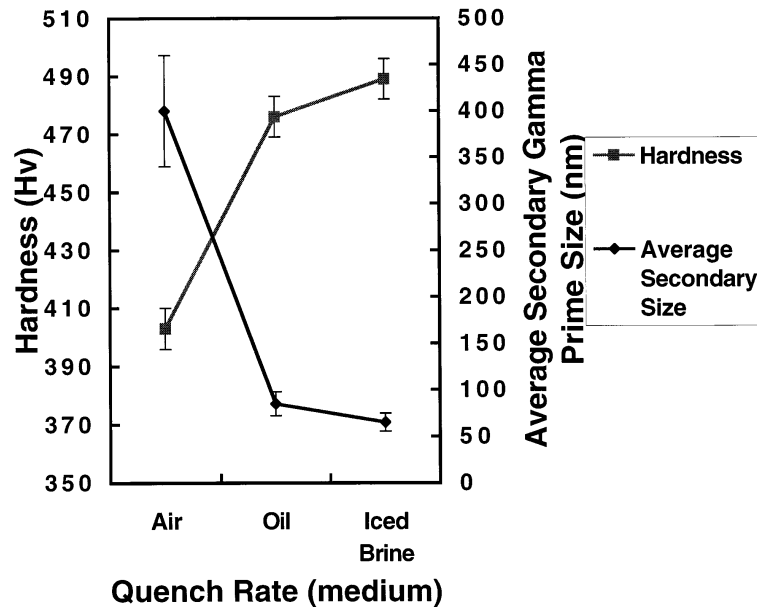


Figure 1.10 : Variation de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires et de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement après traitement de mise en solution subsolvus

Enfin, de nombreux auteurs ont étudié la cinétique de croissance de la phase  $\gamma'$  intragranulaire lors des traitements thermiques de vieillissement. Dans leur article, Jackson et Reed [JAC99] critiquent le double traitement de vieillissement du traitement « standard » HS, car il « survieillirait » l'Udimet 720 LI. L'auteur montre qu'un traitement de vieillissement unique de 24h à 700°C, améliore les propriétés en fluage à 750°C, grâce à une taille de précipités  $\gamma'$  tertiaire de 40 nm (contre 60 nm pour le traitement « standard »). L'utilisation d'une étape de vieillissement unique a également été préconisée par Furrer et Fecht [FUR00], mais avec une température de 760°C et un temps de 16h. Enfin, Monajati *et al.* [MON04] ont mis en évidence, que des propriétés mécaniques optimales sont obtenues, lorsque la taille des précipités  $\gamma'$  est d'environ 200nm.

La disparité de résultats pour ces diverses études, provient probablement de l'utilisation de microstructures initiales différentes. Il a été démontré précédemment que les traitements de mise en solution et le type de refroidissement associé, influencent la taille de grains, la fraction des différents types de précipités  $\gamma'$  et leur taille.

Résumé

*Ce chapitre est une introduction générale aux superalliages à base de nickel et plus particulièrement à l'Udimet 720 qui constitue le matériau de l'étude. L'augmentation des performances et des rendements énergétiques des moteurs aéronautiques, a mené les industriels à développer des matériaux aux propriétés toujours plus élevées. Pour cela, les compositions chimiques des alliages ont évolué et se sont complexifiées, avec l'accroissement de la fraction de phase  $\gamma'$  et l'ajout entre autres d'éléments tels que le bore ou le zirconium. Ces derniers améliorent la résistance au fluage en augmentant la résistance des joints de grains.*

*Cette amélioration des alliages, a été rendue possible par la maîtrise des procédés d'élaboration (fusion sous vide VIM, refusion ESR et VAR) et de transformation. Cependant cette augmentation des propriétés mécaniques par ajout d'éléments durcissants s'est faite aux dépens de la ductilité. En effet, l'Udimet 720 possède une fraction volumique de phase  $\gamma'$  de l'ordre de 43%, ce qui le place à la limite supérieure de forgeabilité (45%). Cela a pour conséquence que, contrairement à la majorité des superalliages durcis par  $\gamma'$ , l'Udimet 720 est forgé subsolvus, donc dans le domaine biphasé où l'évolution microstructurale est très complexe.*

*Enfin, il a été montré que les propriétés mécaniques pour les applications en fatigue, fluage... sont très fortement influencées par l'ensemble des traitements thermomécaniques (forgeage, matricage...) et thermiques (mise en solution, vieillissement). De nombreuses études ont consisté à étudier la cinétique de précipitation de  $\gamma'$ , l'effet des traitements thermiques sur la microstructure et la stabilité à long terme pour de hautes températures. Cependant, il existe peu de bibliographie concernant l'influence des conditions de forgeage sur la contrainte d'écoulement et l'évolution microstructurale. De plus, le peu de bibliographie existante concerne globalement l'Udimet 720 « gros grains » (absence de précipités  $\gamma'$  primaires) ou des microstructures avec peu de précipités  $\gamma'$  primaires aux joints de grains.*

*Nous verrons dans le **chapitre II** que le matériau de départ de notre étude possède une fraction importante de précipités  $\gamma'$  primaires. Les études de Lindlsey et Pierron ont mis en évidence que la présence d'une seconde phase peut se comporter comme une barrière à la mobilité des joints de grains. L'espacement entre précipités  $\gamma'$  peut être à l'origine d'une compétition entre recristallisation dynamique continue et discontinue. De ce fait, les résultats obtenus dans cette étude ne sont pas directement applicables à notre cas. Cela explique la partie expérimentale de la thèse vouée à l'analyse de l'évolution microstructurale lors du forgeage et à l'identification du ou des mécanisme(s) de recristallisation.*

## Bibliographie

- [A&D09] Aubert & Duval. "Documents internes", 2009.
- [BRO00] T. W. Brooks. "Forging of superalloys". *Material and design*, 21, pp. 297-303, 2000.
- [CUN00] P. J. Cunat. "Aciers inoxydables – Fabrication". *Techniques de l'ingénieur*, 2000.
- [DUM00] C. Dumont, P. Petit, E. Georges, D. Lescuyer, P. Mazuel, G. Page. "Elaboration et mise en forme de pièces pour turbines". *42<sup>e</sup> colloque de métallurgie de l'INSTN Journal de physique IV*, 10, pp. 4-9 - Pr4-14, 2000.
- [DUR97] M. Durand-Charre. "The microstructure of superalloys". Gordon and Breach science publishers, 1997.
- [FUR00] D. U. Furrer, H-J Fecht. "Microstructure and mechanical property development in superalloy U720LI". *Superalloys 2000, TMS*, pp. 415-425, 2000.
- [GRE88] A. Grellier, P. Heritier. "Fabrication et propriétés de l'alliage U720 destiné au domaine des moteurs aéronautiques". *Matériaux et techniques*, 1988.
- [JAC99] M. P. Jackson, R. C. Reed. "Heat treatment of Udimet 720 LI : the effect of microstructure on properties". *Materials science and engineering*, A259, 1, pp. 85-97, 1999.
- [LIN00] B. Lindsley, X. Pierron. "Sub-solvus recrystallization mechanisms in Udimet alloy 720 LI". *Superalloys 2000, TMS*, pp. 59-68, 2000.
- [MAS05] J-M Masson. "Fonderie et moulage de l'acier". *Techniques de l'ingénieur*, 2005.
- [MON04] H. Monajati, M. Jahazi, R. Bahrami, S. Yue. "The influence of heat treatment conditions on  $\gamma'$  characteristics in Udimet 720". *Materials science and engineering*, A373, pp. 286-293, 2004.
- [MON05-I] H. Monajati, F. Zarandi, M. Jahazi, S. Yue. "Strain induced  $\gamma'$  precipitation in nickel base superalloy Udimet 720 using a stress relaxation based technique". *Scripta materialia*, 52, pp. 771-776, 2005.
- [MON05-II] H. Monajati, M. Jahazi, S. Yue, A. K. Taheri. "Deformation characteristics of isothermally forged UDIMET 720 nickel-base superalloy" *Metallurgical and materials transactions A*, 36A, pp. 895-908, 2005.

# Chapitre 2

## Comportement mécanique et évolution microstructurale de l'Udimet 720 lors du forgeage

### Sommaire

---

I ) MISE EN FORME A CHAUD ET MECANISMES ASSOCIES .....	22
A. Les mécanismes statiques.....	23
B. Les mécanismes dynamiques.....	26
II ) MATERIAU DE REFERENCE.....	31
A. Caractéristiques d'un demi-produit à l'état brut de forgeage .....	31
B. Caractérisation microstructurale.....	33
C. Choix de la microstructure initiale pour les essais mécaniques de compression. ....	38
III ) ETUDE POUR UNE TEMPERATURE DE FORGEAGE DE 1100°C.....	43
A. Réalisation d'essais de forgeage isotherme .....	43
B. Analyse microstructurale des échantillons obtenus par forgeage.....	52
C. Comparaison de l'évolution microstructurale des prélèvements centre et périphérie .....	63
D. Identification des mécanismes d'évolution microstructurale .....	67
E. Etude du comportement superplastique pour les faibles vitesses de déformation ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ ).....	75
IV ) ETUDE POUR UNE TEMPERATURE DE FORGEAGE DE 1050°C .....	82
A. Essais mécaniques.....	82
B. Analyse microstructurale et comparaison centre-périphérie.....	84
V ) ETUDE POUR UNE TEMPERATURE DE FORGEAGE DE 1125°C.....	92
A. Essais mécaniques.....	92
B. Analyse microstructurale et comparaison centre-périphérie.....	93
VI ) INFLUENCE DES CONDITIONS DE MISE EN FORME SUR LA PERMEABILITE AUX ULTRASONS.....	98

---



Ce chapitre concerne l'analyse du comportement mécanique en forgeage et de l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 pour différentes conditions de transformation. En effet, lors de la mise en forme à chaud des métaux, la microstructure évolue sous l'influence de phénomènes tels que la restauration et/ou la recristallisation.

La première partie est donc une introduction bibliographique des différents mécanismes à l'origine de l'évolution microstructurale à chaud. Par la suite, le matériau de départ de l'étude est présenté et sa microstructure caractérisée à différentes échelles. Cette partie met en évidence que pour le produit initial, l'hétérogénéité de perméabilité aux UltraSons (US) lors des Contrôles Non Destructifs (CND), peut être attribuée à une variation microstructurale. Enfin, les trois dernières parties sont dédiées aux analyses mécaniques et microstructurales d'essais de forgeage réalisés respectivement à 1100, 1050 et 1125°C. Pour la température de 1100°C, une étude des mécanismes élémentaires de recristallisation dynamique est présentée. Dans un dernier temps, l'influence des conditions thermomécaniques sur la perméabilité aux ultrasons est exposée.

## I ) Mise en forme à chaud et mécanismes associés

On parle de mise en forme à chaud, lorsque la température est supérieure à la moitié de la température de fusion du matériau (températures exprimées en kelvins). Dans ce cas, l'agitation thermique est élevée et les mécanismes thermiquement activés sont prépondérants. De ce fait, les phénomènes de restauration et de recristallisation dynamique jouent un rôle important sur l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques finales du matériau.

Les procédés de mise en forme à chaud (forgeage, matriçage, laminage...) sont très employés industriellement, du fait de la ductilité importante des matériaux, permettant de grandes déformations pour des efforts moindres qu'à température ambiante. Les mécanismes associés à la modification de la microstructure sont alors nombreux et complexes.

Il est possible de distinguer trois stades différents lors des transformations à chaud :

- ***Le chauffage jusqu'à la température de mise en forme, suivi du palier isotherme permettant d'obtenir une température homogène dans le produit.*** Lors de l'élévation de température de produits préalablement écrouis, l'énergie stockée sous forme de dislocations, peut mener à l'apparition de phénomènes de restauration ou de recristallisation « statique ».
- ***Les opérations de corroyage.*** Durant ces étapes, l'élévation de température est accompagnée de déformation plastique. Le métal subit simultanément un écrouissage dû à la déformation et un adoucissement lié aux processus de restauration et de recristallisation qualifiés de « dynamiques ».
- ***Le refroidissement final ou le temps d'interpasses dans le cas de procédés multipasses*** (laminage...). Les microstructures résultantes des processus de restauration dynamique et de recristallisation dynamique continue ou discontinue ne sont généralement pas stables. Ainsi, la microstructure évolue de manière « statique ». Trois types d'adoucissement ont été identifiés après mise en forme à

haute température : la restauration statique, la recristallisation statique conventionnelle et la recristallisation métadynamique (ou post dynamique)

### ***A. Les mécanismes statiques***

Pour un matériau métallique, la prépondérance d'un mécanisme de restauration ou de recristallisation statique est fonction de l'énergie de défaut d'empilement [PHI02].

- Dans le cas de matériaux avec une faible ou une moyenne énergie de défaut d'empilement, la recristallisation statique conditionne l'évolution microstructurale. Cela est lié au fait que les dislocations sont dissociées et que leur réarrangement et leur montée sont difficiles.
- Dans le cas de matériaux avec une forte énergie de défaut d'empilement, c'est la restauration (le réarrangement des dislocations par glissement et montée facile) qui régit l'évolution microstructurale.

#### ***1. La restauration statique***

Au cours de la *restauration*, les grains initiaux demeurent la base de la microstructure, mais il se produit une diminution de la densité de dislocations, accompagnée de réarrangements de celles-ci en configuration de plus basse énergie.

Dans le cas des polycristaux, l'accommodation de la déformation macroscopique se fait par glissement des dislocations suivant des plans de glissement préférentiels. Le nombre de ces plans étant limité (4 au maximum pour un CFC), la probabilité pour que deux dislocations de signes opposés se déplacent sur le même plan de glissement est importante, ce qui implique leur annihilation. Un second mécanisme portant le nom de *polygonisation*, consiste en une fragmentation des grains initiaux en sous-grains légèrement désorientés les uns par rapport aux autres. La **Figure 2.1** illustre les différentes étapes conduisant à la *polygonisation* : Tout d'abord les dislocations se rassemblent en écheveaux, subdivisant le grain initial en cellules (**a**), puis ces dernières se perfectionnent via un affinement de leurs parois (**b**), jusqu'à la création de sous-joints continus, délimitant les sous-grains (**c**). L'état polygonisé est un état relativement stable car les dislocations se trouvent regroupées en configuration de plus faible énergie.



**Figure 2.1:** (a) *Rassemblement des dislocations en écheveaux dans le cuivre*, (b) *stade préparatoire à la polygonisation, correspondant à un affinement des parois des cellules* et (c) *état polygonisé, avec sous-joints continus constitués de réseaux de dislocations* [HER63].

## 2. La recristallisation statique

La recristallisation statique souvent qualifiée de *primaire*, se traduit par le développement de nouveaux grains, possédant une densité de dislocations très faible, au détriment de grains écrouis. L'énergie motrice de cette transformation est *l'énergie stockée au cours de la déformation*, présente sous forme de dislocations. Ces nouveaux grains croissent à partir de ce qui est communément appelé des germes et la croissance se poursuit jusqu'à ce que ces grains entrent en contact les uns avec les autres. La recristallisation au sens strict du terme est alors terminée. Elle peut être suivie par une étape de croissance normale des grains, où la force motrice est alors *l'énergie interfaciale* des nouveaux grains.

### (a) Germination

Il est convenu d'appeler *germe*, un petit grain possédant une densité de dislocations très faible, voire nulle, capable de grossir par migration des joints d'assez fortes désorientations qui le limitent. Les ordres de grandeur caractéristiques d'un germe sont [PHI02] :

- Une taille comprise entre 20 et 200 nm
- Une désorientation critique de 10 à 15°.

La formation d'un germe de taille critique peut provenir de plusieurs mécanismes :

#### ❖ *Coalescence et/ou croissance de cellules (sous-grains)*

La restauration est un processus thermiquement activé qui met en jeu l'annihilation des dislocations, la formation de sous-grains, leur coalescence (**Figure 2.2**) ainsi que leur croissance.

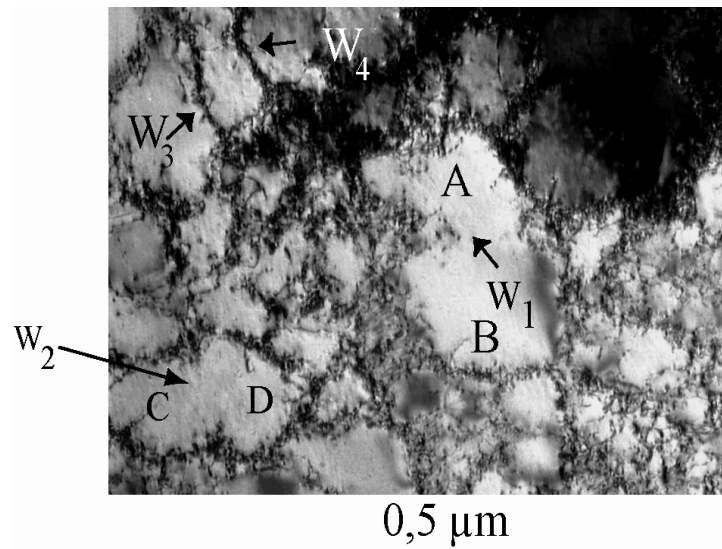


Figure 2.2 : Exemple de coalescence de sous-grains dans le cuivre ( $W_1, W_2...$  désignent les murs de dislocations, A, B ... désignent les cellules de dislocations)[JAK04]

❖ Migration induite

Des fluctuations locales de configuration des sous-joints (taille, morphologie et/ou désorientation) ou un fort gradient de déformation locale sont des éléments favorables à la migration des joints de grains. Cette migration est connue sous deux noms :

- Gonflement ou « bulging » dans le cas de fluctuations locales.
- Migration induite par la déformation (**Strain Induced Boundary Migration**) dans le cas d'un gradient de déformation locale (**Figure 2.3**).

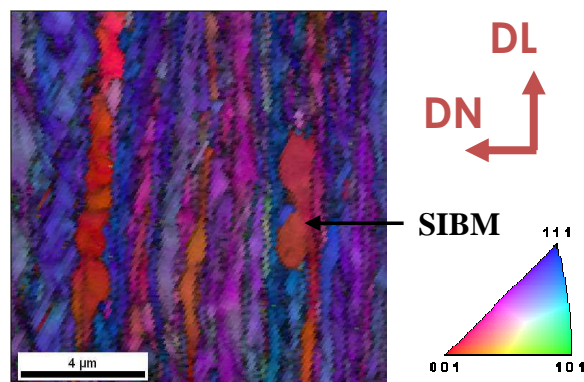
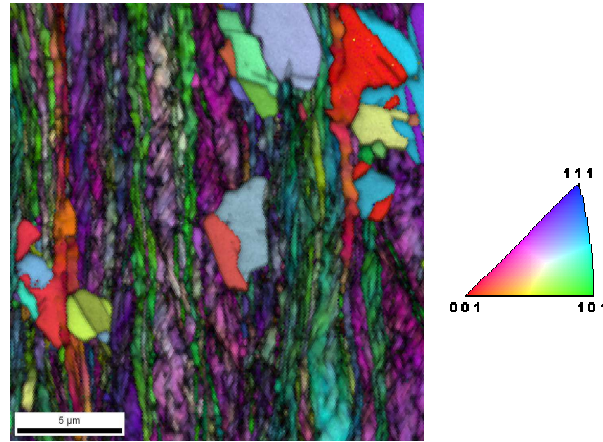


Figure 2.3 : Formation d'un germe d'orientation cube dans l'Invar par SIBM [CHH07]

(b) Croissance

Les cristallites, qui ont acquis une désorientation critique, peuvent croître sous l'effet de l'énergie libérée par l'annihilation des dislocations de la matrice voisine. Ce sont seulement les interfaces cristallite/matrice possédant la désorientation critique, qui acquièrent une mobilité suffisante. De ce fait, la croissance s'effectue dans la direction du grain voisin, car la variation

d'énergie stockée (densité de dislocations) et la désorientation entre la cristallite et la matrice environnante est maximale (**Figure 2.4**).



*Figure 2.4 : Croissance de grains dans l'Invar [CHH07]*

### **3. La recristallisation métadynamique (ou post-dynamique)**

La caractéristique majeure de la recristallisation métadynamique est qu'elle ne peut se produire que si la déformation à chaud effectuée précédemment, a donné lieu à une recristallisation dynamique discontinue. Contrairement à la recristallisation statique, la recristallisation métadynamique ne comporte pas d'étape de germination. En effet la croissance s'effectue à partir des germes créés avant l'arrêt de la déformation. [MON96].

De plus, le mécanisme de recristallisation métadynamique est beaucoup plus rapide que la recristallisation statique.

#### **B. Les mécanismes dynamiques**

Dans la littérature, il est possible de distinguer deux grands types de mécanismes de recristallisation dynamique :

- La recristallisation dynamique continue (CDRX),
- La recristallisation dynamique discontinue (DDRX).

La description détaillée de ces mécanismes, présentée ci-dessous, est basée sur l'article de Montheillet [MON96].

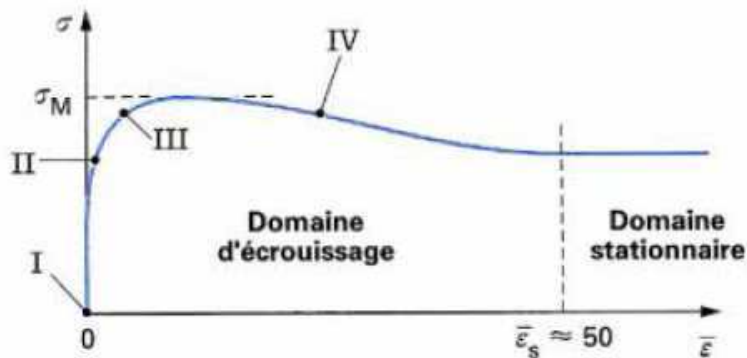
Le mécanisme général de recristallisation dynamique continue, peut être divisé en deux parties : la restauration dynamique et la recristallisation dynamique continue proprement dite. La restauration dynamique est une étape intermédiaire de la recristallisation dynamique. Les limites physiques entre ces deux phénomènes sont présentées dans le paragraphe dédié à la recristallisation dynamique continue (**partie I.A**).

Comme pour les mécanismes statiques, l'énergie de défaut d'empilement est à la base de la présence de l'un ou l'autre des mécanismes de recristallisation dynamique. Les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement, présentent de la recristallisation dynamique continue et

ceux à faible énergie, de la recristallisation dynamique discontinue. Ceci correspond à la règle générale mais il existe des exceptions à cette règle...

### 1. Recristallisation dynamique continue

La recristallisation dynamique continue peut être caractérisée à partir de l'allure de la courbe contrainte-déformation du matériau (**Figure 2.5**). Cette dernière présente un maximum unique, peu accentué, suivi d'une légère décroissance jusqu'à l'apparition d'un palier de contrainte correspondant au régime stationnaire. Pour ce mécanisme de recristallisation, la vitesse de déformation n'est pas un paramètre influant sur l'allure de la courbe, contrairement au cas de la recristallisation dynamique discontinue (**partie I.B.2**).



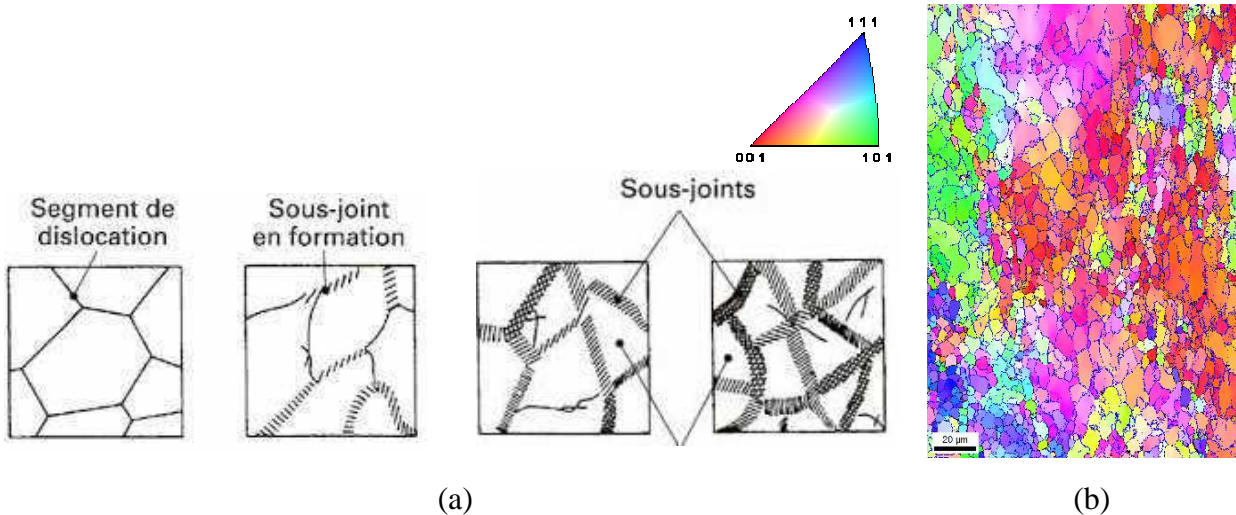
**Figure 2.5 : Courbe caractéristique d'un matériau présentant de la recristallisation dynamique continue [MON96]**

Lors de la phase d'écrouissage, on note l'augmentation de la densité de dislocations et ces dernières se réorganisent en sous-joints, de manière à subdiviser le grain initial en sous-grains. La formation des sous-grains débute aux abords des joints de grains initiaux, puis cette sous-structure progresse vers le centre des grains et envahit tout le matériau.

Au maximum de la courbe contrainte-déformation, la désorientation cristallographique entre les sous-grains adjacents est de l'ordre de quelques degrés. Il est important de noter que la taille caractéristique des sous-grains est de l'ordre de quelques micromètres et qu'elle est fonction de la température et de la vitesse de déformation. La taille des sous-grains augmente lorsque la température augmente et/ou que la vitesse de déformation diminue.

Au-delà du maximum de la courbe, la taille des sous-grains demeure quasiment stationnaire.

C'est ce phénomène de création de sous-grains faiblement désorientés entre eux lors de la déformation, qui est nommé *restauration dynamique* (**Figure 2.6**).



**Figure 2.6 : (a) Processus de restauration dynamique [MON96] et (b) Création de sous-grains par restauration dynamique dans de l'Aluminium 6061 [SOL09] : sous joints en bleu et joints de grains en noir**

A l'échelle microscopique, la restauration dynamique peut être considérée comme un équilibre entre l'érouissage (augmentation de la densité de dislocations) et la restauration (réarrangement et annihilation des dislocations). Les mécanismes intervenant sont identiques à ceux de la restauration statique.

Lorsque la déformation augmente, de nouvelles dislocations sont créées et leur accumulation dans les sous-joints entraîne une augmentation progressive de leur désorientation cristallographique  $\theta$ .

C'est cette désorientation cristallographique  $\theta$  entre sous-grains adjacents qui est le paramètre physique permettant de différencier la restauration dynamique de la recristallisation dynamique continue.

- Tant que la désorientation  $\theta$  est inférieure à la désorientation critique  $\theta_c = 15^\circ$  (désorientation théorique distinguant sous-joints et joints de grains) les interfaces sont de type sous-joints et on parle de *restauration dynamique*.
- Lorsque la désorientation devient supérieure ou égale à  $15^\circ$ , l'interface est du type joint de grains. Les sous-joints se transforment peu à peu en joints de grains par rotation des sous-grains créés aux faibles déformations et c'est ce phénomène qui est appelé *recristallisation dynamique continue*.

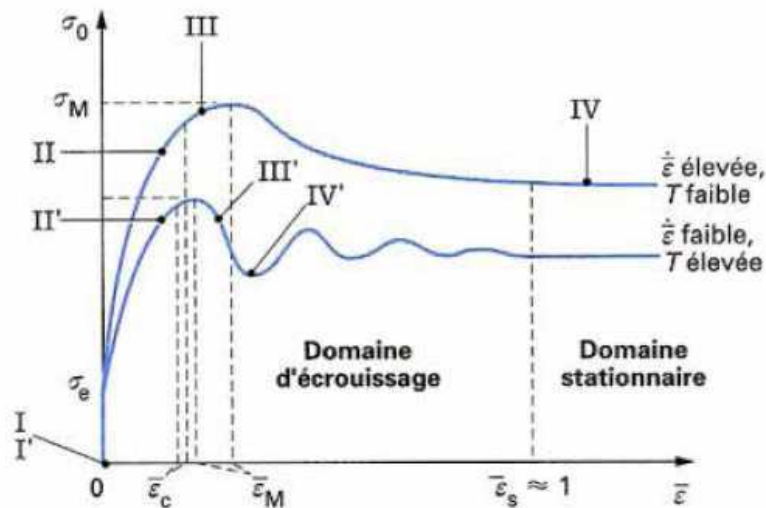
## **2. Recristallisation dynamique discontinue**

La recristallisation dynamique discontinue peut également être caractérisée d'après les courbes contrainte-déformation du matériau (**Figure 2.7**). Ces dernières présentent un ou plusieurs maxima avant d'atteindre le régime stationnaire et leur allure est liée aux paramètres thermomécaniques que sont la température et la vitesse de déformation.

- Pour une faible température et une vitesse de déformation élevée, la courbe présente un maximum unique.
- Pour une température élevée et une faible vitesse de déformation, la courbe présente une série d'oscillations.

C'est notamment la présence d'oscillations pour les faibles vitesses de déformation, qui permet de distinguer le caractère continu ou discontinu de la recristallisation dynamique d'un matériau.

Pour la recristallisation dynamique discontinue, l'évolution microstructurale s'opère par des processus de germination et de croissance, comme présentés pour la recristallisation statique. Cependant, bien que les processus soient identiques, l'évolution microstructurale dans le cas dynamique est plus complexe et dépend notamment de la taille de grains initiale.



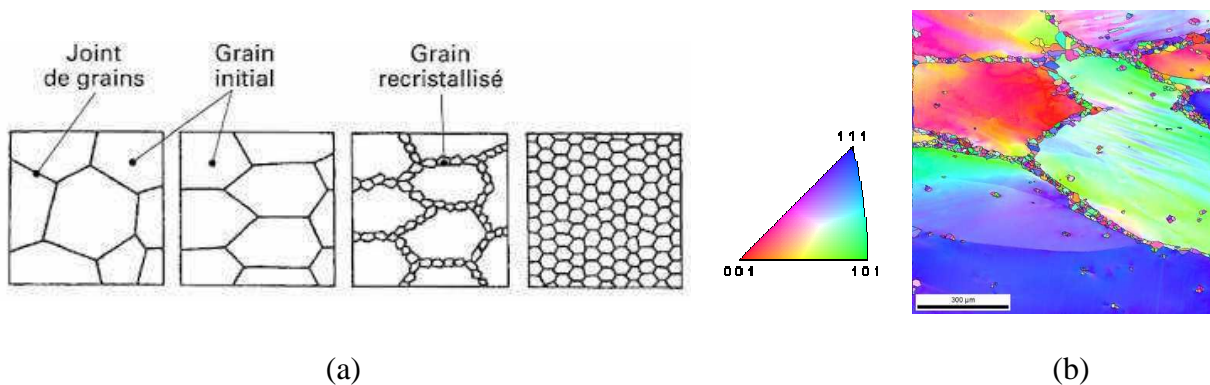
**Figure 2.7 : Courbes caractéristiques d'un matériau présentant de la recristallisation dynamique discontinue [MON96]**

Lors de la phase d'écouissage, la densité de dislocations augmente et lorsque la déformation atteint la déformation critique  $\epsilon_c$  ( $\epsilon_c \sim 5/6$  de  $\epsilon_m$ ), alors il y a germination. Les mécanismes de création des germes sont identiques à ceux décrits pour la recristallisation statique. Les régions atteignant en premier cette valeur critique de déformation, sont situées aux abords des joints de grains initiaux, car c'est à cet endroit que sont accommodées les incompatibilités de déformations entre grains voisins.

La suite du mécanisme de recristallisation dynamique dépend du rapport entre taille de grains initiale  $D_0$  et taille de grains finale  $D_s$  atteinte au régime stationnaire. Cette taille de grains finale dépend de la température et de la vitesse de déformation lors de la mise en forme.



Si le phénomène conduit à un affinement des grains (si  $D_0 > 2D_s$ ), la recrystallisation dynamique se produit « en collier » à partir des joints de grains initiaux (**Figure 2.8**).

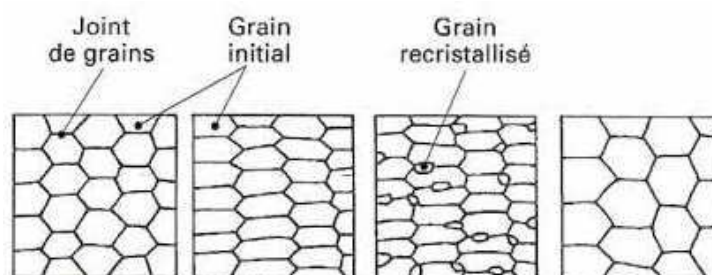


**Figure 2.8 :** (a) *Evolution microstructurale par recrystallisation dynamique en collier [MON96]* (b) *microstructure en collier dans du Ni-W-Cr (cartographie EBSD (Auger et Thébault 2009), résultats non publiés)*

Les grains recrystallisés envahissent peu à peu les anciens grains à partir de leur périphérie et cela provoque une diminution de la contrainte d'écoulement. Cependant les grains recrystallisés se déforment progressivement sous l'action de la sollicitation mécanique et lorsque tous les grains initiaux ont disparu, l'état d'écrouissage résultant est très hétérogène.

La recrystallisation va donc évoluer de manière non synchronisée, ce qui se traduit par l'apparition d'une contrainte d'écoulement stationnaire après le maximum unique.

Si le phénomène conduit à un grossissement des grains (soit  $D_0 < 2D_s$ ), la croissance des premiers grains recrystallisés est rapidement limitée par leurs interactions mutuelles et cela avant que soit atteint le régime stationnaire (**Figure 2.9**). De ce fait, la première recrystallisation (se traduisant par une décroissance de la contrainte d'écoulement) ne permet pas aux grains d'atteindre leur taille stationnaire  $D_s$ . L'ensemble du matériau va donc s'écrouir à nouveau, jusqu'au déclenchement d'une deuxième recrystallisation et ainsi de suite. Au final, la courbe présente une série d'oscillations avec une alternance de phases d'écrouissage (augmentation de la contrainte d'écoulement) et de recrystallisation (diminution de la contrainte d'écoulement). La recrystallisation évolue donc de manière synchronisée.



**Figure 2.9 :** *Evolution microstructurale par recrystallisation dynamique synchronisée [MON96]*

## II ) Matériau de référence

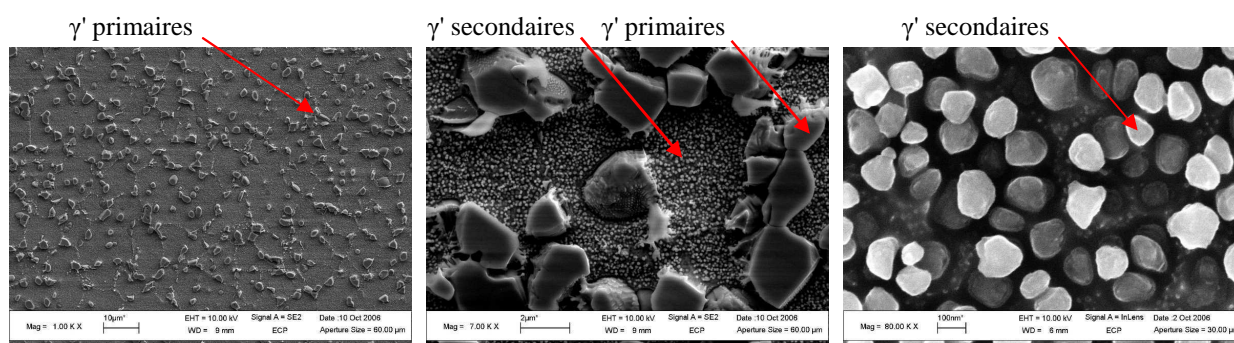
### A. Caractéristiques d'un demi-produit à l'état brut de forgeage

#### 1. Microstructure

L'Udimet 720 utilisé correspond à un demi-produit  $\varnothing 254mm$  à l'état brut de forgeage. Ce demi-produit a été obtenu par voie lingot-forgeage et est issu de la coulée HM603603.

Il a été montré dans le **Chapitre I** que le forgeage de l'Udimet 720 peut être effectué uniquement de manière subsolvus et donc que la microstructure résultante est de type grains fins ( $D \sim 10-15 \mu m$ ) avec deux types de précipités  $\gamma'$  : les précipités  $\gamma'$  primaires localisés aux joints de grains ( $D \sim 1-5 \mu m$ ) et les précipités  $\gamma'$  secondaires, formés lors du refroidissement, qui sont intragranulaires ( $D \sim 50-150 nm$ ) (**Figure 2.10**).

Remarque : La terminologie utilisée dans cette étude considère que les précipités  $\gamma'$  tertiaires correspondent à ceux formés lors des traitements de vieillissement et sont donc absents à l'état brut de forge.



**Figure 2.10 : Illustration de la microstructure de l'Udimet 720 à l'état brut de forgeage à différents grossissements**

Industriellement, après réalisation des demi-produits, ces derniers sont soumis à des contrôles non destructifs par ultrasons, de manière à vérifier l'intégrité métallurgique de la billette et l'absence de petits défauts. Le protocole de contrôle non destructif par ultrasons ainsi que le critère de perméabilité aux ultrasons sont détaillés en **Annexe A**.

#### 2. Perméabilité aux ultrasons

Les résultats de contrôle de la barre de demi-produit  $\varnothing 254mm$  ont mis en évidence des variations de perméabilité aux ultrasons liées :

- au mode de contrôle (axial ou radial),
- aux zones examinées le long d'un rayon de la barre (centre, mi-rayon, périphérie).

Le **Tableau 2.1** regroupe les résultats obtenus lors du contrôle et permet de conclure que la perméabilité aux ultrasons est globalement moins bonne lors d'un contrôle radial et dans les zones périphériques.

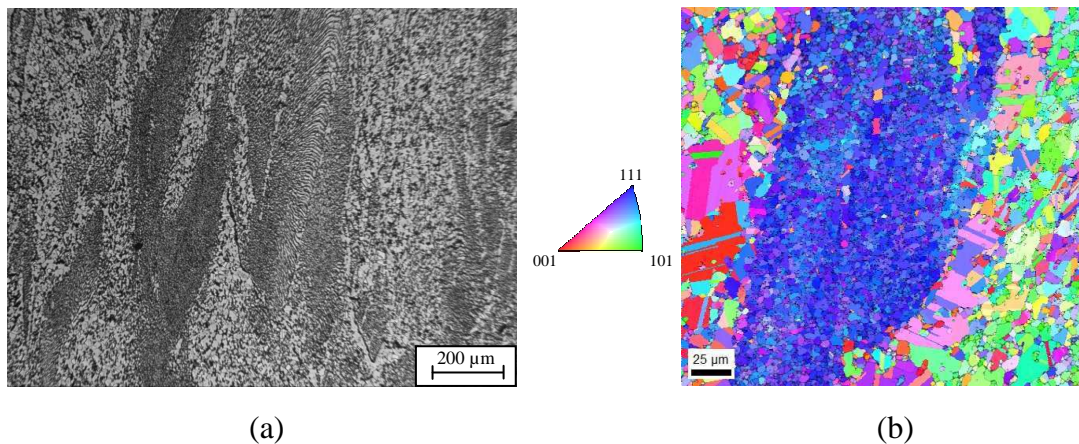
**Tableau 2.1 : Niveaux « d'herbe » (bruit de fond) moyen et maximal en équivalent TFP (trou à fond plat) par rapport à un TFP de 0,62mm - 5 MHz**

	Valeurs moyennes		Valeurs maximales	
	Radial	Axial	Radial	Axial
Centre	0,28	0,15	0,29	0,16
Mi-rayon	0,30	0,25	0,35	0,28
Périphérie	0,32	0,32	0,35	0,35

Ce phénomène de fluctuation de perméabilité aux ultrasons au sein d'une même pièce, a fait l'objet de plusieurs études réalisées par Aubert & Duval. De simples analyses en microscopie optique, ne permettent pas d'expliquer cette hétérogénéité de perméabilité, qui semble liée à des variations microstructurales à une échelle plus fine.

Le stage ingénieur lancé en amont de la thèse [THE06], a permis de proposer deux hypothèses concernant la variation de perméabilité aux ultrasons :

- **Hypothèse 1 :** Des bandes macroscopiques (**Figure 2.11 b**), constituées d'une phase  $\gamma'$  fine et dense et de grains  $\gamma$  de faibles dimensions et d'orientations cristallographiques proches (texture accusée), peuvent se comporter comme un gros grain et affecter la propagation des ultrasons. Ce phénomène a été mis en évidence dans de nombreux travaux sur des alliages de titane [GIG00], [GIG03], [HUM09] où des colonies formées de grains  $\alpha$  avec une texture marquée (macrozones), peuvent être nuisibles aux US, en fonction de leur orientation. La texture locale apparaît donc comme un facteur important pour la perméabilité aux US.
- **Hypothèse 2 :** L'interface bande/matrice peut être le lieu d'une concentration de contraintes et altérer le signal ultrasonore.



**Figure 2.11 : (a) Bandes de précipitation fine et dense dans l'Udimet 720, (b) micrographie EBSD illustrant la texture accusée d'une bande.**

Le demi-produit  $\varnothing 254mm$  utilisé comme référence pour la thèse, présente des variations de résultats lors des contrôles US, typique des produits A&D. De ce fait, une caractérisation microstructurale fine (microscopies optique et à balayage, EBSD...) a été réalisée afin d'identifier les paramètres microstructuraux néfastes à la perméabilité aux ultrasons.

## ***B. Caractérisation microstructurale***

L'étude métallographique du demi-produit  $\varnothing 254mm$  a été réalisée à partir d'une bande radiale, qui a été coupée en trois, afin d'obtenir des échantillons de dimensions plus restreintes. Dans la suite de cette étude, nous distinguerons les échantillons « Centre », « Mi-Rayon » et « Périphérie », nommés respectivement **C**, **MR** et **P**.

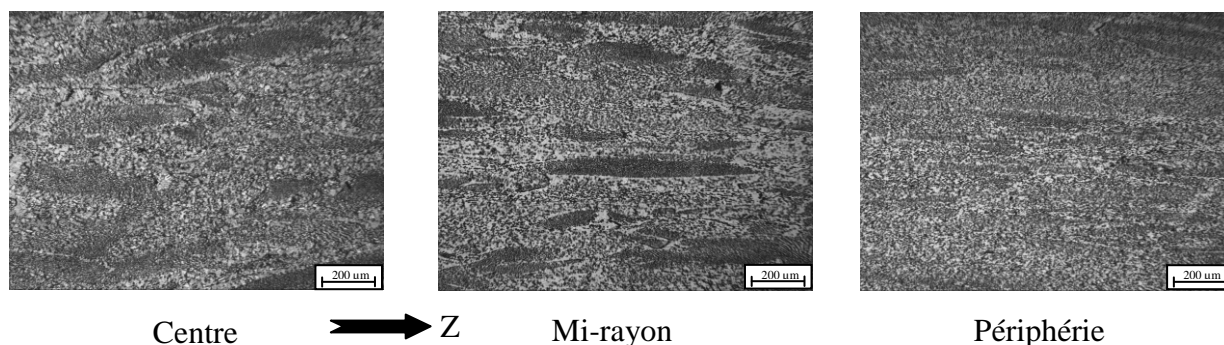
Lors du forgeage libre de l'Udimet 720, l'écoulement de la matière s'effectue dans le sens long de la barre et il induit un fibrage au sein du matériau. Il est aisément visible en microscopie optique, puisque les bandes de précipitation fine et dense suivent ce dernier. Selon les hypothèses précédentes, la variation de perméabilité aux US apparaît fortement liée à ces bandes et donc à l'évolution du fibrage.

De ce fait, l'ensemble des caractérisations microstructurales de cette étude a été effectué dans un plan transverse au sens long de la barre (plan RZ) de manière à pouvoir suivre toute modification du fibrage. Le sens long de la barre correspond à l'axe Z.

### ***1. Analyses en microscopie optique***

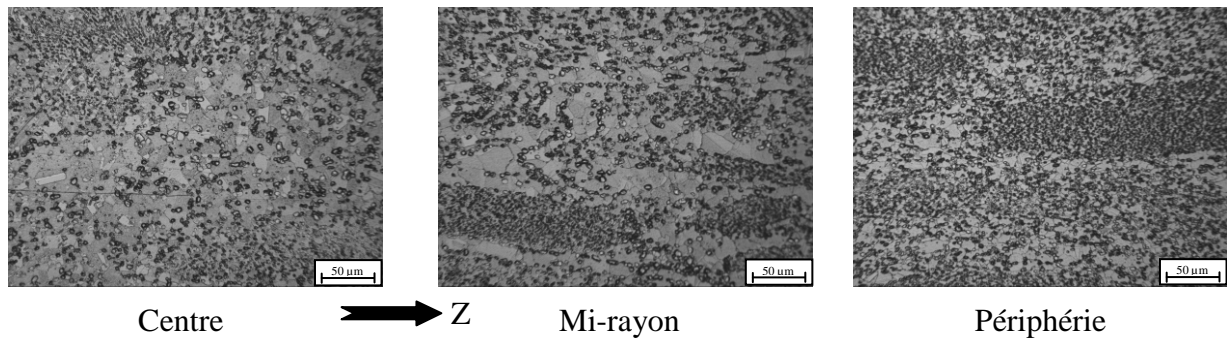
Afin d'étudier quantitativement la microstructure des trois échantillons centre, mi-rayon et périphérie, les premières analyses ont été réalisées en microscopie optique. Pour cela, les échantillons ont été polis mécaniquement jusqu'au micron, avant d'être attaqués chimiquement avec une solution de type Kalling II (voir composition du réactif et conditions d'attaque dans l'**Annexe B**).

Les résultats ont mis en évidence que la microstructure du demi-produit  $\varnothing 254mm$  est globalement constituée de petits grains d'environ  $10\mu m$  avec des précipités  $\gamma'$  primaires aux joints de grains et de bandes de précipitation fine et dense. La différence entre les trois échantillons réside dans le fait que plus la zone analysée est à proximité de la périphérie de la barre et plus la structure en bande s'atténue, signe d'une meilleure homogénéité de la phase  $\gamma'$  (**Figure 2.12**).



***Figure 2.12 : Evolution de la structure en bandes en fonction de la distance par rapport au centre de la barre***

Des analyses à plus fort grandissement, montrent qu'en périphérie, la taille moyenne de grains est plus faible et la fraction de phase  $\gamma'$  plus importante que dans les deux autres échantillons (**Figure 2.13**).

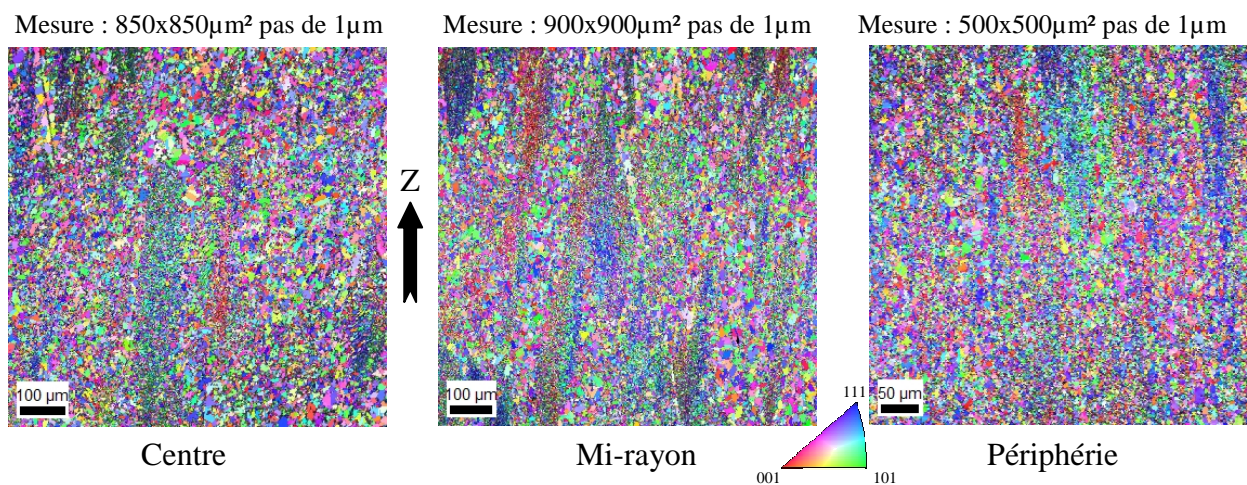


**Figure 2.13 : Evolution de la taille de grains et de la fraction de phase  $\gamma'$  en fonction de la distance par rapport au centre de la barre**

## 2. Analyses EBSD

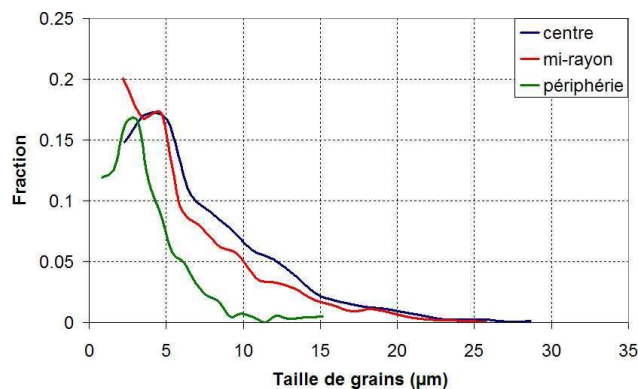
En vue d'obtenir des informations quantitatives sur la microstructure (notamment la taille de grains), ainsi que sur l'orientation cristallographique des grains, des mesures EBSD ont été réalisées sur des échantillons provenant des trois zones. La préparation des échantillons consiste en un polissage mécanique jusqu'au micron, suivi d'un polissage électrolytique avec une solution A8 de chez Struers. Les paramètres de polissage électrolytique sont détaillés en **Annexe B**.

La **Figure 2.14** présente les mesures EBSD réalisées sur les trois échantillons centre, mi-rayon et périphérie. La représentation utilisée est une superposition des distributions des directions cristallographiques parallèles à l'axe Z (code de couleur défini par le triangle standard) sur la distribution des indices de qualité (niveaux de gris). Le pas d'analyse utilisé pour ces mesures est de  $1\mu\text{m}$ , de manière à pouvoir observer les bandes de précipitation fine et dense, tout en quantifiant la fraction de joints faiblement désorientés (nommée  $f_{LAB}$  par la suite).



**Figure 2.14 : Cartographies EBSD des échantillons centre, mi-rayon et périphérie**

L'analyse des cartographies EBSD confirme ce qui est observé en microscopie optique, à savoir qu'en périphérie la structure en bandes est atténuée et la taille moyenne de grains est inférieure à celle des deux autres régions. Le pas d'analyse de  $1\mu\text{m}$  utilisé ici ne permet pas de caractériser correctement la taille moyenne de grains pour l'échantillon **P**. Pour cette raison, des mesures EBSD complémentaires avec un pas plus fin de  $0,3\mu\text{m}$  ont été réalisées. Les résultats (**Figure 2.15**) montrent que la taille moyenne de grains  $D_{moyen}$ , est nettement plus faible en périphérie ( $D_{moyen} = 3,7\mu\text{m}$ ) que dans les régions mi-rayon ( $D_{moyen} = 6,5\mu\text{m}$ ) et centre ( $D_{moyen} = 7,3\mu\text{m}$ ).



**Figure 2.15 : Distribution de la taille de grains pour les échantillons centre, mi-rayon et périphérie**

Un des intérêts notable des mesures EBSD est de pouvoir déterminer les fractions de macles de recuit  $\Sigma 3$  et de faibles désorientations des échantillons analysés. Dans cette étude, nous considérons que les faibles désorientations sont comprises entre  $2$  et  $15^\circ$ . Il n'existe pas de règle universelle concernant les limites pour les faibles désorientations, mais il est couramment admis que l'angle critique (entre faible et forte désorientation) est égal à  $15^\circ$ .

L'analyse des fractions de faibles désorientations et de macles  $\Sigma 3$ , présentée dans le **Tableau 2.2**, montre qu'en se rapprochant de la périphérie de la barre, la première augmente et la seconde diminue.

**Tableau 2.2 : Fractions de faibles désorientations et de macles  $\Sigma 3$  dans les échantillons centre, mi-rayon et périphérie issus de la barre  $\varnothing 254\text{mm}$**

	Mesures avec pas d'analyse de $1\mu\text{m}$		
	Centre	Mi-rayon	Périphérie
Fraction de faibles désorientations (%)	14,0	17,3	38,5
Fraction de macles (%)	19,5	14,9	10,6

Cette évolution microstructurale suivant la bande radiale peut provenir du gradient thermomécanique engendré lors de la mise en forme anisotherme de l'Udimet 720. La barre de demi-produit  $\varnothing 254\text{mm}$  est obtenue par une succession d'étapes de refoulement suivis d'étirages, de manière à faire disparaître la structure de solidification et ainsi améliorer

l'homogénéité de la microstructure. Lors de cette déformation à haute température (~1100°C), l'évolution microstructurale est régie par des mécanismes de recristallisation dynamique. Il a été montré dans la **partie I.B** que ces phénomènes dépendent de la température, du taux de déformation ainsi que de la vitesse de déformation.

Lors des étapes d'étirage, un gradient de température et de déformation apparaît entre le centre et la périphérie de la barre, entraînant une hétérogénéité de recristallisation. La périphérie de la barre correspond aux régions les plus déformées, mais également à celles où les températures sont les moins élevées. De ce fait, ces conditions sont défavorables à une bonne recristallisation, ce qui explique l'augmentation de la fraction de faibles désorientations ainsi que la diminution de la taille de grains.

Quant aux zones situées plus près du cœur de la barre, bien que la déformation soit moins élevée, la température supérieure permet une meilleure recristallisation. Ceci se traduit par une taille de grains plus importante ainsi qu'une fraction de faibles désorientations plus faibles qu'en périphérie.

Enfin, bien que l'évolution de la fraction de macles  $\Sigma 3$  ne soit pas très marquée entre le cœur et la peau de la barre (**Tableau 2.2**), l'évolution est cohérente avec le gradient de recristallisation. Les régions du centre, mieux recristallisées, présentent une fraction de macles plus importante que la périphérie.

### ***3. Corrélation entre microstructure et perméabilité aux ultrasons***

En confrontant les résultats des contrôles ultrasons (**Tableau 2.1**) avec l'évolution microstructurale de la bande radiale du demi-produit  $\varnothing 254mm$ , il apparaît que les régions possédant la plus faible perméabilité aux ultrasons correspondent à la périphérie. Dans cette zone, la faible taille de grains associée à la forte fraction de faibles désorientations sont en accord avec **l'hypothèse 1 (page 32)**. Selon cette hypothèse, les bandes de précipitation fine et dense, composées de petits grains d'orientations proches (forte fraction de faibles désorientations), se comportent comme de gros grains et altèrent la perméabilité aux ultrasons en favorisant la dispersion des ondes.

Dans le **Tableau 2.1**, on observe une plus grande disparité des résultats lors du contrôle axial que lors du contrôle radial. Cette disparité peut s'expliquer par l'orientation géométrique des bandes au sein des échantillons, par rapport à la direction d'émission des US.

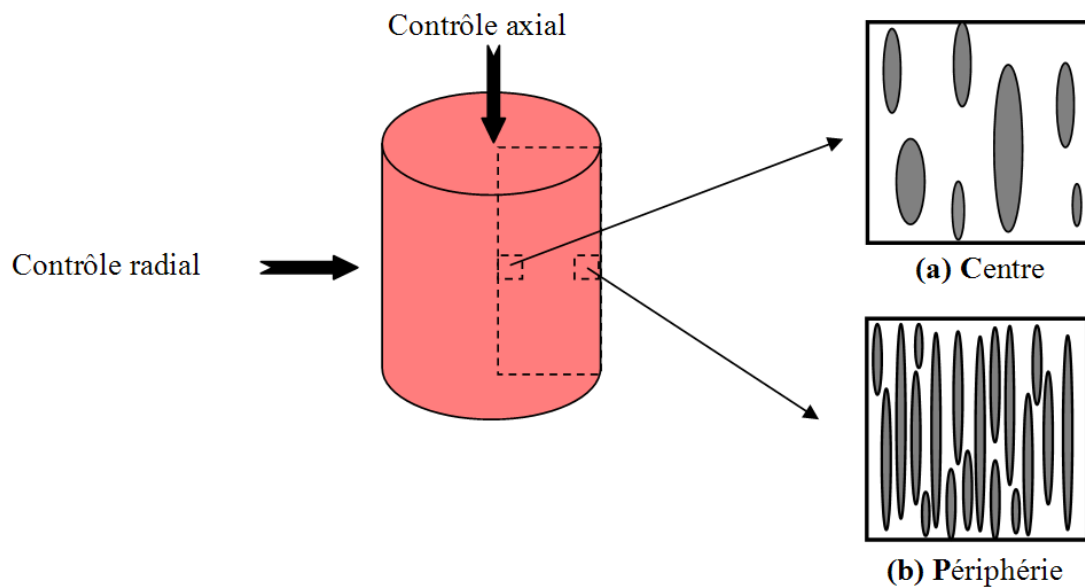
- Lors du contrôle radial, les bandes de précipitation fine et dense pour les échantillons **C** et **MR** sont perpendiculaires au faisceau ultrasonore (**Figure 2.16 a**). Pour l'échantillon **P**, la microscopie optique a révélé une microstructure assez homogène, avec une structure en bandes atténuées. Les mauvais résultats US obtenus pour cet échantillon s'expliqueraient par un espace inter-bandes faible et non pas par une absence de bandes (**Figure 2.16 b**).

De ce fait, la variation de perméabilité aux ultrasons lors du contrôle radial, peut être corrélée à l'espace inter-bandes dans les divers échantillons. Plus ce dernier est faible et plus les ondes rencontrent des bandes perpendiculaires à leur trajet. De ce fait la

dispersion des ondes est plus grande et l'atténuation plus importante, comme c'est le cas en périphérie.

- Lors du contrôle axial, les bandes de précipitation fine et dense des échantillons **C** et **MR**, sont parallèles au faisceau ultrasonore (**Figure 2.16 a**). De ce fait, les ultrasons sont moins dispersés par les bandes et la bonne perméabilité aux ultrasons peut s'expliquer de deux façons. Soit les ultrasons arrivent majoritairement à se propager dans l'espace inter-bandes (la partie du signal ayant rencontrée les bandes étant négligeable), soit ce sont les bandes qui guident les ultrasons. Nous verrons dans le **chapitre IV** que la modélisation numérique de la propagation des ultrasons permet de valider un cas plutôt que l'autre.

Concernant l'échantillon **P**, la microstructure peut être considérée comme une succession de bandes à courte distance (**Figure 2.16 b**). Bien que les bandes soient également parallèles au faisceau ultrasonore, ce serait le faible espace inter-bande qui expliquerait une atténuation des ondes plus importante que dans les deux autres échantillons.



**Figure 2.16 : Schéma de la morphologie et de l'orientation géométrique des bandes dans les prélèvements : (a) centre et (b) périphérie**

L'hypothèse des bandes de précipitation fine et dense apporte une explication concernant la variation de perméabilité aux ultrasons. Cependant, l'analyse de la région périphérie a également révélé la présence d'une forte fraction de faibles désorientations, probablement due à une « mauvaise recristallisation ». Le fait que les valeurs de contrôle en axial et en radial dans cette zone soient similaires et non conformes au critère (**Tableau 2.1**) permet de supposer que, de manière générale, les faibles désorientations sont néfastes aux ultrasons.

Par conséquent, il semblerait que deux phénomènes soient à l'origine de la variation de perméabilité aux ultrasons dans le demi-produit  $\varnothing 254mm$ , tout deux basés sur la fraction de



faibles désorientations. Premièrement, il apparaît qu'une fraction de faibles désorientations importante soit à proscrire pour l'obtention d'une bonne perméabilité aux ultrasons. Certaines conditions thermomécaniques peuvent provoquer une mauvaise recristallisation qui conduit à une forte fraction de faibles désorientations. Deuxièmement, dans le cas où ces faibles désorientations sont regroupées au sein d'amas allongés (bandes de précipitation fine et dense), la relation entre l'orientation géométrique de ces bandes et la direction d'émission des ultrasons est un facteur prépondérant. Il est probable que les amas soient vus comme des gros grains uniques, favorisant la dispersion des ondes ultrasonores, chaque fois qu'ils se présentent perpendiculairement aux ultrasons.

Au final, l'explication de la variation de perméabilité aux ultrasons est complexe, du fait que ces deux phénomènes peuvent évoluer distinctement l'un de l'autre, tout en pouvant interagir de manière complémentaire vis-à-vis des ultrasons.

### ***C. Choix de la microstructure initiale pour les essais mécaniques de compression.***

Industriellement la fabrication de produits finis, est réalisée à partir de lopins, présentant l'ensemble des microstructures centre et périphérie. Il apparaît donc indispensable d'étudier l'évolution microstructurale de ces deux régions. Pour cela, des essais de forgeage ont été réalisés au laboratoire avec différentes conditions thermomécaniques (température, taux de déformation et vitesse de déformation).

Le but est de suivre l'évolution de la recristallisation et plus particulièrement celle de la fraction de faibles désorientations, au cours d'essais dans différentes conditions. Cela afin de vérifier que les faibles désorientations sont effectivement néfastes à la propagation des US et dans ce cas, de proposer des conditions de matriçage permettant l'obtention de disques conformes aux critères de perméabilité US.

Nous verrons dans la **partie III** que les essais de forgeage ont été effectués à partir de pions de compression de dimensions  $\varnothing 12 \times 18 \text{mm}^2$ . Pour cela, l'entreprise Aubert & Duval a réalisé l'usinage de pions prélevés au centre et en périphérie de la barre de demi-produit  $\varnothing 254 \text{mm}$ .

Afin de vérifier que les prélèvements étaient bien représentatifs de ces régions, des analyses métallographiques ont été réalisées sur quelques pions du centre et de la périphérie, choisis aléatoirement. De manière à suivre l'évolution de la fraction de faibles désorientations et caractériser finement les microstructures avant et après essais, la technique EBSD a largement été utilisée.

#### **Remarque :**

La caractérisation des microstructures des pions du centre et de la périphérie, a donc été l'occasion de déterminer les conditions EBSD (dimensions de la zone d'analyse et pas d'exploration) nécessaires à une estimation « statistique » de la fraction de faibles

désorientations. Les mesures EBSD présentées précédemment (**Figure 2.14**), ont été réalisées avec un pas de  $1\mu\text{m}$ , ce qui correspond à des conditions d'analyse trop grossières pour mettre en évidence les sous-structures de déformation, ainsi que l'avancement de la recristallisation.

De plus, dans le cas de l'Udimet 720, il demeure un problème concernant la distinction des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  lors des mesures EBSD. En effet, la phase  $\gamma'$  est cohérente avec la matrice  $\gamma$  et possède une structure cubique simple, avec un paramètre de maille quasi-identique. L'article de Jackson et Reed [JAC99], fait référence à des études en diffraction de neutrons, menées par C. Small, permettant d'obtenir l'évolution des paramètres de maille  $\gamma$  et  $\gamma'$  de l'Udimet 720 pour différentes températures (**Figure 2.17**).

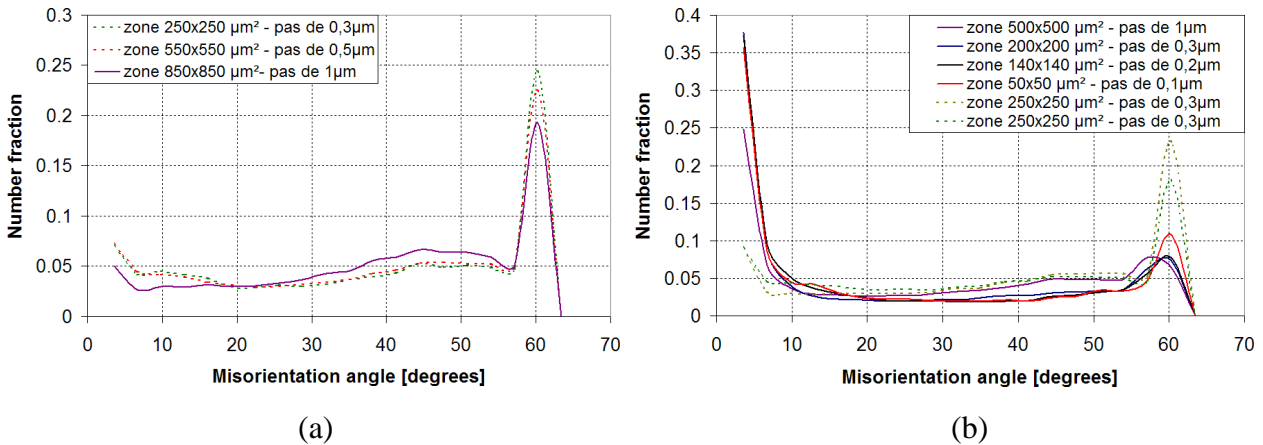
Temperature (°C)	$a_\gamma$ (Å)	$a_{\gamma'}$ (Å)
20	3.59083	3.58862
300	3.60367	3.60166
600	3.61784	3.61784
900	3.63860	3.63937

**Figure 2.17 : Evolution du paramètre de maille des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  en fonction de la température [JAC99]**

Les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  possédant toutes deux une structure cubique et un paramètre de maille quasi-identique, il est impossible de les séparer lors des mesures EBSD. De ce fait le programme d'analyse EBSD (TSL OIM Analysis) ne permet pas de distinguer automatiquement, les grains  $\gamma$ , des précipités  $\gamma'$  primaires ( $\sim 2\text{-}5\mu\text{m}$ ).

Les précédentes analyses du demi-produit  $\varnothing 254\text{mm}$  ont montré que la majeure partie de la barre présente une microstructure en bandes avec une fraction de faibles désorientations assez faible. La région **P** (périphérie), quant à elle, est une zone particulière possédant une forte fraction de faibles désorientations. L'étude portant sur les conditions de mesures EBSD a donc été réalisée en périphérie, afin de quantifier la fraction de faibles désorientations (pas d'analyse fin), tout en ayant une zone avec des dimensions suffisantes pour être représentative du point de vue statistique.

Les courbes en trait plein de la **Figure 2.18 b** correspondent aux distributions de désorientations obtenues pour différentes conditions de mesures EBSD, à partir de l'échantillon **P** de la bande radiale. On observe globalement deux groupes de courbes : un premier groupe qui correspond au pas d'analyse de  $1\mu\text{m}$  et un second avec des valeurs comprises entre  $0,1$  et  $0,3\mu\text{m}$ . L'impact du pas d'exploration sur la distribution des désorientations (et notamment des faibles désorientations) n'est pas aussi important que l'on peut l'imaginer.



**Figure 2.18: Distributions des désorientations des analyses issues de la bande radiale (traits pleins) et des pions (en pointillés): (a) pour les échantillons du centre (b,) pour les échantillons de la périphérie**

Le but de notre étude étant de réaliser une analyse quantitative, il a été utilisé un pas d'analyse de 0,3μm pour les raisons suivantes:

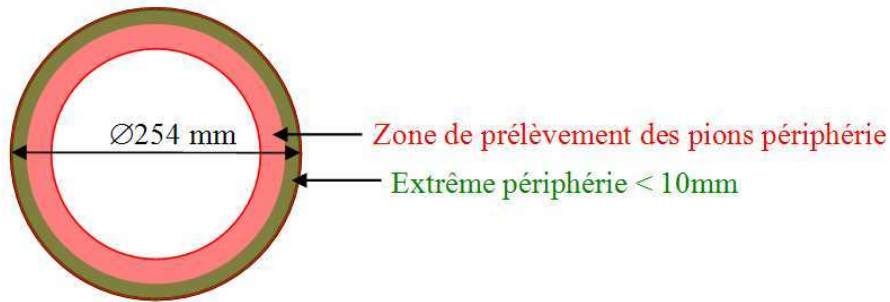
- obtenir une zone d'analyse la plus grande possible (raisons statistiques),
- avoir au moins 3 points suivant les axes X et/ou Y lors de l'indexation EBSD des petits grains et des précipités  $\gamma'$  primaires les plus fins (1μm).

Enfin les dimensions de la zone EBSD ont été déterminées de manière à ce que les mesures ne dépassent pas une nuit (14h).

Au final, les conditions de mesures EBSD, déterminées pour l'ensemble de la partie expérimentale de la thèse, correspondent à une **zone de 250 x 250 μm<sup>2</sup> avec un pas d'analyse de 0,3μm.**

Par la suite, la microstructure des pions prélevés en périphérie a été étudiée. Les résultats de ces mesures sont présentés en pointillés sur la **Figure 2.18 b** et comparés à ceux obtenus précédemment pour l'échantillon **P** de la bande radiale (courbes en trait plein). L'analyse met en évidence une différence conséquente concernant la fraction de faibles désorientations et de macles de recuit  $\Sigma 3$  (désorientations de 60°).

Après de plus amples analyses, il apparaît que l'étude réalisée en périphérie sur la bande radiale, correspond à ce qui peut être considéré comme « l'extrême périphérie ». Cette zone est assez restreinte (< 10 mm) et le prélèvement de matière nécessaire à l'usinage des pions a été effectué en deçà de la périphérie (**Figure 2.19**). Ceci explique que pour les pions, les fractions de faibles désorientations et de macles  $\Sigma 3$  présentent des valeurs plus proches de celles obtenues en mi-rayon qu'en « extrême périphérie ».



**Figure 2.19 : Illustration de « l'extrême périphérie » et de la zone de prélèvements des pions en périphérie**

Cependant, bien que les fractions de faibles désorientations et de macles de recuit  $\Sigma 3$  soient différentes entre l'« extrême périphérie » et la périphérie, la taille de grains est similaire, à savoir nettement inférieure à celle des régions centre et mi-rayon.

Au final, bien que les pions **P** ne possèdent pas une microstructure typique de « l'extrême périphérie », la variation de taille de grains persistante entre le centre et la périphérie mérite une étude approfondie. En effet, des microstructures initiales différentes ne doivent probablement pas évoluer de manière similaire lors de conditions thermomécaniques identiques.

Concernant les pions prélevés au centre (**C**), il n'y a pas de différences microstructurales notables avec l'échantillon **C** de la bande radiale. Cela était prévisible, puisque les régions centre et mi-rayon étudiées précédemment ont montré des résultats proches concernant la taille moyenne de grain  $D$  (**Figure 2.15**), la fraction de faibles désorientations et celle de macles de recuit  $\Sigma 3$  (**Tableau 2.2**). De ce fait, si le prélèvement des pions du centre empiète un peu sur la région mi rayon, cela n'a pas d'importance puisque les microstructures sont similaires. Enfin sur la **Figure 2.18 a**, on note que comme pour la périphérie, le pas d'analyse EBSD de  $1\mu\text{m}$  sous-estime la fraction de faibles désorientations et qu'un pas de  $0,3\mu\text{m}$  est plus adapté.

Conclusion partielle

*Le demi-produit Ø254mm, matériau de référence de l'étude, présente une évolution microstructurale suivant une bande radiale, liée à l'hétérogénéité de recristallisation lors de la mise en forme. Les contrôles non destructifs par ultrasons, réalisés sur la barre, ont mis en évidence une variation de perméabilité aux ultrasons dépendant du mode de contrôle (axial ou radial) et de la zone analysée (suivant la bande radiale). La confrontation de ces résultats, avec ceux issus de la caractérisation microstructurale, permet de penser que les faibles désorientations (correspondant aux régions mal recristallisées), sont néfastes à la perméabilité aux ultrasons. De plus, lorsque ces dernières sont regroupées en amas, elles doivent être perçues comme de gros grains, favorisant la dispersion des ondes ultrasonores, chaque fois qu'ils se présentent perpendiculairement aux ultrasons.*

*Afin d'identifier les paramètres de mise en forme nécessaires à l'obtention de pièces conformes aux ultrasons, des essais de forgeage isotherme ont été réalisés au laboratoire. Le but de cette étude était notamment de suivre l'évolution de la fraction de faibles désorientations pour différentes conditions de forgeage (température, vitesse de déformation et taux de corroyage).*

*Enfin, cette étude a été réalisée à partir de prélèvements du centre et de la périphérie de la barre, présentant des microstructures et des perméabilités aux ultrasons très différentes.*

### III ) Etude pour une température de forgeage de 1100°C

Le forgeage de l'Udimet 720 étant généralement effectué à 1100°C, la majeure partie de l'étude expérimentale a été réalisée à cette température. Les travaux se composent de trois parties :

- Réalisation d'essais de forgeage isotherme sur des prélèvements centre et périphérie. Le but est de reproduire les microstructures obtenues par forgeage industriel et d'étudier le comportement mécanique lors de la mise en forme.
- Analyse métallographique (microscopie optique, MEB, EBSD...) des échantillons forgés, pour suivre l'évolution microstructurale et, plus particulièrement, la taille de grains et la fraction de faibles désorientations.
- Identification du (ou des) mécanisme(s) de recristallisation.

#### A. Réalisation d'essais de forgeage isotherme

Les essais de forgeage isotherme ont été réalisés avec une machine hydraulique de type MTS de capacité 500kN et pourvue d'un four à lampe.

Les éprouvettes utilisées sont des pions de géométrie cylindrique, de diamètre  $\varnothing = 12mm$  et de hauteur  $H_0 = 18mm$ . Concernant le pilotage de l'essai, il est primordial que la vitesse de déformation ainsi que la température soient constantes. La vitesse de déformation constante est assurée par un pilotage informatique de la position du vérin (vitesse proportionnelle à la hauteur  $H_{(t)}$  de l'éprouvette) et la régulation en température est garantie par un thermocouple soudé en surface à mi-hauteur de l'échantillon. Enfin la déformation de l'éprouvette a été mesurée à partir du déplacement de la traverse de la machine.

Concernant le refroidissement, il se fait à l'air libre et cela pour deux raisons :

- La première est une limitation technique. Au laboratoire, nous ne disposons pas lors de la thèse d'un montage fiable permettant de refroidir les échantillons rapidement après mise en forme et cela de manière reproductible. Dans ce cas, il a été préférable d'appliquer un refroidissement à l'air libre suffisamment reproductible pour l'ensemble des échantillons.
- La seconde raison est technologique. Lors de la mise en forme des demi-produits et des pièces matricés chez Aubert & Duval, le refroidissement se fait à l'air libre, car les pièces ne résistent pas à une trempe rapide à l'eau.

En résumé, le refroidissement à l'air libre apparaît la meilleure solution, pour rester représentatif par rapport à l'évolution microstructurale ayant lieu industriellement.

Il a été vu dans la **partie I** de ce chapitre, qu'une évolution microstructurale peut se produire lors du chauffage du produit, des étapes de corroyage et du refroidissement. Lors de la mise en forme à haute température, l'évolution microstructurale est régie par des mécanismes

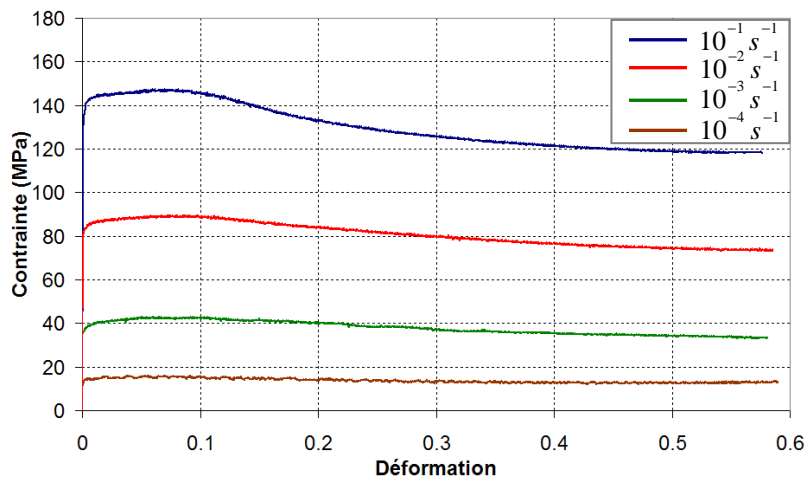
dynamiques (restauration ou recristallisation), mais le fait d'appliquer un refroidissement lent, peut permettre à la microstructure d'évoluer de manière post-dynamique.

Le but de notre étude est d'analyser l'évolution microstructurale pour différentes conditions thermomécaniques proches de celles appliquées industriellement (refroidissement à l'air libre). Le fait que la microstructure puisse évoluer pendant et après la déformation n'est pas primordiale, puisque seule la comparaison entre le produit initial et final est étudiée.

La description complète des essais de compression incluant la correction du module de Young est présentée dans l'**Annexe C**.

### 1. Résultats pour les prélèvements du centre

Les courbes rationnelles obtenues lors des essais de compression de l'Udimet 720 pour différentes vitesses de déformation sont présentées sur la **Figure 2.20**. Ces courbes montrent une forte variation de la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation, exprimant le caractère fortement visqueux du matériau. De plus, on note que plus la vitesse de déformation est élevée, plus l'adoucissement entre le début et la fin de l'essai est important. Ce type de courbes présentant un plateau (régime stationnaire) suivi d'une diminution de contrainte (adoucissement) est caractéristique de phénomènes de restauration et/ou de recristallisation.



**Figure 2.20 : Courbes de compression de l'Udimet 720 à 1100°C pour des vitesses de déformation de  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4} s^{-1}$  - pions du centre**

Il a été montré dans la **partie I**, que lors d'étapes de corroyage, les courbes contrainte-déformation peuvent renseigner sur le mécanisme à l'origine de l'évolution microstructurale du matériau (**Figure 2.5** et **Figure 2.7**). A partir des courbes modèles, on remarque que pour des vitesses de déformation élevées (telle la courbe à  $10^{-1} s^{-1}$  sur la **Figure 2.20**), il est difficile de privilégier un mécanisme plutôt qu'un autre (recristallisation dynamique continue ou discontinue). En effet, dans les deux cas, la courbe présente un maximum unique, suivi d'une diminution jusqu'à l'apparition d'un palier de contrainte.

Toutefois, il apparaît peu probable que le mécanisme de recristallisation dynamique soit de type continu. En effet, dans ce cas, le régime stationnaire ne serait atteint que pour des taux de

déformation nettement supérieurs à ceux réalisés lors de cette étude. Le mécanisme de recristallisation est donc plutôt de type discontinu, pour lequel ce genre de courbes est généralement observé pour de fortes vitesses de déformation, associées à de faibles températures. Il persiste donc une question quant à savoir l'allure de la courbe, pour de fortes vitesses et de hautes températures, conditions correspondantes à notre étude.

L'identification du mécanisme de recristallisation dynamique d'un matériau est généralement plus aisée en raisonnant sur l'allure des courbes pour de faibles vitesses de déformation. En effet, dans ce cas les courbes sont nettement différentes entre un mécanisme de recristallisation dynamique continue (maximum unique puis adoucissement jusqu'à l'obtention du régime stationnaire pour de très forts taux de déformation) et discontinue (oscillations de contraintes dès quelques dizaines de pourcent de déformation). Bien que la bibliographie ne donne pas d'ordre de grandeur concernant la gamme de vitesses correspondant aux « faibles vitesses de déformation », on peut considérer que l'essai réalisé à  $10^{-4} s^{-1}$  entre dans cette catégorie.

En comparant les résultats **Figure 2.20** pour une vitesse de  $10^{-4} s^{-1}$  avec les courbes modèles pour de faibles vitesses de déformation, il n'est toujours pas possible de conclure sur le mécanisme de recristallisation. En effet, la courbe obtenue pour l'Udimet 720 présentant une contrainte quasi-stationnaire, ne correspond à aucun des deux mécanismes décrits précédemment.

Pour conclure, il est impossible de prédire le mécanisme dynamique à l'origine de l'évolution microstructurale du matériau, à partir des courbes d'essais mécaniques de compression pour les prélèvements du centre. Les mêmes essais ont été réalisés pour des prélèvements de la périphérie et sont présentés ci-dessous.

## ***2. Résultats pour les prélèvements de la périphérie***

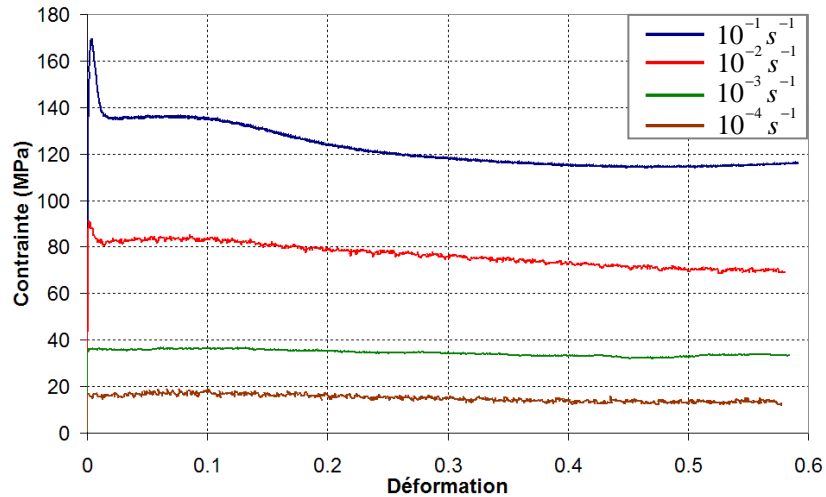
La **Figure 2.21** montre les courbes contrainte-déformation obtenues pour les essais de forgeage réalisés sur les pions prélevés en périphérie de la barre. Les conditions expérimentales étant identiques à celles utilisées pour les pions du centre.

On remarque l'apparition d'un pic de contrainte au début des essais (sauf pour la vitesse de  $10^{-4} s^{-1}$ ) qui n'existait pas pour les pions du centre. La présence de ce pic est assez difficile à expliquer à température élevée.

Remarque : Bien que le pic de contrainte ne soit pas visible sur la **Figure 2.21** pour la courbe à  $10^{-3} s^{-1}$ , il a pu être observé lors d'essais de compression à la même vitesse de déformation, pour des déformations totales différentes.

De nombreux articles notent l'apparition d'un pic en début d'essai à haute température et cela pour différents superalliages base nickel tels que l'IN100 [SOM98], l'Inconel 718 [MED00, GUI81], le Waspaloy [GUI81] et l'Udimet 720 [MON05\_II], ou des alliages de titane tel l'IMI834 [WAN05].





**Figure 2.21** : Courbes de compression de l'Udimet 720 à 1100°C pour des vitesses de déformation de  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4} s^{-1}$  - pions de la périphérie

Dans le cas des superalliages base nickel, Guimaraes et Jonas [GUI81] ont examiné l'apparition de ce pic en début d'essai pour les alliages Inconel 718 et Waspaloy. Pour le Waspaloy testé au-delà de la température de mise en solution, les auteurs ont attribué le pic à un effet durcissant, dû à la formation d'un ordre à courte distance des solutés, bloquant les dislocations. Cependant, le manque de preuve ne leur permet pas d'étayer leur hypothèse. Un autre mécanisme proposé est l'épinglage des dislocations par de fines particules (nuage de Cottrell). Pour les superalliages base nickel, à des températures supérieures à 1100°C, les éléments formant les précipités  $\gamma'$ , tels le chrome, le titane et l'aluminium, se comportent comme un soluté, pouvant gêner le mouvement des dislocations, voir les bloquer.

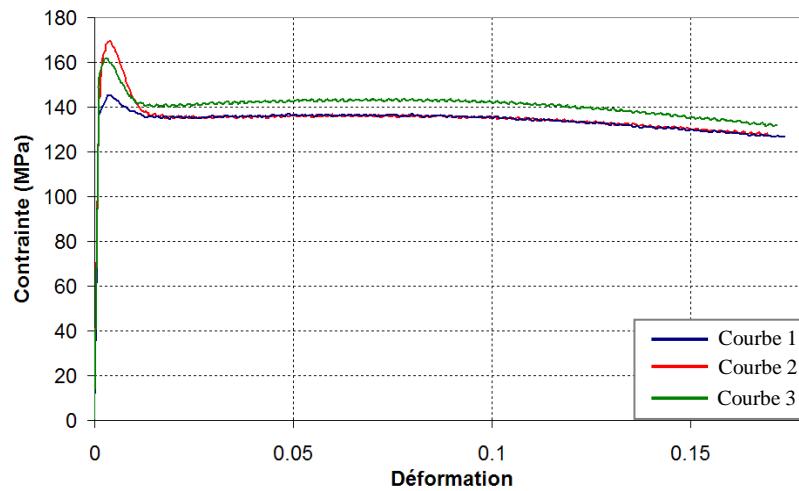
Dans ce mécanisme, pour de faibles vitesses de déformation, les éléments d'addition sont entraînés par les dislocations, tandis qu'aux vitesses élevées, les dislocations doivent s'arracher du nuage, ce qui nécessite une contrainte élevée. Cela est en accord avec les résultats présentés **Figure 2.21** où le pic n'est visible qu'aux vitesses de déformation supérieures à  $10^{-4} s^{-1}$ .

Pour l'Udimet 720, les travaux de Monajati et al. [MON05\_II] ont conclu que le mécanisme à l'origine du pic de contrainte, est probablement dû au blocage à courte distance des dislocations. L'amplitude la plus importante du pic est observée pour la vitesse de déformation la plus élevée et peut être attribuée à la forte densité de dislocations qui implique plus d'interactions entre les dislocations et le soluté.

Enfin pour des alliages de titane, tels l'IMI831, Wanjara et al. [WAN05] observent l'apparition d'un pic similaire pour des températures supérieures à 1030°C et des vitesses supérieures à  $10^{-1} s^{-1}$ . Les auteurs s'appuient sur les théories statique et/ou dynamique de la déformation pour expliquer l'existence de ce pic. La théorie statique propose la même explication que celle évoquée précédemment pour le nuage de Cottrell, à savoir un effet épinglant du soluté. La théorie dynamique quant à elle, repose sur la génération de dislocations mobiles, ce qui entraîne une augmentation soudaine de la densité de dislocations avec la déformation initiale, suivie par le mouvement et la multiplication des dislocations.

L'analyse des courbes présentées sur la **Figure 2.21** montre que plus la vitesse de déformation est élevée et plus l'amplitude du pic est importante. Cette évolution a déjà été observée par Monajati et al, [MON05\_II] dans le cas de l'Udimet 720. Les auteurs ont montré que l'amplitude du pic augmente avec la vitesse de déformation et la température.

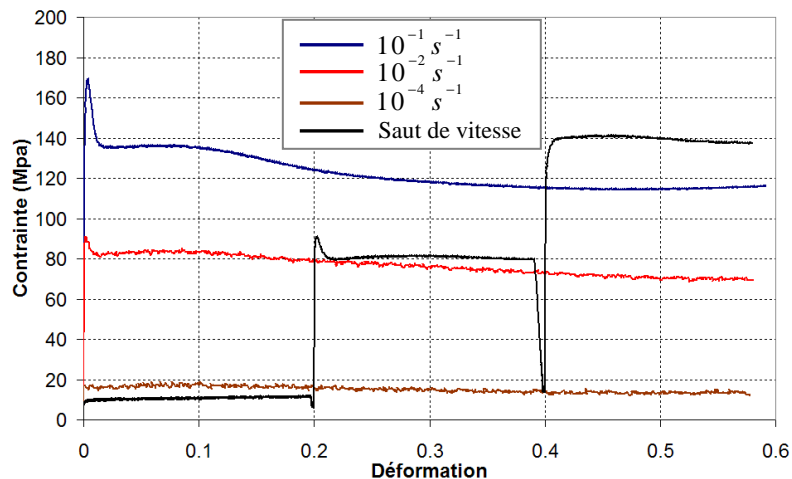
Lors de notre étude, nous avons également noté que pour des conditions d'essais identiques, l'amplitude du pic et la contrainte d'écoulement diffèrent selon les échantillons (**Figure 2.22**). L'hypothèse avancée pour expliquer cette variation de résultats est l'hétérogénéité de microstructure au sein des pions prélevés en périphérie. De ce fait, il est difficile de relier avec exactitude nos résultats avec ceux observés par les différents auteurs.



**Figure 2.22 : Variations de l'amplitude du pic et de la contrainte d'écoulement dues à l'hétérogénéité de microstructure des pions prélevés en périphérie.**

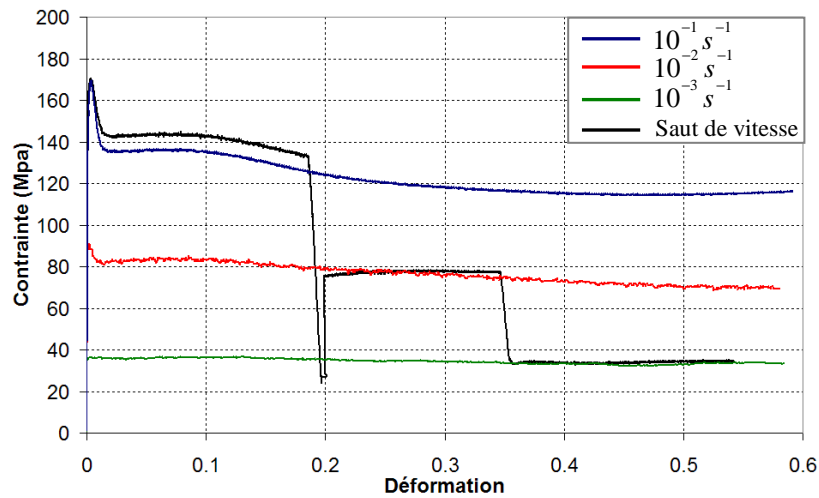
Afin de déterminer plus précisément l'évolution de ce pic et son influence sur la contrainte d'écoulement, des essais à sauts de vitesse ont été réalisés dans les conditions suivantes :

- Saut de vitesse pour des déformations de 0,2 avec respectivement des vitesses de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$ ,  $10^{-2} s^{-1}$  et  $10^{-1} s^{-1}$  (**Figure 2.23**).



**Figure 2.23 : Superposition des courbes contrainte-déformation monotones et avec sauts de vitesse pour les vitesses de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$ ,  $10^{-2} s^{-1}$  et  $10^{-1} s^{-1}$ .**

- Saut de vitesse pour des déformation de 0,2 avec respectivement des vitesses de déformation de  $10^{-1} s^{-1}$ ,  $10^{-2} s^{-1}$  et  $10^{-3} s^{-1}$  (**Figure 2.24**).



**Figure 2.24 :** Superposition des courbes contrainte-déformation monotones et avec sauts de vitesse pour les vitesses de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$ ,  $10^{-2} s^{-1}$  et  $10^{-1} s^{-1}$ .

L'analyse des courbes à sauts de vitesse (**Figure 2.23 et 24**) montre qu'une fois que le pic de contrainte est apparu, il ne se manifeste plus pour le ou les saut(s) de vitesse suivants. Ceci pourrait signifier qu'une fois que les dislocations se sont décrochées des atomes de soluté, elles ne nécessitent pas d'énergie supplémentaire pour se déplacer. Sur ces mêmes figures, on note également que la contrainte d'écoulement du premier palier de la courbe à sauts de vitesse est légèrement différente de celle de l'essai monotone dans les mêmes conditions. Comme évoqué précédemment, cela est lié à l'hétérogénéité de la microstructure au sein des pions prélevés en périphérie.

Concernant le reste des observations de la **Figure 2.21**, on remarque une forte sensibilité à la vitesse de déformation comme pour le centre, ainsi qu'une variation de l'adoucissement en fonction de la vitesse de déformation. Pour les vitesses de déformation les plus élevées ( $10^{-1} s^{-1}$  et  $10^{-2} s^{-1}$ ), les courbes présentent un palier suivi d'une diminution de contrainte, tandis qu'aux vitesses les plus faibles ( $10^{-3} s^{-1}$  et  $10^{-4} s^{-1}$ ) les courbes présentent une contrainte quasi-stationnaire.

Enfin, comme pour le centre, les courbes d'essais mécaniques ne sont caractéristiques ni d'un mécanisme de recristallisation dynamique continue, ni de recristallisation dynamique discontinue.

D'après la bibliographie et les travaux d'Aubert & Duval sur de nombreux superalliages base nickel, certaines nuances ne présentent pas de courbes contrainte-déformation typiques de leur mécanisme d'évolution microstructurale. Par exemple, dans le cas du Waspaloy (qui est proche de l'Udimet 720), l'évolution microstructurale correspond à de la DDRX, mais les courbes contrainte-déformation ne présentent aucune oscillation, même pour des vitesses de

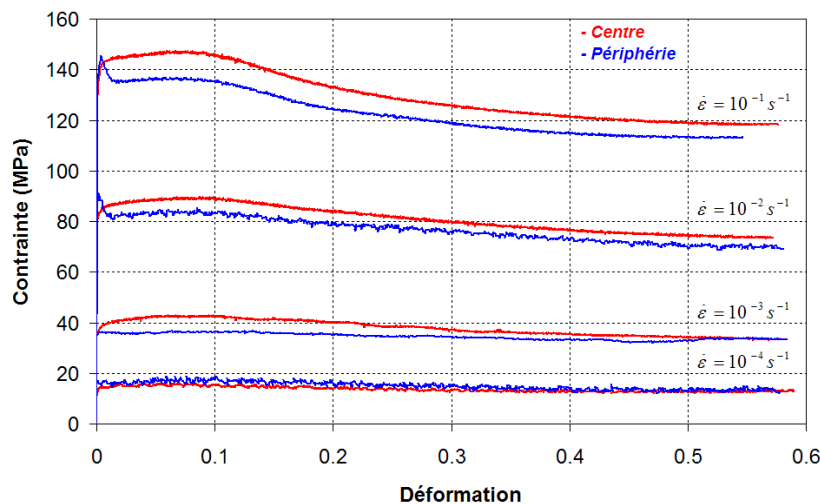
déformation faibles et des températures élevées. Il en va de même pour l'Inconel 718 qui présente des microstructures en collier typique de la DDRX et des courbes contrainte-déformation à maximum unique correspondant à de la CDRX.

L'Udimet 720 semble être également une nuance pour laquelle l'analyse des courbes contrainte-déformation ne permet pas de conclure sur le caractère continu ou discontinu du mécanisme de recristallisation. Seule une étude microstructurale approfondie pourra le faire.

### 3. Comparaison entre le centre et la périphérie

Bien que les courbes contrainte-déformation ne permettent pas de prédire le mécanisme dynamique gouvernant l'évolution microstructurale, la comparaison des résultats du centre et de la périphérie peut néanmoins traduire des évolutions différentes. L'analyse de données telles que la limite d'élasticité conventionnelle, l'écroutissage et l'adoucissement sont autant de facteurs exprimant la modification de microstructure au cours de la déformation.

La **Figure 2.25** montre la superposition des courbes de compression à 1100 °C des pions du centre et de la périphérie.



**Figure 2.25 : Comparaison des courbes de compression du centre et de la périphérie à 1100°C pour des vitesses de déformation de  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4} s^{-1}$**

On remarque sur cette figure, que les courbes **C** et **P** sont très proches, alors que la taille de grains initiale est très différente. La faible différence de limite d'élasticité est contenue dans la marge d'incertitude liée à l'hétérogénéité de microstructure pour des pions prélevés dans une même région. Cela permet de mettre en évidence que la taille moyenne de grains n'influe que peu sur la limite d'élasticité du matériau.

De plus, on note que pour les fortes vitesses de déformation ( $10^{-1} s^{-1}$  et  $10^{-2} s^{-1}$ ), l'allure des courbes est identique (hormis le pic en début d'essai), avec un palier de contrainte suivi d'un adoucissement. Concernant la vitesse de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$ , on observe pour le centre, une allure identique à celle décrite précédemment, tandis qu'en périphérie, la courbe présente plutôt une contrainte quasi-stationnaire tout au long de l'essai. Ce type de courbe avec une contrainte quasi-stationnaire est également visible pour les deux prélèvements, lorsque la vitesse de déformation est égale à  $10^{-4} s^{-1}$ .

Le fait que ce type de courbe apparaisse pour de hautes températures combinées à de faibles vitesses de déformation suggère un changement de mécanisme de déformation comme l'apparition de superplasticité. D'après la bibliographie, le phénomène de superplasticité n'apparaît que dans certaines conditions thermomécaniques ( $T, \dot{\epsilon}$ ) et pour des matériaux possédant une microstructure fine (n'excédant pas quelques microns), homogène et équiaxe. Les travaux de Blandin et Suery [BLA96] indiquent que le comportement superplastique a été observé dans plusieurs superalliages base nickel, notamment dans l'Inconel 718 ou l'IN 100. En effet, des allongements à rupture supérieurs à 500 % en traction uniaxiale ont été obtenus pour de l'Inconel 718 déformé à 980 °C, avec des vitesses de déformation proches de  $10^{-4} s^{-1}$ . De même pour l'IN 100 possédant une taille de grains de  $3\mu m$ , le régime superplastique est obtenu pour des températures variant entre 1050 et 1100 °C et des vitesses de déformation comprises entre  $10^{-3} s^{-1}$  et  $10^{-4} s^{-1}$ . Pour ces deux superalliages, les ordres de grandeur de la température et de la vitesse de déformation, concordent avec ceux ayant permis d'émettre l'hypothèse de superplasticité pour l'Udimet 720.

Concernant la taille de grains de l'Udimet 720, il a été mis en évidence que pour la périphérie, la taille moyenne de grains est de l'ordre de  $3,7\mu m$  et au centre d'environ  $7,3\mu m$ . La région périphérie possède donc toutes les conditions nécessaires pour le développement de la superplasticité, tandis que le centre possède une taille moyenne de grains un peu trop élevée. Cependant, dans la **partie II.B** il a été montré que la microstructure du centre présente une structure en bande. Celle-ci est composée d'une alternance de régions à gros grains et de bandes de précipitation fine et dense avec des petits grains. Il est donc possible que pour le centre, seules les bandes de précipitation fine et dense puissent présenter de la superplasticité.

Au final, plutôt qu'un comportement superplastique global de l'échantillon, il se peut que seules certaines régions présentent le caractère superplastique. La taille moyenne de grains plus faible en périphérie qu'au centre explique l'apparition de superplasticité dès la vitesse de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$ .

Pour vérifier le caractère superplastique de l'Udimet 720 dans ces conditions de température et de vitesse de déformation, il a été calculé le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation ( $m$ ). En effet, on considère qu'un matériau présente un caractère superplastique, s'il possède une valeur de  $m$  comprise entre 0,3 et 1. La méthode généralement utilisée pour déterminer le coefficient  $m$ , est la technique des essais de sauts de vitesse, qui consiste à mesurer la variation de contrainte lors des sauts puis à calculer  $m$  grâce à la formule suivante :

$$m = \left( \frac{\partial \log(\sigma)}{\partial \log(\dot{\epsilon})} \right)_T \quad (2.1)$$

Les essais de sauts de vitesse présentés **Figure 2.23** & **Figure 2.24** montrant très peu d'écart avec les courbes monotones correspondantes, il apparaît donc raisonnable de déterminer le coefficient  $m$  à partir des courbes monotones. Les valeurs de  $m$  calculées pour des déformations de 0,1 et 0,5 sont données dans le **Tableau 2.3**.

**Tableau 2.3 : Calcul du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation pour le centre et la périphérie**

UDIMET 720	VITESSE DE DEFORMATION	COEFFICIENT DE SENSIBILITE A LA VITESSE DE DEFORMATION M	
		Déformation de 0,1	Déformation de 0,5
Centre	$10^{-1} s^{-1} - 10^{-2} s^{-1}$	0,21	0,20
	$10^{-2} s^{-1} - 10^{-3} s^{-1}$	<b>0,32</b>	<b>0,34</b>
	$10^{-3} s^{-1} - 10^{-4} s^{-1}$	<b>0,43</b>	<b>0,42</b>
Périphérie	$10^{-1} s^{-1} - 10^{-2} s^{-1}$	0,21	0,22
	$10^{-2} s^{-1} - 10^{-3} s^{-1}$	<b>0,37</b>	<b>0,33</b>
	$10^{-3} s^{-1} - 10^{-4} s^{-1}$	<b>0,30</b>	<b>0,40</b>

D'après ces résultats, le comportement superplastique apparaît (en se basant sur la valeur de m) dès que la vitesse de déformation est de  $10^{-3} s^{-1}$  pour le centre et la périphérie. Une analyse plus fine permet cependant de discerner les pions du centre et de la périphérie :

- Pour le centre et une déformation de 0,1, la valeur du coefficient m ne fait qu'augmenter, passant de 0,21 à 0,43. Lors du saut  $10^{-2} s^{-1} - 10^{-3} s^{-1}$ , la valeur est de 0,32, ce qui est à la limite du comportement superplastique. Cela, combiné au fait que lors du saut à  $10^{-3} s^{-1} - 10^{-4} s^{-1}$  le coefficient m augmente encore (pour atteindre 0,43), pourrait signifier que le comportement superplastique n'apparaît qu'à  $10^{-4} s^{-1}$  ou alors qu'il est peu marqué à  $10^{-3} s^{-1}$ .
- Pour la périphérie et une déformation de 0,1, l'évolution est différente, à savoir que le coefficient m augmente jusqu'au saut  $10^{-2} s^{-1} - 10^{-3} s^{-1}$ , puis diminue pour  $10^{-3} s^{-1} - 10^{-4} s^{-1}$ . Lors du saut  $10^{-2} s^{-1} - 10^{-3} s^{-1}$ , la valeur étant de 0,37, la présence d'un comportement superplastique est vérifiée. Cela explique que pour le saut  $10^{-3} s^{-1} - 10^{-4} s^{-1}$  la valeur de m diminue, car la superplasticité s'est installée dès  $10^{-3} s^{-1}$ . Cela concorde avec les courbes en périphérie pour les vitesses de  $10^{-3} s^{-1}$  et  $10^{-4} s^{-1}$  (**Figure 2.25**) où l'on observe une contrainte quasi-stationnaire.

Pour une déformation de 0,5, il est plus difficile de conclure sur la pertinence des résultats. L'évolution microstructurale du matériau étant probablement différente suivant la vitesse de déformation appliquée lors du forgeage isotherme. Toutefois, dès que la vitesse de déformation atteint  $10^{-3} s^{-1}$ , le coefficient m correspond à un mécanisme superplastique.

En résumé, les résultats obtenus pour le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, concordent avec les observations qualitatives des courbes. Le matériau présenterait un comportement superplastique au centre et en périphérie pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$ . Cependant, pour  $10^{-3} s^{-1}$ , il existerait une distinction entre le centre et la périphérie. Le centre présenterait une déformation superplastique moins marquée que la périphérie. La taille de

grains, supérieure au centre, pourrait expliquer cette différence de comportement mécanique. Au mieux, seules les bandes de précipitation fine et dense composées de petits grains pourraient présenter de la superplasticité.

Nous verrons dans la **partie III.E**, que le comportement superplastique de l'Udimet 720 à 1100 °C pour de faibles vitesses de déformation, a fait l'objet d'une étude particulière. Il sera notamment présenté des résultats d'essais de compression sur de l'Udimet 500 et du Waspaloy, dans les mêmes conditions thermomécaniques. L'intérêt de comparer l'Udimet 720 avec ces matériaux, vient du fait que ces derniers ne présentent pas de superplasticité, du fait de leur taille de grains importante.

### ***B. Analyse microstructurale des échantillons obtenus par forgeage***

Afin d'étudier l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 en fonction des conditions thermomécaniques, une étude métallographique de l'ensemble des échantillons obtenus par forgeage a été réalisée. Pour cela, les deux principales techniques de caractérisation utilisées sont :

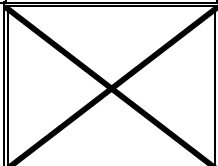
- La microscopie optique, pour étudier qualitativement la fraction surfacique et la distribution locale des précipités, ainsi que la taille moyenne de grains. Cette technique permet d'obtenir rapidement une idée sur l'évolution globale de la microstructure lors du forgeage.
- L'EBSD pour obtenir des informations quantitatives telles que la taille moyenne de grains, les fractions de joints faiblement désorientés et de macles et l'orientation cristallographique des grains (texture). Dans notre étude, nous nous sommes tout particulièrement intéressés à l'évolution de la taille moyenne de grains et à l'évolution de la fraction de faibles désorientations. En effet, ces paramètres sont probablement à l'origine de l'hétérogénéité de perméabilité aux ultrasons.

#### ***1. Microscopie optique***

##### ***(a) Prélèvements du centre***

Dans le but de suivre l'évolution microstructurale au cours du forgeage, des essais de forgeage à vitesse de déformation identique à plusieurs taux de déformation ont été réalisés à 1100°C. L'ensemble des échantillons forgés dans ces conditions et dont la microstructure a été analysée est présenté dans le **Tableau 2.4**.

**Tableau 2.4 : Ensemble des essais de forgeage réalisés à 1100 °C pour les prélèvements du centre**

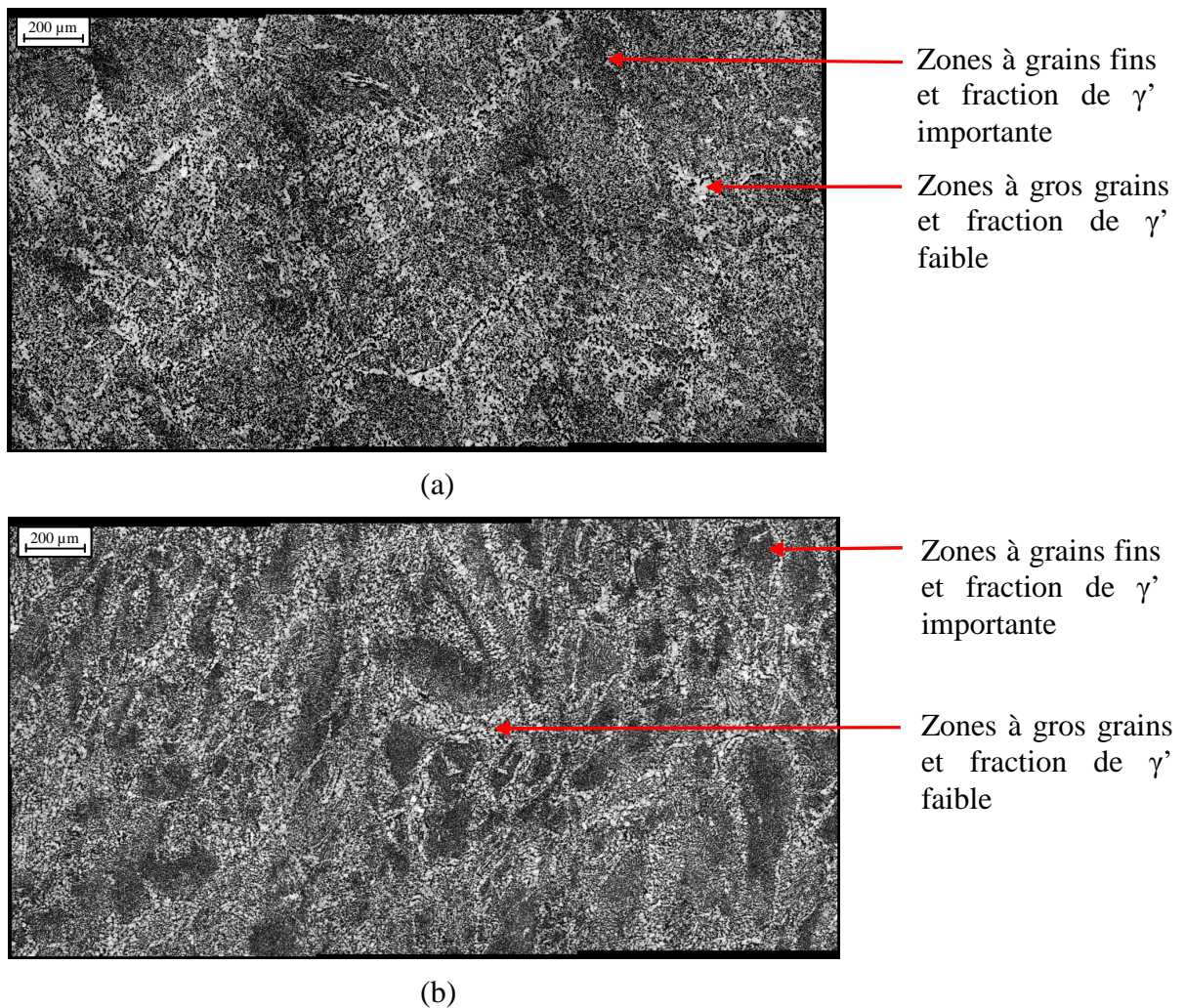
<b>CENTRE</b>	$\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$
<b>1100°C</b>	- $\epsilon = 0,1$			- $\epsilon = 0,1$
	- $\epsilon = 0,2$	- $\epsilon = 0,2$		- $\epsilon = 0,2$
	- $\epsilon = 0,4$	- $\epsilon = 0,4$		- $\epsilon = 0,4$
	- $\epsilon = 0,6$	- $\epsilon = 0,6$		- $\epsilon = 0,6$

Pour des raisons techniques, les essais n'ont pas pu être réalisés pour des vitesses de déformation de  $10^{-2} s^{-1}$ . Néanmoins, dans la **partie III.B.2**, il sera montré qu'il est possible de prévoir les résultats pour cette vitesse de déformation.

Les analyses réalisées en microscopie optique ont permis d'étudier l'influence de la vitesse de déformation et du taux de corroyage sur l'évolution microstructurale à 1100 °C.

➤ **Influence de la vitesse de déformation**

Tout d'abord concernant la vitesse de déformation, il apparaît que cette dernière n'a que très peu d'influence sur l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 lors du forgeage à 1100°C. Une microstructure hétérogène et similaire a été mise en évidence à cœur de l'ensemble des pions forgés, après une déformation de 0,6. La microstructure se compose de régions à grains fins, possédant une fraction locale de précipités  $\gamma'$  importante et de régions à plus gros grains, avec une proportion plus faible de phase  $\gamma'$  (**Figure 2.26**).



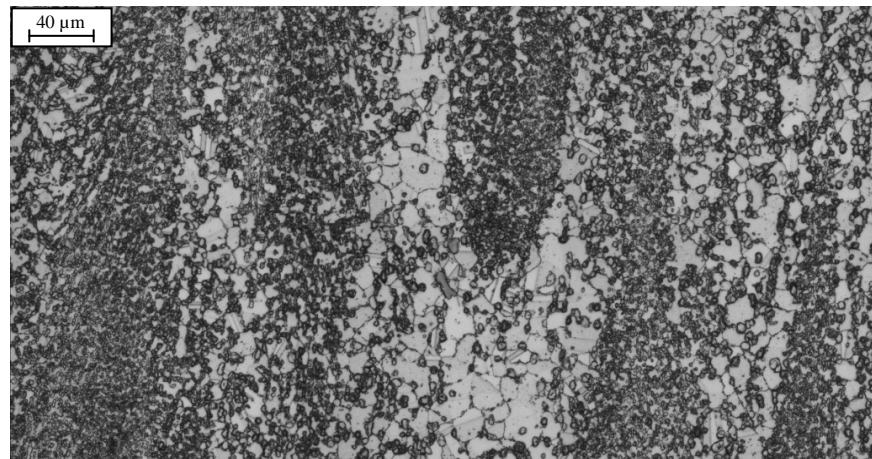
**Figure 2.26 : Exemple de microstructures après forgeage à 1100 °C et  $\varepsilon = 0,6$  pour des vitesses de déformation de (a)  $10^{-1} s^{-1}$  et (b)  $10^{-4} s^{-1}$**

La seule différence entre les états brut et forgé concerne les régions à grains fins, présentant une forte densité de précipités  $\gamma'$ . Dans le matériau brut, ces régions sont sous la

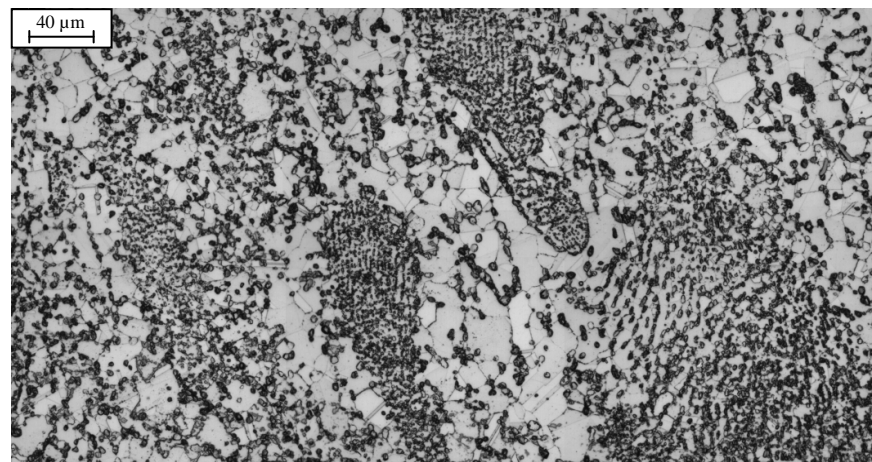


forme de « bandes de précipitation fine et dense » orientées suivant le fibrage, qui est parallèle à l'axe d'étirage. Après forgeage, on observe plutôt des amas de précipitation fine et dense, ne présentant pas d'orientation géométrique préférentielle (**Figure 2.26 b**). Le forgeage a cassé l'alignement initial.

Quant à la taille de grains, elle évolue peu entre le produit brut et le produit forgé (**Figure 2.27**). Après forgeage, la taille de grains est toujours hétérogène suivant les régions et du même ordre de grandeur qu'à l'état initial.



(a)



(b)

**Figure 2.27 : (a) Evolution microstructurale entre l'état brut et (b) après forgeage à 1100 °C à une vitesse de déformation de  $10^{-1} s^{-1}$**

➤ **Influence du taux de corroyage**

En comparant la microstructure des échantillons forgés dans les mêmes conditions de vitesse et de température, mais pour des taux de déformation différents, on remarque que l'augmentation de déformation permet d'homogénéiser la microstructure. Pour une déformation de 0,2, on observe encore des bandes suivant le fibrage comme à l'état brut, tandis que pour une déformation de 0,6 cela correspond plutôt à des amas sans orientation géométrique particulière. Quant à la taille moyenne des grains, elle reste hétérogène suivant les zones et n'évolue pas avec la déformation.

Cet effet du taux de déformation sur l'amélioration de l'homogénéité de la microstructure est utilisé lors de la réalisation de demi-produits chez Aubert & Duval, les étapes d'étirage et de refoulement étant notamment utilisées à cette fin.

Enfin, l'analyse des cartographies, n'a mis en évidence aucune particularité microstructurale permettant de conclure sur le mécanisme dynamique d'évolution microstructurale. Nous n'avons observé ni de petits grains à l'aplomb des grains initiaux (microstructure en collier) typique d'un mécanisme de DDRX, ni de petits grains provenant de gros grains parents, caractéristique de CDRX. Les analyses n'ont peut-être pas été effectuées aux instants clefs (apparition des premiers germes pour la DDRX ou fragmentation d'un grain en sous-grains pour la CDRX) dans cette microstructure très complexe et une fois l'évolution microstructurale avancée, il est difficile d'identifier le mécanisme.

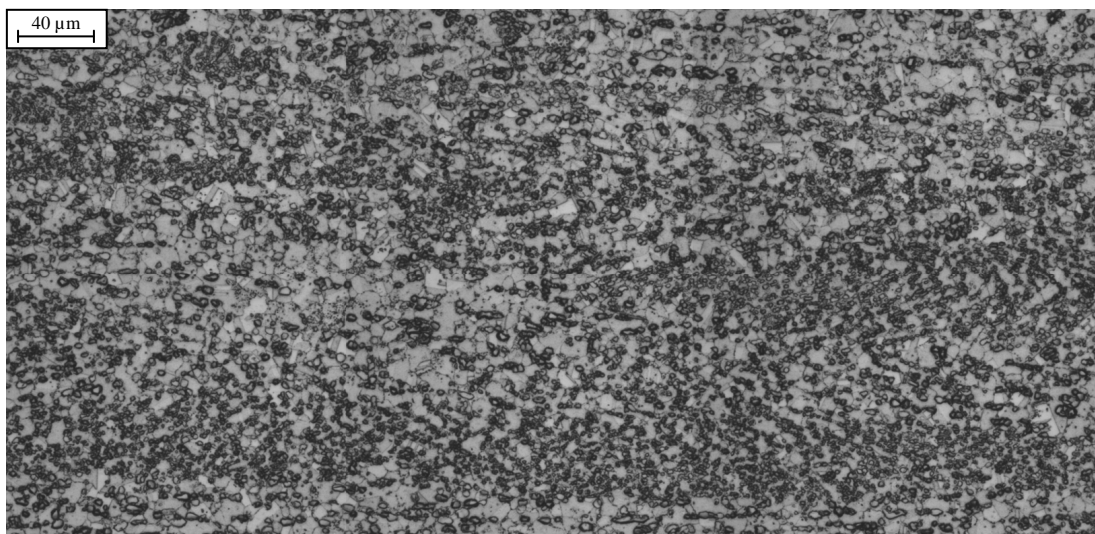
**(b) Prélèvements de la périphérie**

Pour les prélèvements de la périphérie, les essais de forgeage réalisés sont présentés dans le **Tableau 2.5**.

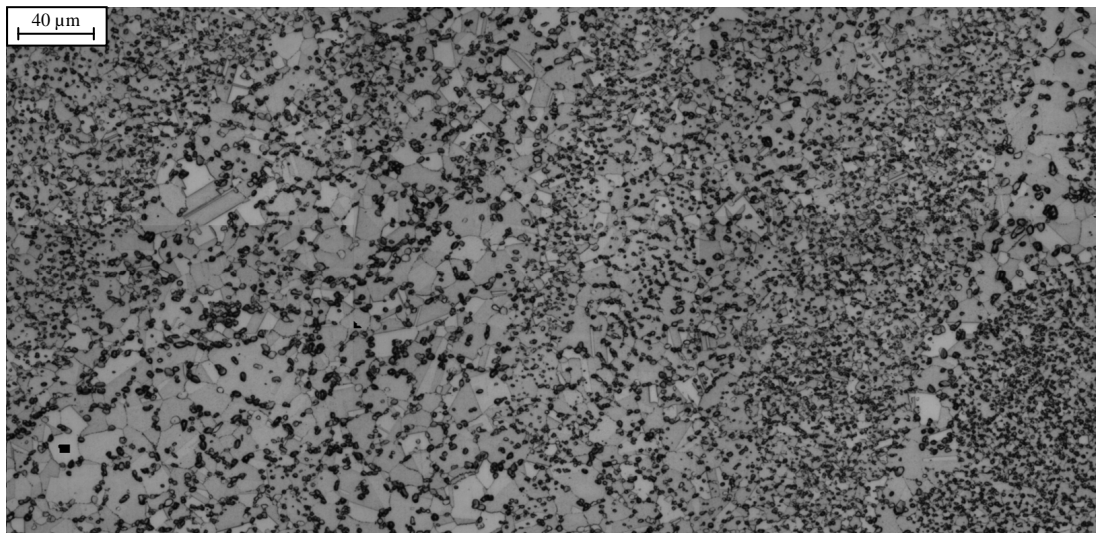
**Tableau 2.5 : Ensemble des essais de forgeage réalisés à 1100°C pour les prélèvements de la périphérie**

<b>PERIPHERIE</b>	$\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$
<b>1100°C</b>	$-\epsilon = 0,2$	$-\epsilon = 0,2$	$-\epsilon = 0,2$	$-\epsilon = 0,2$
	$-\epsilon = 0,6$	$-\epsilon = 0,6$	$-\epsilon = 0,6$	$-\epsilon = 0,6$

Les résultats obtenus pour les prélèvements **P** ont permis de mettre en évidence que la taille moyenne de grains augmente lors du forgeage à 1100 °C quelle que soit la vitesse de déformation (**Figure 2.28**). Par ailleurs, plus le taux de déformation est élevé, plus la microstructure est homogène.



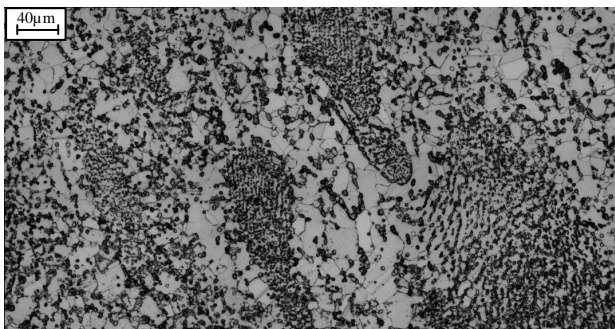
(a)



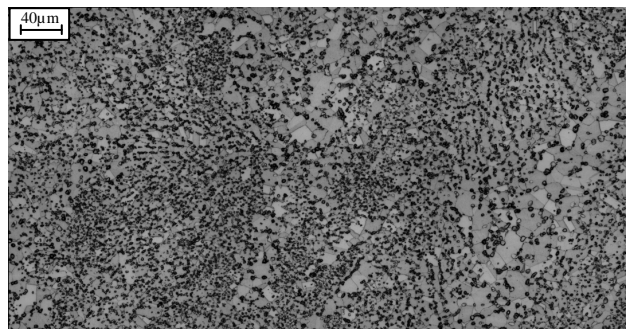
(b)

**Figure 2.28 : Augmentation de la taille moyenne de grains après forgeage à 1100 °C pour les prélèvements P : (a) échantillon brut et (b) échantillon déformé de  $\epsilon = 0,6$  à  $10^{-1} s^{-1}$**

Des analyses complémentaires des microstructures forgées ont montré que la taille moyenne de grains est voisine de celle des échantillons C pour les mêmes conditions thermomécaniques (**Figure 2.29 a et b**). De plus, à des grandissements plus faibles, la structure est similaire avec une alternance de zones à forte et à faible densité de phase  $\gamma'$  (**Figure 2.29 c et d**).



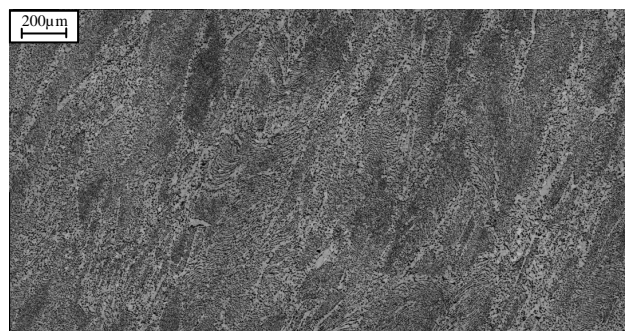
(a)



(b)



(c)



(d)

**Figure 2.29 : Microstructures similaires pour les prélèvements du centre et de la périphérie après forgeage dans des conditions thermomécaniques identiques : centre (a et c)  $\epsilon = 0,6$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$  et Périphérie (b et d)  $\epsilon = 0,6$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$ .**

La microscopie optique permettant uniquement de donner une information qualitative, les analyses EBSD viennent conforter cette hypothèse.

## **2. EBSD**

Lors du forgeage, la mise en tonneau de l'échantillon (liée au frottement) traduit une hétérogénéité de déformation produisant une disparité de recristallisation. Il apparaît donc que suivant les régions analysées d'un galet, les résultats diffèrent. De manière à éviter toute erreur lors de nos mesures EBSD, il a été fixé une région d'analyse similaire pour l'ensemble des échantillons, à savoir le centre du galet. Cette dernière a été choisie car elle correspond à la zone présentant le maximum de déformation et donc présentant la recristallisation la plus avancée. De plus, au cœur du galet, la déformation locale est supérieure à celle appliquée macroscopiquement.

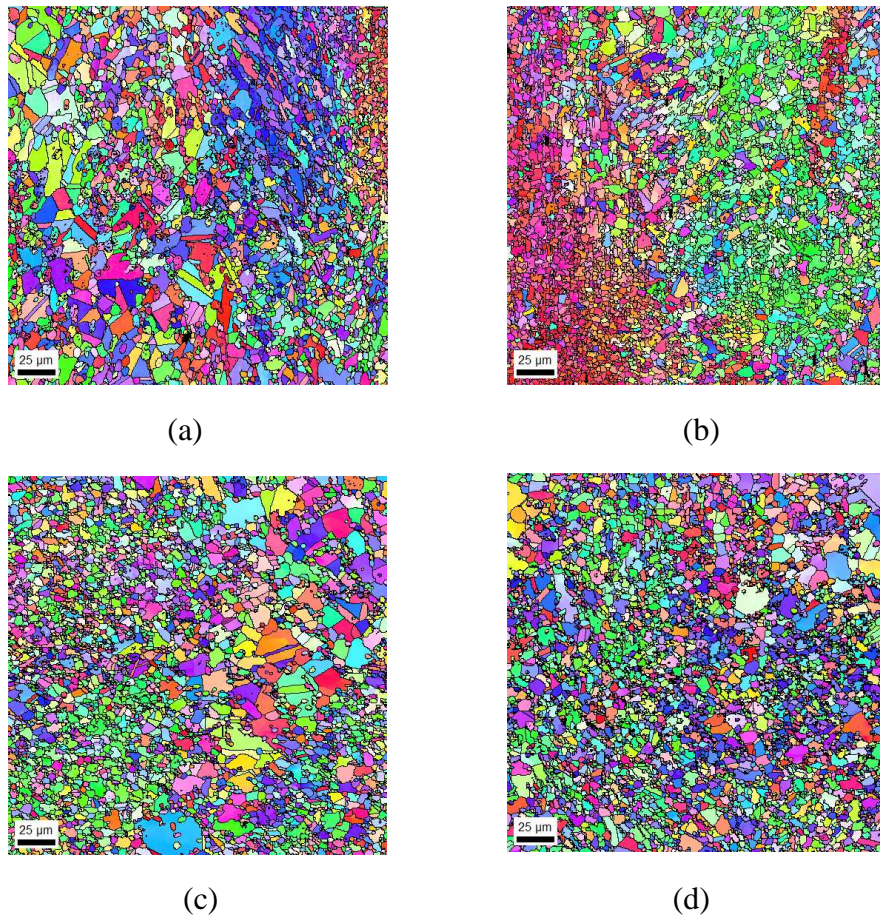
Concernant les conditions de mesures EBSD, elles correspondent à celles fixées dans la **partie II.C**, à savoir une zone de 250 x 250  $\mu\text{m}^2$  avec un pas de 0,3  $\mu\text{m}$ .

Nous avons vu que la microstructure est composée de deux phases : la matrice  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  primaires (1-5 $\mu\text{m}$ ) situés aux joints de grains. Ces derniers permettent d'ancrer les joints de grains et ainsi de limiter la croissance des grains austénitiques. De ce fait, les mécanismes dynamiques d'évolution microstructurale concernent uniquement la matrice  $\gamma$ .

### ***(a) Choix de la méthode d'analyse EBSD pour l'étude de l'évolution microstructurale***

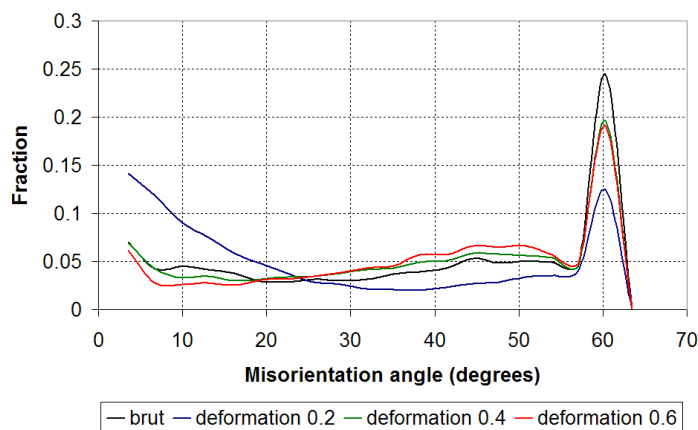
Comme évoqué dans la **partie II.C**, lors des mesures EBSD, il est impossible de discerner les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , du fait de structures cristallographiques et des paramètres de maille trop proches. Une séparation manuelle des deux phases a donc été effectuée. La méthode utilisée est illustrée ci-dessous, pour les mesures EBSD sur des échantillons du centre, forgés à 1100°C avec une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{s}^{-1}$ .

La **Figure 2.30** présente les mesures EBSD effectuées sur les trois échantillons déformés de 0,2, 0,4 et 0,6. Les premières observations mettent en évidence une différence entre la déformation de 0,2 et les déformations de 0,4 et 0,6. Pour la plus faible des déformations, on note la présence de zones faiblement désorientées ainsi que peu de gros grains maclés. Afin de s'assurer que la zone analysée est représentative de la microstructure pour une déformation de 0,2, d'autres analyses ont été effectuées et des résultats similaires ont été obtenus.



**Figure 2.30 :** Cartographies d'orientations des échantillons du centre forgés à 1100 °C et  $10^{-3} s^{-1}$  : (a) état brut, (b) déformation de 0,2, (c) déformation de 0,4 et (d) déformation de 0,6

Afin de déterminer les conditions de mise en forme néfastes à la perméabilité aux US, il faut étudier l'évolution des microstructures, pour différentes conditions thermomécaniques. Dans cette étude, la distribution des désorientations semble un paramètre important, de plus, nous avons montré qu'une  $f_{LAB}$  élevée peut altérer la propagation des ondes ultrasonores. L'effet de la déformation sur  $f_{LAB}$  d'échantillons bruts et déformés de 0,2, 0,4 et 0,6 est donné sur la **Figure 2.31**.

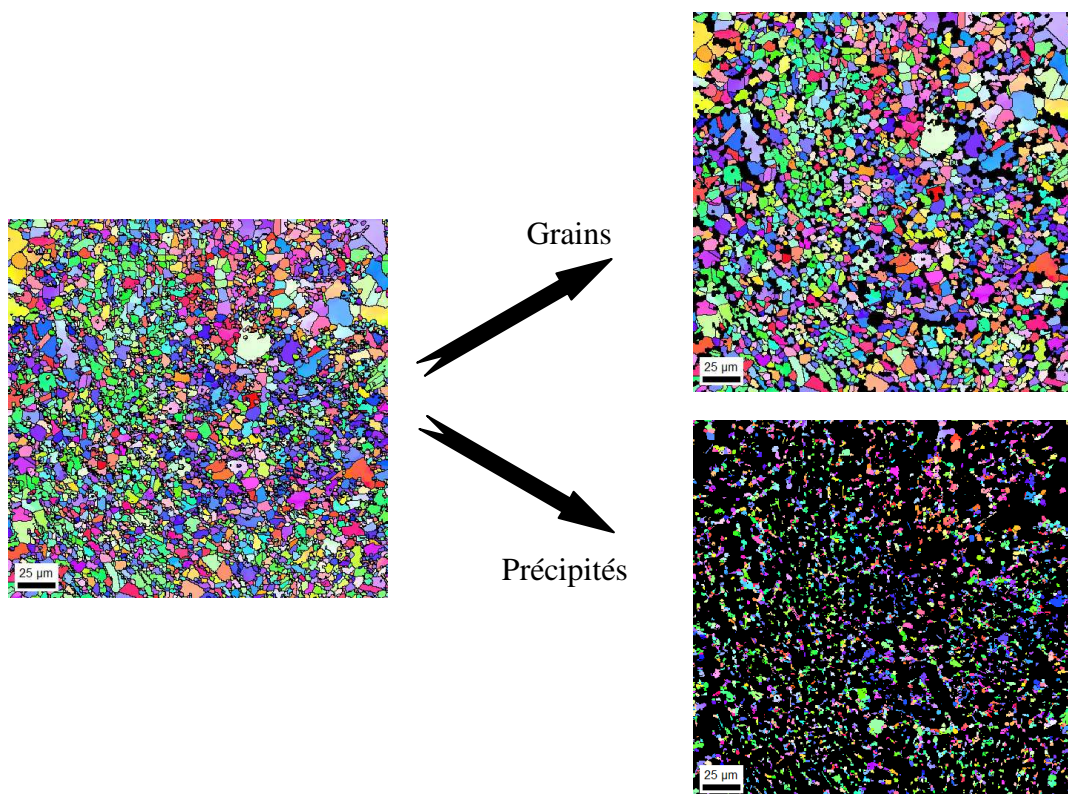


**Figure 2.31 :** Distributions des désorientations des échantillons brut et déformés de 0,2, 0,4 et 0,6

Sur cette figure, on note une évolution significative de la distribution des désorientations lors du forgeage. Pour une déformation de 0,2,  $f_{LAB}$  augmente considérablement (environ deux fois plus élevée qu'à l'état initial) tandis que pour les déformations supérieures (0,4 et 0,6) elle diminue, devenant même inférieure à celle de l'échantillon brut. Cette évolution peut être un paramètre clef pour déterminer le mécanisme de recristallisation dynamique. Cela est analysé plus en détail dans la **partie II.D** de ce chapitre, qui est consacrée à l'identification du mécanisme de recristallisation de l'Udimet 720 à 1100 °C.

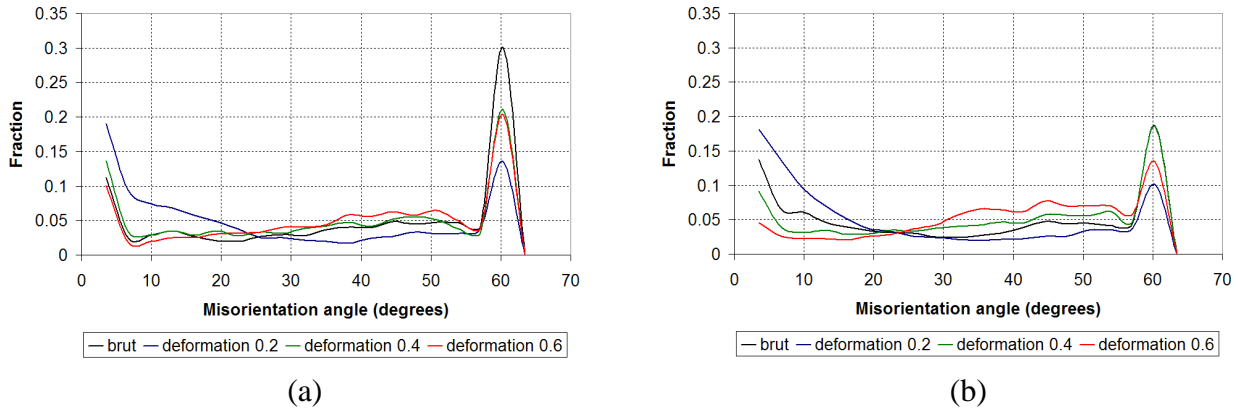
Il est essentiel de déterminer la contribution respective des grains et des précipités dans l'évolution de  $f_{LAB}$ . Pour cela, la microstructure a été divisée manuellement en deux partitions, correspondant aux grains  $\gamma$  et aux précipités  $\gamma'$  primaires (**Figure 2.32**). Chaque échantillon a été post-traité indépendamment des autres et la distinction des phases a été effectuée en se basant sur :

- le contraste de la cartographie d'image qualité (les précipités apparaissant plus sombres que les grains),
- sur la taille de grains.



**Figure 2.32 : Exemple de partitions de grains  $\gamma$  et de précipités  $\gamma'$  à partir de la microstructure globale**

Une fois les partitions de grains et de précipités obtenues, la distribution des désorientations de chaque phase a été calculée. La **Figure 2.33** montre les résultats obtenus respectivement pour les grains **(a)** et les précipités **(b)**.



**Figure 2.33 : Distributions des désorientations pour les partitions de grains (a) et de précipités (b)**

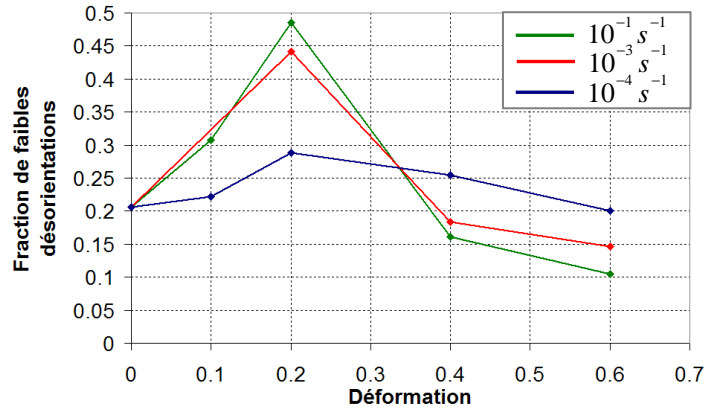
La **Figure 2.33** montre que l'évolution de la distribution des désorientations est identique pour les grains et les précipités. Dans les deux cas, on retrouve l'augmentation de la fraction de faibles désorientations pour une déformation de 0,2 puis une diminution pour les déformations supérieures. Ces résultats montrent que la tendance est identique en utilisant la microstructure globale ou la partition de grains uniquement.

A partir de ces résultats, nous avons décidé que **les études portant sur les désorientations seraient effectuées à partir des microstructures dans leur globalité**. Cela se justifie, d'une part, par la similitude des résultats obtenus ci-dessus et, d'autre part, par le fait que la réalisation de partitions manuelles est longue et fastidieuse. De plus, dans le cas de microstructures complexes, telles les bandes de précipitation fine et dense ou bien les échantillons forgés à 1050 °C (**partie IV**), il est quasi impossible de distinguer les petits grains  $\gamma$  des précipités  $\gamma'$ . Le risque d'erreur est trop important et fausserait les résultats.

**(b) Prélèvements du centre**

Les évolutions de  $f_{LAB}$  au cours du forgeage pour différentes vitesses et taux de déformation sont présentées sur la **Figure 2.34**.

On remarque qu'il existe deux groupes de courbes. Le premier composé des vitesses de  $10^{-3} s^{-1}$  et  $10^{-1} s^{-1}$  et le second de la vitesse de  $10^{-4} s^{-1}$ . Pour le premier groupe, on note une augmentation notable de la fraction de faibles désorientations pour une déformation de 0,2 puis une diminution jusqu'à une déformation de 0,6. Elle devient même inférieure à celle de l'échantillon brut. Pour la vitesse de  $10^{-4} s^{-1}$ , bien que l'allure soit similaire, elle est nettement moins marquée et pour une déformation de 0,6, la fraction de faibles désorientations est voisine de celle obtenue à l'état initial.



**Figure 2.34 : Evolution de la fraction de faibles désorientations en fonction du taux de déformation, lors du forgeage à 1100°C avec différentes vitesses de déformation - Centre**

En confrontant les résultats EBSD avec les hypothèses faites à partir des courbes expérimentales de compression, la présence de superplasticité pour une vitesse de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$  est assez peu probable. En effet, l'allure de la courbe à  $10^{-3} s^{-1}$  est similaire à celle de la vitesse de  $10^{-1} s^{-1}$  alors que la déformation superplastique n'est possible qu'à faible vitesse de déformation. En revanche, l'allure de la courbe à  $10^{-4} s^{-1}$  tend à conforter cette hypothèse, puisque l'évolution de la fraction de faible désorientations est plus faible, ce qui peut être le signe de superplasticité. Un examen plus précis du caractère superplastique fait l'objet de la **partie III.E** de ce chapitre.

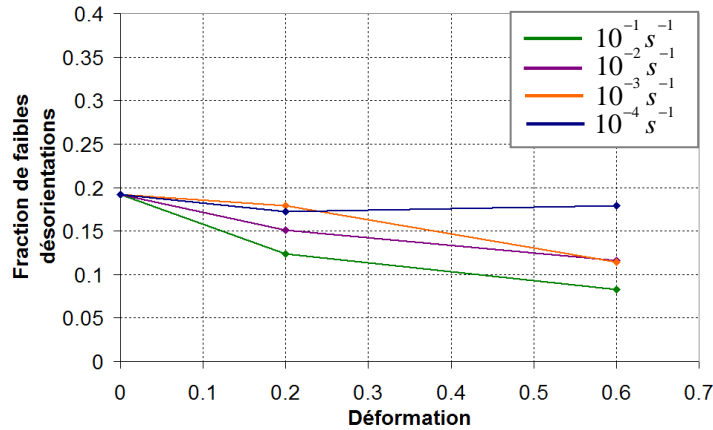
Néanmoins bien que la superplasticité ne semble pas être le mécanisme de déformation prépondérant pour une vitesse de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$ , il n'est pas impensable que les zones de précipitation fine et dense présentent de la superplasticité. En effet, dans ces zones, la taille de grains plus faible peut favoriser ce mécanisme.

Remarque : Les évolutions similaires de  $f_{LAB}$  pour les vitesses de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$  et  $10^{-1} s^{-1}$  montrent que le mécanisme de déformation est identique. De ce fait, pour une vitesse de déformation de  $10^{-2} s^{-1}$ , l'évolution de  $f_{LAB}$  doit présenter a priori une allure également similaire.

### **(c) Prélèvements de la périphérie**

Pour les prélèvements de la périphérie, des analyses identiques concernant l'évolution de la fraction de faibles désorientations ont été réalisées et les résultats sont présentés sur la **Figure 2.35**.





**Figure 2.35 : Evolution de la fraction de faibles désorientations, en fonction du taux de déformation lors du forgeage à 1100 °C avec différentes vitesses de déformation - Périphérie**

L'analyse des courbes montre que pour les diverses conditions thermomécaniques,  $f_{LAB}$  est inférieure à celle obtenue pour la microstructure initiale. Cependant, on distingue deux types d'évolution en fonction de la vitesse de déformation. La première correspond aux vitesses de  $10^{-3} s^{-1}$ ,  $10^{-2} s^{-1}$  et  $10^{-1} s^{-1}$  où la fraction de faibles désorientations ne fait que diminuer au cours de la déformation. La seconde, pour la vitesse de  $10^{-4} s^{-1}$ , pour laquelle la fraction de faibles désorientations est « quasi constante » lors du forgeage.

**Remarque :** Pour la vitesse de  $10^{-4} s^{-1}$ ,  $f_{LAB}$  est « quasi constante », les résultats pouvant légèrement fluctuer d'une analyse à l'autre. Les zones analysées ayant des dimensions restreintes ( $250 \times 250 \mu m^2$ ) l'écart type pour différentes mesures est de quelques pourcent. Par conséquent, pour la vitesse de  $10^{-4} s^{-1}$ , la variation d'environ 2% entre les différents points de mesures peut être considérée comme négligeable.

Tout comme il a été évoqué pour le centre, la faible variation de la fraction de faibles désorientations au cours de la déformation à  $10^{-4} s^{-1}$  peut être représentative d'un mécanisme de déformation superplastique. Lors de l'analyse des courbes des essais mécaniques en périphérie, nous avons émis l'hypothèse que la superplasticité apparaît dès  $10^{-3} s^{-1}$ . Cependant, la courbe EBSD relative à cette vitesse, ne confirme pas cette hypothèse, puisqu'il est observé une évolution de la fraction de faibles désorientations similaire à celle obtenue pour des vitesses plus élevées ( $10^{-2} s^{-1}$  et  $10^{-1} s^{-1}$ ).

En conclusion, la vitesse de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$  peut être considérée comme « la charnière » entre les mécanismes de déformation classique (glissements intragranulaires et mouvements des dislocations) et superplastiques (glissements intergranulaires). Au mieux, il est possible que quelques zones minoritaires présentent un comportement superplastique à cette vitesse de déformation.

### ***C. Comparaison de l'évolution microstructurale des prélèvements centre et périphérie***

Cette partie a pour objet de comparer les résultats de l'évolution microstructurale des prélèvements centre et périphérie, lors de forgeages à 1100°C dans différentes conditions de vitesse et déformation.

Lors des examens microstructuraux, deux particularités principales ont été mises en avant :

- La première concerne l'évolution de la taille de grains lors de la déformation pour les prélèvements de la périphérie.
- La seconde porte sur la variation de la fraction de faibles désorientations pour les diverses vitesses de déformation.

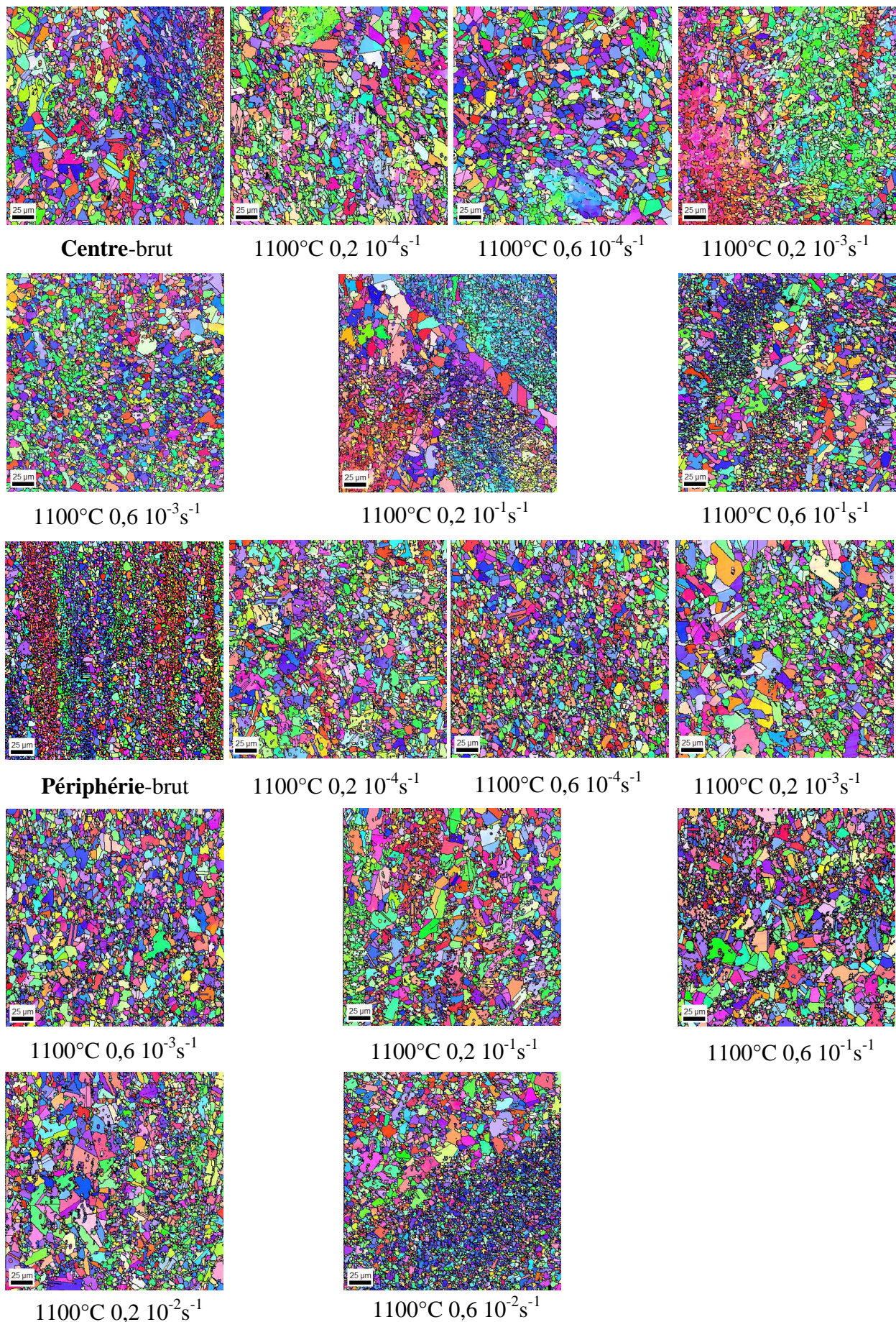
#### ***1. Evolution de la taille de grains***

Dans la **partie III.B.1**, il a été observé une élévation de la taille de grains entre l'état brut des prélèvements en périphérie et l'état déformé. Celle-ci ne dépend pas de la vitesse et relativement peu du taux de déformation macroscopique.

A faibles grandissements, les observations en microscopie optique, ont montré pour les deux types de prélèvements une structure identique, avec une alternance de zones à faible et à forte fraction de phase  $\gamma'$ . A plus forts grandissements, il a été avancé l'hypothèse qu'après déformation, la taille de grains en périphérie semble similaire à celle du centre. Pour conforter cette similitude, les microstructures des deux régions analysées en EBSD sont comparées sur la **Figure 2.36**. L'ensemble de ces cartographies met en évidence une croissance de grains lors du forgeage des prélèvements **P**. De plus, cela confirme que la taille moyenne de grains après déformation est similaire pour les prélèvements **C** et **P**. Pour le vérifier quantitativement, la taille moyenne de grains a été calculée à partir des mesures EBSD à l'aide du logiciel **TSL OIM analysis**.

Remarque : Le calcul de la taille moyenne de grains a été effectué en considérant que tout cristallite possédant une désorientation supérieure à  $2^\circ$  doit être considéré comme un grain. Dans ce cas, les sous-grains possédant des interfaces de type sous-joints sont comptabilisés dans le calcul de la taille moyenne de grains, ce qui minimise la valeur de cette dernière. Généralement il est considéré qu'un grain possède des interfaces de types joints de grains, dont la désorientation entre cristallites voisins doit être supérieure à  $15^\circ$ .

Dans notre étude, le choix d'une désorientation de  $2^\circ$  se justifie par le fait qu'initialement une désorientation de  $15^\circ$  a été utilisée pour le calcul de la taille moyenne de grains et que dans certains cas, les résultats étaient erronés à cause des sous-grains (les résultats avec  $15^\circ$  sont regroupés dans l'**Annexe D**). En effet, les amas composés de grains faiblement désorientés étaient considérés comme des gros grains, ce qui exagérât considérablement la taille moyenne de grains.



**Figure 2.36 : Comparaison des microstructures du centre et de la périphérie après forgeage**

Les résultats présentés dans le **Tableau 2.6** correspondent à la microstructure dans sa globalité (grains plus précipités).

**Tableau 2.6 : Comparaison de la taille moyenne de grains (microns) du centre et de la périphérie après forgeage – Microstructure globale (grains plus précipités)**

Microstructure globale									
	Etat brut	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{s}^{-1}$	
		$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$
<b>Centre</b>	7	7,4	8,0	4,9	5,6	X	X	5,7	6,1
<b>Périphérie</b>	3,8	6,8	5,7	9,1	6,6	8,2	5,6	8,0	8,0

Les précipités  $\gamma'$  primaires étant de faibles dimensions (1-5 $\mu\text{m}$ ), suivant la fraction de phase durcissante pour la zone analysée, la taille moyenne de grains peut être plus ou moins sous-estimée. Une séparation des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  a donc été effectuée pour l'ensemble des échantillons, en utilisant la technique présentée dans la **partie III.B.2**. La taille moyenne de grains obtenue pour les partitions des grains des divers échantillons est présentée dans le **Tableau 2.7**.

**Tableau 2.7 : Comparaison de la taille moyenne de grains (microns) du centre et de la périphérie après forgeage – Partition des grains  $\gamma$**

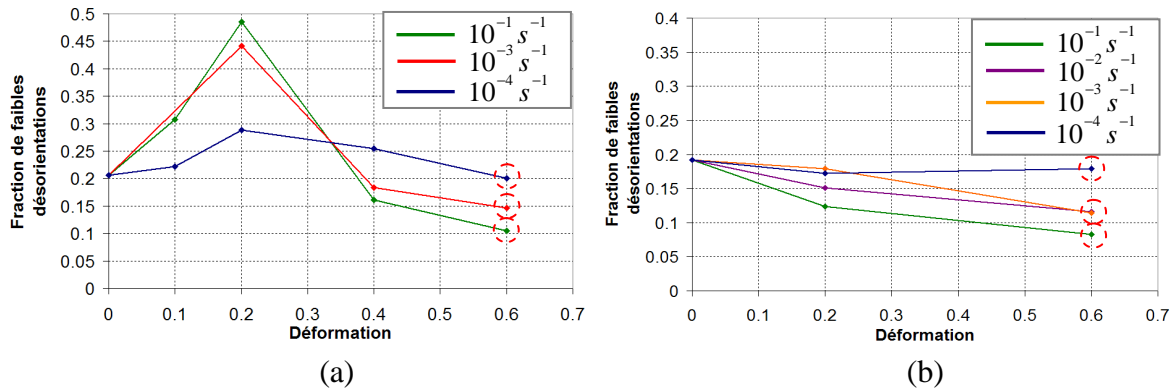
Partition des grains									
	Etat brut	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{s}^{-1}$	
		$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$
<b>Centre</b>	8,9	8,3	8,7	5,8	6,8	X	X	7,2	7,8
<b>Périphérie</b>	4,6	8,2	6,8	10,8	8,4	10,3	6,8	10,0	10,0

L'analyse des **Tableaux 2.6 et 2.7** révèle qu'en considérant la microstructure dans la globalité ou alors uniquement les grains, la tendance est similaire. Dans les deux cas, la taille moyenne de grains pour la périphérie a augmenté après forgeage. On note également que la taille moyenne de grains des échantillons P après forgeage est voisine de celle des échantillons C (à l'état brut ou forgé).

Au final, l'analyse des cartographies et de la taille moyenne de grains, permet de supposer que pour les mêmes conditions thermomécaniques, peu importe la zone de prélèvement (centre ou périphérie), les microstructures finales sont similaires. Cependant, cette théorie est basée uniquement sur la morphologie des phases et il est important de le vérifier par l'analyse des distributions des désorientations.

## 2. Evolution de la fraction de faibles désorientations

La **Figure 2.37** permet de comparer l'évolution de  $f_{LAB}$  en fonction du taux de déformation, pour les prélèvements **C** et **P**, à différentes vitesses de déformation.



**Figure 2.37 : Evolution de la fraction de faibles désorientations en fonction du taux de déformation, lors du forgeage à 1100°C avec différentes vitesses de déformation – (a) centre et (b) périphérie**

Pour une même vitesse de déformation, on remarque que l'évolution de  $f_{LAB}$  est différente pour les prélèvements **C** et **P**.

Pour les prélèvements **C**, on note que pour les vitesses de déformation les plus élevées ( $10^{-1} s^{-1}$  et  $10^{-3} s^{-1}$ ), l'évolution de  $f_{LAB}$  est conséquente au cours de la déformation. Elle augmente considérablement pour une déformation de 0,2, puis diminue par la suite (déformation de 0,4 et 0,6). Pour les échantillons **P**, dans les mêmes conditions thermomécaniques (mais également à  $10^{-2} s^{-1}$ ),  $f_{LAB}$  ne fait que diminuer par rapport à l'échantillon brut.

Concernant la vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$ , l'allure de la courbe est différente et cela pour les deux types de prélèvements **C** et **P**. On remarque que la variation de  $f_{LAB}$  au cours de la déformation est plus faible (voir quasi-constante pour la périphérie). Ce type de résultats peut être le signe d'un comportement superplastique du matériau pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$  et cela est analysé plus en détail dans la partie **III.E**.

Pour les vitesses élevées  $\dot{\epsilon} > 10^{-3} s^{-1}$ , la différence d'évolution de  $f_{LAB}$  des prélèvements **C** et **P** est attribuée à des microstructures initiales différentes. En effet, dans la **partie II.C**, il a été montré que même si  $f_{LAB}$  des échantillons **C** et **P** à l'état brut était proche (ce qui est confirmé par les valeurs à  $\epsilon = 0$  sur la **Figure 2.37**), les tailles de grains moyennes étaient différentes :  $3,7\mu m$  pour la périphérie et  $7,3\mu m$  pour le centre.

Dans le cas de microstructures à petits grains, la fraction de joints de grains, donc d'interfaces mobiles, est plus importante, ce qui favorise l'annihilation des sous-joints par migration des joints de grains. La distance entre deux joints de grains étant plus faible que dans le cas de gros grains, la probabilité qu'un sous-joint soit balayé par un joint de grain est plus importante. Dans la littérature, l'effet de la taille de grains sur l'adoucissement est décrit par le phénomène nommé Boundary Migration Induced Softening (BMIS) [MON04-II]. Les auteurs ont montré qu'une taille de grains plus faible implique un adoucissement plus important. Cela

explique que la fraction de faibles désorientations ne fait que diminuer au cours de la déformation pour les prélèvements de la périphérie.

Enfin, la chose la plus intéressante en comparant ces deux graphiques, est que pour des vitesses de déformation identiques et une déformation de 0,6, la fraction de faibles désorientations est similaire pour les deux types de prélèvements (ronds rouges **Figure 2.37**). Les valeurs sont reportées dans le **Tableau 2.8**.

**Tableau 2.8 : Fraction de faibles désorientations des échantillons centre et périphérie pour une déformation de 0,6.**

	Déformation de 0,6			
	$\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$
<b>Centre</b>	20,1	14,6		10,5
<b>Périphérie</b>	17,9	11,4	11,6	8,3

Au final, l'ensemble de ces résultats montre que pour des microstructures initiales différentes, dans des conditions thermomécaniques identiques ( $T, \dot{\epsilon}$ ) et si la déformation est suffisante (0,6), on tend vers une microstructure similaire. Ceci est le signe que l'état stationnaire est atteint. Cependant, l'évolution microstructurale pour y parvenir est différente (exemple de la fraction de faibles désorientations **Figure 2.37**).

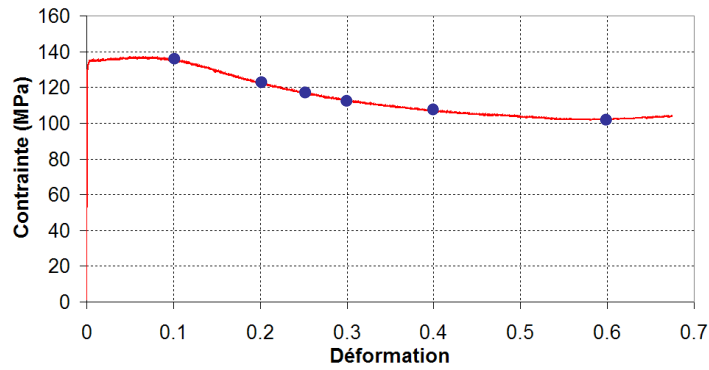
L'étude réalisée jusqu'ici porte uniquement sur l'évolution microstructurale lors du forgeage à 1100°C. Les mécanismes dynamiques à l'origine de cette évolution, n'ont pas été examinés. Cette étude étant primordiale pour la compréhension des modifications microstructurales à cette température, une analyse complémentaire a été réalisée et fait l'objet de la **partie D**.

## ***D. Identification des mécanismes d'évolution microstructurale***

### ***1. Recristallisation dynamique continue ou discontinue ?***

Les mécanisme(s) dynamique(s) d'évolution microstructurale ont été identifiés à partir des échantillons **C**, forgés à une vitesse de déformation de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Ce type de prélèvement (centre), se justifie du fait d'une taille de grains supérieure à celle de la périphérie. Ainsi, dans l'hypothèse d'un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue, il est plus facile d'observer les grains recristallisés à proximité des grains déformés ou l'apparition d'une recristallisation en collier. Quant à la vitesse de déformation, elle a été sélectionnée de manière à éviter d'avoir un comportement superplastique. La vitesse de déformation de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  apparaît donc la meilleure solution.

Pour mener à bien cette étude, des échantillons ont été forgés à différents taux de déformation, les essais correspondent aux points bleus sur la **Figure 2.38**.



**Figure 2.38 : Description des différents prélèvements utilisés pour l'étude des mécanismes de recristallisation à 1100°C**

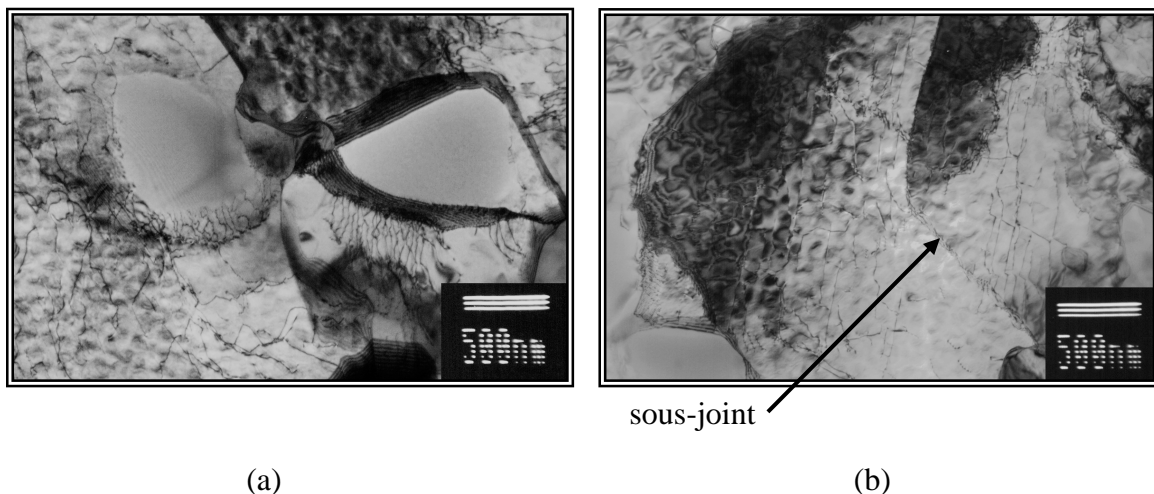
Pour chaque pion obtenu, des observations en Microscopie Electronique en Transmission ont été réalisées, en plus des observations en microscopie optique et des mesures EBSD utilisées jusqu'à présent.

Pour les analyses MET, des lames minces de diamètre 3mm ont été prélevées au centre des échantillons forgés, suivant un plan RZ. Cette zone est identique à celle examinée lors des mesures EBSD, de manière à pouvoir confronter les résultats MET et EBSD. Les conditions de préparation des lames minces sont reportées dans l'Annexe B.

Les résultats MET ont permis de mettre en évidence une évolution microstructurale significative en fonction de la déformation. Il est ainsi possible de distinguer 3 stades différents :

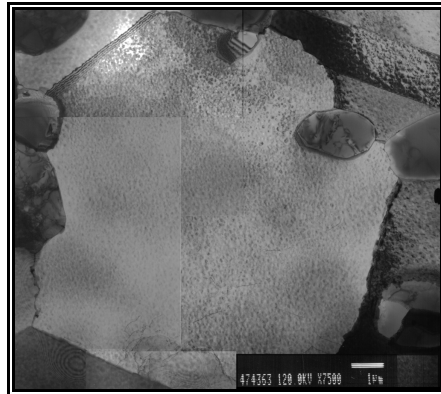
- $\varepsilon \leq 0,25$
- $\varepsilon \approx 0,3$
- $\varepsilon \geq 0,4$

Pour le premier stade ( $\varepsilon \leq 0,25$ ), la microstructure correspond à un état « déformé » avec une densité de dislocations importante, augmentant progressivement jusqu'à la déformation de 0,25 (Figure 2.39 a). Ceci est accompagné de la création de sous-joints à proximité des anciens joints de grains, dont la fraction augmente avec la déformation (Figure 2.39 b).



**Figure 2.39 : Observation MET pour  $\varepsilon = 0,25$ : (a) densité de dislocations élevée et (b) sous-joints**

La seconde étape ( $\varepsilon \approx 0,3$ ) peut être considérée comme un état « intermédiaire », puisqu'il coexiste des grains à l'état déformé (avec une densité de dislocations importante) et des grains recristallisés (densité de dislocations très faible voir nulle). De plus, on remarque la quasi-absence de sous-joints, confortant le fait que la microstructure est à un niveau plus avancé de recristallisation. Enfin le dernier stade ( $\varepsilon \geq 0,4$ ), qualifié de « recristallisé » présente une fraction de grains recristallisés augmentant au fur et à mesure de la déformation, jusqu'à atteindre une recristallisation complète de la microstructure pour une déformation de 0,6 (**Figure 2.40**).



**Figure 2.40** : Observation MET pour  $\varepsilon = 0,6$  : grain exempt de dislocations

Les résultats issus des observations MET sont en accord avec ceux obtenus pour les mesures EBSD (**Figure 2.34**). L'augmentation de la fraction de faibles désorientations, coïncide avec l'accroissement de la densité de dislocations et la formation de sous-joints. Quant à la diminution de la fraction de faibles désorientations, elle concorde avec l'annihilation des dislocations se produisant lors de la recristallisation.

Les observations MET ne permettent pas de conclure avec certitude sur le mécanisme de recristallisation. En effet, les caractéristiques majeures de chacun des mécanismes *continu* et *discontinu* décrits ci-dessous n'ont pu être observées.

Dans le cas d'un mécanisme de recristallisation dynamique continue, on observe une fragmentation des grains initiaux en sous-grains suivi de l'obtention de petits grains de dimensions similaires aux sous-grains dont ils résultent.

Pour un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue, on constate l'apparition de germes (dépourvus de dislocations) menant à une microstructure possédant une taille de grains bimodale. Pour cette dernière, les gros grains correspondent aux grains initiaux généralement nommés « vieux » et les petits grains, aux grains « jeunes » venant de recristalliser. Dans le cas optimal, il est même observé une microstructure en collier comme observé **Figure 2.8**.

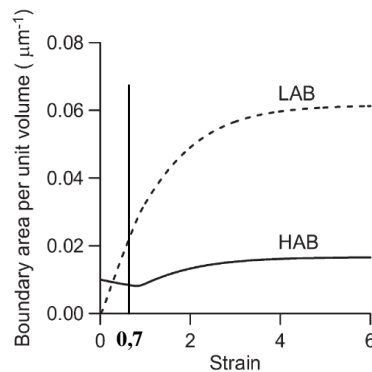
Bien que le mécanisme de recristallisation dynamique de l'Udimet 720 n'ait pu être déterminé avec certitude, l'analyse et la confrontation de plusieurs paramètres décrits ci-dessous permettent de conclure à un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue.



- Lors des observations MET, pour une déformation de 0,3, il y a coexistence de grains possédant une forte densité de dislocations et de grains avec une faible densité de dislocations. Ce type de microstructure est généralement significatif d'un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue.

- La texture cristallographique est également un indice sur le mécanisme de recristallisation dynamique. Dans le cas de la recristallisation dynamique continue, il est généralement observé une texture « accusée », tandis que pour un mécanisme discontinu, la texture est aléatoire. Ce dernier mécanisme correspond globalement aux matériaux possédant une faible énergie de défaut d'empilement, dans lesquels il existe de nombreuses macles de recuit. Ces dernières de par leur désorientation importante (rotation de  $60^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$ ) contribuent fortement au caractère aléatoire de la texture. Dans le cas de l'Udimet 720, on note la présence de macles de recuit  $\Sigma 3$ , ainsi que l'absence de texture cristallographique, ce qui conforte l'existence d'un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue.

- Enfin un dernier élément permettant de valider le caractère discontinu de la recristallisation dynamique de l'Udimet 720, est l'évolution de la fraction de faibles désorientations. Les travaux de Gourdet et Montheillet [GOU03] ont mis en évidence de manière numérique, que lors de la recristallisation dynamique continue, la fraction de faibles désorientations augmente jusqu'à l'obtention d'un plateau (**Figure 2.41**).



**Figure 2.41 : Evolution de la fraction de faibles désorientations (LAB) au cours de la déformation pour un mécanisme de recristallisation dynamique continue [GOU03]**

Dans notre étude, les essais de compression ont été réalisés jusqu'à des taux de déformation de 0,7. Les analyses EBSD effectuées sur ces échantillons (**Figure 2.34**) ont mis en évidence une augmentation de  $f_{LAB}$  jusqu'à une déformation de 0,2, suivie d'une diminution pour les déformations supérieures. Cette évolution est en accord avec un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue, puisque dans le cas de recristallisation dynamique continue,  $f_{LAB}$  ne fait qu'augmenter quasi-linéairement pour des déformations inférieures ou égales à 0,7 (voir courbe LAB de la **Figure 2.41**).

De plus, on note sur la **Figure 2.37**, que pour une déformation de 0,6,  $f_{LAB}$  est identique pour les prélèvements **C** et **P**. Ce résultat obtenu pour la vitesse de déformation de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  est valable pour les autres vitesses ( $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ ). Cette valeur unique de  $f_{LAB}$  quelle que soit

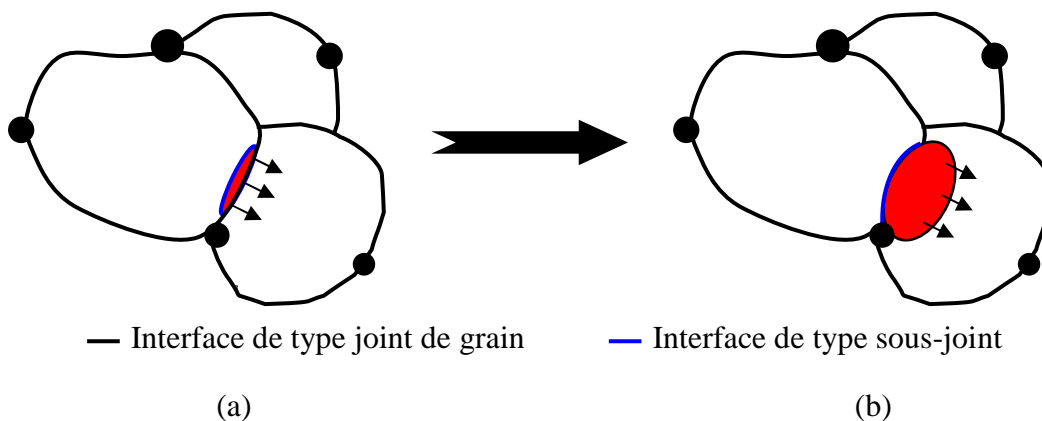
la nature du prélèvement, conjuguée au fait que les microstructures sont similaires, permet de conclure que le régime stationnaire est atteint dès une déformation de 0,6. Ceci confirme la nature discontinue de la recristallisation dynamique, puisque pour la recristallisation dynamique continue, il est nécessaire d'atteindre des déformations beaucoup plus élevées ( $\epsilon \approx 50$ ) pour être à l'état stationnaire.

En conclusion, le mécanisme de recristallisation dynamique de l'Udimet 720 serait de type discontinu, ce qui concorde avec la bibliographie [MON05\_II], [LIN00], [BRO00].

Toutefois, l'article de Lindsley *et al.* [LIN00] traite de l'influence d'une seconde phase sur le mécanisme de recristallisation. Les auteurs expliquent notamment que dans le cas de l'Udimet 720, les précipités  $\gamma'$  primaires peuvent se comporter comme une barrière au mouvement des joints de grains (ancrage de type Zener). L'espacement entre les précipités  $\gamma'$  primaires affecte alors la compétition entre les recristallisations dynamiques discontinue et continue. Lors du forgeage, la température étant supérieure à  $0,9 T_f$ , la restauration dynamique (voir la recristallisation dynamique continue) peut se produire rapidement si les joints de grains sont entièrement bloqués par les précipités  $\gamma'$  primaires.

## 2. Proposition du mécanisme de recristallisation dynamique discontinue pour l'Udimet 720

L'ensemble des analyses réalisées (EBSD, MET...) a permis de proposer un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue (**Figure 2.42 a**).



**Figure 2.42: Mécanisme de recristallisation dynamique discontinue classique : (a) création d'un germe et (b) croissance du germe via son interface mobile de forte désorientation.**

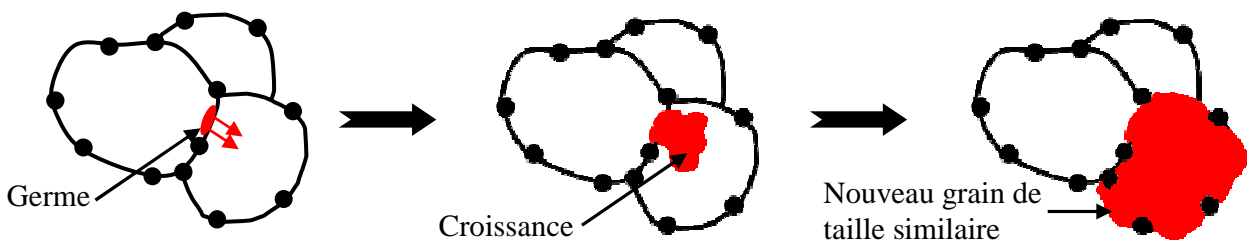
Nous n'avons jamais observé de germes caractéristiques de ce type de mécanisme et ainsi identifié le mécanisme de germination. Cela est probablement lié au fait que le refroidissement après forgeage est effectué lentement. Ce type de refroidissement a l'avantage de reproduire le procédé industriel et l'inconvénient de ne pas figer la microstructure rapidement après essai, ce qui rend difficile une étude sur les mécanismes de germination.

Notons qu'au laboratoire nous ne sommes pas équipés pour effectuer de manière reproductible un refroidissement rapide (trempe). Il est donc impossible de savoir comment la

microstructure a évolué lors du refroidissement. Cela est d'autant plus important que la microstructure des matériaux présentant un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue, peut continuer à évoluer lors du refroidissement, par l'intermédiaire d'un mécanisme de recristallisation métadynamique.

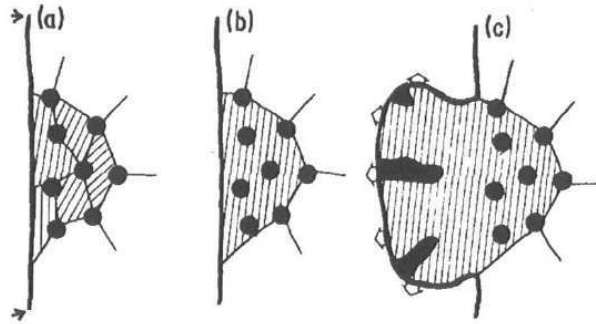
Malgré tout, nous proposons un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue, détaillant l'origine de la germination, tout en tenant compte de l'influence de la phase  $\gamma'$  primaire aux joints de grains. Tout d'abord, bien que ces précipités empêchent la croissance des grains, ils ne bloquent pas totalement le mouvement des joints de grains, sinon la déformation du matériau serait limitée, voir impossible.

Le fait que la taille de grains varie peu au cours du forgeage à 1100°C, peut s'expliquer du fait que le matériau possède une forte mobilité à courte distance (~ l'espace entre précipités aux joints de grains) et une faible mobilité à longue distance. Il est possible qu'un germe se forme à proximité d'un joint de grains exempt localement de précipités et croisse, jusqu'à être bloqué par les précipités rencontrés lors de la croissance (**Figure 2.43**). La fraction et la localisation de la phase  $\gamma'$  primaire n'évoluant pas lors du forgeage à 1100°C, la taille de ce nouveau grain est voisine des anciens grains. Ce schéma explique l'évolution microstructurale lors du forgeage, mais n'indique pas le processus de germination.



**Figure 2.43 : Schéma du développement de nouveaux grains par recristallisation dynamique discontinue, sans changement de taille de grains.**

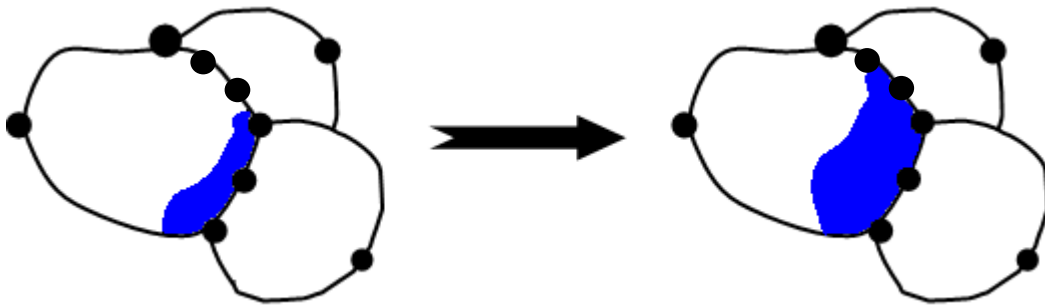
Les observations de sous-joints au MET, font penser que le processus de germination est de type coalescence et/ou croissance de sous-grains. Ce mécanisme de germination est classique et a largement été observé lors de la recristallisation primaire de nombreux matériaux. Dans le cas de l'Udimet 720, l'article de Porter *et al.* [POR81] a proposé pour la recristallisation statique, un mécanisme de germination par coalescence/croissance des sous-grains, suivi de la croissance du germe par SIBM (**Figure 2.44**).



**Figure 2.44 :** Schéma du mécanisme de germination pour la recristallisation statique de l'Udimet 720 [POR81]: (a) sous-grains de taille déterminée par les précipités  $\gamma'$  aux joints de grains, (b) coalescence des sous-grains et (c) croissance du germe de recristallisation via l'interface fortement désorientée par un mécanisme de type SIBM.

Les mécanismes de recristallisation statique et dynamique discontinue opérant tous deux par germination-croissance, il est donc envisageable que les mécanismes de germination soient identiques.

Cependant, certains sous-grains observés lors des analyses MET, sont de dimensions trop élevées pour correspondre à des germes, et possèdent une densité de dislocations non nulle. Le fait que ces sous-grains n'aient pas pu jouer le rôle de germe et croître vers le grain voisin, peut s'expliquer par la présence de précipités primaires aux joints de grains. Les précipités empêchent la mobilité du joint à forte désorientation et donc la croissance du germe (**Figure 2.45**). Le sous-grain va donc grossir au sein du grain parent.



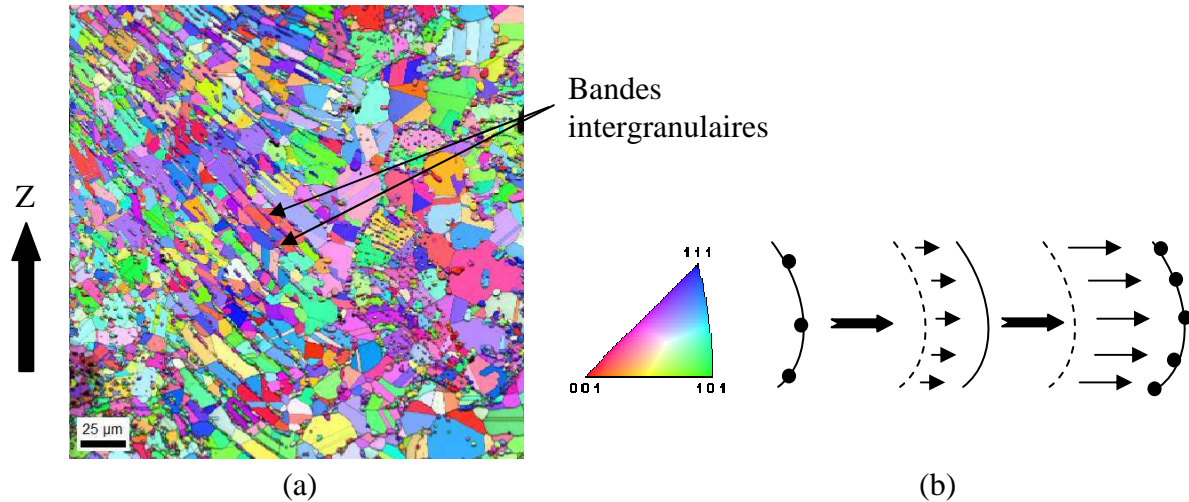
**Figure 2.45:** Précipités  $\gamma'$  primaires aux joints de grains, empêchant la croissance du germe vers le grain voisin

Pour conclure, afin de valider notre hypothèse sur le mécanisme de germination, de plus amples observations au MET sur des échantillons faiblement déformés puis trempés (pour figer la microstructure) seraient nécessaires.

### 3. Les mécanismes complémentaires

Dans le cadre de l'étude de l'évolution microstructurale lors du forgeage à 1100°C, deux particularités microstructurales ont attiré notre attention lors des mesures EBSD.

- La première visible sur la **Figure 2.46 a**, correspond à un alignement de précipités  $\gamma'$  intergranulaires, répété périodiquement entre les grains.

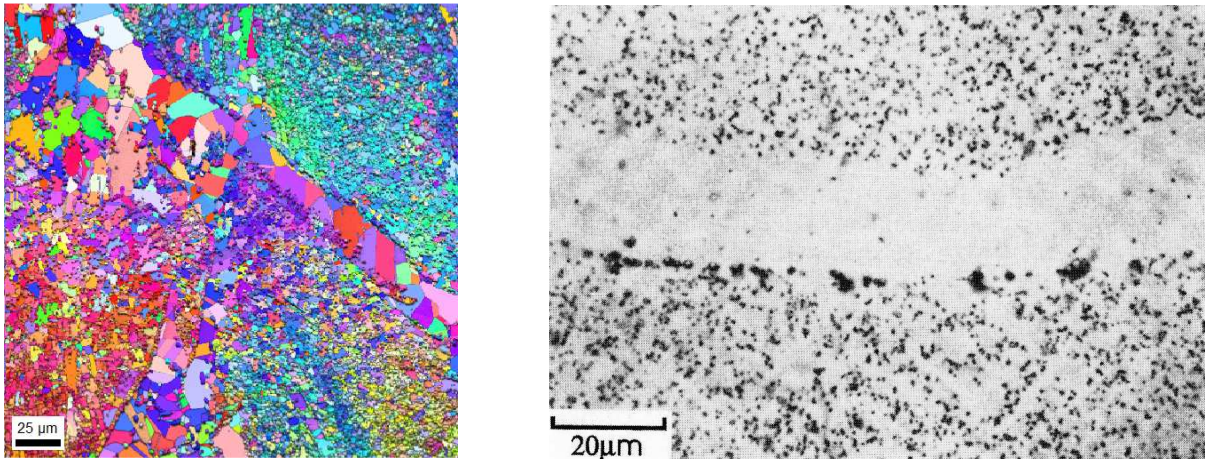


**Figure 2.46 : (a) Alignement de précipités  $\gamma'$  intergranulaires et (b) mécanisme de dissolution-précipitation**

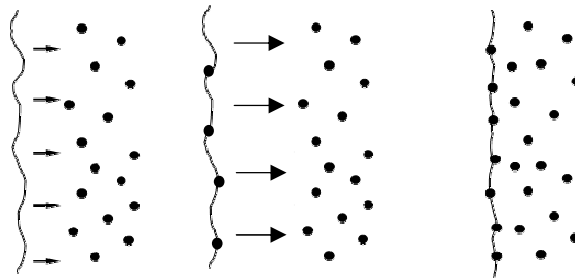
D'après les diverses discussions avec Aubert & Duval, ce phénomène serait lié à un manque de corroyage et correspondrait à des reliquats de ségrégation issus de l'élaboration. Cependant, malgré les nombreuses étapes d'étirage et de refoulement effectuées par Aubert & Duval et les forgeages effectués sur les pions dans l'étude, il est encore possible d'observer ce type de microstructure dans certaines régions. Ceci pourrait signifier que le manque de corroyage n'est pas la seule explication quant à l'origine de ces alignements de précipités.

Ce type de microstructure suggère un mécanisme de dissolution-précipitation. Pour une température proche du  $\gamma'$  solvus, les précipités  $\gamma'$  primaires repassent en solution, ce qui permet la migration du joint de grains. En se déplaçant, ce dernier s'enrichit localement en soluté et lorsqu'une concentration critique est atteinte, il y a précipitation (**Figure 2.46 b**).

- La seconde particularité visible sur la **Figure 2.47 a** met en évidence une zone à gros grains, vierge de précipités  $\gamma'$ , entourée de zones à petits grains possédant une forte densité de phase  $\gamma'$  primaire. Ce type de microstructure a déjà été observé dans de nombreux matériaux, tel que du cuivre contenant des particules de  $\text{SiO}_2$  [ASH67] (**Figure 2.47 b**). Le mécanisme évoqué pour expliquer cette particularité microstructurale est celui du drainage de particules. Lors de la migration d'un joint de grains, les précipités sont drainés par ce dernier, jusqu'à ce que le nombre de particules devienne trop important et que la force exercée par les précipités bloque le joint de grains (**Figure 2.48**). Le joint de grains est alors ancré.



**Figure 2.47 : microstructure présentant des zones de précipitation dense, séparée par une région à gros grains exempte de précipités  $\gamma'$  (b) illustration du drainage de particules d'après Ashby [ASH67]**



**Figure 2.48 : mécanisme de drainage de particules**

Etant donné la complexité de la microstructure de l'Udimet 720, combinée au nombre important de mécanismes intervenant lors du forgeage (recristallisation, dissolution-précipitation, diffusion...), il serait nécessaire de réaliser des analyses complémentaires pour conforter les hypothèses émises concernant les deux particularités microstructurales.

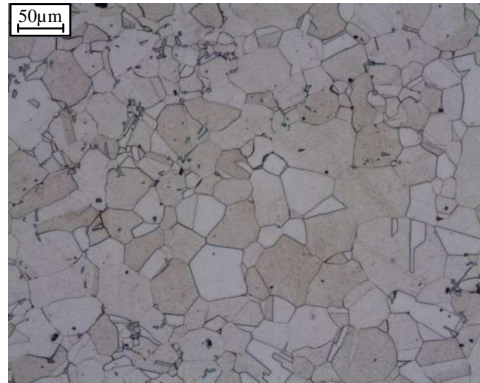
### ***E. Etude du comportement superplastique pour les faibles vitesses de déformation ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{s}^{-1}$ )***

L'analyse rhéologique des courbes de forgeage et l'étude métallographique, nous ont conduit à supposer l'existence d'un mécanisme de déformation superplastique pour les faibles vitesses de déformation.

Lors du calcul du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$ , les résultats ont montré qu'un comportement superplastique est envisageable pour des vitesses de déformation inférieures ou égales à  $10^{-3} \text{s}^{-1}$  (**Tableau 2.3**). Cependant, lors de l'étude concernant l'évolution de  $f_{LAB}$  au cours du forgeage, l'apparition de la superplasticité a uniquement été confortée pour la vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ . Les résultats obtenus pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{s}^{-1}$  sont très similaires, bien que cette dernière vitesse soit trop élevée pour avoir de la superplasticité.

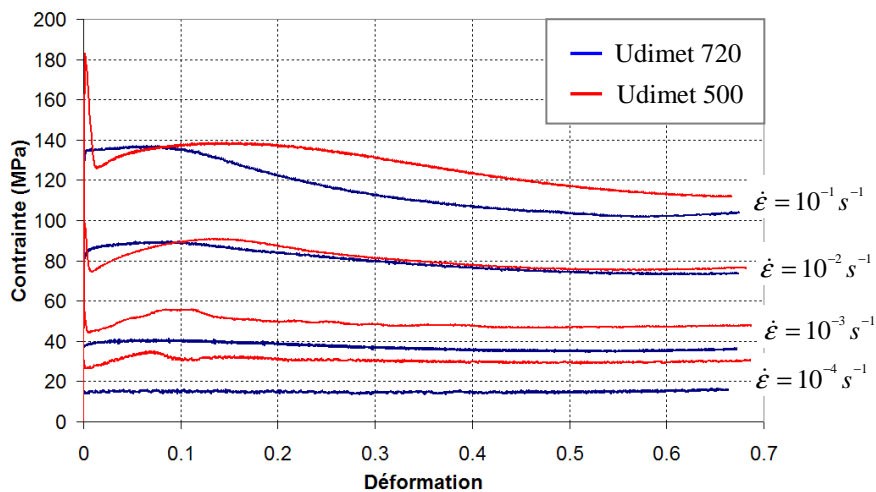
Afin d'étayer notre hypothèse sur l'apparition de la superplasticité aux faibles vitesses de déformation, deux études ont été réalisées :

- **La première étude** a consisté à forger de l'Udimet 500, dans des conditions identiques à celles de l'Udimet 720. L'Udimet 500 a l'avantage d'être monophasé lors du forgeage, avec une composition chimique très proche de celle de la matrice  $\gamma$  de l'Udimet 720 et de posséder une microstructure à gros grains (**Figure 2.49**).



**Figure 2.49 : Exemple de microstructure de l'Udimet 500 à l'état brut.**

Une microstructure à gros grains empêche en théorie l'apparition d'un mécanisme de déformation superplastique, même pour de faibles vitesses de déformation. Les courbes contrainte-déformation obtenues pour l'Udimet 500 sont présentées sur la **Figure 2.50** où les courbes de l'Udimet 720 ont également été reportées.



**Figure 2.50 : Courbes de compression de l'Udimet 720 et de l'Udimet 500 à 1100°C pour des vitesses de déformation de  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $10^{-4} s^{-1}$**

En comparant les courbes de l'Udimet 720 et de l'Udimet 500 pour les vitesses de déformation de  $10^{-1} s^{-1}$  et  $10^{-2} s^{-1}$ , on remarque que le plateau visible en début d'essai apparaît pour des valeurs de contraintes très proches. De plus les courbes présentent une allure globalement similaire, mais où l'adoucissement est retardé pour l'Udimet 500.

Pour les vitesses de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$  et de  $10^{-4} s^{-1}$ , les courbes de l'Udimet 500 présentent une contrainte d'écoulement supérieure à celle de l'Udimet 720 et cela tout au long de

l'essai. Pour l'Udimet 500, l'allure des courbes à ces vitesses est analogue à celle pour les vitesses de déformation plus élevées, tandis que pour l'Udimet 720 elle diffère, ne présentant qu'un adoucissement très faible, voir nul à  $10^{-4}s^{-1}$ .

Le fait que la contrainte d'écoulement des deux matériaux soit identique à  $10^{-1}s^{-1}$  et  $10^{-2}s^{-1}$ , puis nettement inférieure pour l'Udimet 720 aux vitesses de  $10^{-3}s^{-1}$  et  $10^{-4}s^{-1}$ , peut être significatif de superplasticité. En effet, une contrainte d'écoulement faible est une des caractéristiques de la superplasticité. Pour conforter le changement de mécanisme de déformation de l'Udimet 720 à partir de  $10^{-3}s^{-1}$ , le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  a été estimé à partir des courbes monotones. Ce calcul a été réalisé pour des déformations de 0,1 et 0,6. (**Tableau 2.9**)

**Tableau 2.9 : Comparaison du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation à 1100°C pour l'Udimet720 et l'Udimet 500**

	VITESSE DE DEFORMATION	COEFFICIENT DE SENSIBILITE A LA VITESSE DE DEFORMATION M	
		Déformation de 0,1	Déformation de 0,6
<b>Udimet 720</b>	$10^{-1}s^{-1} - 10^{-2}s^{-1}$	0,18	0,14
	$10^{-2}s^{-1} - 10^{-3}s^{-1}$	<b>0,31</b>	<b>0,34</b>
	$10^{-3}s^{-1} - 10^{-4}s^{-1}$	<b>0,46</b>	<b>0,33</b>
<b>Udimet 500</b>	$10^{-1}s^{-1} - 10^{-2}s^{-1}$	0,19	0,18
	$10^{-2}s^{-1} - 10^{-3}s^{-1}$	0,21	0,21
	$10^{-3}s^{-1} - 10^{-4}s^{-1}$	0,25	0,20

Les résultats présentés dans le **Tableau 2.9** montrent que pour l'Udimet 500, le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation est inférieur à 0,3 (valeur théorique minimale pour l'apparition de superplasticité). Ceci confirme l'absence d'un mécanisme de déformation superplastique, justifié par une taille de grains trop importante.

Concernant l'Udimet 720, dans l'intervalle  $10^{-1}s^{-1} - 10^{-2}s^{-1}$ , la valeur du coefficient  $m$  est similaire à celle de l'Udimet 500, tandis que pour les deux autres intervalles, la valeur de  $m$  est nettement plus élevée, devenant supérieure à 0,3. Cela conforte le fait qu'un mécanisme de déformation superplastique peut apparaître dès  $10^{-3}s^{-1}$ .

Néanmoins les valeurs de  $m$  dans l'intervalle  $10^{-2}s^{-1} - 10^{-3}s^{-1}$  sont très proches de la valeur minimale pour la superplasticité. De ce fait, seule la vitesse de  $10^{-4}s^{-1}$  peut être considérée comme présentant de la superplasticité et la vitesse de  $10^{-3}s^{-1}$  comme une transition (ou coexistence) des deux mécanismes.

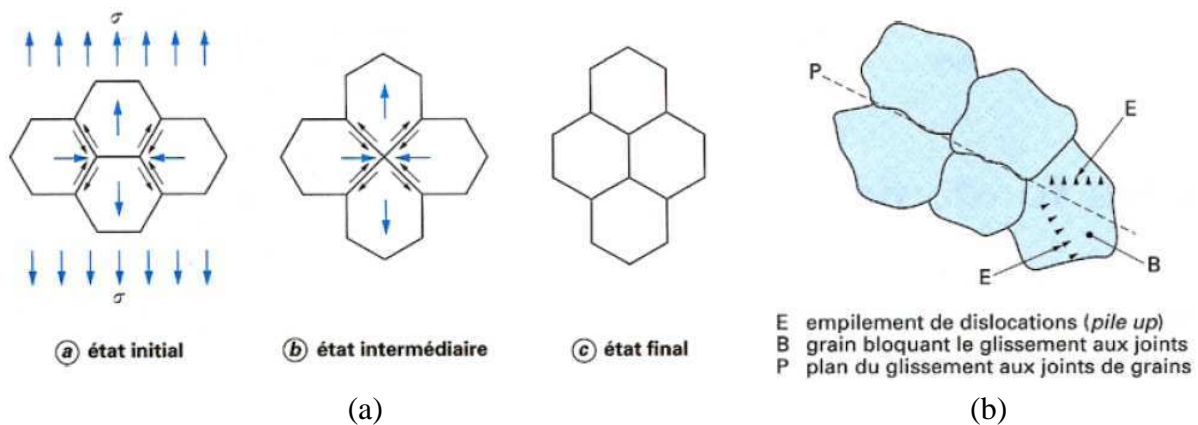
- **La seconde étude** a consisté en une analyse approfondie de la microstructure après forgeage à 1100°C et  $10^{-4}s^{-1}$ . Pour cela, les résultats EBSD présentés sur la **Figure 2.37** sont discutés plus en détail et complétés par des observations MET réalisées pour des taux de déformation de 0,1 et de 0,6.



Lors des mesures EBSD, la mise en évidence d'une faible évolution de  $f_{LAB}$  au cours de la déformation a permis d'émettre l'hypothèse d'un mécanisme de déformation superplastique.

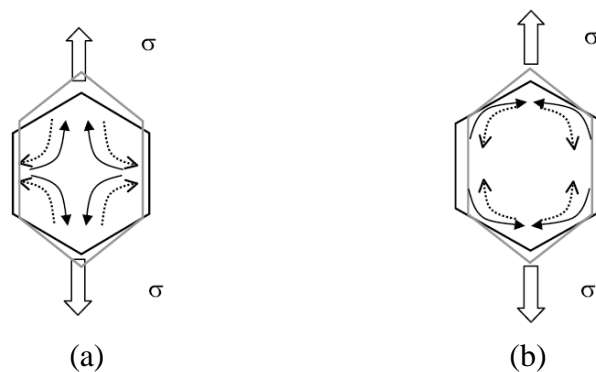
Dans le cas général, la déformation d'un matériau s'effectue par glissement intragranulaire suivant les plans de glissement, dépendant de la structure cristallographique (CFC, CC...). Lors de la déformation, la densité de dislocations augmente et l'orientation cristallographique des grains évolue. Cela conduit à la rotation globale des grains, ou à la création de gradients d'orientations cristallographiques au sein des grains, engendrant la formation de sous-joints. De ce fait la fraction de faibles désorientations augmente au cours de la déformation.

Dans le cas de la déformation superplastique, le glissement est intergranulaire. Le glissement aux joints de grains s'accompagne alors de mécanismes d'accommodation, mettant en œuvre des processus de diffusion (**Figure 2.51 a**) et/ou de mouvements des dislocations (**Figure 2.51 b**).



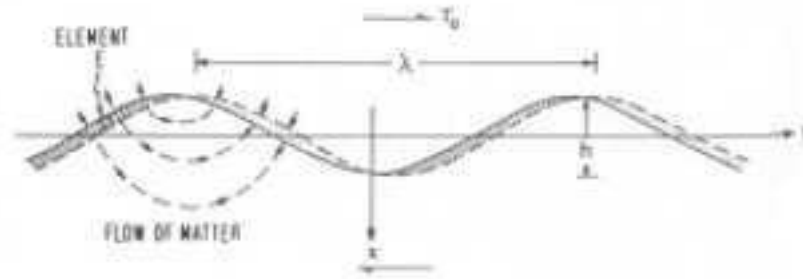
**Figure 2.51 : Déformation superplastique accommodée (a) par diffusion et (b) par mouvement de dislocations.**

La littérature fait état de deux principaux mécanismes de diffusion : le modèle de Coble où la diffusion s'effectue aux joints de grains (diffusion intergranulaire) et le modèle de Herring-Nabarro où la diffusion de matière s'effectue en volume (diffusion transgranulaire) (**Figure 2.52**).



**Figure 2.52 : (a) diffusion transgranulaire et (b) diffusion intergranulaire. Les flèches en pointillés correspondent aux flux de lacunes et les flèches pleines aux flux d'atomes**

Ces modèles de diffusion ne tiennent pas compte du fait que, lors de la déformation, les grains doivent rester en contact en l'absence d'endommagement. En 1971, Raj et Ashby mettent au point un modèle dans lequel le glissement des grains s'effectue conjointement en volume et dans les joints de grains. La **Figure 2.53** présente schématiquement les mécanismes d'accommodation aux joints de grains.



**Figure 2.53 : joint glissant accommodé par diffusion [POI76]**

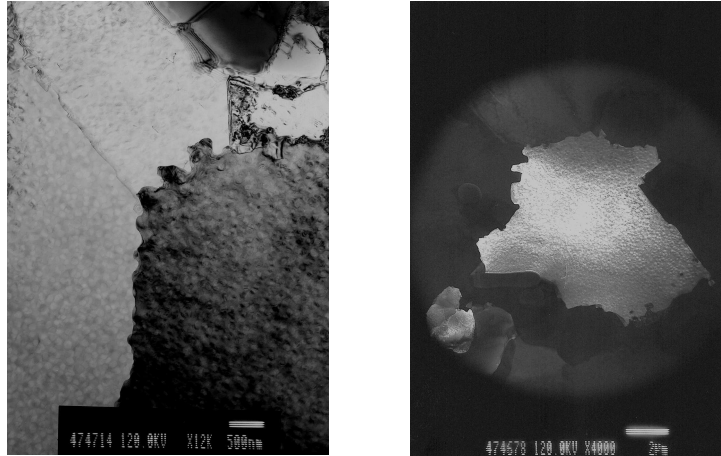
Concernant l'accommodation du glissement par mouvement de dislocations, le modèle développé à l'origine par Gifkins [GIF76], permet de considérer un grain déformé de manière superplastique comme composé d'un cœur central et d'un manteau périphérique. Dans ce cas, l'essentiel de l'accommodation s'effectue au sein du manteau, alors que le cœur demeure peu affecté par la déformation.

Enfin, dans la littérature [BLA96], des études réalisées en microscopie électronique à transmission, ont montré que la déformation superplastique de microstructures fines, s'effectue sans formations de sous-grains.

Cette caractéristique justifie l'hypothèse de superplasticité pour le forgeage à 1100°C et  $10^{-4} s^{-1}$ , émise à partir de la faible évolution de la fraction de faibles désorientations, obtenue lors des mesures EBSD. Pour tenter d'identifier le processus d'accommodation lors du forgeage, des observations MET ont été réalisées pour des déformations de 0,1 et 0,6 à partir des prélèvements du centre.

Les résultats ont mis en évidence qu'il n'y a pas d'évolution de la densité de dislocations au cours de la déformation, ce qui concorde avec les valeurs similaires de  $f_{LAB}$  obtenues par EBSD. De plus, contrairement aux observations MET réalisées sur les pions forgés à  $10^{-1} s^{-1}$ , il n'a pas été observé de sous-grains. Cela renforce l'idée d'un changement de mécanisme de déformation en fonction de la vitesse, avec un comportement superplastique du matériau pour  $10^{-4} s^{-1}$ .

Concernant le processus d'accommodation de la déformation, il n'a pas été observé de « manteau de dislocations » à proximité des joints de grains, synonyme d'une accommodation par mouvement de dislocations. De plus, la faible densité de dislocations combinée à la présence de joints de grains sinuosi-fonnés (visible uniquement à  $10^{-4} s^{-1}$ ) tend à conclure que le glissement est accommodé par diffusion (**Figure 2.54**).



**Figure 2.54 : Joints de grains sinueux caractérisant l'accommodation du glissement intergranulaire par diffusion, lors du forgeage à 1100°C et  $10^{-4} s^{-1}$**

Au final, l'ensemble des résultats montre que la présence de superplasticité lors du forgeage à 1100°C et  $10^{-4} s^{-1}$  est une hypothèse fortement probable. De manière à valider la superplasticité à  $10^{-4} s^{-1}$ , des essais de traction sous vide étaient prévus. Pour cela, des mini-éprouvettes de traction plates ont été usinées (longueur totale d'environ 32 mm). Des microgrilles de platine d'un pas de 2,5  $\mu m$  ont été déposées au laboratoire IMPPETUS de Sheffield. Le but de ces essais était triple :

- Analyser les déformations des microgrilles pour déterminer la présence de cisaillement caractérisant la superplasticité.
- Etudier la rotation cristallographique des grains, en comparant des mesures EBSD réalisées avant et après essai pour une même zone. Le fait de réaliser l'essai sous vide présente l'avantage de ne pas oxyder l'éprouvette et donc de ne pas avoir à la repolir pour pouvoir analyser les mêmes grains.
- Obtenir l'allongement à rupture, qui doit être beaucoup plus important qu'avec un mécanisme de déformation classique.

Ces essais devaient être réalisés au laboratoire SIMAP de Grenoble, mais pour des raisons techniques, ils n'ont pas pu l'être à temps. Une des perspectives les plus intéressantes concernant la partie expérimentale de la thèse, serait la réalisation et l'analyse de ces essais.

Conclusion partielle

*Les analyses effectuées ont permis de mieux comprendre l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 lors du forgeage à 1100°C.*

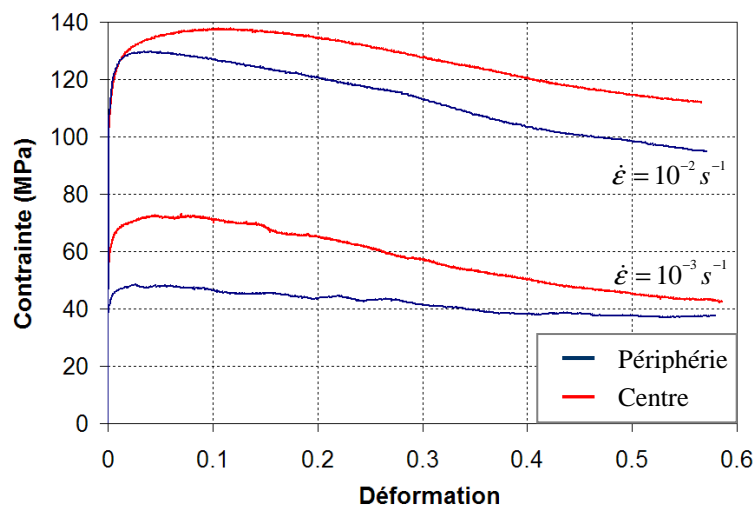
- *Des essais de compression ont mis en évidence le caractère fortement visqueux du matériau, ainsi que l'apparition d'un plateau de contrainte suivi d'un adoucissement, typique d'une restauration et/ou d'une recristallisation. Les essais mécaniques ont été réalisés sur deux types de prélèvements possédant une microstructure distincte (centre et périphérie de la barre de demi-produit) et la comparaison des résultats révèle peu de différence pour des conditions thermomécaniques identiques.*
- *Pour les prélèvements de la périphérie, les courbes correspondant aux vitesses de déformation les plus élevées ( $\dot{\epsilon} > 10^{-3} s^{-1}$ ) montrent la présence d'un pic de contrainte en début d'essai. Plusieurs hypothèses existent dans la littérature pour expliquer l'apparition de ce dernier, mais celle d'un effet de soluté apparaît la plus pertinente.*
- *Concernant l'évolution microstructurale, il apparaît qu'à l'issue du forgeage la microstructure est similaire pour les deux prélèvements. Elle présente deux types de régions, une première à grains fins possédant une fraction locale de précipités  $\gamma'$  importante et une seconde à plus gros grains, avec une proportion plus faible de phase  $\gamma'$ . Lors du forgeage, il n'y a pas ou peu d'évolution microstructurale pour les prélèvements du centre, tandis que pour la périphérie, on observe une croissance de grains, la microstructure initiale en périphérie possédant une taille de grains nettement inférieure.*
- *Les mesures EBSD, effectuées pour l'ensemble des échantillons, ont confirmé l'augmentation de la taille de grains lors du forgeage de pions prélevés en périphérie. De plus, l'évolution de la fraction de faibles désorientations est différente pour les deux types de prélèvements et pour une même vitesse de déformation. Cela est dû à une taille de grains plus faible en périphérie, impliquant une fraction plus importante de joints de grains (interfaces mobiles), ce qui favorise l'annihilation des sous-joints par migration des joints de grains.*
- *Pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$ , l'hypothèse d'un mécanisme de déformation superplastique est pressenti. L'allure particulière de la courbe d'essai mécanique, la faible évolution de la fraction de faibles désorientations au cours de la déformation et la faible densité de dislocations lors des observations MET renforcent cette hypothèse. L'accommodation de la déformation par diffusion a même été avancée à partir des observations MET.*
- *Enfin, à partir de nombreux recoupements entre nos analyses (MET, texture, évolution de  $f_{LAB}$ , régime stationnaire atteint rapidement) le mécanisme d'évolution microstructurale serait la recristallisation dynamique discontinue avec une germination par coalescence/croissance.*

## IV ) Etude pour une température de forgeage de 1050°C

Lors des étapes d'étirage ou de forgeage de produits en Udimet 720, les tas de compression sont chauffés, mais à une température nettement inférieure à celle du produit (~700°C). Les zones en contact avec les outils refroidissent donc plus rapidement que le reste du produit. De plus, la mise en forme est réalisée à l'air libre, ce qui a pour conséquence le refroidissement des zones périphériques des pièces. Ces régions faisant partie intégrante des produits finis, il est primordial de connaître l'évolution microstructurale du matériau pour une température moindre. Pour cela, des essais de forgeage à 1050 °C, température pour laquelle le matériau est à la limite basse de forgeabilité, ont été réalisées. Les vitesses de déformation utilisées sont respectivement de  $10^{-2} s^{-1}$  et  $10^{-3} s^{-1}$ , une vitesse de  $10^{-1} s^{-1}$  impliquant des efforts trop importants pour la mise en forme dans un contexte industriel. Enfin, comme pour l'étude à 1100°C, les deux types de prélèvements **C** et **P** ont été forgés.

### A. Essais mécaniques

Les courbes obtenues lors des essais de forgeage des prélèvements centre et périphérie à différentes vitesses de déformation sont présentées sur la **Figure 2.55**.

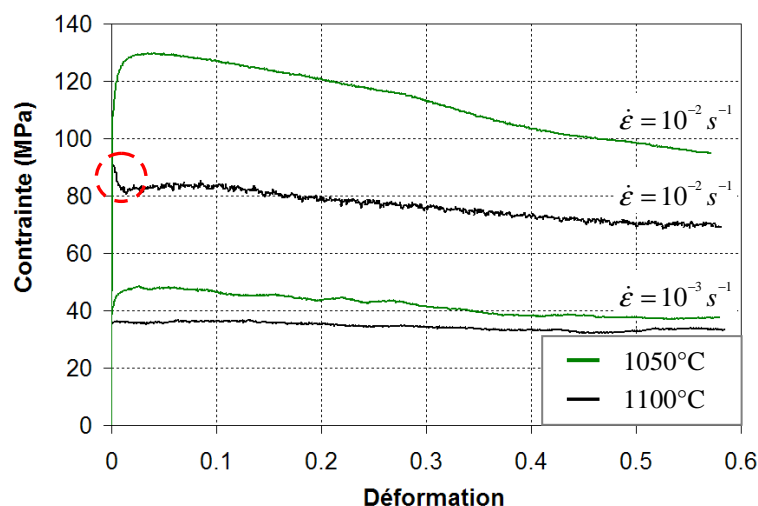


**Figure 2.55 : Comparaison des courbes de compression du centre et de la périphérie à 1050°C pour des vitesses de déformation de  $10^{-2}$  et  $10^{-3} s^{-1}$**

On remarque sur cette figure, que pour les deux types de prélèvements, l'allure des courbes est identique pour une vitesse de déformation de  $10^{-2} s^{-1}$ , avec l'obtention d'un maximum unique suivi d'un adoucissement marqué. Concernant la vitesse de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$ , les courbes présentent une allure ainsi qu'une limite d'élasticité différentes. Pour la courbe correspondant au prélèvement du centre, on retrouve un allure similaire à celle obtenue à  $10^{-2} s^{-1}$ , tandis que pour la périphérie la courbe possède un adoucissement moins marqué. Une analyse plus fine des courbes à  $10^{-3} s^{-1}$ , révèle que la contrainte en fin d'essai est très voisine pour les deux prélèvements et que la différence concerne le début de l'essai (limite d'élasticité).

Ce comportement singulier pour le prélèvement de la périphérie à  $10^{-3} s^{-1}$ , peut être lié à une déformation (ou à une contribution) superplastique. Il a été évoqué lors de l'étude à 1100 °C, que la vitesse de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$  est la charnière entre un mécanisme de déformation classique et superplastique. Même si les mesures EBSD n'ont pas révélé le caractère superplastique du matériau pour cette vitesse de déformation à 1100°C, il n'est pas impossible que certaines zones à petits grains présentent ce mécanisme de déformation. De ce fait, à 1050°C, la taille de grains initiale, nettement plus faible en périphérie qu'au centre, peut expliquer qu'un comportement (ou une contribution) superplastique ne soit possible que pour ce type de prélèvement. L'allure quasi-identique des courbes du centre à  $10^{-2} s^{-1}$  et  $10^{-3} s^{-1}$  et de celle de la périphérie à  $10^{-2} s^{-1}$  confirme un mécanisme de déformation classique.

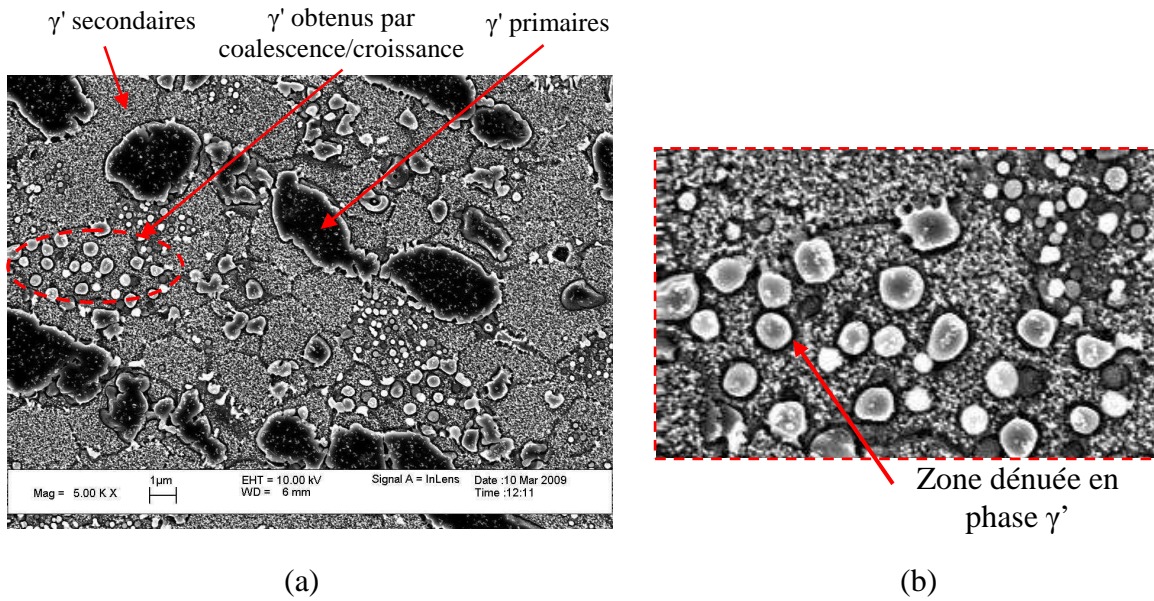
Une autre caractéristique importante des prélèvements **P** forgés à 1050 °C, est la disparition du pic de contrainte en début d'essai, observé à 1100°C pour les vitesses de déformation supérieures à  $10^{-3} s^{-1}$  (**Figure 2.56**).



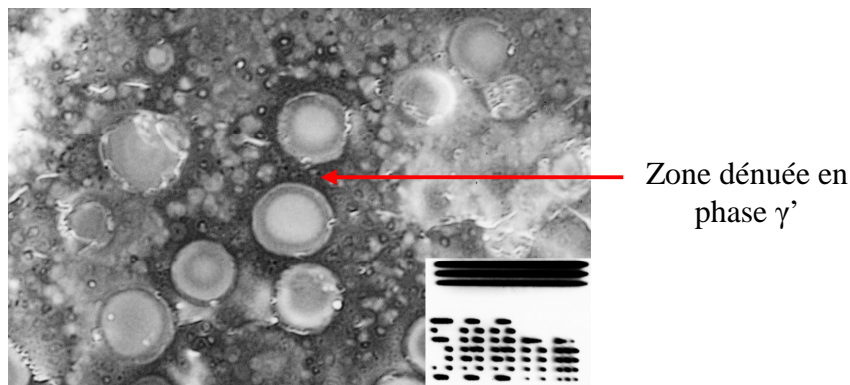
**Figure 2.56** : Comparaison des courbes de compression de la périphérie à 1050° C et à 1100°C pour des vitesses de déformations de  $10^{-2}$  et  $10^{-3} s^{-1}$

Dans la **partie III.A.2**, il a été mentionné que la présence d'un pic de contrainte en début d'essai a été observée pour de nombreux superalliages base nickel. Cependant le mécanisme à l'origine de ce phénomène n'a pu être identifié avec certitude, mais un effet de soluté est souvent pressenti.

Si pour l'Udimet 720, il est admis dans la littérature qu'à 1100°C, les précipités  $\gamma'$  intragranulaires (secondaires et tertiaires) sont dissous, la question se pose pour une température de 1050°C. Lors de l'analyse des échantillons forgés à 1050°C, un polissage électrolytique avec une solution à base d'acide sulfurique (voir composition et conditions de polissage en **Annexe B**), a révélé la présence de précipités  $\gamma'$  intragranulaires dont la taille est nettement supérieure à ce qui est classiquement observé (cercle rouge **Figure 2.57 a**). On note autour de ces derniers, une fine zone dénuée en phase  $\gamma'$ , ce qui est le signe que ces « gros » précipités intragranulaires ont été obtenus par coalescence-croissance (**Figure 2.57 b**). Des observations MET ont conforté la présence de ces zones exemptes en phase  $\gamma'$  (**Figure 2.58**).



**Figure 2.57 : Micrographies MEB : (a) présence de précipités  $\gamma'$  intragranulaires obtenue par coalescence/croissance et (b) zone dénuée en phase  $\gamma'$**



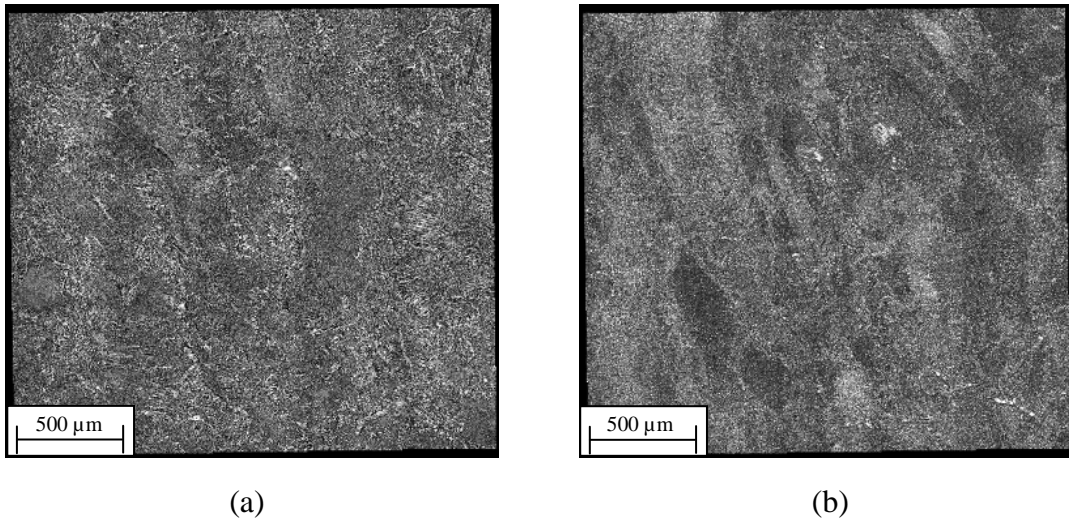
**Figure 2.58 : Micrographie MET illustrant les zones dénuées en phase  $\gamma'$**

La présence de ces précipités obtenus par coalescence-croissance implique que pour une température de 1050°C, les précipités intragranulaires ne sont pas dissous. De ce fait, il n'y a pas d'effet de soluté, ce qui peut justifier l'absence du pic de contrainte en début d'essai.

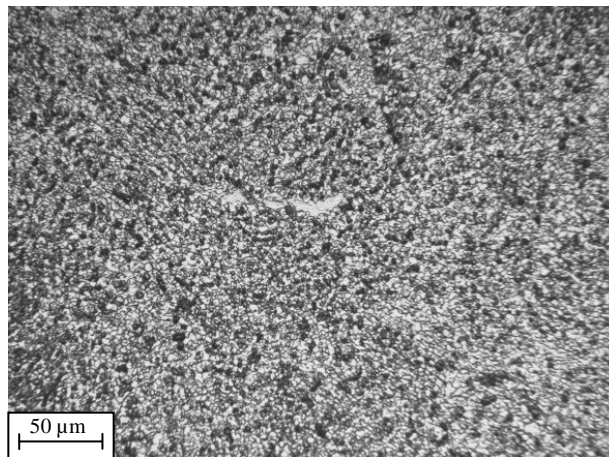
## ***B. Analyse microstructurale et comparaison centre-périphérie***

### ***1. Microscopie optique***

Les analyses en microscopie optique réalisées à l'issue du forgeage à 1050°C, ont montré une évolution microstructurale significative. On note tout d'abord que pour un forgeage à  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$  et  $\epsilon = 0,6$ , la microstructure à cœur des échantillons est homogène. Les microstructures finales pour les prélèvements **C** et **P** sont similaires (**Figure 2.59**), alors que les microstructures initiales sont différentes. Sur la **Figure 2.60**, on remarque que la taille des grains  $\gamma$  ( $\sim 3-4\mu m$ ) est voisine de celle des précipités  $\gamma'$  intergranulaires.



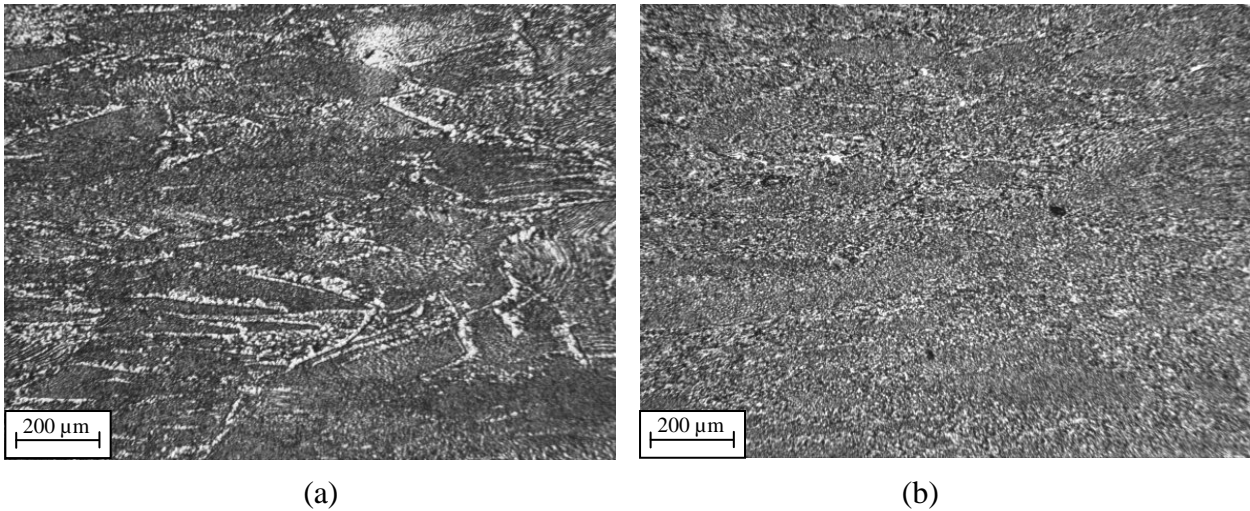
**Figure 2.59 :** *Microstructure homogène après forgeage à 1050 °C,  $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} s^{-1}$  et  $\varepsilon = 0,6$  : (a) centre et (b) périphérie*



**Figure 2.60 :** *Faible taille de grains de la phase  $\gamma$  après forgeage à 1050 °C,  $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} s^{-1}$  et  $\varepsilon = 0,6$*

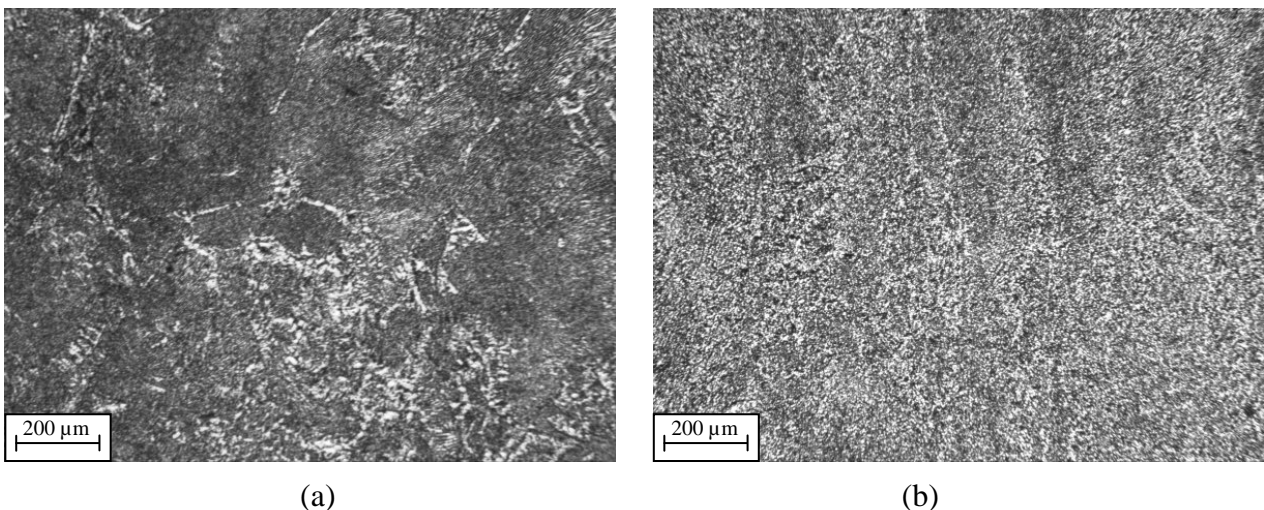
Les examens des échantillons intermédiaires, correspondant à  $\varepsilon = 0,2$  et  $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} s^{-1}$ , ont révélé des microstructures distinctes suivant le type de prélèvement. On note pour les pions **C**, la coexistence de zones à petits grains et de zones à gros grains résultant de la microstructure initiale. Ces régions apparaissent respectivement en foncé et en clair sur la **Figure 2.61 a**. Pour la périphérie, la microstructure est déjà quasi-homogène et semblable à celle obtenue pour un taux de déformation de 0,6 (**Figure 2.61 b**). Cela s'explique par le fait que la microstructure initiale est proche de celle après forgeage.





**Figure 2.61 : Microstructure après forgeage à 1050°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$  et  $\epsilon = 0,2$  : (a) microstructure hétérogène pour le centre et (b) microstructure homogène pour la périphérie**

Il a également été mis en évidence que la vitesse de déformation influe sur l'évolution microstructurale, lors du forgeage à 1050°C. Pour  $\epsilon = 0,2$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ , le cœur des échantillons présente une alternance de zones à petits grains et à gros grains. Les zones à petits grains suivent le fibrage initial dû aux étapes d'étirage du demi-produit, ce qui n'est pas le cas à  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$ . Il existe peu de différence entre les prélèvements **C** et **P** pour  $\epsilon = 0,2$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ . En revanche, pour  $\epsilon = 0,6$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ , les variations microstructurales après forgeage sont marquées. L'échantillon **C** présente quelques domaines à gros grains au sein d'une microstructure fine, tandis que le pion **P** présente une microstructure homogène à petits grains, proche de celle obtenue à  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$  (**Figure 2.62**).



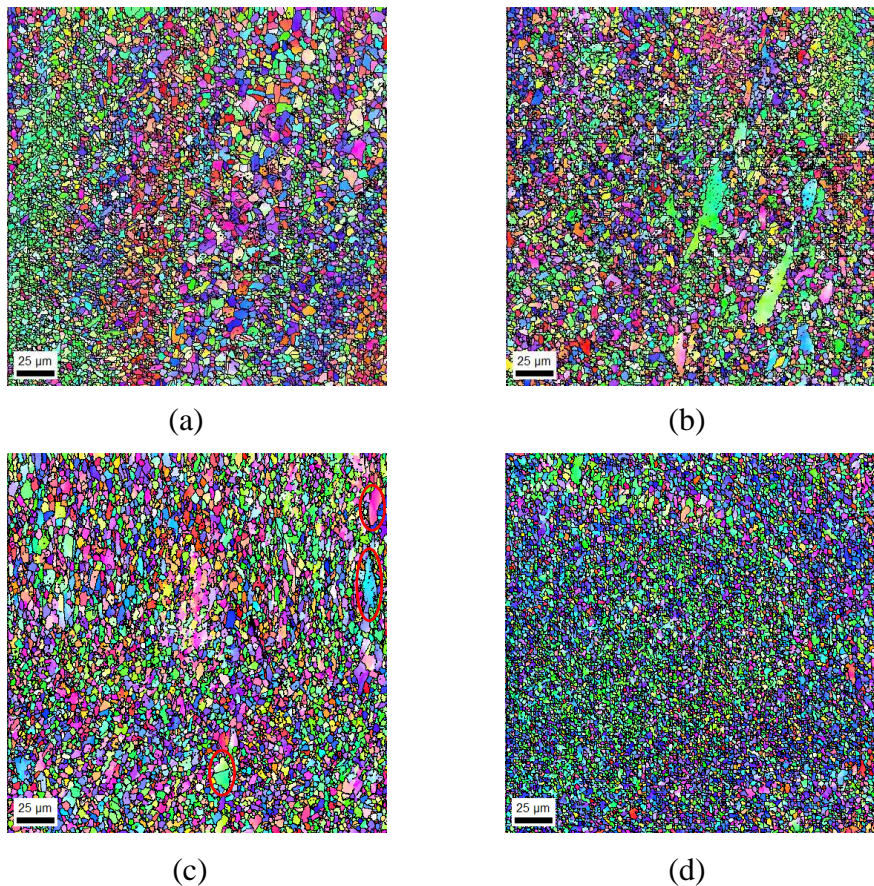
**Figure 2.62 : Microstructure après forgeage à 1050°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$  et  $\epsilon = 0,6$  : (a) Reliquants de zones à gros grains pour le centre et (b) microstructure homogène à petits grains pour la périphérie**

## 2. EBSD

En vue de mieux caractériser la microstructure des échantillons forgés à 1050°C, des mesures EBSD ont été réalisées. Pour cela, ces dernières ont été effectuées au centre des galets forgés, avec des conditions identiques à celle utilisées à 1100 °C (zone de 250 x 250  $\mu\text{m}^2$  et pas d'exploration de 0,3  $\mu\text{m}$ ).

Les analyses EBSD ont confirmé les particularités microstructurales observées précédemment en microscopie optique, à savoir :

- La coexistence de zones de petits grains et de gros grains pour une déformation intermédiaire de  $\varepsilon = 0,2$  (**Figure 2.63 a**), sauf pour la périphérie, où la microstructure est majoritairement homogène à petits grains (quelques gros grains restants) pour une vitesse de  $10^{-2} \text{s}^{-1}$  (**Figure 2.63 b**).
- L'obtention d'une microstructure fine et homogène pour une déformation de 0,6 (**Figure 2.63 d**), mais avec la présence de quelques gros grains résiduels (cercles rouges) pour le centre à une vitesse de  $10^{-3} \text{s}^{-1}$  (**Figure 2.63 c**).



**Figure 2.63 : Cartographies d'orientations des échantillons forgés à 1050 °C : (a)  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$  et  $\varepsilon = 0,2$  périphérie, (b)  $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$  et  $\varepsilon = 0,2$  périphérie, (c)  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$  et  $\varepsilon = 0,6$  centre et (d)  $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$  et  $\varepsilon = 0,6$  centre**

Pour quantifier la diminution de la taille de grains lors du forgeage à 1050°C, la taille moyenne de grains a été calculée pour l'ensemble des échantillons, via le logiciel OIM. Comme il a été explicité dans la **partie III.C.1**, toute cristallite désorientée de plus de 2° par rapport à ses voisins, est comptabilisée dans la taille moyenne de grains. Cela permet de comparer quantitativement l'ensemble des mesures effectuées et d'éviter toute erreur liée à des amas de sous-grains considérés comme des gros grains par le logiciel. A titre indicatif, la taille moyenne de grains calculée en utilisant une tolérance de 15° est présentée dans l'**Annexe D**.

Les résultats présentés dans le **Tableau 2.10** ont été obtenus pour la microstructure dans sa globalité (grains plus précipités). Les grains et les précipités  $\gamma'$  primaires (intergranulaires) ayant des dimensions similaires, il a été impossible de réaliser une partition manuelle pour chaque phase, comme cela a été fait pour l'étude à 1100°C.

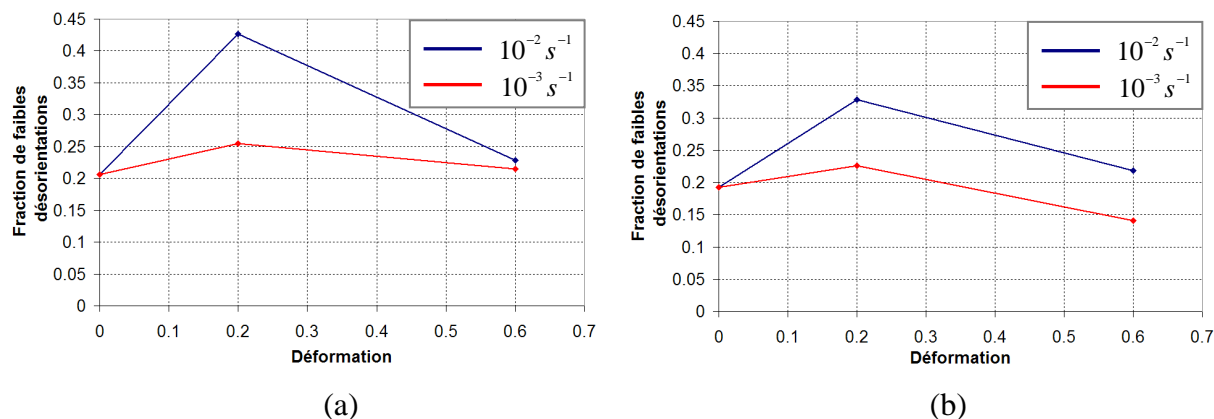
**Tableau 2.10 : Comparaison de la taille moyenne de grains du centre et de la périphérie après forgeage à 1050°C – Microstructure globale (grains plus précipités)**

Microstructure globale (1050°C)					
	Etat brut	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	
		$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$
<b>Centre</b>	7,0	4,4	3,9	3,8	2,4
<b>Périphérie</b>	3,8	3,6	3,5	3,5	2,2

Les résultats montrent que lors du forgeage à 1050°C, la taille moyenne de grains a nettement diminué. Elle est même inférieure à la taille moyenne de grains initiale des prélèvements de la périphérie. De plus, on note que pour les mêmes conditions thermomécaniques, la taille de grains est voisine pour les deux types de prélèvements. Cette remarque, combinée aux observations de la microstructure (microscopie optique et EBSD), permet d'avancer l'hypothèse que pour une déformation suffisamment importante (dès  $\varepsilon = 0,6$ ), on tend vers une microstructure identique. Ce qui signifierait que l'état stationnaire est atteint.

Le fait de forger le matériau à une température plus basse, peut être néfaste pour la recristallisation. En effet, une microstructure mal recristallisée, donc présentant un état globalement « déformé », possède généralement une fraction de faibles désorientations non négligeable. Ces dernières sont néfastes pour la perméabilité aux ultrasons et l'évolution de  $f_{LAB}$  a donc été estimée pour l'ensemble des échantillons forgés à 1050°C.

La **Figure 2.64** présente l'évolution de la fraction de faibles désorientations en fonction du taux de déformation pour les différentes conditions de forgeage.



**Figure 2.64 : Evolution de la fraction de faibles désorientations, en fonction du taux de déformation lors du forgeage à 1050 °C avec différentes vitesses de déformation – (a) centre et (b) périphérie**

Ces graphiques montrent que pour des conditions thermomécaniques identiques, l'évolution de  $f_{LAB}$  est similaire pour les deux types de prélèvements. Celle-ci augmente pour une déformation de 0,2 puis diminue pour une déformation de 0,6. Ce type de progression a déjà été observé pour les forgeages à 1100°C des échantillons du centre (**Figure 2.34**).

On note également dans les deux cas, que plus la vitesse de déformation est élevée et plus la variation de  $f_{LAB}$  au cours de la déformation est importante. Cette fluctuation concerne essentiellement la fraction de faibles désorientations pour une déformation de 0,2, puisque pour une déformation de 0,6, la fraction est voisine de celle obtenue sur l'état initial.

Pour une déformation de 0,6, une analyse fine de  $f_{LAB}$  révèle que les valeurs sont similaires pour les deux types de prélèvements, quelle que soit la vitesse de déformation (**Tableau 2.11**). Il existe toutefois une faible différence pour l'échantillon de la périphérie forgé à  $10^{-3} s^{-1}$ , qui peut être attribuée à un manque de représentativité lié à la méthode EBSD. Les mesures étant effectuées sur des zones de dimensions restreintes ( $250 \times 250 \mu m^2$ ) deux mesures réalisées pour un même échantillon, peuvent engendrer des résultats légèrement différents.

**Tableau 2.11 : Fraction de faibles désorientations des échantillons centre et périphérie pour une déformation de 0,6**

	Déformation de 0,6	
	$\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$
<b>Centre</b>	21,5	22,8
<b>Périphérie</b>	14,1	21,8

Lors de l'analyse des courbes de compression (**Figure 2.55**), il a été émis l'hypothèse d'une déformation (ou d'une contribution) superplastique des prélèvements de la périphérie, lors du forgeage à 1050 °C et  $10^{-3} s^{-1}$ . De plus, dans la **partie III.E**, il a été démontré que la déformation superplastique ne s'accompagne d'aucune évolution de la fraction de faibles désorientations.

La courbe rouge sur la **Figure 2.64 b** montre une légère évolution de la fraction de faibles désorientations. En partant du principe que cette dernière a légèrement été sous-estimée pour une déformation de 0,6, l'évolution au cours de la déformation peut être considérée comme peu marquée et donc cohérente avec la superplasticité. Le fait que la microstructure s'affine à l'issue du forgeage rend peu probable la présence de ce mécanisme de déformation. En effet bien qu'une microstructure initiale fine soit requise, la déformation superplastique favorise le grossissement des grains [BLA96].

Conclusion partielle :

*L'étude réalisée pour une température de forgeage de 1050 °C a permis d'obtenir de nombreuses informations sur l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 en fonction de la température.*

- *Il a tout d'abord été montré l'absence d'un pic de contrainte en début d'essai, pour les vitesses de déformation élevées. Cela peut être lié à la non dissolution des précipités  $\gamma'$  intragranulaires et donc à l'absence d'effet de soluté. Ceci a été déterminé à partir de la présence de précipités  $\gamma'$  intragranulaires de dimensions supérieures à celles classiquement observées. Ces précipités sont obtenus par un mécanisme de coalescence –croissance.*
- *Concernant l'évolution microstructurale, le forgeage à 1050 °C, entraîne un affinement progressif de la microstructure. Cette dernière devient homogène et à petits grains dès une déformation de 0,6, et cela quelle que soit la vitesse de déformation.*
- *Enfin, l'étude de la fraction de faibles désorientations a révélé une évolution de cette dernière au cours de la déformation. L'amplitude de cette variation augmente conjointement avec la vitesse de déformation. Cependant, dès une déformation de 0,6, la taille de grains et la fraction de faibles désorientations sont voisines pour l'ensemble des échantillons, ce qui est le signe que l'état stationnaire est atteint.*

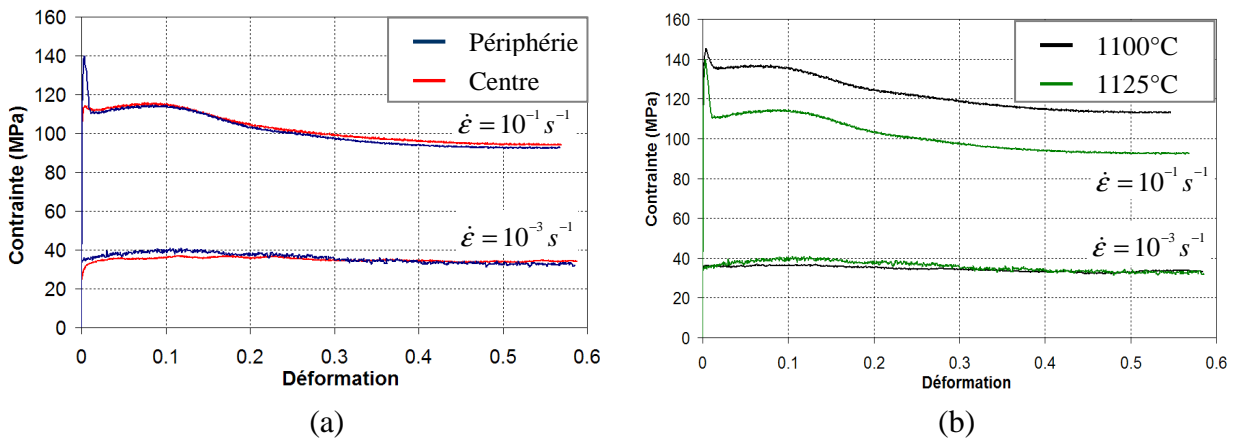
## V ) Etude pour une température de forgeage de 1125°C

Lors des étapes d'étirage ou de forgeage de produits en Udimet 720, la mise en forme est réalisée à des vitesses de déformation de l'ordre de  $5.10^{-2} s^{-1} - 5.10^{-1} s^{-1}$ . Ces vitesses de déformation élevées, combinées à une déformation hétérogène au sein du matériau (due en partie au frottement), peut induire un auto-échauffement dans certaines régions. Pour connaître l'impact de cette élévation de température sur la microstructure, nous avons décidé de réaliser des essais de forgeage à 1125°C, température pour laquelle le matériau se rapproche de la limite haute de forgeabilité. Les vitesses de déformation utilisées sont respectivement de  $10^{-1} s^{-1}$  et  $10^{-3} s^{-1}$  pour tenter de mettre en évidence une influence de ces dernières sur l'évolution microstructurale. Enfin comme pour l'étude à 1100°C, les deux types de prélèvements **C** et **P** ont été utilisés.

### A. Essais mécaniques

Les courbes obtenues lors des essais de forgeage des prélèvements **C** et **P** à différentes vitesses de déformation, sont présentées sur la **Figure 2.65 a**. On remarque que pour des conditions thermomécaniques identiques, les courbes des deux types de prélèvements se superposent parfaitement. Ceci est le signe que la microstructure initiale n'a pas d'influence sur l'évolution de la contrainte d'écoulement à cette température.

Concernant la courbe à  $10^{-1} s^{-1}$  pour la périphérie, on retrouve le pic de contrainte en début d'essai, déjà observé à 1100°C pour la même vitesse de déformation. Cependant, chose plus surprenante, on note un très léger pic pour le centre, alors que rien n'avait été observé à la température inférieure.



**Figure 2.65 :** (a) comparaison des courbes de forgeage à 1125°C du centre et de la périphérie et (b) comparaison des courbes de forgeage à 1100°C et 1125°C pour la périphérie

Dans la **partie IV.A**, il a été suggéré qu'à 1100°C, le pic de contrainte correspond à un effet de soluté. Cela se confirme pour une température de 1125°C, puisque sur la **Figure 2.65 b**, on remarque que l'amplitude du pic à cette température est supérieure à celle obtenue à 1100°C. Cela vient du fait que l'on est plus proche du  $\gamma'$  solvus (1157°C), il y a donc une dissolution plus importante de la phase  $\gamma'$  et un effet de soluté accru. Néanmoins, il faut rester prudent sur la

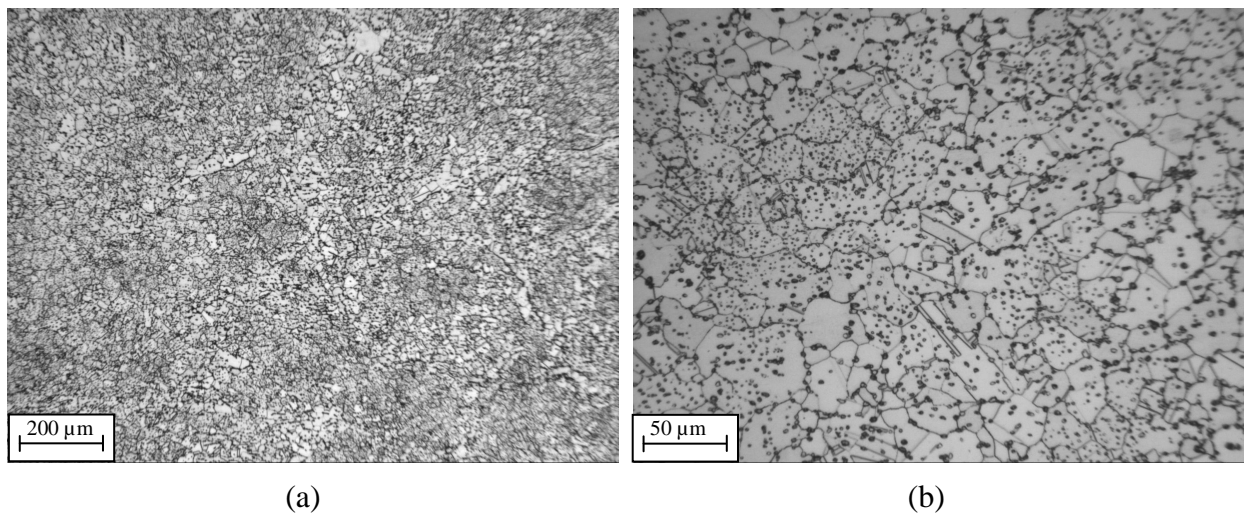
comparaison de l'amplitude des pics, car cette dernière peut varier en fonction de l'hétérogénéité de microstructure des pions utilisés lors des essais (cf **Figure 2.22**).

Enfin, il a été observé que pour un même type d'échantillon, l'allure des courbes à 1100°C et 1125°C est similaire pour une même vitesse de déformation (**Figure 2.65 b**). La seule différence concerne la limite d'élasticité. Celle-ci est inférieure à 1125°C par rapport à 1100°C pour une vitesse de déformations de  $10^{-1} s^{-1}$  et similaire pour  $10^{-3} s^{-1}$ .

## ***B. Analyse microstructurale et comparaison centre-périphérie***

### ***1. Microscopie optique***

Lors des analyses en microscopie optique des échantillons forgés à 1125°C, il a été mis en évidence une évolution microstructurale significative pour une vitesse de déformation de  $10^{-1} s^{-1}$ . La taille de grains a nettement augmenté et on remarque la présence de nombreux précipités intragranulaires, jamais observés dans les conditions de forgeage analysées jusqu'ici (**Figure 2.66**). Cela est le signe que les précipités intergranulaires n'ancrent plus les joints de grains dans ces conditions thermomécaniques et que la croissance du grain austénitique est possible.



**Figure 2.66 : (a) Augmentation de la taille de grains après forgeage à 1125°C et  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$  et (b) présence de précipités intragranulaires**

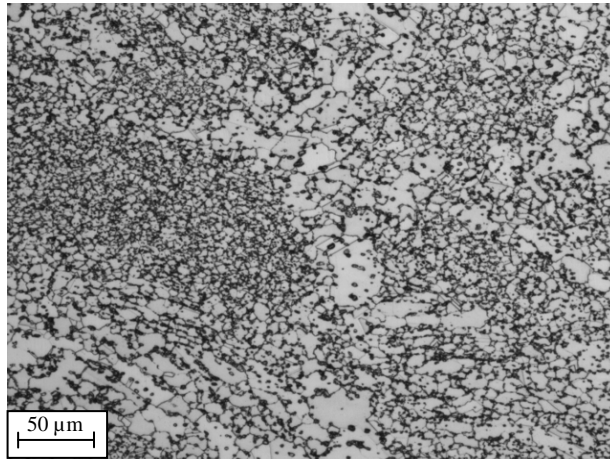
Sur la **Figure 2.66 b**, on remarque que la taille des précipités  $\gamma'$  intragranulaires est globalement inférieure à celle des précipités intergranulaires résiduels. Il est donc envisageable que lors de la déformation, certains précipités aient été dissous à leur périphérie jusqu'à atteindre une taille minimale critique, permettant aux joints de grains de migrer.

Enfin, pour cette vitesse de déformation, les analyses métallographiques ont révélé pour  $\epsilon = 0,2$ , des microstructures similaires et ceci pour les deux types de prélèvements (centre et périphérie).

Concernant la seconde vitesse de déformation de cette étude, à savoir  $10^{-3} s^{-1}$ , l'évolution microstructurale est différente. La microstructure présente la coexistence de deux types de régions. Une première, similaire à celle visible à 1100°C, comporte des grains d'environ



10 $\mu\text{m}$  avec la présence de précipités intergranulaires et une seconde plus proche de celle décrite précédemment, avec des grains plus gros et quelques précipités intragranulaires (**Figure 2.67**).



**Figure 2.67 : Microstructure après forgeage à 1125°C et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  composée de zones à grains moyens avec des précipités intergranulaires et de zones de gros grains**

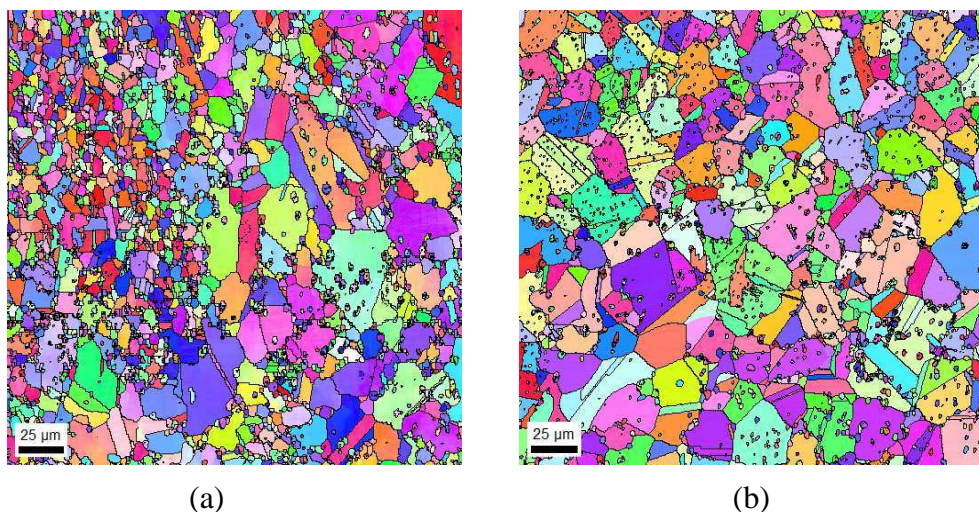
Ce type de microstructure a également été observé pour des taux de déformation inférieurs (0,2). Cependant, dans ce cas, les régions où la croissance de grains a eu lieu présentent une taille moyenne de grains inférieure à celle observée pour une déformation plus importante (0,6). Cela correspond donc à un état intermédiaire.

## **2. EBSD**

Afin de conforter les observations réalisées en microscopie optique et étudier l'évolution de  $f_{LAB}$  lors du forgeage, des mesures EBSD ont été réalisées, avec des conditions expérimentales identiques à celles réalisées jusqu'ici (zone de 250 x 250  $\mu\text{m}^2$  au centre des galets avec un pas de 0,3 $\mu\text{m}$ ).

Les cartographies d'orientations cristallographiques obtenues ont permis de retrouver les caractéristiques des échantillons forgés à 1125°C.

- Pour la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , on retrouve la coexistence de grains de taille moyenne (proche de celle obtenue après forgeage à 1100°C) et de gros grains avec des précipités  $\gamma'$  intragranulaires (**Figure 2.68 a**).
- Pour la vitesse de déformation de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , la taille de grains est encore supérieure avec l'omniprésence de précipités  $\gamma'$  intragranulaires fins (**Figure 2.68 b**).



**Figure 2.68 :** Cartographies d'orientations des échantillons forgés à  $\varepsilon = 0,6$  : (a) 1125°C et  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} s^{-1}$  et (b) 1125°C et  $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} s^{-1}$

Pour quantifier l'augmentation de la taille de grains lors du forgeage à 1125°C et  $10^{-1} s^{-1}$ , la taille moyenne de grains a été calculée avec la même méthode que celle utilisée pour les études aux autres températures (cf **partie III.C.1**). Les résultats présentés dans le **Tableau 2.12**, ont été obtenus pour la microstructure dans sa globalité (grains plus précipités) en utilisant la tolérance de 2°. A titre indicatif, la taille moyenne de grains calculée en utilisant une tolérance de 15° est présentée dans l'**Annexe D**, tout comme la taille moyenne de grains de la matrice  $\gamma$  pour des tolérances de 2° et 15°.

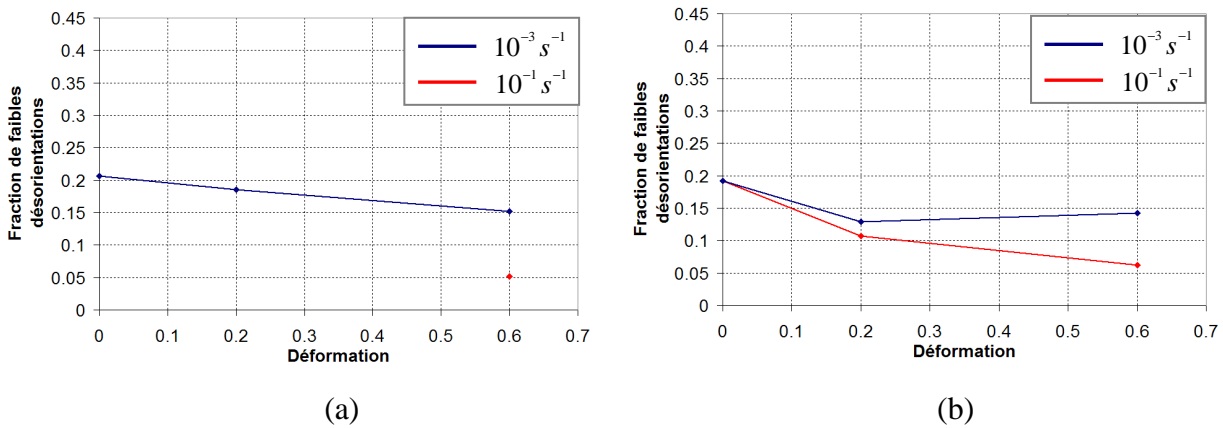
**Tableau 2.12 :** Comparaison de la taille moyenne de grains du centre et de la périphérie après forgeage à 1125°C – Microstructure globale (grains plus précipités)

Microstructure globale					
	Etat brut	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} s^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} s^{-1}$	
		$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$
<b>Centre</b>	7,0	17,1	20,4	X	15,9
<b>Périphérie</b>	3,8	13,7	13,1	21,6	16,7

Les résultats mettent en évidence que la taille moyenne de grains a nettement augmenté par rapport aux microstructures initiales et aux échantillons forgés à 1100°C (**Tableau 2.6**). Néanmoins, les valeurs exprimées dans le tableau ne donnent qu'un résultat qualitatif et non quantitatif. En effet la fraction de phase  $\gamma'$  et la taille des précipités influent fortement sur la valeur de taille moyenne de grains à cette température. De même, la présence de très gros grains lors de certaines analyses a contribué à surestimer la taille moyenne de grains. Par exemple, pour les mesures à 1125°C et pour  $10^{-3} s^{-1}$  sur les prélèvements **C**, on note la présence de grains d'environ 80-100  $\mu m$ . Un autre facteur intéressant concerne la présence d'une fraction significative de macles de recuit  $\Sigma 3$ , qui influence également la taille moyenne de grains.

Le fait de forger un matériau à une température « supérieure », favorise généralement la recristallisation. De ce fait, nous nous attendions à obtenir des valeurs de  $f_{LAB}$  diminuant au

cours de la déformation. Les résultats obtenus sont présentés sur la **Figure 2.69** et correspondent globalement à nos attentes.



**Figure 2.69 : Evolution de la fraction de faibles désorientations, en fonction du taux de déformation lors du forgeage à 1125°C avec différentes vitesses de déformation – (a) centre et (b) périphérie**

Ces graphiques montrent que pour les mêmes conditions thermomécaniques, l'évolution de la fraction de faibles désorientations est similaire pour les deux types de prélèvements. On observe dans les deux cas qu'elle diminue au cours de la déformation et d'autant plus rapidement que la vitesse de déformation est élevée. La croissance plus importante des grains et la meilleure homogénéité de la microstructure pour une vitesse de déformation de  $10^{-1} s^{-1}$ , prouve une meilleure recristallisation.

Remarque : Nous avons supposé que  $f_{LAB}$  des échantillons **C** et **P** pour  $\epsilon = 0,2$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$ , sont similaires. Cette hypothèse repose sur une analogie des résultats des prélèvements **C** et **P** déformés à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$  et à  $\epsilon = 0,6$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$  où les valeurs de  $f_{LAB}$  sont très voisines.

Comme il a pu être observé dans les études aux autres températures, les fractions de faibles désorientations sont similaires pour une déformation de 0,6, pour les deux types de prélèvements et une vitesse donnée (**Tableau 2.13**).

**Tableau 2.13 : Fraction de faibles désorientations des échantillons centre et périphérie pour une déformation de 0,6**

	Déformation de 0,6	
	$\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$
Centre	15,2	5,2
Périphérie	14,2	6,2

Au final, les analyses en microscopie optique et EBSD ont révélé que pour de mêmes conditions thermomécaniques ( $T, \dot{\epsilon}$ ) et une déformation suffisante ( $\epsilon = 0,6$ ), les microstructures sont similaires. Ceci induit que l'état stationnaire est atteint.

Conclusion partielle :

*L'étude réalisée pour une température de forgeage de 1125°C a permis d'obtenir de nombreuses informations.*

- *L'analyse des courbes d'essais mécaniques a montré que l'allure des courbes pour 1125°C est identique à celle obtenue à 1100°C pour les mêmes vitesses de déformation. La seule différence concerne la limite d'élasticité, qui, à 1125°C est inférieure à celle obtenue à 1100°C pour une vitesse de  $10^{-1} s^{-1}$  et identique pour une vitesse de  $10^{-3} s^{-1}$ .*
- *Pour la plus forte vitesse de déformation, on retrouve le pic de contrainte en début d'essai déjà observé à 1100°C pour les prélèvements de la périphérie. L'amplitude étant plus importante à 1125°C, cela conforte l'hypothèse selon laquelle ce dernier est dû à un effet de soluté. Le fait d'être plus proche du  $\gamma'$  solvus induit une dissolution plus importante de phase  $\gamma'$  et donc un effet de soluté plus marqué.*
- *Les analyses métallographiques des échantillons forgés ont permis de mettre en évidence une influence de la vitesse de déformation sur l'évolution microstructurale. A  $10^{-3} s^{-1}$ , on note la coexistence de zones à grains moyens avec des précipités intergranulaires et des zones à gros grains. A  $10^{-1} s^{-1}$ , l'ensemble de la microstructure possède une taille de grains supérieure avec la présence de précipités intragranulaires fins.*
- *Enfin, l'étude de la fraction de faibles désorientations, a révélé une diminution similaire au cours de la déformation, pour les deux types de prélèvements à une vitesse de déformation identique. Cette décroissance est d'autant plus importante que la vitesse de déformation est élevée.*

## VI ) Influence des conditions de mise en forme sur la perméabilité aux ultrasons

Il a été évoqué dans la **partie II.B.3**, que deux phénomènes pouvaient être responsables de la variation de perméabilité aux ultrasons, tous basés sur la fraction de faibles désorientations.

- Le premier correspond au cas où les faibles désorientations sont regroupées au sein d'amas allongés (ex : bande de précipitation fine et dense). Ces régions se comportent comme un gros grain, donc un milieu diffusif et la relation entre direction d'émission des US et orientation géométrique des amas est primordiale. Dans le cas où ces derniers sont perpendiculaires à l'axe de contrôle de la pièce, la perméabilité est nettement moins bonne
- Le second est lié au fait que certaines conditions thermomécaniques provoqueraient une mauvaise recristallisation du matériau et par conséquent le développement de faibles désorientations. Ces dernières ne sont pas regroupées de manière particulière (amas, bandes...) comme pour le cas précédent.

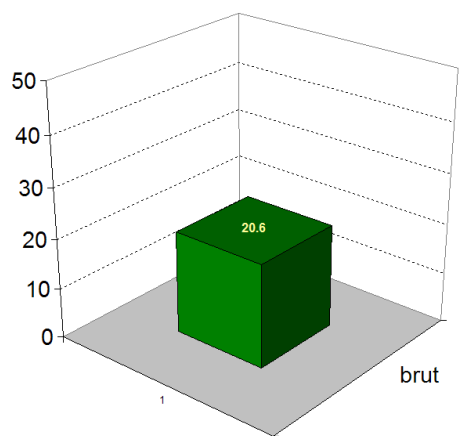
Dans les **parties III, IV et V** consacrées à l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 lors du forgeage à différentes températures, il a été montré une variation de  $f_{LAB}$  en fonction des conditions thermomécaniques. Il est ainsi possible de déterminer les conditions de mise en forme favorables et défavorables à l'obtention de pièces conformes lors des CND.

Ce raisonnement, basé sur les résultats issus de mesures EBSD, ne permet de fournir qu'une information qualitative. Le critère utilisé pour classer les conditions de mise en forme comme favorables ou défavorables, repose sur la comparaison de la fraction de faibles désorientations pour les différentes conditions thermomécaniques, avec celle mesurée à l'état brut.

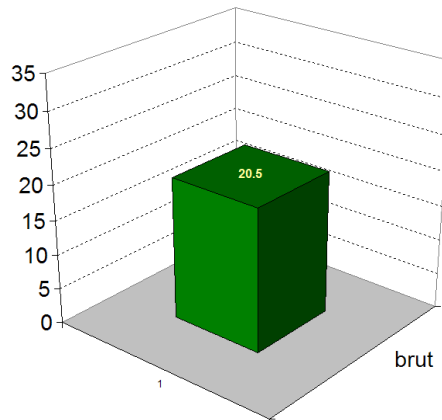
Lorsque la fraction de faibles désorientations devient supérieure à celle de l'état brut, il est considéré que la combinaison des paramètres de forgeage ( $T$ ,  $\varepsilon$ ,  $\dot{\varepsilon}$ ) est néfaste à la perméabilité aux US.

Enfin, lors de l'étude, deux microstructures initiales distinctes ont été utilisées (centre et périphérie). Dans certains cas, l'évolution de la fraction de faibles désorientations est différente pour un forgeage identique. Cela permet de nuancer le caractère favorable ou défavorable pour des conditions de forgeage données et de montrer l'impact de la microstructure initiale.

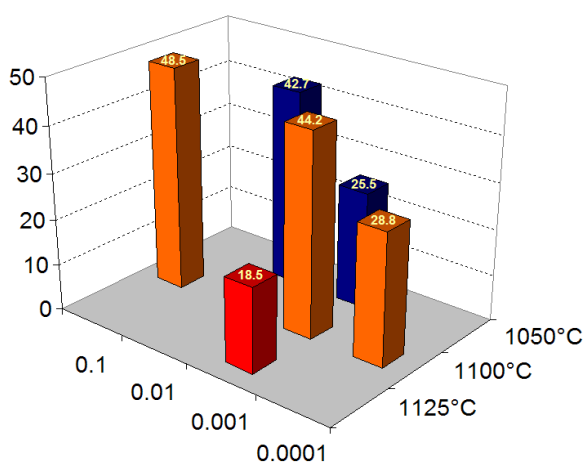
Les graphiques en 3 dimensions présentés **Figure 2.70** permettent d'étudier l'influence de la température et de la vitesse de déformation, pour chaque type de prélèvement à une déformation donnée. Les graphiques **(a)** et **(b)** montrent la fraction de faibles désorientations pour les prélèvements du centre et de la périphérie à l'état brut. On note que les résultats sont similaires avec une valeur de l'ordre de 20,5%. D'après le critère, lorsque la fraction de faibles désorientations est supérieure à cette valeur, les conditions de mise en forme sont donc considérées comme néfastes.



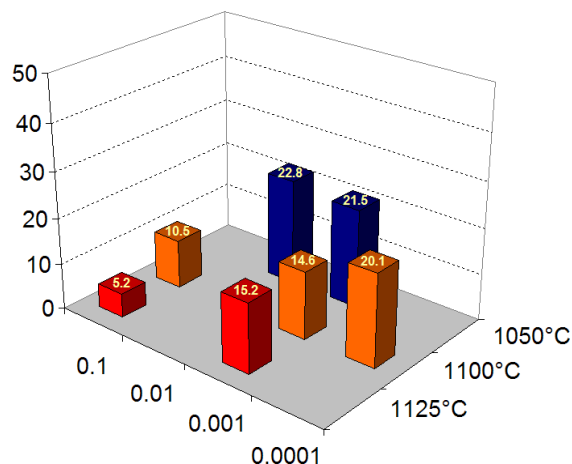
(a)



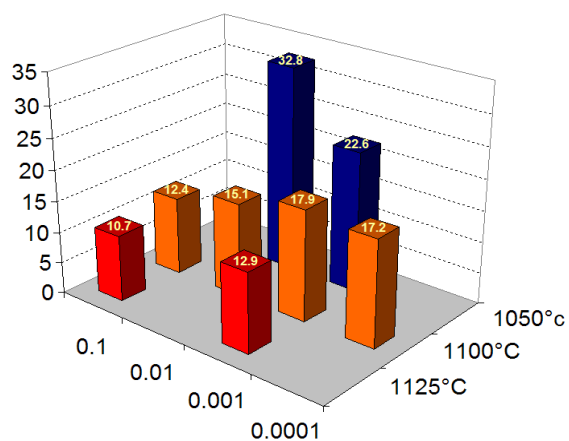
(b)



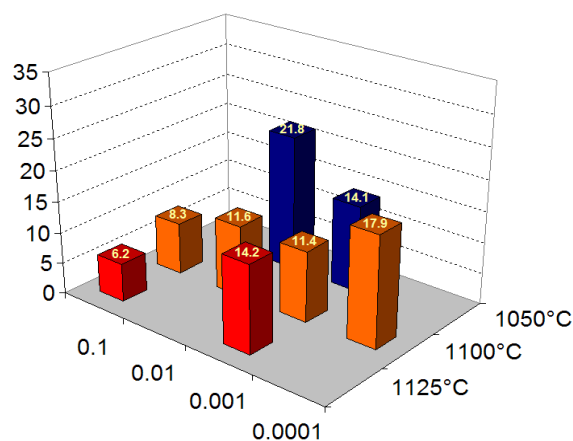
(c)



(d)



(e)



(f)

**Figure 2.70 : Fraction de faibles désorientations : (a) échantillon du centre à l'état brut, (b) échantillon de la périphérie à l'état brut, (c) échantillon du centre déformé de 0,2, (d) échantillon du centre déformé de 0,6, (e) échantillon de la périphérie déformé de 0,2 et (f) échantillon de la périphérie déformé de 0,6**

L'analyse des graphiques (c), (d), (e) et (f) révèle que pour une température de 1050°C, les valeurs sont globalement supérieures au critère, tandis que pour 1125°C c'est l'inverse. Cela suggère que de faibles températures sont à proscrire en vue d'obtenir des pièces conformes aux US lors des CND. Par ailleurs, on remarque que plus la déformation est faible, plus la fraction de faibles désorientations est élevée et donc la perméabilité probablement médiocre. La température de 1125°C apparaît donc être la meilleure solution pour obtenir une bonne perméabilité aux US, à condition de faire abstraction des propriétés mécaniques de la pièce à l'issue du forgeage. En effet dans la **partie V**, il a été mis en évidence que lors de la déformation à 1125°C, la taille de grains augmente. Pour une vitesse de  $10^{-3} s^{-1}$ , seules certaines régions peu étendues présentent une croissance des grains, tandis que pour  $10^{-1} s^{-1}$  la croissance est observée pour l'ensemble de la microstructure. Dans le cas où les propriétés mécaniques recherchées pour la pièce sont, une bonne tenue en traction et/ou en fatigue, alors les microstructures à gros grains sont à proscrire et par conséquent le forgeage à 1125°C.

Concernant la température de forgeage de 1100°C, le raisonnement est plus complexe puisque la vitesse de déformation, le taux de déformation et le type de prélèvement influent fortement sur  $f_{LAB}$ .

- Pour les prélèvements du centre, on remarque sur les figures (c) et (d) que de faibles déformations (0,2) combinées à des vitesses de déformation élevées, engendrent une  $f_{LAB}$  importante. Ces conditions de forgeage sont donc très probablement préjudiciables à une bonne perméabilité aux US. Pour une faible déformation et une vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$ ,  $f_{LAB}$  est nettement plus faible (figure (c)), ce qui a été attribué à l'hypothèse d'un mécanisme de déformation superplastique. Ce dernier n'implique pas d'évolution de  $f_{LAB}$  lors de la déformation et donc probablement pas de dégradation de la perméabilité aux US.
- Pour les prélèvements de la périphérie, on remarque globalement sur les figures (e) et (f) que  $f_{LAB}$  diminue, d'autant plus que le taux et la vitesse de déformation sont élevés. Ces conditions thermomécaniques n'aggravent pas la perméabilité aux US.

**En conclusion, d'après nos analyses, de basses températures et/ou de faibles déformations sont néfastes à l'obtention de pièces conformes aux US lors des CND.** Après discussion avec Aubert & Duval, il apparaît que dans les pièces forgées ou matricées industriellement, les régions présentant une mauvaise perméabilité aux US sont généralement les zones corticales. Ces dernières correspondent à des régions présentant une température plus basse (liée au forgeage à l'air libre et à l'utilisation d'outils plus froids que la pièce) et/ou une déformation faible.

Ces observations industrielles sont en parfait accord avec les conclusions tirées à l'issue de nos analyses basées sur la fraction de faibles désorientations. Ce qui tend à prouver une nouvelle fois qu'il existerait une relation de cause à effet entre les faibles désorientations et le

bruit de structure lors des contrôles ultrasonores. Les faibles désorientations seraient, au moins en partie, responsables des mauvaises perméabilités US.

Enfin, il apparaît que certains concurrents transforment l'Udimet 720 au moyen de presses isothermes, afin de s'affranchir de ces problèmes de perméabilité aux ultrasons. Le fait de travailler en conditions isothermes, implique l'utilisation de vitesses de déformations lentes. Ainsi, il est probable que le matériau présente un mécanisme de déformation superplastique, n'engendrant pas (ou peu) d'évolution de la fraction de faibles désorientations, permettant de conserver une bonne perméabilité aux ultrasons. La présence de superplasticité pour un forgeage à 1100 °C et une vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$ , apparaît donc fortement probable.



### Résumé

*Ce chapitre présente le matériau de référence de la thèse, ainsi que les différentes études réalisées, afin d'identifier les conditions de mise en forme nécessaires à l'obtention de pièces conformes aux normes imposées lors des CND. La matière fournie par Aubert & Duval, est un demi-produit  $\varnothing$  254mm à l'état brut de forgeage, typique de leur production. Cette barre possède une microstructure variable (taille de grains, fraction de faibles désorientations...) selon une bande radiale, liée à l'hétérogénéité de recristallisation lors de la mise en forme.*

*Les contrôles US effectués sur le demi-produit, ont révélé une différence de perméabilité US selon le mode de contrôle (axial ou radial) et la zone analysée (centre, mi-rayon et périphérie). La confrontation des résultats de contrôle US avec ceux obtenus lors de la caractérisation microstructurale, ont montré que les faibles désorientations sont néfastes à la perméabilité US. Ces zones présentant de faibles désorientations, sont localisées dans les régions mal recristallisées de la barre (périphérie), ainsi qu'au sein d'amas allongés orientés suivant le fibrage et composés de grains  $\gamma$  et de précipités  $\gamma'$  d'orientations cristallographiques proches.*

*De manière à identifier les paramètres de mise en forme ( $T, \dot{\epsilon}, \epsilon$ ) nécessaires à l'obtention de pièces conformes aux US, des essais de forgeages isothermes ont été réalisés au laboratoire et l'évolution de  $f_{LAB}$  a tout particulièrement été examinée. Des températures de forgeage de 1050, 1125 et 1100°C ont été sélectionnées, car elles correspondent respectivement aux valeurs extrêmes de la fenêtre de forgeage et à la température de référence de mise en forme de l'Udimet 720. Pour cette dernière température, une étude particulière a été réalisée, afin de déterminer le mécanisme de recristallisation dynamique de l'Udimet 720. Bien qu'il n'ait pas été observé de structures typiques du mécanisme de recristallisation dynamique continue (fragmentation d'un grain en sous grains, puis obtention de petits grains) ou discontinue (collier), l'ensemble des résultats permet de conclure que le mécanisme de recristallisation dynamique est discontinue, avec germination par coalescence-croissance.*

*Les résultats obtenus pour les différentes conditions de forgeage, révèlent une évolution microstructurale significative en fonction de la température, avec entre autres un affinement de la microstructure pour 1050°C et un grossissement pour 1125°C. Du point de vue de la perméabilité aux US, il apparaît que de basses températures et de faibles déformations sont sources de faibles désorientations et sont donc à proscrire en vue d'obtenir des pièces conformes aux US lors des CND. Ces résultats sont en parfait accord avec les observations industrielles, puisque dans les pièces forgées ou matricées, les régions présentant une mauvaise perméabilité aux US sont généralement les zones corticales. Ces dernières correspondent à des régions présentant une température plus basse que le reste de la pièce (liée au forgeage à l'air libre et/ou à l'utilisation d'outils plus froids que la pièce) et/ou une déformation faible.*

*Nos analyses ont également mis en évidence que pour une faible vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ ), la  $f_{LAB}$  n'évolue pas (ou peu) lors du forgeage et donc que cela ne doit pas entraîner de dégradation de la perméabilité aux US. Ce phénomène a été attribué à un mécanisme de superplasticité, faisant intervenir le glissement intergranulaire et n'impliquant donc pas d'évolution de  $f_{LAB}$ . Cette hypothèse est confortée par le fait que d'autres forgerons transforment l'Udimet 720 au moyen de presses isothermes, afin de s'affranchir de ces problèmes de perméabilité aux US. Le fait de travailler en conditions isothermes implique l'utilisation de vitesses de déformations lentes et donc très probablement d'être dans un régime superplastique.*

## Bibliographie

- [ASH67] M. F. Ashby, I.G. Palmer. "The dragging of solid particles through metals by grain boundaries". *Acta Metallurgica*, 15, pp. 420-423, 1967.
- [BLA96] J.J. Blandin, M. Suery. "Superplasticité". *Techniques de l'ingénieur*, 1996.
- [BRO00] T. W. Brooks. "Forging of superalloys". *Material and design*, 21, pp. 297-303, 2000.
- [CHH07] S. Chhann. "Etude de la recristallisation de l'Invar (alliage Fe-36%Ni) déformé par laminage asymétrique". *Thèse, Université Paris Sud 11, Orsay*, 2007
- [GIF76] R.C. Gifkins. "Grain-boundary sliding and its accommodation during creep and superplasticity". *Metallurgical Transactions*, 7A, pp. 1225-1232, 1976.
- [GIG00] M.F.X. Gigliotti, B.P. Bewlay, J.B. Deaton, R.S. Gilmore and G.A. Salishchev. "Microstructure – Ultrasonic inspectability relationships in Ti6242: Signal-to-noise in fine-grain-processed Ti6242". *Metallurgical and materials Transactions*, 31A, pp. 2119-2125, 2000.
- [GIG03] M.F.X. Gigliotti, R.S. Gilmore, J.N. Barshinger, B.P. Bewlay, C.U. Hardwicke, G.A. Salishchev, R.M. Galejev and O.R. Valiakhmetov. "Titanium alloy billet processing for low ultrasonic noise". *Titanium 2003*, 1, pp. 297-304, 2003.
- [GOU03] S. Gourdet and F. Montheillet. "A model of continuous dynamic recrystallization". *Acta Materialia*, 51, pp. 2685-2699, 2003.
- [GUI81] A.A. Guimaraes et J.J. Jonas. "Recrystallization and aging effects associated with the high temperature deformation of Waspaloy and Inconel 718". *Metallurgical Transactions*, 12A, pp. 1655-1666, 1981.
- [HER63] J. Hericy, F. Bourelier et J. Montuelle. "Influence de la pureté du cuivre sur son aptitude à la polygonisation". *7ème colloque de métallurgie*, pp. 61-69, 1963.
- [HUM09] M. Humbert, A. Moreau, E. Uta, N. Gey, P. Bocher, C. Bescond. "Analysis of backscattered ultrasound amplitude of Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.3Si samples in terms of their microstructures and local textures". *Acta Materialia*, 57, pp. 708-714, 2009.
- [JAC99] M. P. Jackson, R. C. Reed. "Heat treatment of Udimet 720 LI : the effect of microstructure on properties". *Materials science and engineering*, A259, 1, pp. 85-97, 1999.
- [JAK04] S. Jakani. "Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé". *Thèse, Université Paris Sud 11, Orsay*, 2004.
- [LIN00] B. Lindsley, X. Pierron. "Sub-solvus recrystallization mechanisms in Udimet alloy 720 LI". *Superalloys 2000, TMS*, pp.59-68, 2000.

- 
- [MED00] S.C. Medeiros, Y.V.R.K. Prasad, W.G. Frazier and R. Srinivasan. "Microstructural modeling of metadynamic recrystallization in hot working of IN 718 superalloy". *Materials science engineering*, A293, pp.198-207, 2000.
- [MON96] F.Montheillet. "Métallurgie en mise en forme". *Techniques de l'ingénieur*, M600, 1996.
- [MON04-II] F.Montheillet. "Moving grain boundaries during hot deformation of metals : dynamic recrystallization". *CISM course "Moving interfaces in solids"*, 2004
- [MON05-I] H. Monajati, F. Zarandi, M. Jahazi, S. Yue. "Strain induced  $\gamma'$  precipitation in nickel base superalloy Udimet 720 using a stress relaxation based technique". *Scripta materialia*, 52, pp. 771-776, 2005.
- [MON05-II] H. Monajati, M. Jahazi, S. Yue, A. K. Taheri. "Deformation characteristics of isothermally forged UDIMET 720 nickel-base superalloy". *Metallurgical and materials transactions A*, 36A, pp. 895-908, 2005.
- [PHI02] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet et P. Combrade. "Métallurgie du minerai au matériau 2<sup>ème</sup> édition". Dunod, 2002.
- [POI76] J.P. Poirier. "Plasticité à haute températures des solides cristallins". Eyrolles, 1976.
- [POR81] A. Porter, B. Ralph. "The recrystallization of nickel-base superalloys". *Journal of materials science*, 16, pp. 707-713, 1981.
- [SOL09] D. Solas, "Recristallisation de l'Aluminium 6061", *Etude réalisée au laboratoire LPCES de l'université d'Orsay*, 2009.
- [SOM98] M.C. Somani, K. Muraleedharan, Y.V.R.K. Prasad and V. Singh. "Mechanical processing and microstructural control in hot working of hot isostatically pressed P/M IN-100 superalloy ". *Materials science engineering*, A245, pp.88-99, 1998.
- [THE06] J. Thébault. "Microstructure et perméabilité aux ultrasons de l'alliage Udimet 720". Rapport de stage de 3<sup>ème</sup> année de cycle ingénieur à l'ISPG, 2006.
- [WAN05] P. Wanjara, M. Jahazi, H. Monajati, S. Yue , J.P. Immarigeon. "Hot working behavior of near- $\alpha$  alloy IMI834". *Materials science engineering*, A396, pp.50-60, 2005.



# Chapitre 3

## Modélisation mésoscopique du forgeage

### Sommaire

---

I ) HISTORIQUE DES DIFFERENTES APPROCHES ET METHODES NUMERIQUES POUR SIMULER LA RECRISTALLISATION .	108
II ) LE MODELE DE DEFORMATION CRISTALECP.....	110
A. Présentation générale du modèle.....	110
B. Modèle pour l'Udimet 720.....	110
C. Identification des paramètres matériaux.....	114
D. Réalisation des agrégats et conditions limites.....	118
E. Exemple de résultats et intérêt pour la recristallisation dynamique discontinue.....	120
F. Transfert des données vers le modèle de recristallisation.....	123
III ) LE MODELE DE RECRISTALLISATION RECUPS.....	123
A. Présentation générale du modèle des Automates Cellulaires.....	123
B. Maillage, conditions limites et mise en données des calculs.....	124
C. Lois de comportement.....	125
D. Identification des paramètres de calcul.....	129
E. Exemples de résultats.....	130
F. Transfert des données.....	131
IV ) LE COUPLAGE SEQUENTIEL.....	133
A. Présentation de l'approche séquentielle.....	133
B. Les agrégats utilisés.....	134
C. Construction des agrégats au cours du couplage séquentiel.....	136
D. Les résultats.....	137

---

De manière à reproduire l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 lors du forgeage, il a été développé une approche numérique permettant de simuler la recristallisation dynamique discontinue. Comme son nom l'indique, ce mécanisme est « dynamique » et la recristallisation se produit donc tout au long de la déformation. Numériquement, cela impose de coupler deux types de modélisation, une première de « déformation » afin de déterminer l'énergie stockée locale sous forme de dislocations et une seconde de « recristallisation », pour faire évoluer la microstructure, tout en diminuant l'énergie du système. C'est l'enchaînement de ces étapes de déformation et de recristallisation qui permet de reproduire un mécanisme de recristallisation dynamique.

L'interaction microstructure de forgeage-perméabilité aux ultrasons a mis en évidence la nécessité d'étudier le matériau à l'échelle mésoscopique. En effet, ce sont les faibles désorientations entre grains, qui sont à l'origine de la variation de perméabilité aux US.

De ce fait, la procédure numérique mise au point afin de reproduire la recristallisation dynamique discontinue est un couplage séquentiel de deux modèles cristallins, CristalECP et RecUPS. Le premier est un modèle qui prend en compte les mécanismes de la plasticité cristalline et permet de décrire en fonction de la déformation appliquée, l'évolution des champs mécaniques locaux et de l'orientation cristallographique des grains. Le second est un modèle de recristallisation, qui prévoit l'évolution microstructurale dans des conditions isothermes.

La première partie de ce chapitre est un historique des différentes approches utilisées et adaptées à la simulation de la recristallisation statique et dynamique. Il est également évoqué l'ensemble des méthodes numériques actuellement utilisées pour modéliser la recristallisation, en décrivant les avantages et les inconvénients de chacune d'elle. Dans la seconde partie, l'approche CristalECP est détaillée, ainsi que la méthode permettant d'obtenir des agrégats réels 3D pour la modélisation. La troisième partie concerne le modèle de recristallisation RecUPS, basée sur la méthode des Automates Cellulaires. Enfin, la quatrième partie décrit le couplage séquentiel de ces deux modèles, avec les particularités de la procédure et les résultats obtenus sur deux microstructures différentes.

## **I ) Historique des différentes approches et méthodes numériques pour simuler la recristallisation**

Les besoins en simulation de la recristallisation sont de plusieurs ordres. D'un côté, ces méthodes doivent fournir les informations quantitatives sur l'évolution de la microstructure, de l'autre, elles permettent de tester l'influence de différents paramètres et d'interpréter les résultats expérimentaux dans la mesure où différents mécanismes de germination ou de croissance peuvent être introduits dans les algorithmes. Ainsi, de nombreux modèles ont été développés : les modèles cinétiques (JMAK), les modèles analytiques, les méthodes de Monte Carlo ou les automates cellulaires, les modèles vertex...

Les premiers modèles cinétiques reposent sur la théorie des transformations de phases et utilisent les lois établies par Johnson–Mehl–Avrami–Kolmogorov (JMAK) [JOH39], [AVR39], [AVR40], [AVR41] et [KOL37]. La cinétique de recristallisation prend une forme simple :

$$X(t) = 1 - \exp(-kt^n) \quad (3.1)$$

où  $k$  et  $n$  sont deux constantes et  $X$  le taux de recristallisation. Dans la plupart des cas, il est possible de déterminer ces paramètres, mais leur signification physique et leur interprétation est plus difficile.

D'autres méthodes analytiques, dans lesquelles des lois de germination et de croissance sont introduites, prévoient les évolutions de microstructures en plus de la fraction recristallisée. Les règles de croissance ou de décroissance sont établies en comparant les caractéristiques du grain, aux valeurs moyennes du polycristal (en particulier son énergie stockée). Il est possible d'obtenir un système d'équations différentielles, dont la résolution fournit les évolutions des paramètres microstructuraux tels que la taille de grain, la densité de dislocation (valeur moyenne et distribution) [MON09]... Mais les effets topologiques ne sont pas pris en compte.

A partir des années 1980, les méthodes de Monte Carlo (MC) ont été utilisées pour simuler la croissance de grains, la recristallisation statique et la recristallisation dynamique [SRO86] et [SRO88]. L'espace est discrétisé par un ensemble de sous domaines réguliers, avec une orientation généralement représentée par un nombre entier. Les grains correspondent à des régions avec des sites de même orientation. Les joints de grains existent entre des sites qui possèdent des orientations différentes. La probabilité de réorientation du site repose sur la minimisation de l'énergie du système et permet ainsi de simuler la migration des joints de grains. Les automates cellulaires (AC) fonctionnent sur le même principe, mais des règles plus physiques contrôlent la réorientation des cellules [ROL01]. En particulier, avec la méthode MC, la probabilité de réorientation est égale à 1, dès que cette nouvelle configuration correspond à une diminution d'énergie. Avec les AC, la probabilité de réorientation est proportionnelle à la diminution d'énergie (la force motrice). De plus, chaque orientation est représentée par les trois angles d'Euler, ce qui permet de faire varier la mobilité et l'énergie des joints en fonction de leurs désorientations.

Dans les modèles vertex, la microstructure est schématisée par un ensemble d'interfaces. Ils permettent d'étudier l'évolution d'une population de grains. En particulier, ces modèles ont montré le rôle déterminant de la croissance non homogène des sous-grains (croissance anormale) dans l'étape de germination de la recristallisation [HUM92]. La nature des joints de grains est prise en compte ainsi que leur courbure. Néanmoins, ces modèles supposent que la microstructure peut être représentée par un ensemble de joints et de sous joints, ce qui limite leur utilisation aux métaux purs, avec une forte énergie de défauts d'empilement et pour lesquels la restauration est rapide.

Au bilan, nous avons choisi d'utiliser les automates cellulaires du fait de la similitude du maillage avec celui utilisé dans le modèle de déformation. A condition que la déformation ne devienne pas trop importante et que les localisations de déformation restent faibles, il est possible d'utiliser le maillage généré dans la configuration non déformée. De plus, les algorithmes étant simples à mettre en œuvre, il est aisé de les modifier pour introduire différents



mécanismes de germination et de croissance et ils permettent de traiter une microstructure polyphasée.

## II ) Le modèle de déformation CristalECP

### A. Présentation générale du modèle

Les approches cristallines permettent de décrire, en fonction du chargement, l'évolution des champs mécaniques locaux et de l'orientation cristallographique des grains. Il est ainsi possible d'accéder à des grandeurs difficilement mesurables expérimentalement, telles que les systèmes de glissement actifs, la densité de dislocations et la rotation du réseau cristallin, pour chaque grain. Un autre intérêt majeur de ce type d'approche est l'aspect topologique, puisque cela permet d'étudier l'interaction entre grains voisins, mais également entre phases dans le cas de matériaux multiphasés.

Le modèle cristallin employé dans cette étude, « CristalECP », est basé à l'origine sur le modèle développé par Pierce *et al.* [PIE83], permettant de calculer le glissement plastique dans un monocristal. Ce modèle fut amélioré par la suite par Asaro *et al.* [ASA83], Tabourot *et al.* [TAB92] et Teodosiu *et al.* [TEO93], afin de l'adapter au cas des polycristaux, en y intégrant une loi d'évolution des densités de dislocations de type Kocks et Mecking [MEC81].

Le modèle CristalECP, utilise le cadre des grandes transformations (grandes rotations, grandes déformations plastiques, mais faibles déformations élastiques) et s'appuie sur la théorie des dislocations continues [KRO61], ce qui permet de rester dans le cadre de la mécanique des milieux continus. Ce modèle a été implémenté dans le code de calcul éléments finis Abaqus<sup>®</sup> par Hoc *et al.* [HOC01] et Eriau *et al.* [ERI04], selon les travaux de Smelser et Becker [SME89]. Les équations constitutives sont intégrées avec un schéma d'intégration explicite de type Forward Gradient.

### B. Modèle pour l'Udimet 720

#### 1. Mise au point d'un modèle biphasé

Lors du forgeage de l'Udimet 720 à 1100 °C, la microstructure se présente sous forme biphasée, avec la matrice austénitique  $\gamma$  de structure cristallographique CFC et la phase  $\gamma'$  primaire intergranulaire, de structure Cubique Simple (CS).

Au laboratoire, le modèle cristallin a initialement été développé pour des matériaux monophasés, avec des structures cristallographiques de type CFC, CC et HC. La structure cristallographique est à la base du modèle, car elle détermine le type et le nombre des systèmes de glissement, pouvant être activés lors de la déformation. Dans le cas d'un matériau CFC, le glissement peut se produire suivant les 12 systèmes de glissement de type  $(111)[110]$ .

Afin d'adapter le modèle au cas de l'Udimet 720, le travail a consisté dans un premier temps à déterminer le type et le nombre de systèmes de glissement pour un matériau CS, puis à réaliser un modèle biphasé CFC – CS. Dans la littérature, il existe assez peu d'études concernant

les matériaux de structure CS, hormis pour les intermétalliques ou les précipités  $\gamma'$  des superalliages base nickel. Néanmoins, quelques travaux sur les superalliages base nickel ont mis en évidence que pour les précipités  $\gamma'$ , le glissement plastique se produit suivant les 6 systèmes de glissement de type  $(100)[110]$  [HAN93], [EST95].

Il a donc été conçu un modèle biphasé CFC – CS, où le comportement de chaque phase est considéré comme élastoviscoplastique. Les lois de comportement sont identiques pour chacune des phases, la seule différence concerne le type et le nombre de systèmes de glissement, ainsi que la valeur des paramètres matériaux.

## 2. Les lois de comportement

### (a) Loi d'écoulement

Sur un système de glissement particulier (s), il y a déclenchement de la plasticité dès que le critère de Schmid est atteint, c'est-à-dire, lorsque la cission résolue sur le système (s) devient égal à une valeur critique  $\tau_c^s$  :

$$|\tau^s| = \tau_c^s \text{ et } \dot{\tau}^s = \dot{\tau}_c^s \quad (3.2)$$

$\tau^s$  est la cission résolue sur le système (s) donnée par :

$$\tau^s = \bar{\sigma} \cdot \bar{n}^s \cdot \bar{m}^s \quad (3.3)$$

Avec  $\bar{n}^s$  et  $\bar{m}^s$  respectivement la normale au système (s) et la direction du glissement.

La loi d'écoulement est reliée au mouvement des dislocations. Les lois d'écoulement viscoplastiques sont basées sur la théorie du mouvement thermiquement activé des dislocations dans les matériaux de structure CFC. L'évolution de la vitesse de glissement sur un système (s) peut alors être décrite par une équation du type :

$$\dot{\gamma}^s = \rho_m^s b^2 \nu_D \exp\left(\frac{-\Delta G_0}{kT}\right) \left(\frac{\tau^s}{\tau_c^s}\right)^{\frac{\tau_c^s \Delta V^*}{kT}} \quad (3.4)$$

Avec :

$\rho_m^s$  : densité de dislocations mobiles

$b$  : vecteur de Burgers

$\nu_D$  : fréquence de Debye

$\Delta G_0$  : énergie d'activation relative au franchissement des obstacles

$k$  : constante de Boltzmann

$T$  : température

$\tau^s$  et  $\tau_c^s$  : cission résolue et cission critique

$\Delta V^*$  : volume d'activation

En posant :

$$n = \frac{\tau_c^s \Delta V^*}{kT} \text{ et } \dot{\gamma}_0 = \rho_m^s b^2 v_D \exp\left(\frac{-\Delta G_0}{kT}\right) \quad (3.5)$$

Dans le régime athermique, un développement limité de l'équation (3.5) conduit à l'expression :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0^s \left(\frac{\tau^s}{\tau_c^s}\right)^n \quad (3.6)$$

Où  $n$  est l'inverse de la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation.

**(b) Loi d'écroissage**

L'écroissage dépend essentiellement de l'interaction entre les différents systèmes de glissement, de la densité de dislocations et du libre parcours moyen des dislocations mobiles. Il est généralement décrit par l'évolution de la cission critique qui est donnée par :

$$\tau_c^s = \tau_0 + \mu b \sqrt{\left(\sum_u a^{su} \rho^u\right)} \quad (3.7)$$

Le coefficient  $\tau_0$  supposé identique pour tous les systèmes de glissement correspond à la friction de réseau,  $\mu$  au module de cisaillement,  $\rho^u$  à la densité de dislocations sur le système  $u$  et  $a^{su}$  à la matrice caractérisant les interactions entre deux familles de systèmes de glissement (s) et (u). Cette matrice est en rapport avec le nombre de systèmes de glissement, donc 6 x 6 pour les précipités  $\gamma'$  de structure CS et 12 x 12 pour la matrice  $\gamma$  de structure CFC. La **Figure 3.1** présente la matrice des coefficients d'interaction entre systèmes de glissement dans le cas d'un matériau de structure CFC.

	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
A2	$a_0$	$a_1^{copl}$	$a_1^{copl}$	$a_1^{coli}$	$a_2$	$a_2$	$a_1^{ortho}$	$a_2$	$a_3$	$a_1^{ortho}$	$a_3$	$a_2$
A3		$a_0$	$a_1^{copl}$	$a_2$	$a_1^{ortho}$	$a_3$	$a_2$	$a_1^{coli}$	$a_2$	$a_3$	$a_1^{ortho}$	$a_2$
A6			$a_0$	$a_2$	$a_3$	$a_1^{ortho}$	$a_3$	$a_2$	$a_1^{ortho}$	$a_2$	$a_2$	$a_1^{coli}$
B2				$a_0$	$a_1^{copl}$	$a_1^{ortho}$	$a_3$	$a_2$	$a_1^{ortho}$	$a_2$	$a_2$	$a_3$
B4					$a_0$	$a_1^{copl}$	$a_3$	$a_1^{ortho}$	$a_2$	$a_2$	$a_1^{coli}$	$a_2$
B5						$a_0$	$a_2$	$a_2$	$a_1^{coli}$	$a_3$	$a_2$	$a_1^{ortho}$
C1							$a_0$	$a_1^{copl}$	$a_1^{coli}$	$a_1^{ortho}$	$a_2$	$a_2$
C3								$a_0$	$a_1^{copl}$	$a_2$	$a_1^{ortho}$	$a_3$
C5									$a_0$	$a_2$	$a_3$	$a_1^{ortho}$
D1										$a_0$	$a_1^{copl}$	$a_1^{copl}$
D4											$a_0$	$a_1^{copl}$
D6												$a_0$

**Figure 3.1 : Matrice d'interaction  $a^{su}$  pour un matériau CFC d'après Franciosi [FRA84]**

Dans cette matrice, il existe 5 coefficient différents :  $a_0$ , qui correspond aux interactions entre mêmes familles de systèmes de glissements (autoécrouissage),  $a_1^{copl}$  aux coplanaires,  $a_1^{coli}$  aux systèmes déviés,  $a_1^{ortho}$  aux jonctions de Hirth,  $a_2$  aux jonctions glissiles et  $a_3$  aux

interactions fortes de type Lomer-Cottrell. Généralement, on peut ramener le nombre de coefficients indépendants à 4 :  $a_0, a_1, a_2$  et  $a_3$ .

Dans le cas des précipités  $\gamma'$ , il n'existe que 3 types d'interactions, notés  $a_0, a_1$  et  $a_2$ , correspondant respectivement à l'autoécrouissage, aux interactions coplanaires et non coplanaires.

La matrice d'écrouissage est prise constante avec la déformation. En effet, l'étude correspond aux hautes températures et il n'y a pas formation de « paquets de dislocations » susceptibles de modifier les interactions dislocation/dislocation. La montée des dislocations n'est pas décrite ici.

### (c) Loi d'évolution de la densité de dislocations

La loi d'évolution des densités de dislocations utilisée dans CristalECP, correspond à l'équation généralisée du modèle de Kocks *et al.* [KOC76]. Cette loi fait intervenir un terme de création et un terme d'annihilation des dislocations de signes opposés :

$$\dot{\rho}^s = \frac{\dot{\gamma}^s}{b} \left( \frac{1}{L^s} - g_c \rho^s \right) \text{ avec } \frac{1}{L^s} = \frac{1}{D} + \frac{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}}{k} \quad (3.8)$$

Le terme de création correspond à la multiplication des dislocations selon le mécanisme des sources de Frank-Read. Le libre parcours moyen  $L^s$ , est la distance parcourue en moyenne par une dislocation avant d'être immobilisée et peut être relié à la densité de dislocations perçant le plan de glissement du système (s). Dans l'expression du terme  $\frac{1}{L^s}$  de l'équation (3.8),  $D$  représente la taille moyenne de grains et  $k$  est un paramètre matériau traduisant l'efficacité du mécanisme de création des dislocations. Plus celui-ci est grand et moins les sources sont efficaces. Concernant le terme d'annihilation, il est associé au mécanisme de glissement dévié, qui permet aux dislocations de signes opposés de s'annihiler. Le taux d'annihilation est d'autant plus élevé que le coefficient  $g_c$  l'est.

Il est encore possible d'écrire l'évolution de la cission critique sous la forme suivante :

$$\dot{\tau}_c^s = h^{su} \dot{\gamma}^u \quad (3.9)$$

$$\text{où } h^{su} = \frac{\mu}{2} \frac{a^{su}}{\sqrt{\sum_t a^{st} \rho^t}} \left( \frac{1}{L^u} - g_c \rho^u \right) \quad (3.10)$$

$h^{su}$  représente la matrice d'écrouissage. Elle est fortement non linéaire, évolue avec les densités de dislocations et dépend de la matrice d'interaction  $a^{su}$ . Elle permet de traduire l'anisotropie de la microstructure avec la déformation.

### ***C. Identification des paramètres matériaux***

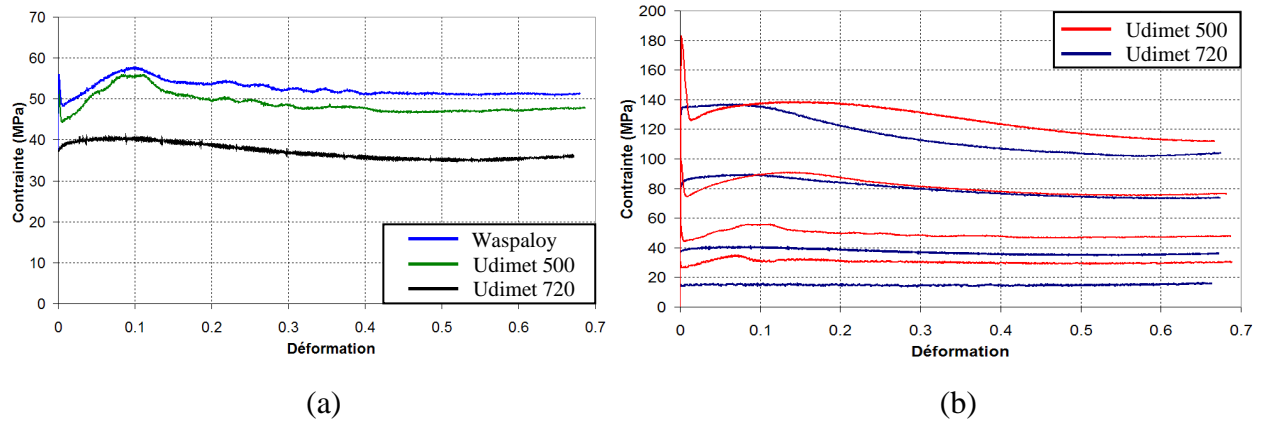
Dans les lois de comportement du modèle cristallin, de nombreux paramètres matériaux doivent être identifiés. Dans le cas de l'Udimet 720, la difficulté réside dans le fait que les modélisations sont effectuées à haute température (~1100 °C) et que le matériau est biphasé. Dans la littérature, il existe assez peu de travaux concernant la déformation des matériaux à haute température (>1000 °C) et encore moins à une échelle mésoscopique. Quant aux matériaux de structure cubique simple, les données mécaniques sont quasi-inexistantes, même à température ambiante.

La bibliographie ne permettant pas d'obtenir beaucoup d'informations, l'identification a été réalisée par une méthode classiquement utilisée, l'approche inverse. La démarche consiste, à comparer les résultats issus d'un modèle de changement d'échelle pour différents trajets de déformation, aux résultats expérimentaux obtenus pour ces mêmes trajets. Dans le modèle de changement d'échelle, la loi de comportement micromécanique est identique à celle implémentée dans CristalECP.

Pour cela, le logiciel d'optimisation Sidolo, développé par Pilvin [PIL98] a été utilisé. L'Udimet 720 étant biphasé, nous avons adopté le modèle d'homogénéisation développé par Evrard *et al.* [EVR08], où le caractère polyphasé est pris en compte par l'intermédiaire de deux lois d'interaction et de deux lois de comportement à l'échelle locale.

Du fait des températures élevées, la caractérisation du comportement mécanique de l'Udimet 720 a été réalisée uniquement par l'intermédiaire d'essais de compression dans différentes conditions thermomécaniques ( $T, \varepsilon$  et  $\dot{\varepsilon}$ ). De manière à dissocier la contribution respective de la matrice  $\gamma$  et des précipités  $\gamma'$  primaires dans le comportement global du matériau, il a été demandé à Aubert & Duval de déterminer la composition chimique de la matrice  $\gamma$ . Les résultats obtenus avec Thermo-Calc<sup>®</sup>, ont montré que la matrice  $\gamma$  de l'Udimet 720 a une composition proche de celle du Waspaloy (au tungstène près) et de l'Udimet 500. Ces deux matériaux étant monophasés à 1100 °C, il a été décidé de réaliser des essais de compression sur ces matériaux, afin d'identifier le comportement mécanique de la matrice  $\gamma$  de l'Udimet 720, et de déduire ainsi les propriétés de la phase  $\gamma'$ .

Les premiers essais de compression ont révélé que le comportement mécanique de l'Udimet 500 et du Waspaloy sont similaires et que la contrainte d'écoulement est supérieure à celle obtenue pour l'Udimet 720 (**Figure 3.2 a**). De ce fait, la suite de l'étude a uniquement été réalisée pour l'Udimet 500, contenant du tungstène comme l'Udimet 720. La **Figure 3.2 b** présente les résultats des essais de compression pour une température de 1100°C et des vitesses de déformation comprises entre  $10^{-1} s^{-1}$  et  $10^{-4} s^{-1}$ .

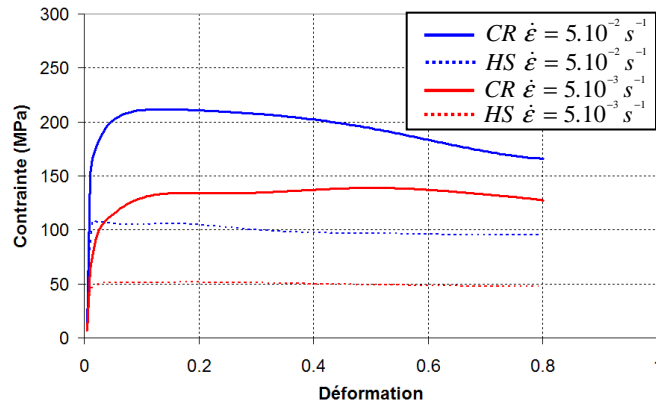


**Figure 3.2 :** (a) courbes d'essais de compression pour l'Udimet 720, l'Udimet 500 et le Waspaloy à 1100 °C pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et (b) comparaison des courbes d'essais de compression de l'Udimet 500 et 720 à 1100 °C et pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1} - 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

On remarque, sur ce graphique que pour l'ensemble des vitesses de déformation, la contrainte d'écoulement obtenue pour l'Udimet 500 est supérieure (ou égale) à celle de l'Udimet 720. Cela est d'autant plus vrai que la vitesse de déformation diminue. Cette observation est surprenante, puisque théoriquement l'Udimet 500 représente la matrice  $\gamma$  de l'Udimet 720, ce dernier possédant en plus des précipités  $\gamma'$  primaires. La phase  $\gamma'$  étant la phase durcissante dans les superalliages base nickel, tout laissait présager que la contrainte d'écoulement pour l'Udimet 500 serait plus faible que celle de l'Udimet 720.

Néanmoins, deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ce comportement mécanique :

- La première concerne le rôle des précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires (intragranulaires et de taille nanométriques) qui fournissent au matériau ses propriétés mécaniques, les précipités  $\gamma'$  primaires servant à éviter la croissance du grain austénitique  $\gamma$ . La question concerne donc la contribution de ces précipités  $\gamma'$  primaires sur les propriétés mécaniques.
- La seconde hypothèse se rapporte à l'effet durcissant des précipités  $\gamma'$  lorsqu'ils sont mis en solution. Il a été évoqué, dans le **Chapitre I**, que l'Udimet 720 est uniquement forgeable de manière subsolvus, puisque la dissolution des précipités  $\gamma'$  primaires entraîne un fort durcissement de la matrice  $\gamma$ . Cela est également visible sur les données d'essais de torsion, fournis par Aubert & Duval **Figure 3.3**, où la limite d'élasticité et la contrainte d'écoulement sont supérieures pour la version « Creep Resistant » de l'Udimet 720 (gros grains et absence de  $\gamma'$  primaires) que pour la version High Strength (petits grains et précipités  $\gamma'$  primaires).



**Figure 3.3 : Comparaison des courbes de torsion de l’Udimet 720 CR et HS à 1100 °C, pour des vitesses de déformation de  $5.10^{-2} s^{-1}$  et  $5.10^{-3} s^{-1}$**

A la vue des résultats et de la difficulté à prédire le comportement mécanique de ces superalliages base nickel aux environs de 1100°C, l’idée de trouver un matériau de référence correspondant à la matrice  $\gamma$  de l’Udimet 720 a été abandonnée.

L’identification a été réalisée dans un premier temps par méthode inverse, à partir du comportement global de l’Udimet 720, en faisant certaines hypothèses sur les paramètres matériaux. Les lois de localisation implémentées dans le programme Sidolo de Evrard *et al.*, de type Berveiller-Zaoui et Cailletaud-Pilvin qui ne prennent pas en compte la viscosité. Cela n’est généralement pas gênant dans le cas de matériaux peu visqueux à température ambiante (tels les aciers), mais cela le devient fortement dans notre cas, où le matériau est fortement visqueux à 1100 °C. Les meilleurs résultats obtenus avec ce programme étant 10 fois supérieurs à ceux obtenus expérimentalement, la méthode inverse n’a pas été utilisée pour l’identification des paramètres matériaux.

Au final, l’identification des paramètres matériaux des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , a été réalisée manuellement, par l’intermédiaire de nombreuses simulations numériques avec le modèle de déformation CristalECP. Pour cela, les calculs ont été effectués sur un agrégat modèle, « représentatif » de la microstructure (et de la texture) de l’Udimet 720.

Le but a été de rechercher la meilleure combinaison de paramètres possible, permettant de reproduire les courbes expérimentales de compression obtenues à 1100°C, pour des vitesses de déformation de  $10^{-1} s^{-1}$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . Les vitesses de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$  et  $10^{-4} s^{-1}$  n’ont pas été prises en compte dans l’identification, puisqu’il a été mis en évidence expérimentalement (**Chapitre II**), qu’un comportement superplastique est fortement probable pour ces vitesses. Pour ce type de comportement, le glissement est de type intergranulaire et les lois de comportement implémentées dans CristalECP permettent uniquement de simuler le glissement intragranulaire, correspondant à un mécanisme de déformation classique.

Certains paramètres ont pu être déterminés expérimentalement ou d’après la bibliographie.

- Les paramètres d'élasticité de la phase  $\gamma$  ( $E = 126 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0,3$ ) et de la phase  $\gamma'$  ( $E = 129 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0,3$ ) ont été estimés à partir des données fournies par Aubert & Duval et de la thèse d'Estevez [EST95].
- Les observations MET sur divers échantillons issus du demi-produit  $\varnothing 254 \text{ mm}$ , ont permis d'accéder à la densité de dislocations initiale pour chaque phase :  $\rho_0^\gamma = 1,2 \cdot 10^8 \text{ mm}^{-2}$  et  $\rho_0^{\gamma'} = 1,2 \cdot 10^7 \text{ mm}^{-2}$ .
- Le vecteur de Burgers provient de la bibliographie :  $b = 2,6 \cdot 10^{-7} \text{ mm}$
- La taille moyenne de grains pour chaque phase est issue des caractérisations par EBSD :  $D^\gamma = 0,01 \text{ mm}$  et  $D^{\gamma'} = 0,003 \text{ mm}$

Les autres paramètres matériaux ont été identifiés par simulations numériques. Certaines hypothèses ont été nécessaires et sont détaillées ci-dessous :

- Dans le cas des hautes températures ( $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ ), il n'existe, à notre connaissance, pas de travaux concernant les valeurs de la matrice  $a^{su}$  pour un matériau CFC. Il donc été supposé que dans ce domaine de température, les interactions sont faibles et identiques, ce qui conduit à une matrice isotrope. Les différents calculs, ont permis de déterminer que le meilleur compromis est obtenu pour des valeurs de  $a^{su}(\gamma) = 8 \cdot 10^{-3}$  et  $a^{su}(\gamma') = 8 \cdot 10^{-5}$ .
- A propos du paramètre  $n$  (inverse de la sensibilité à la vitesse de déformation), les valeurs trouvées dans la littérature pour les superalliages base nickel à des températures supérieures à  $1000^\circ\text{C}$ , sont comprises entre 5 et 10. Les simulations ont permis d'affiner ces valeurs et d'obtenir  $n^\gamma = 4,9$  et  $n^{\gamma'} = 6,2$
- Dans les modèles cristallins, la vitesse de glissement de référence  $\dot{\gamma}_0$ , est généralement comprise entre  $10^{-9}$  et  $10^{-12} \text{ s}^{-1}$ , pour les matériaux à température ambiante. D'après l'équation (3.5), la valeur de  $\dot{\gamma}_0$  dépend de la température et est d'autant plus faible que la température est grande. Les valeurs retenues sont :  $\dot{\gamma}_0^\gamma = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\gamma}_0^{\gamma'} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .
- Du fait du caractère fortement visqueux du matériau à  $1100^\circ\text{C}$ , la friction de réseau est supposée négligeable et les valeurs déterminées numériquement sont :  $\tau_0^\gamma = 2 \text{ MPa}$  et  $\tau_0^{\gamma'} = 5 \text{ MPa}$ .
- Dans le domaine des hautes températures, les courbes expérimentales mettent en évidence un faible écrouissage. Cependant les phénomènes de création et d'annihilation sont thermiquement activés et il a été supposé que beaucoup de dislocations se créent et que simultanément, beaucoup de dislocations sont annihilées.



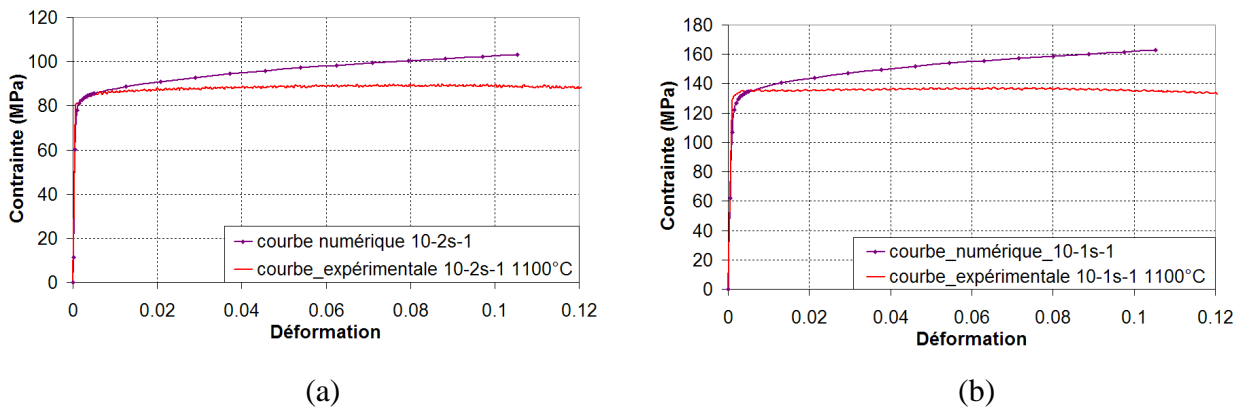
Les paramètres  $k$  et  $g_c$  ont donc été identifiés numériquement et le jeu de paramètres retenu est :  $k = 100$  et  $g_c = 10^{-5} \text{ mm}$  pour les deux phases.

Les différents paramètres matériaux identifiés pour les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  de l'Udimet 720 pour une température de  $1100^\circ\text{C}$ , sont regroupés dans le **Tableau 3.1**.

**Tableau 3.1 : Paramètres matériaux de l'Udimet 720 pour une température de  $1100^\circ\text{C}$**

Paramètres matériaux pour T=1100°C											
	E (GPa)	$\nu$	$a^{su}$	$\dot{\gamma}_0$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$n$	$k$	$g_c$ (mm)	$\tau_0$ (MPa)	$\rho_0$ ( $\text{mm}^{-2}$ )	$D$ (mm)	$b$ (mm)
$\gamma$	126	0,3	$8 \cdot 10^{-3}$	$10^{-4}$	4,9	100	$10^{-5}$	2,0	$1,2 \cdot 10^8$	0,01	$2,6 \cdot 10^{-7}$
$\gamma'$	129	0,3	$8 \cdot 10^{-5}$	$10^{-5}$	6,2	100	$10^{-5}$	5,0	$1,2 \cdot 10^7$	0,003	$2,6 \cdot 10^{-7}$

La **Figure 3.4** montre les résultats de simulations numériques obtenus pour les vitesses de déformation de  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , avec le jeu de paramètres décrit dans le **Tableau 3.1**. On constate sur les graphiques, un très bon accord de la limite d'élasticité entre les courbes expérimentales et numériques, ainsi qu'un écrouissage surestimé pour les courbes simulées. Ce phénomène est volontaire, car nécessaire dans le cadre du couplage séquentiel. Une explication détaillée est proposée dans la **partie IV** de ce chapitre.



**Figure 3.4 : Comparaison des courbes expérimentales et simulées à l'issue de l'identification : (a)  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et (b)  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$**

#### D. Réalisation des agrégats et conditions limites

Les simulations numériques avec des modèles cristallins nécessitent l'utilisation d'agrégats polycristallins dont la microstructure numérique doit représenter le plus fidèlement possible celle du matériau étudié. Pour réaliser ces agrégats, il existe deux méthodes :

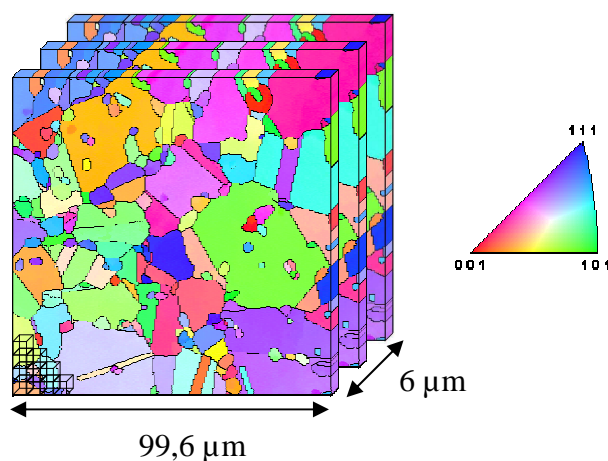
- La première consiste à générer une microstructure théorique, à partir de statistiques issues de caractérisations microstructurales (microscopie optique, MEB, EBSD...).

- La seconde repose sur l'utilisation de microstructures réelles. Actuellement, il existe plusieurs techniques pour obtenir la microstructure d'un matériau en 2D ou en 3D (EBSD, microtomographie X...). La technique la plus répandue et permettant d'avoir un excellent compromis temps/résultat, est la méthode EBSD. Elle permet de recueillir l'orientation cristallographique, la morphologie et la localisation spatiale des grains. Il est ainsi possible d'étudier l'influence du voisinage des grains (texture locale) mais également de la texture globale.

De manière à décrire le plus finement possible la microstructure complexe de l'Udimet 720, les agrégats numériques ont été réalisés à partir de cartographies d'orientations cristallographiques, obtenues par EBSD. L'effet de voisinage est très important, en vue de reproduire l'évolution microstructurale par recristallisation dynamique.

Les agrégats numériques sont obtenus en superposant plusieurs couches de grains, où chaque couche correspond à une microstructure 2D obtenue par EBSD et extrudée de manière à obtenir un volume. Le maillage élément finis est directement basé sur le pas d'acquisition EBSD et c'est donc la finesse de la microstructure, qui définit la « taille du problème numérique ». De manière à obtenir un bon compromis entre temps et précision des calculs, il est utilisé des éléments à interpolation linéaire et intégration réduite (C3D8R). Les agrégats numériques utilisés dans le cadre de la thèse sont décrits en détail dans la **partie IV**. Un des agrégats est représenté sur la **Figure 3.5** afin d'illustrer la méthode.

L'agrégat numérique de la **Figure 3.5** est composé de trois couches de grains identiques, provenant d'une cartographie EBSD de  $99,6 \times 99,6 \mu\text{m}^2$ , avec un pas d'acquisition de  $0,6 \mu\text{m}$ . Chacune des couches est extrudée sur  $2 \mu\text{m}$ , de manière à donner une épaisseur au maillage. Au total, l'agrégat est constitué de 82668 éléments.

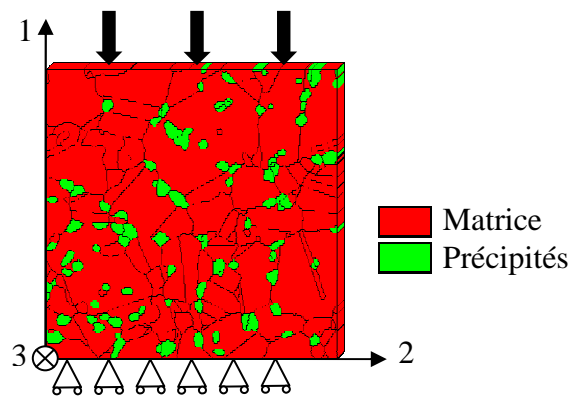


**Figure 3.5 : Exemple de construction d'un agrégat numérique avec microstructure réelle**

En chaque élément du maillage, il est attribué l'orientation cristallographique obtenue par EBSD et définie par son triplet d'angles d'Euler  $(\varphi_1, \varphi_2, \varphi_3)$ , une densité de dislocation initiale

$\rho_0$  identique pour tous les systèmes de glissement d'un grain, un indice de phase, les paramètres matériaux, la loi de comportement et la loi d'évolution des densités de dislocations.

De manière à représenter le procédé de forgeage, les conditions limites utilisées pour les modélisations, sont proches de la compression simple (**Figure 3.6**). Pour cela, la sollicitation en compression est imposée dans la direction 1, sur la face supérieure ( $\bar{n} = 1$ ), tandis que la face inférieure ( $\bar{n} = -1$ ) est bloquée dans cette direction ( $u_1 = 0$ ). Afin d'éviter que l'agrégat flambe lors de la compression, la face arrière ( $\bar{n} = 3$ ) est bloquée dans la direction 3 ( $u_3 = 0$ ). Enfin un point de cette face est bloqué dans les directions 1 et 2 ( $u_1 = u_2 = 0$ ), de manière à éviter toute rotation de corps rigide.



*Figure 3.6 : Conditions limites des simulations numériques*

### ***E. Exemple de résultats et intérêt pour la recristallisation dynamique discontinue***

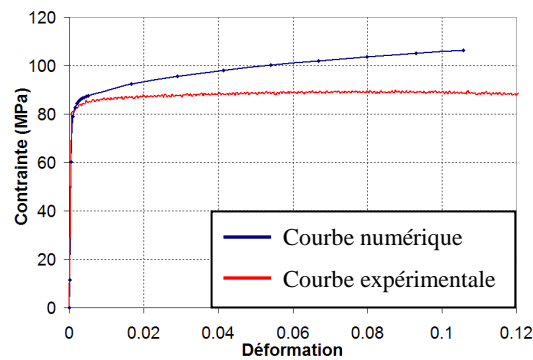
Le but de cette partie n'est pas d'analyser l'ensemble des champs mécaniques locaux (déformation, contrainte, systèmes de glissements activés...), mais uniquement de montrer l'intérêt du modèle CristalECP, pour modéliser la recristallisation dynamique. A cet égard, les évolutions microstructurales ainsi que les hétérogénéités de densité de dislocations, obtenues après déformation, sont examinées.

Remarque : De manière à étudier l'évolution microstructurale à l'issue de la déformation, il est nécessaire de pouvoir tracer les cartographies d'orientations cristallographiques. Pour cela, un programme a été développé et permet de déterminer le triplet d'angles d'Euler ( $\varphi_1, \varphi_2, \varphi_3$ ) pour chaque élément de l'agrégat, à partir de la matrice de rotation. Un fichier de données est ainsi généré. Il est compatible avec le programme OIM Analysis®, qui permet de retracer dans la **configuration non déformée**, les cartographies d'orientations cristallographiques.

Par la suite, ce programme a été amélioré afin de pouvoir tracer avec OIM Analysis®, l'ensemble des champs mécaniques obtenus à l'issue des calculs Abaqus®. L'intérêt est double :

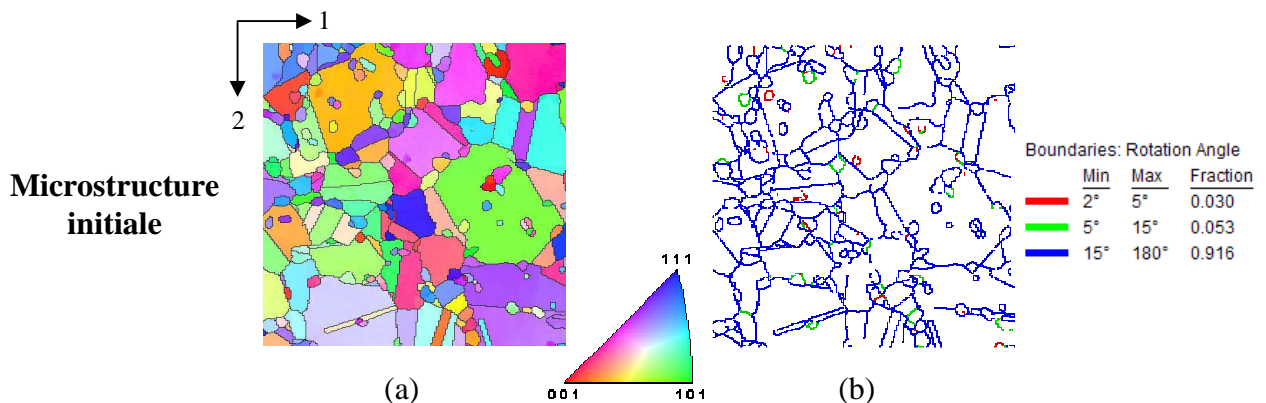
- Pouvoir tracer les joints de grains sur les cartographies des différents champs mécaniques (contraintes, déformations, densités de dislocations...). Cela permet par exemple de visualiser où apparaissent les localisations et de déterminer si elles sont plutôt intergranulaires ou intragranulaires.
- Utiliser le même logiciel de post-traitement et de visualisation, pour les étapes de déformation et de recristallisation. En effet, dans le cadre de la thèse d'Erieau [ERI03], des programmes de post-traitement ont été mis au point, afin d'analyser les résultats de recristallisation avec OIM Analysis.

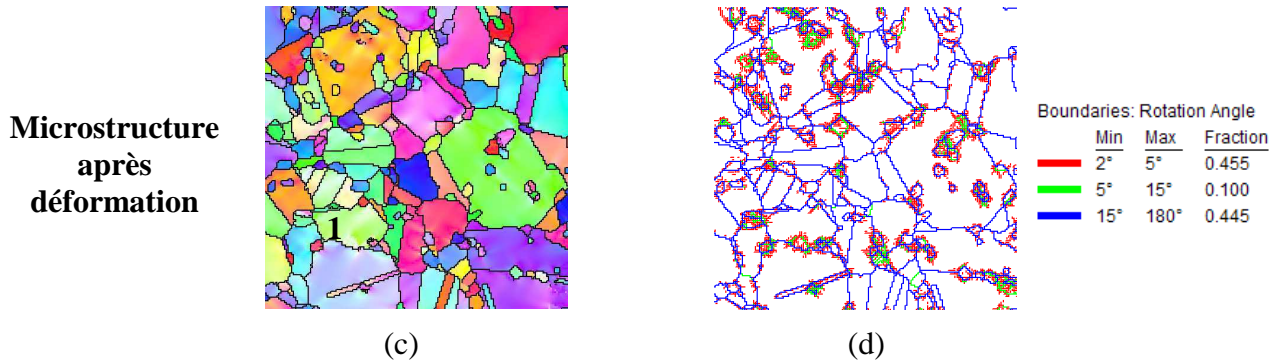
Les résultats exposés, sont ceux de la couche intermédiaire de l'agrégat **Figure 3.5**, après une déformation de 10 % à une vitesse de  $10^{-2} s^{-1}$ . La **Figure 3.7** correspond à la superposition des courbes de compression expérimentale et numérique, où l'on observe que l'entrée en plasticité est très bien décrite par le modèle, puisque l'érouissage est légèrement surestimé par rapport à la courbe expérimentale. Cet écart est volontaire et répond aux besoins du couplage séquentiel pour modéliser la recristallisation dynamique.



**Figure 3.7 :** Comparaison des courbes expérimentales et numériques, après une déformation de 10% pour une vitesse de déformation de  $10^{-2} s^{-1}$

Au cours de la déformation, la microstructure évolue par rotation du réseau cristallin et pour des déformations suffisamment importantes, on peut observer l'apparition de désorientations intragranulaires (**grain 1 Figure 3.8 c**) et la formation de sous-joints **Figure 3.8 d**. Ces deux phénomènes sont caractéristiques de microstructures à l'état déformé.

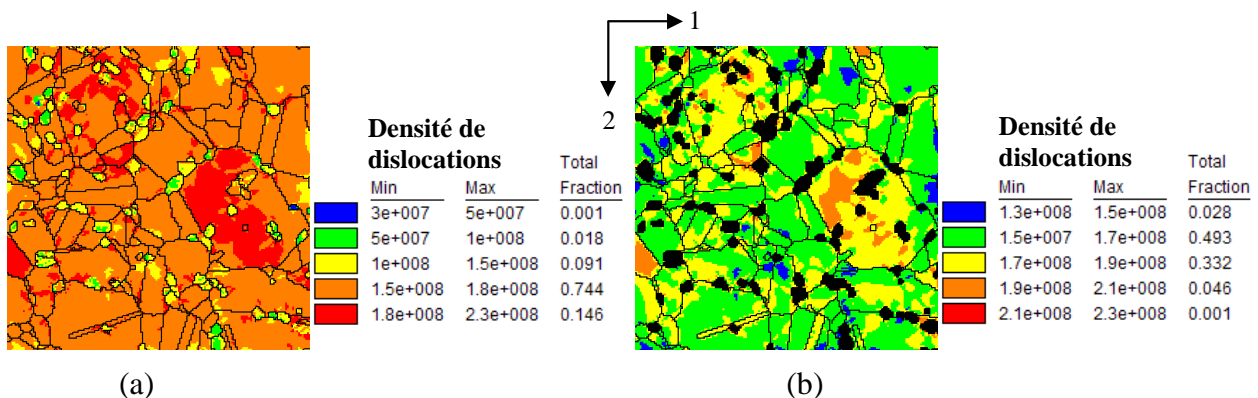




**Figure 3.8 : Cartographies d'orientations cristallographiques (a et c) et de joints de grains (b et d) respectivement avant et après déformation**

Les gradients d'orientations cristallographiques obtenus par le modèle de déformation sont primordiaux, puisqu'ils peuvent favoriser la migration des joints de grains lors de l'étape de croissance. Pour les sous-joints, il a été mis en évidence dans la partie expérimentale (**Chapitre II**), que pour de mêmes conditions thermomécaniques,  $f_{LAB}$  évolue au cours de la déformation. Cela est lié à la recristallisation dynamique et la comparaison des valeurs de  $f_{LAB}$  obtenues expérimentalement et numériquement est essentielle afin de pouvoir valider l'approche numérique.

Pour ce calcul, la densité de dislocations initiale des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  correspond aux valeurs identifiées par MET et présentées dans le **Tableau 3.1**. Chaque grain d'une même phase a une densité de dislocations initialement identique, mais devient hétérogène à l'issue de la déformation, comme on peut le remarquer sur la **Figure 3.9 a**. Dans le cas de l'Udimet720, la recristallisation dynamique ne concerne que les grains austénitiques  $\gamma$ , d'où l'intérêt d'étudier plus finement les densités de dislocations de cette phase (**Figure 3.9 b**).



**Figure 3.9 : Cartographies de densités de dislocations de la microstructure globale (a) et uniquement de la matrice  $\gamma$  (b)**

Au final, ce sont ces hétérogénéités d'orientations cristallographiques et de densité de dislocations, qui vont permettre la recristallisation de la microstructure. Les résultats de l'étape de recristallisation pour cette cartographie, sont présentés dans la **partie III**, traitant du modèle de recristallisation RecUPS.

### ***F. Transfert des données vers le modèle de recristallisation***

Dans le cadre du couplage séquentiel, les résultats obtenus à l'issue de l'étape de déformation, doivent être transférés vers le modèle de recristallisation. Ce dernier est basé sur la méthode des automates cellulaires (**voir partie III**), où les données à attribuer à chaque site du maillage sont :

- La nouvelle orientation cristallographique (calculée à partir de la matrice de rotation).
- L'énergie stockée (calculée à partir de la densité de dislocations totale  $E_{stockée} = \frac{1}{2} \mu b^2 \rho$ )
- Un numéro de phase

Dans le modèle de recristallisation, chaque site correspond à un élément fini Abaqus. De ce fait, le fichier de données généré après déformation est directement utilisé en entrée de la recristallisation, ce qui permet de n'avoir aucune perte d'informations lors du transfert. L'orientation cristallographique, ainsi que l'énergie stockée étant définies en chaque site, les hétérogénéités obtenues après déformation sont parfaitement transférées.

## **III ) Le modèle de recristallisation RecUPS**

### ***A. Présentation générale du modèle des Automates Cellulaires***

Le modèle utilisé lors de la thèse, provient du laboratoire LPCES de l'Université Paris 11. Il a initialement été développé par Solas *et al.* [SOL01], en vue de simuler la recristallisation statique. La méthode consistait à coupler un modèle de déformation N-site (méthode d'homogénéisation) et un modèle de recristallisation basé sur la méthode Monte Carlo. Cette simulation de la recristallisation statique a été améliorée lors de la thèse d'Erieau [ERI03], où la partie déformation est réalisée par éléments finis, avec le modèle cristallin CristalECP. L'avantage était d'une part d'utiliser des microstructures réelles pour les calculs et d'autre part d'avoir une meilleure précision des résultats grâce à la méthode éléments finis. Avec le modèle N-Site, la forme de tous les éléments est identique (parallélépipèdes), ce qui induit une « rigidité » du maillage plus importante que la méthode des éléments finis. En particulier, il n'est pas possible de prévoir les localisations de déformation, correspondant aux bandes de déformation.

Pour simuler la recristallisation dynamique discontinue, la méthode des Automates Cellulaires (AC) apparaît plus appropriée que celle de Monte Carlo (MC). L'avantage majeur de cette méthode est de ne pas être une approche probabiliste, contrairement à la méthode Monte Carlo.

Pour la recristallisation, cela a un impact important lors de l'étape de germination. Dans le cas des Automates Cellulaires, l'ensemble des sites de la microstructure est testé de proche en

proche et si les conditions sont favorables, alors il y a germination. Avec une méthode Monte Carlo, seul un nombre de sites, fixé par l'utilisateur et déterminé par tirage aléatoire est testé.

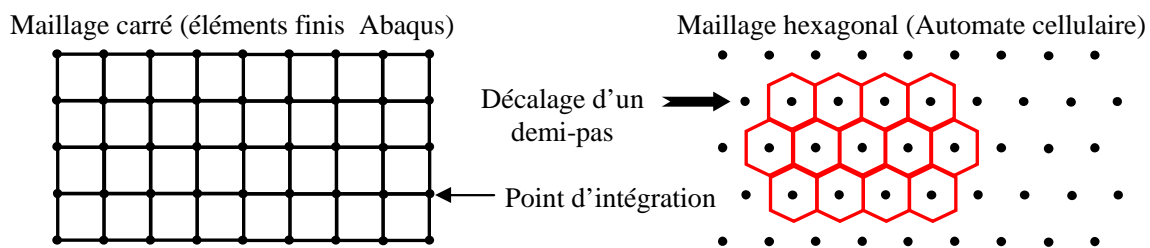
Un autre intérêt (secondaire) de la méthode concerne la mise à jour de la microstructure, qui est réalisée à la fin de chaque pas AC et non instantanément, comme c'est le cas avec une méthode MC.

Lors de la caractérisation microstructurale (**Chapitre II**), il a été mis en évidence que la recristallisation dynamique de l'Udimet 720 est de type discontinu. De ce fait, le mécanisme est de type germination-croissance. Les améliorations apportées pour simuler la recristallisation dynamique par rapport à la recristallisation statique, sont présentées dans la **partie C**.

### ***B. Maillage, conditions limites et mise en données des calculs***

Après déformation avec CristalECP, les résultats sont tracés dans la configuration non déformée, correspondant à un maillage carré (en 2D). Cependant, ce maillage ne peut pas être directement utilisé pour la recristallisation, puisque la simulation Automate cellulaire 2D (mais également Monte Carlo 2D) nécessite l'utilisation d'un maillage hexagonal. Dans le cas d'un maillage carré, il existe un fort effet du maillage, impliquant des directions préférentielles de croissance suivant X et Y.

La méthode utilisée ici pour obtenir un maillage hexagonal, consiste donc à prendre le maillage carré issu de l'étape de déformation et à décaler une ligne sur deux d'un demi-pas comme illustré sur la **Figure 3.10**.



**Figure 3.10 : Obtention du maillage hexagonal pour la recristallisation à partir du maillage carré après déformation**

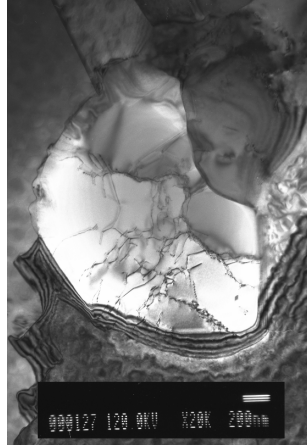
Pour la recristallisation, chaque hexagone correspond à un « site AC », où les données initiales ont déjà été décrites dans la **partie II.F** et sont :

- la nouvelle orientation cristallographique obtenue après déformation,
- l'énergie stockée calculée à partir de la densité de dislocations,
- un numéro de phase.

Enfin, de manière à éviter les artefacts de recristallisation en bordure de la cartographie, des conditions limites de type miroir ont été utilisées. Cela consiste à définir un voisin virtuel, tel qu'il n'y ait aucune mobilité avec les sites en bordures.

### C. Lois de comportement

La caractérisation microstructurale de l'Udimet 720 a mis en évidence que la matrice  $\gamma$  évolue par l'intermédiaire d'un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue. De plus, lors des observations MET, il a été remarqué que les précipités  $\gamma'$  primaires restaurent, comme le montre la **Figure 3.11**.



**Figure 3.11 : Exemple de précipité  $\gamma'$  primaire restauré**

Pour reproduire numériquement l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 lors du forgeage, le caractère biphasé de la microstructure a été pris en compte et des processus de germination-croissance et de restauration ont été implémentés.

#### 1. Recristallisation

##### (a) Germination

Dans le modèle, il est considéré que la germination se produit dans les sites possédant l'énergie stockée la plus importante. De manière à reproduire la recristallisation dynamique discontinue, seuls les sites à proximité d'un joint de grains, c'est-à-dire avec une interface fortement désorientée et une forte énergie de joints de grains, peuvent germer. L'énergie stockée est calculée à partir de la densité de dislocations totale en chaque élément après déformation, suivant l'équation :

$$E_{stockée} = \frac{1}{2} \mu b^2 \rho \quad (3.11)$$

De manière à identifier les sites pouvant germer, tous les sites de la microstructure sont visités de proche en proche et lorsque l'équation (3.12) est vérifiée, alors le site est considéré comme un germe. Dans ce cas, l'orientation cristallographique du site reste identique, mais l'énergie stockée attribuée au site est  $2 \cdot 10^{-5} \text{ mJ} / \text{mm}^3$ . Cette valeur d'énergie stockée équivaut à une densité de dislocations  $\rho_1 = 1,2 \cdot 10^4 \text{ mm}^{-2}$ , correspondant à l'ordre de grandeur d'un matériau « bien recristallisé ».



$$E_{stockée}^s \geq E_{seuil} \quad (3.12)$$

Avec  $E_{seuil}$  l'énergie seuil déterminée par l'utilisateur.

**(b) Croissance**

Pour qu'il y ait croissance, il faut se trouver en présence d'un germe, d'un site recristallisé ou bien d'un site tel que  $E_{stockée} < E_{limite}$ . Cette valeur  $E_{limite}$  a été introduite dans le modèle, afin que des grains légèrement déformés, mais dont la densité de dislocations est faible, puissent croître. Dans le cadre du couplage séquentiel, cela permet par exemple à des grains recristallisés au cycle N-1, puis légèrement déformés à l'étape de déformation du cycle N, de continuer à croître lors de l'étape de recristallisation N.

La croissance est traitée par l'intermédiaire de l'équation (3.13), où la vitesse d'une interface (sous-joint ou joint de grains) dépend de la mobilité  $M$  de l'interface et de la force motrice  $\Delta E^s$ .

$$V = -M \Delta E^s \quad (3.13)$$

Dans la méthode des Automates Cellulaires, chacun des sites est étudié en regard de ses six voisins, de manière à déterminer la direction de croissance. Pour chaque site, il est donc calculé 6 mobilités d'interfaces ainsi que 6 forces motrices et la croissance a lieu dans la direction où la force motrice  $\Delta E$  est la plus élevée.

La mobilité de l'interface entre les sites  $s$  et  $s'$  s'exprime à l'aide de l'équation suivante :

$$M^{ss'} = M_m \left[ 1 - \exp \left( - \left( \frac{\theta^{ss'}}{10} \right)^3 \right) \right] \quad (3.14)$$

Avec  $\theta^{ss'}$  la désorientation cristallographique entre les sites  $s$  et  $s'$  et  $M_m$  la mobilité moyenne pour un joint de grains de forte désorientation. Le coefficient « 10 » au dénominateur a été identifié, de manière à obtenir une forte mobilité pour les joints de grains et une faible mobilité pour les sous-joints, correspondant à ce qui est observé expérimentalement. Il est important de noter que dans les simulations, les joints de phases (interfaces  $\gamma/\gamma'$ ) sont considérés immobiles.

La force motrice  $\Delta E^s$  correspond à la variation d'énergie du système, entre l'état initial et l'état final, si la réorientation est acceptée (**Figure 3.12**).

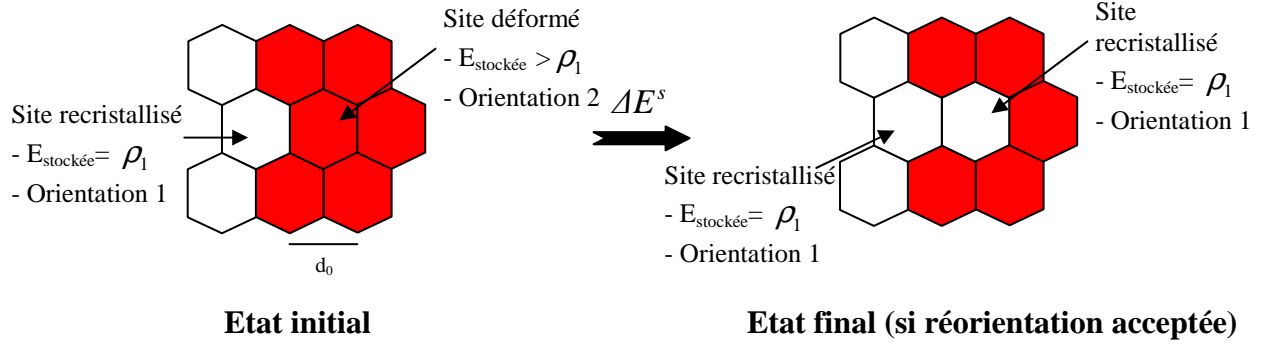


Figure 3.12 : Schéma illustrant le calcul de la force motrice  $\Delta E^s$

Pour chaque site, il y a donc 6 forces motrices à calculer, du fait des 6 voisins. La force motrice pour un site  $s$  est donnée par l'équation :

$$\Delta E^s = \Delta E_{gb}^s + \Delta E_{stockée}^s \quad (3.15)$$

où  $\Delta E_{gb}^s$  est la variation d'énergie de joint de grains et  $\Delta E_{stockée}^s$  la variation d'énergie stockée, entre l'état initial et final.

L'énergie de joints de grains ( $E_{gb}^s$ ) dépend de la désorientation ( $\theta$ ) entre un site donné et ses 6 voisins :

$$E_{gb}^s = \frac{1}{d_0} \sum_{s'} \gamma^{ss'} \quad (3.16)$$

$d_0$  correspond à la taille d'un site et  $\gamma^{ss'}$  est l'énergie de joint de grains entre les sites  $s$  et  $s'$ , qui est donnée par l'équation de Read & Shockley :

$$\gamma^{ss'} = \begin{cases} \gamma_m \frac{\theta^{ss'}}{\theta^*} \left[ 1 - \ln \left( \frac{\theta^{ss'}}{\theta^*} \right) \right] & \text{si } \theta^{ss'} \leq \theta^* \\ \gamma_m & \text{si } \theta^{ss'} > \theta^* \end{cases} \quad (3.17)$$

où  $\gamma_m$  représente l'énergie de joint de grains pour les fortes désorientations et  $\theta^*$  est l'angle critique (désorientation théorique distinguant les sous-joints des joints de grains) pris égal à  $15^\circ$  dans les modélisations.

Une fois les 6 valeurs de force motrice calculées, seule la réorientation correspondant à la force motrice la plus élevée est conservée. Si cette force motrice est positive, la réorientation n'est pas acceptée et dans le cas contraire, la vitesse de l'interface est calculée à partir de l'équation (3.13).

Dans les simulations, l'unité de référence est le pas AC, noté  $N$ . A chaque pas, il est associé à un pas de temps  $t_{inc}$ , qui dépend du nombre de pas AC et du temps total de la simulation  $t$ , tel que :

$$t_{inc} = \frac{t}{N} \quad (3.18)$$

Durant un incrément de temps  $t_{inc}$ , le joint de grains se déplace d'une distance  $d$ . Cette distance est comparée à la taille initiale d'un site  $d_0$ , ce qui donne la probabilité de réorientation  $P$  :

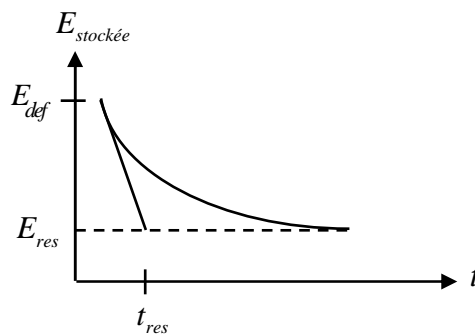
$$P = \frac{d}{d_0} = \frac{-M \Delta E^s t_{inc}}{d_0} \quad (3.19)$$

Cette probabilité  $P$  est comparée à un nombre aléatoire compris entre 0 et 1 et si elle est supérieure, alors la réorientation est acceptée. Le nombre est aléatoire et non fixé, de manière à éviter les évolutions du type « tout ou rien ».

Enfin, lorsque la probabilité de réorientation a été calculée pour chaque site, la microstructure est mise à jour. Cette mise à jour correspond à l'évolution microstructurale durant un incrément de temps  $t_{inc}$  et est égal à un pas AC. L'incrément de temps  $t_{inc}$  doit être faible, de sorte que  $d$  reste petit comparativement à  $d_0$ . C'est cette condition qui détermine le nombre de pas AC ainsi que l'incrément de temps  $t_{inc}$ .

## 2. Restauration

D'un point de vue numérique, la restauration peut être perçue comme la diminution de l'énergie stockée d'un site non recristallisé. De manière à simuler simplement ce phénomène, la décroissance de l'énergie en fonction du temps, suit une loi exponentielle décroissante comme schématisée **Figure 3.13**. Sur ce graphique,  $E_{def}$  et  $E_{res}$  correspondent à l'énergie stockée après déformation et à l'énergie stockée pour des temps longs.



**Figure 3.13 : Schéma de la loi de restauration**

Dans le modèle de recristallisation RecUPS, la relation cinétique permettant de reproduire la restauration est du type :

$$E_{stockée}(t_n) = E_{stockée}(t_{n-1}) \exp\left(-\frac{t_{inc}}{t_{res}}\right) \quad (3.20)$$

Où  $E_{stockée}(t_n)$  et  $E_{stockée}(t_{n-1})$  sont respectivement les énergies stockées aux instants  $t_n$  et  $t_{n-1}$  et  $t_{res}$  est une constante de temps caractérisant la vitesse de restauration. Plus la valeur de  $t_{res}$  est petite et plus la restauration est rapide.

#### D. Identification des paramètres de calcul

L'identification des paramètres du modèle a été effectuée en se basant sur la bibliographie, en réalisant de nombreuses simulations et en analysant la validité des microstructures obtenues. Le jeu de paramètres choisi est celui qui conduit après simulation (déformation+recristallisation) à une microstructure proche de celle obtenue expérimentalement.

Pour la recristallisation de la phase  $\gamma$ , les valeurs choisies sont données dans le **Tableau 3.2**. La valeur de  $E_{limite}$  équivaut à la densité de dislocations initiale de la matrice  $\gamma$  (**Tableau 3.1**), afin de considérer qu'un site est dans un état « déformé » uniquement si sa densité de dislocations est supérieure à celle de l'état initial. Les valeurs de  $\gamma$  et de  $M$  sont déduites des simulations, en prenant garde d'être du même ordre de grandeur que les valeurs présentes dans la bibliographie pour d'autres matériaux. Enfin, pour la germination, la valeur de  $E_{seuil}$  dépend des agrégats (microstructures) et des conditions de déformation lors des calculs avec CristalECP ( $\varepsilon, \dot{\varepsilon}$ ). Généralement, elle est calculée de manière à représenter 90 % de la densité de dislocations maximale après déformation.

**Tableau 3.2 : Valeur des paramètres de recristallisation pour la phase  $\gamma$  utilisés pour la simulation**

	Paramètres de recristallisation			
	$E_{limite}$ (mJ / mm <sup>3</sup> )	$E_{seuil}$ (mJ/mm <sup>3</sup> )	$\gamma$ (mJ/mm <sup>2</sup> )	$M$ (mm <sup>4</sup> /mJ/s)
<b>Matrice <math>\gamma</math></b>	0,15	variable	$2,5 \cdot 10^{-4}$	$10^{-2}$

Pour la restauration de la phase  $\gamma'$ , les valeurs sélectionnées sont données dans le **Tableau 3.3**. Il a été considéré que l'énergie stockée aux temps longs, équivaut à la densité de dislocations initiale des précipités  $\gamma'$  (**Tableau 3.1**), à savoir  $\rho = 1,2 \cdot 10^7 \Leftrightarrow E = 0,02 \text{ mJ} / \text{mm}^3$ . Concernant la constante de temps  $t_{res}$ , la valeur est déterminée en fonction des conditions de déformation avec CristalECP. Le but est d'obtenir la même échelle de temps  $t$  pour les étapes de déformation et de recristallisation. Dans le cadre du couplage séquentiel, les étapes de déformation avec CristalECP sont effectuées pour une déformation de 5% à une vitesse de

$10^{-2} s^{-1}$ , ce qui implique une durée totale de recristallisation de 5 secondes. La valeur de  $t_{res}$  a également été fixée à 5 secondes, pour tendre rapidement vers l'état stationnaire.

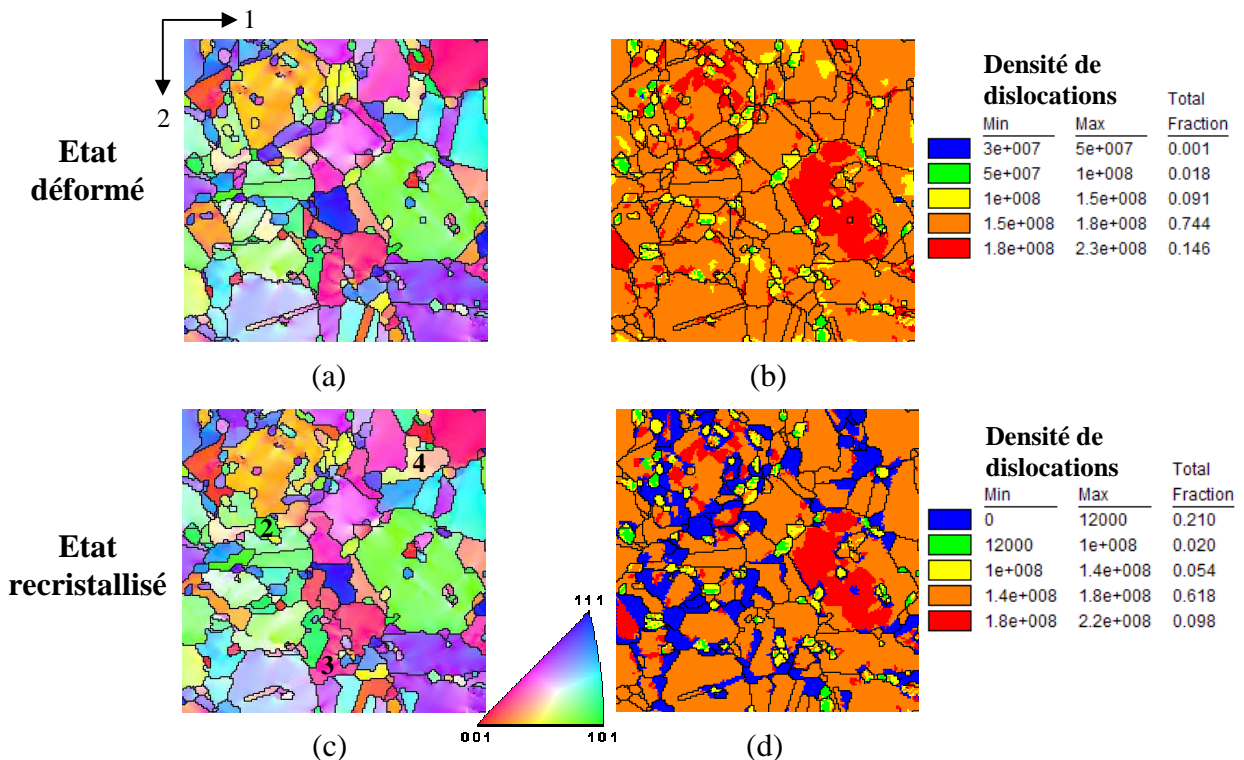
**Tableau 3.3 : Valeur des paramètres de restauration utilisés pour la simulation**

	Paramètres de restauration	
	$E_{res}$ ( $mJ / mm^3$ )	$t_{res}$ (s)
Précipités $\gamma'$	0,02	5

**E. Exemples de résultats**

En sortie du modèle de recristallisation, des fichiers de données compatibles avec le programme OIM sont générés, ce qui permet d'étudier l'évolution microstructurale au cours du temps. Il est ainsi possible d'analyser quantitativement les résultats, en s'intéressant notamment à la texture, à la distribution de désorientation, à la taille de grains, à la fraction de grains recristallisés et à leur localisation dans la microstructure.

Pour illustrer l'évolution microstructurale à l'issue de la recristallisation, il a été réalisé une simulation, à partir de la microstructure à l'état déformé présentée dans la **partie II.E**. Les résultats obtenus sont présentés sur la **Figure 3.14**.



**Figure 3.14 : Cartographies d'orientations cristallographiques (a et c) et de densité de dislocations (b et d) respectivement après déformation et après recristallisation**

Après recristallisation, on note sur la cartographie **Figure 3.14 d** que la densité de dislocations est fortement hétérogène et que la fraction de grains recristallisés ( $\rho = 1,2 \cdot 10^4 \text{ mm}^{-2}$ ) est de 21%. Un des intérêts d'examiner la cartographie de densité de dislocations après recristallisation est de pouvoir localiser les grains qui ont recristallisé. En comparant les cartographies entre les états déformé (**a et b**) et recristallisé (**c et d**), on remarque que l'évolution microstructurale est significative. Certains grains ont grossi et sont exempts de dislocations (**grain 2, Figure 3.14 c**), tandis que d'autres conservent un état déformé, avec un gradient d'orientations cristallographiques (**grain 3, Figure 3.14 c**). Enfin, on observe que certains grains possèdent une partie recristallisée et une autre déformée, tel le **grain 4 (Figure 3.14 c)**.

### ***F. Transfert des données***

Pour réaliser le couplage séquentiel, les résultats obtenus à l'issue de l'étape de recristallisation, sont transférés vers le modèle de déformation CristalECP. Les données initiales à attribuer en chaque élément du maillage sont :

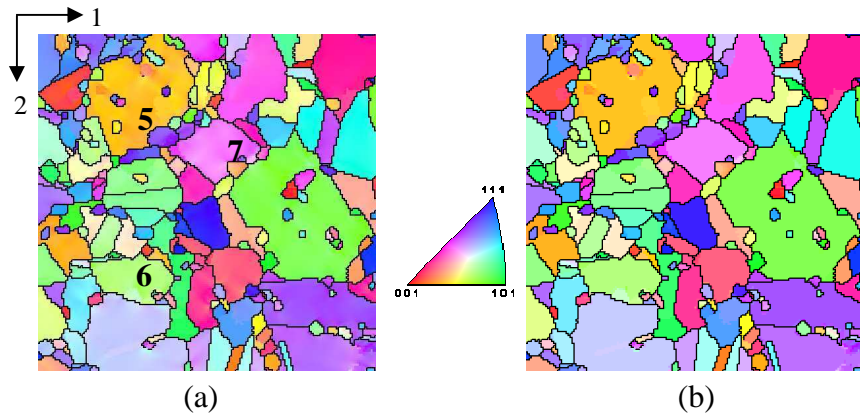
- La nouvelle orientation cristallographique obtenue après recristallisation
- La densité de dislocations
- Le numéro de phase

Malheureusement, les particularités du modèle de déformation font que les fichiers de données générés lors de la recristallisation ne sont pas directement exploitables. En effet, à l'issue de la recristallisation, l'orientation cristallographique est différente en chaque site, alors qu'en entrée du modèle de déformation, elle est différente uniquement entre les grains. Tous les éléments d'un même grain possèdent initialement une orientation cristallographique identique.

Dans le cadre du couplage séquentiel, cela est contraignant si l'on veut reproduire l'évolution microstructurale au cours du forgeage, il est primordial de conserver lors du transfert recristallisation-déformation, les sous-structures (sous-joints) créées auparavant.

Le transfert de données entre les modèles de recristallisation et de déformation est effectué par l'intermédiaire du programme OIM. La méthode permettant de conserver au maximum la sous-structure des grains, consiste à considérer que toute cristallite possédant une désorientation supérieure à  $1^\circ$  doit être considérée comme un grain dans le modèle de déformation. Pour cela, il suffit d'utiliser une tolérance angulaire égale à  $1^\circ$  dans OIM.

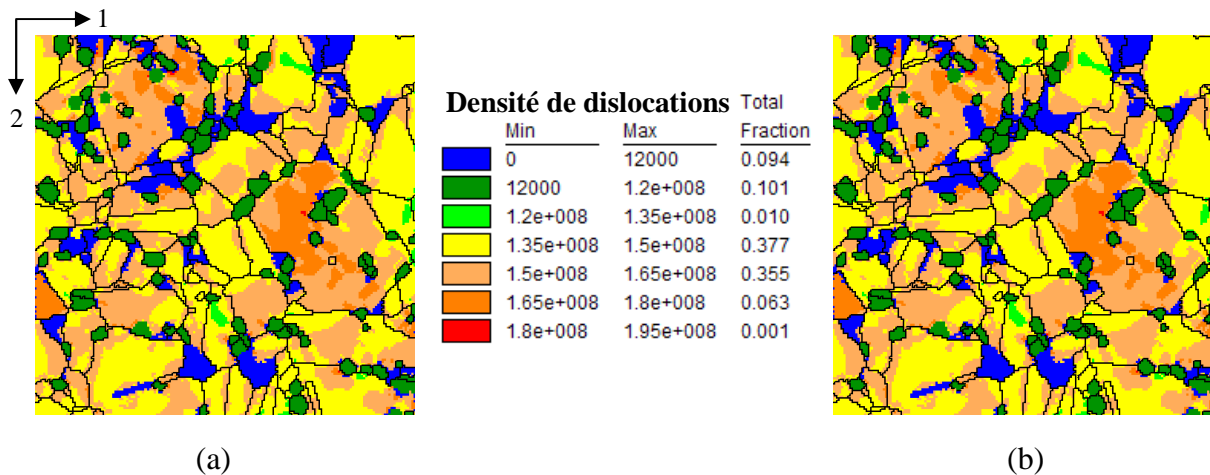
La **Figure 3.15**, montre les cartographies d'orientations cristallographiques, après recristallisation et après mise en données dans le modèle de déformation. On remarque que les microstructures sont similaires, avec la prise en compte des sous-structures pour la déformation (**grains 5 et 6**). On note cependant, que certains gradients d'orientations ont disparu lors du transfert, comme pour le **grain 7** par exemple. Cela provient du fait que les désorientations de proche en proche sont inférieures au degré et donc non conservées.



**Figure 3.15 : Cartographies d’orientations cristallographiques : (a) après recristallisation et (b) après mise en données dans le modèle de déformation**

Au final, la description des sous-structures n’est pas parfaite, mais peut être considérée comme satisfaisante. Pour l’améliorer, il faudrait utiliser une tolérance plus faible ( $< 1^\circ$ ) dans OIM, mais cela engendrerait des calculs beaucoup plus lourds et donc plus longs.

Concernant la seconde variable à transférer, à savoir la densité de dislocations, cela est beaucoup plus simple. En effet, elle est définie pour chaque élément du maillage dans le modèle de déformation, comme dans le cas de la recristallisation. De ce fait, le transfert entre les modèles est direct et sans perte d’informations. Cela est visible sur la **Figure 3.16**, où les cartographies après recristallisation et après mise en données dans le modèle de déformation, sont parfaitement identiques.



**Figure 3.16 : Cartographies de densités de dislocations : (a) après recristallisation et (b) après mise en données dans le modèle de déformation**

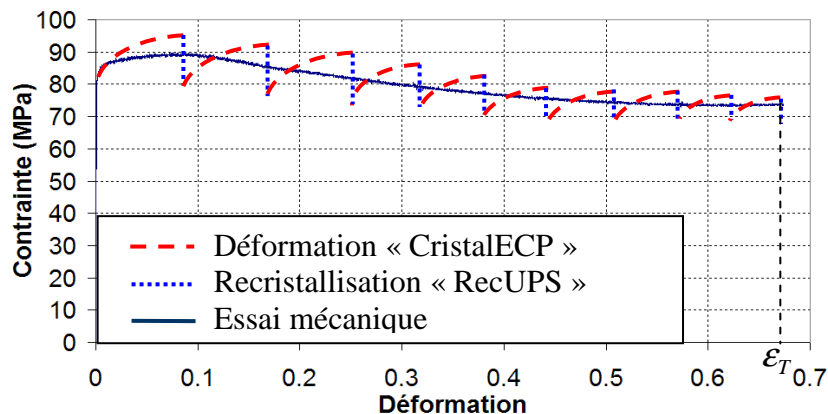
En conclusion, le transfert de données du modèle de recristallisation vers le modèle de déformation est un peu compliqué, mais la quasi-totalité des informations est conservée.

## IV ) Le couplage séquentiel

### A. Présentation de l'approche séquentielle

De manière à reproduire l'évolution microstructurale de l'Udimet 720 lors du forgeage, une approche numérique, permettant de simuler la recristallisation dynamique discontinue, a été développée. La méthode, consiste à coupler de manière séquentielle, les modèles de déformation (CristalECP) et de recristallisation (RecUPS), présentés précédemment. Pour obtenir numériquement la bonne évolution microstructurale, il est primordial de déterminer soigneusement les séquences à réaliser avec chacun des deux modèles (taux de déformation pour le modèle de déformation et fraction recristallisée, pour le modèle de recristallisation).

Pour cela, il a été choisi d'utiliser les courbes expérimentales de compression comme référence et le couplage séquentiel est considéré comme satisfaisant, lorsque les courbes expérimentales et simulées sont proches. La **Figure 3.17**, présente de manière théorique, les différentes étapes de déformation et de recristallisation à réaliser, dans le cadre du couplage séquentiel.



**Figure 3.17 : Illustration des différentes étapes du couplage séquentiel**

On remarque sur ce graphique, que la méthode consiste à osciller autour de la courbe expérimentale de compression. Cela traduit le fait que lors de la recristallisation, l'énergie stockée diminue et par conséquent, la contrainte d'écoulement également. Pour rester proche de la courbe d'essai tout au long du couplage séquentiel, il est donc nécessaire, que le modèle de déformation surestime légèrement l'écrouissage, par rapport à celui obtenu expérimentalement.

Pour la déformation, il a été choisi d'utiliser un taux de déformation identique pour toutes les étapes de déformation. Celui-ci a été fixé à 5% et cela pour plusieurs raisons :

- Si  $\epsilon > 5\%$ , les oscillations de contrainte macroscopiques sont plus éloignées de la courbe expérimentale. De plus, pour une même déformation totale  $\epsilon_T$ , l'évolution microstructurale se produit moins régulièrement, puisqu'il y a moins d'étapes de recristallisation.



- Si  $\varepsilon < 5\%$ , le gradient de densité de dislocations dans la microstructure est faible, ce qui provoque une évolution microstructurale de type « tout ou rien ». Dans ce cas, il est très difficile de contrôler la fraction de grains recristallisés.

Remarque : La valeur de l'incrément de déformation employé ici, est directement liée aux paramètres matériaux utilisés dans le modèle de déformation CristalECP (**Tableau 3.1**). Il est très probable que pour d'autres jeux de paramètres, le taux de déformation optimal  $\Delta\varepsilon_{opt}$  soit différent.

Enfin, concernant la déformation totale  $\varepsilon_T$  pouvant être réalisée avec le couplage séquentiel, il n'y a pas de limitation théorique maximale. Cependant, du point de vue pratique, l'approche séquentielle nécessite un certain temps utilisateur et de calculs. De ce fait, la déformation totale maximale, dépend du temps que l'utilisateur est prêt à consacrer aux simulations et de la périodicité des étapes.

Dans notre étude, le couplage séquentiel a été réalisé jusqu'à une déformation totale  $\varepsilon_T$  de 50%, car cela correspond à la déformation maximale réalisée lors des essais de compression. L'incrément de déformation optimal  $\Delta\varepsilon_{opt}$  étant de 5%, il a donc été effectué 10 étapes de déformation et 10 étapes de recristallisation. La combinaison d'une étape de déformation et d'une étape de recristallisation, est nommée un cycle.

## ***B. Les agrégats utilisés***

Lors de la caractérisation microstructurale du demi-produit  $\varnothing 254mm$ , il a été mis en évidence que le matériau est hétérogène. Ce dernier comporte des zones à gros grains (10-15  $\mu m$ ) et gros précipités  $\gamma'$  primaires (2-5  $\mu m$ ) et des zones de précipitation fine et dense, composées de petits grains (2-5  $\mu m$ ) et petits précipités (2-3  $\mu m$ ). Dans le but d'étudier l'évolution microstructurale pour ces deux types de régions, deux agrégats ont été réalisés, à partir de cartographies EBSD du demi-produit et représentatives de ce genre de microstructures.

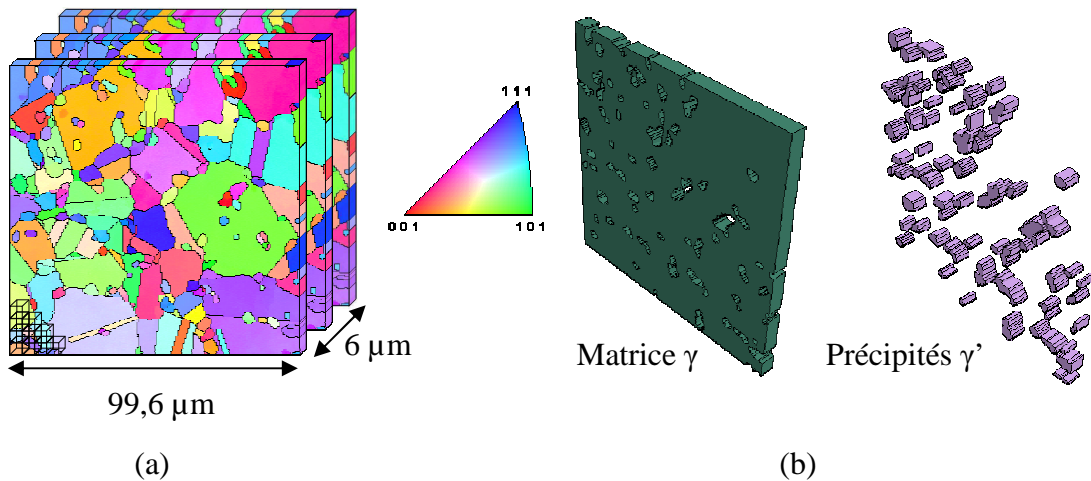
### ***1. Agrégat 1***

L'agrégat 1 a été construit à partir d'une cartographie EBSD, représentant une région à gros grains et gros précipités  $\gamma'$  primaires. L'intérêt était d'une part d'étudier le premier type de microstructure et d'autre part de réaliser un agrégat modèle. Pour cela, il a été utilisé une cartographie EBSD de dimensions raisonnables, 99,6 x 99,6  $\mu m^2$ , où il est facile de discerner les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , à partir de leur taille de grains.

Dans la **partie II.D**, il a été évoqué que le maillage élément finis est régulier et directement déduit du pas d'acquisition EBSD. L'Udimet 720 étant un matériau biphasé avec une disparité de taille de grains importante entre la phase  $\gamma$  (10-15 $\mu m$ ) et la phase  $\gamma'$  (2-5  $\mu m$ ), le pas d'acquisition EBSD est basé sur la taille de grains des précipités  $\gamma'$ . Cela afin de bien décrire l'ensemble de la microstructure. Le meilleur compromis trouvé entre le nombre d'éléments et la

finesse de la description, correspond à un pas d'acquisition de  $0,6 \mu\text{m}$ , permettant d'obtenir au minimum 9 éléments dans un précipité  $\gamma'$  de  $2 \mu\text{m}$ .

Au final, l'agrégat 1 est constitué de 3 couches d'éléments identiques, provenant de la même cartographie EBSD (**Figure 3.18**). Chacune des couches est extrudée sur  $2 \mu\text{m}$ , de manière à donner une épaisseur au maillage. Au total, l'agrégat 1 est composé de 82 668 éléments.



**Figure 3.18 :** (a) Construction de l'agrégat 1 à partir de la cartographie EBSD d'une région à gros grains  $\gamma$  et gros précipités  $\gamma'$  primaires et (b) localisation des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  dans l'agrégat

Du fait d'un nombre d'éléments raisonnable et d'une microstructure relativement simple, cet agrégat a été utilisé afin de mettre au point le couplage séquentiel.

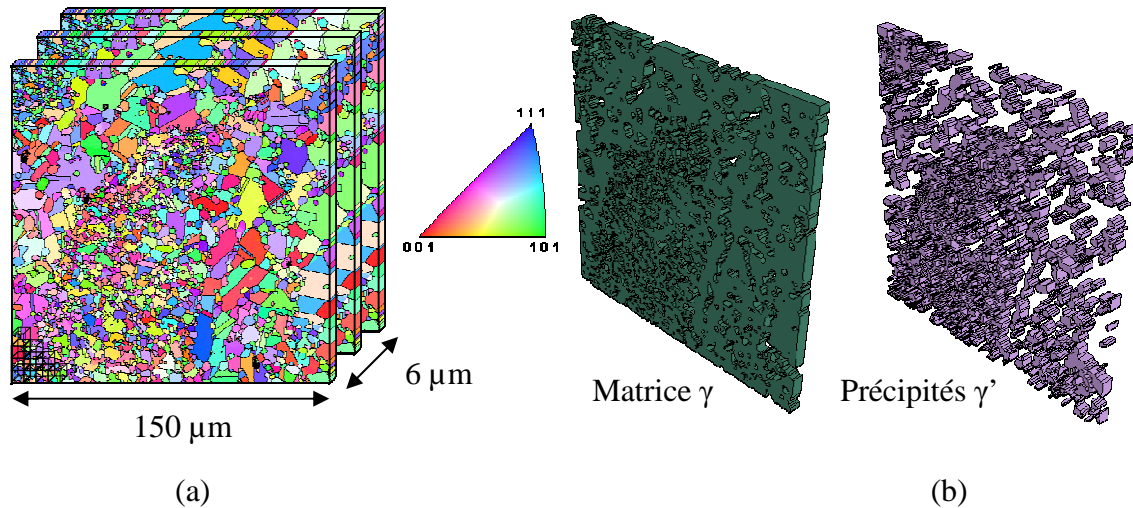
## 2. Agrégat 2

L'agrégat 2 a été réalisé à partir d'une cartographie EBSD contenant une bande de précipitation fine et dense. Ces bandes mises en évidence dans la partie expérimentale, sont constituées de grains et de précipités d'orientations cristallographiques proches (texture marquée) et sont néfastes aux ultrasons. L'objectif était donc d'étudier au cours du couplage séquentiel, l'évolution des champs mécaniques locaux et de la microstructure dans la bande, puis d'étudier les différences de comportement par rapport aux régions à gros grains et gros précipités. Le but final est de déterminer si ces bandes de précipitation fine et dense recristallisent ou non et si oui, si cela se produit avant ou après les autres régions de la microstructure.

Dans la cartographie EBSD utilisée pour construire l'agrégat 2, la bande de précipitation fine et dense n'est pas fortement texturée. Il n'a pas été possible d'utiliser ce type de bandes pour les modélisations, puisque la distinction des phases est réalisée manuellement grain par grain et il est très difficile de dissocier les petits grains des petits précipités, lorsque l'orientation cristallographique est proche. Nous avons donc travaillé sur une bande faiblement texturée.

La bande utilisée possède donc une fraction de sous-joints non négligeable, ainsi que les bonnes caractéristiques morphologiques pour chaque phase. Ceci tend à supposer que le comportement doit être proche de celui d'une bande texturée.

L'agrégat 2 a été réalisé de la même façon que l'agrégat 1, à savoir 3 couches d'éléments identiques, chacune extrudée sur  $2\ \mu\text{m}$ , pour donner de l'épaisseur au maillage. Pour l'agrégat 2 les dimensions sont  $150 \times 150\ \mu\text{m}^2$  et le pas d'analyse toujours de  $0,6\ \mu\text{m}$ . Au final l'agrégat 2 est composé de 187 500 éléments.



**Figure 3.19 :** (a) Construction de l'agrégat 2 à partir d'une cartographie EBSD contenant une bande de précipitation fine et dense et (b) localisation des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$

### C. Construction des agrégats au cours du couplage séquentiel

Les agrégats 1 & 2 présentés ci-dessus, correspondent aux agrégats utilisés pour la première étape de déformation. Ils sont uniquement utilisés en entrée du modèle de déformation, puisque le modèle de recristallisation ne fonctionne qu'en 2D (**partie II**). De ce fait, lors de la recristallisation, la microstructure d'entrée ne peut être qu'une des couches de l'agrégat à l'état déformé.

Bien qu'il soit possible de faire recristalliser successivement les 3 couches de l'agrégat déformé, cette méthode est à exclure pour construire le nouvel agrégat, car elle génère des erreurs. En effet, à l'issue de l'étape de déformation, il existe une hétérogénéité de champs mécaniques dans l'épaisseur de l'agrégat, liée aux conditions limites. Lors de la recristallisation, cela entraîne des évolutions microstructurales différentes pour chacune des couches et si ces 3 couches sont superposées pour construire le nouvel agrégat, il existe alors une discontinuité aux interfaces, qui engendre des contraintes internes supplémentaires.

La méthode employée afin de construire le nouvel agrégat, consiste alors à superposer trois fois la même couche obtenue à l'issue de la recristallisation (**Figure 3.20**). Pour ce faire, la couche intermédiaire est choisie, ce qui se justifie par le fait qu'aucune condition limite n'est directement appliquée sur cette couche et donc que ce sont les couches voisines qui permettent d'appliquer des champs mécaniques plus réalistes.

Le nouvel agrégat possède donc les mêmes dimensions, le même nombre d'éléments et les mêmes conditions limites que le précédent. Seules l'orientation cristallographique et la densité de dislocations en chaque élément varient.

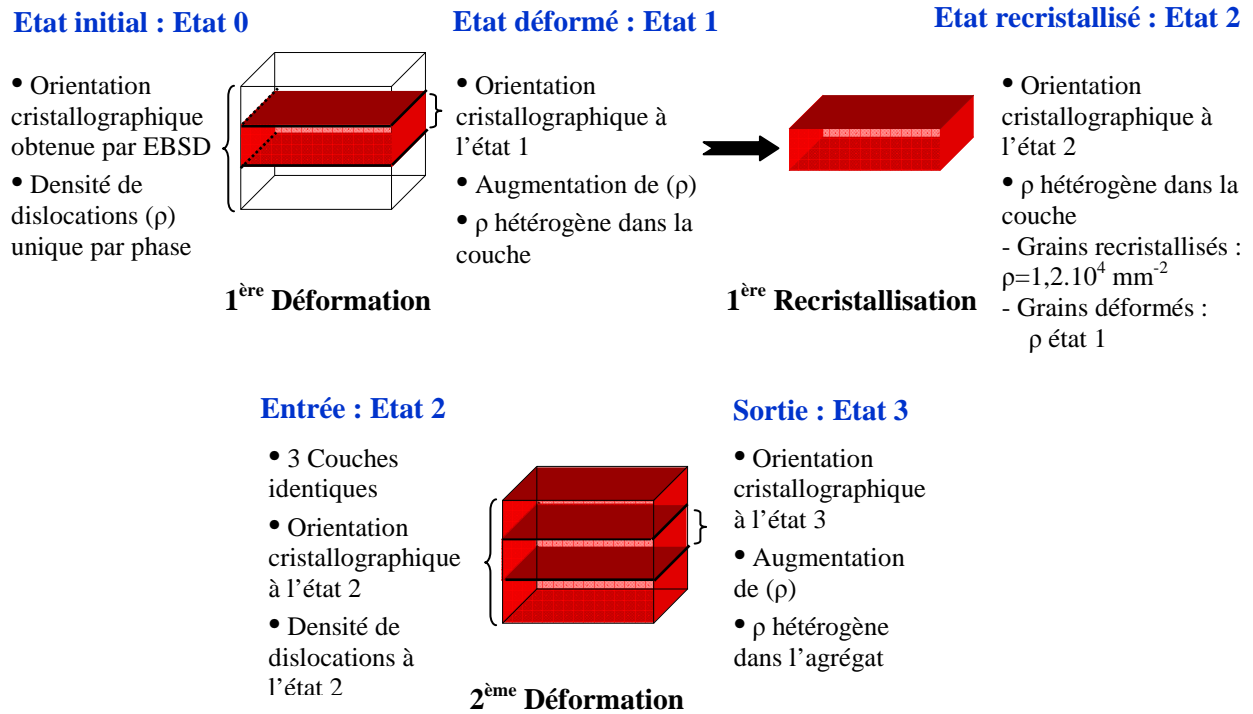


Figure 3.20 : Schéma descriptif de la réalisation des agrégats au cours du couplage séquentiel

## D. Les résultats

Dans cette partie, les résultats des simulations numériques obtenus pour les agrégats 1 et 2 sont présentés, afin de montrer l'évolution de la microstructure et des champs mécaniques locaux, au cours du couplage séquentiel. Dans les deux cas, l'évolution microstructurale ayant lieu à  $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ , pour une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , a été simulée.

Le couplage séquentiel a été effectué jusqu'à une déformation totale  $\varepsilon_T$  de 50 %, nécessitant la réalisation de 10 cycles déformation-recristallisation. Ce grand nombre de cycles implique de nombreux résultats et, dans cette partie, seules quelques étapes ont été sélectionnées, afin de présenter les instants importants.

### 1. Agrégat 1

Rappelons que la mise au point de l'approche séquentielle, ainsi que l'identification des paramètres du modèle de recristallisation, ont été réalisées à partir de cet agrégat.

Dans le couplage séquentiel, toutes les étapes de déformation sont similaires ( $\varepsilon = 5\%$ ), mais ce n'est pas le cas pour les étapes de recristallisation. La seule variable identique pour les étapes de recristallisation, est le temps de recristallisation (équivalent au temps de déformation de 5 secondes). En fonction de l'énergie stockée dans la microstructure après déformation, la fraction de grains recristallisés varie d'un cas à l'autre. Pour l'Agrégat 1, les fractions de grains recristallisés aux différentes étapes de recristallisation du couplage séquentiel, sont regroupées dans le **Tableau 3.4**. La valeur de  $E_{seuil}$  utilisée pour les simulations avec l'Agrégat 1 est de  $0,27 \text{ mJ/mm}^3$ .

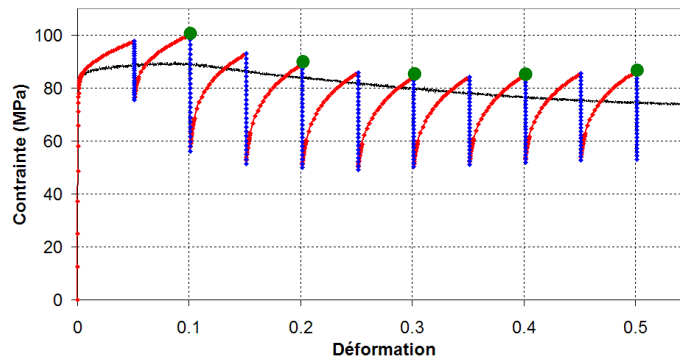
**Tableau 3.4 : Fraction de grains recristallisés aux différentes étapes de recristallisation du couplage séquentiel de l'agrégat 1**

	<i>Rec1</i>	<i>Rec2</i>	<i>Rec3</i>	<i>Rec4</i>	<i>Rec5</i>	<i>Rec6</i>	<i>Rec7</i>	<i>Rec8</i>	<i>Rec9</i>	<i>Rec10</i>
<b>Fraction de grains recristallisés (%)</b>	<b>9,4</b>	<b>27,9</b>	<b>30,0</b>	<b>31,3</b>	<b>31,3</b>	<b>29,7</b>	<b>28,6</b>	<b>28,2</b>	<b>27,4</b>	<b>28,1</b>

Les données ci-dessus, montrent d'une part, que la fraction de grains recristallisés est nettement inférieure pour la première étape de recristallisation et, d'autre part, qu'elle est voisine pour les autres étapes. Cela signifie que l'énergie stockée dans la microstructure après 5% de déformation est à un état intermédiaire et qu'à partir de 10% de déformation, pour chaque étape de déformation, la densité de dislocations des grains déformés atteint la valeur de saturation, d'où une fraction recristallisée voisine.

**(a) Evolution microstructurale**

Lors du couplage séquentiel, l'évolution microstructurale est considérée comme satisfaisante, lorsque les courbes contrainte-déformation expérimentale et simulée sont proches. Sur la **Figure 3.21**, il est présenté la courbe de couplage séquentiel après 50% de déformation, ainsi que la courbe expérimentale. Pour la courbe numérique, les parties en rouge correspondent aux étapes de déformation et celles en bleu à la recristallisation.

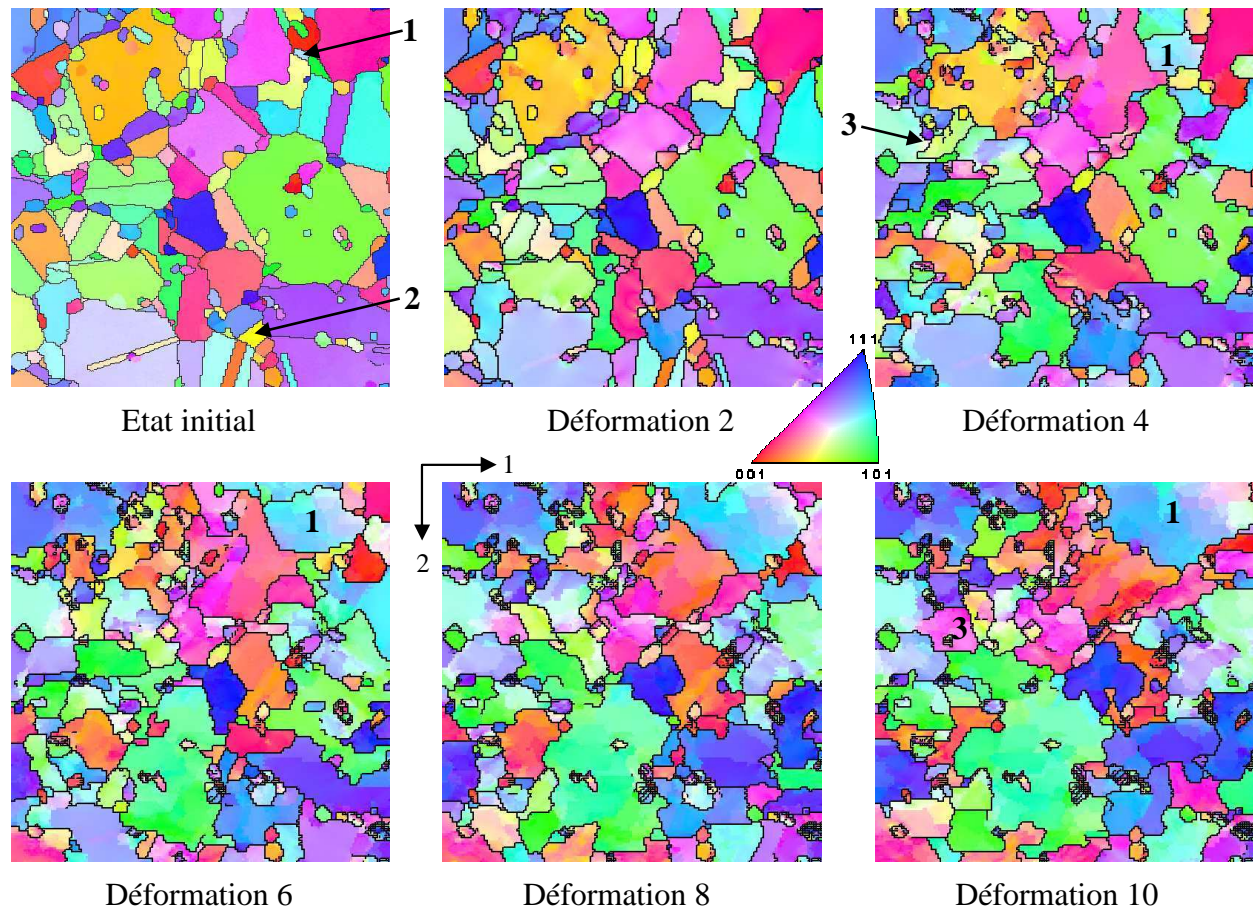


**Figure 3.21 : Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentale et simulée de l'agrégat 1**

Concernant la courbe numérique, il ne faut s'intéresser qu'aux points obtenus à l'issue des étapes de déformation. On remarque ainsi sur la **Figure 3.21**, que la courbe numérique est proche de la courbe expérimentale et que l'allure est globalement bien reproduite. Ce résultat est « très » satisfaisant, puisque sans aucun changement de paramètres au cours du couplage séquentiel, il a été possible de reproduire un léger écrouissage suivi d'un adoucissement, avant d'obtenir un état stationnaire après quelques cycles.

Concernant l'évolution microstructurale au cours du couplage séquentiel, il est impossible de montrer l'ensemble des résultats, du fait du très grand nombre de cartographies. Il

a été choisi de montrer uniquement les cartographies d'orientations cristallographiques de l'état initial et après les déformations 2, 4, 6, 8 et 10 (points verts sur la **Figure 3.21**). Les résultats sont présentés sur la **Figure 3.22**.

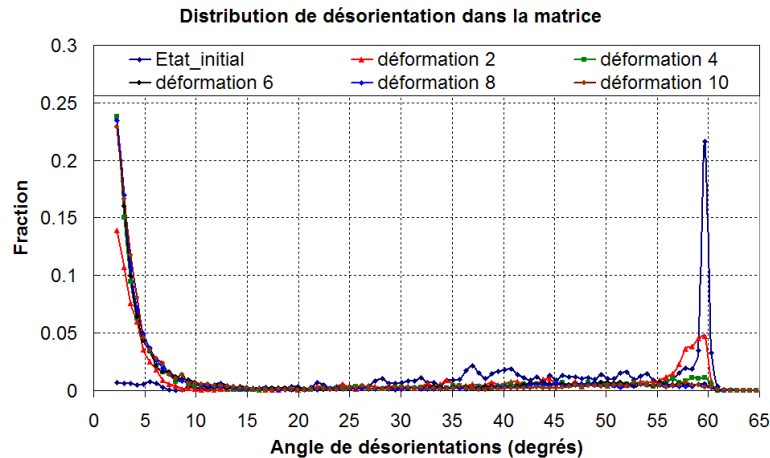


**Figure 3.22 : Evolution microstructurale de l'Agrégat 1 au cours du couplage séquentiel**

On remarque sur la **Figure 3.22**, que l'évolution microstructurale est significative. Certains grains se développent fortement au sein de la microstructure (**grain 1**), tandis que d'autres disparaissent rapidement (**grain 2**), sous l'influence de la croissance de leurs voisins. Une observation intéressante, concerne l'apparition de nouveaux grains, dont l'orientation cristallographique ne faisait pas partie de la distribution d'orientations initiale. C'est le cas du grain 3, qui a été obtenu par désorientation progressive, jusqu'à formation d'un grain : une légère désorientation intragranulaire est visible à la déformation 4, désorientation qui s'accroît et qui se propage dans le grain parent (déformation 6 et 8), jusqu'à former un grain presque totalement fermé à la déformation 10. Ce phénomène montre bien l'extrême importance de prendre en compte les sous-structures (sous-joints) lors du couplage séquentiel, afin de pouvoir faire évoluer leurs désorientations et obtenir ainsi de nouveaux grains.

En complément de ces observations qualitatives, il a été tracé la distribution de désorientations de la matrice  $\gamma$ , pour ces différentes étapes (**Figure 3.23**). La première chose dont on s'aperçoit sur ce graphique, c'est la forte diminution de la fraction de désorientations à  $60^\circ$ . Cela est dû à la disparition des macles  $\Sigma 3$ , s'expliquant par deux facteurs complémentaires :

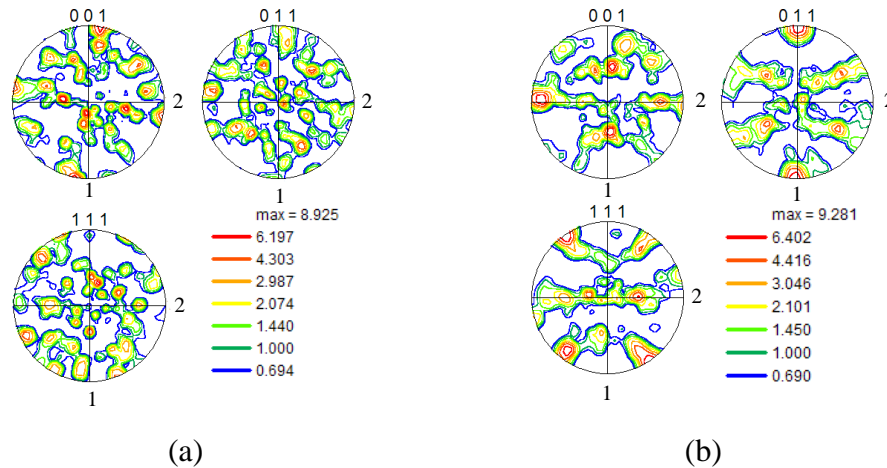
- Lors des étapes de déformation, l'orientation cristallographique des grains de part et d'autre d'un joint de macle évolue, ce qui provoque la perte de la relation de macle. Les joints de macle initialement présents dans la microstructure, deviennent ainsi des joints de grains fortement désorientés classiques.
- Dans le modèle de recristallisation, le maclage n'est pas introduit et il n'y a donc pas création de macles  $\Sigma 3$  au cours du couplage séquentiel.



**Figure 3.23 : Distribution des désorientations de l'agrégat 1 au cours du couplage séquentiel**

Cette diminution de la fraction de désorientations à  $60^\circ$  s'accompagne d'une augmentation de  $f_{LAB}$  ( $<15^\circ$ ). On note que dès la déformation 4, il n'y a plus de macles  $\Sigma 3$  et que  $f_{LAB}$  devient stationnaire. Ce résultat n'est malheureusement pas en accord avec ce qui a été observé expérimentalement dans le **chapitre II**. En effet, il a été mis en évidence lors de la caractérisation microstructurale, que  $f_{LAB}$  augmente jusqu'à  $\varepsilon = 0,2$ , puis qu'elle diminue par la suite ( $\varepsilon = 0,6$ ). Numériquement, il aurait donc fallu obtenir une augmentation de  $f_{LAB}$  jusqu'à la déformation 4, puis une diminution pour les déformations ultérieures. Seule la première partie est obtenue par le couplage séquentiel et cela est peut être lié au fait que trop de sous-joints sont créés lors de la déformation, ou que pas assez sont annihilés lors de la recristallisation. Il serait intéressant de déterminer de nouveaux jeux de paramètres pour le modèle de recristallisation, puis d'analyser l'évolution de  $f_{LAB}$  au cours du couplage séquentiel.

Enfin, pour terminer l'analyse de l'évolution microstructurale, les textures cristallographiques initiale et obtenue à l'issue du couplage séquentiel ont été comparées. On remarque sur la **Figure 3.24**, que la texture cristallographique évolue fortement et qu'un renforcement des pôles  $\{110\}$  parallèles à l'axe de sollicitation est observé à l'issue du couplage. Ce type de résultat est caractéristique de ce qui est observé expérimentalement en compression. Cependant, en recristallisation dynamique discontinue, on n'observe pas de texture cristallographique et le fait qu'une texture se développe au cours de la simulation provient probablement du fait que le maclage n'est pas introduit dans le modèle.



**Figure 3.24 : Evolution de la texture cristallographique au cours du couplage séquentiel : (a) état initial et (b) après 10 cycles**

### **(b) Evolution des champs mécaniques**

L'avantage du couplage séquentiel et, plus particulièrement, l'utilisation d'un modèle éléments finis pour la déformation, réside dans le fait de pouvoir analyser les champs mécaniques locaux (déformation, contrainte, densité de dislocations...) après chaque étape de déformation.

- Dans un premier temps, quelques résultats obtenus à l'issue de la première étape de déformation sont présentés. Le but est d'illustrer l'hétérogénéité de champs mécaniques après déformation et de montrer la différence de comportement entre les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ .
- Dans un second temps, l'évolution des champs mécaniques au cours du couplage séquentiel est examinée.

Remarque : Concernant les distributions de champs mécaniques présentées par la suite, les cartographies associées figurent en **Annexe E**

### **❖ Analyse des champs mécaniques après la première étape de déformation**

Dans cette partie, il s'agit d'étudier les hétérogénéités locales de champs mécaniques après déformation, induites par la différence d'orientation cristallographique, de taille de grains et de répartition de phase  $\gamma'$ .

Pour la recristallisation dynamique discontinue, une des variables importante est l'énergie stockée, calculée à partir de la densité de dislocations. Dans nos simulations, la densité de dislocations est initialement homogène par phase et elle devient fortement hétérogène après déformation, comme on peut l'observer sur la **Figure 3.25**.



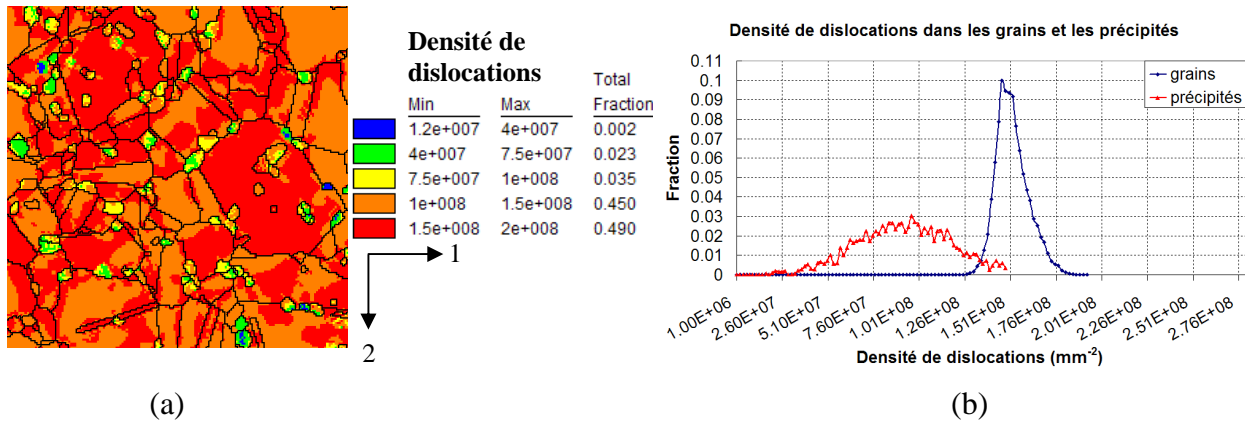


Figure 3.25 : (a) Cartographie et (b) distribution de la densité de dislocations globale après la première étape de déformation

On remarque pour les précipités  $\gamma'$ , que la densité de dislocations est inférieure à celle des grains  $\gamma$ , mais que la distribution est plus large, ce qui traduit une hétérogénéité plus importante. L'intérêt de tracer la distribution de densité de dislocations est de connaître rapidement l'hétérogénéité au sein de chaque phase. Cependant, cela ne donne pas d'information topologique et ne permet donc pas de prédire quelles régions sont susceptibles de recrystalliser. Pour cela, il est nécessaire de tracer les cartographies de densité de dislocations, telles la **Figure 3.25 a**. Dans notre cas, puisque seule la matrice  $\gamma$  recrystallise, il est préférable de tracer la cartographie de densité de dislocations uniquement pour cette phase (**Figure 3.26**). Cela permet de mieux représenter l'hétérogénéité de densité de dislocations.

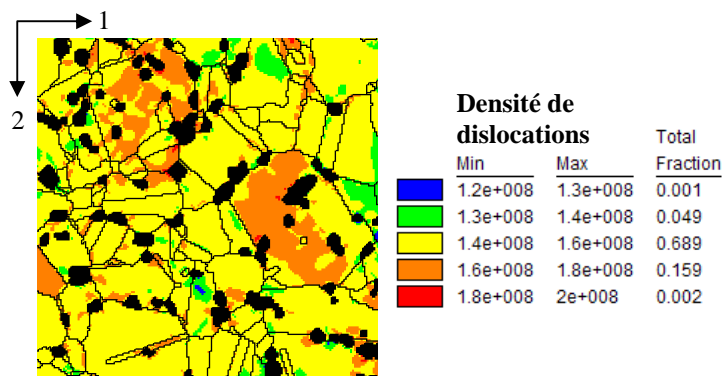
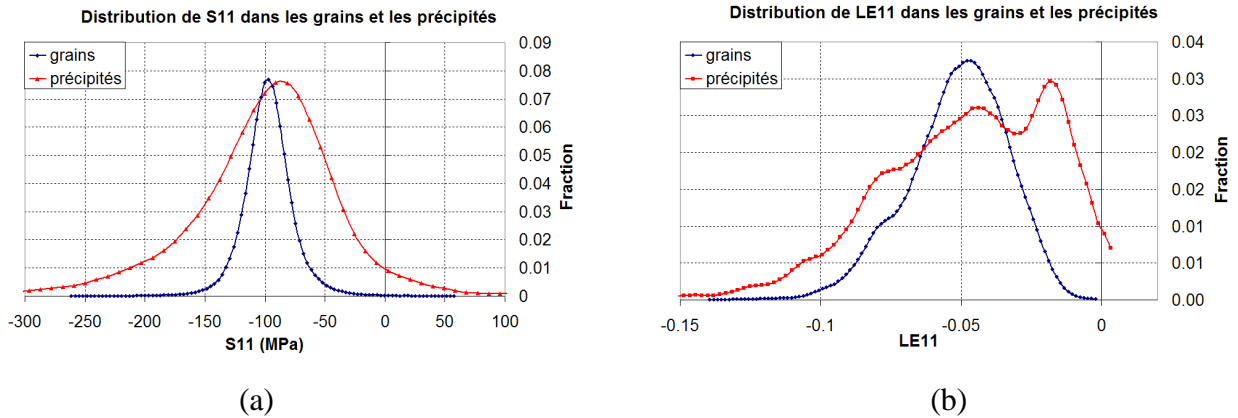


Figure 3.26 : Cartographie de densité de dislocations de la matrice  $\gamma$  après la première étape de déformation

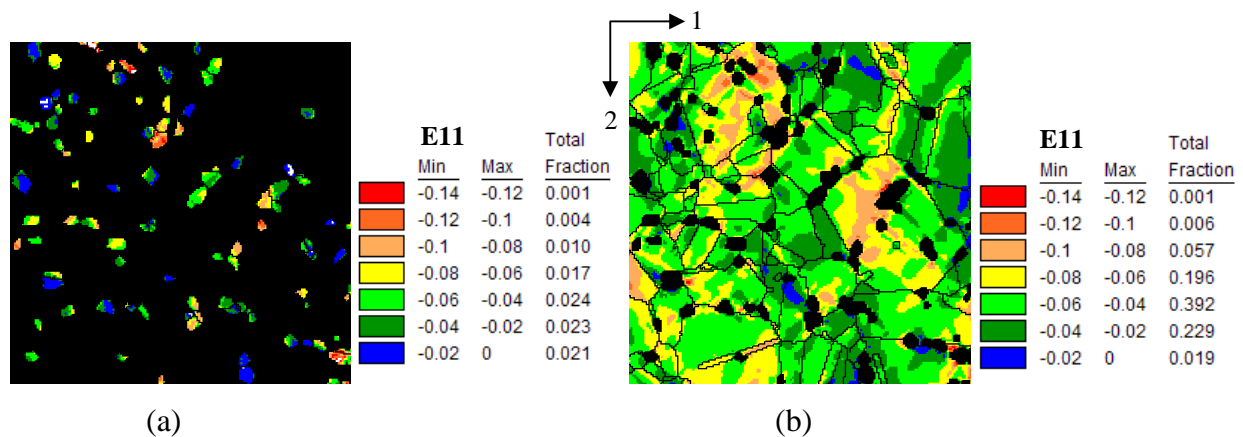
En analysant les distributions de contrainte et de déformation dans la direction de compression (S11 et E11), il apparaît que, comme pour la densité de dislocations, la distribution est plus large pour les précipités  $\gamma'$ , que pour les grains  $\gamma$  (**Figure 3.27**). La phase  $\gamma'$  est donc beaucoup plus hétérogène que la matrice  $\gamma$  et cela est probablement lié au faible nombre de systèmes de glissement pour la structure CS.



**Figure 3.27 : Distribution de contrainte  $S_{11}$  (a) et de déformation  $E_{11}$  (b) pour les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , après la première étape de déformation.**

Concernant les contraintes  $S_{11}$ , on remarque que les distributions pour les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  ont des allures de gaussiennes. Elles sont centrées autour d'une valeur voisine, proche de la contrainte d'écoulement observable **Figure 3.21**. En examinant plus finement les courbes, on note que la totalité des grains de la matrice  $\gamma$  est en compression (contrainte négative), tandis que pour les précipités  $\gamma'$ , bien que les contraintes soient majoritairement de compression, il existe des contraintes de traction. De plus, les contraintes sont beaucoup plus élevées et plus hétérogènes dans les précipités  $\gamma'$ , avec des valeurs comprises entre -300 et 100 MPa, contre -150 et -50 pour la matrice  $\gamma$ .

Pour les déformations  $E_{11}$ , seule la distribution des grains  $\gamma$  présente une allure en forme de gaussienne, celle des précipités  $\gamma'$  étant plus étalée. Pour les grains  $\gamma$ , la courbe est centrée sur 5 %, correspondant à la déformation macroscopique appliquée lors de l'étape de déformation. Pour les précipités  $\gamma'$ , la distribution révèle des valeurs de déformations très élevées (0,14) et d'autres très faibles, voir nulles. Pour étudier la localisation de ces déformations, la cartographie de déformation  $E_{11}$  des précipités a été tracée (**Figure 3.28 a**). L'objectif était de déterminer s'il s'agissait de la coexistence de précipités peu déformés et très déformés, ou alors de fortes hétérogénéités de déformation intragranulaire. Il a également été tracé la cartographie pour la matrice, afin d'examiner la répartition des déformations.



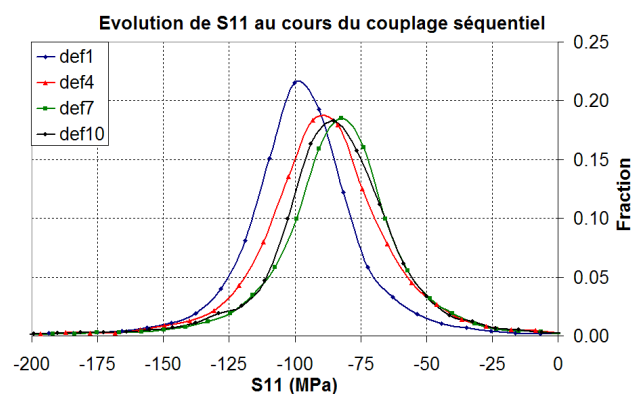
**Figure 3.28 : Cartographie de déformation  $E_{11}$  après la première déformation : (a) phase  $\gamma'$  et (b) phase  $\gamma$**

Sur la **Figure 3.28 a**, on remarque que les déformations sont relativement homogènes pour chaque précipité et qu'il y a coexistence de précipités peu déformés (en bleu) et très déformés (en rouge). En analysant finement cette cartographie, il n'apparaît pas de taille ou de localisation particulière, pouvant expliquer cette forte variation de déformation entre les différents précipités. Concernant la répartition des déformations dans la matrice  $\gamma$  (**Figure 3.28 b**), on note que la matrice est généralement beaucoup plus déformée à proximité des précipités  $\gamma'$ . Cela illustre l'influence du caractère biphasé de la microstructure, dans la répartition des champs mécaniques au cours de la déformation. Enfin, en comparant la **Figure 3.28 b** et la **Figure 3.26**, on observe que les régions les plus déformées possèdent la densité de dislocations la plus élevée. Ce sont donc ces zones qui peuvent recristalliser le plus facilement, ce qui est en accord avec la théorie.

### ❖ Evolution des champs mécaniques au cours du couplage séquentiel

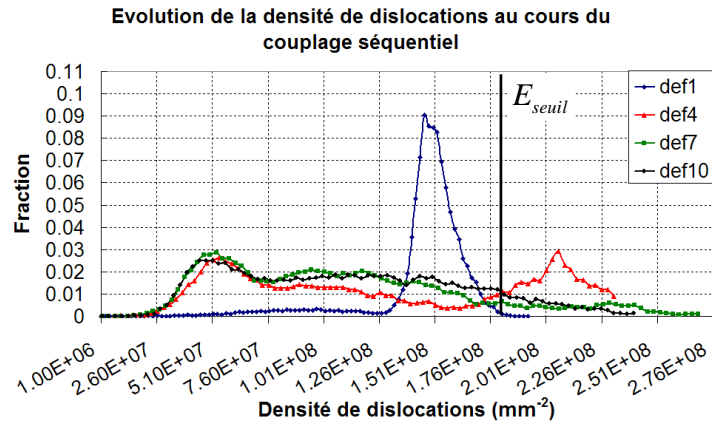
Pour suivre l'évolution des champs mécaniques au cours du couplage séquentiel, seuls les résultats obtenus après les déformations 1, 4, 7 et 10 ont été examinés.

La comparaison des distributions de contraintes  $S_{11}$  pour chaque étape, a révélé une diminution de la contrainte moyenne  $\langle S_{11} \rangle$  au fur et à mesure du couplage séquentiel. Cela est visible sur la **Figure 3.29**, où les distributions sont centrées sur des valeurs de contrainte de plus en plus faibles, ce qui coïncide avec la contrainte d'écoulement observée **Figure 3.21**. Un examen plus approfondi de ces distributions, permet de remarquer que les courbes relatives aux déformations 7 et 10 sont similaires et que celle de l'étape 4 est intermédiaire entre la déformation 1 et ces dernières. Ces observations sont en parfait accord avec la courbe contrainte-déformation **Figure 3.21**, puisque l'étape 4 se trouve au niveau de l'adoucissement et les étapes 7 et 10 dans le régime stationnaire, obtenu à partir de la déformation 6.



**Figure 3.29 : Distribution de contraintes au cours du couplage séquentiel**

Lors de l'analyse de la densité de dislocations, la comparaison des distributions (**Figure 3.30**), a révélé des courbes similaires pour les étapes de déformation 7 et 10. Cela conforte une nouvelle fois l'obtention d'un régime stationnaire.



**Figure 3.30 : Distribution de la densité de dislocations au cours du couplage séquentiel**

Concernant l'allure des distributions, on remarque 3 cas différents :

- La première étape de déformation, où la courbe est une gaussienne. Cela provient qu'initialement la densité de dislocations est homogène par phase, mais qu'au cours de la déformation, la microstructure s'écroute de manière hétérogène en fonction de l'orientation cristallographique et du voisinage (grains et précipités).
- La déformation 4, où la courbe présente une allure bimodale. Le premier pic correspond aux grains recristallisés lors de l'étape 3, puis déformés lors de l'étape 4 et le second pic, aux grains jamais recristallisés.
- Les étapes 7 et 10, où les courbes présentent un pic, suivi d'une diminution lente. Comme précédemment, le pic correspond aux grains recristallisés à l'étape N-1 et déformé à l'étape N. L'absence de pic par la suite indique que l'ensemble des grains de la microstructure a recristallisé au moins une fois. De plus, on note que la fraction de grains dont la densité de dislocations est supérieure à  $E_{seuil}$  est faible, ce qui signifie que peu de nouveaux germes peuvent apparaître dans la microstructure lors de la recristallisation. Ce sont donc essentiellement les grains recristallisés à l'étape N-1 qui continuent de croître à l'étape N.

Enfin, de manière générale, les champs mécaniques sont hétérogènes au cours du couplage séquentiel. Pour illustrer cela, il a été choisi de présenter les cartographies de déformation  $E_{11}$  pour les différentes étapes (**Figure 3.31**). On remarque que certaines zones sont très déformées, d'autres très peu et que les localisations varient suivant l'étape de déformation. Cela est étroitement lié à la recristallisation, qui se produit dans différentes régions à chaque cycle, impliquant une redistribution des champs mécaniques. Il est également important de noter que les fortes localisations sont essentiellement regroupées au sein de bandes inclinées à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de compression, ce qui est un résultat classique en mécanique.

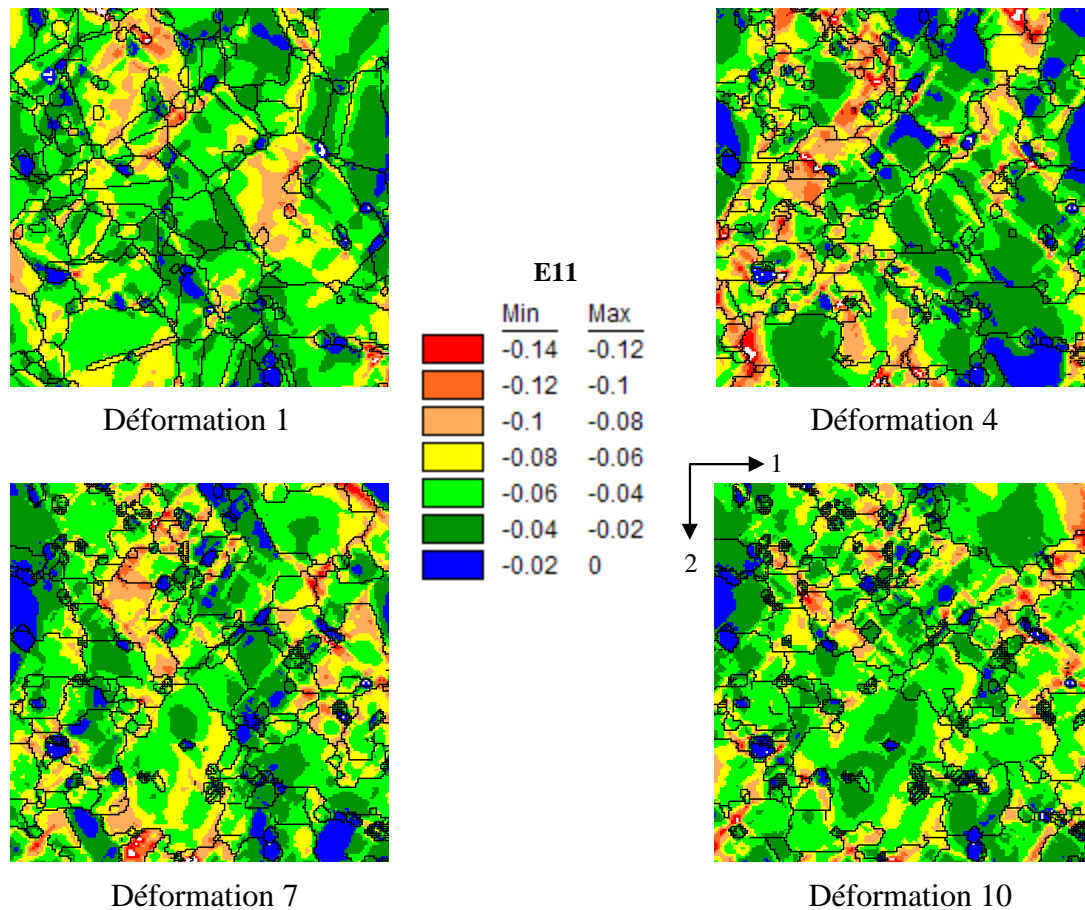


Figure 3.31 : Cartographies de déformations  $E_{11}$  pour les étapes de déformation 1, 4, 7 et 10

## 2. Agrégat 2

Cette partie présente les principaux résultats obtenus, à l'issue des simulations sur l'agrégat 2. L'objectif était de suivre l'évolution de la microstructure et des champs mécaniques, d'une bande de précipitation fine et dense, au cours du couplage séquentiel. Le but final, consiste à déterminer si ces bandes possèdent un comportement particulier par rapport à la matrice environnante et si elles recristallisent facilement ou non.

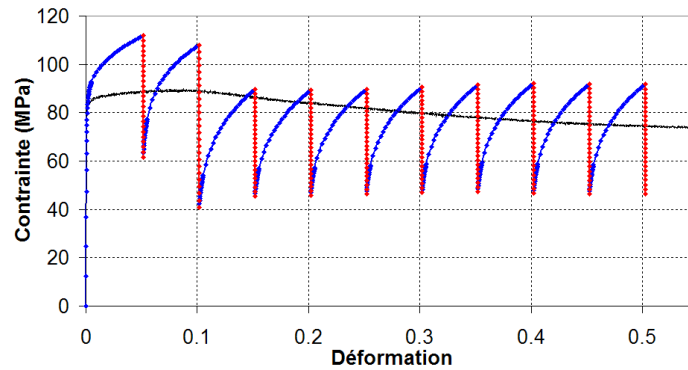
Comme pour l'agrégat 1, les fractions de grains recristallisés diffèrent entre les étapes de recristallisation du couplage séquentiel. Elles sont rassemblées dans le **Tableau 3.5**, où la valeur de  $E_{seuil}$  utilisée pour les simulations avec l'Agrégat 2 est de  $0,3 \text{ mJ/mm}^3$ .

Tableau 3.5 : Fraction de grains recristallisés aux différentes étapes de recristallisation du couplage séquentiel de l'agrégat 2

	<i>Rec1</i>	<i>Rec2</i>	<i>Rec3</i>	<i>Rec4</i>	<i>Rec5</i>	<i>Rec6</i>	<i>Rec7</i>	<i>Rec8</i>	<i>Rec9</i>	<i>Rec10</i>
<i>Fraction de grains recristallisés (%)</i>	16,7	46,90	35,4	35,0	34,5	34,2	33,9	35,4	35,3	35,4

*(a) Evolution microstructurale*

A l'issue du couplage séquentiel, la courbe contrainte-déformation a été tracée et comparée à la courbe expérimentale. Sur la **Figure 3.32**, on remarque que la courbe simulée de l'agrégat 2, reproduit moins bien l'allure globale de la courbe expérimentale, que celle de l'agrégat 1 (**Figure 3.21**).

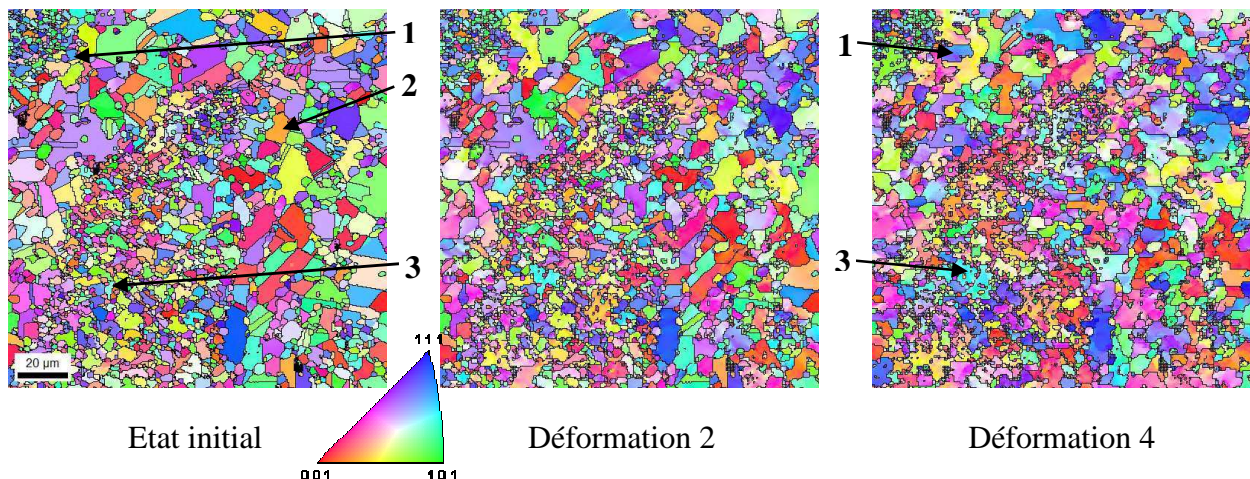


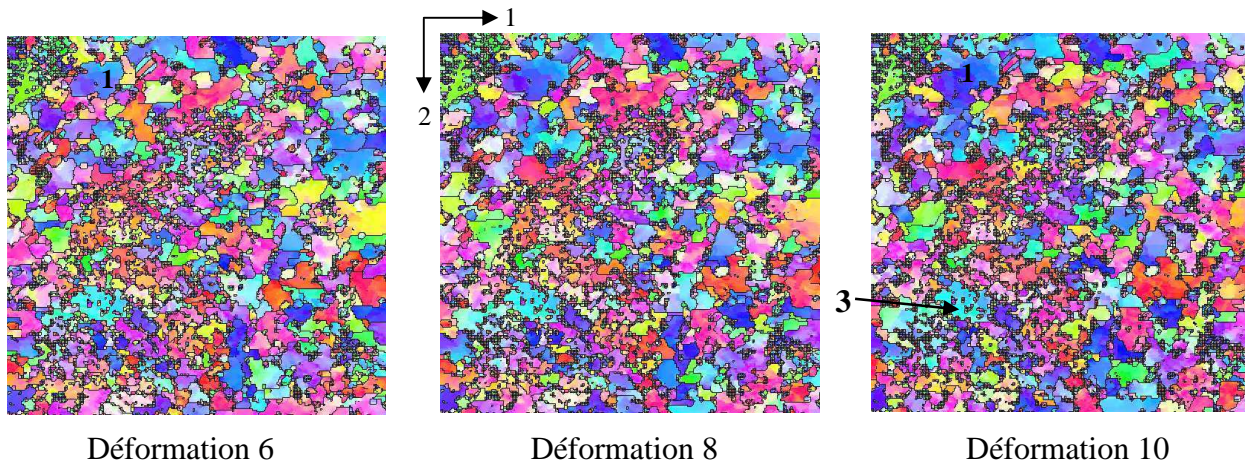
**Figure 3.32 : Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentale et simulée de l'agrégat 2**

Les oscillations de contraintes sont plus éloignées de la courbe de référence et l'adoucissement est assez mal décrit. Ce dernier correspond en fait à un saut brutal après le second cycle, tandis que pour l'agrégat 1, l'adoucissement était progressif sur environ 5 cycles. Le fait que les résultats soient moins bons pour l'agrégat 2 que pour l'agrégat 1 n'est pas étonnant, puisque les paramètres du couplage séquentiel (notamment du modèle de recristallisation) ont été identifiés à partir de l'agrégat 1. Cela permet de mettre en évidence que le jeu de paramètres utilisé n'est pas optimal et qu'il y a un fort effet de la microstructure dans les simulations.

L'agrégat 2 étant composé d'une bande de précipitation fine et dense, cette particularité microstructurale peut justifier cette variation de comportement mécanique.

Pour illustrer l'évolution microstructurale lors du couplage séquentiel, les cartographies d'orientations cristallographiques de l'état initial et des déformations 2, 4, 6, 8 et 10 sont réunies sur la **Figure 3.33**.





**Figure 3.33 : Evolution microstructurale de l'Agrégat 2 au cours du couplage séquentiel**

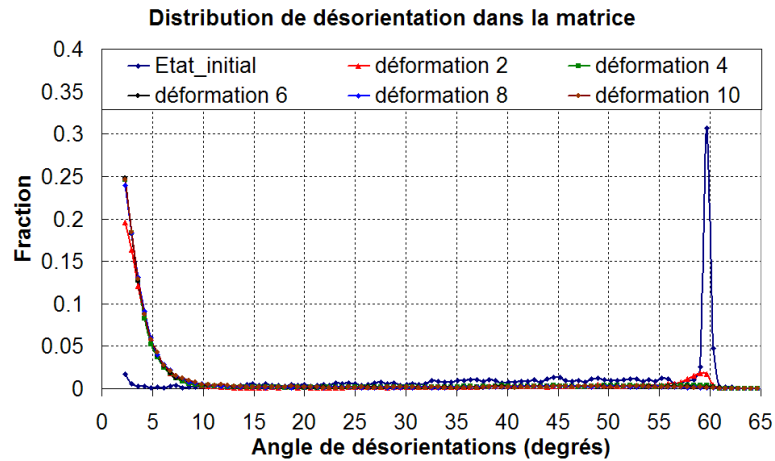
En examinant la **Figure 3.33**, on note que l'évolution microstructurale est significative au cours du couplage séquentiel. Tout d'abord, on retrouve ce qui a été observé pour l'agrégat 1, à savoir une forte croissance de certains grains (**grain 1**) et une disparition rapide pour d'autres (**grain 2**). Ensuite, la microstructure spécifique utilisée pour l'agrégat 2 a entraîné une évolution microstructurale particulière. Dans la bande de précipitation fine et dense, la taille de grains qui était initialement faible, a légèrement augmenté au cours du couplage séquentiel, mais reste inférieure à celle de la matrice environnante. Cette faible évolution de la taille de grains  $\gamma$ , est à attribuer à la fraction importante de précipités  $\gamma'$  primaires, bloquant le mouvement des joints de grains. Ce phénomène est pris en compte dans le modèle de recristallisation, puisque la mobilité des joints de phase  $\gamma/\gamma'$  est considérée comme nulle.

On remarque, cependant, que lors de la croissance de quelques grains, les précipités  $\gamma'$  initialement intergranulaires, deviennent intragranulaires (**grains 3**). Pour obtenir ce type de microstructure, il a fallu que la croissance du grain contourne les précipités  $\gamma'$ . Ce phénomène de précipités  $\gamma'$  intragranulaires obtenus par croissance a été observé expérimentalement lors du forgeage à une température de 1125°C.

Enfin, pour les grains de la matrice environnante, on note la présence de forts gradients d'orientations intragranulaires, dès l'étape de déformation 4.

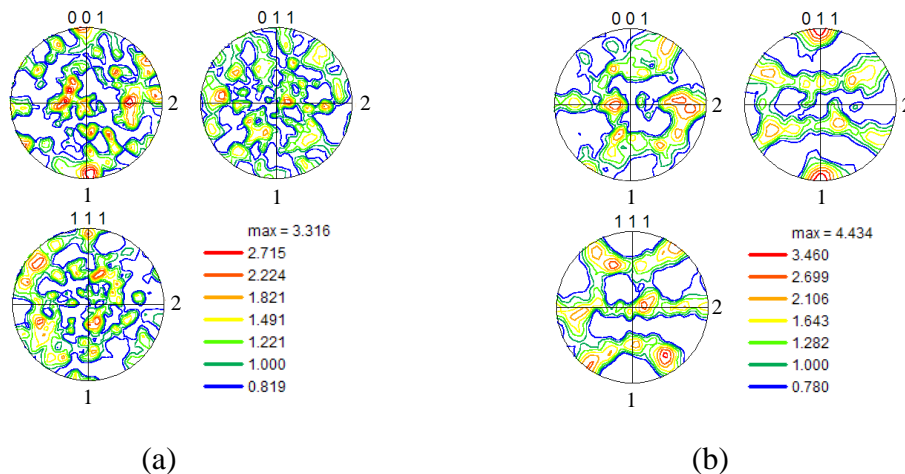
L'observation la plus importante, concerne la bande de précipitation fine et dense, qui conserve une structure particulière tout au long du couplage séquentiel.

Pour obtenir des informations quantitatives sur l'évolution microstructurale, il a été tracé la distribution de désorientations pour ces étapes, ainsi que les textures cristallographiques initiale et finale. Sur la **Figure 3.34**, on remarque que la fraction de macles  $\Sigma 3$  (pic à 60°), diminue très rapidement et que  $f_{LAB}$  augmente simultanément. Ce résultat est similaire à celui obtenu pour l'agrégat 1, présenté **Figure 3.23**. On note cependant une légère différence concernant l'étape de déformation 2, où, pour l'agrégat 2, la distribution est déjà quasi similaire à celles obtenues pour les déformations ultérieures.



**Figure 3.34 : Distribution des désorientations de l'agrégat 2 au cours du couplage séquentiel**

Enfin, l'analyse des textures cristallographiques sur la Figure 3.35, révèle également des résultats similaires à ceux obtenus pour l'agrégat 1. On retrouve après la déformation 10, une texture de compression caractéristique, avec le renforcement des pôles  $\{110\}$  parallèles à l'axe de sollicitation. En comparant ces résultats avec ceux de la **Figure 3.24**, on constate que l'acuité est environ deux fois moins élevée pour l'agrégat 2. Cela provient probablement d'un problème de statistique, compte tenu du fait que la microstructure utilisée a des dimensions plus importantes ( $150 \times 150 \mu\text{m}^2$  contre  $99,6 \times 99,6 \mu\text{m}^2$  pour l'agrégat 1) et qu'il y a donc plus de grains, favorisant l'isotropie de la texture.



**Figure 3.35 : Evolution de la texture cristallographique au cours du couplage séquentiel : (a) état initial et (b) après 10 cycles**

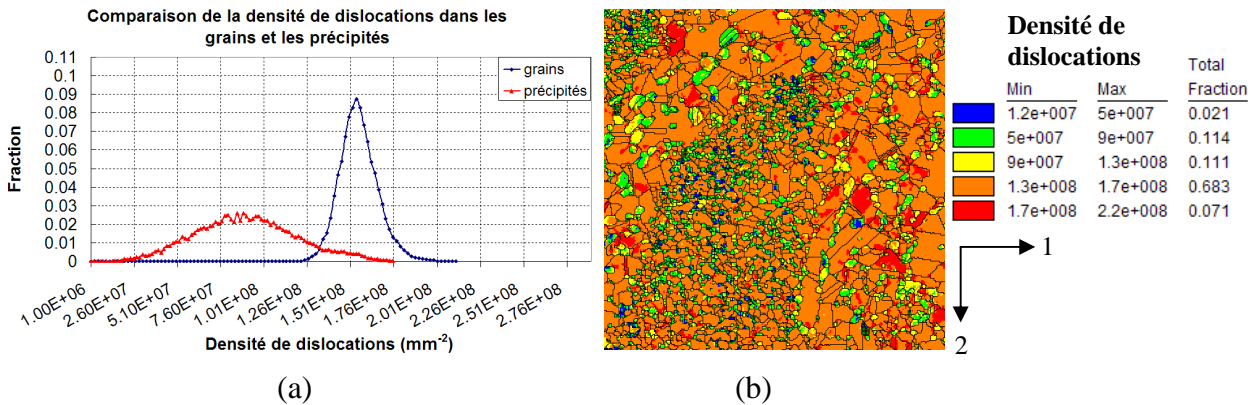
### (b) Evolution des champs mécaniques

Dans cette partie, il s'agit d'étudier l'hétérogénéité locale des champs mécaniques et plus particulièrement le comportement de la bande de précipitation fine et dense. Pour cela, il est présenté, dans un premier temps, quelques résultats obtenus à l'issue de la première étape de déformation, puis, dans un second temps, l'évolution de ces résultats au cours du couplage séquentiel.



❖ **Analyse des champs mécaniques après la première étape de déformation**

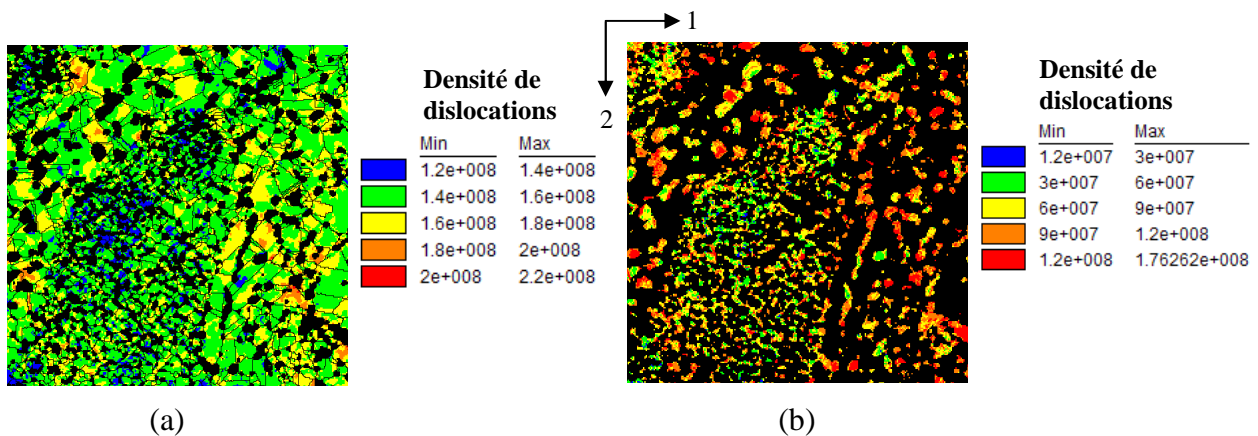
Après la première étape de déformation, la densité de dislocations est hétérogène, comme le montre la **Figure 3.36 a**. Pour les distributions des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , on retrouve des résultats similaires à ce qui a été observé pour l'agrégat 1 (**Figure 3.25**). A savoir, que la densité de dislocations dans les précipités  $\gamma'$  est inférieure à celle des grains  $\gamma$ , mais que la dispersion est plus importante. L'agrégat 2 possédant une microstructure particulière, il a été tracé la cartographie de densité de dislocations **Figure 3.36 b**, afin d'examiner la répartition dans la microstructure.



**Figure 3.36 : (a) Distribution et (b) cartographie de la densité de dislocations globale après la première étape de déformation**

Sur cette cartographie, on remarque que certaines zones de la bande de précipitation fine et dense possèdent une densité de dislocations plus faible que le reste de la microstructure. Il y a donc une localisation particulière de la densité de dislocations dans l'agrégat 2, ce qui ne peut pas être déduit uniquement à partir de la distribution. Cela prouve que pour obtenir le maximum d'informations sur les variables mécaniques, il est donc primordial de tracer les distributions, ainsi que les cartographies correspondantes.

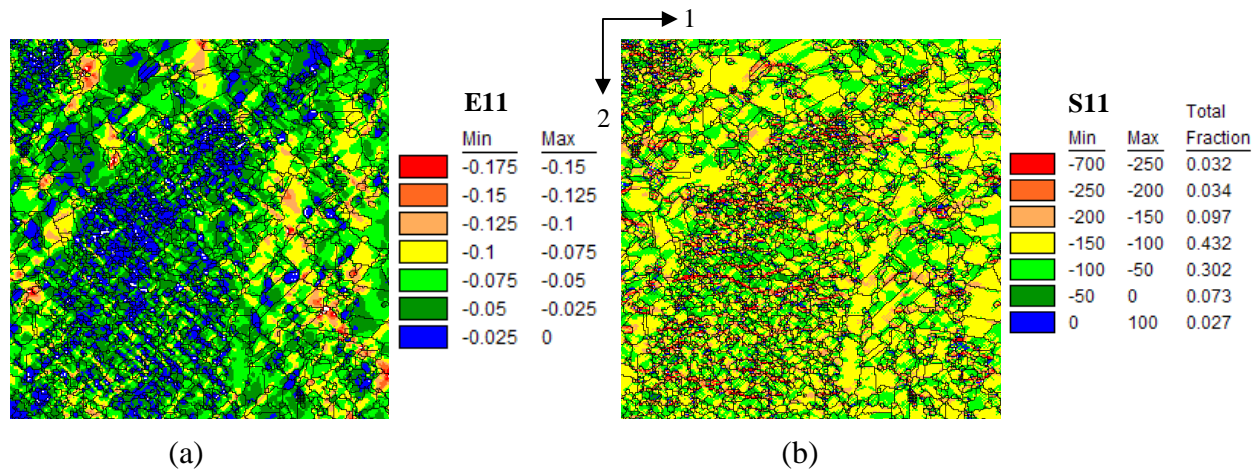
Pour déterminer si les faibles densités de dislocations dans la bande concernent uniquement une phase ou les deux, il a été tracé les cartographies de densité de dislocations de chaque phase (**Figure 3.37**).



**Figure 3.37 : Cartographies de densité de dislocations après la première déformation : (a) matrice et (b) précipités**

Les résultats montrent que pour chacune des phases, la densité de dislocations dans la bande est inférieure au reste de la microstructure. Cela permet de conclure, que la bande de précipitation fine et dense possède un comportement mécanique particulier dans sa globalité ( $\gamma + \gamma'$ ).

L'analyse des cartographies de déformation E11 et de contrainte S11 montre une hétérogénéité de champs mécaniques dans la microstructure. Sur la **Figure 3.38 a**, on retrouve un comportement particulier de la bande, avec la présence de très faibles déformations. En dehors de cette dernière, la matrice  $\gamma$  apparaît plus déformée, comme cela était visible pour l'agrégat 1 (**Figure 3.31 a**). Concernant les contraintes S11, on remarque sur la **Figure 3.38 b**, l'existence de canaux (zones longilignes rouges) avec une contrainte élevée, dont l'orientation est parallèle à l'axe de compression. Ces concentrations sont essentiellement regroupées au sein de la bande et sont continues entre les grains et les précipités.



**Figure 3.38 : Cartographies (a) E11 et (b) S11 après la première étape de déformation**

Les distributions de contrainte et de déformation dans la direction de compression (S11 et E11) sont présentées sur la **Figure 3.39**. Pour les contraintes S11, les résultats sont voisins de ce qui a été observé pour l'agrégat 1 (**Figure 3.27**), avec des gaussiennes centrées sur la valeur de la contrainte d'écoulement. On retrouve également une distribution plus large pour les précipités  $\gamma'$ , ainsi qu'une partie des précipités en traction (contrainte positive), alors que la totalité des grains de la matrice  $\gamma$  est en compression. On peut cependant noter que les distributions de contrainte sont plus larges pour l'agrégat 2 que pour l'agrégat 1.

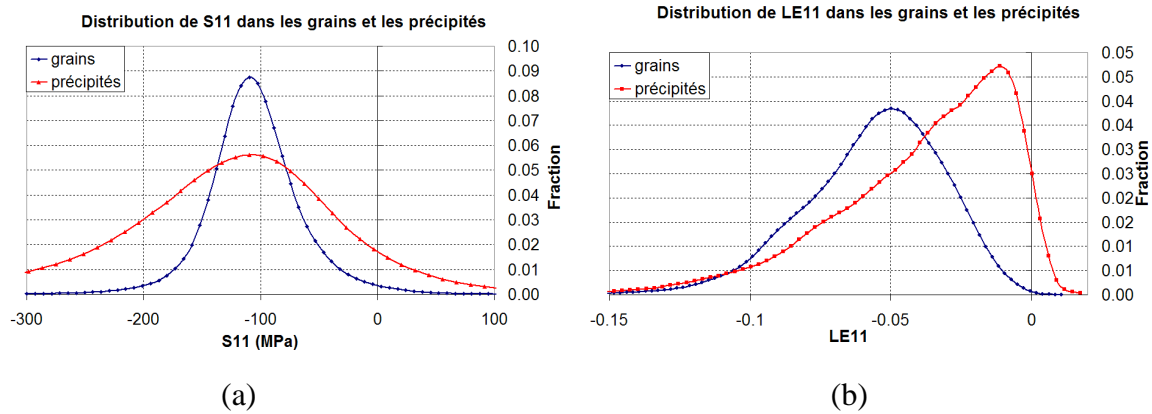


Figure 3.39 : Distribution (a) de contrainte S11 et (b) de déformation E11 pour les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , après la première étape de déformation.

La réelle différence entre les agrégats 1 et 2 est visible sur les distributions de déformation E11 et, plus particulièrement, pour les précipités  $\gamma'$ . Pour l'agrégat 2, on remarque que la distribution des précipités est décalée vers les faibles déformations et cela est dû au fait que les précipités sont faiblement déformés au sein de la bande. A propos de la distribution pour la matrice  $\gamma$ , on observe une gaussienne centrée sur 5 %, correspondant à la déformation macroscopique appliquée. Enfin comme pour les contraintes S11, on remarque que les distributions de déformation E11 sont plus larges pour l'agrégat 2 que pour l'agrégat 1.

Une analyse complémentaire des cartographies de déformations E11 de chaque phase ( $\gamma$  et  $\gamma'$ ), a permis de mettre en évidence une forte influence des précipités, sur la répartition des déformations dans la matrice. En effet, on constate sur la **Figure 3.40**, que certaines régions de la matrice sont fortement déformées et d'autres peu déformées, ce qui apparaît lié à la taille des précipités  $\gamma'$ , ainsi qu'à leur fraction locale :

- Lorsque les précipités  $\gamma'$  sont gros et que la fraction n'est pas trop importante (zone près du bord latéral droit), on retrouve ce qui a été observé pour l'agrégat 1, c'est-à-dire une matrice fortement déformée à proximité des précipités  $\gamma'$ .
- Quand les précipités  $\gamma'$  sont fins et que la fraction locale est élevée (bande de précipitation fine et dense), on observe une matrice environnante peu déformée.

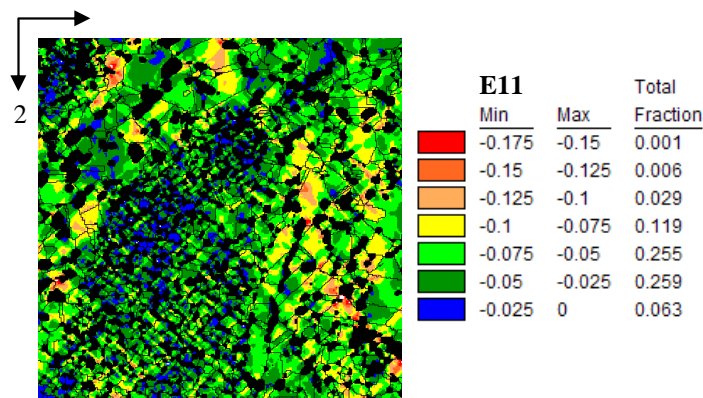
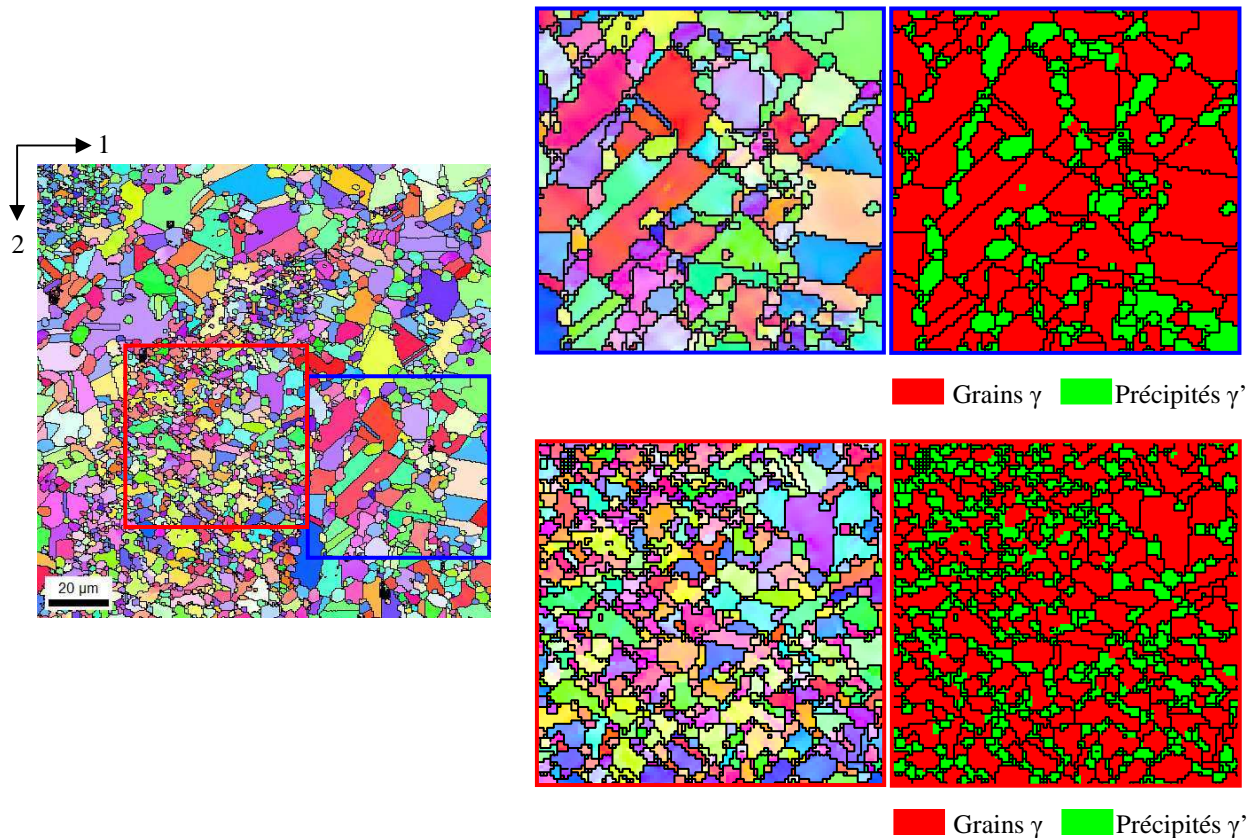


Figure 3.40 : Cartographie de la déformation E11 de la matrice après la première déformation

De manière à mieux illustrer le comportement de ces deux types de régions, des zooms de dimensions  $60 \times 60 \mu\text{m}^2$  ont été réalisés à partir de la microstructure globale. La localisation et la microstructure des prélèvements sont présentées sur la **Figure 3.41**. Par la suite, les zones correspondant aux cadres bleu et rouge sont respectivement nommées « gros grains » et « petits grains ».

Remarque : La région « petits grains » a été prélevée au sein de la bande de précipitation fine et dense.



**Figure 3.41** : Microstructure des prélèvements « gros grains » et « petits grains »

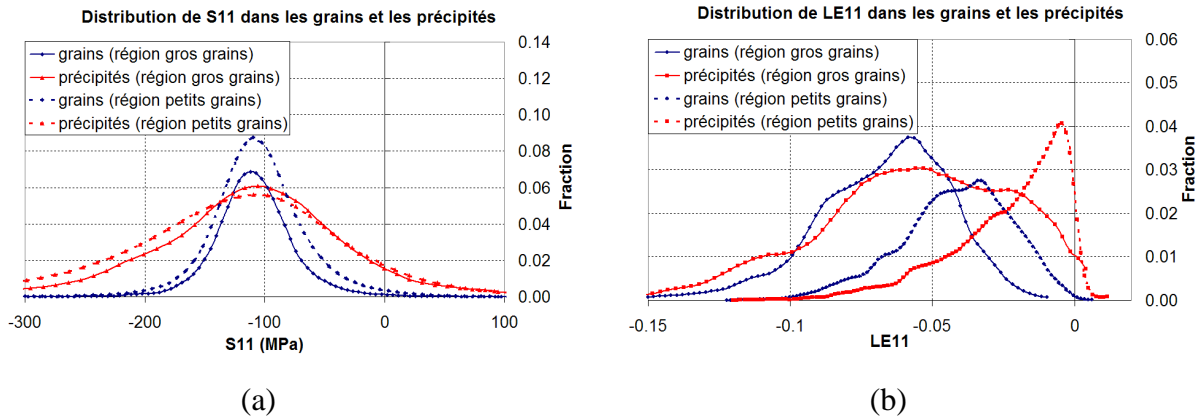
Les distributions des contraintes  $S_{11}$  et des déformations  $E_{11}$  de ces deux régions, sont présentées sur la **Figure 3.42**.

Pour les contraintes  $S_{11}$ , les allures des courbes sont identiques pour les deux prélèvements, avec des gaussiennes centrées sur la contrainte d'écoulement et des dispersions plus grandes pour les précipités  $\gamma'$ , que pour les grains  $\gamma$ . On observe néanmoins des élargissements plus importants pour les distributions de la région « petits grains » et notamment pour les grains  $\gamma$ .

Concernant les déformations  $E_{11}$ , on note que les résultats sont nettement différents suivant le prélèvement. Pour la région « petits grains », les distributions sont décalées vers les faibles déformations, ce qui est encore plus fortement marqué pour les précipités  $\gamma'$ . Pour la

région « gros grains », les résultats sont proches de ce qui a été observé pour l'agrégat 1 **Figure 3.27 b**.

Cette différence de comportement entre les deux prélèvements est nettement visible sur les distributions des grains  $\gamma$ . Pour la région « petits grains », la courbe est centrée sur une valeur inférieure à la déformation macroscopique appliquée, tandis que pour la région « gros grains », elle est centrée sur une valeur supérieure.



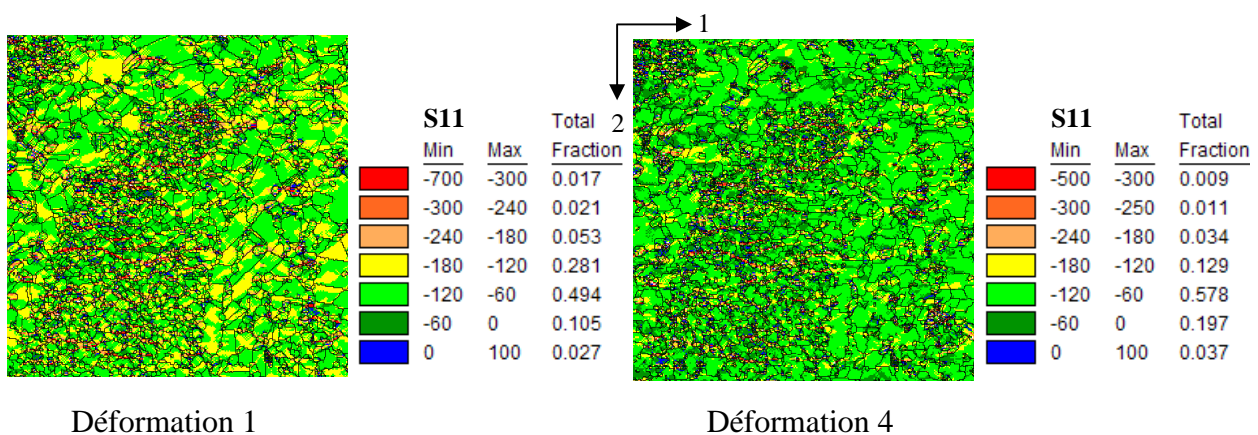
**Figure 3.42 : Distribution (a) de contrainte  $S_{11}$  et (b) de déformation  $E_{11}$  pour les régions « petits grains » et « gros grains » après la première étape de déformation**

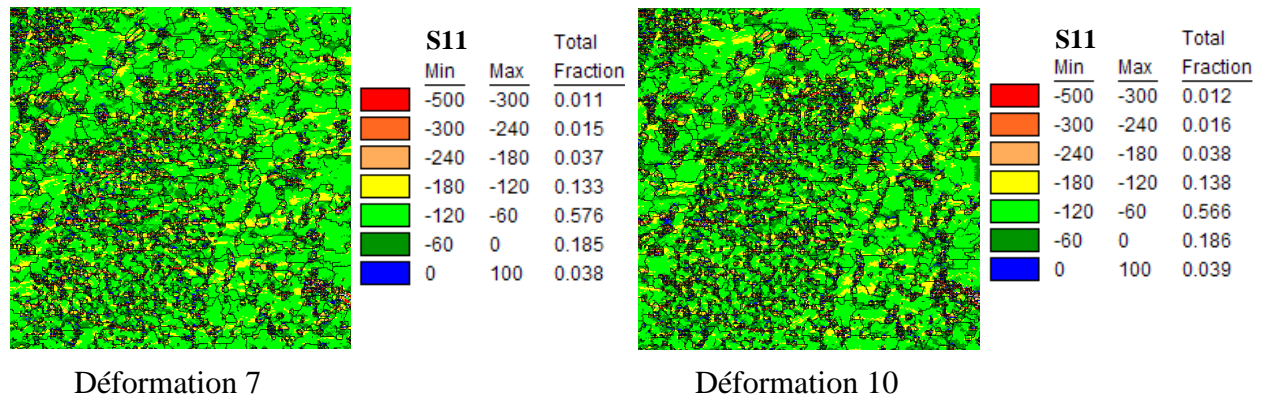
Au final, les résultats obtenus pour la région « petits grains » confortent l'existence d'un comportement mécanique particulier de la bande de précipitation fine et dense. Dans cette dernière, les grains  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  sont globalement peu déformés, tandis que la distribution des contraintes est similaire à celle du reste de la microstructure.

❖ **Evolution des champs mécaniques au cours du couplage séquentiel**

Pour illustrer l'évolution des champs mécaniques au cours du couplage séquentiel, seuls les résultats obtenus après les déformations 1, 4, 7 et 10 sont présentés.

La **Figure 3.43** montre les cartographies de contrainte  $S_{11}$ , obtenues à l'issue des diverses déformations. De manière à pouvoir comparer visuellement les résultats, l'échelle de couleur utilisée est identique pour toutes les cartes.





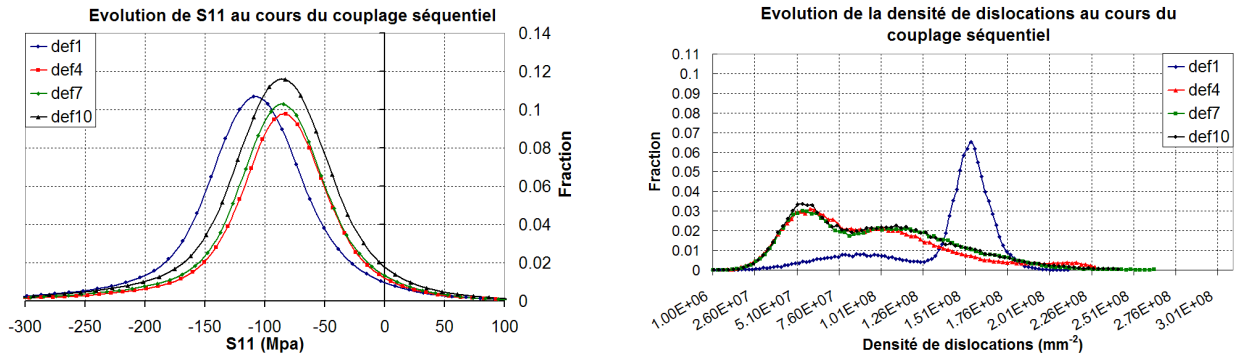
**Figure 3.43 : Cartographies de contraintes S11 pour les étapes de déformation 1, 4, 7 et 10**

Le premier phénomène que l'on remarque sur ces cartographies, c'est que les « canaux de contraintes » observés après la déformation 1 (**Figure 3.38 b**), sont majoritairement conservés tout au long du couplage séquentiel. Ces localisations étant concentrées dans la bande de précipitation fine et dense, cela signifie que le comportement global de cette dernière évolue assez peu. En comparant visuellement les cartographies, on note qu'il n'existe que deux types de résultats :

- Celui correspondant à la première étape de déformation, avec la coexistence de régions « jaunes » et « vertes » pour la matrice  $\gamma$ .
- Celui correspondant à des déformations ultérieures, où les régions « jaunes » sont rares et les « vertes » prédominent largement.

Cette observation est confirmée par l'analyse des fractions de chaque intervalle de couleur, où pour les déformations 4, 7 et 10, on obtient des valeurs très proches concernant les domaines jaunes et verts. Cette constatation permet de supposer qu'un état stationnaire est atteint et pour le vérifier, il a été tracé la distribution de contrainte S11 au cours du couplage séquentiel.

Sur la **Figure 3.44 a**, on distingue une gaussienne centrée vers 110 MPa pour la déformation 1, ainsi qu'un faisceau de courbes centré vers 90 MPa, pour les déformations 4, 7 et 10. Les résultats similaires obtenus pour ces 3 déformations permettent de conclure qu'un régime stationnaire est atteint, ce qui est en parfait accord avec la courbe contrainte-déformation **Figure 3.32**, où l'on observe une contrainte d'écoulement quasi-constante entre les déformations 3 et 10.



**Figure 3.44 : Distribution (a) de contrainte S11 et (b) de densité de dislocations au cours du couplage séquentiel**

Ce régime stationnaire se retrouve également dans l'évolution de la densité de dislocations, où des distributions similaires sont obtenues pour les déformations 4, 7 et 10 (**Figure 3.44 b**).

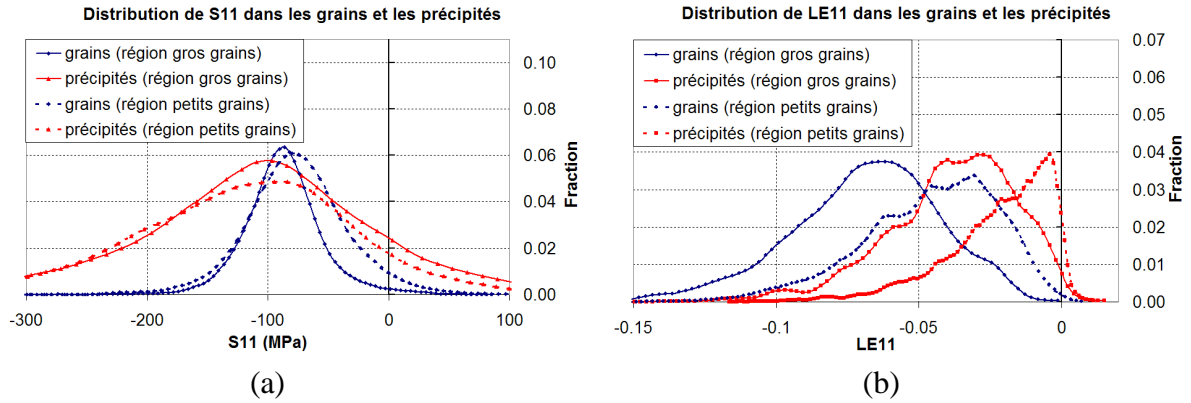
A l'issue du couplage séquentiel, les champs mécaniques dans les régions « petits grains » et « gros grains » ont également été analysés. L'objectif étant de :

- Etudier l'évolution des champs mécaniques dans chacune de ces zones.
- Déterminer si la région « petits grains » conserve son comportement particulier, ou si les résultats se rapprochent du reste de la microstructure et donc de la région « gros grains ».

Les distributions des contraintes S11 et des déformations E11 après la déformation 10 sont présentées sur la **Figure 3.45**. Les cartographies associées sont reportées dans l'**Annexe E**.

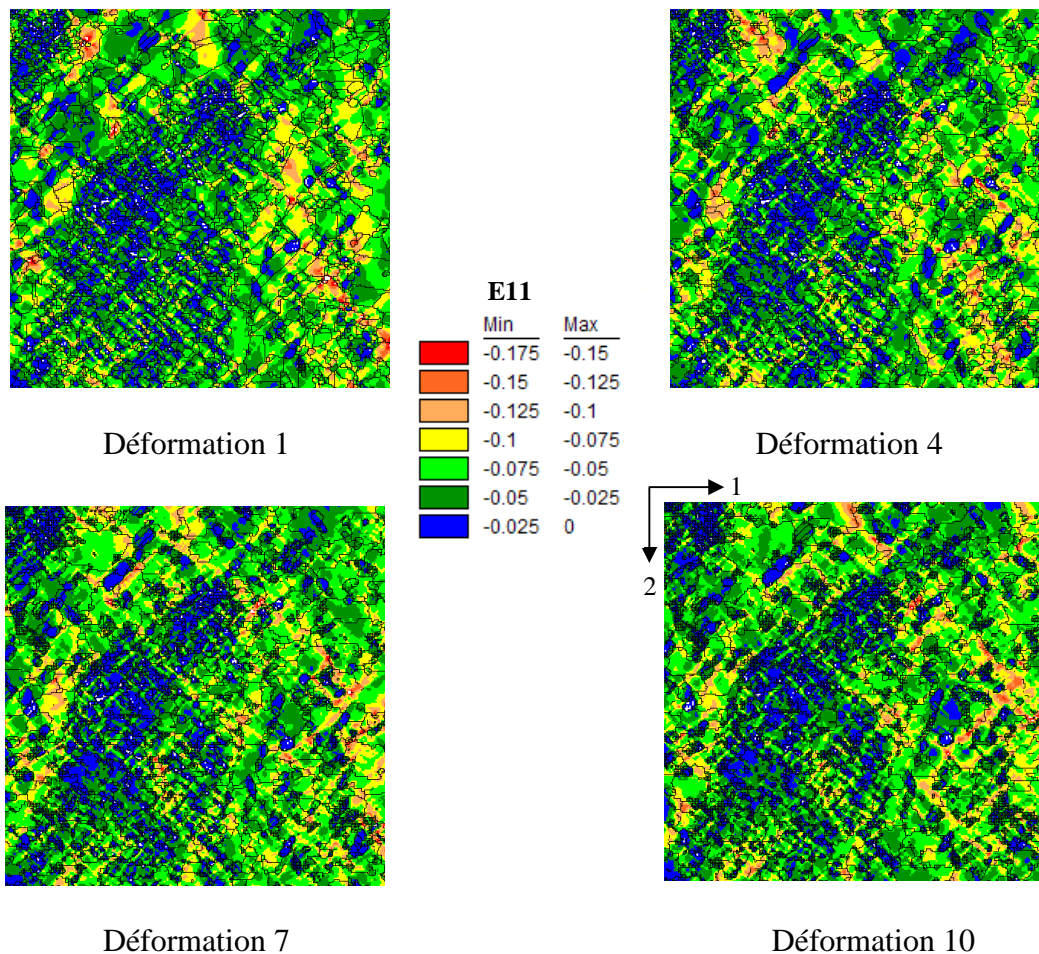
Pour les contraintes S11, on remarque des allures similaires pour les deux régions, avec des gaussiennes centrées sur des valeurs très proches. On peut toutefois noter que pour la zone « petits grains », la distribution des grains  $\gamma$  présente une dispersion plus importante, avec un léger décalage vers les faibles contraintes. En comparant ce graphique avec celui de la **Figure 3.42 a**, on constate que les dispersions n'ont pas évolué, mais que les gaussiennes sont centrées sur des contraintes moins élevées à l'issue du couplage. En accord avec la diminution de la contrainte d'écoulement.

Concernant les déformations E11, les résultats sont très différents suivant le prélèvement. On observe que pour la région « petits grains », les distributions sont décalées vers les faibles déformations, comparativement à la région « gros grains ». En comparant ce graphique avec celui présenté **Figure 3.42 b**, on s'aperçoit qu'il n'y a quasiment pas d'évolution pour ces deux régions. La seule différence concerne la région « gros grains », où la distribution des précipités  $\gamma'$  s'est resserrée vers les faibles déformations.



**Figure 3.45 : Distribution (a) de contrainte S11 et (b) de déformation E11 pour les régions « petits grains » et « gros grains », après la dixième étape de déformation**

Au final, on remarque que les champs mécaniques n’ont pas évolué au cours du couplage séquentiel, que ce soit dans la région « gros grains » ou « petits grains ». Concernant cette dernière, on aurait pu penser que le comportement particulier observé après la première déformation, allait disparaître au cours du couplage séquentiel et se rapprocher du reste de la microstructure. Or, ce n’est pas le cas et ce caractère singulier persiste pour l’ensemble de la bande de précipitation fine et dense, comme on peut le remarquer sur la **Figure 3.46**



**Figure 3.46 : Cartographies de déformations E11 pour les étapes de déformation 1, 4, 7 et 10**



Les simulations numériques réalisées sur l'agrégat 2, ont permis d'acquérir de nombreuses informations sur le comportement des bandes de précipitation fine et dense. Il apparaît que dans ces régions, les grains  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  sont peu déformés et possèdent une faible densité de dislocations, ce qui implique une recristallisation difficile. Le fait que ce comportement particulier soit toujours observé au bout de 10 cycles de couplage, signifie qu'il est très compliqué d'éliminer ces régions.

Lors des observations expérimentales, il a été mis en évidence que les bandes de précipitation fine et dense sont souvent composées de grains et de précipités d'orientations cristallographiques proches, phénomène en partie responsable de la mauvaise perméabilité aux US. Il est donc nécessaire de supprimer ces régions (ou de les limiter) et puisqu'elles recristallisent mal, il faut favoriser au maximum le mécanisme de recristallisation, soit en augmentant la température, soit en déformant considérablement le matériau.

*Résumé :*

*De manière à simuler la recristallisation dynamique de l'Udimet 720 lors du forgeage, il a été mis au point une approche numérique originale, basée sur le couplage séquentiel de modèles de déformation et de recristallisation à l'échelle cristalline. Le modèle de déformation utilisé est CristalECP, qui est implémenté dans le code élément finis Abaqus®. Ce modèle permet de faire évoluer les champs mécaniques locaux d'agrégats réels obtenus par EBSD et dans le cas de la recristallisation dynamique discontinue, de faire évoluer la densité de dislocations et l'orientation cristallographique des cristallites (grains et sous-grains). Le modèle de recristallisation employé est RecUPS, basé sur la méthode des Automates Cellulaires 2D et dont le principe est de prévoir l'évolution microstructurale dans des conditions isothermes. L'Udimet 720 étant biphasé ( $\gamma + \gamma'$  primaires) lors du forgeage, les modèles le sont également, ce qui permet, d'une part, d'être le plus réaliste possible et, d'autre part, de pouvoir étudier les interactions entre phases.*

*Les simulations ont été réalisées sur deux agrégats possédant des microstructures représentatives du demi-produit. Le premier agrégat correspond à une microstructure à gros grains (10-15  $\mu\text{m}$ ) et gros précipités  $\gamma'$  (2-5  $\mu\text{m}$ ) et le second agrégat, à une microstructure contenant une bande de précipitation fine et dense, composée de petits grains (2-5  $\mu\text{m}$ ) et de petits précipités (2-3  $\mu\text{m}$ ).*

*Les résultats obtenus, montrent que l'approche numérique permet de reproduire l'allure de la courbe contrainte-déformation expérimentale et ce sans aucun changement de paramètres entre les cycles de couplage. On retrouve bien un léger écrouissage, suivi d'un adoucissement.*

*L'analyse des champs mécaniques après la première étape de déformation a permis de mettre en évidence l'influence du caractère biphasé sur la répartition des champs mécaniques. Il apparaît que la taille et la fraction des précipités  $\gamma'$  influent fortement sur la matrice environnante. Lorsque les précipités  $\gamma'$  sont gros (4-10  $\mu\text{m}$ ) et que la fraction est faible, la matrice environnante est fortement déformée, tandis que lorsque les précipités sont fins (1-2  $\mu\text{m}$ ) et que leur fraction est élevée, la matrice est faiblement déformée. Ce dernier cas correspond notamment aux bandes de précipitation fine et dense.*

*Au cours du couplage séquentiel, les champs mécaniques sont fortement hétérogènes dans les microstructures et un comportement particulier pour la bande de précipitation fine et dense de l'agrégat 2 a été mis en évidence. Cette région possède une densité de dislocations et des déformations plus faibles que le reste de la microstructure, ainsi que des canaux de contraintes élevées orientés selon l'axe de compression. Concernant l'évolution microstructurale, outre la croissance et l'annihilation de grains, il a été obtenu deux résultats intéressants. Le premier*

*concerne l'apparition de nouveaux grains obtenus par désorientation progressive. Le second est la croissance limitée des grains de la bande de précipitation fine et dense de l'agrégat 2, liée à la fraction importante de précipités  $\gamma'$  primaires, bloquant le mouvement des joints de grains.*

*Le principal résultat de cette étude concerne le comportement particulier des bandes de précipitation fine et dense, qui est conservé tout au long du couplage séquentiel. La déformation est difficile dans les petits grains et à déformation imposée et la déformation transférée aux gros grains qui relaxent les contraintes locales. Le fait que dans ces régions, les grains  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  soient peu déformés et possèdent une faible densité de dislocations, implique une recristallisation difficile. Il apparaît nécessaire d'éliminer ces régions, car les observations expérimentales ont révélé qu'elles sont en partie responsables de la mauvaise perméabilité aux Ultrasons. Pour supprimer ces régions il est donc nécessaire de favoriser au maximum la recristallisation dans le matériau, en augmentant la température et/ou la déformation lors de la mise en forme.*

---

**Bibliographie**

- [ASA83] R.J. Asaro. "Crystal plasticity". *Journal of Applied Mechanics* , 50 (4B), pp. 921-934, 1983.
- [AVR39] J. Avrami. "Kinetics of phase change I." *Journal of chemical physics*, 7, pp.1103-1112, 1939.
- [AVR40] J. Avrami. "Kinetics of phase change II. Transformation-Time Relations for Random Distribution of nuclei" *Journal of chemical physics*, 8, pp.212-224, 1940.
- [AVR41] J. Avrami. "Granulation, Phase Change and Microstructure Kinetics of phase change III. " *Journal of chemical physics*, 9, pp.177-184, 1941.
- [ERI03] P. Eriean. "Etude expérimentale et analyse numérique de l'influence des hétérogénéités induites par la déformation à froid sur la recristallisation primaire d'un acier IF-Ti". Thèse, Ecole Centrale Paris, 2003.
- [ERI04] P. Eriean, C. Rey. "Modeling of deformation and rotation bands and of deformation induced grain boundaries in IF steel aggregate during large plane strain compression". *International Journal of Plasticity*, 20, issue 10, pp. 1763-1788, 2004.
- [EST95] R. Estevez "Etude théorique et expérimentale de l'influence de la nature biphasée des superalliages monocristallins base nickel sur leur comportement élastoplastique, de la température ambiante à 650°C". Thèse, LPMTM, 1995
- [EVR08] P. Evrard. "Modélisation polycristalline en plasticité cyclique d'acier inoxydable duplex et validation expérimentale". Thèse, Ecole Centrale Lille, 2008.
- [FRA84] P. Franciosi. "Etude théorique et expérimentale du comportement élastoplastique des monocristaux métalliques se déformant par glissement : modélisation pour un chargement complexe quasi-statique". Thèse, Université Paris-Nord, 1984.
- [HAN93] F. Hanriot. "Comportement du superalliage monocristallin AM1 sous sollicitations cycliques". Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1993.
- [HOC01] T. Hoc, C. Rey, J.L. Raphanel. "Experimental and numerical analysis of localization during sequential test for an IF-Ti steel". *Acta Materialia*, 49, issue 10, pp. 1835-1846, 2001.
- [HUM92] F.J. Humphreys. "A network model for recovery and recrystallisation". *Scripta metall. et Mat*, 27, pp. 1557-1562, 1992.
- [JOH39] W.A. Johnson and R.F. Mehl. *Trans. AIME*, 135, pp. 416-458, 1939.
- [KOC76] U.F. Kocks. "Law for work-hardening and low-temperature creep". *Journal Engineering material technique*. pp. 76-85, 1976.
- [KOL37] A.N. Kolmogorov. *Izv. Akad. Nauk. USSR Ser. Matemat*, 1, pp. 355-359, 1937.

- [KRO61] E. Kröner. "Zur Pastischen Vrformung des Velkristalls". *Acta Metallurgica*, 9, 155, 1961.
- [MEC81] H. Mecking, U.F. Kocks. "Kinetics of flow and strain-hardening". *Acta Metallurgica*, 29, issue 11, pp. 1865-1875, 1981.
- [MON09] F. Montheillet, O. Lurdos, G. Damamme. "A grain scale approach for modeling steady-state discontinuous dynamic recrystallization". *Acta Materialia*, 57, pp. 1602-1612, 2009
- [PIE83] D. Pierce, R.J. Asaro, A. Needleman. "Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids". *Acta Metallurgica*, 31, issue 12, pp. 1951-1976, 1983.
- [PIL98] P. Pilvin. "Sidolo version 2.4, notice d'utilisation" Rapport technique, Ecole Centrale Paris, 1998.
- [ROL01] A.D. Rollett, D. Raabe. "A hybrid model for mesoscopic simulation of recrystallization". *Computational Materials Science*, 21, pp. 69-78, 2001.
- [SME89] R.E. Smelser, R. Becker. "Abaque user subroutines for material modelling". 1989.
- [SOL01] D.E. Solas, C.N. Tomé, O. Engler, H.R. Wenk. "Deformation and recrystallization of hexagonal metals: modeling and experimental results for Zinc". *Acta Materialia*, 49, pp. 3791-3801, 2001.
- [SRO86] D.J. Srolovitz, G.S. Grest, M.P. Anderson. "Computer simulation of recrystallization-I. Homogeneous nucleation and growth" *Acta Metallurgica*, 34, pp. 1833-1845, 1986.
- [SRO88] D.J. Srolovitz, G.S. Grest, M.P. Anderson, R.D. Rollett. "Computer simulation of recrystallization-II. Heterogeneous nucleation and growth" *Acta Metallurgica*, 36, pp. 2115-2128, 1988.
- [TAB92] L. Tabourot. "Loi de comportement élastoviscoplastique du monocristal en grandes déformations". Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1992.
- [TEO93] C. Teodosiu, J.L. Raphanel, L. Tabourot. "Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals". *In proceeding International Seminar MECAMAT 91*, pp. 153-167, 1993.

# Chapitre 4

## Interaction microstructure - perméabilité aux ultrasons

### Sommaire

---

I) VALIDATION DES PARAMETRES NEFASTES A LA PERMEABILITE AUX US.....	164
A. Influence des traitements thermiques sur la perméabilité aux US.....	164
II) MODELISATION DE LA PROPAGATION DES US DANS UN MATERIAU POLYCRISTALLIN.....	174
A. Approche théorique de la propagation des ondes élastiques.....	174
B. Comportement élastique de l'Udimet 720 et présentation du modèle d'éléments finis OOFE.....	182
C. Etude de la sensibilité du modèle.....	185
D. Influence de l'orientation cristallographique et de la taille moyenne de grains.....	191
E. Réalisation de calculs sur une microstructure réelle.....	226

---

Dans le **Chapitre 2**, deux hypothèses ont été émises concernant la variation de perméabilité aux ultrasons. Elles sont toutes deux basées sur la fraction de faibles désorientations.

La première correspond au cas où les faibles désorientations sont regroupées au sein d'amas allongés, dont l'orientation géométrique suit le fibrage. Ces bandes sont déjà présentes dans le demi-produit initial et orientées suivant l'axe d'étirage.

La seconde se rapporte à des conditions thermomécaniques particulières, provoquant une mauvaise recristallisation et par conséquent le développement de faibles désorientations. Ces dernières ne sont pas regroupées au sein de zones possédant une géométrie particulière (amas, bandes..) et sont plus difficiles à observer.

Ces deux hypothèses sont examinées sur la base d'analyses microstructurales et de simulations numériques. La partie expérimentale concerne une étude métallographique, réalisée sur des échantillons possédant des perméabilités aux ultrasons différentes. Les résultats révèlent notamment l'influence de ces amas allongés et de leur orientation géométrique sur la perméabilité aux ultrasons. La partie numérique confirme que les faibles désorientations sont nuisibles à la propagation des ultrasons. L'origine physique de ce phénomène est expliquée à l'aide de simulations numériques de complexité croissante, allant du monocristal à la microstructure polycristalline réelle.

## **I ) Validation des paramètres néfastes à la perméabilité aux US**

Une étude métallographique a été effectuée sur des produits présentant différents résultats lors des CND. Ces échantillons proviennent d'un projet interne de chez Aubert & Duval, durant lequel il a été révélé que certaines conditions de traitement thermique améliorent la perméabilité aux ultrasons. Pour Aubert & Duval, la présence de faibles désorientations traduit un état mal recristallisé et des traitements thermiques (et non thermomécaniques) peuvent probablement diminuer la fraction de faibles désorientations (recristallisation statique) et donc améliorer la perméabilité aux US.

### ***A. Influence des traitements thermiques sur la perméabilité aux US***

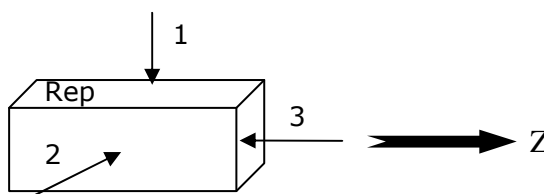
Aubert & Duval a réalisé différents traitements thermiques sur des échantillons de  $30 \times 30 \times 50 \text{ mm}^3$ , prélevés à mi-rayon de la barre de demi-produit  $\varnothing 254 \text{ mm}$ . La taille de ces échantillons a été choisie pour des raisons technologiques, puisque ce sont les dimensions minimales requises pour réaliser des CND dans les mêmes conditions que celles utilisées pour le demi-produit initial  $\varnothing 254 \text{ mm}$ . Le but était de pouvoir comparer les résultats de contrôles de cette étude, avec ceux obtenus initialement pour le demi-produit (**Tableau 2.1**) et ainsi déterminer l'impact des traitements thermiques.

Les différentes conditions de traitement thermiques, ainsi que la dénomination utilisée pour repérer les échantillons sont présentées dans le **Tableau 4.1**

**Tableau 4.1 : Dénomination et conditions de traitement thermique**

	MR2	MR3	MR4	MR5	MR6	MR7	MR8
<b>Conditions de traitements thermiques</b>	1080°C 24h	1100°C 4h	1100°C 8h	1100°C 24h	1120°C 4h	1120°C 8h	1140°C 4h

Après traitement thermique, les échantillons ont été soumis à des CND dans les trois directions. Le sens long des échantillons correspond au contrôle axial (3) et les deux autres directions aux contrôles radiaux (1 et 2) (**Figure 4.1**). Les résultats de contrôle sont regroupés dans le **Tableau 4.2** où les repères P1, MR1 et C1 correspondent aux échantillons périphérie, mi-rayon et centre à l'état brut (**Tableau 2.1**).

**Figure 4.1 : Plan de sondage des échantillons après traitement thermique****Tableau 4.2 : Niveaux d'herbe moyen et maximum en équivalent TFP par rapport à un TFP de 0,62mm - 5 MHz – échantillons traités thermiquement**

	Fréquence 5 MHz					
	Valeurs moyennes			Valeurs maximales		
	1	2	3	1	2	3
<b>P1</b>	0,30	0,34	0,32	0,35	0,35	0,35
<b>MR1</b>	0,30	0,30	0,25	0,35	0,35	0,28
<b>MR2</b>	0,35	0,35	0,28	0,35	0,37	0,28
<b>MR3</b>	0,33	0,33	0,26	0,35	0,35	0,28
<b>MR4</b>	0,30	0,30	0,28	0,35	0,35	0,28
<b>MR5</b>	0,32	0,33	0,25	0,33	0,35	0,28
<b>MR6</b>	0,35	0,30	0,25	0,35	0,35	0,28
<b>MR7</b>	0,28	0,26	0,25	0,28	0,28	0,25
<b>MR8</b>	0,26	0,27	0,25	0,28	0,28	0,25
<b>C1</b>	0,28	0,29	0,15	0,29	0,30	0,16

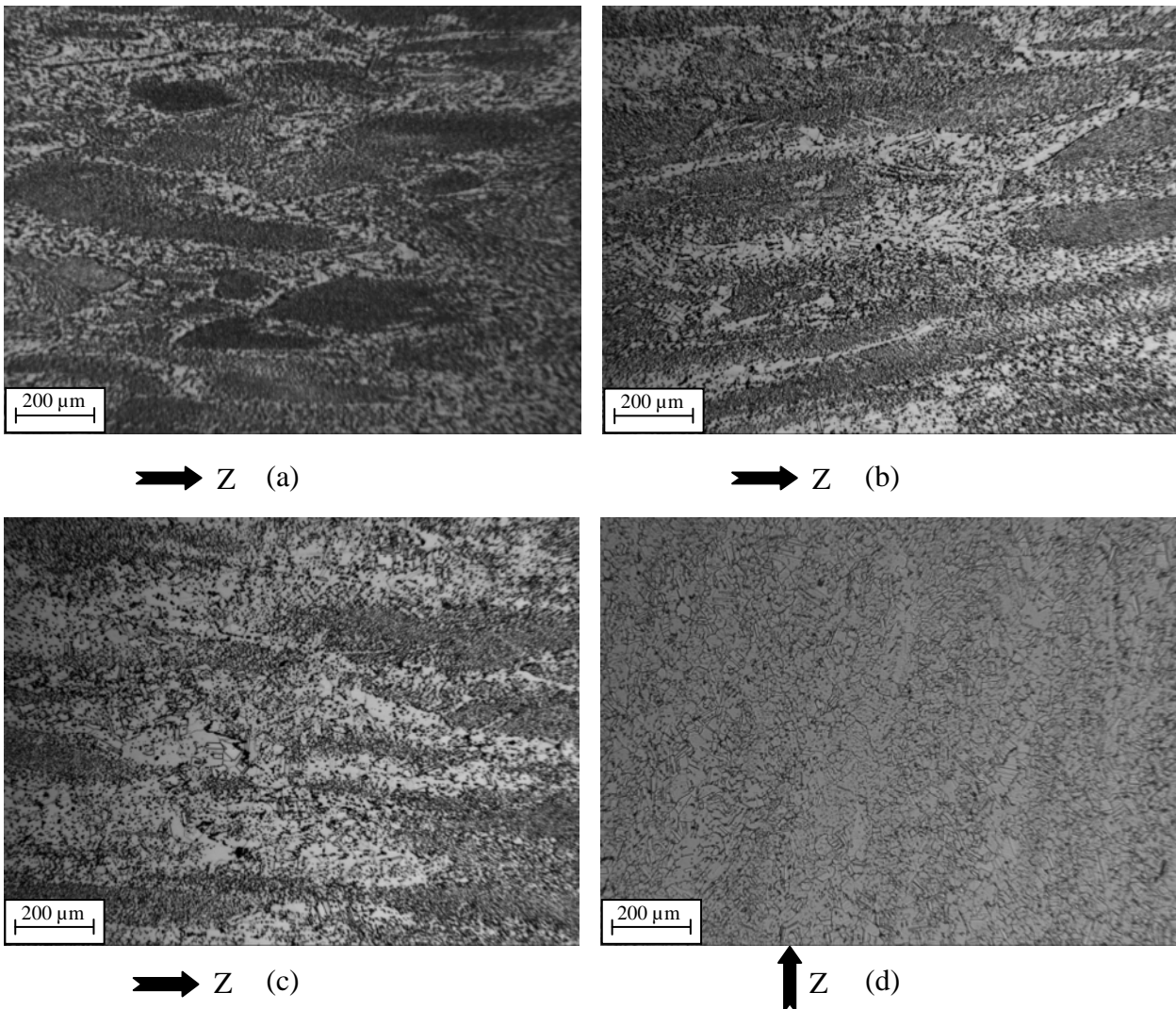
Les résultats, présentés dans le **Tableau 4.2**, montrent que pour les échantillons **MR1** à **MR6**, il n'y a pas d'amélioration de la perméabilité aux US. Les valeurs moyennes sont de 0,33 en radial et de 0,26 en axial. Au contraire, pour les échantillons **MR7** et **MR8**, on remarque que les valeurs sont les plus faibles, avec homogénéité en axial (3) et en radial (1 et 2) et une valeur moyenne aux environs de 0,26. On note notamment que ces échantillons présentent le même niveau en radial que l'échantillon **C1**, correspondant au centre de la barre de demi-produit  $\varnothing 254\text{mm}$  à l'état brut de forge. Enfin, on retrouve ce qui a déjà été observé dans le **Tableau 2.1**, à savoir que la périphérie à l'état brut (**P1**) possède les niveaux les plus élevés dans les 3 directions.



Ceci tend à montrer que des traitements thermiques inférieurs à 1120°C/8h, n'affectent pas ou très peu les échantillons prélevés à mi-rayon du demi-produit. De manière à évaluer l'évolution microstructurale des échantillons **MR7** et **MR8** lors des traitements thermiques, une analyse métallographique a été effectuée sur les échantillons **MR6**, **MR7** et **MR8**. L'examen de l'échantillon **MR6** servant uniquement à confirmer qu'il n'y a pas d'évolution microstructurale pour ces conditions de traitement.

### 1. Microscopie optique

Les premières analyses en microscopie optique, ont révélé une évolution microstructurale notable entre les échantillons **MR6**, **MR7** et **MR8**. On note respectivement une diminution de la fraction de bandes (précipitation fine et dense) et la croissance des grains  $\gamma$ , dans les régions à faible teneur en précipités  $\gamma'$  (**Figure 4.2 b, c et d**).

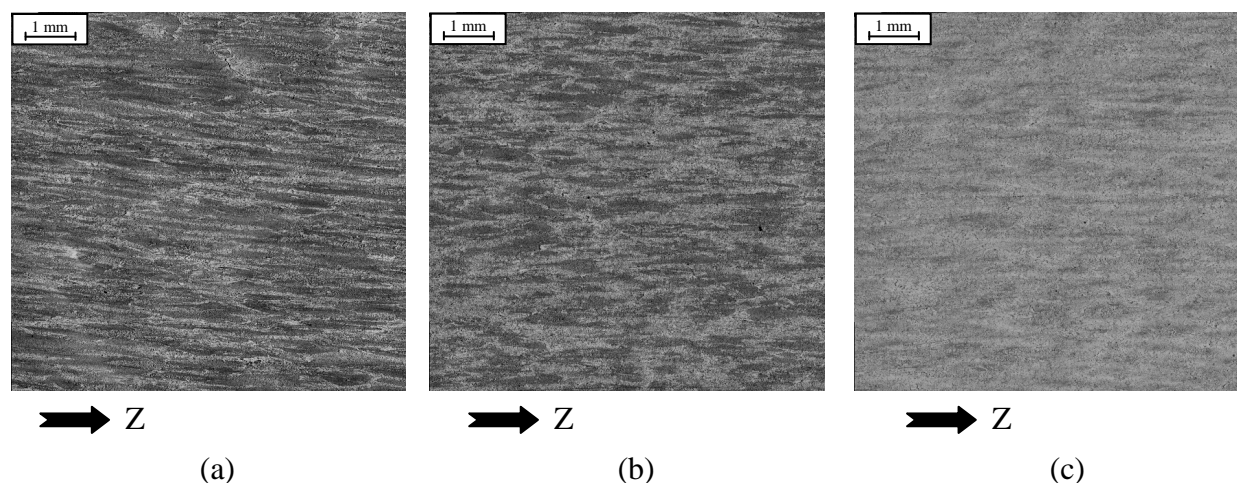


**Figure 4.2 : Influence du traitement thermique sur l'évolution microstructurale : (a) MR1 état brut de forgeage, (b) MR6, (c) MR7 et (d) MR8**

D'après les résultats du **Tableau 4.2**, la perméabilité aux ultrasons est similaire pour les échantillons à l'état brut et **MR6**. On suppose donc qu'aucune évolution microstructurale n'a eu

lieu durant le traitement thermique. Les différentes analyses réalisées en microscopie optique sur ces échantillons, ont révélé que la taille moyenne de grains a augmenté dans les régions à faible densité en phase  $\gamma'$ , mais que la fraction de bandes est similaire (**Figure 4.2 a et b**). L'hypothèse, selon laquelle, ce sont ces bandes de précipitation fine et dense qui sont nuisibles aux ultrasons, explique les résultats analogues obtenus lors des CND. Il est cependant intéressant d'analyser l'évolution de la taille de grains pour les divers échantillons, puisqu'il est généralement considéré que de gros grains sont néfastes à la perméabilité aux ultrasons [ORL95].

Pour les échantillons **MR6**, **MR7** et **MR8**, on note une diminution de la fraction de bandes et par conséquent une augmentation de la fraction de zones à gros grains. Dans ces dernières, on observe la présence de précipités intragranulaires, correspondant aux précipités intergranulaires laissés en arrière du joint de grains lors de la croissance des grains  $\gamma$  (voir forgeage à 1125°C **Chapitre 2.V**). De manière à suivre quantitativement l'évolution de la fraction de bandes pour ces trois échantillons, des micrographies optiques à faibles grossissements ont été réalisées (**Figure 4.3**).



**Figure 4.3 : Evolution de la fraction de bandes de précipitation fine et dense en fonction des traitements thermiques : (a) MR6, (b) MR7 et (c) MR8**

Les bandes de précipitation fine et dense apparaissent en sombre sur les micrographies et la fraction a été déterminée par analyse d'image. Les résultats obtenus sont présentés dans le **Tableau 4.3**.

**Tableau 4.3 : fraction de bandes de précipitation fine et dense dans les échantillons MR6, MR7 et MR8.**

	Echantillons		
	MR6 (1120/4h)	MR7 (1120/8h)	MR8 (1140/4h)
<b>Fraction de bandes de précipitation fine et dense</b>	62 %	48 %	10 %

Les résultats du **Tableau 4.3** montrent que la fraction de bandes diminue nettement entre les échantillons MR6 et MR8, ce qui peut expliquer l'amélioration des résultats lors des CND.

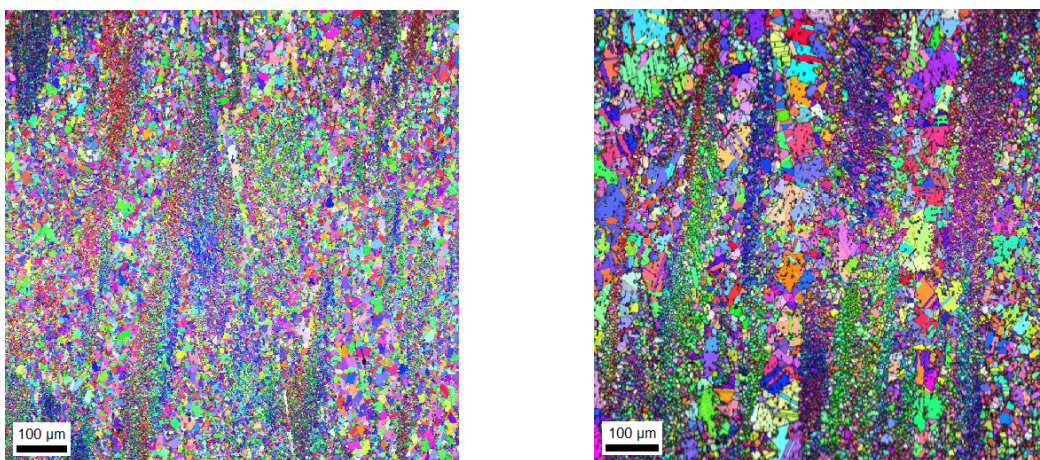
Une des hypothèses sur l'origine de la variation de perméabilité aux US, concerne ces bandes et plus particulièrement l'orientation cristallographique des entités qui les composent (grains  $\gamma$  et précipités  $\gamma'$ ). De nombreux travaux réalisés sur des alliages de titane [GIG00], [GIG03], [HUM09], ont révélé que des colonies formées de grains  $\alpha$  d'orientations cristallographiques proches (macrozones), sont néfastes aux US. Elles seraient perçues par les US comme des gros grains, donc des milieux diffusifs. De plus, ces études ont mis en évidence l'importance de l'orientation géométrique de ces macrozones, puisque dans le cas où elles sont perpendiculaires au faisceau US, l'amplitude du signal rétrodiffusé est plus importante et le rapport signal/bruit plus faible. Cela a également été observé pour l'Udimet 720, où pour des demi-produits, les résultats de CND sont généralement plus mauvais lors de contrôles radiaux, c'est-à-dire lorsque les bandes sont perpendiculaires au faisceau (**Tableau 4.2**).

Les analyses optiques ont révélé qu'une fraction de bandes plus faible améliore la perméabilité aux US. De manière à vérifier si le phénomène pour l'Udimet 720 est identique à celui évoqué pour les alliages de titane, des analyses EBSD ont été réalisées afin d'étudier l'orientation cristallographique des bandes. Le but est double :

- Vérifier si l'ensemble des bandes est texturé ou si quelques unes possèdent une texture aléatoire.
- Dans le cas de bandes texturées, déterminer si toutes les bandes ont la même orientation cristallographique.

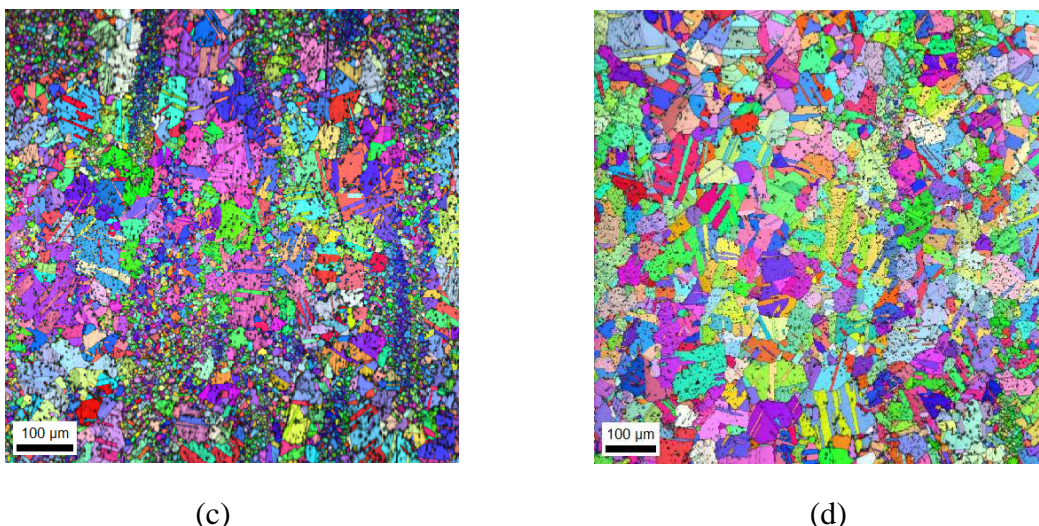
## 2. EBSD

De manière à analyser qualitativement l'orientation cristallographique des bandes, les premières analyses EBSD ont été effectuées sur des zones de grandes dimensions, avec un pas d'exploration de  $1\mu\text{m}$ . Les cartographies de l'échantillon à l'état brut de forgeage et des échantillons MR6, MR7 et MR8 sont présentées sur la **Figure 4.4**.



(a)

(b)

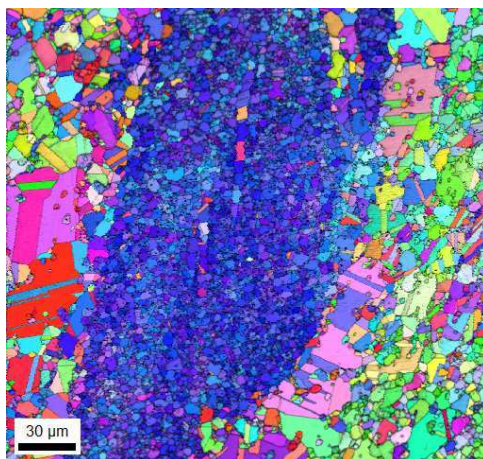


**Figure 4.4 : Cartographies d'orientation cristallographique des échantillons : (a) MR1 état brut de forgeage, (b) MR6, (c) MR7 et (d) MR8**

Les mesures EBSD confirment les observations optiques. Plus la température et le temps de maintien sont élevés, plus la fraction de bandes diminue et la taille moyenne de grains hors des bandes augmente. On remarque sur la **Figure 4.4 d**, l'absence de bandes. Pour tous les échantillons traités thermiquement, on note la présence de nombreux précipités intragranulaires, signe que les précipités  $\gamma'$  (initialement aux joints de grains), ancrent plus difficilement les joints de grains à partir de 1120°C.

Concernant l'orientation cristallographique des bandes, on remarque pour les échantillons à l'état brut et MR6 (**Figures 4.4 a et b**) que les bandes sont texturées, mais que l'orientation cristallographique est distincte pour chacune d'elle. Afin de mieux mettre en évidence la texture des bandes et de déterminer les contributions respectives des grains et des précipités, des mesures EBSD avec un pas fin (0,3 µm) ont été effectuées sur quelques bandes (**Figure 4.5**). Les résultats montrent que les grains  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  ont la même orientation cristallographique.

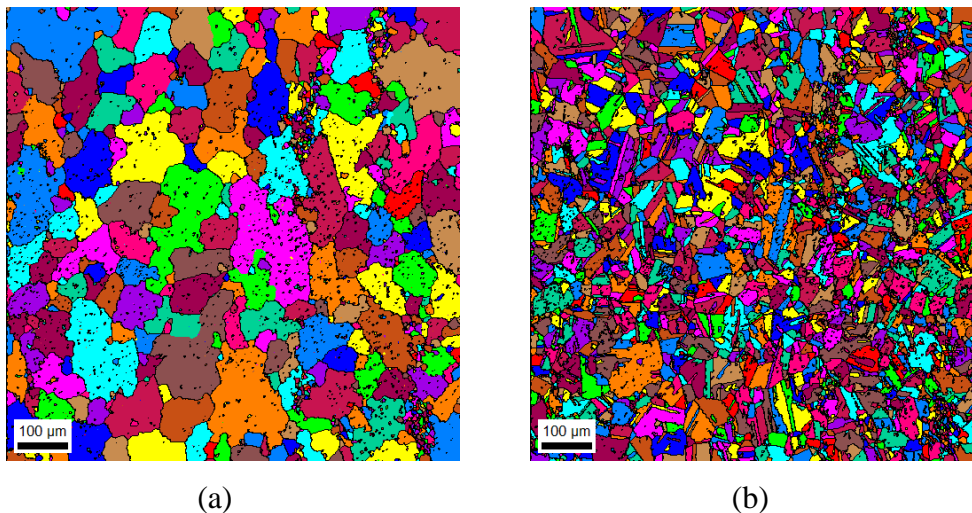
Pour l'échantillon MR7, on note d'une part, moins de bandes et d'autre part, que la texture de certaines d'entre elles est quasi-isotrope (**Figure 4.4 c**).



**Figure 4.5 : Exemple d'une bande texturée où les grains  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  possèdent la même orientation cristallographique**

Pour les échantillons MR6 à MR8, la diminution de la fraction de bandes est en accord avec l'hypothèse selon laquelle les bandes de précipitation fine et dense texturées sont nuisibles à la propagation des US. Cependant, on observe conjointement à ce phénomène, une augmentation de la taille moyenne de grains comme le montre la **Figure 4.4**. Dans la littérature, il est généralement considéré que de gros grains sont à proscrire. Toutefois, il n'existe pas de taille de grains critique définie, en dessous de laquelle la perméabilité aux US est bonne et vice versa. Cela dépend du matériau mais aussi des paramètres de CND (fréquence...).

Les différentes études métallographiques de l'Udimet 720, ont montré la présence de nombreuses macles de recuit  $\Sigma 3$ , caractéristiques d'un matériau à faible énergie de défaut d'empilement. Ces dernières correspondent à des désorientations de  $60^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$  et l'interface du joint est un plan  $\{111\}$ , ce qui en fait des interfaces cohérentes, pouvant ne pas être perçues comme des obstacles à la propagation des US. Dans ce cas, un grain maclé peut être considéré par les US comme un gros grain, au lieu de plusieurs grains de taille moyenne. Pour les échantillons traités thermiquement, la croissance de grains s'accompagne d'une augmentation de la fraction de macles  $\Sigma 3$ . De ce fait, la taille moyenne de grain est nettement différente si l'on considère ou non les macles dans le calcul de la taille de grains. La **Figure 4.6** correspond à la microstructure de l'échantillon MR8, en tenant compte ou non des macles  $\Sigma 3$ . Dans la représentation utilisée, une couleur déterminée aléatoirement est attribuée à chaque grain de la microstructure.



**Figure 4.6 :** Représentation de la microstructure de l'échantillon MR8, dans laquelle une couleur est attribuée pour chaque grain : (a) sans les macles  $\Sigma 3$  et (b) avec les macles  $\Sigma 3$

La **Figure 4.6** illustre la forte variation de taille de grains, lorsque l'on tient compte ou non des macles  $\Sigma 3$  et montre donc le besoin de connaître l'influence de ces dernières sur la propagation des ultrasons. Le but est de savoir si dans le cadre des CND, la taille moyenne de grains doit être calculée en considérant ou non les macles de recuit  $\Sigma 3$ .

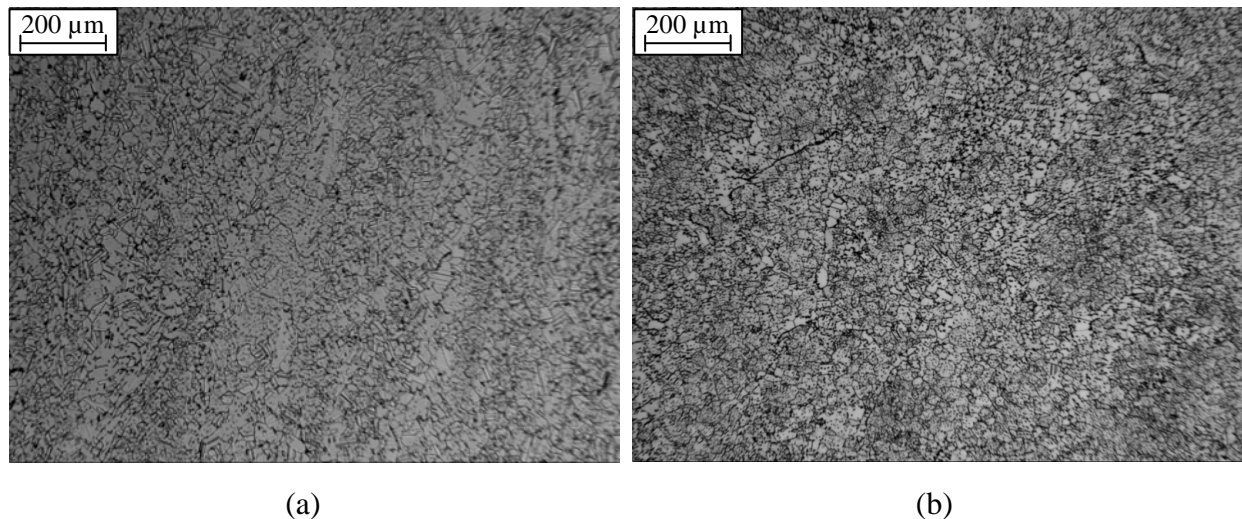
Pour répondre à cette question, des simulations numériques ont été effectuées sur un bicristal en relation de macle  $\Sigma 3$ . Les résultats sont présentés dans la **partie II**.

Il faut noter qu'aucune influence de la taille de grains n'a été observée pour les échantillons traités thermiquement. En effet, pour les échantillons MR6 à MR8, il y a amélioration de la perméabilité aux ultrasons alors que la taille de grains augmente. Ceci est contraire à ce qui est classiquement observé dans la littérature. Pour expliquer ce comportement singulier, deux hypothèses sont émises :

- Pour tous les échantillons traités thermiquement, il se peut que la taille de grains soit nettement inférieure à la taille de grains critique. De ce fait, la variation de taille de grains entre les échantillons MR6, MR7 et MR8 n'influe pas sur la propagation des ultrasons. Dans ce cas, l'influence des macles vis-à-vis des US prend toute son importance, dans le calcul de la taille de grains critique.
- La seconde explication qui apparaît la plus probable, repose sur la compétition entre l'influence de la taille de grains et celle des bandes texturées. Au vu des résultats de CND, la perméabilité aux US dans les échantillons traités thermiquement peut être gouvernée par les bandes et l'influence de la taille de grains n'est que secondaire (voire négligeable).

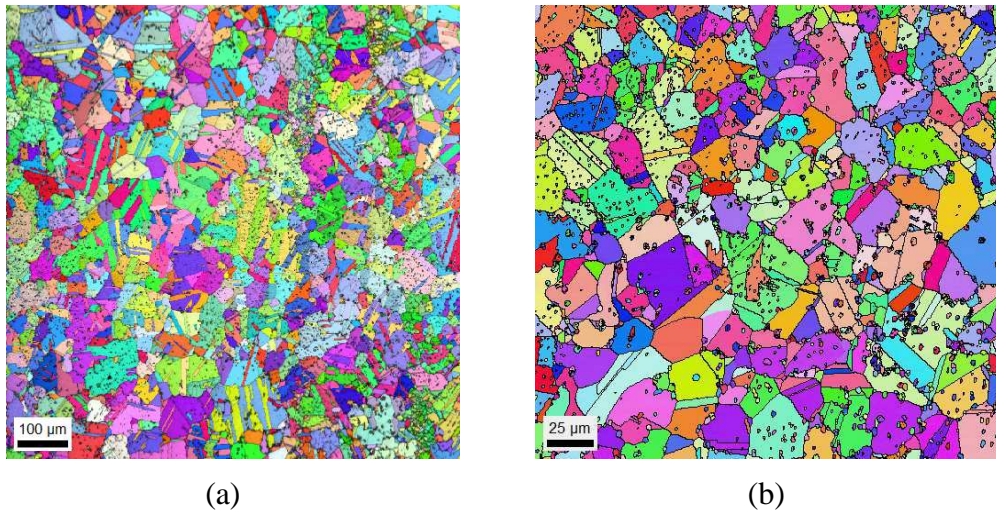
### 3. Comparaison des microstructures MR8 et forgées à 1125°C et $10^{-1} s^{-1}$

La microstructure du spécimen MR8 est similaire à celle obtenue après forgeage à 1125°C et  $10^{-1} s^{-1}$ . Les analyses en microscopie optique, ont mis en évidence une taille de grains  $\gamma$  importante avec la présence de précipités  $\gamma'$  intragranulaires, ainsi qu'une forte atténuation de la fraction de bandes (**Figure 4.7**). La phase  $\gamma'$  apparaît répartie de manière beaucoup plus homogène que pour les autres conditions de traitement thermiques (MR6, MR7...), ou bien que pour une température de forgeage de 1100 °C.



**Figure 4.7 : Micrographies optiques à faible grandissement des échantillons MR8 (a) et forgé à 1125 °C,  $10^{-1} s^{-1}$  (b)**

Les analyses complémentaires réalisées en EBSD, ont confirmé ces observations morphologiques (**Figure 4.8**) et ont montré que les fractions de faibles désorientations sont faibles dans les deux cas (**Tableau 4.4**).



**Figure 4.8 : Cartographies d’orientations cristallographiques des échantillons MR8 (a) et forgé à 1125°C et  $10^{-1} s^{-1}$  (b)**

**Tableau 4.4 : Fraction de faibles désorientations des échantillons MR8 et forgé à 1125°C,  $10^{-1} s^{-1}$**

	Echantillons	
	MR8 (1140°C/4h)	1125°C, $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$ et $\epsilon = 0,6$
<b>Fraction de faibles désorientations (2-15°)</b>	8,8	5,2

L’intérêt de comparer ces deux microstructures réside dans le fait que l’échantillon MR8 possède une bonne perméabilité aux ultrasons lors des CND. De ce fait, l’observation de microstructures similaires, sous-entend que des pièces forgés à 1125°C et  $10^{-1} s^{-1}$  doivent présenter également une bonne perméabilité aux ultrasons. Cela conforte ce qui a été avancé dans la **partie VI du Chapitre 2**, à savoir que des échantillons forgés à 1125°C ont une faible fraction de faibles désorientations et doivent présenter de bons résultats lors des CND. Cette étude sur les échantillons traités thermiquement, consolide nos conclusions émises dans la **partie VI du Chapitre 2**, quant à la nocivité des faibles désorientations pour la propagation des ultrasons. Plus particulièrement sur l’impact des bandes de précipitation fine et dense, dans le cas où les faibles désorientations sont regroupées en amas et entraînent une texture locale.

Conclusion partielle

*La caractérisation microstructurale d'échantillons traités thermiquement dans différentes conditions (T,t), a permis de conforter l'hypothèse selon laquelle les faibles désorientations sont néfastes à la perméabilité aux US.*

*- Dans un premier temps, il a été mis en évidence que pour des traitements thermiques supérieurs à 1120°C/8h, la perméabilité aux US s'améliore significativement lors des contrôles radiaux. Les analyses microstructurales ont révélé que ce résultat est lié à la diminution de la fraction de bandes texturées, perpendiculaires au faisceau US. Ce phénomène est en accord avec ce qui est classiquement observé dans les alliages de titane, où des « macrozones » composées de grains  $\alpha$  d'orientations cristallographiques proches, sont néfastes aux US, lorsqu'elles sont perpendiculaires au faisceau US.*

*- Dans un second temps, il est apparu que les microstructures obtenues après forgeage à 1125°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$  et après traitement thermique à 1140°C/4h sont similaires. Dans les deux cas, on observe une forte atténuation de la fraction de bandes, une taille de grains  $\gamma$  importante et une faible fraction de faibles désorientations. La perméabilité aux US dans ces conditions de traitement thermique étant bonne, cela permet de supposer qu'après forgeage à 1125°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$ , les pièces doivent présenter de bons résultats lors des CND et que cela est lié à la faible fraction de faibles désorientations.*



## II ) Modélisation de la propagation des US dans un matériau polycristallin

Les ondes ultrasonores sont des ondes mécaniques, nécessitant un milieu de propagation plus ou moins dense pour se déplacer. Elles sont sensibles aux discontinuités de milieu, ce qui explique leur utilisation pour la détection de défauts, tels que les fissures dans un matériau. La propagation des ondes ultrasonores s'effectue sans transport de matière, suivant plusieurs modes de propagation. Pour les CND, les déformations du milieu contrôlé dues à la propagation des US restent dans le domaine élastique, d'où le terme d'ondes élastiques.

Les phénomènes physiques liés à la propagation des ondes élastiques dans un milieu homogène sont décrits dans une première partie. L'objectif est de présenter les équations générales de propagation, puis de construire des solutions sous formes d'ondes planes et enfin de décrire les différents modes de propagation des ondes (compression et cisaillement), pour un matériau élastique isotrope puis orthotrope. Une fois la théorie exposée, la seconde partie présente les différentes simulations numériques effectuées avec le logiciel d'éléments finis OOFE, permettant une description propre des fronts d'ondes. La complexité croissante des calculs, allant du monocristal à la microstructure réelle du polycristal, permet d'étudier l'influence de l'orientation cristallographique et de la taille moyenne de grains sur la perméabilité aux ultrasons. Il est démontré que lors du changement de milieu (autrement dit de grain), des phénomènes de réflexion et de transmission aux interfaces des grains, expliquent la variation de résultats lors des contrôles non destructifs.

### A. Approche théorique de la propagation des ondes élastiques

#### 1. Equation de propagation

On considère un milieu homogène élastique  $\Omega$ , soumis à une perturbation ultrasonore et on se limite au cas où le matériau ne subit aucune force externe  $f$ . En notant par  $u$  le champ de déplacement dû uniquement au passage de l'onde ultrasonore et en se plaçant dans le cadre des petites perturbations, les composantes du tenseur des déformations  $\epsilon$  s'écrivent sous la forme suivante :

$$\epsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (4.1)$$

Dans l'hypothèse d'un comportement élastique, le tenseur des contraintes  $\sigma$  s'exprime en fonction du tenseur des déformations par la loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \epsilon_{kl} \quad (4.2)$$

où  $C$  est le tenseur d'élasticité de Hooke. Ici et par la suite, la convention de sommation d'Einstein d'indices muets est adoptée.

La relation fondamentale de la dynamique du milieu ayant une masse volumique  $\rho$  s'écrit comme suit :

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} \quad (4.3)$$

En substituant l'équation (4.2) dans l'équation (4.3), on obtient l'équation de propagation, pour les déplacements des particules  $\mathbf{u}$  :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} \quad (4.4)$$

## 2. Solutions de l'équation de propagation

En utilisant la méthode classique de séparation des variables (ou encore la méthode des transformées de Fourier), une solution générique de l'équation des ondes (4.4) est une onde plane monochromatique de la forme :

$$\mathbf{u} = \mathbf{u}^0 e^{i(\mathbf{k} \cdot \mathbf{x} - \omega t)} \quad (4.5)$$

Le vecteur  $\mathbf{u}^0$  désigne le vecteur de polarisation,  $\mathbf{k}$  le vecteur d'onde et  $|\omega|$  la pulsation. En injectant la forme spéciale de  $\mathbf{u}$  dans l'équation (4.4), on obtient trois équations pour la composante du déplacement  $\mathbf{u}^0$ .

$$\left( C_{ijkl} k_j k_l - \rho \omega^2 \delta_{ik} \right) u_k^0 = 0 \quad (4.6)$$

Ce système présente des solutions non nulles si le déterminant des coefficients est égal à zéro :

$$\det(\Gamma_{ik} - \rho \omega^2 \delta_{ik}) = 0 \quad (4.7)$$

où  $\Gamma$  est le tenseur de Christoffel ou « tenseur acoustique », dont les composantes sont calculées comme suit :

$\Gamma_{ik} = C_{ijkl} k_j k_l$  est un tenseur du 2<sup>ème</sup> ordre symétrique. Dans les cas que l'on considère dans cette thèse,  $\Gamma$  possède trois valeurs propres réelles positives  $\lambda$ , qui définissent les trois fréquences  $\omega = \sqrt{\lambda/\rho}$  associées au vecteur d'onde  $\mathbf{k}$ . Les trois vecteurs propres associés aux trois valeurs propres définissent les trois modes de propagation.

### 3. Modes de propagation

Dans cette partie, l'équation (4.7) est résolue dans le cas d'un matériau élastique isotrope, puis élastique orthotrope.

#### (a) Cas d'un matériau élastique isotrope

Dans le cas d'un matériau élastique homogène et isotrope, le tenseur d'élasticité  $C_{ijkl}$ , ne dépend plus que du coefficient de Lamé  $\lambda$  et du module de cisaillement  $\mu$ . La relation (4.2) s'exprime de la façon suivante :

$$\sigma_{ij} = 2\mu\varepsilon_{ij} + \lambda\varepsilon_{kk}\delta_{ij} \quad (4.8)$$

Comme le milieu est isotrope, on s'intéresse par exemple au tenseur de Christoffel associé à  $\mathbf{k} = \mathbf{e}_1$ , qui s'écrit alors :

$$\begin{pmatrix} C_{11} & 0 & 0 \\ 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \quad (4.9)$$

avec  $C_{11} = \lambda + 2\mu$  et  $C_{44} = \mu$

En injectant l'équation (4.9) dans (4.7), on remarque qu'il existe seulement deux types de solutions.

$$(C_{11} - \rho\omega^2) = 0$$

$$(C_{44} - \rho\omega^2) = 0$$

#### Premier mode de propagation : Ondes de compression (P)

Le mode P correspond au premier type de solution et permet d'établir la relation suivante :

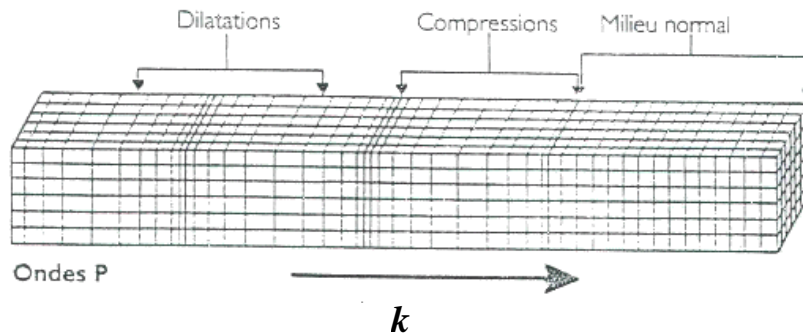
$$c_p = \frac{\omega}{\|k\|} = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} \quad (4.10)$$

En notant  $\mathbf{E}$  le module d'Young et  $\nu$  le coefficient de poisson du milieu, on a :

$$c_p = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (4.11)$$

Le mode P se propage dans la direction  $\mathbf{k}$  et le déplacement des particules se fait dans cette même direction (**Figure 4.9**). On dit que ce mode est polarisé selon le vecteur d'onde. On

parle donc d'ondes de compression ou d'ondes longitudinales, notées « Ondes P » dans la suite du chapitre.



**Figure 4.9 : Schéma de propagation des ondes de compression (ondes P)**

**Second mode de propagation : Ondes de cisaillement (S)**

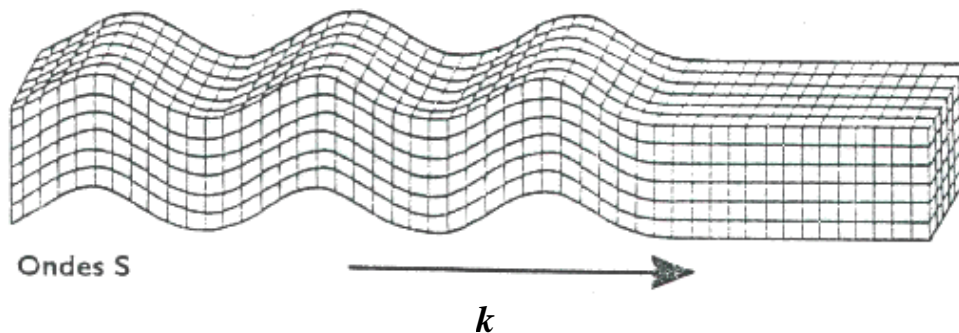
Le mode S correspond au second type de solution et permet d'établir la relation suivante :

$$c_s = \frac{\omega}{\|k\|} = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}} \quad (4.12)$$

En utilisant le fait que  $C_{44} = \mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$ , on obtient :

$$c_s = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}} \quad (4.13)$$

Le mode S se propage dans la direction  $k$ , mais le déplacement des particules se fait perpendiculairement à cette direction (**Figure 4.10**). On parle donc d'ondes de cisaillement ou ondes transversales, notées « Ondes S » dans la suite du chapitre.



**Figure 4.10 : Schéma de propagation des ondes de cisaillement (ondes S)**

**Remarque :** les coefficients  $\lambda$  et  $\mu$  étant des réels positifs, nous avons toujours  $c_p > c_s$ . Les ondes de compression se propagent plus vite que les ondes de cisaillement et possèdent donc

pour une même source générant ces deux ondes, un temps d'arrivée inférieur, d'où une troisième terminologie d'ondes primaires (compression) et ondes secondaires (cisaillement).

**(b) Cas d'un matériau élastique orthotrope.**

Dans le but d'analyser les effets de l'orthotropie sur les modes propres de propagation des ondes planes, on étudie le cas d'une plaque de normale  $\mathbf{n}$ , composée d'un matériau orthotrope de base  $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3)$  avec  $\mathbf{n} // \mathbf{e}_3$ . Un matériau élastique orthotrope possède 3 plans de symétrie permettant de ramener le nombre de composantes indépendantes du tenseur d'élasticité de 21 à 9. Celles-ci sont calculées à partir des modules d'Young  $(E_1, E_2, E_3)$ , des coefficients de Poisson  $(\nu_1, \nu_2, \nu_3)$  et des modules de cisaillement  $(G_{12}, G_{13}, G_{23})$ . Le tenseur d'élasticité devient alors :

$$\mathbf{C} = \sum_{i,j} C_{ijij} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j \otimes \mathbf{e}_j + \sum_{i \neq j} C_{ijji} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j \otimes \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j + \sum_{i \neq j} C_{ijji} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j \otimes \mathbf{e}_j \otimes \mathbf{e}_i$$

avec  $i, j = 1, 2, 3$  (4.14)

Le tenseur d'élasticité  $\mathbf{C}$  peut se décomposer en une partie  $\mathbf{C}_s$  correspondant à la projection dans le plan de la plaque et d'autres composantes représentatives du comportement hors plan :

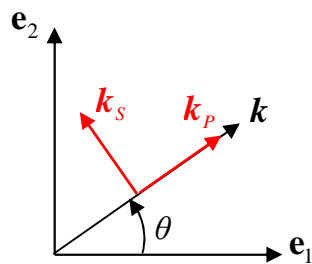
$$\mathbf{C} = \mathbf{C}_s + \sum_{\alpha} C_{\alpha 3 \alpha 3} \mathbf{e}_{\alpha} \otimes \mathbf{e}_3 \otimes \mathbf{e}_{\alpha} \otimes \mathbf{e}_3 + \sum_{\alpha} C_{3 \alpha \alpha 3} \mathbf{e}_3 \otimes \mathbf{e}_{\alpha} \otimes \mathbf{e}_{\alpha} \otimes \mathbf{e}_3$$
 (4.15)

avec :

$$\begin{aligned} \mathbf{C}_s = & \sum_{\alpha, \beta} C_{\alpha \alpha \beta \beta} \mathbf{e}_{\alpha} \otimes \mathbf{e}_{\alpha} \otimes \mathbf{e}_{\beta} \otimes \mathbf{e}_{\beta} + \sum_{\alpha \neq \beta} C_{\alpha \beta \alpha \beta} \mathbf{e}_{\alpha} \otimes \mathbf{e}_{\beta} \otimes \mathbf{e}_{\alpha} \otimes \mathbf{e}_{\beta} \\ & + \sum_{\alpha \neq \beta} C_{\alpha \beta \beta \alpha} \mathbf{e}_{\alpha} \otimes \mathbf{e}_{\beta} \otimes \mathbf{e}_{\beta} \otimes \mathbf{e}_{\alpha} \end{aligned}$$
 (4.16)

avec  $\alpha, \beta = 1, 2$

Dans l'exemple présenté **Figure 4.11**, on étudie les modes propres de propagation dans le plan d'orthotropie  $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ , lorsque le front d'onde progresse dans une direction faisant un angle  $\theta$  par rapport à  $\mathbf{e}_1$ .



**Figure 4.11 : schéma du vecteur d'onde dans sa base d'orthotropie**

Le vecteur d'onde  $\mathbf{k}$  se décompose dans la base d'orthotropie de la manière suivante :

$$\mathbf{k} = \|\mathbf{k}\| (a\mathbf{e}_1 + b\mathbf{e}_2) \quad (4.17)$$

avec  $a = \cos \theta$  et  $b = \sin \theta$

Chaque mode de propagation  $\mathbf{u}^0$  est alors décomposé dans le plan  $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$  :

$$\mathbf{u}^0 = u_1^0 \mathbf{e}_1 + u_2^0 \mathbf{e}_2 \quad i = 0, 1 \quad (4.18)$$

En posant  $\varphi = \rho c^2$ , on obtient, avec la notation de Voigt, l'équation suivante :

$$\varphi^2 - \varphi(a^2 C_{11} + b^2 C_{22} + C_{44}) + (a^2 C_{11} + b^2 C_{44})(b^2 C_{22} + a^2 C_{44}) - a^2 b^2 (C_{12} + C_{44})^2 = 0 \quad (4.19)$$

On note  $\Delta$  le déterminant de l'équation (4.19) :

$$\Delta = \left[ (a^2 C_{11} + b^2 C_{44}) - (b^2 C_{22} + a^2 C_{44}) \right]^2 + 4a^2 b^2 (C_{12} + C_{44})^2 \quad (4.20)$$

Il existe alors deux vitesses de propagation, solutions de l'équation (4.19):

$$c_{1,2}^2 = \frac{a^2 C_{11} + b^2 C_{22} + C_{44} \pm \sqrt{\Delta}}{2\rho} \quad (4.21)$$

Les modes propres normés, associés à ces valeurs propres, sont définis dans le repère d'orthotropie  $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$  par Dieulesaint et Royer [DIE96].

$$\mathbf{u}_p^0 = \frac{1}{\sqrt{1 + \left( \frac{\rho c_1^2 - a^2 C_{11} - b^2 C_{44}}{ab(C_{12} + C_{44})} \right)^2}} \left( \mathbf{e}_1 + \frac{\rho c_1^2 - a^2 C_{11} - b^2 C_{44}}{ab(C_{12} + C_{44})} \mathbf{e}_2 \right) \quad (4.22)$$

$$\mathbf{u}_s^0 = \frac{1}{\sqrt{1 + \left( \frac{\rho c_2^2 - b^2 C_{22} - a^2 C_{44}}{ab(C_{12} + C_{44})} \right)^2}} \left( \frac{\rho c_2^2 - b^2 C_{22} - a^2 C_{44}}{ab(C_{12} + C_{44})} \mathbf{e}_1 + \mathbf{e}_2 \right) \quad (4.23)$$

La solution  $\mathbf{u}_p^0$  correspond à l'onde quasi-longitudinale, dont la polarisation est proche de  $\mathbf{k}$  et la solution  $\mathbf{u}_s^0$  à l'onde quasi-transverse, dont la polarisation est proche d'une direction perpendiculaire à la direction de propagation  $\mathbf{k}$ .

De manière à mettre en évidence les notions d'ondes quasi-longitudinale et quasi-transverse, il est possible d'écrire les composantes de la matrice d'élasticité orthotrope dans le

plan  $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ , à partir de la matrice d'élasticité isotrope, à laquelle on ajoute des quantités plus ou moins grandes  $\zeta_1$  et  $\zeta_2$ . On obtient ainsi :

$$\begin{aligned} C_{11} &= \lambda + 2\mu + \zeta_1 \\ C_{22} &= \lambda + 2\mu + \zeta_2 \\ C_{12} &= \lambda \\ C_{44} &= \mu \end{aligned} \quad (4.24)$$

Ces deux paramètres  $\zeta_1$  et  $\zeta_2$  permettent en quelque sorte de mesurer le degré d'anisotropie de la matrice d'élasticité orthotrope dans le plan  $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ . De ce fait, lorsque  $\zeta_1 = \zeta_2 = 0$ , on se ramène au cas isotrope. Ainsi, les vitesses de phase définies par l'équation (4.21) peuvent se mettre sous la forme suivante :

$$c_{1,2}^2 = \frac{(\lambda + 3\mu) + (a^2\zeta_1 + b^2\zeta_2) \pm (\lambda + \mu)\sqrt{\Delta}}{2\rho} \quad (4.25)$$

avec :

$$\Delta = 1 + \frac{(a^2\zeta_1 - b^2\zeta_2)}{\lambda + \mu} \left[ 2(a^2 - b^2) + \frac{(a^2\zeta_1 - b^2\zeta_2)}{\lambda + \mu} \right] \quad (4.26)$$

On constate que lorsque les valeurs de  $\zeta_1$  et  $\zeta_2$  sont faibles, les racines  $c_1$  et  $c_2$  sont respectivement voisines des vitesses de propagation des ondes P ( $c_p$ ) et des ondes S ( $c_s$ ) d'un matériau isotrope.

Les modes propres peuvent alors s'écrire sous la forme :

$$\mathbf{u}_p^0 = \frac{ab}{\sqrt{a^2b^2 + \frac{1}{4}\left(1 - 2a^2 + \frac{b^2\zeta_2 - a^2\zeta_1 + \sqrt{\Delta}}{\lambda + \mu}\right)^2}} \left( \mathbf{e}_1 + \frac{1 - 2a^2 + \frac{b^2\zeta_2 - a^2\zeta_1 + \sqrt{\Delta}}{\lambda + \mu}}{2ab} \mathbf{e}_2 \right) \quad (4.27)$$

$$\mathbf{u}_s^0 = \frac{ab}{\sqrt{a^2b^2 + \frac{1}{4}\left(1 - 2b^2 + \frac{a^2\zeta_1 - b^2\zeta_2 + \sqrt{\Delta}}{\lambda + \mu}\right)^2}} \left( \frac{1 - 2b^2 + \frac{a^2\zeta_1 - b^2\zeta_2 + \sqrt{\Delta}}{\lambda + \mu}}{2ab} \mathbf{e}_1 + \mathbf{e}_2 \right) \quad (4.28)$$

La **Figure 4.12** est une représentation de ces fronts d'ondes comparativement à la direction de propagation  $\mathbf{k}$ .

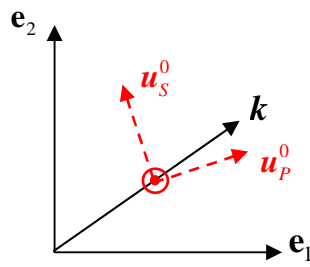


Figure 4.12 : Représentation des modes propres de propagation

#### 4. Vitesse de groupe et transport d'énergie

La propagation d'une onde élastique dans un matériau est accompagnée d'un transport d'énergie. On définit ainsi un vecteur  $\mathbf{P}$ , dit vecteur de Pointing, dont la direction est celle du transport d'énergie et la vitesse de transport de l'énergie (ou vitesse de groupe) associée est notée  $\mathbf{c}_e$ . La représentation généralement utilisée, afin de renseigner, d'une part, sur le transport de l'énergie et, d'autre part, sur l'onde de propagation est la surface des « lenteurs ». Ce graphique correspond, pour tout angle  $\theta$ , à la valeur  $1/c$  avec  $c$  la vitesse de phase. La Figure 4.13 a est la représentation de ces vecteurs sur une surface des lenteurs quelconque. Il est également possible de tracer ces mêmes vecteurs sur les surfaces d'ondes comme le montre la Figure 4.13 b.

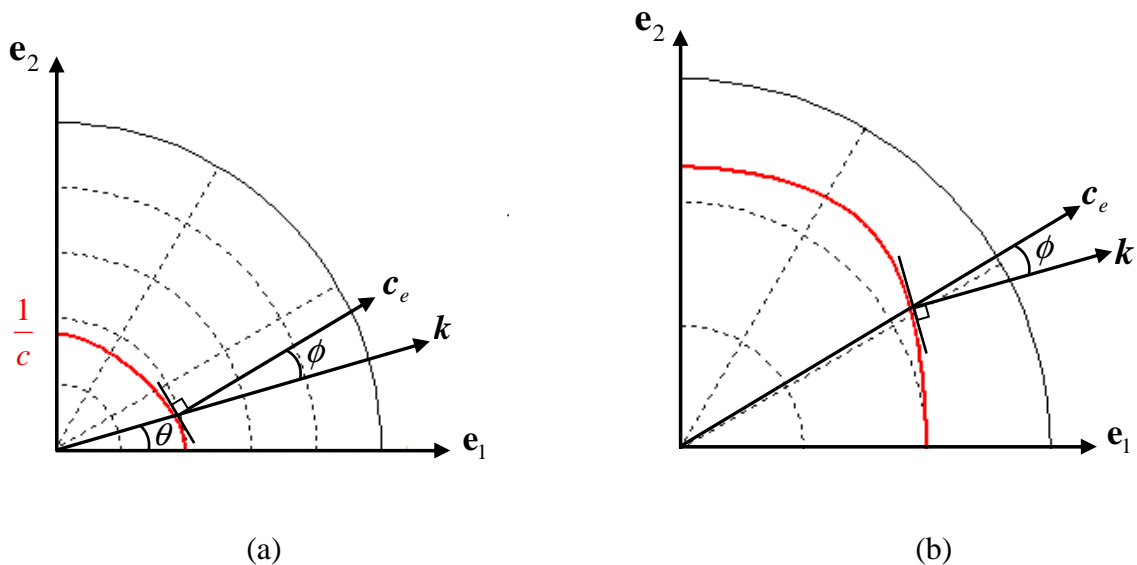


Figure 4.13 : Représentation de la direction de propagation  $\mathbf{k}$  et de la direction de transport d'énergie ( $\mathbf{c}_e$ ) sur une surface des lenteurs (a) et sur une surface d'ondes (b).

La relation entre la vitesse de transport de l'énergie et la vitesse de phase est :

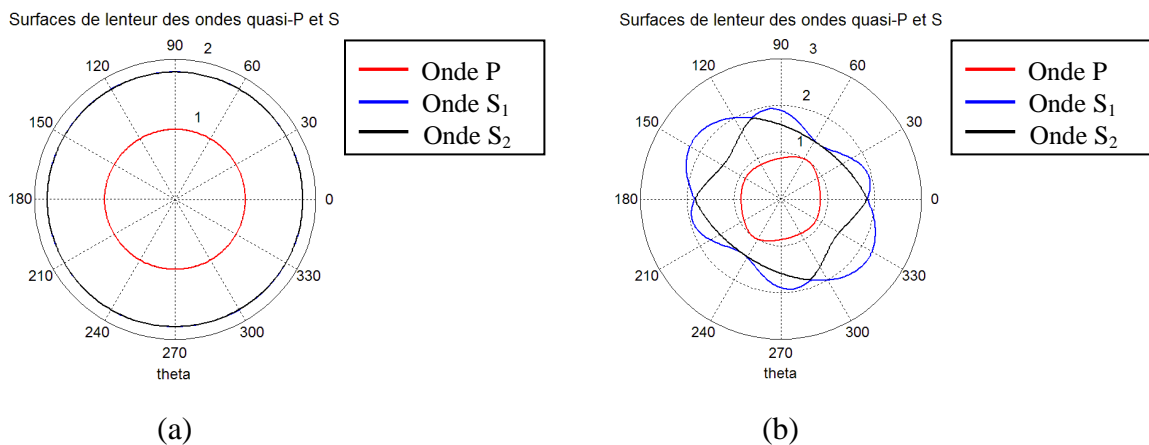
$$c = \|\mathbf{c}_e\| \cos(\phi) \quad (4.29)$$

L'angle  $\phi$  correspond à la déviation entre la vitesse de propagation de l'énergie et la vitesse de phase. Dans le cas d'un matériau isotrope, la propagation d'onde (P ou S) est qualifiée



de « pure », puisque les vitesses de propagation de l'énergie et de phase sont colinéaires. De ce fait, les vitesses de propagation des ondes P et S sont identiques pour toute direction de propagation et les surfaces des lenteurs et d'ondes, sont des cercles comme le montre la **Figure 4.14 a**.

Pour un matériau orthotrope, la vitesse de transport de l'énergie n'est pas colinéaire à la vitesse de phase (**Figure 4.13 b**), ce qui implique que la propagation des ondes n'est pas « pure ». Les ondes sont ainsi qualifiées de quasi-longitudinale et quasi-transverse et les vitesses de propagation dépendent de la direction de propagation. Les surfaces des lenteurs et d'ondes présentent donc des allures complexes comme celles **Figure 4.14 b**.



**Figure 4.14 : Exemple de surfaces des lenteurs pour un matériau isotrope (a) et orthotrope (b)**

## ***B. Comportement élastique de l'Udimet 720 et présentation du modèle d'éléments finis OOFE***

### ***1. Caractéristiques élastiques***

Le nickel est un matériau élastique anisotrope et par conséquent l'Udimet 720 qui est un superalliage base nickel, ne peut être considéré comme isotrope. Les calculs ont donc été réalisés en considérant le comportement du matériau comme orthotrope, en se plaçant dans le cas particulier de l'élasticité cubique.

Ce choix s'explique par le fait que la structure cristallographique de la matrice  $\gamma$  de l'Udimet 720 est de type cubique à faces centrées (CFC). Chaque grain du matériau peut ainsi être considéré comme un monocristal, présentant un comportement mécanique anisotrope et dont la différence d'orientation de grain à grain implique que chaque grain répond de manière différente à une sollicitation imposée.

Dans le cas de l'élasticité orthotrope, l'élasticité est décrite via 9 composantes indépendantes  $C_{11}, C_{22}, C_{33}, C_{12}, C_{13}, C_{23}, C_{44}, C_{55}$  et  $C_{66}$ . Pour la symétrie cubique, les relations de symétrie permettent de réduire le nombre de composantes indépendantes de 9 à 3

( $C_{11} = C_{22} = C_{33}$  ;  $C_{12} = C_{13} = C_{23}$  ;  $C_{44} = C_{55} = C_{66}$ ). L'élasticité cubique est ainsi décrite par  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  et le coefficient d'anisotropie est défini par la formule suivante :

$$A = \frac{2C_{44}}{(C_{11} - C_{12})} \quad (4.30)$$

L'élasticité cubique correspond à un cas particulier de l'orthotropie, donc tout ce qui a été démontré précédemment pour un matériau orthotrope reste valable. Cependant, dans ce cas, les équations se simplifient sensiblement. Pour un matériau orthotrope, dans le plan  $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ , les constantes  $C_{11}$  et  $C_{22}$  de l'équation (4.24) sont distinctes du fait de l'ajout des paramètres  $\zeta_1$  et  $\zeta_2$  qui permettent de mesurer le degré d'anisotropie de la matrice d'élasticité orthotrope. La symétrie cubique correspond simplement au cas où  $\zeta_1 = \zeta_2 = \zeta$  et l'équation (4.24) se ramène à la forme suivante :

$$\begin{aligned} C_{11} &= C_{22} = \lambda + 2\mu + \zeta \\ C_{12} &= \lambda \\ C_{44} &= \mu \end{aligned} \quad (4.31)$$

De ce fait, l'équation (4.25) décrivant les vitesses de phase devient :

$$c_{1,2}^2 = \frac{(\lambda + 3\mu) + \zeta \pm (\lambda + \mu)\sqrt{\Delta}}{2\rho} \quad (4.32)$$

avec :

$$\Delta = 1 + \frac{\zeta(1-2b^2)}{\lambda + \mu} \left[ 2(a^2 - b^2) + \frac{\zeta(1-2b^2)}{\lambda + \mu} \right] \quad (4.33)$$

et les équations des modes propres s'écrivent de la façon suivante :

$$\mathbf{u}_p^0 = \frac{ab}{\sqrt{a^2b^2 + \frac{1}{4} \left( 1 - 2a^2 + \frac{(2b^2-1)\zeta}{\lambda + \mu} + \sqrt{\Delta} \right)^2}} \left( \mathbf{e}_1 + \frac{1 - 2a^2 + \frac{(2b^2-1)\zeta}{\lambda + \mu} + \sqrt{\Delta}}{2ab} \mathbf{e}_2 \right) \quad (4.34)$$

$$\mathbf{u}_s^0 = \frac{ab}{\sqrt{a^2b^2 + \frac{1}{4}\left(1-2b^2 + \frac{(1-2b^2)\zeta}{\lambda+\mu} + \sqrt{\Delta}\right)^2}} \left( \frac{1-2b^2 + \frac{(1-2b^2)\zeta}{\lambda+\mu} - \sqrt{\Delta}}{2ab} \mathbf{e}_1 + \mathbf{e}_2 \right) \quad (4.35)$$

Comme pour le cas orthotrope, on remarque que les vitesses de phase et les modes propres dépendent de la direction de propagation des ondes. De ce fait les surfaces des lenteurs présentent des allures complexes, similaires à celles présentées **Figure 4.14 b**.

Pour la réalisation des simulations numériques, les coefficients  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  sont issus de la thèse d'Estevez [EST95] et correspondent aux coefficients élastiques du nickel  $\gamma$  à température ambiante (**Tableau 4.5**). Le coefficient d'anisotropie calculé à partir de l'équation (4.30) révèle que le matériau est anisotrope ( $A=2,5$ ). Bien que ces coefficients ne soient probablement pas similaires à ceux de l'Udimet 720, ils apparaissent suffisamment proches pour notre étude. Le but est de déterminer de manière qualitative (et non quantitative) l'influence de particularités microstructurales (orientation cristallographique, texture locale, taille de grains...) sur la propagation des US.

**Tableau 4.5 : Valeur des coefficients de la matrice d'élasticité pour l'Udimet 720 à température ambiante [EST 95]**

	$C_{11}$ (GPa)	$C_{12}$ (GPa)	$C_{44}$ (GPa)	A
Udimet 720	247	150	122	2,5

## 2. Présentation du modèle et de la stratégie d'analyse

### (a) Modèle d'éléments finis

Les simulations numériques ont été réalisées avec le logiciel de calcul OOFE (**O**riented **O**bject **F**inite **E**lement), développé au laboratoire MSSMat de l'Ecole Centrale Paris. Ce code permet l'étude des phénomènes transitoires de propagation d'ondes, grâce à l'application de la méthode de Galerkin espace-temps discontinue en temps (DG). Cette méthode introduit un amortissement numérique qui permet de bien représenter les très fortes discontinuités telles que les fronts d'ondes ultrasonores. En effet, cet amortissement filtre efficacement les bruits numériques en hautes fréquences et garantit ainsi une description propre des fronts d'ondes. Pour notre étude, nous avons simplement utilisé le code de calcul et de ce fait, le programme n'est pas présenté en détail. Une description complète de la méthode numérique est donnée dans les thèses de Leclère [LEC01] ou Grédé [GRE08].

### (b) Modélisation de complexité croissante

La modélisation numérique de la propagation des ultrasons dans un matériau polycristallin est une approche originale. Il existe très peu d'informations dans la littérature,

concernant les phénomènes physiques à l'origine de l'interaction entre les ultrasons et la microstructure à l'échelle mésoscopique (taille de grains, orientation cristallographique, influence d'une seconde phase...). Le code de calcul OOFÉ n'ayant pas été initialement développé pour simuler la propagation d'ondes dans un milieu polycristallin, il a fallu adapter le modèle à nos besoins. Il a notamment été implanté une routine permettant la prise en compte des angles d'Euler  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ , servant à décrire l'orientation cristallographique des grains.

Le but de la simulation numérique de la propagation des ultrasons dans un polycristal est de déterminer et valider les paramètres microstructuraux nuisibles à la perméabilité. Il a été mis en évidence, dans les parties expérimentales de la thèse, que ces derniers sont liés aux faibles désorientations, correspondant à des hétérogénéités à l'échelle du grain. De ce fait, il apparaît primordial que le modèle numérique soit sensible à la taille de grains et à l'orientation cristallographique.

Dans un premier temps, des calculs sur des monocristaux ont été réalisés, afin de vérifier la sensibilité du modèle vis-à-vis de l'orientation cristallographique. Les résultats sont présentés dans la **partie C** et montrent que le modèle répond à nos attentes.

Pour étudier l'influence de l'orientation cristallographique sur la propagation des US, des calculs de complexité croissante ont ensuite été effectués et sont présentés dans la **partie D**.

La première étude porte sur des bicristaux de diverses orientations cristallographiques. Le but étant de déterminer l'influence de l'orientation cristallographique et de la désorientation ( $\theta$ ) entre grains, sur la propagation des US. Lors du passage de l'onde ultrasonore d'un grain à un autre, des phénomènes de réflexion et de transmission se produisent à l'interface (joint de grains). Le vecteur d'onde et l'amplitude des ondes ainsi générées dépendent de l'orientation cristallographique des deux grains. Cette étude a notamment permis d'étudier le cas de la relation de macle  $\Sigma 3$ , afin de déterminer si les macles doivent être considérées comme tout autre joint de forte désorientation et donc être prises en compte lors du calcul de la taille de grains.

Dans la seconde étude, des simulations avec des microstructures polycristallines théoriques ont été réalisées, afin d'observer les phénomènes de propagation avec un plus grand nombre d'interaction entre grains. L'analyse des fronts d'onde quasi-P et quasi-S, ainsi que le calcul de l'atténuation du signal, permet de mieux comprendre l'influence de l'orientation cristallographique et de la taille de grains.

Dans la **partie E**, l'impact des bandes de précipitation fine et dense a été analysé via la réalisation de calculs avec une microstructure réelle obtenue par EBSD. Il a été mis en évidence dans la partie expérimentale, que lorsque les bandes sont perpendiculaires au faisceau ultrasonore, elles sont néfastes à la propagation des US.

### ***C. Etude de la sensibilité du modèle***

Afin de vérifier la sensibilité du code de calcul OOFÉ vis-à-vis de l'orientation cristallographique, des calculs simples sur des monocristaux ont été réalisés. Comme explicité

dans la **partie II.B.1**, le comportement élastique du matériau est défini par les 3 coefficients de la matrice d'élasticité  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  dont les valeurs sont présentées dans le **Tableau 4.5**.

### 1. Prise en compte de l'orientation cristallographique dans OOFÉ

Dans le code de calcul OOFÉ, l'orientation géométrique d'un domaine possédant un comportement élastique orthotrope, est décrite par un repère d'orthotropie caractérisé par 3 vecteurs  $\mathbf{e}_1$ ,  $\mathbf{e}_2$  et  $\mathbf{e}_3$  associés aux axes macroscopiques X, Y et Z. Dans le cas de microstructures réelles obtenues par EBSD, il est nécessaire de pouvoir définir l'orientation cristallographique des grains (domaines) en utilisant les angles d'Euler  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ . Il a donc été réalisé une routine, qui permet de rentrer directement dans le code de calcul les angles d'Euler et de calculer automatiquement le repère d'orthotropie associé, nécessaire au calcul. Les formules utilisées pour réaliser ce transfert sont classiques et présentées dans l'équation (4.36).

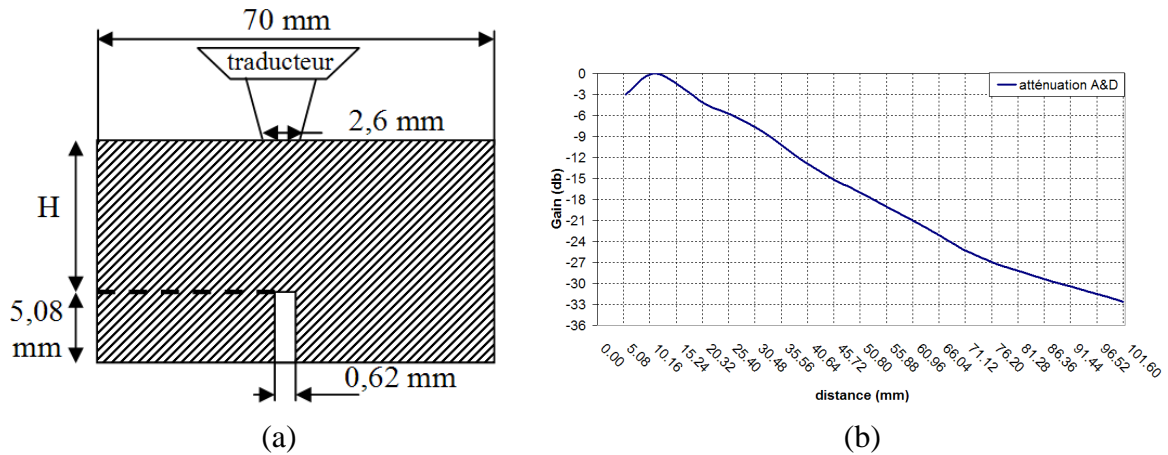
$$\mathbf{e}_1 \begin{cases} x_1 = \cos(\varphi_2)\cos(\varphi_1) - \sin(\varphi_2)\cos(\phi)\sin(\varphi_1) \\ y_1 = \cos(\varphi_2)\sin(\varphi_1) + \sin(\varphi_2)\cos(\phi)\cos(\varphi_1) \\ z_1 = \sin(\varphi_2)\sin(\phi) \end{cases}$$

$$\mathbf{e}_2 \begin{cases} x_2 = -\sin(\varphi_2)\cos(\varphi_1) - \cos(\varphi_2)\cos(\phi)\sin(\varphi_1) \\ y_2 = -\sin(\varphi_2)\sin(\varphi_1) + \cos(\varphi_2)\cos(\phi)\cos(\varphi_1) \\ z_2 = \cos(\varphi_2)\sin(\phi) \end{cases} \quad (4.36)$$

$$\mathbf{e}_3 \begin{cases} x_3 = \sin(\phi)\sin(\varphi_1) \\ y_3 = -\sin(\phi)\cos(\varphi_1) \\ z_3 = \cos(\phi) \end{cases}$$

### 2. Définition de la géométrie des calculs

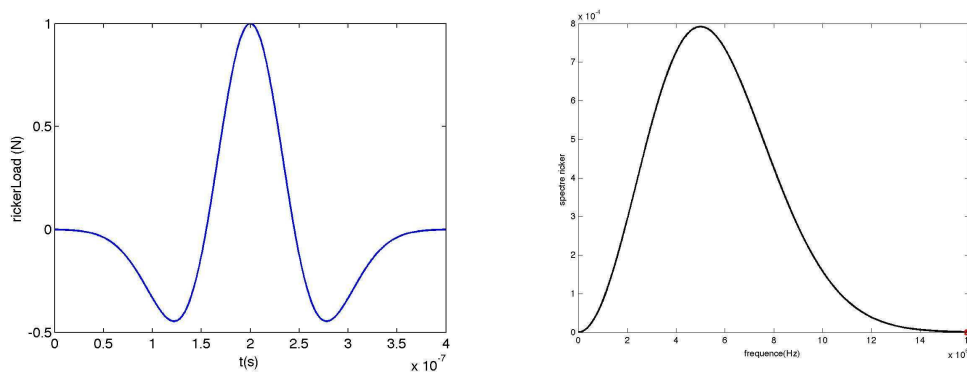
La géométrie utilisée pour ces calculs est présentée sur la **Figure 4.15 a** et correspond aux « cales étalons » utilisées chez Aubert & Duval, pour la calibration des appareils de contrôle US dans le cas de l'Udimet 720. Différentes cales étalons existent et l'unique paramètre variant est la hauteur H entre le fond du Trou à Fond Plat (TFP) et le bord supérieur, où sont envoyés les US. L'intérêt de faire varier la distance parcourue par les ultrasons est de pouvoir déterminer l'atténuation du signal, due uniquement à l'amortissement par la microstructure. Au final, une courbe de calibration est obtenue **Figure 4.15 b**, où le gain (ou atténuation) exprimé en décibel, est tracé en fonction de la distance H des cales étalons.



**Figure 4.15 : Géométrie des cales étalons utilisées pour la calibration des appareils de contrôle (a) et courbe d'atténuation associée (b)**

Les modélisations réalisées sont bidimensionnelles, en prenant l'hypothèse des déformations planes.

Industriellement, les contrôles non destructifs par ultrasons sont effectués à des fréquences de 5 ou 10 MHz, correspondant approximativement pour un superalliage base nickel, à des longueurs d'onde de 1,2 mm et 0,6 mm (ondes P). De manière à générer le signal ultrasonore dans nos modélisations, un signal de type Ricker, centré sur la fréquence de 5 MHz est utilisé. L'intérêt d'employer un tel signal, est de pouvoir contrôler parfaitement le contenu fréquentiel (**Figure 4.16**). Pour reproduire le plus fidèlement possible les conditions industrielles, le signal numérique n'est pas injecté ponctuellement, mais linéiquement sur une largeur de 2,6 mm. Cette valeur correspond au diamètre du faisceau généré par un transducteur de 19 mm de diamètre, dans le cas de contrôles US en immersion. Le signal est émis suivant la largeur du faisceau et non celle du transducteur, car dans ces travaux, l'interaction fluide-structure n'est pas étudiée, mais uniquement la propagation des ondes dans le matériau. Le transducteur faisant office d'émetteur et de récepteur, onze points d'analyse espacés régulièrement ont été positionnés sur la largeur.



**Figure 4.16 : Contenu fréquentiel du signal Ricker centré sur 5 MHz utilisé pour les simulations numériques**

Le choix de réaliser les calculs sur des géométries de cale étalon monocristalline, s'explique de la manière suivante :

- Cela permet d'étudier l'influence du trou à fond plat sur la propagation des ultrasons.
- Il est possible de comparer les valeurs d'atténuation calculées pour des orientations cristallographiques différentes, avec la courbe d'atténuation d'Aubert & Duval. Ceci afin de déterminer dans quelle proportion l'orientation cristallographique peut affecter l'atténuation du signal et si cela est significatif par rapport aux valeurs obtenues industriellement.

### 3. Résultats

Afin d'étudier l'influence de l'orientation cristallographique sur la propagation des ultrasons, quatre orientations cristallographiques différentes ont été utilisées :  $(100)[011]$ ,  $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$ ,  $(110)[1\bar{1}1]$  et  $(001)[100]$ .

Pour chacune de ces orientations, deux calculs ont été effectués, correspondant respectivement à des hauteurs H (**Figure 4.15 a**) de 5,08 mm et 10,16 mm. L'intérêt de ces calculs, est de pouvoir évaluer l'atténuation (ou gain) en fonction de la hauteur de matière traversée et de comparer aux valeurs **Figure 4.15 b**.

Les résultats des différentes simulations ont été analysés de manière qualitative, via l'observation de l'allure des fronts d'onde quasi-P et quasi-S et quantitative en calculant l'atténuation.

L'étude des fronts d'onde quasi-P et quasi-S a été effectuée conjointement de manière analytique et numérique. Ceci pour vérifier si l'on retrouvait par la simulation numérique, les évolutions prédites par la théorie et ainsi valider le code de calcul. Grâce à la décomposition de Helmholtz du champ de déplacement, il est possible de visualiser sur les simulations numériques les fronts d'ondes quasi-P et quasi-S. Le premier cas correspond à la divergence du champ de déplacement tangent et le second au rotationnel du champ de déplacement tangent.

Pour les différents cas étudiés, les résultats analytiques et numériques sont en accord, comme cela peut être observé sur la **Figure 4.17**, concernant les ondes quasi-longitudinales (ondes quasi-P). Il n'est pas représenté sur cette figure les résultats numériques des ondes quasi-transverses (ondes quasi-S) et cela pour deux raisons :

- la première est que l'analyse est plus compliquée,
- la seconde, est que notre étude est essentiellement basée sur l'analyse des ondes de compression. Industriellement, ce sont ces ondes qui sont analysées, car elles sont d'une part plus énergétiques et, d'autre part, elles possèdent la vitesse de propagation la plus élevée ( $c_p \approx 2c_s$ ), leur permettant d'être renvoyées les premières.

Ces graphiques montrent nettement que les allures du front d'ondes quasi-P sont différentes pour les quatre orientations cristallographiques. La propagation des US dépend donc de l'orientation.

De manière à obtenir une information quantitative de l'atténuation du signal US (due à la hauteur de matière traversée) en fonction de l'orientation cristallographique, la formule suivante a été utilisée:

$$\text{Atténuation (dB)} = 5 \log \left( \frac{\sum_{i=1}^{11} (\Delta V_i^{H=5,08})^2}{\sum_{i=1}^{11} (\Delta V_i^{H=10,16})^2} \right) \quad (4.37)$$

Pour calculer l'atténuation, il est possible de raisonner soit à partir des déplacements mesurés aux points d'analyse, soit à partir de la vitesse. Le choix de la vitesse a été privilégié car la quantité, considérée dans ce cas,  $\sum_{i=1}^{11} (\Delta V_i^{H=5,08})^2$  est proportionnelle à une énergie cinétique.

Le terme  $\Delta V_i$ , correspond à l'amplitude crête-à-crête de la vitesse, (notée A sur la **Figure 4.18**), pour le trou à fond plat. Cette amplitude est calculée pour chacun des onze points de sortie, à partir des courbes de vitesse. Ces dernières montrent une allure similaire aux A-scan obtenus industriellement lors des CND et l'explication de la lecture des résultats est présentée sur la **Figure 4.18**.

Les valeurs d'atténuation pour les différentes orientations cristallographiques sont présentées dans le **Tableau 4.6** et l'on note une forte disparité de résultats. En comparant ces derniers avec ce qui est obtenu expérimentalement par Aubert & Duval (valeur issue de la **Figure 4.15 b**), on remarque que cela correspond à des valeurs très différentes et non à une légère fluctuation autour d'une valeur donnée. On note également que pour un même plan cristallographique (100), le changement de direction [011] ou [100] a une forte répercussion sur la valeur de l'atténuation.

**Tableau 4.6 : Valeurs de l'atténuation US pour les différentes orientations cristallographiques**

Calcul de l'atténuation US					
H=5,08/H=10,16	(100)[011]	( $\bar{1}11$ )[ $0\bar{1}1$ ]	(110)[ $1\bar{1}\bar{1}$ ]	(001)[100]	A&D
Atténuation (dB)	0,6	2,6	4,7	3,4	3,0



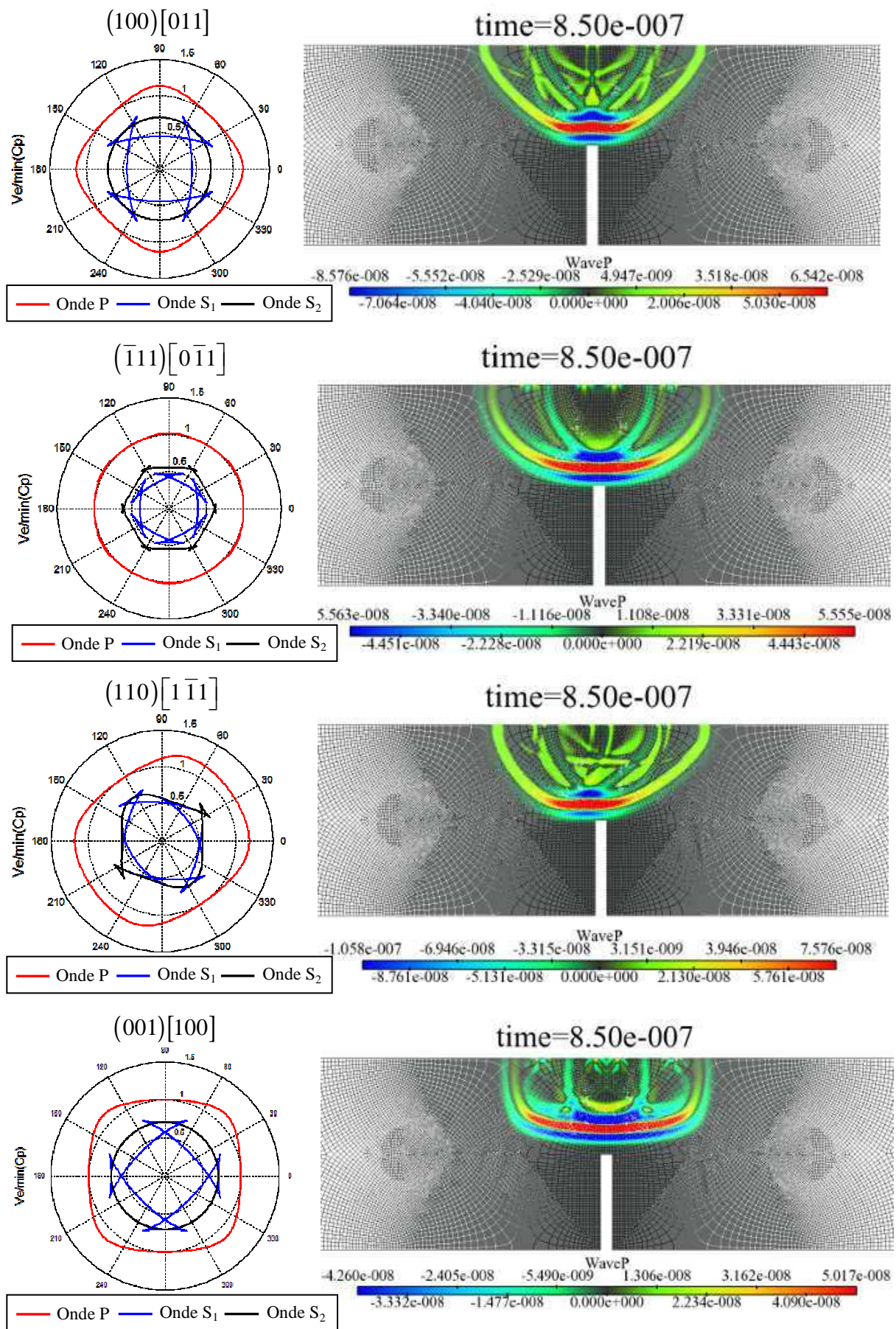
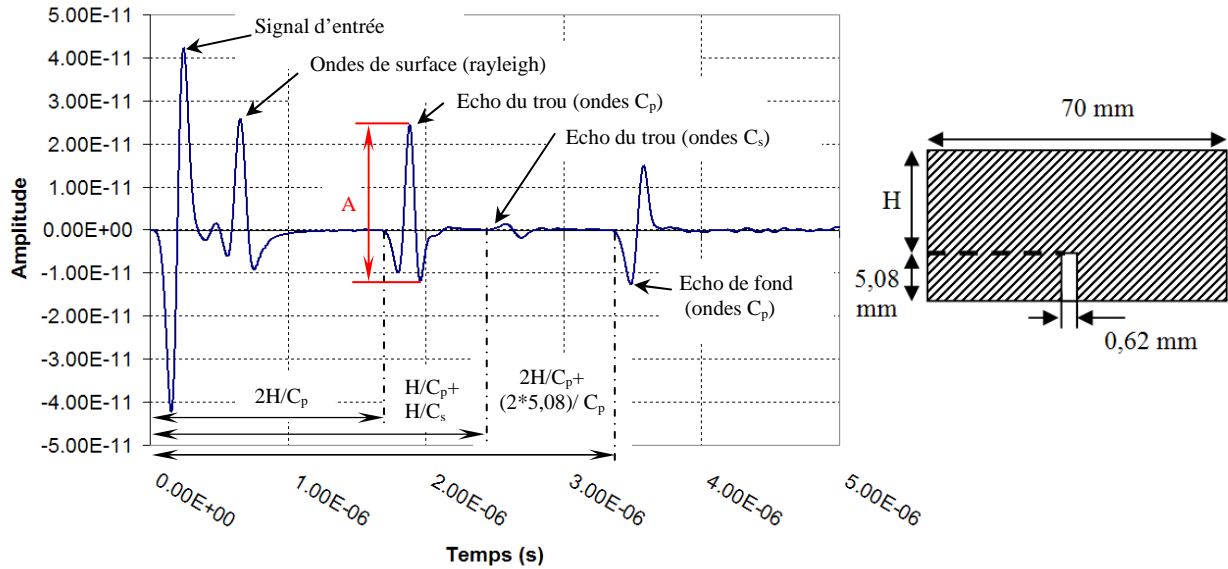


Figure 4.17 : Comparaison des fronts d'ondes quasi-P obtenus par méthode analytique et par simulation numérique avec OOFE



**Figure 4.18 : Illustration d'une courbe de vitesse pour un point d'analyse et explication des différents pics**

Au final, les résultats (qualitatifs et quantitatifs) ont montré que le code de calcul OOFÉ peut rendre compte de l'orientation cristallographique et que cette dernière influe sur la propagation des ondes.

Les parties **D** et **E** montrent l'influence de l'orientation cristallographique, de la désorientation entre grains ( $\theta$ ) et de la taille de grains sur la propagation des US.

#### ***D. Influence de l'orientation cristallographique et de la taille moyenne de grains***

De manière à étudier l'influence de l'orientation cristallographique, mais également de la désorientation entre grains, des calculs sur des bicristaux avec diverses relations d'orientations cristallographiques (fortes et faibles désorientations, joint de macle  $\Sigma 3$ ...) ont été réalisés. L'intérêt d'utiliser des bicristaux et non des monocristaux, est de pouvoir étudier l'influence de la désorientation sur le changement de comportement des ondes au passage d'un joint de grains.

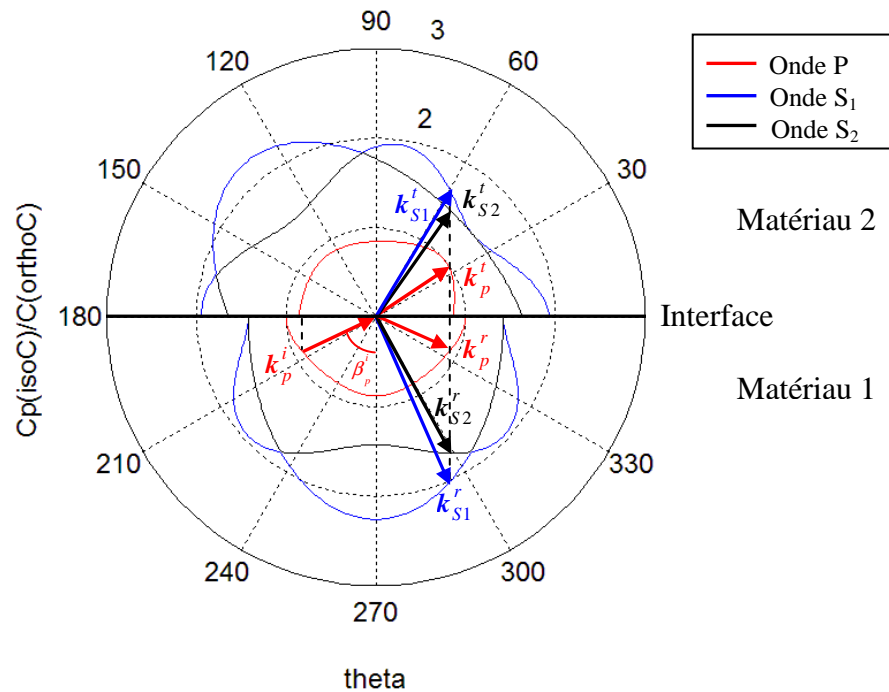
Il est connu dans le cas d'ondes planes que l'interface entre deux milieux différents, produit des phénomènes de réflexion et de transmission. Le but de cette étude est donc de vérifier dans quelle mesure cela affecte la propagation des ondes.

Des calculs avec des microstructures polycristallines théoriques ont ensuite été effectués. Le premier objectif est de consolider les conclusions obtenues avec les bicristaux, concernant l'influence de l'orientation cristallographique et de la désorientation ( $\theta$ ) sur la propagation des US. Le second est de vérifier l'influence de la taille de grains.

### 1. Phénomènes de réflexion et de transmission des ondes à l'interface lors du changement de milieu

Dans le cas des bicristaux d'orientations cristallographiques différentes, l'interface entre les deux matériaux correspond à une discontinuité des propriétés élastiques. Cela a pour conséquence de modifier les caractéristiques de la propagation des ondes. Soit une onde incidente se propageant d'un milieu 1 vers un milieu 2, une partie des ondes va être transmise et le reste sera réfléchi. Les directions de ces ondes transmises et réfléchies ne sont pas quelconques, elles sont fonction de l'onde incidente et des caractéristiques des deux milieux, à travers la loi de Snell-Descartes. La **Figure 4.19** est une illustration des ondes réfléchi et transmise à l'interface, pour une onde incidente P quelconque, dans le cas de matériaux orthotropes.

#### Surfaces de lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S



**Figure 4.19 : Illustration des ondes P et S générées à l'interface pour une onde incidente P quelconque.**

Les angles respectifs pour chacune de ces ondes sont notés  $\beta_n^m$  où  $n$  correspond au caractère de l'onde (P, S1 ou S2) et  $m$  au type de l'onde à savoir incidente (i), réfléchi (r) ou transmise (t). Les angles sont définis entre le vecteur d'onde  $k$  et la normale à l'interface passant par l'origine.

La relation de Snell-Descartes peut donc s'écrire sous la forme suivante,  $c_{jn}$  étant la vitesse d'onde dans le milieu  $j$ :

$$\frac{\sin \beta_n^i}{c_{1n}} = \frac{\sin \beta_n^r}{c_{1n}} = \frac{\sin \beta_n^t}{c_{2n}} \quad (4.38)$$

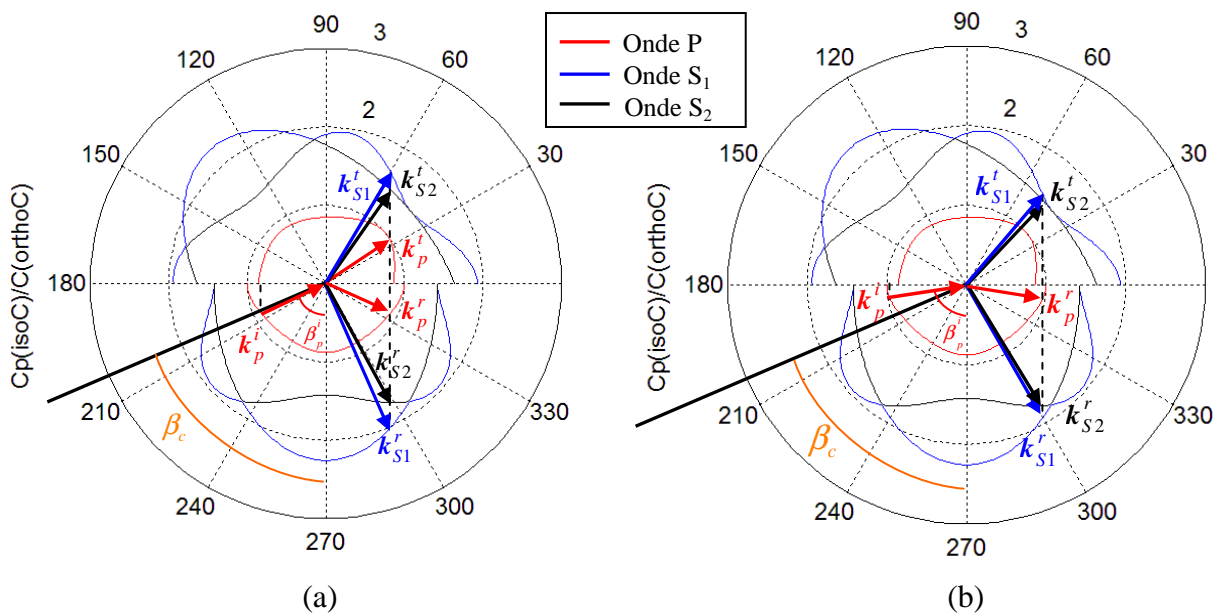
L'exemple présenté ci-dessus correspond au cas où l'onde incidente est une onde de compression P. Il est également possible de raisonner en utilisant une onde de cisaillement S comme onde incidente.

L'analyse de la **Figure 4.19** montre qu'en général trois ondes réfléchies et trois ondes transmises peuvent exister. Cependant, lorsque  $c_{2_p} > c_{1_p}$ , comme c'est le cas dans l'exemple présenté, il existe un angle critique (noté  $\beta_c$ ) au dessus duquel une onde P incidente ne génère pas d'onde P transmise. Cet angle critique peut être déterminé à partir de l'équation (4.39) et observé sur les surfaces des lenteurs comme montré sur la **Figure 4.20 a et b**.

$$\beta_c = \arcsin\left(\frac{c_{1_p}}{c_{2_p}}\right) \quad (4.39)$$

La **Figure 4.20 a** est identique à la **Figure 4.19** sauf que l'angle critique a été ajouté. On remarque dans ce cas que l'onde incidente (P) possède un angle  $\beta_p^i < \beta_c$  et donc qu'il y a transmission d'une onde P. Le cas contraire est montré par la **Figure 4.20 b** où l'onde incidente arrive avec un angle supérieur à  $\beta_c$  et donc il n'y a pas d'onde P transmise. Il persiste néanmoins deux ondes S (S1 et S2) transmises et les trois ondes réfléchies.

#### Surfaces de lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S Surfaces de lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S



**Figure 4.20** : influence de l'angle critique sur les ondes P transmises (a)  $\beta_p^i < \beta_c$  et (b)  $\beta_p^i > \beta_c$

Ce type de graphique a été étudié pour tous les calculs sur les bicristaux, afin d'étudier l'évolution de l'angle critique en fonction de l'orientation cristallographique et de la désorientation ( $\theta$ )

## 2. Calculs sur des bicristaux

### (a) Géométrie du bicristal

La géométrie étudiée est présentée sur la **Figure 4.21**. Le trou à fond plat a été supprimé, car il ne présentait pas d'intérêt pour cette étude. Chacun des deux monocristaux possède la même hauteur  $H$  et seule l'orientation du matériau  $X$  varie entre les différents calculs. L'orientation cristallographique choisie comme orientation de référence est de type  $(110)[001]$ . Un plan  $(110)$  a été choisi car il permet d'étudier les 3 directions cristallographiques de type  $[001]$ ,  $[\bar{1}10]$  et  $[\bar{1}\bar{1}1]$ . Dans ces calculs, le plan cristallographique correspond au plan du bicristal ( $O_{XY}$ ) et la direction cristallographique à la direction d'émission des US ( $Y$ ).

Concernant les conditions de calculs, comme précédemment un signal de type Ricker de fréquence centrée sur 5 Mhz est utilisé. Le signal US est envoyé par le haut de la cale et analysé en bas de la cale (calcul en transmission). Dans chacune de ces parties, 11 points d'analyse permettent de suivre l'évolution du signal.

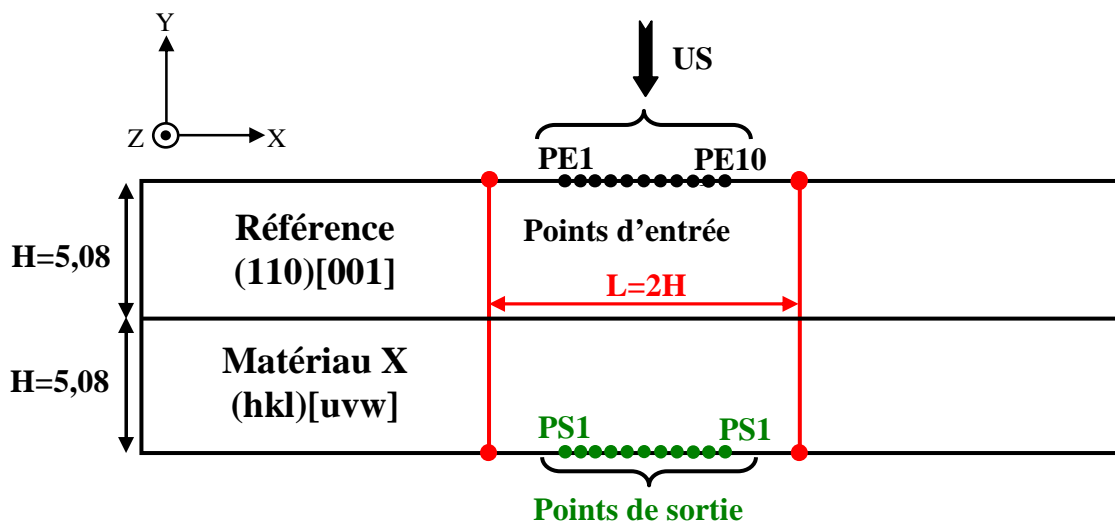


Figure 4.21 : Géométrie des calculs de type bicristal

### (b) Résultats

- ❖ **Joints de grains de forte désorientation, joints de type  $\Sigma 3$ , macle  $\Sigma 3$  et joints de grains symétriques**

Dans un premier temps, nous avons analysé l'influence des macles  $\Sigma 3$  sur la propagation des US. Ceci afin d'apporter un élément de réponse à la remarque émise dans la **partie I**, concernant le comportement des ultrasons au passage d'une macle  $\Sigma 3$ . Le but était de déterminer si ces dernières se comportent comme n'importe quel joint de grains à forte

désorientation vis-à-vis des US et si elles doivent être prises en compte pour le calcul de la taille de grains. Pour cette étude, deux cas ont été envisagés :

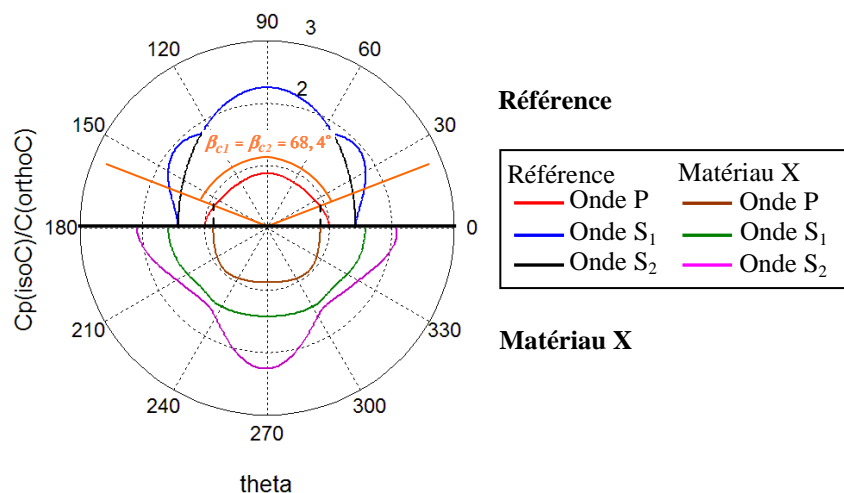
- Un premier correspondant à un joint  $\Sigma 3$  (désorientation de  $60^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$  mais dans un plan quelconque).
- Un second correspondant à une macle  $\Sigma 3$  (désorientation de  $60^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$  avec l'interface du joint correspondant à un plan (111)).

De manière à déterminer si ces joints particuliers ont un comportement singulier sur la propagation des ultrasons, les résultats ont été comparés à ceux d'un joint de grain fortement désorienté autour d'un même axe  $\langle 111 \rangle$  (désorientation de  $55^\circ$  autour de  $\langle 111 \rangle$ ).

### ➤ Joint $\Sigma 3$

Pour obtenir un joint  $\Sigma 3$ , l'orientation cristallographique du matériau X a été déterminée à partir de l'orientation de référence  $(110)[001]$ , en effectuant une rotation de  $60^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$ . L'orientation ainsi obtenue est du type  $(411)[\bar{1}22]$ . La **Figure 4.22** présente les surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S, avec l'orientation de référence placée dans la partie supérieure.

On remarque sur ce graphique, que les surfaces des lenteurs pour un même type d'onde (quasi-P ou quasi-S), sont nettement différentes pour les deux orientations cristallographiques. Cela signifie qu'un joint  $\Sigma 3$  perturbe fortement la propagation des ultrasons et il existe deux angles critiques ( $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$ ) avec une valeur identique de  $68,4^\circ$ . Cela signifie que pour toute onde P émise avec un angle ( $\beta$ ) supérieur à  $68,4^\circ$ , il n'y a pas d'onde P transmise dans le matériau X. Il est important de calculer les deux angles critiques ( $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$ ), car dans le cas d'orientations cristallographiques non symétriques, ces angles peuvent différer suivant le quart de plan (partie gauche ou droite du matériau de référence) dans lequel est émise l'onde.

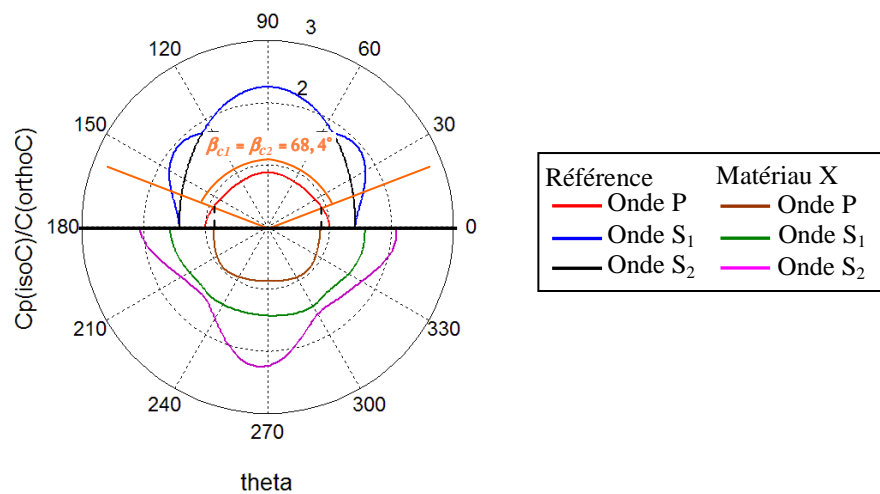


**Figure 4.22 : Surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S pour un bicristal avec une relation d'orientations du type  $\Sigma 3$**

➤ Joint de grains à forte désorientation

Afin de déterminer si un joint  $\Sigma 3$  se comporte comme n'importe quel joint de grains fortement désorienté, un calcul avec une désorientation de  $55^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$  a été effectué. Pour cela, l'orientation cristallographique du matériau X est du type  $(1343)[\bar{4}78]$ .

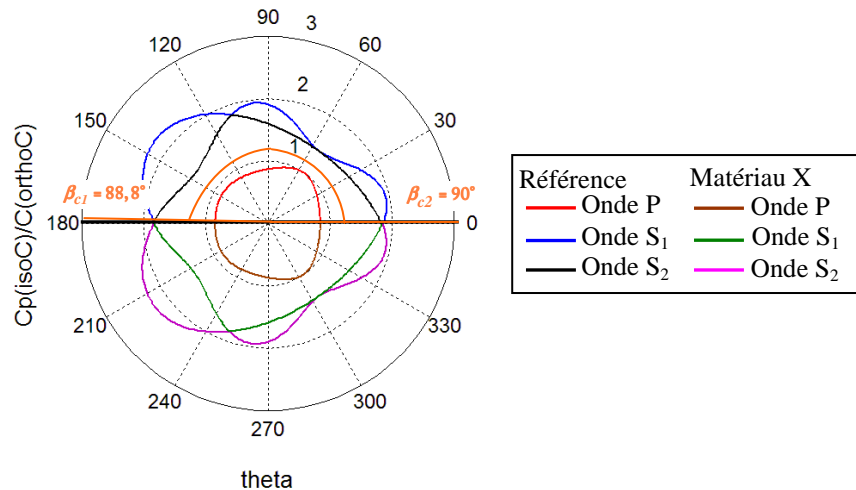
Les surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S **Figure 4.23**, révèlent des allures très proches de celles observées **Figure 4.22**, mais avec une légère dissymétrie. Quant aux angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$ , ils présentent des valeurs identiques à celles obtenues précédemment, ce qui prouve qu'un joint  $\Sigma 3$  se comporte comme n'importe quel joint de grain à forte désorientation.



**Figure 4.23 : Surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S pour un bicristal avec une désorientation de  $55^\circ$  autour de  $\langle 111 \rangle$**

➤ Macle  $\Sigma 3$

Pour examiner le comportement des macles  $\Sigma 3$  vis-à-vis des US, l'orientation de référence  $(110)[001]$  n'a pas pu être utilisée, du fait des particularités cristallographiques liées à la relation de macle. Dans cette étude, plusieurs relations de macles ont été étudiées, mais du fait des résultats similaires, un seul cas est présenté, correspondant à des orientations cristallographiques  $(110)[1\bar{1}\bar{1}]$  et  $(\bar{1}\bar{1}0)[\bar{1}11]$ . Cela permet d'obtenir d'une part une désorientation de  $60^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$  et d'autre part, d'avoir une interface concordant avec un plan  $(111)$ . La **Figure 4.24**, présente les surfaces des lenteurs obtenues où l'axe horizontal correspond à un plan  $(111)$ .



**Figure 4.24 : Surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S pour un bicristal avec une relation de macle  $\Sigma 3$**

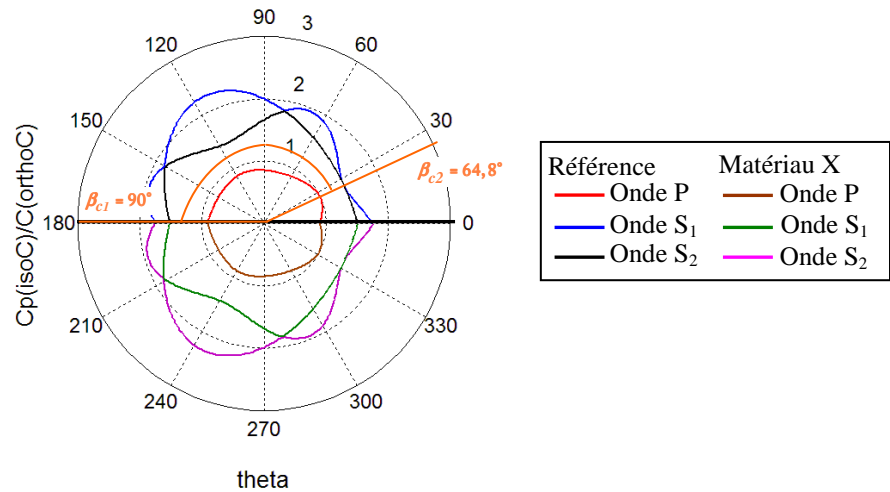
On remarque sur ce graphique, que les surfaces de lenteurs sont symétriques par rapport à l'axe horizontal et cela provient du caractère particulier d'une macle. Les macles sont des défauts dans l'ordre d'empilement des plans denses. Dans une structure CFC, l'ordre d'empilement des plans est une répétition périodique du motif ABC de sorte à obtenir une séquence du type ABCABCABC... Durant la solidification ou bien la recristallisation, cet ordre peut être bouleversé, avec par exemple une couche C au dessus d'une couche A, au lieu d'une couche B, ce qui provoque une faute d'empilement. La séquence devient alors du type CABACBAC... où le plan A est le plan de maillage et fait office de plan miroir. Les séquences de part et d'autre du plan de maillage A sont alors symétriques par rapport à ce dernier.

Dans le cas de la macle  $\Sigma 3$ , cette symétrie induit de très grands angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$ , avec par exemple des valeurs de  $88,8^\circ$  et  $90^\circ$  sur la **Figure 4.24**. Les valeurs d'angles critiques pour les relations de macles  $\Sigma 3$ , sont nettement supérieures à celles obtenues dans les cas précédents pour un joint fortement désorienté ou un joint  $\Sigma 3$ . Cela permet de conclure que les macles  $\Sigma 3$  possèdent un caractère particulier, nécessitant de les considérer différemment de n'importe quel joint de grains vis-à-vis des US. Cependant, afin de vérifier si ce type de résultat se retrouve uniquement pour les macles  $\Sigma 3$  ou pour toutes orientations symétriques, des calculs avec des relations quelconques mais symétriques ont été réalisés.

#### ➤ Joint symétrique

Pour cette étude, plusieurs couples avec des orientations cristallographiques symétriques ont été utilisés, afin de déterminer l'influence de la symétrie sur la propagation des US. Les résultats présentés **Figure 4.25**, sont ceux obtenus pour des orientations  $(110)[\bar{1}13]$  et  $(\bar{1}\bar{1}0)[11\bar{3}]$ .





**Figure 4.25 : Surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S pour un bicristal avec un joint de grains symétrique**

Sur ce graphique, on remarque que les surfaces des lenteurs pour les deux orientations sont symétriques par rapport à l'axe horizontal, mais que pour chaque orientation, la surface est dissymétrique par rapport à l'axe vertical. De ce fait, les angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  sont différents et non négligeables, avec des valeurs de  $90^\circ$  et  $64,8^\circ$  (**Figure 4.25**). Le comportement d'un joint de grains symétrique est donc différent de celui d'une macle  $\Sigma 3$ , avec une valeur de l'angle critique plus faible pour  $\beta_{c2} = 64,8^\circ$ , qui est assez proche de ce qui a été obtenu pour un joint de grains fortement désorienté. Cela permet de conclure que le comportement particulier des macles  $\Sigma 3$  n'est pas uniquement du à la symétrie des cristaux par rapport au plan du joint.

**En conclusion**, d'après ces études il est possible de distinguer deux grands types de comportement :

- Un premier, correspondant aux joints de grains fortement désorientés, aux joints de grains  $\Sigma 3$  et aux joints symétriques, où il existe au moins un angle critique non négligeable. Dans ce cas, si une onde P incidente arrive à l'interface avec un angle  $\beta_c < \beta < 90^\circ$ , alors il n'y a pas transmission d'onde P dans le grain voisin.
- Un second, concernant les macles  $\Sigma 3$ , où les angles critiques sont très élevés, ce qui implique que dans la quasi-totalité des cas de figure, il existe une onde P transmise à l'interface.

Ces études ont permis d'une part de révéler le comportement singulier des macles  $\Sigma 3$  sur la propagation des US et d'autre part de montrer que l'orientation cristallographique influe fortement sur le mode de propagation des ondes. Pour un joint de grains quelconque, le mode de propagation des ondes diffère en fonction de la direction d'incidence, à cause des angles critiques. Le but des analyses suivantes est donc d'étudier l'influence de l'orientation cristallographique et de la désorientation sur les modes de propagation des US.

### ❖ Influence de la désorientation cristallographique

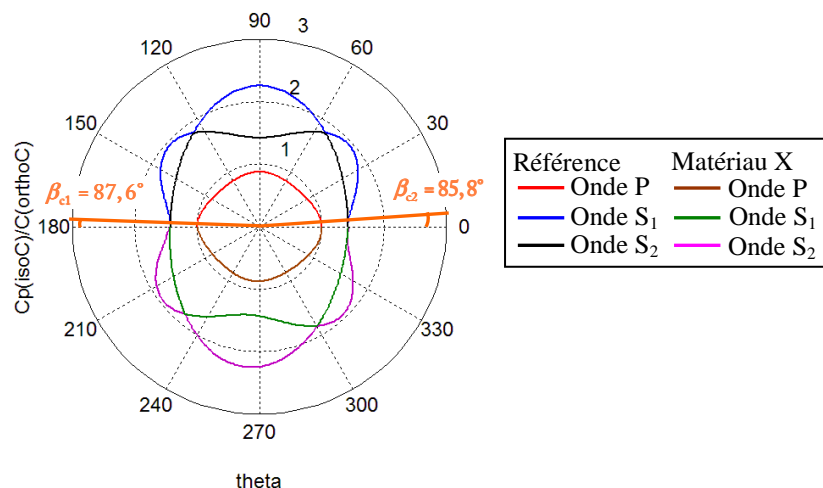
L'orientation cristallographique et plus particulièrement les fortes désorientations, modifiant la propagation des US, plusieurs valeurs de désorientation ( $\theta$ ) et d'axe de rotation sont examinés :

- Dans un premier temps, une étude avec une désorientation de  $5^\circ$  autour d'axes de rotation différents a été réalisée. L'objectif est, d'une part, d'examiner le cas des faibles désorientations et, d'autre part, de déterminer l'effet de l'axe de rotation sur la progression des ondes.
- Dans un second temps, l'influence de l'angle de désorientation autour d'un même axe de rotation a été analysée. Cela permet de suivre l'évolution de l'angle critique en fonction de la désorientation.
- Enfin, des simulations numériques complémentaires sont réalisées, afin de prouver qu'il n'y a pas transmission d'onde P, lorsqu'une onde incidente P est envoyée avec un angle supérieur à l'angle critique ( $\beta > \beta_c$ ).

#### ➤ Etude des faibles désorientations et influence de l'axe de désorientation

On étudie la modification de la propagation des US, pour une faible désorientation de  $5^\circ$  autour d'un axe  $[110]$ . Cet axe a été choisi de manière à conserver un plan commun entre les deux orientations cristallographiques (orientation de référence et matériau X). Ensuite, la même désorientation de  $5^\circ$  a été utilisée pour deux autres axes de rotation qui sont  $[\bar{1}10]$  et  $[001]$ .

La **Figure 4.26** présente les surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S pour une désorientation de  $5^\circ$  autour d'un axe  $[110]$ . On remarque sur ce graphique que les lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S sont très proches pour les deux orientations, ce qui est cohérent puisque l'on a conservé le plan  $(110)$  en commun. La désorientation de  $5^\circ$  se traduit par une légère dissymétrie des fronts pour l'orientation du matériau X, visible notamment sur les ondes S.

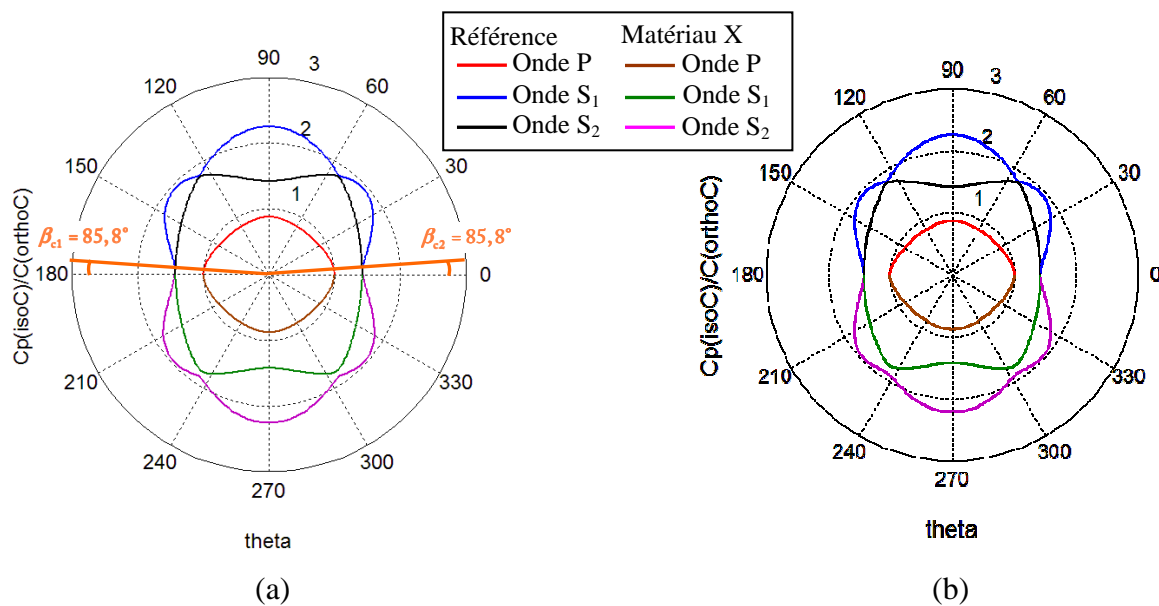


**Figure 4.26 : Surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S pour un bicristal avec une désorientation de  $5^\circ$  autour d'un axe  $\langle 110 \rangle$**

Concernant les angles critiques, les résultats sont nettement différents de ceux rencontrés précédemment. Tout d’abord, les angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  ont des valeurs respectives de  $85,8^\circ$  et  $87,6^\circ$  et cette différence s’explique par la dissymétrie du front d’onde P de l’orientation X. Ensuite, les valeurs sont assez faibles, ce qui est dû à la faible désorientation utilisée pour le calcul, à savoir  $5^\circ$ .

La simulation numérique réalisée avec OOFE a permis de retrouver cette légère dissymétrie des fronts d’ondes. Néanmoins cela étant difficile à observer sur les cartographies des fronts d’onde quasi-P et quasi-S, les résultats ne sont pas présentés.

De manière à déterminer dans quelle mesure l’axe de désorientation modifie la propagation des US, les cas où la désorientation de  $5^\circ$  est effectuée autour d’axes  $\langle \bar{1}10 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$  ont été étudiés. La **Figure 4.27** correspond aux surfaces des lenteurs pour les deux situations et l’on remarque que l’allure est similaire, malgré le fait que les axes sont nettement différents. Contrairement au cas précédent où la désorientation de  $5^\circ$  est effectuée autour d’un axe  $\langle 110 \rangle$ , les surfaces sont symétriques.



**Figure 4.27 : Surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S pour un bicristal avec une désorientation de  $5^\circ$  autour d’un axe  $\langle \bar{1}10 \rangle$  (a) et autour d’un axe  $\langle 001 \rangle$  (b)**

Cette symétrie entraîne l’obtention d’angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  égaux dans chaque cas, mais différents suivant l’axe de rotation. Dans le cas où l’axe de désorientation est de type  $\langle \bar{1}10 \rangle$ , on obtient des angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  avec une valeur de  $85,8^\circ$ , tandis que pour un axe de type  $\langle 001 \rangle$ , il n’y a pas d’angle critique.

Comme précédemment, les simulations numériques avec OOFE confirment ces observations. Toutefois, ces cartographies des fronts d’onde quasi-P et quasi-S ne sont pas présentés du fait de la faible variation par rapport à l’orientation de référence.

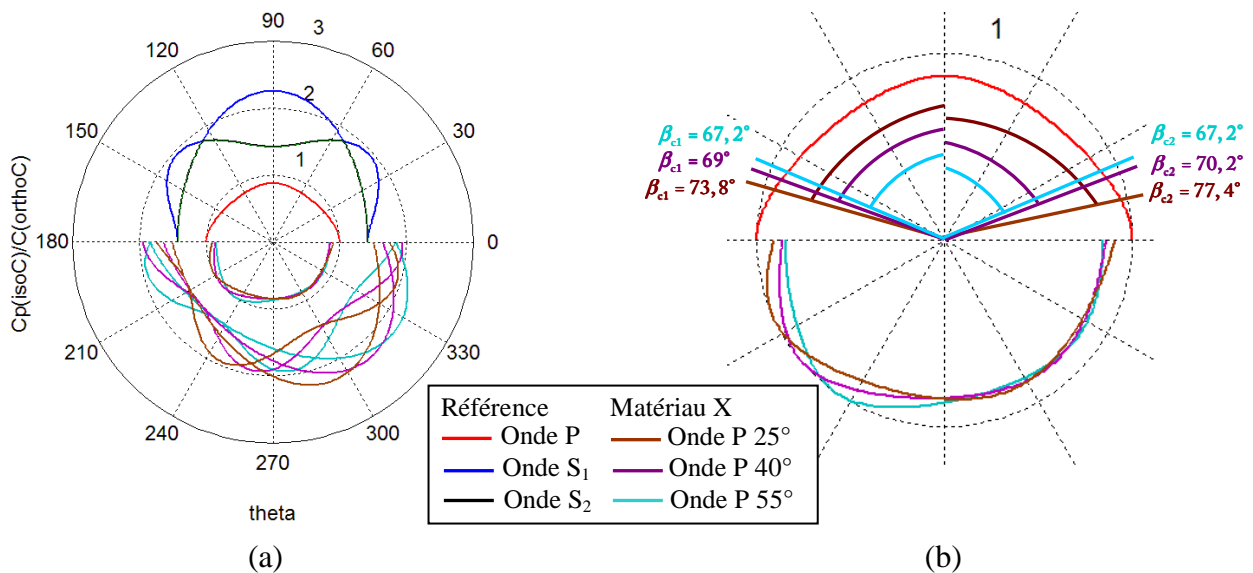
**En conclusion**, cette étude montre que dans le cas de faibles désorientations, les angles critiques sont très faibles, voire nuls. Cela a pour conséquence que pour la majeure partie des directions d'incidence, une onde P se décomposera à l'interface avec le sous-grain voisin en des ondes P réfléchies et transmises. L'axe de désorientation quant à lui n'est à l'origine que de légères fluctuations de la valeur des angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  qui restent malgré tout faibles.

Comme les valeurs d'angles critiques sont nettement différentes entre les faibles et les fortes désorientations, il a été décidé d'étudier l'évolution de l'angle critique en fonction de la désorientation.

➤ Etude de l'évolution de l'angle critique en fonction de la désorientation

Des désorientations de  $25^\circ$ ,  $40^\circ$  et  $55^\circ$  autour d'un axe  $\langle 110 \rangle$  ont été étudiées. Ce choix de l'axe permet de conserver un plan commun (110) pour les deux orientations cristallographiques et d'obtenir des surfaces des lenteurs dissymétriques. Il est ainsi possible d'analyser si l'écart entre les 2 angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  varie en fonction de la désorientation.

La **Figure 4.28 a et b** montre des superpositions des surfaces des lenteurs pour les désorientations de  $25^\circ$ ,  $40^\circ$  et  $55^\circ$  autour d'un axe  $\langle 110 \rangle$ . On note sur la **Figure 4.28 a** que les surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S deviennent de plus en plus dissymétriques au fur et à mesure que la désorientation augmente. Notre étude concerne essentiellement l'analyse des ondes quasi-P, un zoom a été effectué sur les surfaces des lenteurs de ces dernières, de manière à identifier les angles critiques (**Figure 4.28 b**).

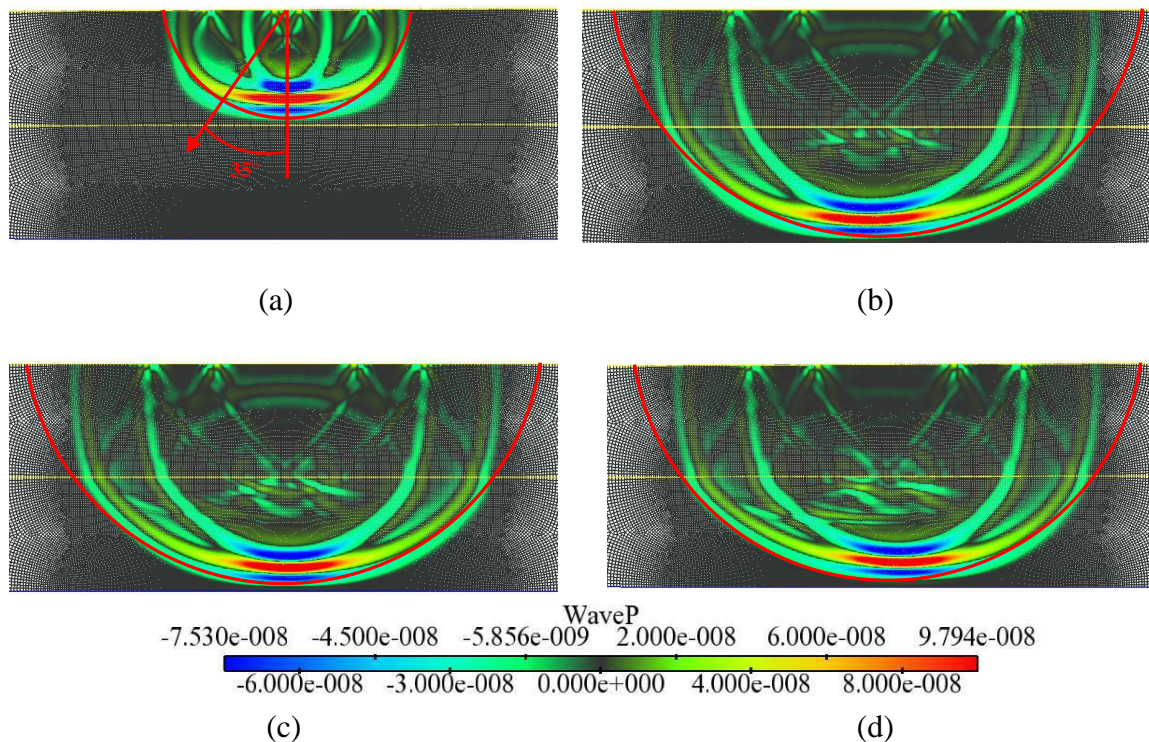


**Figure 4.28 :** (a) superposition des surfaces de lenteurs des ondes quasi-P et S pour les désorientations de  $25^\circ$ ,  $40^\circ$  et  $55^\circ$  autour d'un axe  $\langle 110 \rangle$

On remarque que les angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  évoluent fortement en fonction de la désorientation. On note également que pour la plus faible des désorientations ( $25^\circ$ ) les angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  ont des valeurs assez différentes de  $77,4^\circ$  et  $73,8^\circ$ , tandis que pour la plus forte des désorientations ( $55^\circ$ ) les valeurs sont similaires avec  $67,2^\circ$ .

Cela tend à conclure que pour un axe de désorientation du type  $\langle 110 \rangle$ , plus la désorientation est faible, plus l'angle critique diminue et plus les valeurs des angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  sont différentes.

Les simulations numériques effectuées avec OOFE ont confirmé cette dissymétrie en fonction de l'orientation cristallographique et donc l'influence de la désorientation. La **Figure 4.29** permet de comparer l'allure du front d'ondes quasi-P de l'orientation cristallographique de référence, avec les trois désorientations de  $25^\circ$ ,  $40^\circ$  et  $55^\circ$ . Un arc de cercle rouge a été ajouté sur les 4 cartographies afin d'observer plus facilement la dissymétrie du front d'onde.

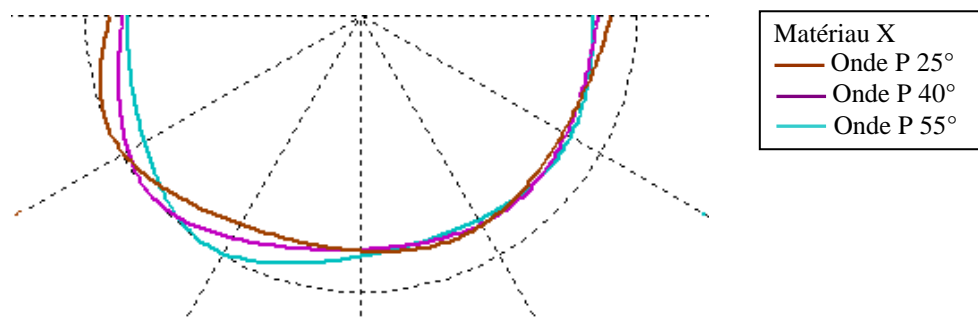


**Figure 4.29 :** Allure des fronts d'ondes quasi-P pour (a) l'orientation de référence, (b) la désorientation de  $25^\circ$ , (c) la désorientation de  $40^\circ$  et (d) la désorientation de  $55^\circ$

Pour l'orientation cristallographique de référence (**Figure 4.29 a**), on note que le front d'onde quasi-P est symétrique et que la distribution des vitesses est en accord avec le graphique des surfaces des lenteurs (surface des lenteurs en haut sur la **Figure 4.28 b**). Les lenteurs étant l'inverse de la vitesse, on retrouve sur le front d'onde quasi-P que les extrémités correspondent aux vitesses les plus lentes, que l'axe d'émission des US a une vitesse intermédiaire et que pour un angle de  $\pm 35^\circ$  par rapport à l'axe d'émission, les vitesses sont les plus élevées. Les vitesses les plus élevées ne sont pas exactement obtenues pour  $35^\circ$  sur le front d'onde (**Figure 4.29 a**) et cela est dû au fait que les US ne sont pas envoyés de manière ponctuelle, mais sur une largeur de 2,8 mm. Les ondes sont alors diffusées sur une largeur plus importante que celle prévue par le calcul analytique des lenteurs.

Pour les trois calculs de désorientations croissantes (**Figure 4.29 b, c et d**), on remarque deux évolutions distinctes. Une première pour la désorientation de  $25^\circ$  où les vitesses les plus rapides sont à gauche du front. Une seconde pour les désorientations de  $40^\circ$  et  $55^\circ$ , où les vitesses les plus rapides sont à droite du front. On pourrait penser que puisque la désorientation ne fait que croître, il n'y a pas de raison pour que les vitesses les plus rapides soient tantôt d'un côté du front, tantôt de l'autre. Néanmoins, une analyse plus fine des surfaces des lenteurs de ces 3 calculs montre que ce résultat était prévisible. L'agrandissement des sommets des surfaces des lenteurs (**Figure 4.30**), montre que les vitesses les plus rapides pour une désorientation de  $25^\circ$  ne sont pas du même côté de l'axe vertical que pour les désorientations de  $40^\circ$  et  $55^\circ$ .

Cette analyse avec le code de calcul OOFÉ confirme les prévisions des calculs analytiques et fournit des informations primordiales dans le cadre de l'étude de l'influence de l'orientation cristallographique et de la désorientation sur la propagation des US.



**Figure 4.30 : Surfaces des lenteurs pour des désorientations de  $25^\circ$ ,  $40^\circ$  et  $55^\circ$**

Ces résultats étant très prometteurs et montrant la robustesse du programme, nous avons vérifié, dans le cas d'une onde P émise avec un angle  $\beta > \beta_c$ , qu'il n'y a pas d'ondes P transmises.

#### ➤ Etude de l'angle d'incidence sur la transmission des ondes P

Afin de vérifier avec le programme OOFÉ, qu'une onde P émise avec un angle d'incidence supérieur à l'angle critique  $\beta_c$ , ne produit pas d'onde P transmise à l'interface avec un second milieu, trois simulations ont été effectuées.

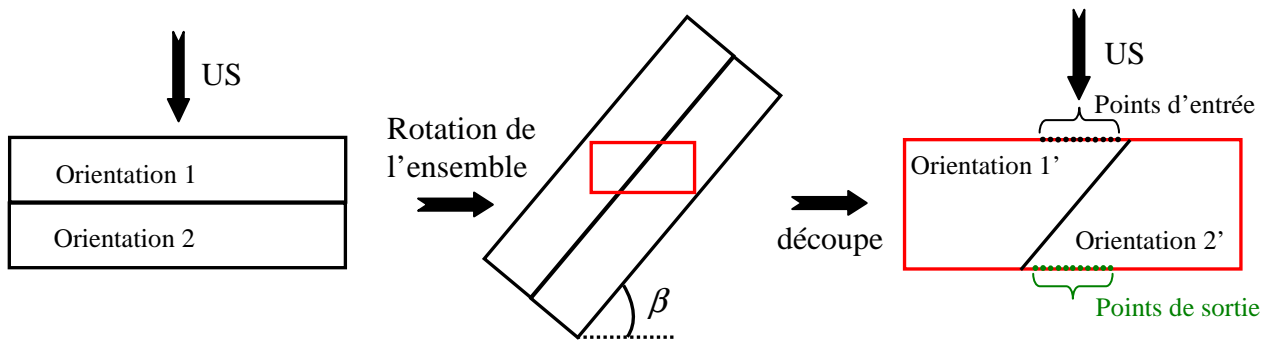
Une première avec un angle supérieur à l'angle critique et deux autres avec des valeurs inférieures à ce dernier. Le cas de référence utilisé pour cette étude correspond au bicristal désorienté de  $55^\circ$  autour de l'axe  $\langle 110 \rangle$ , pour lequel les angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  sont égaux et valent  $67,2^\circ$ . Les trois calculs réalisés correspondent donc respectivement à des angles d'incidence  $\beta = 72^\circ > \beta_c$ ,  $\beta = 60^\circ < \beta_c$  et  $\beta = 55^\circ < \beta_c$ .

L'intérêt de réaliser deux calculs inférieurs à l'angle critique est de pouvoir quantifier l'écart lié à la variation de l'angle d'incidence. De ce fait, en comparant les résultats obtenus pour  $\beta > \beta_c$  et  $\beta < \beta_c$  on peut déterminer si la différence de résultats est uniquement dû à la variation de l'angle d'incidence ou si un autre phénomène intervient (absence de transmission d'onde P).

Pour l'ensemble des calculs réalisés jusqu'à présent, les US étaient émis perpendiculairement à l'interface du bicristal, ce qui correspond à un angle d'incidence  $\beta = 90^\circ$ . Pour la réalisation de cette étude, les ultrasons doivent être envoyés avec des angles d'incidence respectivement de  $72^\circ$ ,  $60^\circ$  et  $55^\circ$ . Deux méthodes sont possibles

- Soit les ultrasons sont directement émis avec un angle  $\beta$  par rapport à la face supérieure.
- Soit la direction d'émission des US est conservée et on effectue une rotation d'angle  $\beta$  de tout le bicristal autour de l'axe normal, à savoir  $\langle 110 \rangle$ .

Pour des raisons pratiques et techniques, il a été décidé d'utiliser la seconde solution, comme présenté sur la **Figure 4.31**. Cela permet d'obtenir l'angle  $\beta$  entre la direction d'émission des US et l'interface, mais nécessite de recalculer les orientations cristallographiques de chaque orientation (référence et matériau X) après une rotation d'un angle  $\beta$  autour de l'axe  $\langle 110 \rangle$ .



**Figure 4.31** : Schéma de la modification des calculs pour envoyer les US avec un angle  $\beta$  par rapport à l'interface.

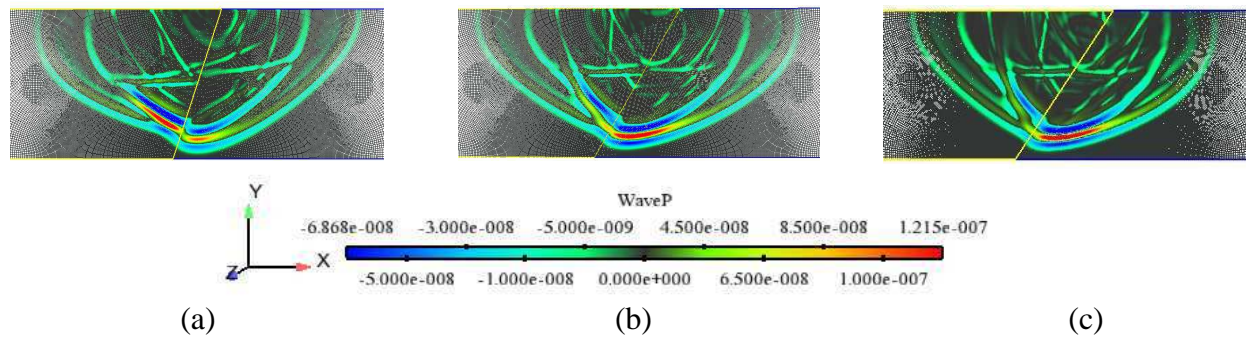
La référence pour les calculs est celle du bicristal avec une désorientation de  $55^\circ$  autour de l'axe  $\langle 110 \rangle$ , les orientations cristallographiques étaient  $(110)[001]$  pour le matériau de référence et  $(110)[\bar{1}11]$  pour le matériau X. Les orientations cristallographiques du cristal de référence et du matériau X sont données dans la **Tableau 4.7**, pour les trois simulations après rotation d'un angle  $\beta$  autour de l'axe  $\langle 110 \rangle$ .

**Tableau 4.7** : Nouvelles orientations cristallographiques du cristal de référence et du matériau X après rotation de  $\beta$  autour de l'axe  $\langle 110 \rangle$

	Référence	$\beta = 72^\circ$	$\beta = 60^\circ$	$\beta = 55^\circ$
<b>Orientation de référence</b>	$(110)[001]$	$(110)[\bar{1}3\bar{1}3\bar{6}]$	$(110)[\bar{1}1\bar{1}1\bar{9}]$	$(110)[\bar{1}1\bar{1}1]$
<b>Matériau X</b>	$(110)[\bar{1}1\bar{1}1]$	$(110)[\bar{1}5\bar{1}5\bar{1}6]$	$(110)[\bar{3}\bar{3}\bar{2}]$	$(110)[\bar{1}9\bar{1}9\bar{1}0]$

Il a été tracé pour ces 3 cas, les fronts d'ondes quasi-P, en utilisant une échelle commune, comme le montre la **Figure 4.32**.

Les cartographies montrent que pour  $\beta = 72^\circ > \beta_c$  (**Figure 4.32 a**), la majeure partie des ondes quasi-P (en rouge) se trouve à gauche de l'interface. Sachant que le signal US est envoyé dans le cristal de gauche (voir **Figure 4.31**), cela signifie qu'il n'y a pas ou très peu d'ondes quasi-P qui ont été transmises à l'interface. Cela est conforté par les résultats des deux autres calculs, où pour des angles d'incidence inférieurs à l'angle critique (**Figure 4.32 b et c**), la majeure partie des ondes quasi-P a été transmise dans le cristal de droite.



**Figure 4.32 : influence de l'angle d'incidence sur la transmission d'ondes P à l'interface : (a)  $\beta = 72^\circ > \beta_c$ , (b)  $\beta = 60^\circ < \beta_c$  et (c)  $\beta = 55^\circ < \beta_c$**

Les résultats des simulations sont en accord avec la théorie analytique prévoyant l'absence d'onde P transmise à l'interface, dans le cas d'une onde P émise avec un angle d'incidence supérieur à l'angle critique. De manière à quantifier la proportion d'ondes quasi-P transmise dans chaque cas, l'atténuation du signal US a été calculée en utilisant l'équation (4.37) et en la modifiant de la manière suivante :

$$\text{Atténuation ( dB )} = 5 \log \left( \frac{\sum_{i=1}^{11} (\Delta V_i^{\beta=72^\circ})^2}{\sum_{i=1}^{11} (\Delta V_i^{\beta=55^\circ})^2} \right) \quad (4.40)$$

Le cas correspondant à  $\beta = 55^\circ < \beta_c$  a été pris comme référence pour le calcul de l'atténuation.

Le **Tableau 4.8** présente les résultats obtenus. On remarque une nette différence entre les cas où l'angle d'incidence est supérieur ou inférieur à l'angle critique. Pour un angle  $\beta = 60^\circ$ , on note une très faible atténuation, qui est attribuée à la différence de  $5^\circ$  avec le cas de référence  $\beta = 55^\circ$ . L'atténuation significative obtenue pour un angle  $\beta = 72^\circ > \beta_c$ , montre bien que la majeure partie des ondes n'a pas été transmise à l'interface, ce qui est en accord avec l'analyse théorique, ainsi qu'avec les simulations.



**Tableau 4.8 : Calcul de l'atténuation US en fonction de l'angle d'incidence des ondes quasi-P**

	Calcul de l'atténuation US (dB)		
	$\beta = 72^\circ > \beta_c$	$\beta = 60^\circ < \beta_c$	$\beta = 55^\circ < \beta_c$
<b>Atténuation (dB)</b>	-2,77	-0,19	0,00 (référence)

**(c) Conclusions des calculs sur les bicristaux**

Les simulations réalisées sur les bicristaux ont révélé la forte influence de l'orientation cristallographique et plus particulièrement celle de la désorientation ( $\theta$ ), sur la propagation des US. Les résultats montrent que l'angle de désorientation joue un rôle important et que l'axe de rotation n'est qu'un facteur secondaire.

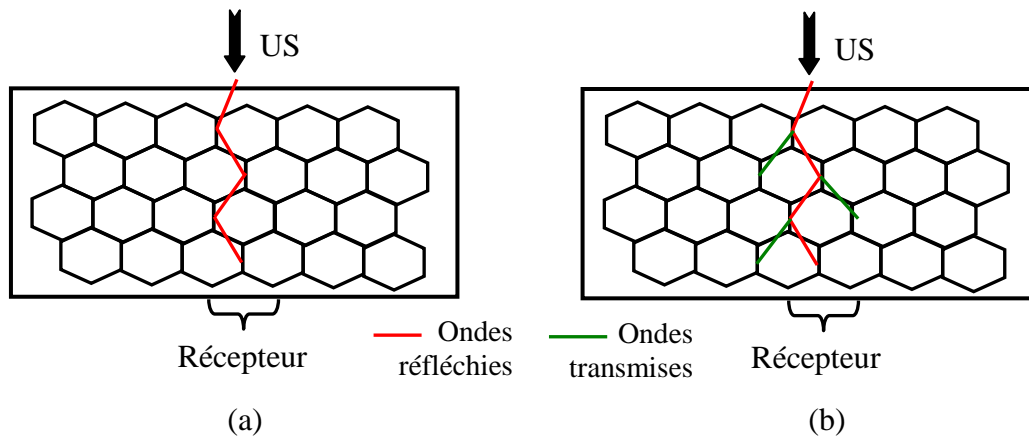
Pour les **fortes désorientations** ( $\theta > 15^\circ$ ), il a été mis en évidence l'existence d'un angle critique  $\beta_c$ , voir deux angles critiques  $\beta_{c1}$  et  $\beta_{c2}$  distincts, dont la valeur est non négligeable et évolue en fonction de la désorientation. Cela implique que **lorsqu'une onde P est émise avec un angle  $\beta > \beta_c$ , il n'y a pas transmission d'onde P.**

Deux cas particuliers ont été analysés, correspondant respectivement à un joint de grains  $\Sigma 3$  et à une macle  $\Sigma 3$ . Pour le premier cas, des résultats similaires à ceux trouvés pour une désorientation de  $55^\circ$  autour de  $\langle 111 \rangle$  ont été obtenus, signe qu'un joint de grains  $\Sigma 3$  est perçu par les US comme un joint de grains classique. **En revanche pour une macle  $\Sigma 3$ , l'angle critique reste proche de  $90^\circ$ , ce qui signifie qu'il y aura presque toujours transmission d'ondes P, quel que soit l'angle d'incidence.** Ce résultat très important, signifie que les macles  $\Sigma 3$  sont perçues par les US différemment des joints de grains à forte désorientation.

Pour les **faibles désorientations** ( $\theta < 15^\circ$ ), il a été mis en évidence que l'angle critique  $\beta_c$  reste très peu inférieur à  $90^\circ$ , ce qui signifie que **pour la majorité des ondes P émises, il y a transmission d'ondes P.**

Au final, le phénomène de propagation des ondes est différent dans le cas des faibles ou des fortes désorientations. Le comportement néfaste des faibles désorientations s'explique par la variation de l'angle critique. Cette influence est illustrée sur la **Figure 4.33** qui présente schématiquement la propagation des US dans un matériau composé uniquement de cristallites fortement désorientées (**a**), puis faiblement désorientées (**b**).

Remarque : Les schémas correspondent au cas d'une onde P émise avec un angle d'incidence  $\beta$  tel que  $\beta > \beta_c$  pour les fortes désorientations.



**Figure 4.33 : Illustration de l'influence de l'angle critique sur le mode de propagation des US (a) cristallites fortement désorientées et (b) cristallites faiblement désorientées**

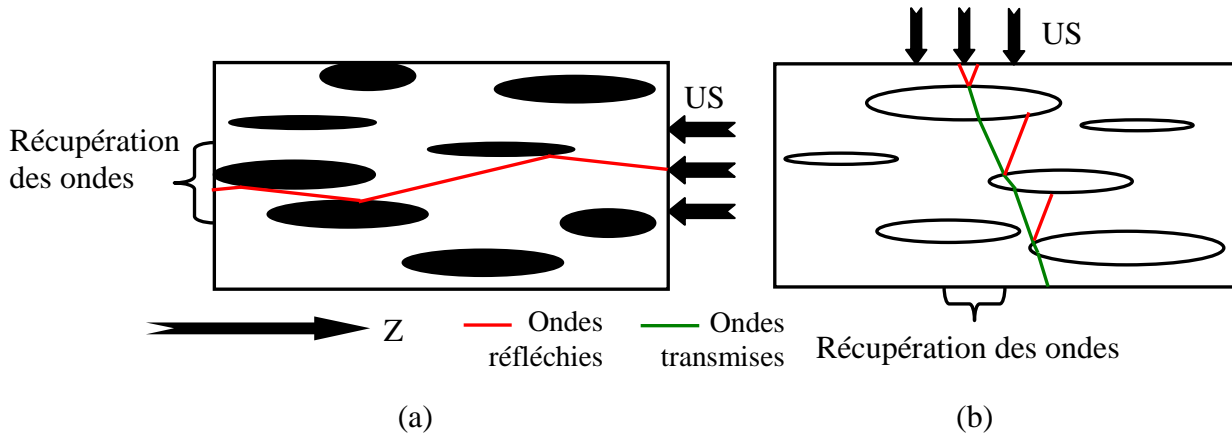
Dans le cas où les cristallites sont fortement désorientées (**Figure 4.33 a**), si l'angle d'incidence  $\beta$  est supérieur à l'angle critique  $\beta_c$ , alors toute onde incidente P sera totalement réfléchi à l'interface (joint de grains). On remarque sur ce graphique que les ondes réfléchies sont majoritairement guidées suivant l'axe d'émission des US.

Dans le cas où les cristallites sont faiblement désorientées (**Figure 4.33 b**), lorsqu'une onde P arrive à une interface (sous-joint), une partie des ondes est transmise et l'autre est réfléchi. Sur le graphique, on remarque, comme précédemment, que les ondes réfléchies sont globalement canalisées suivant l'axe d'émission des US et qu'à chaque interaction avec une interface, une partie des ondes est transmise. La quantité d'onde réfléchi diminue donc au fur et à mesure que les ondes se propagent dans le matériau. Le signal, acquis par le récepteur est donc nettement inférieur à celui acquis dans le cas de fortes désorientations.

**Au final, le comportement néfaste des faibles désorientations pour les US est lié aux ondes P transmises aux interfaces. Elles provoquent une diffusion des ondes au sein du matériau, au fur et à mesure de la propagation des US.**

Bien que cet exemple porte sur le cas de fortes désorientations avec un angle  $\beta$  tel que  $\beta > \beta_c$ , il est possible d'étendre le raisonnement à tout angle  $\beta$ . Lors de la propagation des US dans un matériau, le front d'onde est sphérique et non rectiligne. Les ondes arrivent donc aux interfaces avec divers angles d'incidence  $\beta$ . Or, il a été mis en évidence, pour de faibles désorientations, que l'angle critique est nettement supérieur à celui obtenu pour de fortes désorientations. La probabilité pour que des ondes incidentes arrivent avec un angle  $\beta > \beta_c$  est donc nettement plus faible. De ce fait, la fraction d'onde totalement réfléchi est moins importante et la proportion d'onde transmise beaucoup plus élevée, ce qui a pour conséquence une atténuation (diffusion) du signal beaucoup plus importante que pour de fortes désorientations.

Enfin, ces conclusions concernant le mode de propagation des US pour de fortes ou de faibles désorientations, expliquent également la variation de résultats obtenus entre des CND axiaux et radiaux. Les résultats de CND fournis par Aubert & Duval montrent que la perméabilité aux ultrasons est généralement meilleure dans le cas axial que dans le cas radial (**Tableau 4.2**). La **Figure 4.34** montre un schéma de la propagation des US en fonction de l'orientation géométrique des bandes de précipitation fine et dense (grains d'orientations cristallographiques proches).



**Figure 4.34 : Mode de propagation des US en fonction de l'orientation géométrique des bandes de précipitation fine et dense : (a) bandes parallèles aux US et (b) bandes perpendiculaires aux US**

Dans le cas d'un contrôle axial, les bandes sont parallèles à l'axe d'émission des US (**Figure 4.34 a**) et les ondes arrivent à l'interface bande/matrice avec un angle faible. L'angle d'incidence  $\beta$  est donc proche de  $90^\circ$ . L'orientation cristallographique d'une bande et de la matrice environnante étant différente, cela correspond au cas de fortes désorientations avec un angle d'incidence  $\beta > \beta_c$ . De ce fait, les ondes P atteignant une interface bande/matrice sont totalement réfléchies. Puisque toutes les bandes sont orientées dans la même direction, elles guident les ondes selon la direction d'émission des US.

Dans le cas d'un contrôle radial, les bandes sont perpendiculaires à l'axe d'émission des ultrasons et donc les ondes arrivent de manière fortement inclinées par rapport à l'interface bande/matrice. L'angle d'incidence  $\beta$  est donc faible. L'orientation cristallographique d'une bande et de la matrice environnante est différente, ce qui correspond à une forte désorientation, mais avec un angle  $\beta < \beta_c$ . Ainsi, à chaque interface bande/matrice, une partie de l'onde incidente est transmise et une autre réfléchi. Sur le schéma, on remarque que les ondes réfléchies sont renvoyées vers l'émetteur et que les ondes transmises s'écartent de plus en plus de l'axe d'émission, au fur et à mesure de la propagation. Cette diffusion des ondes explique l'atténuation plus importante dans le cas où les bandes sont perpendiculaires aux US

Les conclusions concernant l'influence de l'orientation cristallographique et de la désorientation ( $\theta$ ) sur la propagation des US apparaissant prometteuses, des calculs avec des

microstructures polycristallines théoriques ont été effectués. Cela afin de valider nos conclusions par des résultats plus statistiques du fait d'un plus grand nombre d'interfaces.

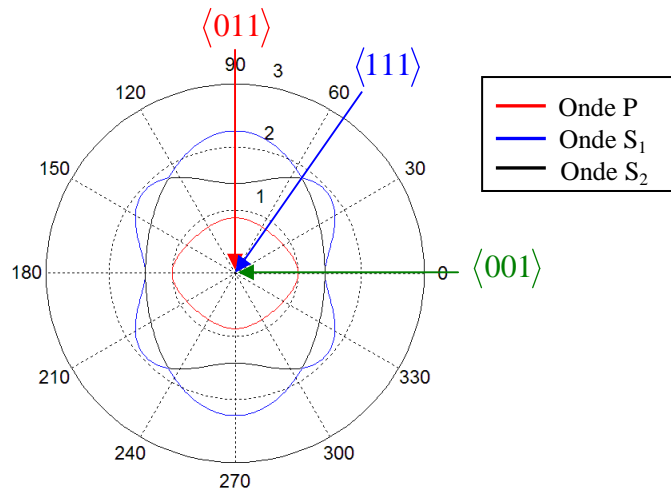
Par ailleurs, les deux paragraphes précédents portent sur l'influence des bandes de précipitation fine et dense sur la propagation des US. Ces bandes étant constituées de grains d'orientations cristallographiques proches, elles sont perçues par les US comme de gros grains. D'après la littérature, des grains de dimensions élevées sont à proscrire pour l'obtention de bons résultats lors des CND, car ce sont des milieux diffusifs [ORL95]. De manière à étudier dans quelle proportion la taille de grains est néfaste, une étude avec des microstructures polycristallines théoriques de tailles de grains différentes a été réalisée.

### ***3. Calculs sur des polycristaux***

Deux études distinctes (utilisant des microstructures polycristallines théoriques) ont été effectuées, pour étudier l'influence de l'orientation cristallographique, de la désorientation ( $\theta$ ) et de la taille de grains (D) sur la propagation des US. Dans ces dernières, les grains sont représentés par des hexagones réguliers, possédant une orientation cristallographique définie par les angles d'Euler.

- Pour la première étude, 3 orientations cristallographiques et 3 valeurs de désorientation ont été étudiées, tout en conservant une taille de grains identique de 80 $\mu$ m.

Les orientations cristallographiques utilisées dans ces calculs, ont été choisies de manière à étudier des vitesses de propagation d'onde P rapide, lente et intermédiaire. La vitesse de propagation des ondes de compression P est liée à la rigidité du cristal et donc au module de Young. Dans le cas d'un matériau cubique possédant un coefficient d'anisotropie  $A > 1$ , plus le module de Young est grand, plus la rigidité est importante et donc plus la vitesse de propagation des ondes P est élevée. Les modules d'Young les plus élevés et les plus faibles correspondent respectivement à des directions de type  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$ . Afin de conserver un plan cristallographique commun, il a été utilisé un plan de type (110). Pour ce type de plan, il existe les 3 types de direction [001], [011] et [111]. Sur la **Figure 4.35** correspondant aux surfaces des lenteurs d'une orientation cristallographique (110)[001], on retrouve que les directions  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$  sont respectivement la plus rapide et la plus lente. Quant à la direction  $\langle 011 \rangle$ , elle est intermédiaire.



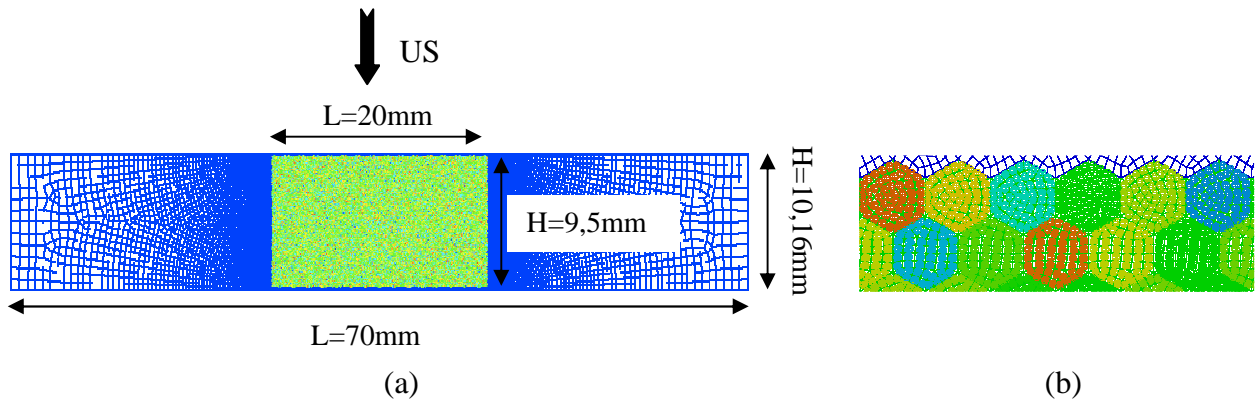
**Figure 4.35 : Surfaces des lenteurs des ondes quasi-P et quasi-S pour une orientation cristallographique  $(110)[001]$**

Cette étude a donc été réalisée avec trois orientations cristallographique de référence que sont  $(110)[001]$ ,  $(110)[011]$  et  $(110)[111]$ . Pour chaque orientation, des calculs ont été réalisés avec des désorientations moyennes de  $5^\circ$ ,  $10^\circ$  et  $20^\circ$  autour de l'orientation de référence. Enfin, l'ensemble de ces résultats a été comparé à ceux obtenus pour une texture isotrope.

- Pour la seconde étude, l'influence de la taille de grains ( $D$ ) a été analysée, en réalisant des calculs avec une microstructure homogène, composée de grains de dimensions de 80, 160 et 320  $\mu\text{m}$ . De manière à éviter une perturbation des résultats liée à l'orientation cristallographique, ces calculs ont été effectués en utilisant une texture isotrope.

**(a) Géométrie des calculs et obtention des microstructures théoriques**

La géométrie utilisée pour les calculs est présentée sur la **Figure 4.36 a**. Dans une cale de dimensions externes  $L=70$  mm et  $H=10,16$  mm, une microstructure polycristalline théorique est insérée, dont les dimensions sont approximativement  $L=20$  mm et  $H=9,5$ . Les mesures fluctuent légèrement en fonction de la taille de grains utilisée (80,160 ou 320  $\mu\text{m}$ ). La **Figure 4.36 b** est un agrandissement de la microstructure **Figure 4.36 a** et l'on observe clairement les hexagones représentant les grains, où chaque grain possède plusieurs éléments. En dehors de la microstructure polycristalline, le matériau est monocristallin avec une orientation cristallographique du type  $(001)[100]$ . Cette orientation a été choisie car elle est symétrique (**Figure 4.17**), ce qui permet de propager les ondes sans modifier leur parcours.



**Figure 4.36 :** (a) Géométrie des calculs avec une microstructure polycristalline théorique et (b) illustration des grains hexagonaux

Concernant les conditions de calcul, elles sont identiques à celles utilisées pour les calculs sur les bicristaux. A savoir que le signal utilisé est de type Ricker, avec une fréquence centrée sur 5 MHz et qu'il est émis par le haut de la cale. Les calculs étant effectués en transmission, le signal reçu en bas de la cale est comparé avec celui émis en haut. Pour cela, il a été placé dans chacune des deux régions, 11 points d'analyse sur une largeur de 2,8 mm, comme schématisé sur la **Figure 4.21** dans le cas des bicristaux.

**(b) Définition des orientations cristallographiques pour les microstructures polycristallines théoriques**

Ces deux études ont nécessité l'écriture de programmes permettant de réaliser d'une part, des microstructures avec une texture isotrope et d'autre part des microstructures avec une désorientation moyenne ( $\theta$ ) autour d'une orientation de référence.

- **Microstructures avec texture isotrope** : De manière à obtenir numériquement une texture isotrope, l'orientation cristallographique de chaque grain doit être obtenue par tirage aléatoire de ses trois angles d'Euler ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ). Dans l'espace d'Euler, les angles  $\varphi_1$  et  $\varphi_2$  sont définis dans l'intervalle  $[0, 2\pi[$  et l'angle  $\phi$  dans l'intervalle  $[0, \pi]$ .

Il faut être vigilant, car si le tirage aléatoire est directement réalisé sur chacun des angles (équation(4.41)), alors la texture n'est pas isotrope et on obtient un renforcement de la densité de pôles. L'échantillon présente alors une texture fibre (100), parallèle à la direction normale (**Figure 4.37 a**)

$$\begin{aligned}\varphi_1 &= \text{random} [0, 2\pi[ \\ \phi &= \text{random} [0, \pi[ \\ \varphi_2 &= \text{random} [0, 2\pi[\end{aligned}\tag{4.41}$$

La méthode permettant d'obtenir une texture isotrope (**Figure 4.37 b**), consiste à réaliser le tirage aléatoire directement dans les intervalles  $[0, 2\pi[$  pour les angles  $\varphi_1$  et  $\varphi_2$  et à calculer

l’Arc Cosinus d’une valeur tirée aléatoirement dans l’intervalle  $[-1,1]$  pour l’angle  $\phi$  (équation (4.42)).

$$\begin{aligned} \varphi_1 &= \text{random}[0, 2\pi[ \\ \phi &= a \cos(\text{random}[-1,1]) \\ \varphi_2 &= \text{random}[0, 2\pi[ \end{aligned} \quad (4.42)$$

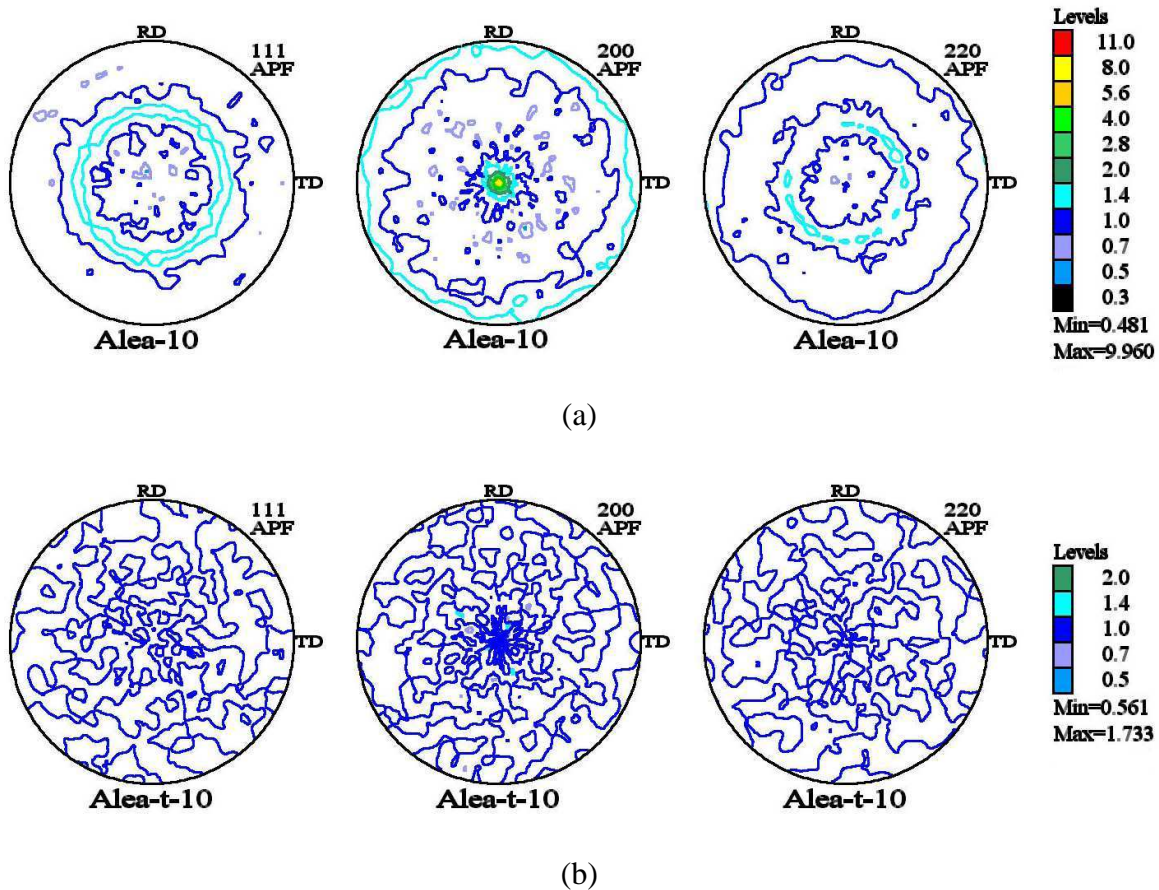


Figure 4.37 : Figures de pôles  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{220\}$  pour une série de 10000 orientations : (a)  $\phi = \text{random}[0, \pi[$  et (b)  $\phi = \text{acos}(\text{random}[-1,1])$

• *Microstructures avec désorientation moyenne ( $\theta$ ) autour d’une orientation de référence* : Pour étudier l’influence de la désorientation ( $\theta$ ) sur la propagation des US, des microstructures ont été générées, de façon à ce que l’orientation cristallographique des grains soit distribuée autour d’une orientation de référence, avec une désorientation moyenne ( $\theta$ ). Pour cela la méthode consiste à prendre une orientation de référence et lui faire subir une rotation définie par un angle ( $\omega$ ) autour d’un axe de rotation. L’angle ( $\omega$ ) est choisi aléatoirement entre 0 et  $\omega_0$  et l’axe est déterminé aléatoirement dans l’espace des orientations, où il est défini par deux angles  $\alpha$  et  $\beta$  tel que :

$$\begin{aligned}\alpha &= \text{random}[0, 2\pi[ \\ \beta &= a \cos(\text{random}[-1, 1])\end{aligned}\tag{4.43}$$

Les coordonnées du vecteur directeur sont alors définies par :

$$\begin{aligned}U_x &= \cos(\alpha) \sin(\beta) \\ U_y &= \sin(\alpha) \sin(\beta) \\ U_z &= \cos(\beta)\end{aligned}\tag{4.44}$$

Pour nos calculs, des désorientations moyennes ( $\theta$ ) de  $5^\circ$ ,  $10^\circ$  et  $20^\circ$  ont été étudiées, ce qui nécessite d'utiliser des valeurs de  $\omega_0$  respectivement de  $6,76^\circ$ ,  $13,51^\circ$  et  $27,03^\circ$ .

**Remarque** : Comme pour une texture isotrope, il est nécessaire de prendre certaines précautions afin d'éviter d'obtenir le renforcement de certains pôles. Ceci est le cas lorsque l'angle  $\beta$  est directement défini par un tirage aléatoire dans l'intervalle  $[0, \pi]$ , au lieu d'être déterminé comme il se doit par l'Arc Cosinus d'une valeur tirée aléatoirement dans l'intervalle  $[-1, 1]$ .

### (c) Résultats

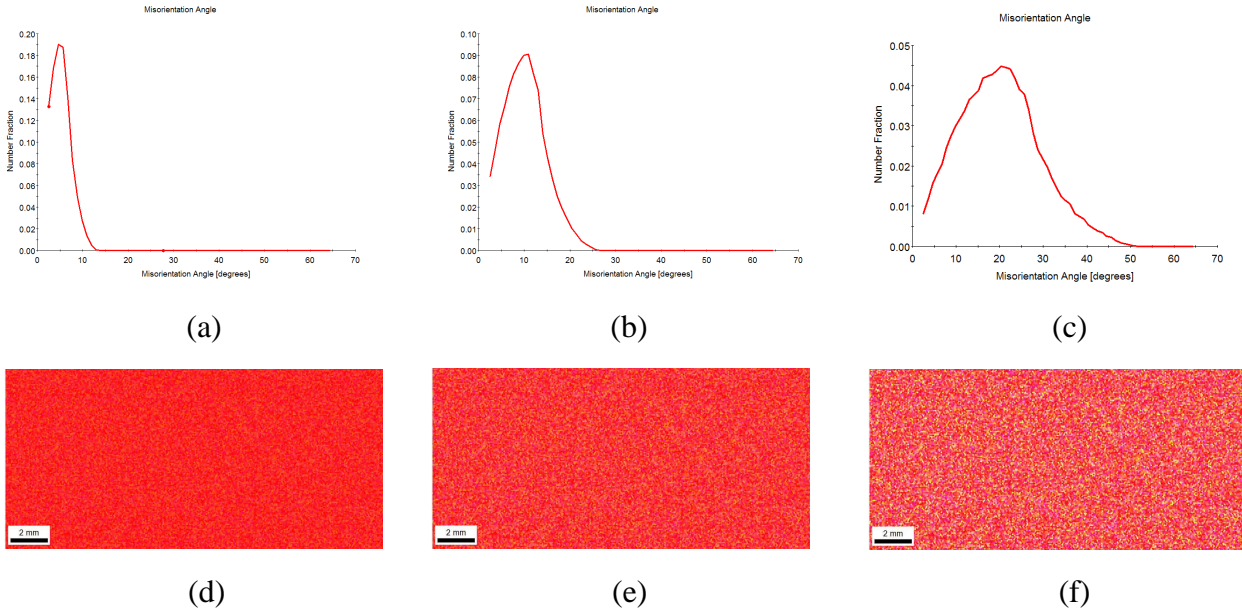
➤ Etude de l'orientation cristallographique et de la désorientation moyenne ( $\theta$ )

Dans cette étude, 3 orientations cristallographiques différentes,  $(110)[011]$ ,  $(110)[111]$  et  $(110)[001]$  ont été utilisées. De cette manière, il est possible d'étudier les cas extrêmes (vitesse lente et rapide) et ainsi de quantifier la variation de résultats. Pour chacune de ces orientations, trois calculs ont été réalisés avec des valeurs de désorientation moyenne ( $\theta$ ) de  $5^\circ$ ,  $10^\circ$  et  $20^\circ$ .

• **Dans la première partie de cette étude, l'influence de la désorientation moyenne ( $\theta$ ) sur la propagation des US a été examinée.** Les résultats présentés ont été obtenus pour l'orientation cristallographique de type  $(110)[011]$ , se rapportant à une vitesse de propagation des ondes P intermédiaire.

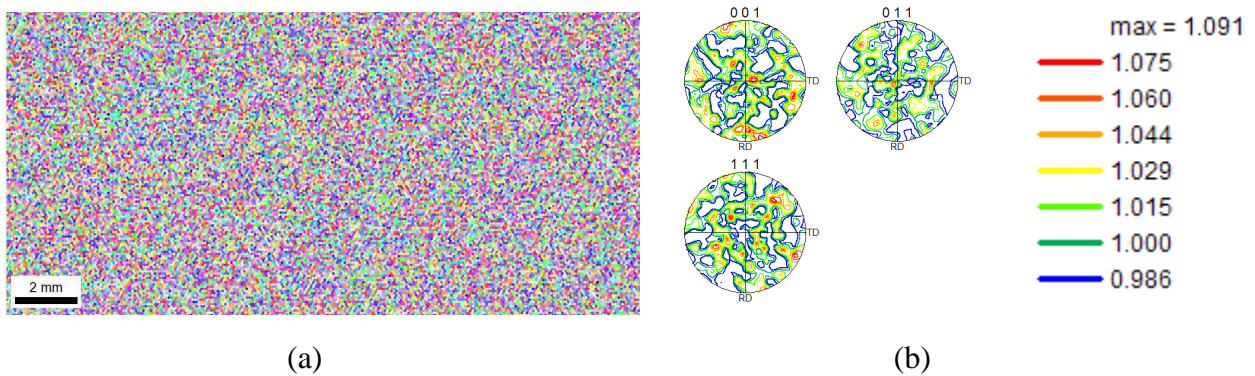
La **Figure 4.38** présente les distributions et les cartographies d'orientations cristallographiques, pour les calculs avec les désorientations moyennes de  $5^\circ$ ,  $10^\circ$  et  $20^\circ$  autour de l'orientation  $(110)[011]$ . On observe sur les graphiques **a**, **b** et **c**, que plus la désorientation moyenne est importante et plus la distribution des orientations cristallographiques s'étale. Cela est également visible sur les cartographies d'orientations **d**, **e** et **f**, où les couleurs sont de plus en plus différentes quand la désorientation augmente.





**Figure 4.38 : Distribution des désorientations et cartographies d'orientations**

La référence pour les différents calculs, correspond à une microstructure avec une texture isotrope. La taille de grains de 80  $\mu\text{m}$  utilisée dans cette étude, permet d'obtenir plus de 35 000 grains dans la microstructure théorique. Ceci est largement supérieur aux 10 000 orientations requises, afin de considérer qu'une texture est parfaitement isotrope. Sur la **Figure 4.39**, la cartographie d'orientations cristallographiques ainsi que les figures de pôles, prouvent l'isotropie de la texture théorique.

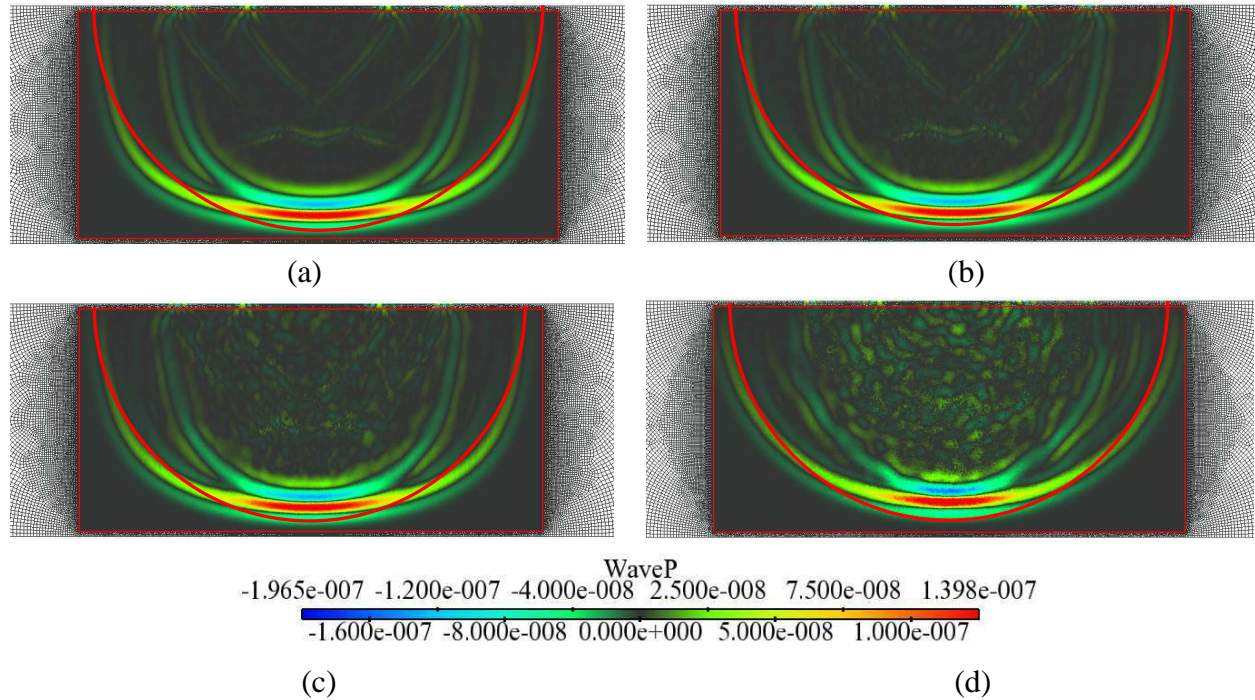


**Figure 4.39 : Microstructure théorique avec texture isotrope et  $D=80\mu\text{m}$  : (a) cartographie d'orientations cristallographiques et (b) figures de pôles**

Bien que la texture globale soit isotrope, il n'est pas à exclure des phénomènes de textures locales. Afin de vérifier la présence de ces dernières et de déterminer leur influence sur la propagation des US, un calcul isotrope équivalent a été réalisé. Pour cela, le module de Young équivalent  $E_{eq}$  et le coefficient de Poisson équivalent  $\nu_{eq}$  ont été identifiés à partir de la texture globale isotrope, en utilisant un modèle auto-cohérent 1 site. Les résultats obtenus avec le modèle sont  $E_{eq} = 212,2 \text{ GPa}$  et  $\nu_{eq} = 0,283$ . Au final, pour le calcul isotrope équivalent avec

OOFE, la microstructure est identique à celle du calcul avec une texture isotrope, mais le matériau est considéré élastique isotrope avec les valeurs de  $E_{eq}$  et  $\nu_{eq}$ .

La **Figure 4.40**, présente les fronts d'onde quasi-P obtenus avec OOFE. Une échelle commune est utilisée pour l'ensemble des calculs.



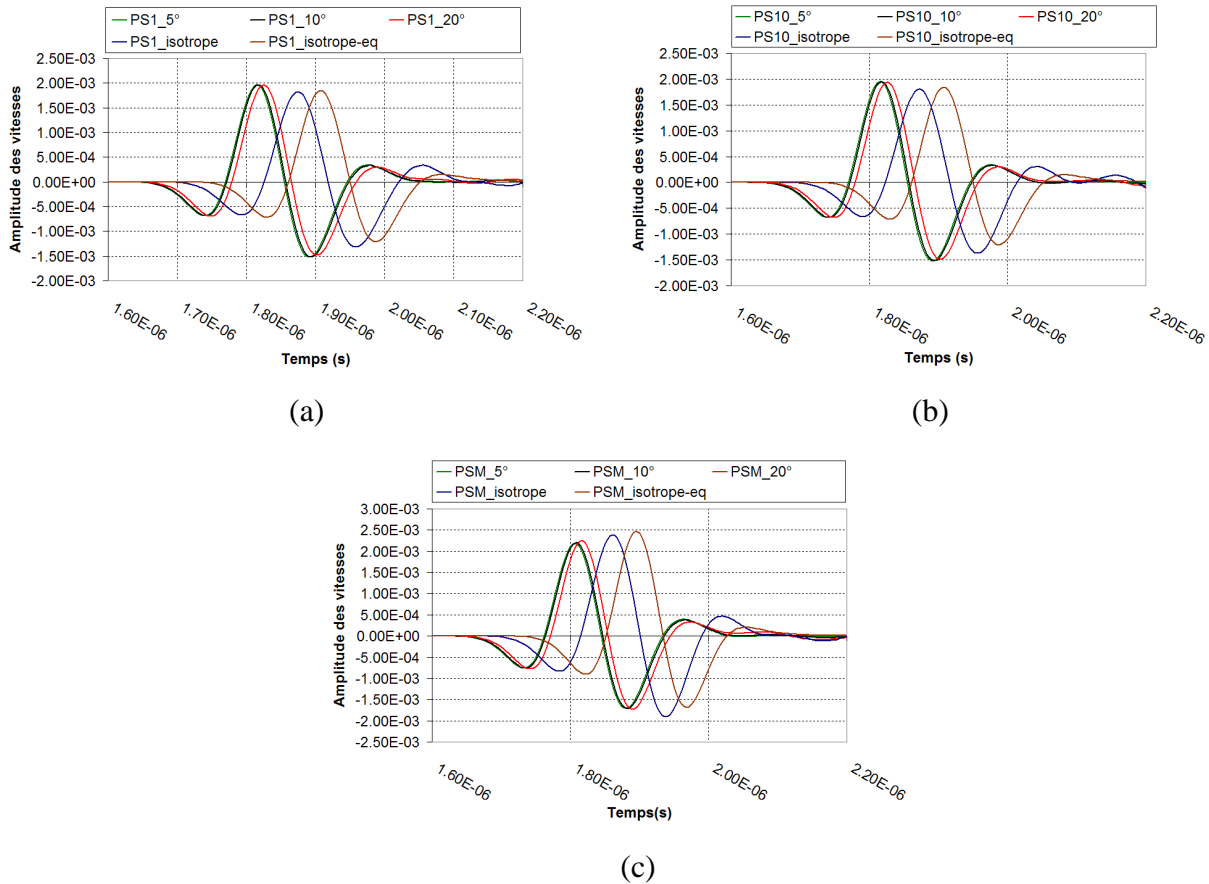
**Figure 4.40 : Cartographies des fronts d'onde quasi-P : (a) désorientation moyenne de  $5^\circ$ , (b) désorientation moyenne de  $10^\circ$ , (c) désorientation moyenne de  $20^\circ$  et (d) texture isotrope**

La première remarque est la présence de perturbations en arrière du front d'ondes, devenant plus nombreuses et plus marquées lorsque la désorientation moyenne ( $\theta$ ) augmente. Ces perturbations sont dues aux interactions des ondes avec les interfaces des grains, qui provoquent des phénomènes de réflexion et de transmission. On note également sur ces cartographies, que l'allure du front d'ondes quasi-P évolue en fonction de la désorientation, passant d'une forme aplatie pour les plus faibles désorientations ( $\theta$ ), à quasi-circulaire pour le cas isotrope. L'obtention d'un front d'ondes quasi-circulaire pour une texture isotrope, est en accord avec la théorie, puisque la vitesse de propagation des ondes est identique dans toutes les directions. Le fait que le front ne soit pas totalement circulaire est probablement lié au fait que les US ne sont pas envoyés ponctuellement, mais sur une largeur de 2,8 mm, impliquant un élargissement du front.

Des examens quantitatifs ont été réalisés, en analysant les données obtenues aux points d'entrée (PE) et aux points de sortie (PS).

- Dans un premier temps, l'évolution de la vitesse selon l'axe d'émission ( $V_y$ ) a été tracée en fonction du temps, pour les 11 points de sortie. L'intérêt est de pouvoir comparer pour

un même calcul, la vitesse à différents points de sortie, mais également de confronter les différents calculs entre eux. La **Figure 4.41** présente les courbes de vitesse pour les points de sortie PS1 (extrême gauche), PSM (milieu) et PS10 (extrême droite).

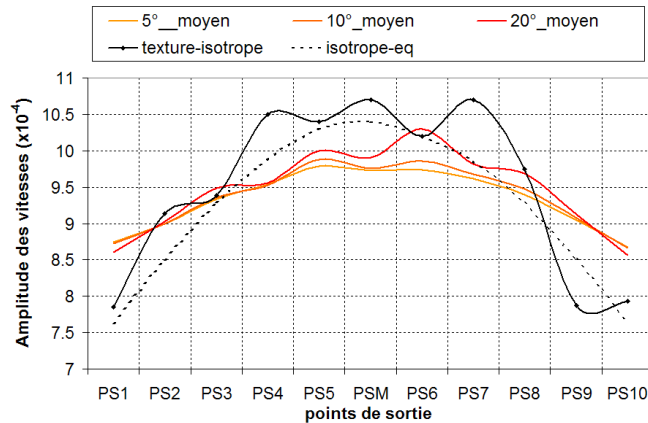


**Figure 4.41 : Courbes de vitesse en fonction du temps pour différents points de sortie : (a) PS1, (b) PS10 et (c) PSM**

Sur les cartographies **a**, **b** et **c** **Figure 4.41**, on note que le temps d'arrivée des ondes aux points de sortie est plus court pour les calculs avec désorientations, que pour le calcul avec une texture isotrope. La texture isotrope étant une moyenne des vitesses rapides et lentes, cela signifie que l'orientation cristallographique de type (100)[011], considérée jusqu'à présent comme une vitesse intermédiaire, est plus proche d'une vitesse rapide que d'une vitesse lente. On observe également que plus la désorientation moyenne ( $\theta$ ) est importante, plus la vitesse de propagation des ondes diminue. Ce résultat est logique, puisqu'en augmentant la désorientation, la texture devient plus aléatoire et tend petit à petit vers une texture isotrope, possédant une vitesse plus lente.

En comparant le polycristal présentant une texture isotrope et le matériau isotrope équivalent, on s'aperçoit que dans le premier cas, les ondes se propagent bien plus vite. Cela s'explique par le fait que, même si la texture globale est isotrope dans les deux cas, la topologie est un facteur important, à l'origine de textures locales plus ou moins favorables à la propagation des US.

En ce qui concerne l'amplitude de la vitesse des ondes aux différents points de sortie, on remarque que pour la texture isotrope, les différences d'amplitude entre le point PSM et les points PS1 et PS10 sont plus importantes que pour les autres calculs. Il est donc probable que les ondes soient davantage guidées suivant l'axe d'émission des US pour une texture isotrope, que dans les autres cas. Cela est vérifié sur le graphique présenté **Figure 4.42**, correspondant au maximum d'amplitude de vitesse pour chaque point de sortie des différents calculs.



**Figure 4.42 : Distribution de l'amplitude des vitesses aux points de sortie pour les différents calculs**

Sur ce graphique, on remarque que pour un même calcul, l'ensemble des amplitudes des vitesses aux différents points de sortie, décrit une parabole plus ou moins marquée, centrée sur le point PSM. Dans le cas de la texture isotrope, la parabole est plus resserrée que dans les autres cas, avec des amplitudes plus fortes pour les points proches du centre et plus faibles pour les points aux extrémités. Cela conforte l'idée que pour une texture isotrope, les ondes sont majoritairement guidées suivant l'axe d'émission des US.

Ce résultat est en accord avec les conclusions émises dans la **partie II.D.2**, où pour de fortes désorientations, si les ondes arrivent aux joints de grains avec un angle incident  $\beta > \beta_c$ , alors elles sont totalement réfléchies, ce qui guide le signal US dans la direction d'émission.

Concernant le calcul avec une texture isotrope, on note que la distribution a une allure similaire à celle obtenue pour un matériau isotrope équivalent. Les légères fluctuations observées sont liées aux textures locales.

- Dans un second temps, l'atténuation aux US a été calculée en fonction de la désorientation moyenne, à partir de l'équation (4.45) où le matériau isotrope équivalent est considéré comme référence.

$$Atténuation (dB) = 5 \log \left( \frac{\sum_{i=1}^{11} (\Delta V_i^\theta)^2}{\sum_{i=1}^{11} (\Delta V_i^{isotrope-eq})^2} \right) \text{ avec } \theta = 5^\circ, 10^\circ \text{ ou } 20^\circ \quad (4.45)$$

Les résultats présentés dans le **Tableau 4.9** montrent que la désorientation joue un rôle assez important sur l'atténuation aux US. On remarque également que plus la désorientation augmente, plus la valeur de l'atténuation se rapproche de celle obtenue pour une texture isotrope.

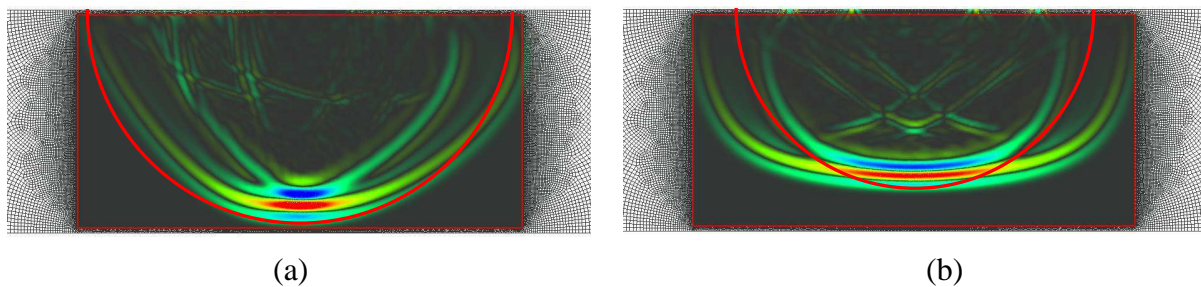
**Tableau 4.9 : Atténuation (en dB) en fonction de la désorientation moyenne ( $\theta$ ).**

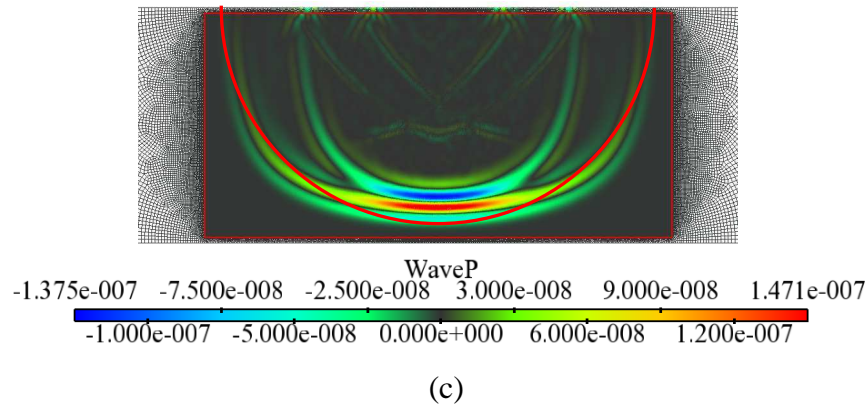
	Calcul de l'atténuation US (dB)				
	$\theta = 5^\circ$	$\theta = 10^\circ$	$\theta = 20^\circ$	Texture isotrope	Matériau isotrope-eq
Atténuation (dB)	0,03	0,05	0,1	0,14	0,00 (référence)

Cette première partie de l'étude, a permis de révéler l'influence de la désorientation moyenne ( $\theta$ ) sur la propagation des US. Dans ce qui suit, l'impact de l'orientation cristallographique est examiné, à travers trois cas correspondant à des vitesses de propagation très différentes.

- Etude des orientations cristallographiques  $(110)[111]$ ,  $(110)[011]$  et  $(110)[001]$ , correspondant respectivement à des vitesses de propagation rapide, intermédiaire et lente.

Tout d'abord, de manière à déterminer qualitativement l'effet de l'orientation cristallographique sur le mode de propagation des US, les fronts d'onde quasi-P obtenus par simulation numérique ont été tracés. Sur la **Figure 4.43**, seuls les résultats obtenus pour chaque orientation avec une désorientation de  $5^\circ$  sont présentés.





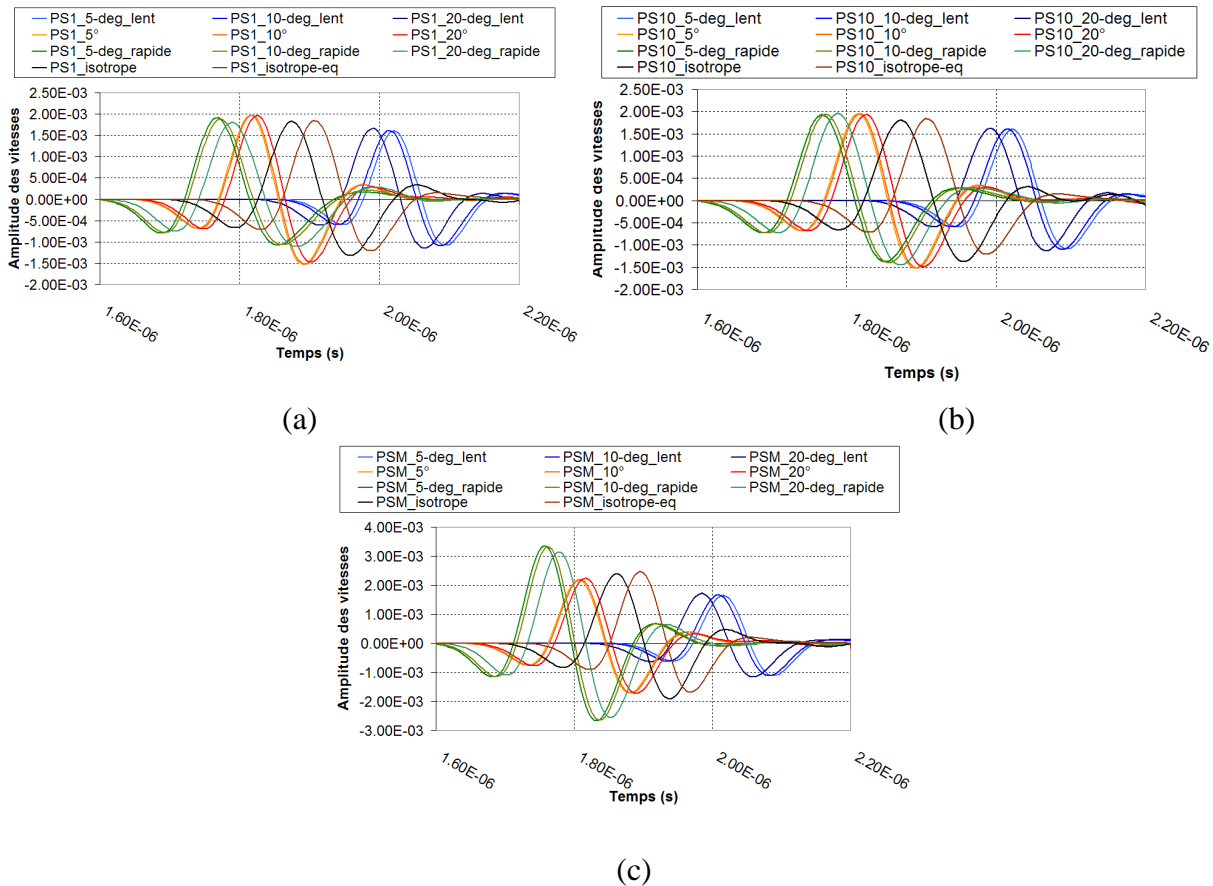
**Figure 4.43 : Cartographies des fronts d'onde quasi-P : (a) orientation  $(110)[111]$ , (b) orientation  $(110)[001]$  et (c) orientation  $(110)[011]$**

Ces cartographies montrent que pour une même durée, les ondes n'ont pas parcouru la même distance, ce qui prouve la différence de vitesse de propagation suivant l'orientation cristallographique. Concernant l'allure des fronts d'ondes quasi-P, elle est nettement différente pour les trois cas. A titre de rappel, la direction cristallographique est colinéaire à l'axe d'émission des US dans les calculs.

- Pour la direction  $[111]$  (vitesse de propagation la plus rapide), on observe sur la **cartographie a**, un front d'ondes dissymétrique en accord avec la théorie. Cette dernière prévoit des vitesses lentes d'un côté du front et intermédiaires de l'autre, tout en restant inférieures à celle suivant l'axe d'émission. De ce fait, l'ensemble du front d'ondes devrait être contenu dans le demi-cercle rouge, ce qui n'est pas le cas. Ici encore, ce résultat est probablement lié au fait que les US sont envoyés sur une largeur de 2,8mm et non ponctuellement, ce qui provoque un élargissement du front
- Pour la direction  $(110)[001]$  (vitesse de propagation la plus lente), on observe sur la **cartographie b**, un front d'ondes symétrique, où pour toutes les directions, la vitesse de propagation est supérieure à celle suivant l'axe d'émission.
- Pour la direction  $(110)[011]$  (vitesse intermédiaire), on observe sur la **cartographie c** un front d'ondes également symétrique, avec des vitesses plus lentes ou plus rapides, suivant les directions par rapport à l'axe d'émission. D'après la théorie, les directions les plus lentes se situent aux extrémités latérales du front et correspondent à des directions  $[001]$ , quant aux directions les plus rapides, elles sont approximativement à  $35^\circ$  de l'axe d'émission et sont de type  $[111]$ . Sur le graphique, l'angle est plutôt de  $45^\circ$  et une fois de plus cela est lié au fait que les US ne sont pas envoyés ponctuellement.

Cette analyse qualitative donnant des résultats très différents en fonction de l'orientation cristallographique, une analyse quantitative a été effectuée, en examinant les données aux points d'entrée (PE) et aux points de sortie (PS).

La **Figure 4.44** présente les courbes de vitesse des points de sortie PS1, PSM et PS10 pour les trois orientations cristallographiques avec 3 désorientations de 5°, 10° et 20°, texture isotrope et matériau équivalent. Pour chacune des orientations cristallographiques, les cas correspondants aux trois désorientations sont représentés par des courbes possédant un léger dégradé autour d'une même couleur.



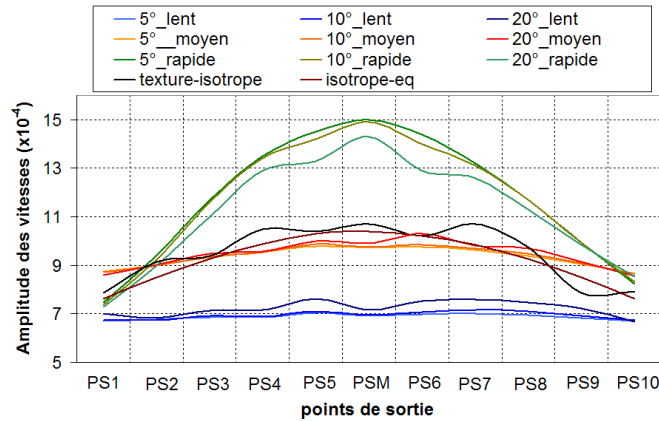
**Figure 4.44 : Courbes de vitesse en fonction du temps, pour différents points de sortie : (a) PS1, (b) PS10 et (c) PSM**

La première chose que l'on remarque sur ces graphiques, c'est que la vitesse de propagation des ondes dépend fortement de l'orientation cristallographique. Il existe une variation d'environ 13 % entre des directions [111] et [001], correspondant respectivement aux vitesses de propagation la plus rapide et la plus lente. Pour la direction [011], on retrouve ce qui a été évoqué dans l'analyse de la **Figure 4.41**, à savoir que cette direction correspond à une vitesse plutôt rapide que lente.

On remarque pour les trois orientations cristallographiques, que plus la désorientation moyenne ( $\theta$ ) est élevée et plus la vitesse des ondes se rapproche de celle obtenue pour une texture isotrope. La désorientation augmente la vitesse pour une orientation [100] « lente » et la diminue pour une orientation [111] « rapide ».

Enfin, on note que l'amplitude de vitesse aux différents points de sortie (PS1, PSM et PS10) varie fortement en fonction de l'orientation cristallographique. Pour la direction [111], l'amplitude est 50% plus élevée au centre (PSM) qu'en périphérie (PS1 et PS10), tandis que pour

la direction [001], cela varie très peu. Dans la partie précédente, consacrée à l'influence de la désorientation moyenne ( $\theta$ ), nous avons vu, que pour un même calcul, la distribution d'amplitude de vitesse pour les différents points de sortie, renseigne sur le mode de propagation des ondes. Les distributions pour l'ensemble des orientations et des points de sortie sont présentées sur la **Figure 4.45**.



**Figure 4.45 : Distribution de l'amplitude des vitesses aux points de sortie pour les différents calculs**

On observe que l'allure de la distribution des vitesses, dépend très fortement de l'orientation cristallographique et assez peu de la désorientation moyenne ( $\theta$ ). Pour une direction rapide [111], on note une allure parabolique marquée, avec des amplitudes nettement plus élevées au centre qu'en périphérie, tandis que pour une direction lente [001], l'amplitude est quasi-constante pour tous les points de sortie. Enfin, pour le matériau isotrope équivalent et le calcul avec une texture isotrope, on trouve un résultat intermédiaire, correspondant à la moyenne de vitesses lentes et rapides.

Par la suite, l'atténuation aux US pour les trois orientations a été calculée. Pour cela, la méthode utilisée est différente de celle appliquée jusqu'à présent et est inspirée de la technique décrite dans l'article de Feuilly *et al.* [FEU08]

Pour les auteurs, lorsque les ondes se propagent dans un matériau polycristallin homogène, leurs amplitudes diminuent comme le montre l'équation (4.46).

$$A_Z = A_0 e^{-\alpha(f)Z} \quad (4.46)$$

avec :  $A_0$  l'amplitude initiale

$A_Z$  l'amplitude à la position  $Z$  et à l'instant  $t$

$\alpha(f)$  le coefficient d'atténuation

Ce coefficient d'atténuation  $\alpha$  est lié à la structure du milieu et à son comportement mécanique. Il peut être décomposé en trois termes comme décrit dans l'équation (4.47).

$$\alpha = \alpha_\alpha + \alpha_d + \alpha_{div} \quad (4.47)$$



Le terme  $\alpha_a$  correspond à l'atténuation par absorption, qui est négligeable dans le cas de métaux polycristallins dans le contexte du CND. Le coefficient  $\alpha_{div}$  se rapporte à l'atténuation par divergence du faisceau, qui est un paramètre purement géométrique, dépendant des caractéristiques des traducteurs (fréquence, diamètre, focalisation...). Enfin le paramètre  $\alpha_d$ , représente l'atténuation par diffusion, provenant de l'interaction des ondes avec les grains du matériau.

Dans cette étude, nous avons utilisé dans un premier temps la formule (4.48), afin de calculer l'atténuation globale  $\alpha$  pour les différents calculs. Les résultats sont présentés dans le **Tableau 4.10**.

$$Atténuation (dB) = 5 \log \left( \frac{\sum_{i=1}^{11} (\Delta V_i^{sortie})^2}{\sum_{i=1}^{11} (\Delta V_i^{entrée})^2} \right) \quad (4.48)$$

**Tableau 4.10 : Calcul de l'atténuation globale (en dB) en fonction de l'orientation cristallographique et de la désorientation moyenne**

Calcul de l'atténuation $\alpha$ (dB)											
	5° lent	10° lent	20° lent	5° moy.	10° moy.	20° moy.	5° rap.	10° rap.	20° rap.	Text. iso	Iso. eq
Atténuation (dB)	-5,34	-5,31	-5,18	-4,49	-4,47	-4,42	-3,51	-3,55	-3,68	-4,25	-3,70

Une fois l'atténuation globale  $\alpha$  calculée, nous avons utilisé l'équation (4.47) pour isoler la contribution liée à l'atténuation par diffusion ( $\alpha_d$ ). Dans le cas des métaux polycristallins, l'atténuation globale n'est liée qu'à l'atténuation par divergence du faisceau et par diffusion. Dans notre étude, l'atténuation par divergence du faisceau ( $\alpha_{div}$ ) correspond au calcul isotrope équivalent, où le matériau est considéré élastique isotrope et donc la propagation des ondes n'est pas influencée par les changements de milieux (grains).

L'atténuation par diffusion ( $\alpha_d$ ) est donc obtenue par l'équation (4.49).

$$\alpha_d = \alpha - \alpha(iso. eq) \quad (4.49)$$

avec  $\alpha(iso. eq)$ , la valeur de l'atténuation globale pour le calcul isotrope-équivalent présenté dans le **Tableau 4.10**

Enfin, de manière à obtenir une valeur d'atténuation par diffusion indépendante de la distance parcourue par les ultrasons, les résultats recueillis avec l'équation (4.49) ont été divisés par la hauteur H des calculs (10,16mm) et sont présentés dans le **Tableau 4.11**.

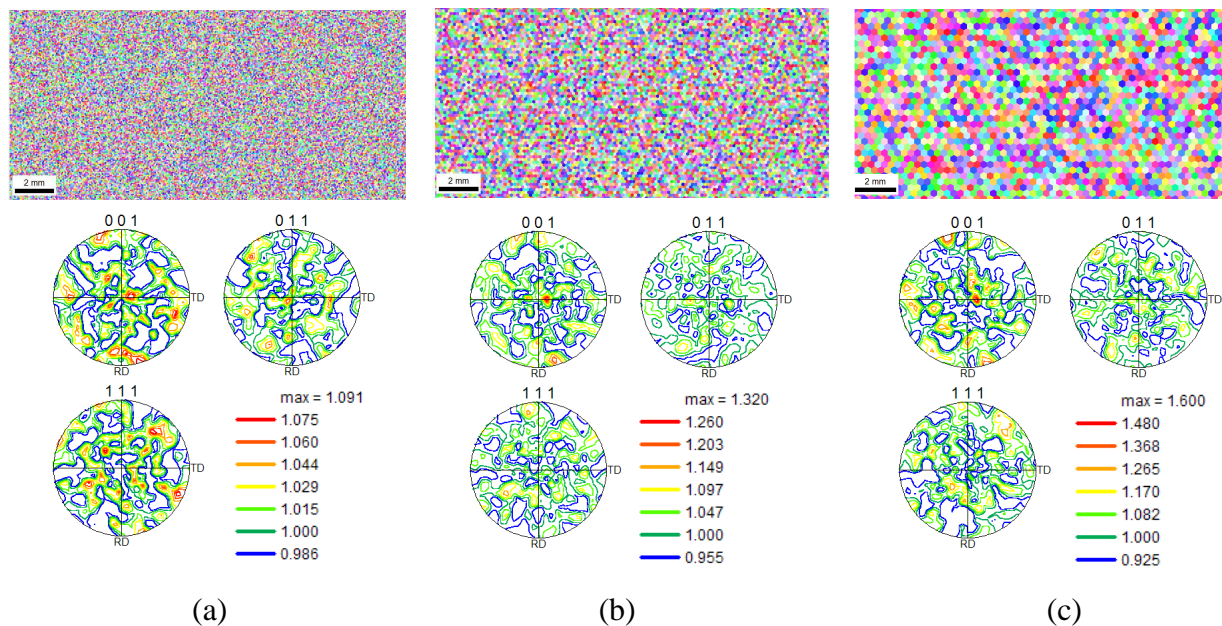
**Tableau 4.11 : Calcul de l'atténuation par diffusion (en dB/mm) en fonction de l'orientation cristallographique et de la désorientation moyenne**

	Calcul de l'atténuation par diffusion (dB/mm)										
	5° lent	10° lent	20° lent	5° moy.	10° moy.	20° moy.	5° rap.	10° rap.	20° rap.	Text. iso	Iso. eq
$\alpha_d$ (dB/mm)	-0,16	-0,16	-0,15	-0,08	-0,08	-0,07	0,02	0,01	0,00	-0,05	Ref.

Les résultats confirment que l'orientation cristallographique joue un rôle important sur la propagation des US. Quant à la désorientation moyenne ( $\theta$ ), bien qu'elle ait une influence, cela n'est qu'un facteur secondaire.

➤ Etude de la taille de grains

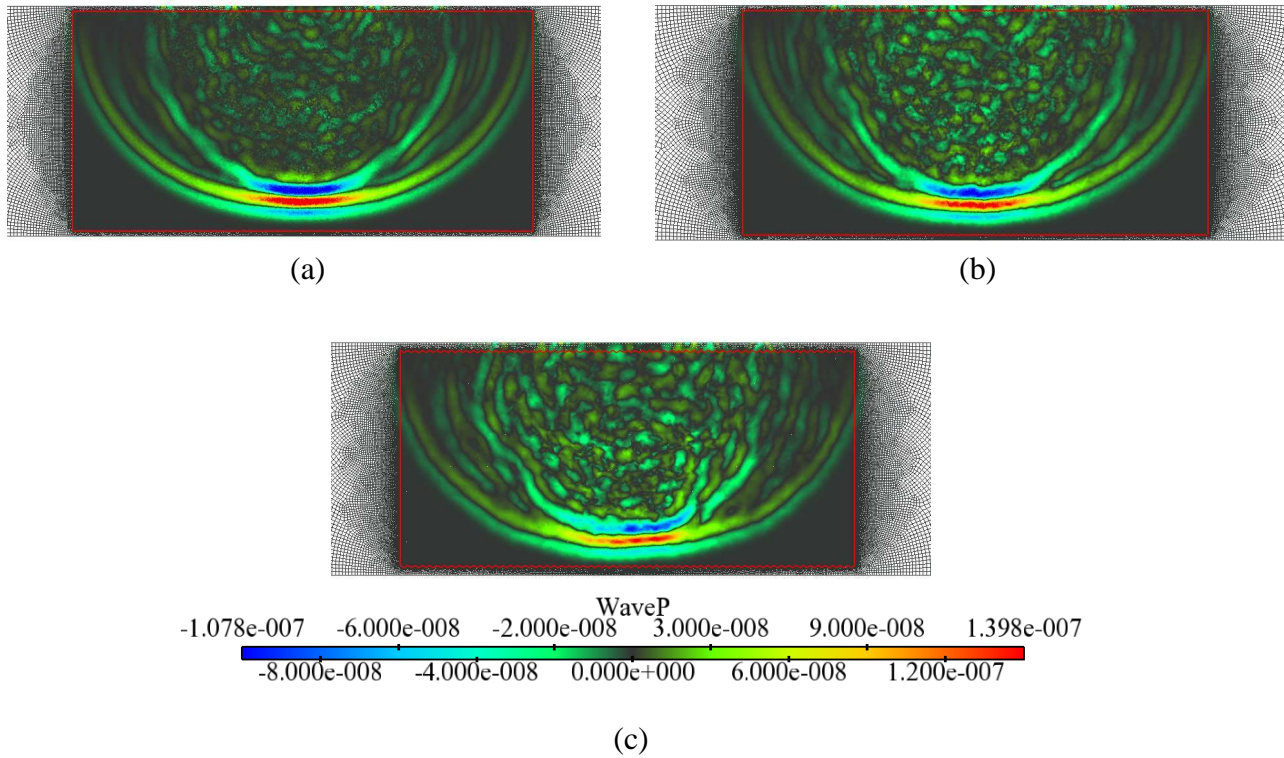
De manière à déterminer dans quelle mesure la taille de grains influence la perméabilité aux US, trois calculs avec des tailles de grains de 80, 160 et 320  $\mu\text{m}$  ont été réalisés. Pour éviter au maximum l'influence de l'orientation cristallographique et n'étudier que l'impact de la taille de grains, les trois microstructures possèdent une texture isotrope (**Figure 4.46**).



**Figure 4.46 : Cartographies d'orientations cristallographiques et figures de pôles pour l'étude sur la taille de grains : (a)  $D=80\mu\text{m}$ , (b)  $D=160\mu\text{m}$  et (c)  $D=320\mu\text{m}$**

On remarque sur les figures de pôles des trois microstructures, que la texture est isotrope, mais que l'acuité augmente parallèlement à la taille de grains. Cela provient du fait que les dimensions des microstructures sont similaires et donc que lorsque la taille de grains augmente, le nombre de grains diminue. On passe ainsi de plus de 35 000 grains pour  $D=80\mu\text{m}$  à 2125 grains pour  $D=320\mu\text{m}$ . De ce fait, dans ce dernier cas il y a un manque de représentativité, ainsi qu'un effet de texture locale plus important.

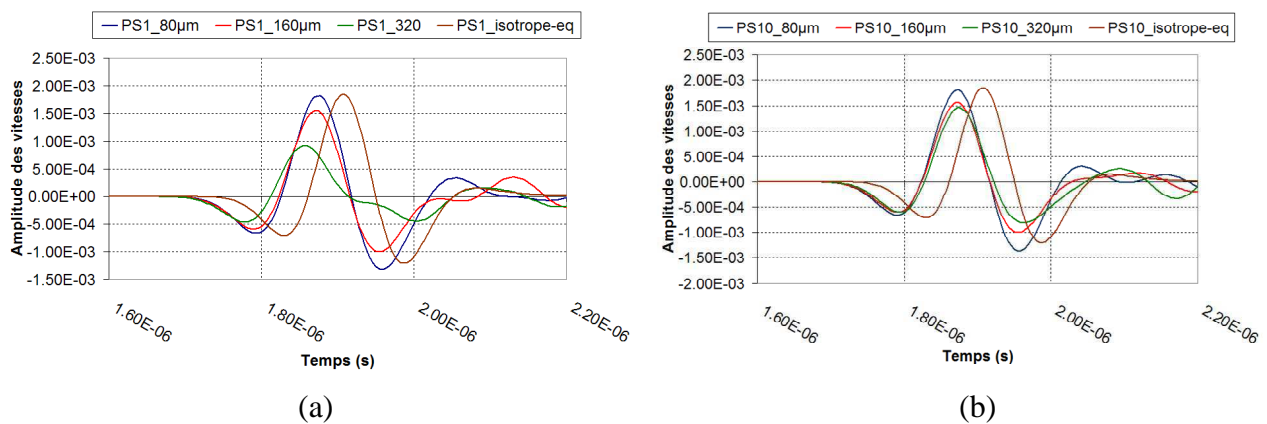
La **Figure 4.47** présente les fronts d’onde quasi-P obtenus pour les trois calculs. Sur ces cartographies, on retrouve les caractéristiques principales d’une texture isotrope (**Figure 4.40**), à savoir un front d’ondes quasi-circulaire et la présence de perturbations en arrière du front. Cependant, on remarque que plus la taille de grains est importante, plus le front d’onde devient irrégulier et les perturbations en arrière du front importantes. Pour une taille de grains de  $320\ \mu\text{m}$ , on observe même une dissymétrie du front, ce qui traduit le fort effet de texture locale.

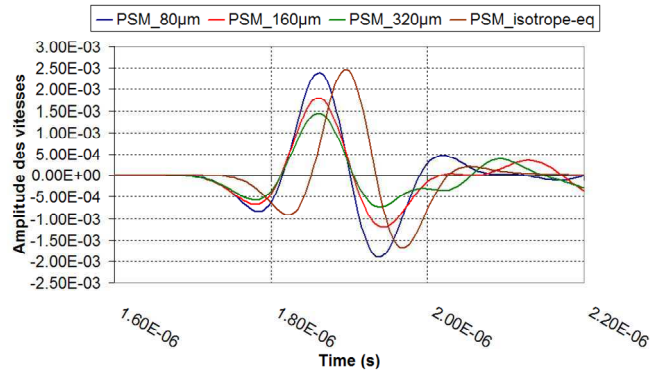


**Figure 4.47 :** Cartographies des fronts d’onde quasi-P : (a) texture isotrope et  $D=80\ \mu\text{m}$ , (b) texture isotrope et  $D=160\ \mu\text{m}$  et (c) texture isotrope et  $D=320\ \mu\text{m}$

L’impact de la taille de grains a été examiné quantitativement, en analysant les données aux points d’entrée (PE) et aux points de sortie (PS).

La **Figure 4.48** présente les courbes de vitesse des points de sortie PS1 (extrême gauche), PSM (milieu) et PS10 (extrême droite) pour les trois tailles de grains.



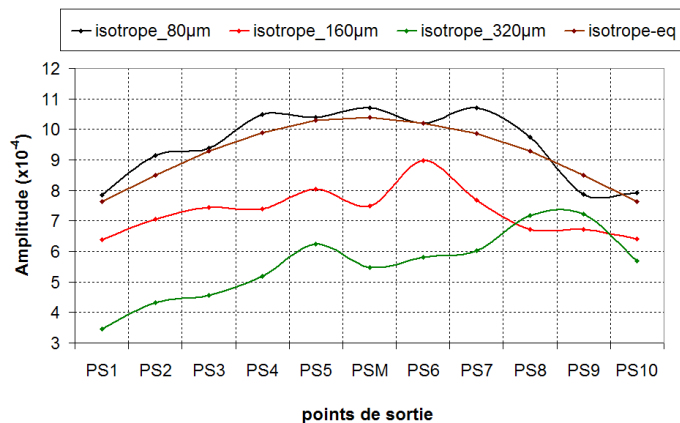


(c)

**Figure 4.48 : Courbes de vitesse en fonction du temps, pour différents points de sortie : (a) PS1, (b) PS10 et (c) PSM**

Les graphiques montrent que la taille de grains ne modifie pas la vitesse de propagation des ondes. Le léger écart observé au point PS1 pour une taille de grains de 320  $\mu\text{m}$ , est probablement dû à un effet de texture locale, favorisant une vitesse rapide. Il est également intéressant de noter que la vitesse de propagation est plus rapide que celle obtenue pour un matériau isotrope-équivalent.

Concernant l'amplitude des vitesses aux différents points de sortie (PS1, PSM et PS10), on note qu'elle évolue assez fortement en fonction de la taille de grains. Pour analyser plus finement cela, la distribution d'amplitudes maximales de vitesse a été tracée pour l'ensemble des points de sortie de chacun des calculs (**Figure 4.49**).



**Figure 4.49 : Distribution de l'amplitude des vitesses aux points de sortie pour les calculs avec des tailles de grains respectivement de 80, 160 et 320  $\mu\text{m}$**

En observant ce graphique, on remarque que l'allure des distributions pour les tailles de grains de 80 et 160  $\mu\text{m}$  est similaire, avec une forme parabolique. Pour la taille de grains la plus élevée, l'amplitude est plus faible pour l'ensemble des points de sortie. Cette constatation est en accord avec la théorie selon laquelle les gros grains sont considérés comme des milieux diffusifs et donc le signal s'écarte plus rapidement de l'axe d'émission. Cela est également conforté par les résultats pour une taille de grains de 320  $\mu\text{m}$ , où l'amplitude est encore majoritairement plus faible. Concernant l'allure particulière de la distribution pour cette taille de grains, elle

s'explique par un fort effet de texture locale, dû au faible nombre de grains dans la microstructure.

Enfin, pour déterminer l'effet de la taille de grains sur l'atténuation aux US, la même technique que celle utilisée précédemment a été appliquée. L'atténuation globale a été calculée en utilisant l'équation (4.48), puis l'atténuation par diffusion déduite d'après l'équation (4.49). Les résultats obtenus sont présentés dans le **Tableau 4.12**.

**Tableau 4.12 : Calcul de l'atténuation par diffusion (en dB/mm) en fonction de la taille de grains**

	Calcul de l'atténuation par diffusion (en dB/mm)			
	D=320 μm	D=160 μm	D=80 μm	Isotrope-eq
$\alpha$	-6,14	-5,40	-4,25	-3,70
$\alpha_d = \alpha - \alpha(iso. eq)$	-0,24	-0,17	-0,05	Ref.

Les résultats de cette étude, confirment que la taille de grains a un impact non négligeable sur la propagation des US. Dans le cas des bandes de précipitation fine et dense, les entités qui les composent (grains  $\gamma$  et précipités  $\gamma'$ ) possèdent des orientations cristallographiques proches et les bandes sont donc perçues par les US comme des gros grains. D'où le comportement néfaste de ces régions pour une bonne perméabilité aux US.

De manière à illustrer dans quelle mesure ces bandes modifient la propagation des US et influent la perméabilité, des calculs avec une microstructure réelle obtenue par EBSD ont été réalisés.

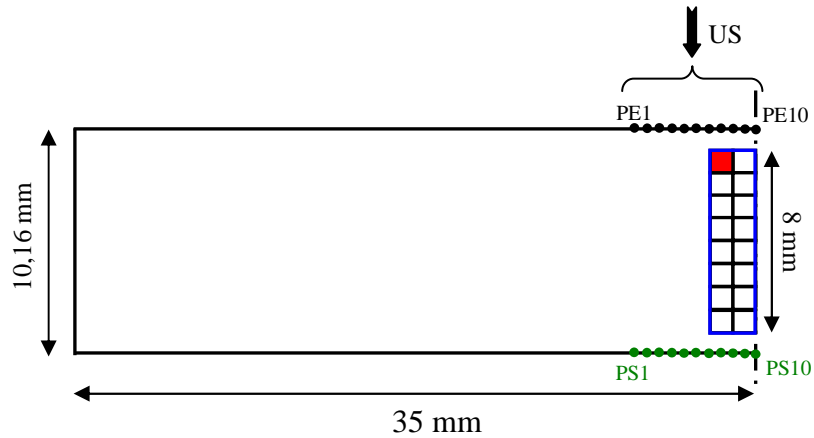
### ***E. Réalisation de calculs sur une microstructure réelle***

L'objectif de cette partie est d'une part, d'illustrer la faisabilité de simulations numériques avec des microstructures réelles (obtenues par EBSD) et d'autre part, d'étudier l'influence de l'orientation géométrique des bandes de précipitation fine et dense, sur la perméabilité aux US. En effet, dans la première partie de ce chapitre, il a été mis en évidence que lorsque les bandes sont perpendiculaires au faisceau US, l'atténuation est plus importante que lorsqu'elles sont parallèles.

Pour examiner les changements de propagation d'ondes dans le cas où les bandes sont parallèles et perpendiculaires au faisceau, deux simulations numériques ont été réalisées à partir de microstructures réelles obtenues par EBSD.

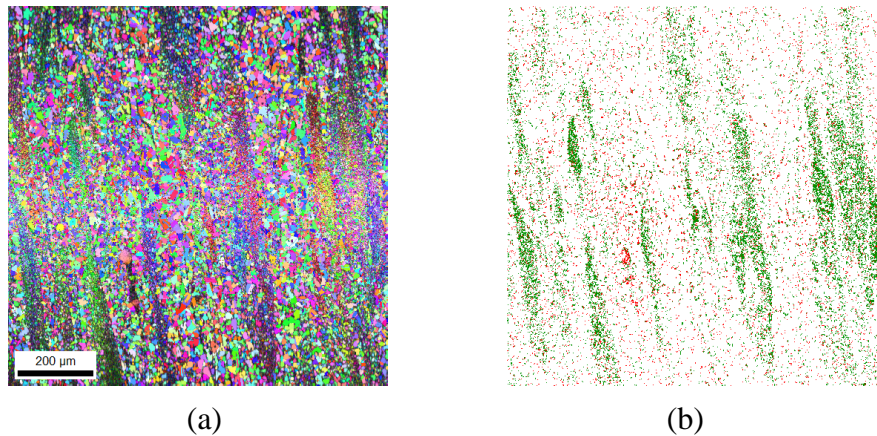
#### ***1. Géométrie des calculs et microstructure utilisée***

La géométrie utilisée pour les deux calculs est présentée sur la **Figure 4.50**. Pour limiter le nombre d'éléments et obtenir un impact de la microstructure le plus important possible, les modélisations ont été réalisées de manière axisymétrique. Le domaine extérieur possède une largeur diminuée de moitié comparativement aux calculs précédents (35mm au lieu de 70mm), mais la hauteur reste inchangée (10,16mm), de manière à conserver une distance parcourue par les US identique.



**Figure 4.50 : Géométrie des calculs avec microstructure réelle**

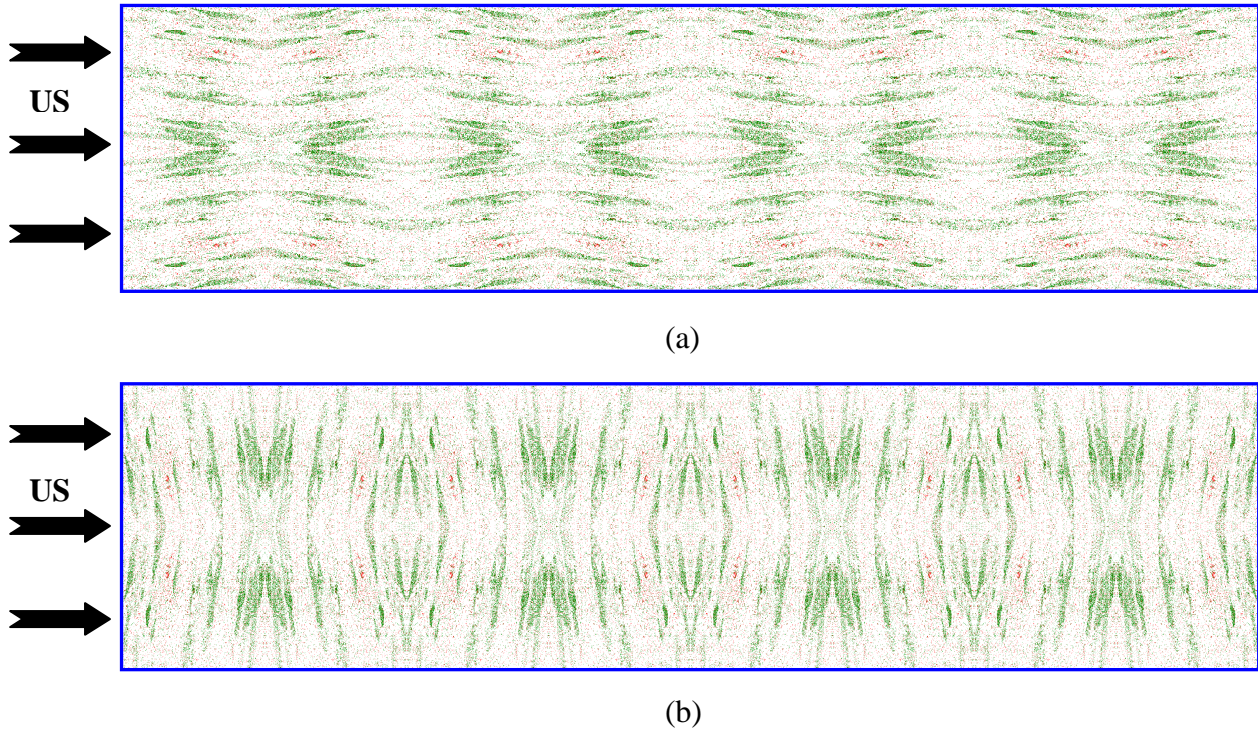
Sur cette figure, le rectangle bleu correspond à la « microstructure réelle » obtenue par EBSD, dont les dimensions sont  $8 \times 2 \text{ mm}^2$ . Les bandes de précipitation fine et dense sont composées de petits grains (et précipités) faiblement désorientés entre eux et il est donc nécessaire d'utiliser un pas d'acquisition assez fin ( $1\text{-}2 \mu\text{m}$ ) pour caractériser au mieux ces régions. Malheureusement, avec un pas aussi fin, il est difficile de réaliser une cartographie de  $8 \times 2 \text{ mm}^2$  en une seule mesure. De ce fait, il a été décidé de réaliser une mesure EBSD de  $1 \text{ mm}^2$  avec un pas de  $2 \mu\text{m}$  (carré rouge **Figure 4.50**) et de reproduire cette microstructure 16 fois, de manière à obtenir la « microstructure réelle ». Cette mesure EBSD est nommée « motif élémentaire » par la suite et la microstructure est présentée sur la **Figure 4.51**.



**Figure 4.51 : (a) Cartographie d'orientations cristallographiques et (b) cartographie de faibles désorientations du motif élémentaire de la microstructure réelle.**

Sur la **cartographie a**, les bandes de précipitation fine et dense correspondent aux régions où la taille de grains est la plus faible et où l'orientation cristallographique semble proches entre grains voisins. Pour mieux mettre en évidence les bandes et prouver qu'elles sont composées de faibles désorientations, la cartographie de joints de grains a été tracée (**cartographie b**), mais uniquement pour des désorientations comprises entre  $2$  et  $15^\circ$  (sous-joints). On remarque une concordance entre les deux cartographies, ce qui prouve que les bandes de précipitation fine et dense sont majoritairement composées de faibles désorientations.

Pour obtenir la « microstructure réelle » de  $8 \times 2 \text{ mm}^2$ , le « motif élémentaire » de  $1 \text{ mm}^2$ , a été dupliquée 16 fois par symétrie, de manière à éviter les discontinuités aux interfaces entre cartographies. Le but de cette partie étant d'étudier la propagation des ondes lorsque les bandes sont parallèles puis perpendiculaires au faisceau, deux microstructures réelles ont été réalisées à partir du même motif élémentaire et sont présentées sur la **Figure 4.52**.



**Figure 4.52 : Microstructures réelles : (a) bandes parallèles au faisceau US et (b) bandes perpendiculaires au faisceau US**

Sur la **Figure 4.52**, on note que les bandes ne sont pas exactement parallèles et perpendiculaires aux US. Dans le demi-produit  $\varnothing 254 \text{ mm}$ , le fibrage n'est pas parfaitement colinéaire à l'axe d'étirage et puisque la préparation métallographique nécessaire à l'EBSB ne permet pas de révéler la microstructure, il est très difficile d'obtenir une orientation géométrique parfaite des bandes lors des mesures. Cependant, on peut considérer en première approximation, que les bandes sont quasi-parallèles et quasi-perpendiculaires.

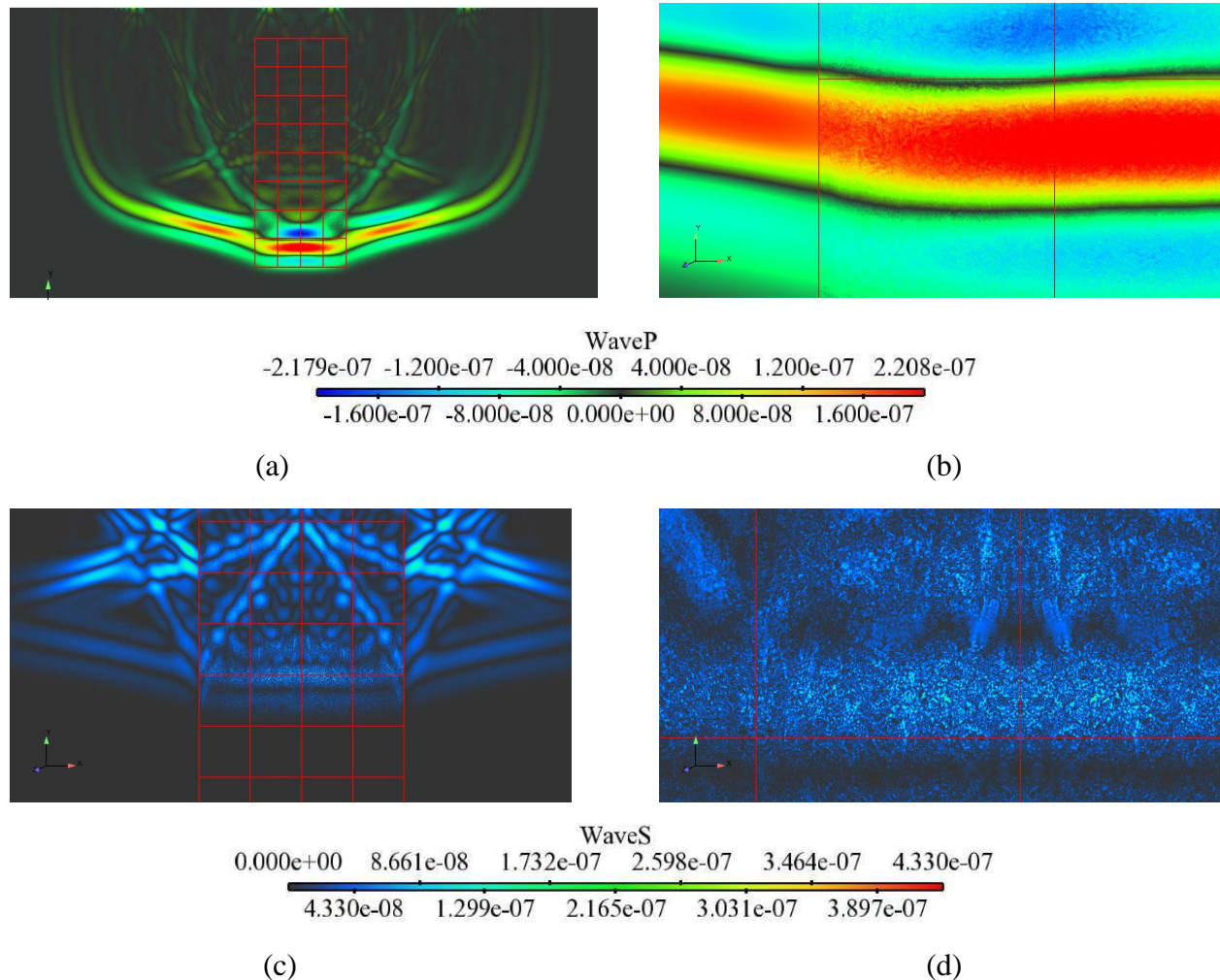
Concernant le reste des paramètres de calcul, ils sont semblables à ceux utilisés pour les autres études. A savoir que le signal utilisé est de type Ricker, avec une fréquence centrée sur 5 MHz et qu'il est émis par le haut de la cale. Les calculs étant effectués en transmission, le signal reçu en bas de la cale (points PS1, PS2...) est comparé avec celui émis en haut (points PE1, PE2...). Pour cela, il a été placé dans chacune des deux régions, 11 points d'analyse sur une largeur de 2,8 mm. En dehors de la « microstructure réelle », le matériau est monocristallin avec une orientation cristallographique du type  $(001)[100]$ .

Enfin, concernant le maillage, celui de la « microstructure réelle » est directement déduit des mesures EBSD, d'où un maillage carré avec une maille élémentaire de  $2 \mu\text{m}$  et celui du reste

de la cale est libre. Au final, les calculs sont composés d'environ 4 500 000 éléments, dont 4 000 000 sont localisés dans la « microstructure réelle », ce qui a nécessité des calculs longs et des moyens de calculs conséquents.

## 2. Résultats

Pour examiner l'impact de la microstructure réelle sur la propagation des US, les fronts d'onde quasi-P et quasi-S ont été tracés, dans le cas où les bandes sont parallèles au faisceau US. Quelques cartographies sont présentées sur la **Figure 4.53**.



**Figure 4.53 :** (a et b) cartographies des fronts d'ondes quasi-P et (c et d) cartographies des fronts d'ondes quasi-S

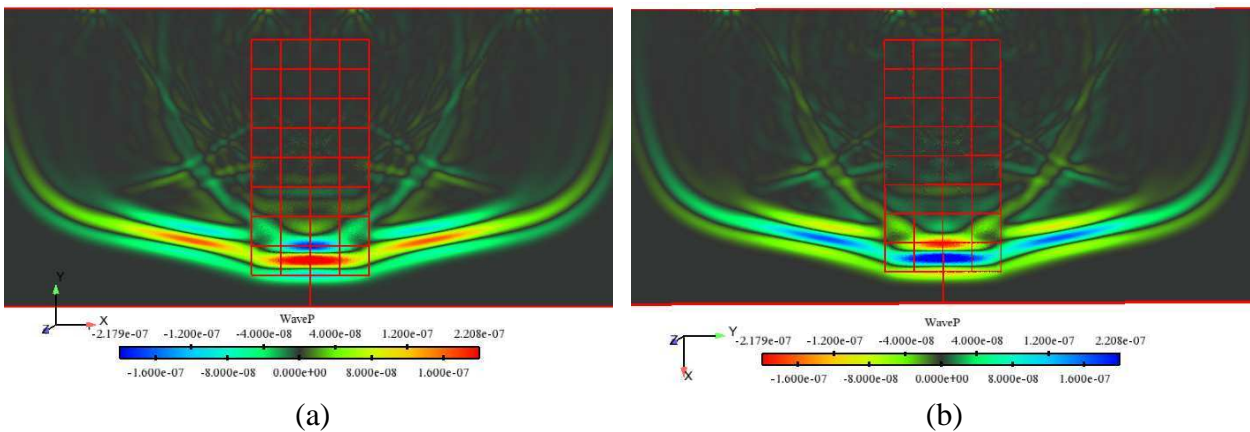
Concernant les ondes quasi-P, on remarque sur la **cartographie a**, que les ondes se propagent plus rapidement dans la « microstructure réelle », que dans le reste de la cale. Un zoom sur l'avant du front (**cartographie b**), montre également que celui-ci est localement perturbé par la microstructure. L'influence de la microstructure sur la propagation des ondes est nettement plus visible pour les ondes quasi-S, comme on peut le remarquer sur la **cartographie c** où les bandes sont assez facilement reconnaissables. Les ondes quasi-S possèdent une vitesse de propagation deux fois plus faible que les ondes P, d'où une longueur d'onde divisée par deux (0,6mm) expliquant les interactions plus nombreuses avec la microstructure. Enfin, un examen



plus fin de l'avant du front quasi-S (**cartographie d**) révèle quelques renforcements (en vert), qui ne concordent pas forcément avec les bandes.

En résumé, cette analyse montre qu'il est possible de réaliser des calculs avec des microstructures réelles et que les interactions avec les US se produisent à une échelle fine. Cela est aisément visible pour les ondes quasi-S, où certains renforcements possèdent des dimensions proches de la taille moyenne de grains ( $\sim 15\mu\text{m}$ ).

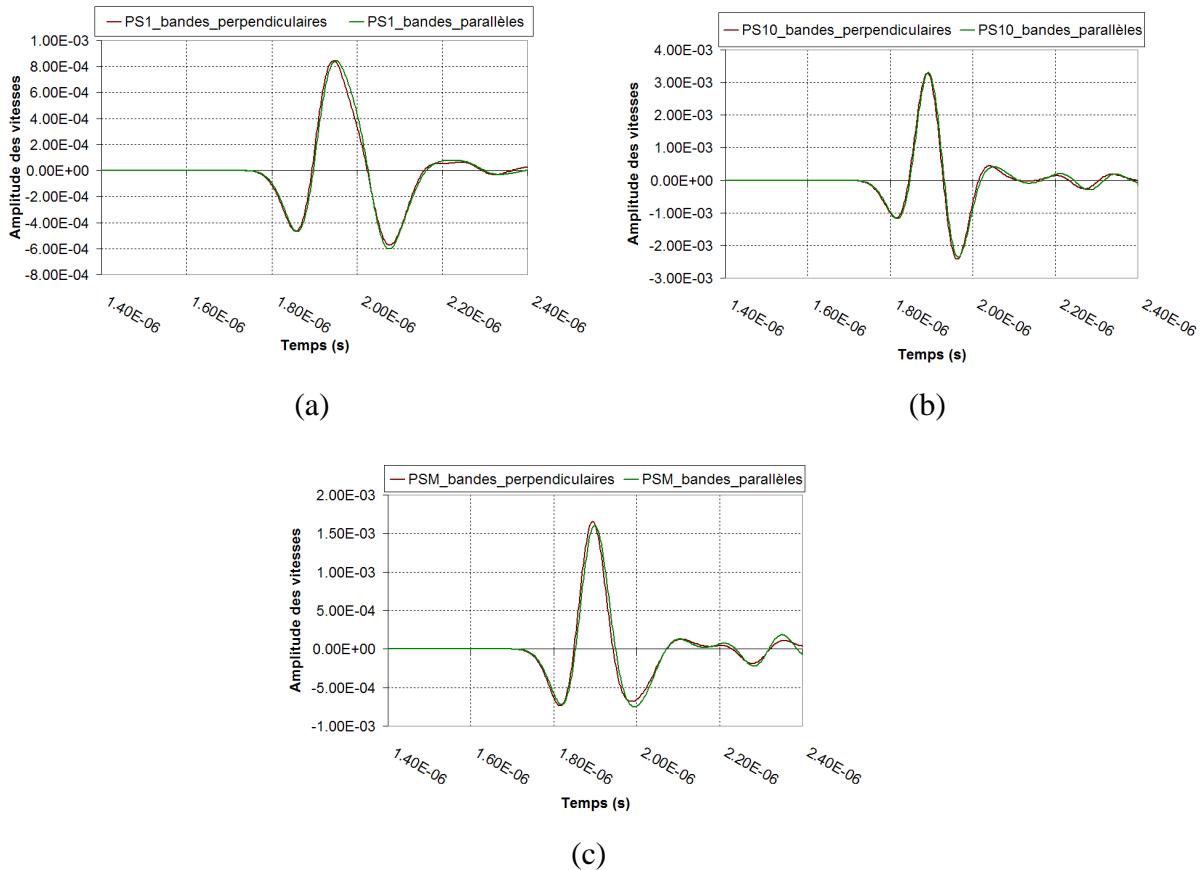
A partir de ces observations, les cas de figures où les bandes de précipitation fine et dense sont parallèles et perpendiculaires aux US ont été comparés. L'examen des fronts d'ondes quasi-P et quasi-S a révélé très peu de différences entre les deux cas, comme on peut le remarquer sur la **Figure 4.54**. *Attention l'échelle de valeurs est identique, mais les couleurs sont inversées.*



**Figure 4.54 : Cartographies des fronts d'onde quasi-P : (a) bandes parallèles au faisceau US et (b) bandes perpendiculaires au faisceau US.**

Cette similitude de résultats se retrouve également pour les ondes quasi-S. Cependant, l'objectif de notre étude étant de montrer l'influence de l'orientation géométrique des bandes sur l'atténuation US, seule la propagation des ondes quasi-P est présentée sur cette figure.

Pour analyser plus quantitativement les résultats, les données recueillies aux points de sortie (PS) ont été examinées. La **Figure 4.55** présente les courbes de vitesse des points de sortie PS1 (extrême gauche), PSM (milieu) et PS10 (sur l'axe), pour les bandes parallèles et perpendiculaires au faisceau.



**Figure 4.55 : Courbes de vitesse en fonction du temps, pour différents points de sortie : (a) PS1, (b) PS10 et (c) PSM**

Les graphiques montrent des résultats quasi-identiques dans les deux cas, signe que l'orientation géométrique des bandes ne modifie, ni la vitesse de propagation des ondes, ni l'amplitude des vitesses aux différents points de sortie (PS1, PSM et PS10). Cela laisse penser que seule la microstructure dans sa globalité est perçue par les ultrasons et que les bandes ne modifient pas (ou très peu) la propagation des ultrasons.

L'obtention de résultats similaires dans les deux cas est très probablement liée à l'utilisation d'une fréquence de 5MHz pour le signal US. En effet, la longueur d'onde associée à cette fréquence pour les ondes quasi-P est de 1,2mm, ce qui est nettement supérieur à la largeur maximale des bandes dans le « motif élémentaire ». De ce fait, il n'y a pas (ou peu) d'interactions entre le front d'ondes quasi-P et les bandes, d'où les résultats similaires lorsque les bandes sont parallèles ou perpendiculaires au faisceau.

Au final, il serait intéressant de relancer ces mêmes calculs avec des fréquences plus élevées (longueur d'onde plus faible), pour vérifier si une différence de résultat apparaît suivant l'orientation géométrique des bandes. Pour rester en accord avec les conditions industrielles de CND, il est envisageable d'utiliser une fréquence de 10 MHz (longueur d'onde de 0,6mm pour les ondes quasi-P), correspondant à la fréquence « haute résolution » lors des contrôles.

*Résumé :*

*Ce chapitre traite de l'interaction entre la microstructure et la perméabilité aux ultrasons. Le but était de vérifier que les faibles désorientations sont néfastes à la propagation des US et de comprendre le phénomène physique qui en est à l'origine.*

*La première partie de ce chapitre est consacrée à une étude expérimentale, concernant l'influence des conditions de traitements thermiques à haute température (>1000°C), sur la perméabilité aux US. Les résultats ont mis en évidence, que pour des traitements thermiques supérieurs à 1120°C/8h, la perméabilité aux ultrasons s'améliore significativement lors des contrôles radiaux et que cela est lié à la diminution de la fraction de bandes de précipitation fine et dense perpendiculaires au faisceau US.*

*La seconde partie de ce chapitre, est dédiée à une étude numérique de l'interaction microstructure/US réalisée avec le logiciel de calcul éléments finis OOFE, développé à l'Ecole Centrale Paris. Des calculs de complexité croissante, allant du monocristal jusqu'à la microstructure réelle ont été réalisés, afin d'étudier l'influence de l'orientation cristallographique et de la taille de grains sur la propagation des US. Les résultats ont révélé que l'orientation cristallographique est un facteur de premier ordre, puisqu'elle a un impact sur la vitesse de propagation, ainsi que sur le mode de propagation des ondes. De plus, il apparaît qu'à l'interface entre grains, des phénomènes de réflexion et de transmission d'ondes se produisent, impliquant un changement de comportement des ondes au passage des joints de grains. Il a ainsi été mis en évidence que suivant les relations d'orientations cristallographiques, la propagation des ondes est différente et par conséquent la perméabilité également.*

- *Dans le cas où les grains sont fortement désorientés entre eux, la majorité des ondes est réfléchi aux interfaces et le signal est guidé suivant l'axe d'émission des US.*
- *Dans le cas où les grains sont faiblement désorientés entre eux, une partie des ondes est réfléchi et une autre transmise à chaque interface. Au fur et à mesure que les ondes se propagent dans le matériau, la quantité d'ondes réfléchi diminue donc.*

*Le comportement néfaste des faibles désorientations pour la perméabilité aux US, est lié aux ondes P transmises aux interfaces, qui provoquent une diffusion des ondes dans le matériau au fur et à mesure de la propagation des US.*

*Ce raisonnement basé sur la réflexion et la transmission des ondes, explique également la variation de résultats lors des CND axiaux ou radiaux. Dans le cas axial, les bandes de précipitation fine et dense sont orientées selon l'axe d'émission des US et guident le signal, tandis que dans le cas radial, elles sont perpendiculaires et diffusent le signal.*

*Concernant l'effet de la taille de grains, cette dernière ne modifie pas la vitesse de propagation des ondes, cependant le signal recueilli par le traducteur est plus faible lorsque la taille de grains est élevée. Ces observations sont en accord avec la théorie, puisque de gros grains sont considérés comme des milieux diffusifs.*

*Enfin, des simulations avec une microstructure réelle ont été effectuées, afin d'illustrer la faisabilité de tels calculs et d'étudier le changement de comportement des ondes lorsque les bandes sont parallèles ou perpendiculaires au signal US. Les résultats mettent en évidence de nombreuses interactions avec la microstructure, mais les différences entre les deux calculs sont faibles. Cette similitude de résultats vient probablement de l'utilisation d'une fréquence de 5MHz, trop faible pour qu'il y ait interaction avec des éléments de la taille des bandes. Il serait donc intéressant de relancer ces mêmes simulations avec une fréquence de 10MHz, correspondant à la fréquence « haute résolution » lors des CND industriels.*

## Bibliographie

- [DIE96] E. Dieulesaint, D. Royer. "Ondes élastiques dans les solides, propagation libre et guidée". *Enseignement de la physique*, Masson, 1, 1996.
- [EST95] R. Estevez. "Etude théorique et expérimentale de l'influence de la nature biphasée des superalliages monocristallins base nickel sur leur comportement élastoplastique, de la température ambiante à 650°C". Thèse, Université de Paris 13, 1995.
- [FEU08] N. Feuilly, O. Dupond, B. Chassignole. "Lien entre le bruit ultrasonore rétrodiffusé et la microstructure des matériaux polycristallins". *Journées cofrend Toulouse 2008*.
- [GIG00] M.F.X. Gigliotti, B.P Bewlay, J.B. Deaton, R.S. Gilmore, G.A. Salishchev. "Microstructure-Ultrasonic Inspectability Relationships in Ti6242: Signal-to-noise in fine-grain-processed Ti6242". *Metallurgical and materials transactions A*, 31A, pp. 2119-2125, 2000.
- [GIG03] M.F.X. Gigliotti, R.S. Gilmore, J.N. Barshinger, B.P Bewlay, C.U. Hardwicke, G.A. Salishchev, R.M. Galeyev, O.R. Valiakhmetov. "Titanium Alloy Billet Processing for Low Ultrasonic Noise". *Ti-2003 science et technologie*, 1, 2003.
- [GRE08] A. Grédé. "Modélisation de la propagation des ondes générées par les chocs d'origine pyrotechnique dans les structures d'Ariane 5". Thèse, Ecole Centrale Paris, 2008.
- [HUM09] M. Humbert, A. Moreau, E. Uta, N. Gey, P. Bocher, C. Bescond. "Analysis of backscattered ultrasound amplitude of Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.3Si samples in terms of their microstructures and local textures". *Acta materialia*, 57, pp. 708-714, 2009.
- [LEC01] J.M. Leclère. "Modélisation parallèle de la propagation d'ondes dans les structures par éléments finis adaptatifs". Thèse, Ecole Centrale Paris, 2001.
- [ORL95] W. Orłowicz, Z. Opiekun. "Ultrasonic detection of microstructure changes in cast iron". *Theoretical and applied fracture mechanics*, 22, pp. 9-16, 1995.

## Conclusion

### Partie expérimentale :

Notre objectif était la compréhension de l'évolution microstructurale de l'Udimet 720, dans la fenêtre de forgeage (1050°C-1125°C). Grâce à une analyse microstructurale fine, notamment par microscopie électronique en transmission et EBSD, nous avons mis en évidence un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue. Cette proposition est possible compte tenu de l'évolution particulière de la fraction de faibles désorientations, de la coexistence de grains recristallisés et déformés, ainsi que de l'absence de texture cristallographique liée au maillage de recuit (significatif d'un matériau à faible énergie de défauts d'empilement).

L'étude expérimentale menée sur des produits industriels ainsi que sur des pions déformés en laboratoire à différentes vitesses et températures, a permis d'identifier les paramètres microstructuraux néfastes aux ultrasons. Les paramètres dominants sont, les faibles désorientations (sous joints) qui proviennent des régions mal recristallisées et des bandes de précipitation fine et dense héritées du demi-produit.

Les conditions de forgeage favorables et défavorables aux ultrasons ont été déterminées :

- Les parties des pièces qui, du fait du procédé, ont subi des températures plus froides que l'ensemble de la pièce et/ou qui ont été moins déformées sont peu favorables à la propagation des US.
- En revanche, les parties qui ont subi de hautes températures et une forte déformation sont favorables aux US. Néanmoins, après forgeage à haute température (1125°C), nous avons constaté que la taille de grains augmente et que les propriétés mécaniques recherchées par Aubert & Duval, ne sont plus assurées.

Ces résultats, déjà pressentis avant la thèse (voir page 98-107), ont été confirmés par les derniers résultats obtenus par Aubert & Duval (communication privée). Il apparaît que lors des premières étapes de mise en forme réalisées dans des conditions quasi-isothermes, le matériau conserve une perméabilité aux ultrasons satisfaisante. En revanche, à l'issue de la dernière étape de déformation réalisée avec des outils plus froids, la perméabilité aux US se dégrade.

### Partie numérique :

Une approche originale a été entreprise pour simuler la recristallisation dynamique discontinue. Nous avons adapté et couplé deux approches :

- La première, CristalECP, utilise la méthode des éléments finis et permet de déterminer à partir d'une microstructure réaliste obtenue par EBSD, l'évolution des champs mécaniques locaux intra et intergranulaires. La densité de dislocations, donc l'énergie

stockée et la formation de faibles désorientations (sous-joints), sont plus particulièrement suivies, puisque nécessaires pour la simulation de la recristallisation.

- La seconde, RecUPS, utilise les automates cellulaires et permet de décrire après chaque étape de déformation, la restauration, la germination et la croissance de grains dans des conditions isothermes.

Les problèmes de couplage de ces deux modèles ont été résolus et le nouveau modèle est opérationnel pour des matériaux multiphasés (ex : phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  primaire de l'Udimet 720).

Les résultats obtenus mettent en évidence, à l'échelle submicronique, que les bandes de précipitation fine et dense, qui sont en partie responsables de la mauvaise perméabilité aux US, possèdent un comportement différent de celui de la matrice et qu'il est très difficile de les faire disparaître.

Afin de comprendre les interactions entre la microstructure et les ultrasons, une modélisation originale de la propagation des ultrasons dans les matériaux a été entreprise. Pour cela, le modèle OOFE a été utilisé et adapté aux matériaux cristallins. Une première étude a porté sur la réponse du monocristal, puis sur l'effet des joints de grains (bicristaux présentant différentes orientations cristallines et différents axes et angles de désorientation, microstructures polycristallines théoriques avec différentes textures cristallographiques). La seconde étude a permis de simuler la réponse d'un agrégat réel obtenu par EBSD (2D) avec des bandes de précipitation fine et dense, dans les conditions de contrôle fixées par Aubert & Duval (fréquence...).

Ces études numériques ont montré le fort effet de la microstructure (orientation cristalline, nature des joints de grains, textures morphologique et cristalline) sur la réponse aux US, c'est-à-dire sur la réflexion et la transmission des ondes.

Ces simulations ont renforcé l'idée de la nocivité des bandes et expliquent pourquoi les résultats avec des contrôles axiaux sur les demi-produits, sont meilleurs que ceux obtenus radialement.

## Perspectives

Expérimentalement, il serait intéressant de parfaire l'identification des mécanismes de recristallisation dynamique, en réalisant des trempes après forgeage. En effet, il serait alors possible de dissocier dans l'évolution microstructurale, la part due à la recristallisation dynamique discontinue, de celle liée à la recristallisation métadynamique. Cette dernière est d'autant plus importante que le refroidissement est lent.

Il serait également utile d'une part, de mieux caractériser les lois de comportement à chaud des phases de l'Udimet 720, bien que cette étude reste difficile à mettre en œuvre et d'autre part, de confirmer la présence d'un régime superplastique pour de faibles vitesses de déformation. Pour ce faire, des essais de traction à chaud avec dépôt de microgrilles pourraient être envisagés afin de suivre la déformation locale.

Enfin, il nous paraît nécessaire d'effectuer des contrôles US de « laboratoire » sur les pions forgés dans différentes conditions, avec des fréquences (>10MHz) plus adaptées à la microstructure. Les conditions industrielles employant des fréquences de 5 et 10MHz, seules des « macrozones » peuvent interagir avec les ultrasons, alors qu'une telle étude fondamentale permettrait de mieux appréhender l'effet de la microstructure au sens large du terme.

Numériquement, pour rendre plus réaliste la modélisation de la recristallisation dynamique, il conviendrait de « fondre » les deux approches CristalECP et RecUPS dans un seul modèle. Pour cela, il faudra implémenter le modèle RecUPS dans le logiciel Abaqus<sup>®</sup>, après avoir étendu le modèle à trois dimensions.

Enfin, pour améliorer et étendre la modélisation de la recristallisation dynamique, il conviendrait d'introduire un certain nombre de mécanismes complémentaires, tels que la montée des dislocations, le maillage de recuit...

Ce travail de thèse a été rendu possible, grâce à la collaboration de deux équipes du laboratoire MSSMat (« Plasticité cristalline à l'échelle mésoscopique » et « Contrôle de qualité et adaptativité ») de l'ECP et surtout de deux laboratoires, le MSSMat et l'ICMMO de l'Université Paris-Sud 11.





## **Annexe A**

# **Les contrôles non destructifs par ultrasons en immersion**

### **Sommaire**

---

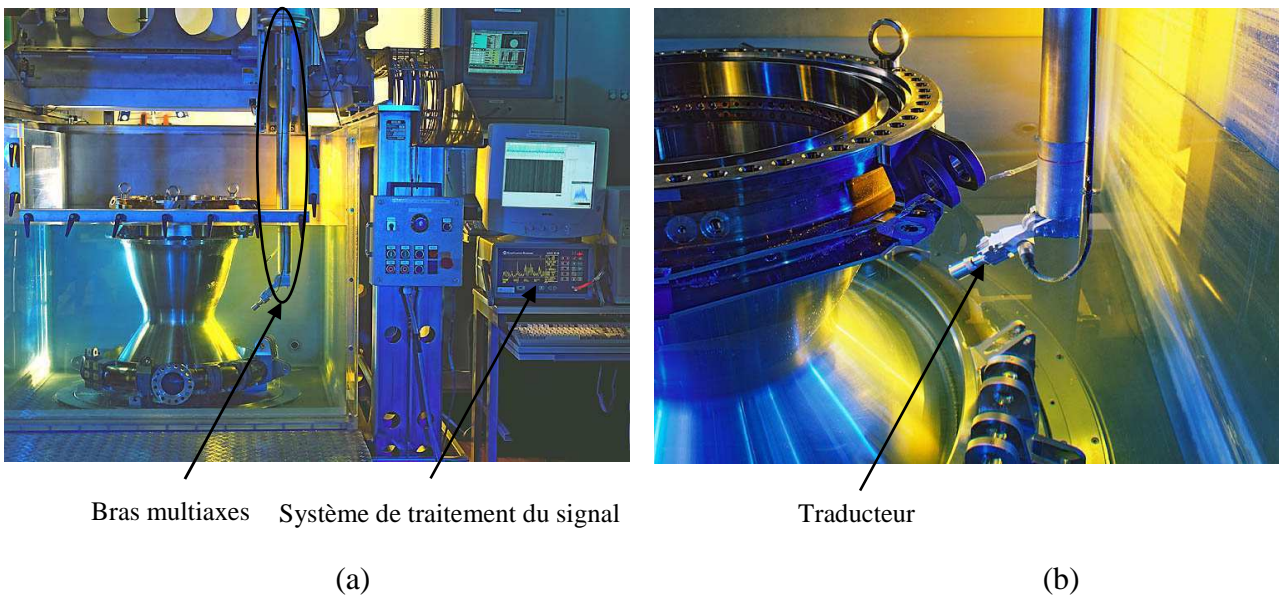
I ) PRINCIPE DES CONTROLES NON DESTRUCTIFS PAR ULTRASONS EN IMMERSION.....	240
II ) PROTOCOLE DE CONTROLE PAR IMMERSION .....	241
III ) REPRESENTATION DES DONNEES ULTRASONORES .....	242

---

La vérification de l'intégrité des pièces aéronautiques est réalisée par l'intermédiaire de contrôles sévères et en particulier d'exams non destructifs par ultrasons en immersion. Cette méthode permet d'inspecter de manière volumique le milieu à contrôler et de détecter, localiser et dimensionner les défauts. Les contrôles non destructifs par ultrasons en immersion sont couramment utilisés dans le milieu industriel, puisqu'ils se prêtent bien à l'automatisation, ce qui permet la reproductibilité des contrôles.

## I ) Principe des contrôles non destructifs par ultrasons en immersion

Dans le cadre des contrôles par ultrasons en immersion, les pièces à examiner sont plongées dans une piscine et le signal US est émis par un transducteur, encore appelé transducteur (**Figure A.1**). Les contrôles étant effectués en transmission, ce dernier fait à la fois office d'émetteur et de récepteur et l'eau joue le rôle d'agent de couplage.



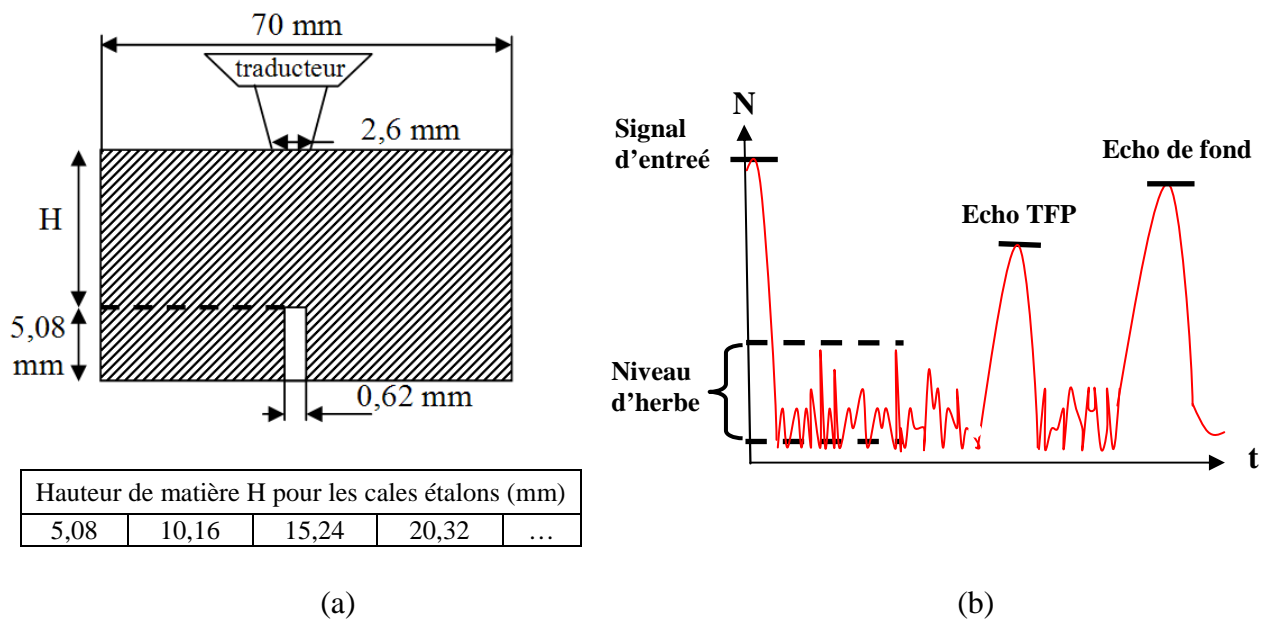
**Figure A.1 : Illustration d'une installation de contrôle non destructif par ultrasons en immersion**

Afin de pouvoir examiner des pièces de géométrie complexe, le transducteur est installé sur un bras multiaxes (**Figure A.1 a**). De cette manière, il est possible de conserver un angle d'incidence normal à la surface scannée, ce qui conduit à une faible dispersion du signal due à l'anisotropie du milieu ou à l'orientation des défauts. De plus, cela permet de générer uniquement des ondes volumiques dans la pièce (ondes de compression P et de cisaillement S) et d'éviter les ondes de surface (Rayleigh). Les ondes de compression possédant une vitesse de propagation deux fois plus rapide que les ondes de cisaillement, ce sont ces premières qui sont analysées lors des CND.

La détection des défauts est réalisée instantanément, via un système de traitement du signal mis en place sur l'installation de contrôle (**Figure A.1 a**).

## II ) Protocole de contrôle par immersion

Avant de contrôler une pièce, il est nécessaire d'étalonner l'installation, en réalisant des contrôles sur des « cales étalons ». Ces derniers sont réalisés dans le même matériau que celui de la pièce à analyser et possèdent des défauts artificiels nommés TFP (Trou à Fond Plat) situés à différentes profondeurs. Cela permet au système de traitement du signal, d'estimer l'atténuation du signal lié à la quantité de matière traversée (épaisseur de la pièce) et ainsi de déterminer la correction (amplification du signal) à employer lors du contrôle sur la pièce. Pour le contrôle des pièces en Udimet 720, les cales étalons possèdent des TFP de profondeur 5,08mm et de diamètre 0,62mm (**Figure A.2 a**) et l'étalonnage est effectué pour des fréquences de 5 et 10 MHz.



**Figure A.2 :** (a) Géométrie des cales étalons pour l'Udimet 720 et (b) représentation A-Scan

Lors de l'étalonnage, le traducteur est immobile au-dessus des cales étalons et les résultats sont donnés sous forme de A-Scan (**Figure A.2 b**), correspondant à l'évolution du signal en fonction du temps. Dans cette représentation, le premier pic correspond au signal d'entrée, le second pic à l'écho du TFP et le dernier pic à l'écho de fond. On note que l'écho de fond a une amplitude plus faible que le signal d'entrée et cela pour deux raisons :

- Une partie du signal a été déjà renvoyée par le TFP.
- Le signal US est atténué au fur et à mesure de sa propagation dans la pièce.

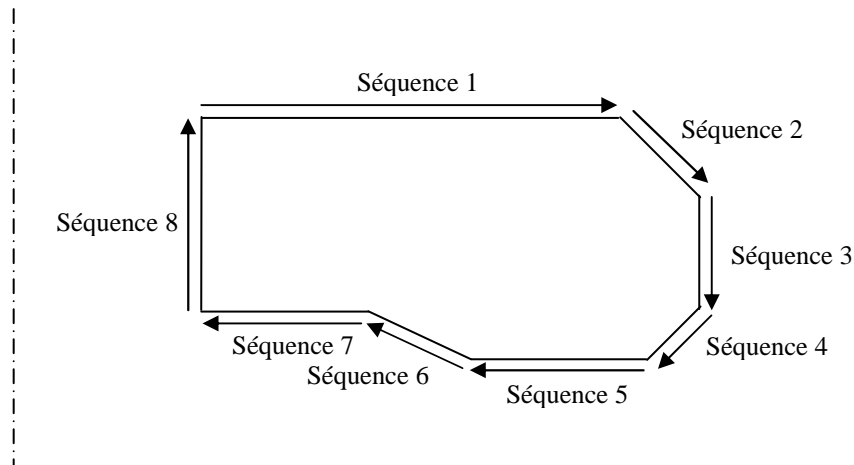
**A l'issue de l'étalonnage, le système de traitement du signal ramène l'amplitude de l'écho du TFP à 80% de l'amplitude de l'écho de fond.**

Enfin, sur la **Figure A.2 b**, il est représenté « le niveau d'herbe » ou « bruit de fond », qui est intrinsèquement lié à la microstructure (taille de grains, orientation cristallographique, module de Young...). Afin de pouvoir détecter des défauts de faible dimension, il est nécessaire que le bruit de fond soit le plus faible possible, autrement dit, que le matériau possède une bonne

perméabilité aux US. En aéronautique, les critères de bruit de fond sont drastiques et peuvent être exprimés soit en % de l'écho de fond, soit en TFP équivalent en utilisant l'équation (A.1). Lors des CND, si les valeurs de bruit de fond obtenues sont supérieures au critère, alors les pièces sont déclarées non-conformes.

$$TFP_{eq} (mm) = \frac{(\% \text{ écho de fond} * \varnothing TFP)}{0,8} \quad (A.1)$$

Une fois l'étalonnage réalisé, il est possible de passer au contrôle des pièces. Dans le cas de pièces possédant une géométrie complexe (ex : disques de turbines aéronautiques), il est possible de réaliser un plan de contrôle, comportant plusieurs séquences. Chaque séquence correspond à un contrôle sur une face de la pièce, comme schématisé **Figure A.3**. Les géométries utilisées pour les CND ne sont pas les géométries finales, mais celles à l'état pré-usiné. Le pré-usiné possède des dimensions relativement proches de la pièce finale, avec uniquement des faces planes afin de pouvoir réaliser les CND.

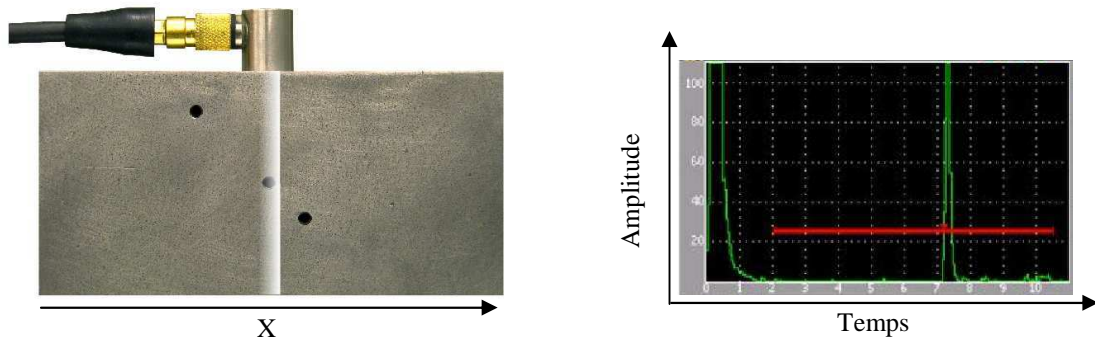


*Figure A.3 : Exemple de plan de contrôle US comportant plusieurs séquences*

### III ) Représentation des données ultrasonores

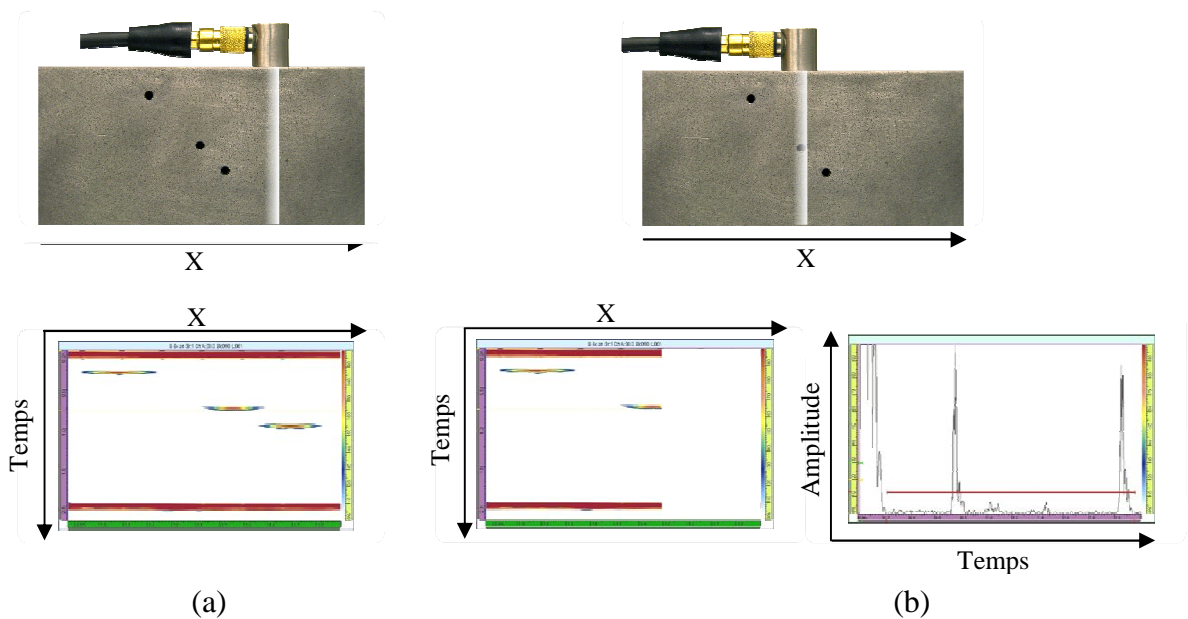
La représentation des données ultrasonores est un point important pour visualiser et interpréter les informations collectées par un traducteur. Il existe 3 types de représentation, nommées A-Scan, B-Scan et C-Scan.

- Un A-Scan est une courbe correspondant à l'amplitude du signal en fonction du temps, à un endroit donné de la pièce (**Figure A.4**). Cette représentation est généralement employée pour le contrôle US par contact, afin de connaître la profondeur du défaut avec un traducteur fixe.



**Figure A.4 : Représentation de type A-Scan**

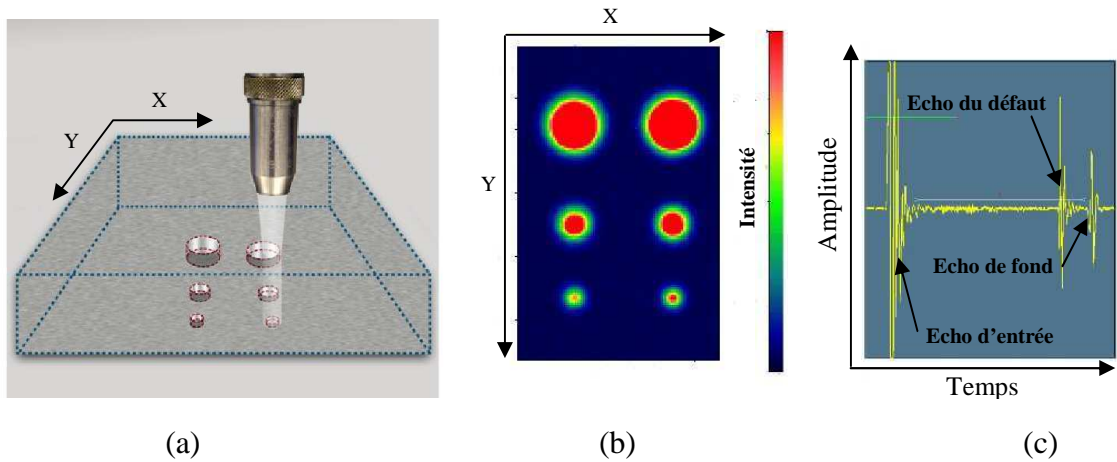
- Un B-scan est une cartographie représentant la dynamique (le maximum de l'amplitude au bout d'un temps assez long) d'un signal, en fonction de son abscisse le long d'une ligne (X ou Y). Cette représentation peut être perçue comme la somme de A-Scan, puisque cela permet de déterminer la profondeur des défauts rencontrés lors d'un balayage unidirectionnel. La **Figure A.5 a** présente une cartographie de type B-scan, obtenue après contrôle d'une cale étalon composée de 3 défauts types et la **Figure A.5 b**, la relation entre le A-scan et le B-scan, à un instant donné du contrôle.



**Figure A.5 : (a) Représentation de type B-scan et (b) relation entre le A-scan et le B-scan**

- Un C-Scan est une cartographie, qui représente les dynamiques en chaque point de la surface balayée, selon une échelle de couleur. Cette représentation est équivalente à une vue de dessus des défauts, permettant de connaître les formes et les dimensions, mais pas leurs profondeur. La cartographie C-scan obtenue après balayage suivant X et Y de la cale **Figure A.6 a**, est présentée sur la **Figure A.6 b**. Comme pour le B-scan, il est possible de recueillir lors du balayage les A-scans en tout point. La **Figure A.6 c** correspond au A-scan dans le cas où le traducteur est à la position représentée sur la

**Figure A.6 a.** Le défaut ayant une dimension inférieure au diamètre du faisceau US, une partie du signal est renvoyée par le défaut et le reste par le fond de la cale.



**Figure A.6 :** (a) localisation du traducteur par rapport au défaut lors de la séquence, (b) représentation de type C-scan et (c) représentation A-scan liée au défaut analysé sur la cartographie a

La représentation de type C-Scan est la plus couramment utilisée dans le cas des contrôles par ultrasons en immersion, puisqu'elle fournit un maximum d'informations. Il est ainsi possible de localiser précisément les défauts dans la pièce, en réalisant uniquement deux C-scans orthogonaux. Néanmoins, pour obtenir la géométrie exacte des défauts, il est nécessaire de réaliser plusieurs C-Scan, dont le nombre dépend de la complexité de la géométrie des pièces.

## Annexe B

### Les préparations métallographiques

#### I) Attaque chimique

	Composition chimique	Conditions expérimentales
<b>Microscopie optique et à balayage</b>	<b><i>Réactif de Kalling II</i></b> <ul style="list-style-type: none"><li>- 50 ml d'éthanol</li><li>- 50 ml HCl</li><li>- 2,5g de CuCl<sub>2</sub></li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Temps : 3 minutes</li><li>- Température : ambiante</li></ul>

#### II) Polissage électrolytique

	Composition chimique	Conditions expérimentales
<b>Mesures EBSD</b>	<b><i>Electrolyte Struers A8</i></b> <ul style="list-style-type: none"><li>- Acide acétique (CH<sub>3</sub>COOH)</li><li>- Eau</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Tension : 25 V</li><li>- Température : 20°C</li><li>- Taux flux : 18</li><li>- Temps : 5-7 secondes</li></ul>
<b>Mesures EBSD et microscopie optique et à balayage</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>- 50% (Vol.) méthanol</li><li>- 50% (Vol.) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Tension : 20 V</li><li>- Température : ambiante</li><li>- Taux flux : 20</li><li>- Temps : 5-15 secondes</li></ul>
<b>Observations MET</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>- 90% acide acétique</li><li>- 10% acide perchlorique</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Tension : 40 V</li><li>- Température : ambiante</li></ul>



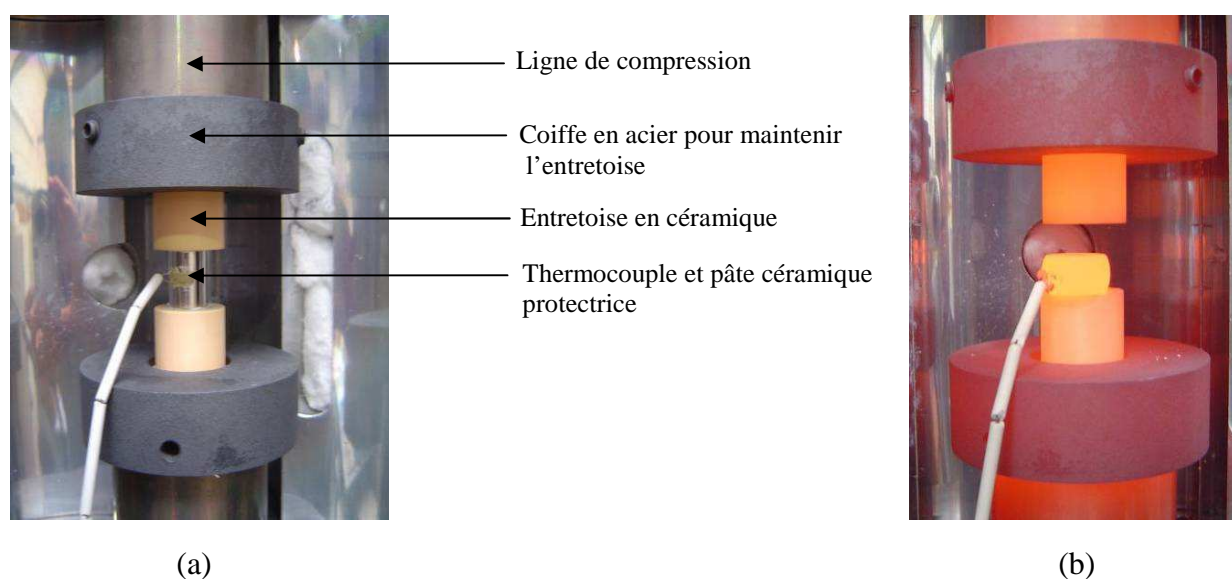


## Annexe C

### Les essais de compression à chaud

#### I) Description des essais

Les essais de forgeage isotherme ont été réalisés à l'aide d'une machine hydraulique de type MTS de capacité 500kN, munie d'un four à lampe permettant d'atteindre 1200°C. Les lignes de compression sont pourvues en leurs extrémités d'entretoises en céramique de type TZM, afin d'éviter les localisations de déformation et la dégradation des lignes (**Figure C-1**).



**Figure C-1 : (a) Montage de compression avant essai et (b) après essai lors du refroidissement ( $T \sim 850^\circ\text{C}$ )**

Les éprouvettes utilisées pour les essais sont de géométrie cylindrique, de diamètre  $\varnothing = 12\text{mm}$  et de hauteur  $H_0 = 18\text{mm}$ . Pour contrôler la température du four et de l'éprouvette au cours de l'essai, un thermocouple est soudé à la surface des éprouvettes. La température maximale des essais étant de 1125°C, il a été choisi d'employer des thermocouples de type N, ayant l'avantage de résister jusqu'à 1300°C et d'être stable dans ce domaine de température. De manière à mesurer la température de l'éprouvette et non celle due au rayonnement des lampes, une goutte de pâte céramique est déposée sur chaque thermocouple pour faire écran (**Figure C-1 a**).

Compte tenu des hautes températures, du nitrure de bore est appliqué entre l'éprouvette et les entretoises lors du montage, afin d'assurer une bonne lubrification. Pour obtenir le parallélisme des faces d'appui du pion, ce dernier est maintenu en force entre les lignes de compression, via un mode propre de la machine MTS, nommé « CLC », qui permet de venir en contact sans dépasser la consigne désirée (0,2kN).

Le pilotage des essais est réalisé en « déplacement de la traverse », avec des vitesses de déformation constantes obtenues par un pilotage informatique de la position du vérin (vitesse proportionnelle à la hauteur  $H_{(t)}$  de l'éprouvette). Afin de s'assurer de l'homogénéité en température dans l'éprouvette avant de lancer l'essai, un maintien en température de 30 min est effectué.

Après avoir relevé le diamètre initial  $\varnothing_0$  de l'éprouvette, l'effort appliqué et le déplacement de la traverse sont récupérés à l'issue de l'essai, permettant de tracer les courbes contrainte-déformation.

## II ) Tracé des courbes contrainte-déformation rationnelles

A l'issue des essais, les courbes contrainte-déformation rationnelles ont été tracées, représentant l'évolution de la contrainte « vraie »  $\sigma = F/S$ , en fonction de la déformation rationnelle  $\varepsilon$  définie par l'équation (C.1).

$$\varepsilon = \ln \frac{H}{H_0} \quad (\text{C.1})$$

Où  $H_0$  correspond à la hauteur initiale de l'éprouvette et  $H$  à la hauteur à un instant  $t$ .

En utilisant le principe de conservation du volume, on obtient la relation  $S_0 H_0 = S H$ , permettant de déterminer une équation simple de la contrainte :

$$\sigma = \frac{F}{S} \frac{H}{H_0} \quad (\text{C.2})$$

Où  $S_0$  représente la section initiale de l'éprouvette

Dans le cas d'essais de compression à haute température, les courbes rationnelles obtenues à partir de ces équations, présentent un module de Young nettement plus faible que celui observé théoriquement. Cela s'explique d'une part, par la difficulté de mesurer le module de Young pour des températures supérieures à 1000°C et d'autre part, par une mauvaise mesure du déplacement. En effet, le déplacement mesuré correspond à celui de la traverse et non à celui de l'éprouvette et dépend donc entre autres de la rigidité, de la dilatation et des jeux du montage. Pour éviter ces sources d'erreurs, il faudrait utiliser un extensomètre à chaud (de type extensomètre laser), moyen technique dont le laboratoire ne dispose pas.

Pour obtenir des courbes rationnelles avec le « bon » module de Young, il a été développé un programme, permettant d'attribuer à la partie élastique de la courbe, le module de

Young théorique de l'Udimet 720 à 1100°C ( $E=126$  GPa). Le principe du programme est le suivant :

- 1°) Identifier la « partie élastique » sur la courbe force-déplacement.
- 2°) Attribuer le module d'Young théorique à cette partie de la courbe, pour construire la courbe contrainte-déformation rationnelle.
- 3°) Déterminer les nouvelles valeurs de déformations pour la « partie plastique » de la courbe, de manière à joindre les parties élastiques et plastiques.
- 4°) Calculer les contraintes associées à ces déformation.

**Remarque :** Dans le programme, il est considéré que le module de Young de l'Udimet 720 est constant dans la gamme de température 1050 – 1125°C.

L'ensemble des courbes contrainte-déformation expérimentales présentées dans le manuscrit ont été corrigées via ce programme.



## Annexe D

### Influence de la tolérance angulaire sur le calcul de la taille moyenne de grains

#### I) Tailles de grains à 1100°C

*Tableau D.1 : Comparaison de la taille moyenne de grains du centre et de la périphérie après forgeage – Microstructure globale avec une tolérance de 15°*

Microstructure globale									
	Etat brut	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	
		$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$
<b>Centre</b>	10	19,6	15,7	18,4	6,9	X	X	11,9	6,9
<b>Périphérie</b>	5,4	10,4	7,0	11,0	7,5	9,3	6,2	9,2	8,4

*Tableau D.2 : Comparaison de la taille moyenne de grains du centre et de la périphérie après forgeage – Partition des grains  $\gamma$  avec une tolérance de 15°*

Partition des grains									
	Etat brut	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	
		$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$
<b>Centre</b>	9,6	18,3	16,4	22,8	7,6	X	X	21,2	8,2
<b>Périphérie</b>	5,3	10,0	7,7	11,9	9,1	10,7	7,2	10,6	10,1

#### II) Taille de grains à 1050°C

*Tableau D.3 : Comparaison de la taille moyenne de grains du centre et de la périphérie après forgeage – Microstructure globale avec une tolérance de 15°*

Microstructure globale					
	Etat brut	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	
		$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$
<b>Centre</b>	10,0	9,5	6,7	28,0	3,9
<b>Périphérie</b>	5,4	8,5	4,2	8,4	2,9

### III ) Taille de grains à 1125°C

**Tableau D.4 : Comparaison de la taille moyenne de grains du centre et de la périphérie après forgeage – Microstructure globale avec une tolérance de 15°**

Microstructure globale					
	Etat brut	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	
		$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$
<b>Centre</b>	10,0	22,9	21,6	<del>22,7</del>	16,7
<b>Périphérie</b>	5,4	15,0	14,2	22,7	17,4

**Tableau D.5 : Comparaison de la taille moyenne de grains du centre et de la périphérie après forgeage – Partition des grains  $\gamma$  avec une tolérance de 2° et de 15°**

Partition des grains						
		Etat brut	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		$\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	
			$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,2$	$\varepsilon = 0,6$
<b>Tolérance de 2°</b>	<b>Centre</b>	8,9	19,8	23,5	<del>23,3</del>	18,1
	<b>Périphérie</b>	4,6	16,5	15,1	23,3	18,1
<b>Tolérance de 15°</b>	<b>Centre</b>	9,6	23,0	25,0	<del>24,2</del>	18,7
	<b>Périphérie</b>	5,3	17,4	15,9	24,2	18,8

# Annexe E

## Champs mécaniques

### I) Cartographies de l'agrégat 1 après la première étape de déformation

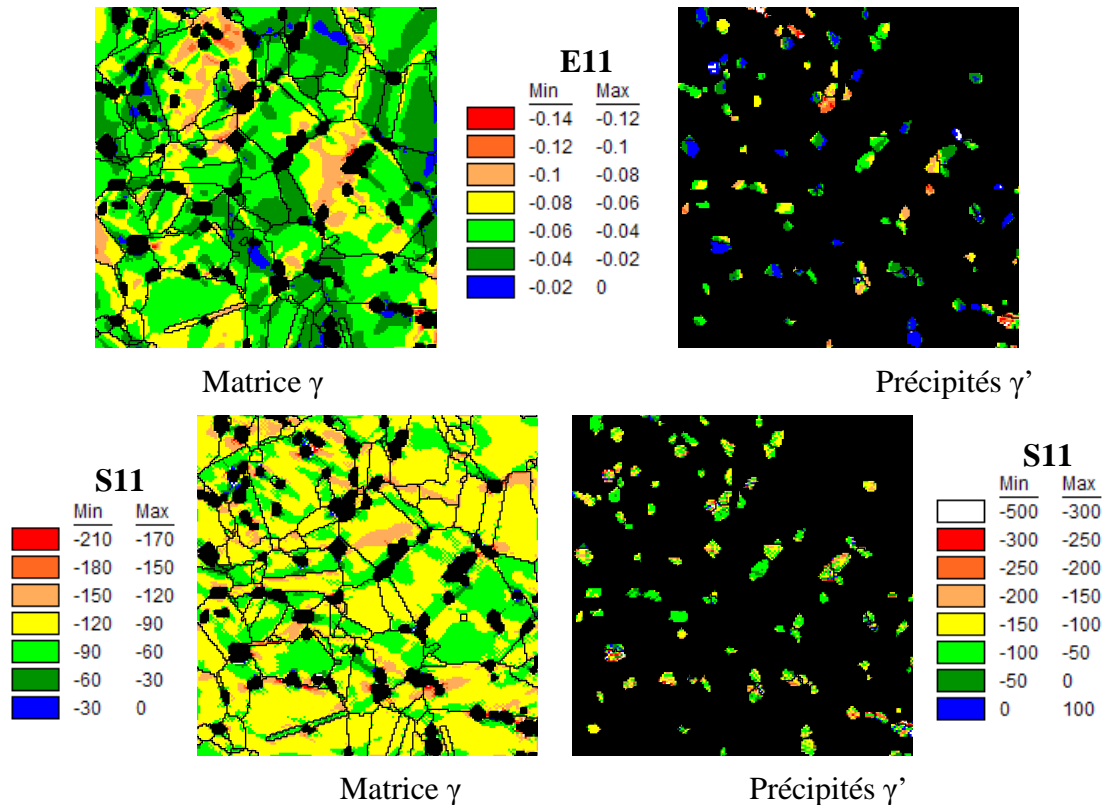
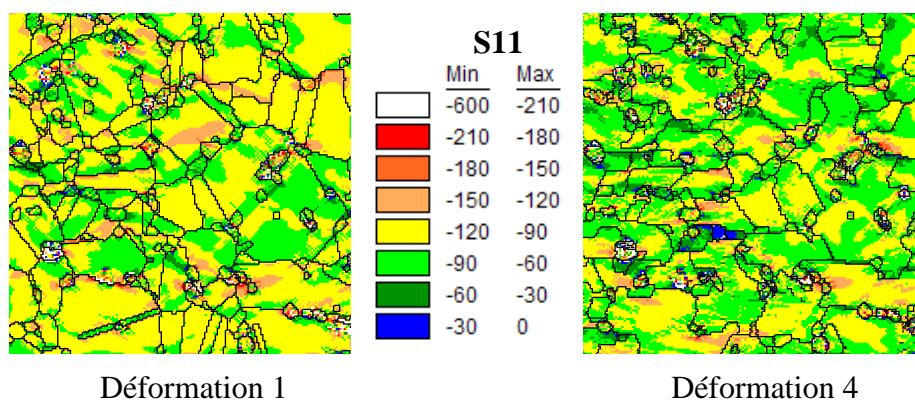


Figure E-1 : Cartographies de déformation  $E_{11}$  et de contrainte  $S_{11}$ , de la matrice  $\gamma$  et des précipités  $\gamma'$

### II) Cartographies de l'agrégat 1 au cours du couplage séquentiel





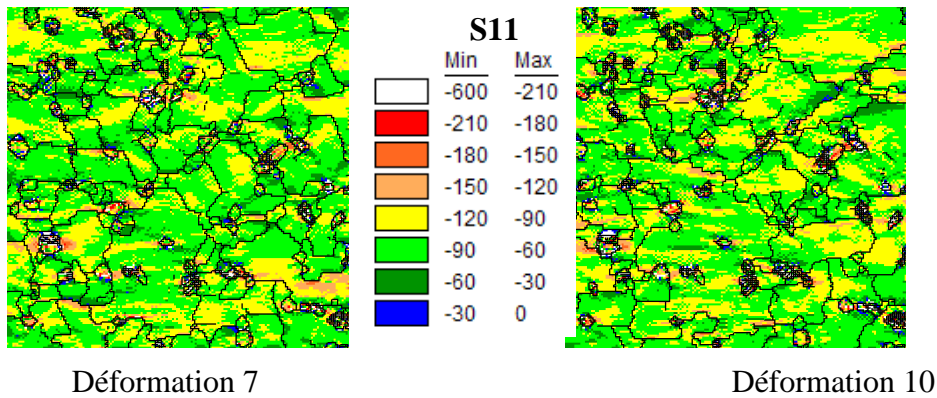


Figure E-2 : Cartographies de contraintes S11 au cours du couplage séquentiel

### III ) Cartographies de l'agrégat 2 après la première étape de déformation

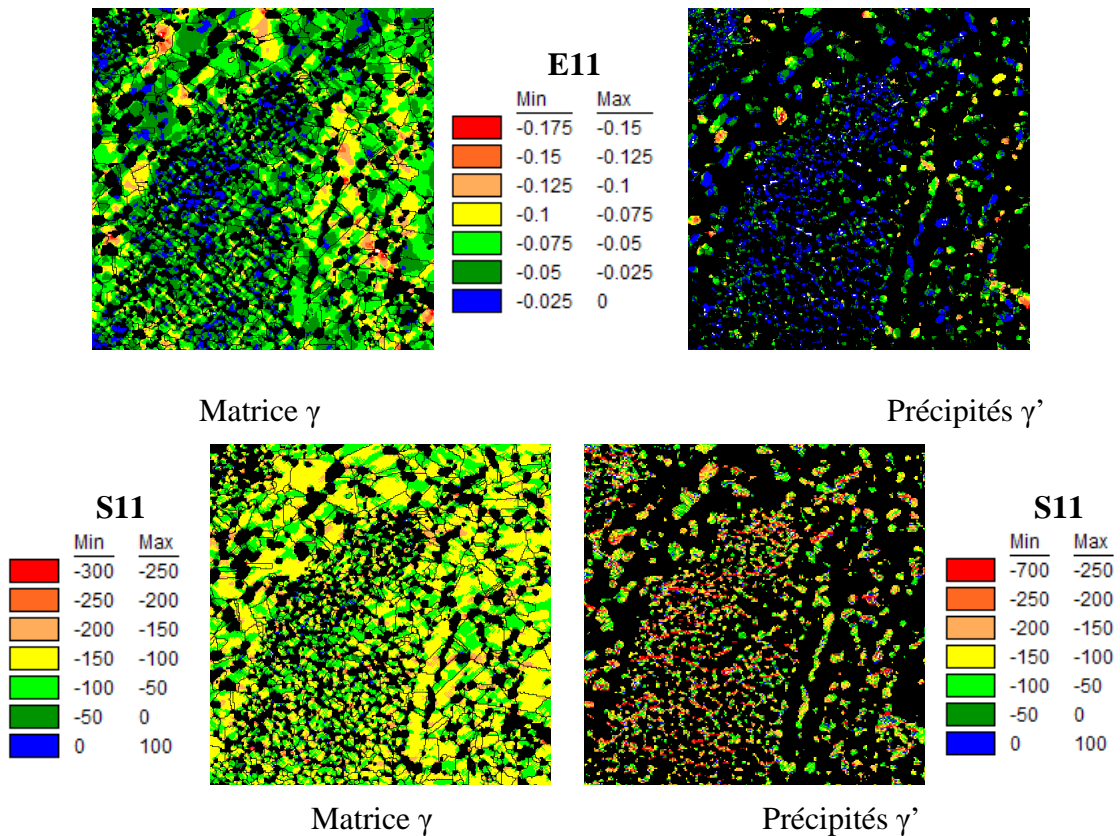


Figure E-3 : (a) Cartographies de déformation E11 et (b) de contrainte S11, de la matrice  $\gamma$  et des précipités  $\gamma'$

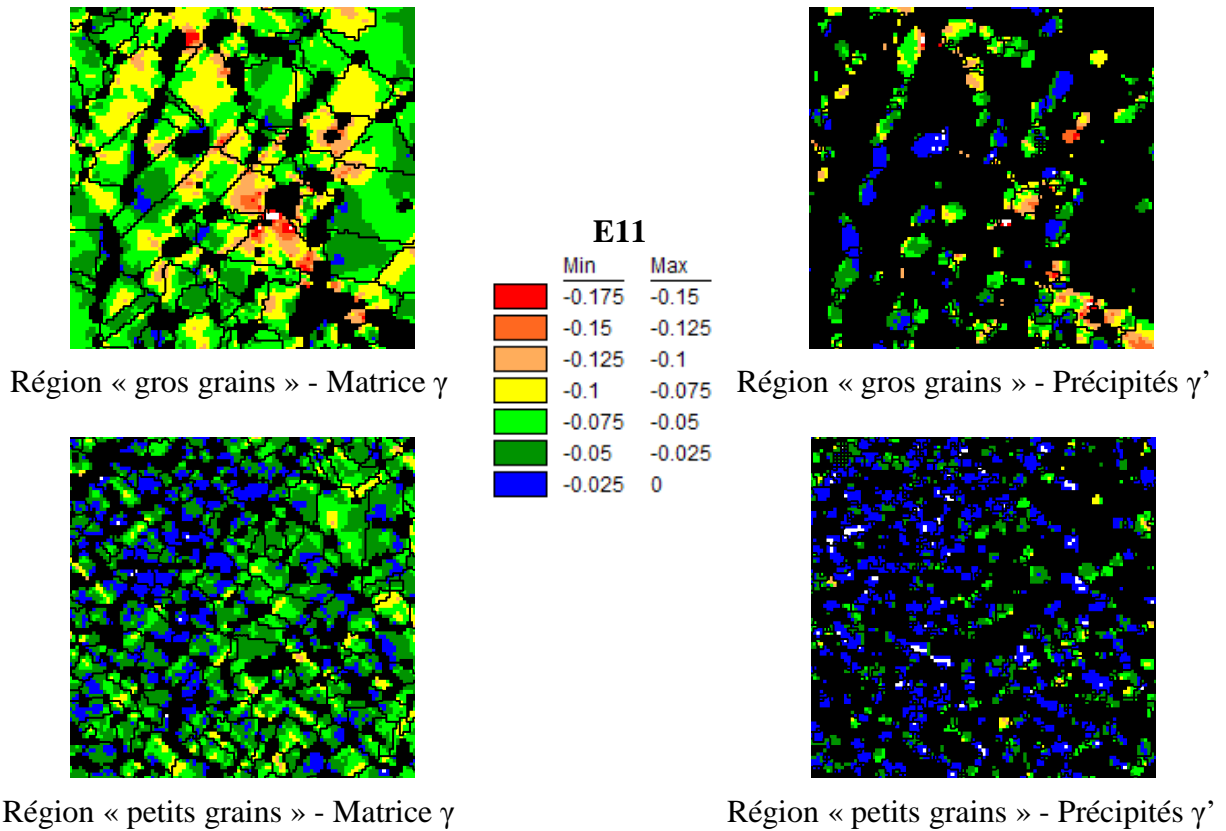


Figure E-4 : Cartographies de déformation  $E11$  des régions « gros grains » et « petits grains »

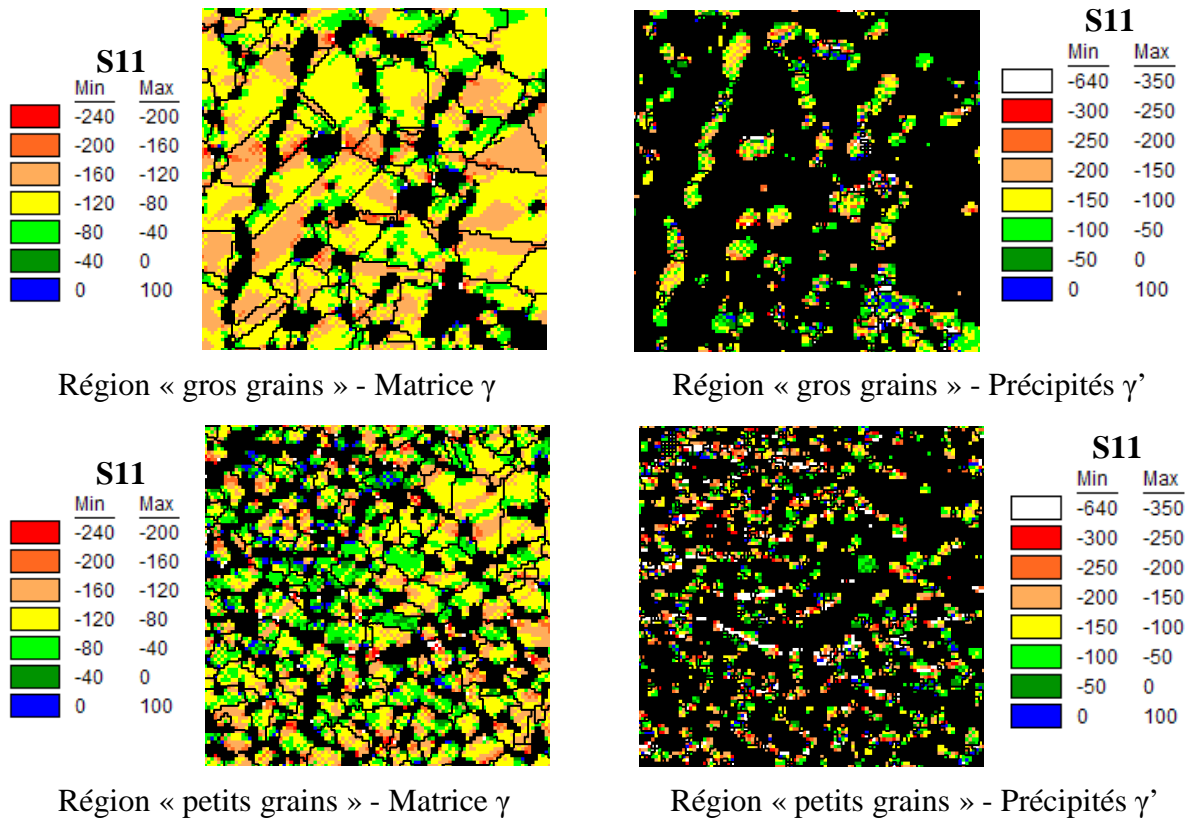


Figure E-5 : Cartographies de contraintes  $S11$  des régions « gros grains » et « petits grains »

## IV ) Cartographies de l'agrégat 2 au cours du couplage séquentiel

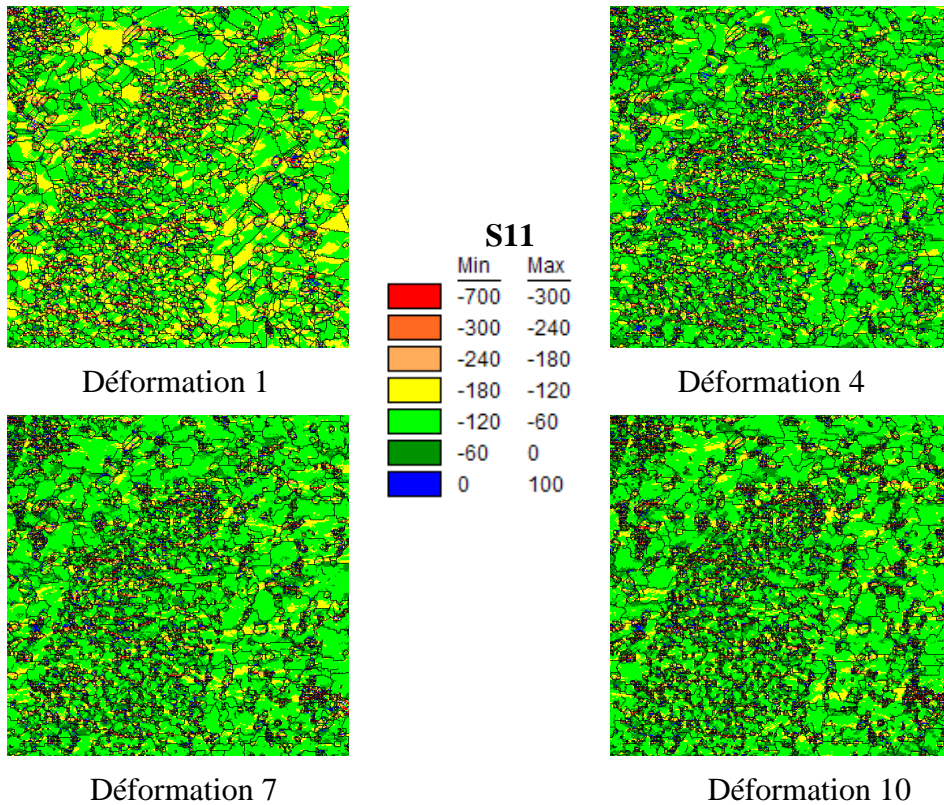


Figure E-6 : Cartographies de contraintes  $S_{11}$  au cours du couplage séquentiel

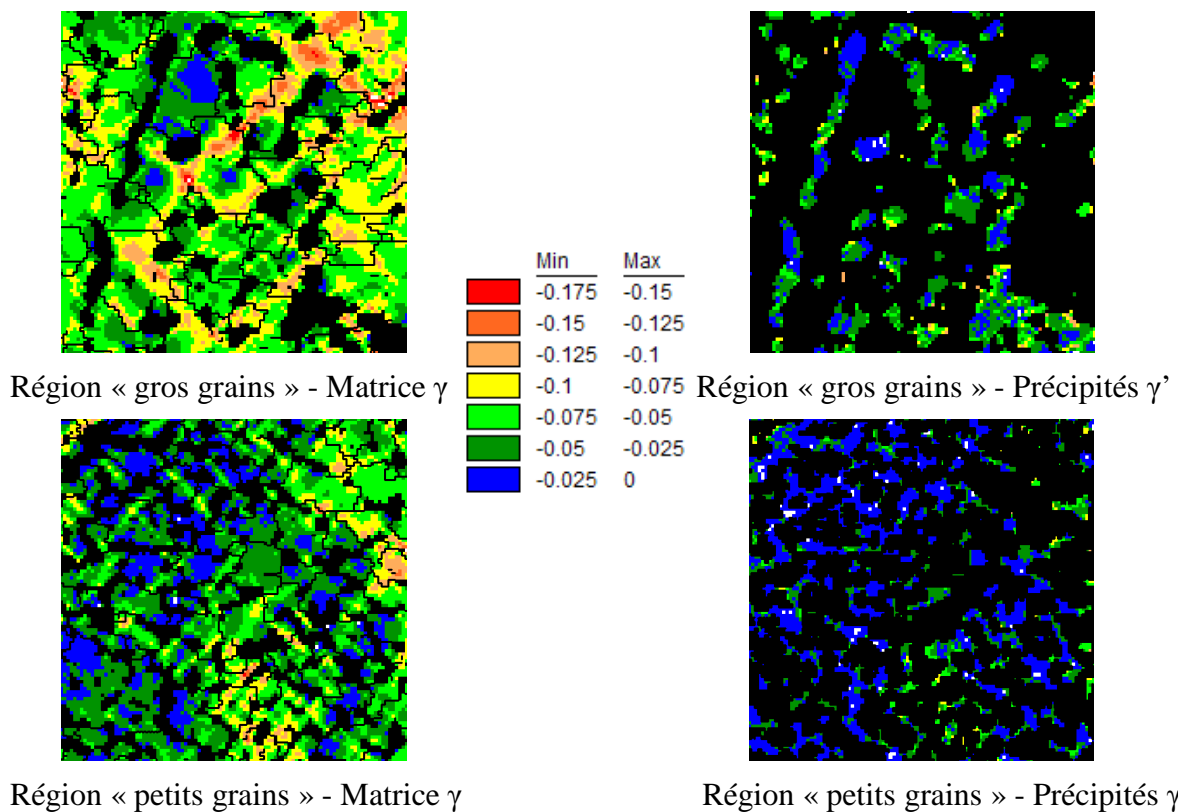


Figure E-7 : Cartographies de déformation  $E_{11}$  des régions « gros grains » et « petits grains » après la déformation 10

