ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

École doctorale n°432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité « Sciences et génie des matériaux »

présentée et soutenue publiquement par

Henri TÉZENAS DU MONTCEL

le 27 Janvier 2012

Ingénierie des joints de grains dans les superalliages à base de nickel

Directeur de thèse : **Luc RÉMY**
Co-encadrement de la thèse : **Loeïz NAZÉ**
Vincent MAUREL

Jury

M. Yves BRÉCHET, Professeur, SIMAP UMR 5266, INP-G	Président
M. Franck MONTHEILLET, Directeur de recherche CNRS, SMS UMR 5146, EMSE	Rapporteur
M. Patrick VILLECHAISE, Directeur de recherche CNRS, P' UPR 3346, ENSMA	Rapporteur
M. Jean-Yves GUEDOU, Responsable Recherche Matériaux et Procédés, SNECMA	Examinateur
M. Antoine ORGANISTA, Expert Principal Matériaux et Procédés, TURBOMECA	Examinateur
M. Luc RÉMY, Directeur de recherche CNRS, CDM UMR 7633, Mines-ParisTech	Examinateur
M. Loeïz NAZÉ, Maître assistant, CDM UMR 7633, Mines-ParisTech	Examinateur
M. Vincent MAUREL, Chargé de recherche, CDM UMR 7633, Mines-ParisTech	Examinateur
M. Didier LOCQ, Ingénieur de recherche, DMSM, ONERA	Invité

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des Matériaux
Mines Paris, Paristech, CNRS UMR 7633, BP 87 F-91003 Evry Cedex, FRANCE

Table des matières

Résumé **1**

Abstract **3**

Remerciements **5**

Présentation de l'étude **7**

1 Introduction à l'ingénierie des joints de grains **11**

Introduction 12

1.1 Les joints de grains du polycristal 13

1.1.1 Description cristallographique des joints de grains 13

1.1.2 Le réseau de joints de grains 18

1.1.3 Energie et migration des joints de grains 20

1.2 Ingénierie des joints de grains 25

1.2.1 Traitements d'ingénierie de joints de grains 25

1.2.2 Mécanismes de modification du réseau de joints de grains 30

1.2.3 Effet de l'ingénierie des joints de grains sur les propriétés mécaniques 41

1.3 Traitements thermo-mécaniques au cours du forgeage 44

1.3.1 Elaboration et caractéristiques des superalliages à base de nickel . . 44

1.3.2 Procédé standard de forgeage 46

1.3.3 Mécanismes de déformation au cours du forgeage 49

1.3.4 Mécanismes physiques au cours des traitements thermiques 55

Bilan et problématique 59

2 Simulation du maclage multiple en recristallisation **61**

Introduction 62

2.1 Description de la méthode Vertex 63

2.1.1 Principe de la méthode 63

2.1.2 Formalisme de la méthode 63

2.1.3 Transformations topologiques 65

2.2 Application à une cartographie EBSD discrétisée 66

2.2.1 Procédure numérique 67

2.2.2 Etude de la germination 69

2.2.3 Etude de la cinétique de recristallisation statique 71

2.3 Adaptation du modèle au multi-maclage 73

2.3.1 Introduction du maclage à la simulation 73

2.3.2 Résultats du maclage et maclage multiple 74

2.3.3 Limites du modèle 75

Bilan 77

3 Méthodes d'analyse du réseau de joints de grains **79**

Introduction 80

3.1 Réalisation des cartographies EBSD 82

3.1.1 Diffraction des électrons rétro-diffusés 82

3.1.2 Acquisition des cartographies d'orientation 85

3.1.3 Préparation des échantillons 86

3.2 Exploitation classique des cartographies d'orientation 87

3.2.1 Traitement préliminaire des cartographies d'orientation 87

3.2.2 Définition et mesure de la taille de grains 88

3.2.3 Mesure des fractions de joints de grains "spéciaux" 91

3.2.4 Mesure de la mosaïcité d'orientation dans les grains 91

3.3 Etude de sensibilité des mesures 93

3.3.1 Influence du pas d'acquisition et du nettoyage 93

3.3.2 Influence de la taille des cartographies 98

Bilan 100

4 Etude expérimentale **103**

Introduction 104

4.1 Simulation expérimentale du forgeage 106

4.1.1 Description des essais 106

4.1.2 Comportement en torsion à haute température 109

4.2 Evolution de la microstructure au cours de la déformation 119

4.2.1 Partition des cartographies EBSD 119

4.2.2 Evolution du réseau de joints de grains au cours de la déformation . 121

4.3 Evolution de la microstructure au cours des traitements thermiques 124

4.3.1 Résultats des essais de torsion mono-passe 124

4.3.2 Résultats des essais de torsion multi-passe 127

Bilan 131

5 Percolation du réseau de joints de grains **133**

Introduction 134

5.1 Topologie du réseau de joints de grains 135

5.1.1 Etude des points triples du réseau de joints de grains 136

5.1.2 Percolation du réseau de joints de grains 137

5.1.3 Connectivité dans l'assemblage de grains 140

5.1.4 Estimateurs pertinents de la connectivité des joints de grains 141

5.2 Discrétisation des cartographies en réseaux de sommets 142

5.2.1 Principe de la discrétisation 142

5.2.2 Détection des points triples dans la cartographie EBSD 143

5.2.3 Construction de la table de connectivité 146

5.2.4 Analyse du réseau de joints de grains discrétisé 147

5.2.5 Exemple de discrétisation 151

5.3 Connectivité du réseau de joints de grains dans N19 153

5.3.1 Distribution des points triples du réseau de joints de grains 153

5.3.2 Identifications des amas dans le réseau de joints de grains 157

5.3.3 Etude des domaines de grains 163

Bilan 165

6 Discussion **167**

6.1 Identification des mécanismes d'ingénierie des joints de grains lors du forgeage des galets 168

6.2 Réseau de joints de grains et propriétés mécaniques 169

6.2.1 Connectivité du réseau de joints de grains et propriétés 169

6.2.2 Etude de la propagation inter-granulaire dans l'alliage N19 170

6.3 Conclusion et perspectives 173

Table des figures **174**

Bibliographie **182**

Résumé

Ce travail est consacré à l'étude de l'ingénierie des joints de grains dans les superalliages à base de nickel pour disques de turbine aéronautique. L'ingénierie des joints de grains a montré son efficacité dans l'amélioration des propriétés en fatigue et en fluage dans certains alliages de cuivre et de nickel. Cette amélioration est obtenue en réalisant une succession de déformations à température ambiante séparées par des traitements thermiques. Ce traitement a pour objectif de modifier la distribution du réseau de joints de grains. L'objectif de l'étude est d'adapter ces traitements au procédé du forgeage à haute température des superalliages. Une étude expérimentale est menée pour mettre en évidence l'influence des paramètres de forgeage sur les caractéristiques du réseau de joints de grains. La caractérisation de ce réseau est faite grâce à la réalisation de cartographies d'orientations cristallographiques par EBSD. Une méthode de caractérisation innovante basée sur la discrétisation des cartographies en réseaux de points triples est proposée. Cette méthode permet d'analyser la connectivité du réseau de joints de grains en vue d'une corrélation avec les propriétés mécaniques.

Abstract

This work is dedicated to the study of Grain Boundary Engineering in Ni-based superalloys for aircraft turbine disk. The grain boundary engineering has proven its efficiency for the improvement of the fatigue and creep properties of copper and nickel alloys. This improvement is achieved by performing series of room temperature deformations interspaced by heat treatments to modify the distribution of the grain boundary network. The aim of the study is to adapt these processes to high temperature forging of superalloys. An experimental study is achieved to highlight the influence of forging parameters on the grain boundary network. The characterization of the grain boundary network is made through the realization of crystallographic orientation mapping by EBSD. An innovative characterization method based on the discretization of orientation maps in a triple junction network is proposed. This method allows to analyze the connectivity in the grain boundary network with the objective of a correlation with mechanical properties.

Remerciements

Lors de mes diverses collaborations, j'ai été aidé par de nombreuses personnes, j'espère n'en oublier aucune. Je remercie tout d'abord mes encadrants de thèse Vincent Maurel, Loïc Nazé et Luc Rémy pour tout ce qu'ils m'ont appris pendant ces quatre années passées au sein de l'équipe CHT et pour les longues séances de travail toujours enrichissantes. Je les remercie particulièrement pour la confiance qu'il m'ont accordée et l'enthousiasme qu'ils m'ont communiqué à chacune de mes initiatives . Merci également à l'ensemble des membres de l'équipe pour tous les moments sympathiques passés ensemble. J'adresse un grand merci à tout les chercheurs et techniciens du laboratoire ayant contribué à mon travail de thèse et tout particulièrement à Frédéric Adamski pour le temps qu'il a consacré à l'analyse EBSD.

Je remercie l'ensemble des partenaires du projet ORGANDI pour les riches échanges durant les réunions.

Merci à Yves Bréchet d'avoir présidé le jury de manière enthousiaste, à Franck Montheillet et Patrick Villechaise d'avoir rapporté cette thèse et à l'ensemble des membres du jury pour avoir su évaluer et commenter mon travail de manière pertinente et constructive.

Enfin, je remercie mes amis et ma famille pour m'avoir accompagné et encouragé durant ces quatre années.

Présentation de l'étude

L'augmentation des performances des disques de turbine (température de fonctionnement, intervalles inter-inspections) nécessite l'utilisation de matériaux tels que les superalliages à base de nickel. La voie classique d'amélioration des propriétés d'un type d'alliage est le développement de nouvelles compositions. Cette voie, déjà largement exploitée ne permet plus d'espérer une amélioration significative des propriétés. Outre la composition, certains paramètres microstructuraux (taille de grains, précipitation γ') peuvent être contrôlés par le choix des traitements thermiques (remise en solution, trempe) pour l'obtention d'une microstructure adaptée aux sollicitations en service de la pièce considérée (traction, fluage, fatigue).

Une voie alternative pour l'amélioration de ce type d'alliage polycristallin consiste à optimiser la résistance des joints de grains. Cette optimisation peut être réalisée par un contrôle de la composition chimique locale, la morphologie mais également de la cristallographie de ces joints de grains. Ce dernier aspect, communément appelé "Ingénierie des Joints de Grains", constitue l'objet principal des travaux présentés ici.

Le projet ANR ORGANDI a pour objet d'explorer cette voie innovante pour renforcer les performances de deux alliages à base de nickel pour disques de natures sensiblement différentes, concernant des applications touchant à la fois à la propulsion aéronautique et à la production d'énergie. Il réunit des industriels élaborateurs et utilisateurs de ces alliages (SNECMA, TURBOMECA, Aubert&Duval) et des laboratoires de recherche (CEMEF, CDM, Institut P', CEA, ONERA).

La cristallographie d'un joint de grains est décrite par la "désorientation" entre les réseaux cristallins des deux grains qu'il sépare. La théorie des réseaux de coïncidence (CSL : Coincidence Site Lattice) permet d'attribuer un paramètre Σ, appelé indice de coïncidence,

à un joint de grains connaissant sa désorientation. Cet indice correspond à l'inverse de la proportion de noeuds communs aux réseaux cristallins des deux grains que sépare le joint de grains. Sur la base de cette description, il est possible de caractériser un réseau de joints de grains par une distribution du type de joints de grains. Expérimentalement, la mesure de l'orientation cristallographique des grains d'un polycristal est réalisée par EBSD (Electron BackScattered Diffraction). Afin d'obtenir une description statistique convenable, la prise en compte d'un nombre représentatif de grains est nécessaire. Les progrès en termes de précision et de rapidité réalisés récemment sur les techniques de mesure EBSD rendent l'analyse de zones étendues possible.

Cette étude repose sur une hypothèse concernant l'indice de coïncidence Σ. Cette hypothèse est que plus l'indice Σ d'un joint de grains est faible et l'organisation des atomes situés au joint de grains est proche de l'arrangement cristallographique d'un grain, plus la résistance mécanique de ce joint de grains est grande. Sur la base de cette hypothèse, l'augmentation de la proportion des joints de grains à faible indice Σ aboutirait à une augmentation globale des propriétés de l'alliage par amélioration de la tenue mécanique de son réseau de joints de grains.

L'ingénierie des joints de grains consiste à contrôler par traitements thermo-mécaniques la distribution du type de joints de grains. Les traitements communément employés consistent en une alternance de déformations et de traitements thermiques durant lesquels interviennent des phénomènes de recristallisation statique ou dynamique et de croissance de grain.

Le premier objectif de cette étude est de corréler les traitements thermo-mécaniques avec la distribution des joints de grains. Cet aspect nécessite d'identifier les mécanismes permettant la réorganisation des joints de grains au cours de la recristallisation de l'alliage. Des essais de torsion ont pour objectif de reproduire de la façon le plus fidèle possible les conditions de déformation locale dans un galet lors du forgeage. Pour chaque condition, trois analyses EBSD sont faite sur l'état initial (brut de filage), l'état trempé après déformation et l'état après traitement thermo-mècanique complet. Au-delà de l'analyse classique du réseau de joints de grains une méthode originale pour étudier la topologie du réseau de joints de grains est proposée. Ces essais permettent de mettre en évidence d'une part l'influence des déformations à haute température appliquées de manière répétée et des traitements

thermiques intervenant lors du procédé.

Une fois les mécanismes identifiés, une méthode de simulation de la recristallisation est proposée afin de faire une prédiction de la distribution du réseau de joints de grains après traitement. Cette étude a pour objectif de faire un choix optimal de la gamme de forgeage des alliages étudiés.

Le second objectif est de corréler la distribution des joints de grains aux propriétés mécaniques d'usage du matériau. Pour cela, des essais mécaniques (traction, fluage, propagation de fissure) sur des échantillons issus de gammes de traitements thermomécaniques différents sont réalisés. En complément, une étude post-mortem des éprouvettes testées en propagation de fissure permet d'observer l'endommagement local et d'identifier la nature des joints de grains les plus sensibles à l'endommagement.

Les deux alliages utilisés pour cette étude sont l'Udimet 720, superalliage élaboré par voie conventionnelle (coulée, filage, forgage), et le N19, élaboré par métallurgie des poudres.

Pour chacun des alliages, quatre galets forgés ayant subit deux gammes de forgeage différentes sont mis à disposition. Les deux galets de chaque gamme sont remis en solution dans des conditions de température différentes. Un cinquième galet de référence de chaque alliage est forgé puis traité thermiquement selon la gamme standard pour chacun des deux alliages. C'est de ces galets que sont extraites les éprouvettes qui servent aux différents essais mécaniques.

Enfin, l'enjeu industriel de cette thèse est de proposer une gamme de forgeage (température, vitesse et taux de déformation) optimisée de manière à modifier la distribution des paramètres Σ des joints de grains et ainsi renforcer la résistance mécanique de ces joints de grains.

Chapitre 1

Introduction à l'ingénierie des joints de grains

Sommaire

Introduction **12**

1.1 Les joints de grains du polycristal **13**

1.1.1 Description cristallographique des joints de grains 13

1.1.2 Le réseau de joints de grains 18

1.1.3 Energie et migration des joints de grains 20

1.2 Ingénierie des joints de grains **25**

1.2.1 Traitements d'ingénierie de joints de grains 25

1.2.2 Mécanismes de modification du réseau de joints de grains 30

1.2.3 Effet de l'ingénierie des joints de grains sur les propriétés mécaniques 41

1.3 Traitements thermo-mécaniques au cours du forgeage **44**

1.3.1 Elaboration et caractéristiques des superalliages à base de nickel . 44

1.3.2 Procédé standard de forgeage 46

1.3.3 Mécanismes de déformation au cours du forgeage 49

1.3.4 Mécanismes physiques au cours des traitements thermiques 55

Bilan et problématique **59**

Introduction

L'ingénierie des joints de grains a pour objectif d'améliorer les propriétés d'un matériau polycristallin en contrôlant son réseau de joints de grains. Dans la majorité des études dédiées à cette méthode, la caractérisation d'un réseau de joints de grains est basée sur la distribution des joints de grains qui le composent. Les joints de grains sont caractérisés individuellement sur la base de critères cristallographiques. Les notions utilisées pour cette caractérisation sont détaillées dans un premier paragraphe.

Ensuite, une revue bibliographique est consacrée aux différents procédés utilisés pour modifier la distribution du réseau de joints de grains ainsi que leurs effets constatés sur la tenue mécanique des matériaux traités. La plupart des études s'intéresse à l'optimisation du procédé au regard de la distribution qu'il engendre et peu d'entre elles s'intéressent aux mécanismes microstructuraux qui entraînent une modification de la nature des joints de grains. Pour cette raison, une synthèse des phénomènes physiques susceptibles de modifier le réseau de joints de grains est proposée.

L'un des objectifs de cette étude est de montrer la pertinence de l'application d'une méthode d'ingénierie des joints de grains au forgeage des disques de turbine. Dans ce but, il est nécessaire d'étudier en détail l'ensemble des transformations microstructurales qui ont lieu lors des différentes étapes de la mise en forme d'un superalliage base de nickel. Une fois ces transformations identifiées, il est possible de proposer les "leviers" pouvant être actionnés en vue de l'amélioration des propriétés du réseau de joints de grains des matériaux forgés.

1.1 Les joints de grains du polycristal

Dans ce paragraphe, sont présentés les outils permettant de décrire cristallographiquement un joint de grains séparant deux grains de phase identique. Cette interface est tout d'abord décrite par la relation cristallographique existant entre les deux cristaux qu'elle sépare (rotation autour d'un axe cristallographique) puis par l'orientation et la position du plan du joint lui-même [1]. Sur la base de cette description, les joints de grains peuvent être séparés en catégories selon leur désorientation cristallographique [2].

1.1.1 Description cristallographique des joints de grains

La cristallographie d'un joint de grains est essentiellement basée sur la notion de désorientation cristallographique entre les deux grains qu'il sépare. Parmi l'infinité de possibilités d'orienter un cristal par rapport à un autre, certaines donnent lieu à des arrangements atomiques particuliers à l'interface. Ces configurations sont décrites par la théorie des réseaux de coïncidence.

❊ La désorientation cristallographique du joint de grains

La désorientation cristallographique d'un joint de grains peut être décrite par l'angle θ autour d'une direction cristallographique choisie [u v w] permettant le passage d'un réseau à l'autre. La figure 1.1 illustre la désorientation entre deux réseaux cubiques. Selon l'orientation du plan du joint de grains par rapport à l'axe de désorientation, un joint de grains est dit de flexion (axe dans le plan du joints de grains) ou de torsion (axe normal au plan du joint de grains).

Un même joint de grains peut être décrit par différentes rotations équivalentes. Par convention, on considère les rotations de plus petit angle autour d'un axe [u v w] compris dans le triangle stéréographique standard. Cette rotation définie la "désorientation" entre les deux grains. Dans les réseaux cubiques, l'angle de désorientation est toujours inférieur à 62°. Outre le couple formé par l'axe et l'angle de rotation d'autres manières de définir un joint de grains sont parfois employées ; parmi celles-ci, la matrice de rotation, les angles d'Euler et le vecteur de Rodrigues [2].

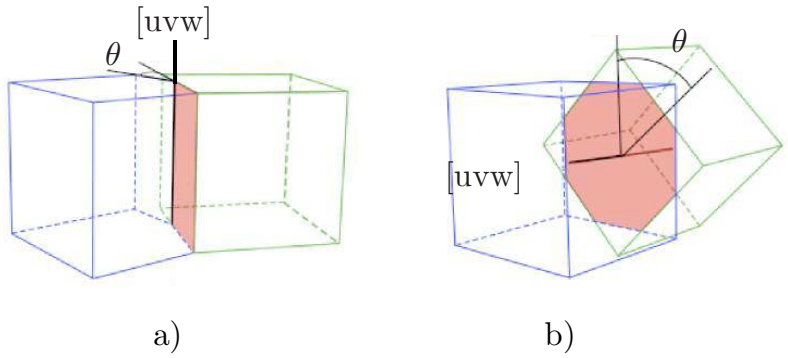


FIGURE 1.1 – Relation entre deux réseaux par une rotation d'angle de désorientation θ autour d'un axe cristallographique [u v w] et position du plan du joint de grains (rouge) a) de flexion b) de torsion [3].

❊ Le réseau de coïncidence (CSL)

Le réseau de coïncidence CSL est défini comme le plus petit réseau inclus dans les réseaux de deux grains. Un réseau de coïncidence est caractérisé par son indice Σ :

$$\Sigma = \frac{V_{CSL}}{V_{MP}} \tag{1.1}$$

avec V_{CSL} le volume de la maille du réseau de coïncidence et V_{MP} le volume de la maille simple du cristal [4, 5].

Dans les réseaux cubiques, les indices de coïncidence sont toujours impairs. A titre d'illustration, un réseau de coincidence d'indice $\Sigma 5$ dans une projection [001] est représenté schématiquement figure 1.2.

Ce schéma donne l'arrangement des noeuds formé par deux réseaux CFC désorientés par une rotation de $\theta = 36.87°$ autour d'un axe commun [001]. Les noeuds du réseau 1 sont représentés par les symboles + et □. Les noeuds + sont situés dans le plan de la page et les noeuds □ sont situés à $\frac{1}{2}$ [001] au-dessus du plan de la page. De même, les noeuds du réseau 2 sont représentés par les symboles × et ⋄. Les noeuds × sont situés dans le plan de la page et les noeuds ⋄ sont situés à $\frac{1}{2}$ [001] au-dessus du plan de la page. Les noeuds coïncidents sont désignés par des symboles $*$ et sont reliés dans le plan de la page par des lignes pointillées [6].

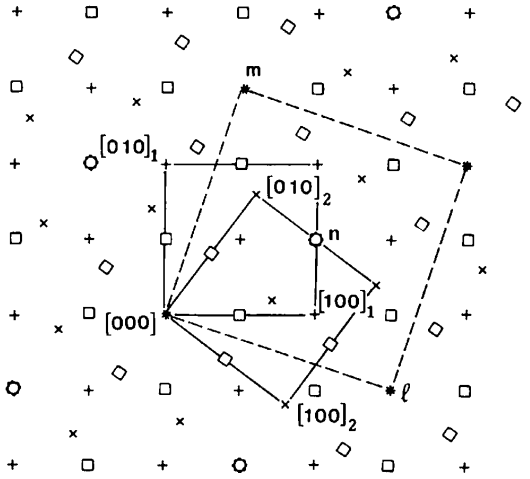


FIGURE 1.2 – représentation schématique d'un réseau de coïncidence d'indice Σ5 formé par deux réseaux CFC dans une projection [001] [6].

❊ Classification terminologique des joints de grains

Dans un polycristal, il est rare qu'un joint de grains ait une désorientation correspondant exactement à un réseau CSL. Pour déterminer quelle déviation angulaire peut être admise par rapport à la coïncidence exacte, le critère le plus utilisé est celui de Brandon [7]. Il donne la valeur maximale de déviation $\Delta\theta_{max}$ en fonction de l'indice de coïncidence considéré.

$$\Delta\theta_{max} = 15°\Sigma^{-0.5} \tag{1.2}$$

Le critère plus restrictif de Palumbo [8] est parfois utilisé :

$$\Delta\theta_{max} = 15°\Sigma^{-5/6} \tag{1.3}$$

Ce dernier critère présente l'avantage d'éviter les doubles correspondances lors de l'analyse de joints de grains dans un polycristal réel (i.e. un même joint satisfaisant à la fois deux relations de coïncidence). Prenons pour exemple un joint de grains ayant un angle de désorientation de 30° autour de l'axe [100]. Selon le critère de Brandon, ce joint peut à la fois correspondre à un Σ5 (36,86°/[100] et $\Delta\theta_{max}$=6,70°) et à un Σ17a (28,07°/[100] et $\Delta\theta_{max}$=3,63°). Le critère plus restrictif de Palumbo donne pour Σ5 une tolérance $\Delta\theta_{max}$=3,92° et pour Σ17a une tolérance de $\Delta\theta_{max}$=1,41° et évite ainsi l'attribution de deux indices différents à une même désorientation.

Les critères de Brandon et de Palumbo donnent pour Σ=1 une tolérance de 15°, valeur en dessous de laquelle les joints de grains sont considérés comme étant de "faible désorientation". Il s'agit de la valeur de désorientation au-delà de laquelle les joints de grains ne peuvent plus être représentés par un arrangement de dislocations. La figure 1.4 illustre le joint de grains dit de "flexion" qui est représenté en 2D par une suite de dislocations coin espacées régulièrement. Dans les cas plus complexes, les joints de grains de faible désorientation sont représentés par des arrangements de différents types de dislocations. Par opposition, les joints de "forte désorientation" sont les joints de grains dont l'angle de désorientation est supérieur à 15°.

Parmi les joints de grains de forte désorientation, on distingue les joints de grains de coïncidence (ou de proche coïncidence) et les joints de grains dits "généraux" (en anglais "Random") qui s'éloignent de toute relation de coïncidence d'indice faible (conventionnellement $\Sigma \leq 29$). Les valeurs des couples axes/angles ainsi que les angles d'Euler correspondant à chacun des réseaux de coïncidence de $\Sigma 3$ à $\Sigma 35$ sont donnés dans la table 1.1. Les indices a, b ou c attribués à certaines valeurs de Σ distinguent deux désorientations correspondant à un même indice de coïncidence.

Les joints de grains de coïncidence sont qualifiés de "spéciaux" du fait de leurs propriétés se démarquant de celles des joints de grains généraux. Le cas extrême étant le joint de grains formé par une paroi de macle. Ce type de joint de grains a pour indice de coïncidence $\Sigma 3$. On le note $\Sigma 3_{coh.}$ (pour cohérent) du fait de l'arrangement atomique particulier qui le caractérise. En effet, la paroi de macle présente les propriétés suivantes : pas de "volume libre" à l'interface, une diffusivité proche de celle du volume et une impossibilité de ségrégation ou de corrosion [9, 10] (cf. §1.2.2).

❊ Règles de combinaison des joints de grains spéciaux

La rencontre de joints de grains spéciaux à un point triple implique parfois que le troisième joint de grains en présence est également spécial. Une règle cristallographique régissant la rencontre des joints de grains spéciaux est proposée par Frary [11]. Cette règle est appelée "règle de combinaison des Σ" et s'exprime sous la forme :

$$\Sigma_1 \Sigma_2 = d^2 \Sigma_3 \tag{1.4}$$

Σ	$\theta(^\circ)$	[u v w]	$\phi_1(^\circ)$	$\psi(^\circ)$	$\phi_2(^\circ)$
3	60	111	45	70,53	45
5	36,86	100	0	90	36,86
7	38,21	111	26,56	73,4	63,44
9	38,94	110	26,56	83,62	26,56
11	50,47	110	33,68	79,53	33,68
13a	22,62	100	0	90	22,62
13b	27,79	111	18,43	76,66	71,57
15	48,19	210	19,65	82,33	42,27
17a	28,07	100	0	90	28,07
17b	61,9	221	45	86,63	45
19a	26,53	110	18,44	89,68	18,44
19b	46,8	111	33,69	71,59	56,31
21a	21,78	111	14,03	79,02	75,97
21b	44,41	211	22,83	79,02	50,91
23	40,45	311	15,25	82,51	52,13
25a	16,26	100	0	90	16,26
25b	51,68	331	36,87	90	53,13
27a	31,59	110	21,8	85,75	21,8
27b	35,43	210	15,07	85,75	31,33
29a	43,6	100	0	90	43,6
29b	46,4	221	33,69	84,06	56,31
31a	17,9	111	11,31	80,72	78,69
31b	52,2	211	27,41	78,84	43,66
33a	20,1	110	12,34	83,04	58,73
33b	33,6	311	37,51	76,84	37,51
33c	59	110	38,66	75,97	38,66
35a	34	211	16,86	80,13	60,46
35b	43,2	331	30,96	88,36	59,04

TABLE 1.1 – Valeurs des couples axes/angles et angles d'Euler associés à chacun des réseaux de coïncidence de $\Sigma 3$ à $\Sigma 35$

où Σ_1, Σ_2 et Σ_3 sont les valeurs respectives des indices de coincidence Σ des joints de grains spéciaux 1, 2 et 3 du point triple et d le diviseur commun, s'il existe, entre les valeurs des indices Σ_1 et Σ_2.

La règle de combinaison est valide tant que les joints de grains du point triple possède un coïncidence exacte. Du fait de l'utilisation d'un critère angulaire tel que le critère de Brandon, la règle de combinaison doit également faire intervenir une tolérance angulaire.

Dans le cas des joints de grains spéciaux de type $\Sigma 3^n$ pour lesquels d=1, les règles de combinaison peuvent s'écrire :

$$\Sigma 3^1 + \Sigma 3^1 \rightarrow \Sigma 3^2 \tag{1.5}$$

$$\Sigma 3^2 + \Sigma 3^1 \rightarrow \Sigma 3^3 \tag{1.6}$$

$$\Sigma 3^2 + \Sigma 3^1 \rightarrow \Sigma 3^1 \tag{1.7}$$

❋ Le plan du joint de grains

L'intérêt de la description en réseaux de coïncidence réside dans l'arrangement atomique particulier qui résulte de la rencontre de deux réseaux cristallographiques interpénétrés. L'arrangement atomique à l'interface n'est pas uniquement déterminé par la désorientation relative des deux réseaux. L'inclinaison du plan du joint de grains contrôle le nombre de coïncidences effectivement présentes à l'interface elle-même. Cependant, L'existence d'un réseau de coïncidence, bien que n'étant pas une condition suffisante pour avoir une coïncidence à l'interface, privilégie la possibilité de la rencontrer [12].

1.1.2 Le réseau de joints de grains

À partir de la classification conventionnelle des joints de grains (faible/forte désorientation, spéciaux/généraux), il est possible de considérer l'ensemble des joints de grains d'un polycristal pour étudier la distribution de leurs caractéristiques. Ce critère de distribution de joints de grains, bien qu'il soit le plus répandu, n'est pas unique. La théorie des réseaux de coïncidence ne repose que sur l'interpénétration des réseaux sans prendre en compte la position du plan du joint dans les deux réseaux. Un critère sur la "grande distance interplanaire effective" proposé par Wolf [13] prend en compte la moyenne arithmétique des distances entre les plans moyens constituant le joint de grain dans chacun des cristaux. Ce critère s'avère cependant difficilement applicable à des mesures expérimentales car d'une part, les joints de grains réels ne sont pas plans et car d'autre part, la connaissance de l'orientation du joint est limitée à celle du plan de coupe choisi pour l'observation du polycristal par les méthodes conventionnelles. Une mesure de l'orientation dans l'espace est cependant possible par l'observation de coupes successives réalisées soit manuellement soit par FIB (Faisceau d'ions focalisés) [14]. De même, l'évolution des techniques de diffraction X permet une mesure non destructive des orientations cristallographiques locales dans le volume de petits échantillons [15]. La texture des joints de grains est décrite quantitativement par une fonction de distribution de désorientations MDF (Misorientation Distribution

Function). Celle-ci ne présente pas de relation directe avec la fonction de distribution des orientations ODF (Orientation Distribution Function) [16].

Dans ce travail, l'analyse de la distribution des joints de grains du polycristal se limite à une distribution des catégories. Cette distribution est souvent notée, dans la littérature, GBCD pour "Grain Boundary Character Distribution". Cette distribution peut être exprimée soit en nombre relatif, soit en longueur relative de joints de grains [17].

❉ Distribution théorique du réseau de joints de grains

Une manière de connaître la distribution théorique du réseau de joints de grains consiste à calculer la probabilité pour un grain d'un polycristal aléatoire d'être en relation de coïncidence avec un cristal de référence [1]. La distribution théorique obtenue (figure 1.3) est validée par des simulations consistant à attribuer des orientations aléatoires à un ensemble de polyèdres de Kelvin identiques formant un agrégat polycristallin. Garbacz et Grabski [18] réalisent ainsi un polycristal constitué de 4000 grains, soit 24 290 joints de grains.

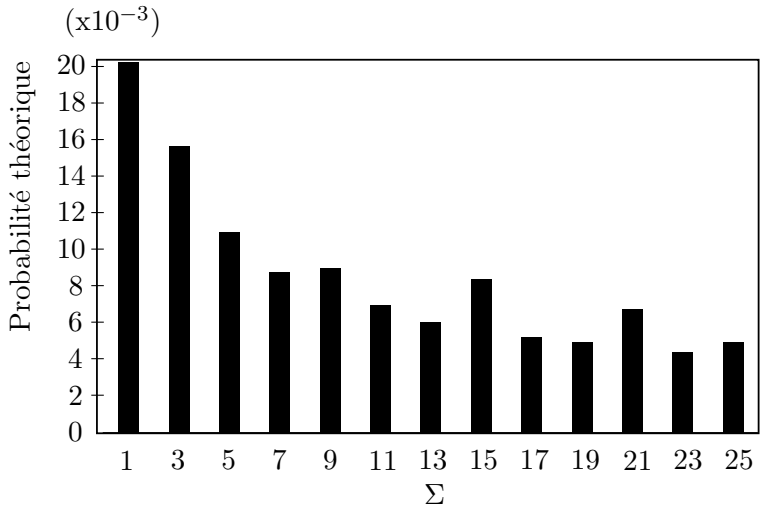


FIGURE 1.3 – Probabilités théoriques d'existence de joints de grains de proche coïncidence dans un polycristal aléatoire [1].

❉ Distribution expérimentale du réseau de joints de grains

Les distributions des désorientations sont très sensibles au type de matériau étudié. Priester [3] propose de considérer séparément trois groupes de matériaux. Cette classification se base sur le type de structure cristalline (cc ou cfc) et sur la valeur de l'énergie de faute d'empilement. Les alliages à base de nickel appartiennent au groupe III de cette

classification qui regroupe les métaux de structure cfc à énergie de faute d'empilement relativement faible dans lesquels le maclage thermique est important. Cette tendance au maclage entraîne une distribution des joints de coïncidence s'écartant de celle prédite par le calcul sur un polycristal aléatoire.

1.1.3 Energie et migration des joints de grains

La catégorisation des joints de grains du point de vue de leur cristallographie n'a d'intérêt que si elle nous informe sur la physique des phénomènes inter-granulaires. En effet, les joints de grains de faible ou forte désorientation ainsi que les joints de proche coïncidence se différencient également par leurs propriétés. Les propriétés majeures des joints de grains sont souvent liées à leur arrangement atomique à l'interface. Plus l'arrangement atomique est compact, plus le "volume libre" est réduit. Cet aspect joue à la fois un rôle dans les phénomènes de migration des interfaces lors des phénomènes de restauration, recristallisation et croissance de grains, mais affecte également les propriétés locales du joint de grains telles que l'endommagement, la corrosion, la précipitation, etc... Le plus souvent, on caractérise un joint de grains par son énergie d'interface.

❊ Energie des joints de grains

La présence d'une interface dans un cristal augmente l'énergie du cristal. C'est cette augmentation d'énergie qui définie la tension interfaciale. Il est admis que cette tension est fonction de la désorientation du joint de grains [19–22].

Dans le cas des joints de faible désorientation, la formule de Read-Shockley permet de calculer cette énergie [23]. Cette expression est basée sur le calcul de l'énergie d'une succession de dislocations coins formant un joint symétrique de flexion comme représenté sur le schéma de la figure 1.4 :

$$\gamma_{ij} = \begin{cases} \gamma_{max}\frac{\theta}{\theta_0}(1 - log(\frac{\theta}{\theta_0})) & \theta < \theta_0 \\ \gamma_{max} & \theta > \theta_0 \end{cases} \tag{1.8}$$

Où γ_{max} est l'énergie d'un joint de grains dont l'angle de désorientation est supérieur à $\theta_0 = 15°$. L'approximation couramment employée pour estimer la valeur de γ_{max} est :

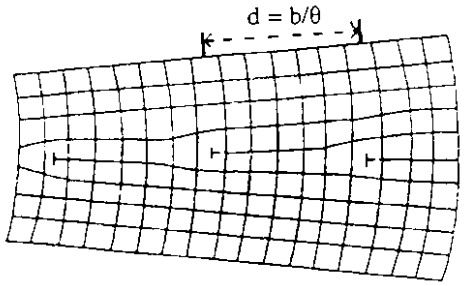


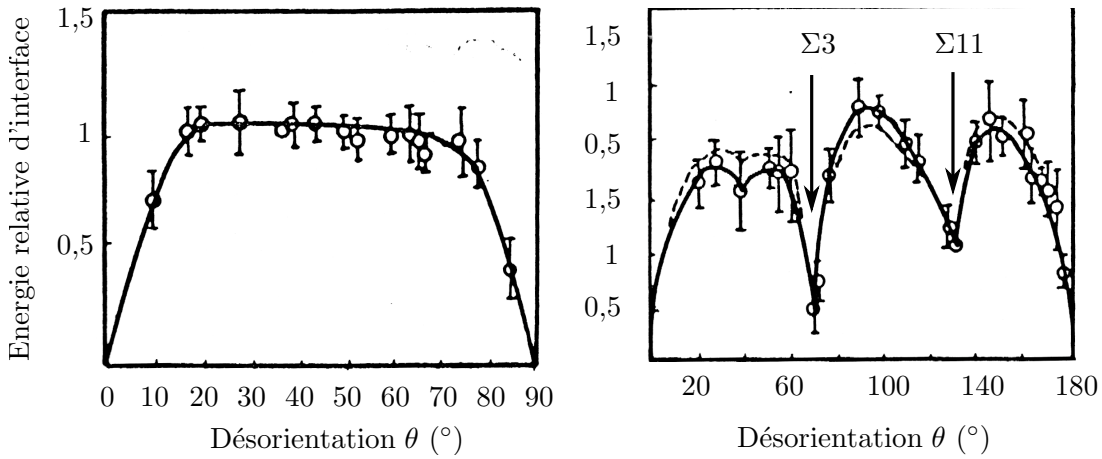
FIGURE 1.4 – Schéma d'un joint symétrique de flexion selon Read et Shockley [23].

$$\gamma_{max} = \frac{\mu b \theta_0}{4\pi(1-\nu)} \tag{1.9}$$

Où μ est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et ν le coefficient de Poisson. Les valeurs de γ_{max} classiquement utilisées dans la littérature pour le nickel et ses alliages sont comprises entre 0,7 et 0,9 $J.m^{-2}$ [24].

Dans le cas des joints de forte désorientation, la relation entre énergie du joint de grains et désorientation s'avère être plus complexe. Il est cependant admis que l'énergie dépend du volume libre laissé par l'arrangement atomique à l'interface. Ainsi, certaines configurations particulières peuvent donner lieu à des arrangements atomiques plus compacts et ainsi diminuer l'énergie du joint de grains. C'est le cas de certains joints de grains de coïncidence. Hasson & Goux [21] trouvent pour l'aluminium une corrélation entre les énergies relatives mesurées (Fig.1.5). Ils montrent la présence de minima énergétiques pour les joints de grains de flexion autour de l'axe cristallographique [110] correspondant à des joints de grains de coïncidence d'indice $\Sigma 11$ et $\Sigma 3$. Cependant, aucun minimum évident n'est à noter pour les joints à forte désorientation autour de l'axe [100].

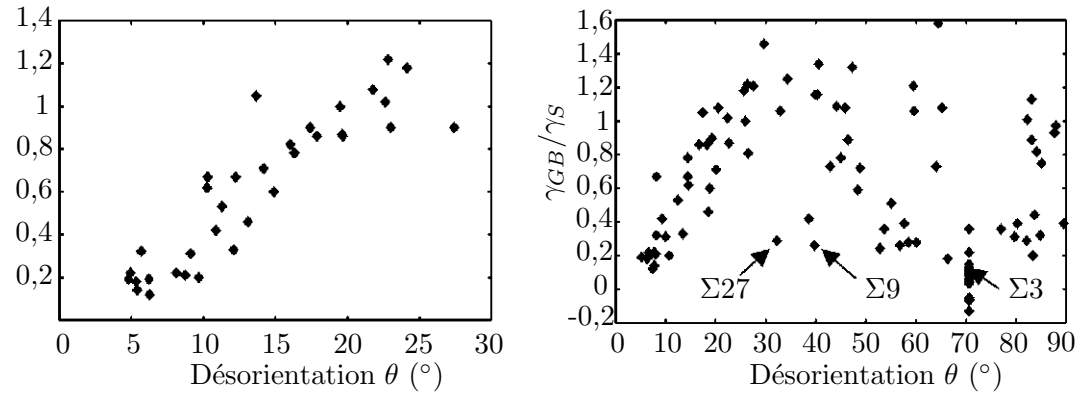
Pour les matériaux à faible énergie de faute d'empilement tels que l'Inconel 600 [22], une autre catégorie de joints de coïncidence possède une plus faible énergie. Il s'agit des joints de grains de type $\Sigma 3^n$ issus du maclage multiple. Comme dans le cas de l'aluminium, les joints de flexion autour de l'axe [110] font apparaître des minima locaux d'énergie pour certaines valeurs de désorientation : $\Sigma 3$ (70.53°), $\Sigma 9$ (38.94°) et $\Sigma 27a$ (31.59°). De la même façon, aucun minimum énergétique évident n'est à noter pour les joints de grains de forte désorientation autour de l'axe [100] qui ne semble pas être un axe de désorientation propice aux faibles énergies dans les matériaux de structure cubique à faces centrées.



a) Joint de grains de flexion autour de [100]

b) Joint de grains de flexion autour de [110]

FIGURE 1.5 – Energies interfaciales relatives mesurées dans l'aluminium pour a) des joints de flexion autour de [100] (l'énergie du joint de flexion de 37° autour de [100] est pris pour référence) et pour b) des joints de flexion autour de [110] en fonction de la désorientation θ (l'énergie du joint de flexion de 30° autour de [110] est pris pour référence) [21].



a) Joint de flexion autour de [100]

b) Joint de flexion autour de [110]

FIGURE 1.6 – Energie relative γ_{gb}/γ_S par mesure d'angle de sillons thermiques dans l'Inconel 600 (par microscopie à force atomique) pour a) des joints de flexion autour de [100] et pour b) des joints de flexion autour de [110] en fonction de la désorientation θ [22].

De même, l'orientation du plan du joint par rapport au cristal peut, pour une désorientation donnée, faire varier l'énergie. Le cas caractéristique illustrant cet aspect est la différence entre l'énergie des joints de coïncidence Σ3 non-cohérents et cohérents (parois de macle). Bien qu'ayant une désorientation cristallographique identique, l'empilement compact et ordonné de la paroi de macle, ainsi que sa morphologie planaire, lui confère une énergie interfaciale très faible. Cet aspect est illustré dans le schéma de la figure 1.7 proposée par Porter & Easterling [25].

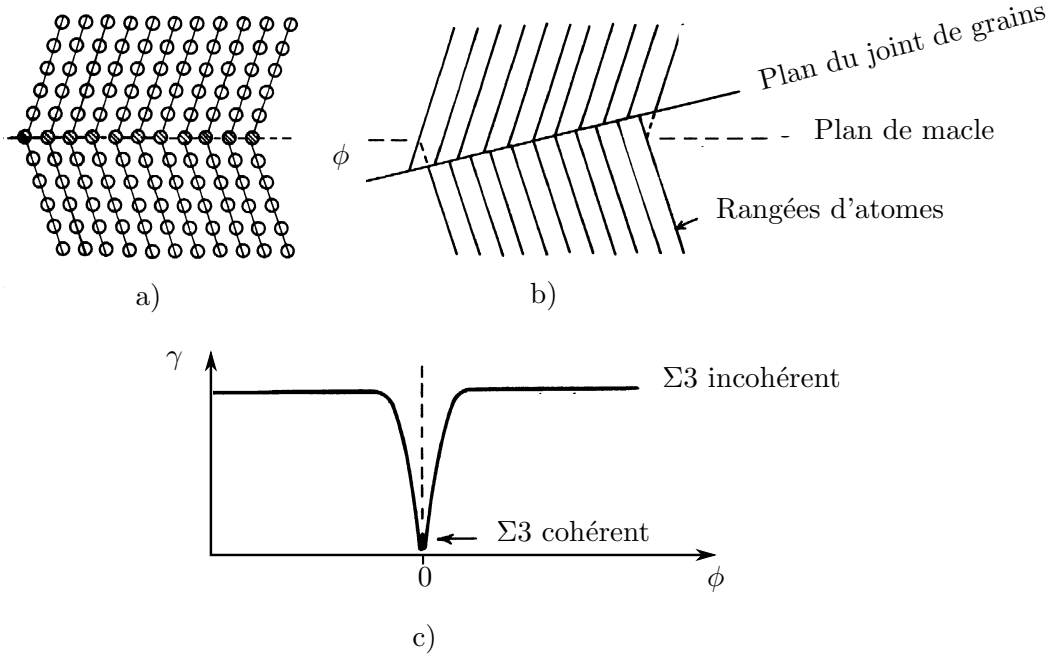


FIGURE 1.7 – Représentation schématique d'un joint de grains de coïncidence d'indice Σ3, a) cohérent (paroi de macle), b) incohérent et c) l'évolution de son énergie avec l'angle ϕ [25].

❉ Mobilité des joints de grains

La plupart des phénomènes liés à la modification de la microstructure du polycristal font intervenir la migration des joints de grains. La migration différenciée par type de joint de grains est un principe élémentaire pour la compréhension des phénomènes de restauration, de recristallisation et de croissance de grains. Le concept de mobilité consiste à relier la vitesse de migration d'une interface à la pression à laquelle elle est soumise. Il est admis que la vitesse V est directement proportionnelle à la pression P par l'intermédiaire d'une constante M appelée mobilité du joint de grains :

$$V = M * P \tag{1.10}$$

Dans le cas du joints de grains, la pression P est principalement fonction de l'énergie du joints de grains (courbure, morphologie, arrangement atomique) et de la différence de déformation plastique entre les deux grains qu'il sépare. Plusieurs effets supplémentaires peuvent affecter la pression exercée sur le joint de grains tels que la présence de particules ou d'atomes de solutés [26].

La mobilité M d'un joint de grains est activée thermiquement et obéit donc à une loi d'Arrhenius :

$$M = M_0 * exp(-\frac{Q}{RT}) \tag{1.11}$$

Où Q est l'énergie d'activation pour la diffusion au joint de grains. La mobilité, exprimée en $m.s^{-1}Pa^{-1}$, représente l'influence d'une pression appliquée sur la vitesse de migration du joint de grains.

1.2 Ingénierie des joints de grains

"L'ingénierie des joints de grains" (IJG) définit l'ensemble des méthodes visant à améliorer le comportement inter-granulaire d'un matériau (corrosion, ségrégation, propagation de fissure, fluage...) par contrôle de son réseau de joints de grains.

L'hypothèse utilisée dans les traitements d'IJG est la suivante : les joints de grains étant classés selon des catégories de joints de grains de propriétés différentes (cf. §1.1.1), la proportion relative de chacune de ces catégories dans un polycristal a une influence sur les propriétés globales de celui-ci.

Afin de contrôler ces proportions, la méthode la plus courante est de corréler les distributions de joints de grains avec les étapes d'élaboration et de mise en forme du matériau. Pour cela, on analyse à la suite de chaque étape de transformation, un échantillon représentatif du matériau. La méthode d'analyse la plus couramment employée est la réalisation de cartographies d'orientation par EBSD.

1.2.1 Traitements d'ingénierie de joints de grains

Les traitements communément employés en vue d'améliorer la distribution du réseau de joints de grains sont de deux types et consistent en une alternance de déformations et de traitements thermiques. Suivant le taux de déformation, ces traitements sont qualifiés de recuits de restauration ("Strain-annealing") ou de recristallisation ("Strain-recrystalization") [27].

❉ Traitement de "Strain-annealing"

Le traitement de "Strain-annealing " est caractérisé par de faibles taux de déformation (entre 5 et 10%) suivis par un recuit de quelques heures. Les recuits sont réalisés à une température suffisamment basse pour éviter une recristallisation des grains, mais suffisamment haute pour permettre le réarrangement des joints de grains dans une configuration de plus faible énergie. Les déformations ont deux effets sur la distribution des joints de grains. Le premier effet est le stockage de l'énergie servant de force motrice pour la création de nouveaux joints de grains lors du traitement thermique. Le second effet est indésirable dans l'optique de l'augmentation de la proportion de joints de grains spéciaux. En effet un grain soumis à des déformations se subdivise en sous-grains séparés de joints de faible

désorientation. Pour ces raisons, le taux de déformation doit être optimal pour assurer un équilibre pertinent entre ces deux effets.

Ce type de traitement ne peut en aucun cas être transposable au forgeage des superalliages. D'une part, les taux de déformation et les températures imposés lors de la mise en forme sont très supérieurs aux taux préconisés pour le traitement de "Strain-annealing ". D'autre part, les longs maintiens en température entraînent une immobilisation prolongée des fours de recuit et provoquent une augmentation de la taille de grains souvent indésirable.

❊ Traitement de "Strain-recrystalization"

Le traitement de "Strain-recrystalisation" est caractérisé par des taux de déformation moyens (20 à 30%) suivis d'un recuit à une température suffisante pour permettre la recristallisation rapide des grains. Les déformations sont classiquement imposées à froid. La recristallisation, se déroulant après déformation, est appelée recristallisation statique. Une augmentation notable de la proportion de joints de grains spéciaux est obtenue en réitérant le traitement plusieurs fois [27].

La plupart des études s'intéressent aux matériaux à faible énergie de faute d'empilement tels que le cuivre, le nickel et leurs alliages. Elles montrent la possibilité de trouver, pour un matériau donné, un taux de déformation et des conditions de recuit optimaux. Le tableau 1.2 rassemble les conditions testées sur différents alliages à base de nickel.

Pour chacun des alliages étudiés, sont indiqués les conditions de traitement : nombre de cycles, taux de déformation, durée et température de traitement thermique. La lettre a est notée en indice des températures pour lesquelles la présence d'une seconde phase inter-granulaire entraîne un ancrage des joints de grains au cours du traitement.

Enfin, les résultats du traitement d'ingénierie des joints de grains sont présentés avec, si elles sont précisées, les fractions en longueur de joints de grains spéciaux avant et après traitement (déformation et recuit). A titre indicatif, la fraction mesurée de joints de grains de type $\Sigma 3$ est précisée. Les valeurs marquées d'un indice B, P et X indiquent respectivement l'utilisation du critère de Brandon, Palumbo-Aust et non-précisé. Le critère de Palumbo-Aust étant plus restrictif que celui de Brandon, les fractions mesurées avec celui-ci sont nécessairement inférieures.

Seul l'Inconel 600 est étudié en présence de carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains pouvant

Alliages	N° cycles	ϵ (%)	Temp. (°C)	Durée du recuit (min.)	CSL initial (%)	CSL final (%)	$\Sigma 3$ (%)	Ref.
Inconel 600	1	20	1000[a]	15	37[b]	50[b]	25[b]	[28]
	4	20	1000[a]	15	37[b]	59[b]	27[b]	
	7	20	1000[a]	15	37[b]	65[b]	33[b]	
	1	25	1025[a]	18	43[b]	40[b]	-	[29]
	3	25	1025[a]	18	43[b]	55[b]	-	
	4	25	1025[a]	18	43[b]	62[b]	-	
	3-7	5-30	900[a]-1050[a]	2-10	-	>60[p]	-	[30, 31]
Inconel 718	1	20	1050	60	21[b]	28[b]	24[b]	[32]
	2	20	1050	60	21[b]	31[b]	26[b]	
	4	20	1050	60	21[b]	41[b]	34[b]	
Inconel 617	1	5	1100	15-90	17[b]	28-35[b]	-	[33]
	2	5	1100	15-90	17[b]	15-46[b]	<36[b]	
	3	5	1100	15-90	17[b]	20-57[b]	-	
	4	5	1100	15-90	17[b]	42-64[b]	<48[b]	
	1	13	1100	15-90	17[b]	25-47[b]	-	
	2	13	1100	15-90	17[b]	12-24[b]	-	
	3	13	1100	15-90	17[b]	20-27[b]	-	
	1	5	1100	90	20[x]	77[x]	64[x]	[34]
Inconel 800H	1	7	-	-	40[b]	15[b]	21[b]	[35]
	1	7	1050	20	40[b]	52[b]	-	
	1	7	1050	45	40[b]	65[b]	-	
	1	7	1050	90	40[b]	69[b]	52[x]	
	1	7	1050	120	40[b]	40[b]	-	
	1	7	1050	150	40[b]	21[b]	-	
	1	6	1050	90	32[x]	68[x]	59[x]	[34]
Inconel 690	1	5	1100	5	55[p]	73[p]	61[p]	[36]
	1	5	1100	10	55[p]	72[p]	59[p]	
	1	20	1100	5	55[p]	55[p]	46[p]	
	1	50	1100	5	55[p]	47[p]	40[p]	

TABLE 1.2 – Comparatifs des résultats d'ingénierie des joints de grains pour différents superalliages à base de nickel [28–36].

entraîner un ancrage des joints de grains.

L'ensemble des résultats présentés indique que les fractions de joints de grains spéciaux les plus importantes sont obtenues pour les taux de déformation inférieurs à 10 %.

Si l'on compare les résultats obtenus sur les alliages Inconel 600 et Inconel 690 dont les métallurgies sont très proches, on constate que les fractions sont très supérieures lorsque des temps de recuit inférieurs à 10 min sont utilisés. En effet, les fractions de joints de grains obtenues sur l'Inconel 690 par Xia *et al.* [36] sont bien supérieures à celle des autres études malgré l'utilisation d'un critère plus restrictif.

De même, il apparaît pour ces faibles taux de déformation que la fraction de joints de grains spéciaux a tendance à augmenter lorsque l'on répète plusieurs fois l'opération. La figure 1.8 illustre cette augmentation observée par Kumar *et al.* [28] sur un alliage Inconel 600 déformé à 20 % et traité thermiquement à 1000°C pendant 15 min.

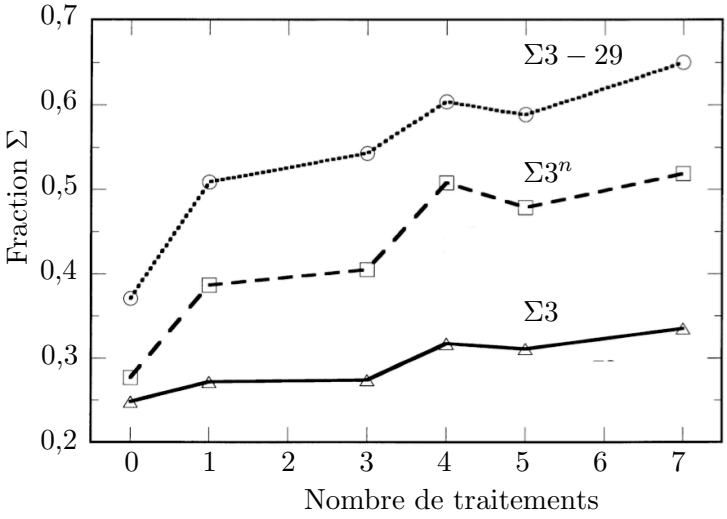
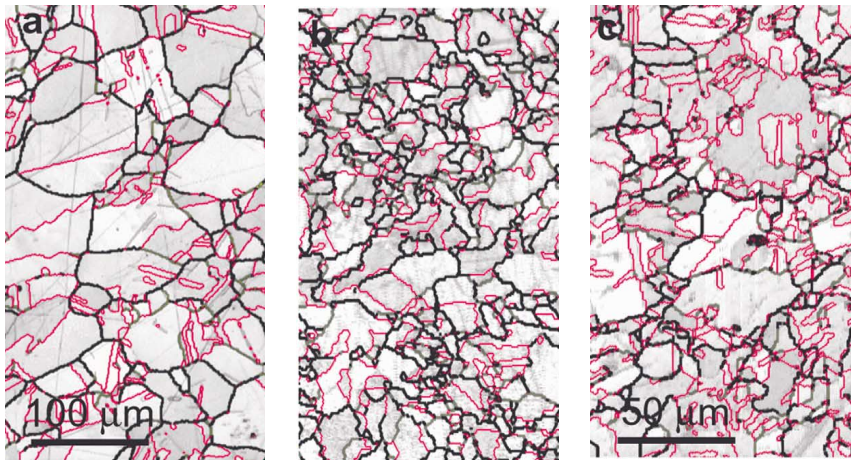


FIGURE 1.8 – Influence du nombre de cycles de strain-recrystalization sur la distribution des joints de grains de l'alliage Inconel 600 [28].

De nombreuses études s'intéressent à la croissance et à la recristallisation des grains et leurs effets sur le réseau de joints de grains. Cependant, les mécanismes microstructuraux responsables des modifications dans la distribution des joints de grains lors du recuit consécutif à de petites déformations restent incompris.

Kumar [37] montre des différences de topologie dans le réseau de joints de grains d'un alliage de cuivre après trois taux de déformation différents (67% , 20% et 67% en 5 fois) à la température de recuit de 560°C pendant 10 min. Les réseaux de joints de grains issus de ces

différents traitements sont présentés sur les cartographies EBSD de la figure 1.9. Il met en évidence que les joints de grains de type Σ3 observés dans l'échantillon ayant subi un fort taux de déformation (figure 1.9a) ont les caractères rectiligne et parallèle caractéristiques du maclage issu de la recristallisation (cf. §1.2.2 - Maclage). Dans le cas d'un taux de déformation modéré unique ou répété (figure 1.9b et 1.9c), les joints de grains de type Σ3 semblent perdre ces caractéristiques et faire, selon l'auteur, partie intégrante du réseau de joints de grains. Cet aspect motive les études visant à caractériser la connectivité du réseau de joints de grains. Ces études sont présentées dans le chapitre 5.1.2. L'auteur évoque donc un mécanisme différent de celui du maclage en recristallisation pour la formations des joints de grains Σ3. Différents modèles proposent d'expliquer la création de joints de grains de type $\Sigma 3^n$ lors de la migration des joints de grains. Ces modèles sont décrits en détail dans le paragraphe 1.2.2.



a) 67% b) 20% c) 5 x $\frac{67}{5}$%

FIGURE 1.9 – Cartographies EBSD d'un alliage de cuivre après des déformations de a) 67% , b) 20% et) 67% en 5 fois, suivis d'un recuit de 10 min à 560°C ; les joints de grains colorés en rouge correspondent aux Σ3 [37].

Les études consacrées à l'ingénierie des joints de grains ont montré l'efficacité d'un phénomène autre que la recristallisation dans l'augmentation de la proportion de joints de grains spéciaux dans la microstructure. Bien que n'étant pas clairement identifié, ce mécanisme implique une migration de joints des grains due à la déformation préalable au traitement thermique. Ce phénomène est appelé "Strain Induced Boundary Migration" (SIBM) [38–41]. Les mécanismes mis en jeu pendant le SIBM sont présentés dans le paragraphe 1.2.2.

1.2.2 Mécanismes de modification du réseau de joints de grains

Au cours des changements microstructuraux pilotés par une minimisation de l'énergie du matériau, le réseau de joints de grains peut être modifié par la création ou la disparition d'interfaces. Ces changements peuvent intervenir d'une part par la création d'interfaces à l'intérieur des grains et d'autre part par la migration des interfaces existantes.

Dans le premier cas, des interfaces se créent soit par apparition d'un nouveau grain (germination), soit par division d'un grain existant. C'est le cas lors de la formation de cellules de déformation (sous-grains) lors d'un écrouissage ou du maclage "thermique" lors de la migration d'un joint de grains.

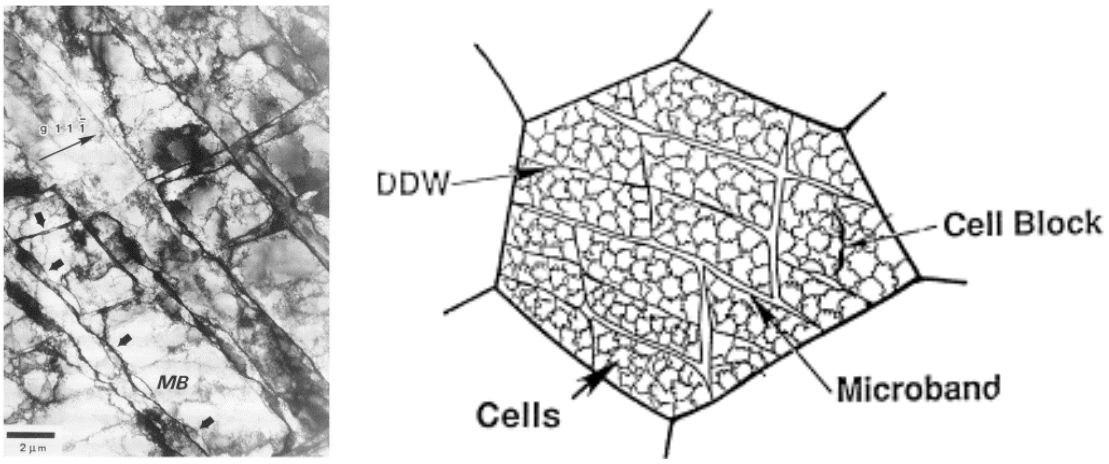
Dans le second cas, les interfaces mobiles se déplacent en "effaçant" d'autres sur leur passage. C'est le cas, par exemple, lors de la croissance de grains et de la recristallisation.

❊ Cellules de déformation

Les cellules de déformation ou structures de sous-joints peuvent se former par réarrangement des dislocations en parois. Ce réarrangement conduit à une subdivision du grain écrouis en un assemblage de sous-grains séparés par des sous-joints. Ces sous-joints sont formés par une succession de dislocations créant une faible désorientation entre les sous-grains qu'ils séparent [42].

Pour des déformations modérées, la subdivision consiste en un agrégat de cellules de déformations équiaxes regroupées en blocs. Ces blocs de cellules sont séparés par de longs joints de grains rectilignes orientés dans la direction du cisaillement. Ces joints de grains sont constitués de paroi simples, notées DDW ("Dense Dislocations Walls"), et de parois doubles, notées MB ("Microbands") [43]. La figure 1.10 illustre la présence de telles structures dans du nickel. Pour des déformations élevées, les blocs de cellules sont pris en sandwich entre de longs joints de grains remplaçant les DDWs et MB. Ce type de structure est souvent rencontré dans les microstructures laminées.

La formation de sous-grains est également rencontrée suite à la restauration dynamique. Comme dans le cas de la recristallisation, la restauration peut également se produire soit lors d'un traitement thermique post-déformation (restauration statique) soit au cours de la déformation (restauration dynamique) [44, 45].



a) b)

FIGURE 1.10 – a) Micrographie par MET, les flèches indiquent la direction du cisaillement et b) représentation schématique d'un grain de nickel subdivisé en cellules de déformation après une torsion. [43].

❊ Germination de nouveaux grains en recristallisation

La germination apparaît généralement sur des sites préférentiels de la microstructure déformée [46]. Ces sites sont souvent identifiés comme des lieux d'hétérogénéité de déformation tels que les joints de grains, les jonctions triples ou les particules de secondes phases.

Pour croître, un germe recristallisé doit être thermodynamiquement stable, c'est-à-dire avoir une force motrice positive. Sa stabilité est conditionnée par sa taille et l'énergie stockée autour du site de germination. Des germes ne satisfaisant pas le critère de taille peuvent éventuellement coalescer pour atteindre une taille critique. La germination à partir de la structure de sous-grains issue de la restauration est le phénomène le plus couramment évoqué pour expliquer la formation de germes vidés de dislocations au sein d'une matrice écrouie [47].

Hutchinson *et al.* [48] montre cependant qu'avec ou sans coalescence, un matériau déformé possède un très grand nombre de germes potentiels remplissant ces deux conditions de stabilité. Un critère plus restrictif selon lui serait la présence d'un joint de grain de forte désorientation permettant une croissance rapide. Ces joints de grains peuvent être issus de la microstructure initiale ou emmerger de la coalescence de sous-grains. Ces phénomènes sont mis en évidence dans l'aluminium par Jones *et al.* [49] sur la base d'observations microstructurales et synthétisés dans les schémas présentés en figure 1.11.

La figure 1.11a) illustre la formation d'un germe recristallisé à partir de la structure initiale de sous grains (i), par coalescence (ii), formation d'un joint de grains de forte désorientation (iii) et migration simultanée du joints de grain d'origine dans le grain adjacent et du joint de grain nouvellement formé dans le grain d'origine (iv).

La figure 1.11b) illustre la formation d'un germe recristallisé à partir de la structure initiale de sous grains (i) par coalescence (ii), formation d'un joint de grains de forte désorientation (iii) et migration dans le grain d'origine (iv).

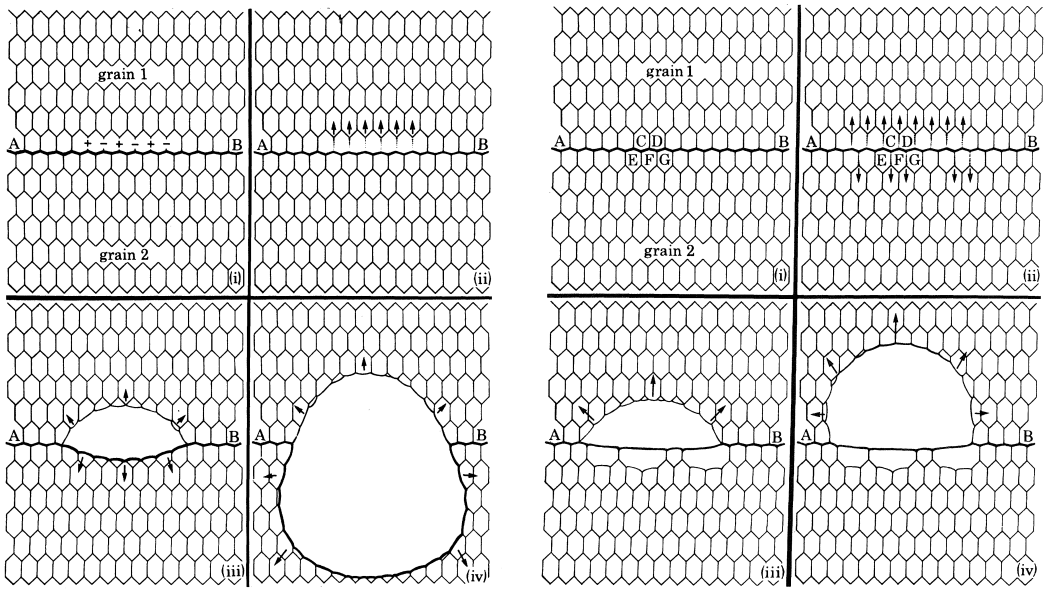


FIGURE 1.11 – Mécanismes de germination en recristallisation par coalescence et croissance de sous-grains a) par migration d'un joint de grains de forte désorientation initialement présente b) par désorientation progressive de la structure de sous-grains [49].

Ce dernier mécanisme s'apparente au phénomène de "Strain induced boundary migration" (SIBM) [41]. Ce phénomène décrit la possibilité de créer un germe recristallisé à partir d'un joint de grain de forte désorientation préexistant dans la microstructure. La migration locale de ce joint de grain est alors expliquée par une forte différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint de grains.

Bay *et al.* [50] ont réalisé des observations en MET destinées à identifier le mode de formation des germes recristallisés. Un recuit de 30 min à 550°C est réalisé sur des échantillons d'aluminium préalablement laminés à des taux de déformation de 5%, 15% et 30%. Après 5% 15%, le mécanisme dominant est identifié comme étant le SIBM. Pour 30%, la coales-

cence de sous-grains prédomine. De plus, il met en évidence l'augmentation du nombre de sites de germination pour des taux de déformation croissants.

Les caractéristiques des deux mécanismes de germination en recristallisation sont résumées dans la table 1.3.

	SIBM	Coalescence de sous-grains
Taux de déformation avant recristallisation	Faible à modéré (<15%)	Elevé
Force motrice	Forte désorientation (initiale) Forte différence d'énergie stockée	Forte désorientation (Coalescence)
Taux de germination	Faible	Elevé
Sites de germination	Inter-granulaire	Inter/Intra-granulaire

TABLE 1.3 – Comparatif des caractéristiques des mécanismes de germination en recristallisation : SIBM et coalescence de sous-grains

On note enfin que pour chacun des deux mécanismes proposés, le germe recristallisé possède une orientation dont l'origine est celle du grain initial. Cependant la présence d'un joint de grains de forte désorientation étant nécessaire à la croissance du germe, l'orientation de celui-ci est, de fait, "fortement désorientée" par rapport à celle du grain d'origine. Certaines études montrent cependant l'existence d'une texture de recristallisation dans le cas de très fortes textures de déformation (ex : laminage).

Watanabe *et al.* [51] proposent une revue des études montrant l'évolution de la proportion de joints de grains spéciaux avec la taille de grains. Un premier exemple fait référence aux observations faites sur un polycristal de molybdène dans lequel les gros grains sont majoritairement entourés de joints de grains généraux. Il donne comme explication possible la création des joints de grains de faible indice de coïncidence lors des premiers stades de recristallisation. Bergen *et al.* montrent la prédominance de joints de grains de type $\Sigma 7$, $\Sigma 11$ et $\Sigma 13$ autour de germes recristallisés d'un monocristal d'aluminium déformé. Watanabe explique un possible changement de désorientation de ces joints de grains spéciaux au cours de leur migration par absorption des dislocations de la matrice déformée. Cette hypothèse est confortée par l'évolution de la fraction de joints de grains spéciaux avec la taille de grains observée dans plusieurs études. La figure 1.12 rassemble les données issues de ces différentes études. Les séries de points obtenues sont encadrées par la fraction théorique de joints de grains spéciaux calculée dans un polycristal aléatoire et deux lois empiriques du

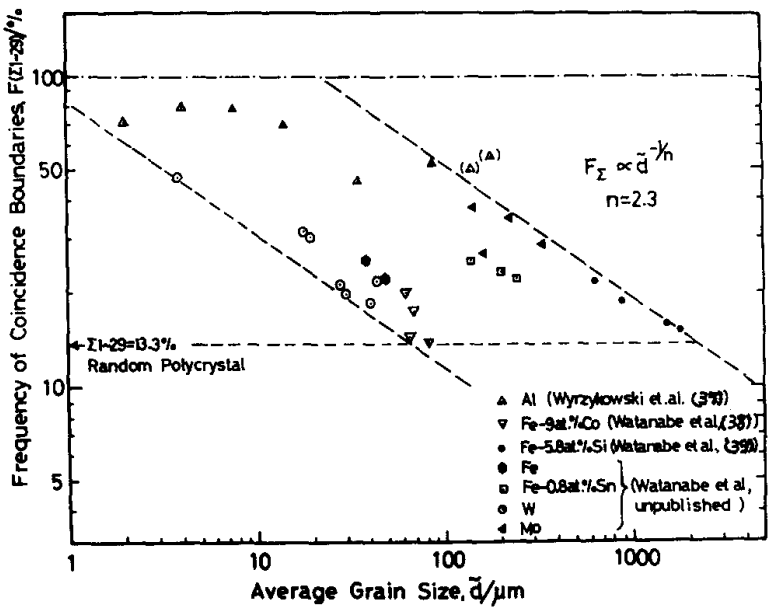


FIGURE 1.12 – Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux en fonction de la taille de grain [51]

type $f_\Sigma = d^{-1/n}$ avec n=2 et n=3.

❋ Mécanismes de création des parois de macle

Dans les alliages à faible énergie de faute d'empilement, le maclage semble être le phénomène majoritaire dans la génération de joints de grains spéciaux d'indice de coincidence $\Sigma 3^n$ [52].

Les parois de macle sont des défauts plans du cristal, caractérisées par une désorientation du réseau de 60° autour d'un axe $< 111 >$. Leur aspect plan est dû à la cohérence dans la séquence d'empilement qui n'entraîne pas de volume libre à l'interface ou de distorsion du réseau. Leur observation dans une coupe métallographique 2D fait apparaître différentes morphologies. La figure 1.13, illustre les quatre formes prises par les parois de macle.

La terminologie couramment utilisée pour décrire les morphologies des parois de macle est : la paroi de macle simple (a), la macle (b), la macle incomplète (c) et la macle centrale (d). Dans les deux derniers les parois de macle parallèles sont reliées par un joint de grains non-cohérent dont la désorientation est cependant de type $\Sigma 3$ (noté $\Sigma 3_{inc.}$). Il convient de souligner qu'une même macle de recuit peut donner lieu à ces quatre morphologies selon le plan de la coupe métallographique [9].

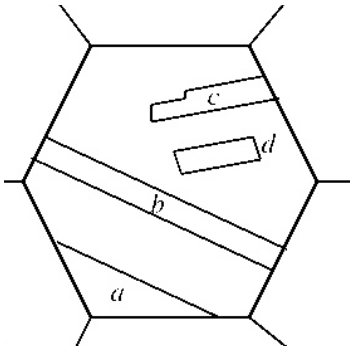


FIGURE 1.13 – Différentes morphologies des parois de macle dans une coupe métallographique [9].

Les mécanismes de formation de parois de macle de recuit a été l'objet de recherches intensives depuis plus de cinquante ans [9, 53–60]. Les divers modèles proposés peuvent être regroupés en deux mécanismes : le maclage par rencontre de grains et par accident de croissance. Dans le premier, la paroi de macle est formée par la rencontre de deux grains indépendants ayant initialement la désorientation d'une macle [9]. La probabilité qu'un tel événement intervienne est trop faible pour produire le nombre de parois de macle observé expérimentalement. Dans les modèles d'accident de croissance, les parois de macle sont formées au cours de la migration d'un joint de grains par accident dans la séquence d'empilement des atomes. Deux principales approches pour la formation de la faute d'empilement sont proposées.

La première est intitulée maclage par accident de croissance ("Grain growth accident"). Ce modèle initialement proposé par Carpenter et détaillé par Gleiter [53, 60, 61], explique la formation d'une paroi de macle dans un grain en croissance entrainant une diminution de l'énergie d'interface. La figure 1.14 montre la séquence de formation d'une paroi de macle par accident de croissance. La formation de deux parois de macle parallèles est stable si l'inéquation suivante est respectée :

$$\gamma_{ab}A_{ab} + \gamma_{ac}^{'}A_{ac}^{'} + \gamma_{bc}^{'}A_{bc}^{'} < \gamma_{ac}A_{ac} + \gamma_{bc}A_{bc} \tag{1.12}$$

où γ_{ij} est l'énergie d'interface du joint de grains ij et A_{ij} son aire. Les primes ($'$) désignent les énergies après la désorientation locale due à la présence de la paroi de macle.

Remarquons que ce modèle n'est pas suffisant pour expliquer les 4 types de morpholo-

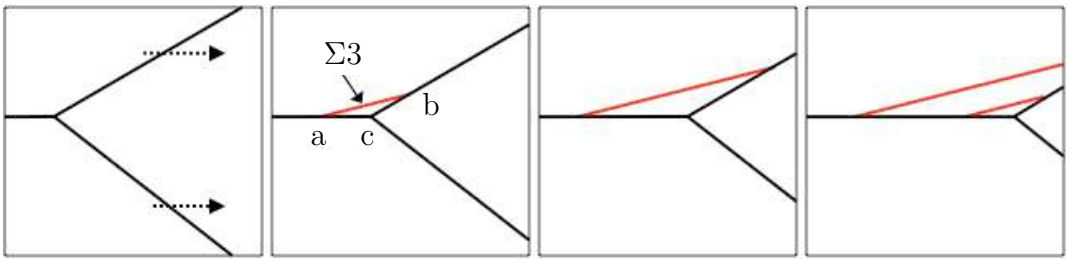


FIGURE 1.14 – Formation de deux parois de macle parallèles par accident de croissance successifs.

gies, notamment du fait de son incapacité à justifier la formation des macles incomplètes.

Le second mécanisme est intitulé mécanisme de Dash et Brown [58]. Dans ce modèle, la formation d'une macle est également associée à la migration d'un joint de grains. Il explique la formation d'un paquet de fautes d'empilement qui s'unissent pour former une paire de parois de macle parallèles. La figure 1.15 montre la séquence menant à une macle incomplète par migration d'un front non-cohérent Σ3 dans le grain recristallisé.

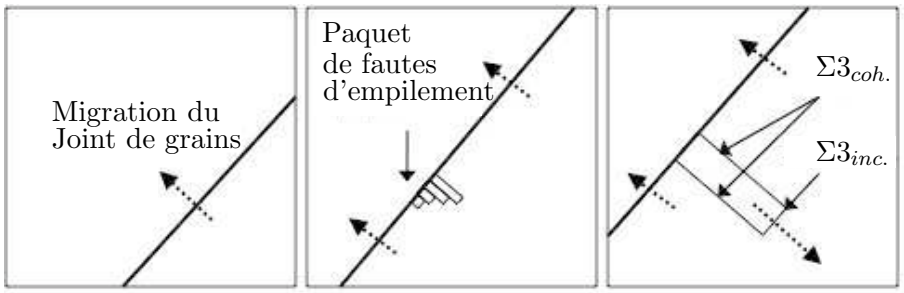
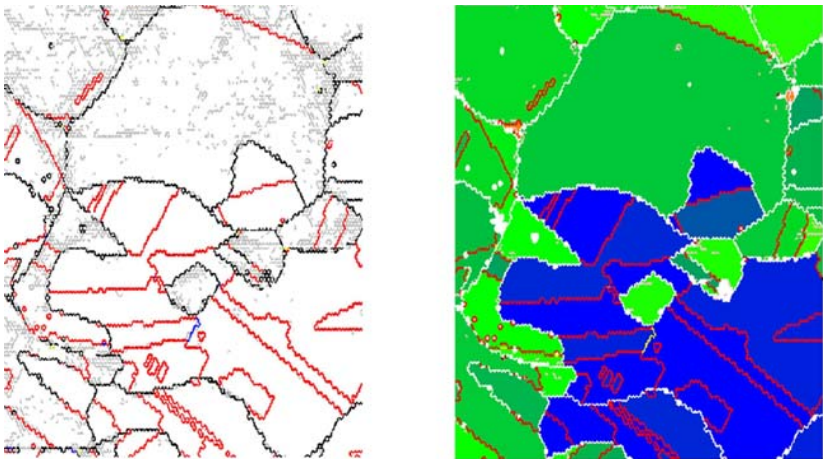


FIGURE 1.15 – Formation d'une macle incomplète par le mécanisme de Dash and Brown [58].

Aucun modèle existant ne peut entièrement expliquer tous les types de morphologies observés expérimentalement. Meyers [9] suppose que la présence de parois de macle parallèles peut s'expliquer par des accidents survenus sur des fronts de croissance préférentiellement orientés. L'hypothèse principale de ce modèle de croissance est que les accidents apparaissent dans la partie du joint de grains où l'un des plans {111} est tangent au front de croissance.

Une étude de Mahajan *et al.* [56] montre l'influence de la température sur la proportion de parois de macle dans de nombreux alliages. Il apparaît que le nombre de parois de macle de recuit augmente avec la température. L'auteur explique cette tendance par



a) b)

FIGURE 1.16 – Exemple de fraction recristallisée fortement maclée a) identification des sous-joints (gris), des parois de macle (rouges) et autres joints spéciaux (bleu) et b) repérage de la zone recristallisée (bleu) dans la microstructure écrouie (vert) (critère de mosaicité d'orientation des grains) [62].

l'augmentation de la vitesse globale de migration des joints de grains.

Xia *et al.* [62] illustrent le phénomène de maclage en recristallisation en réalisant une cartographie d'orientation par EBSD sur une zone partiellement recristallisée d'un alliage Inconel 690. Afin d'identifier les zones de grains recristallisés, un critère sur la mosaïcité d'orientation au sein de chaque grain est utilisé. La figure 1.16 illustre le maclage dans les grains recristallisés en croissance (en bleu dans la figure 1.16b)) dans la microstructure écrouie (en vert dans la figure 1.16b)). Les grains de la microstructure écrouie se caractérisent par la présence importante de sous-joints (en gris dans la figure 1.16a)) responsable de la forte mosaïcité d'orientation. On note la présence de joints de grains spéciaux (en bleu dans la figure 1.16a)) assurant la connectivité entre les parois de macle dans la zone recristallisée. L'ensemble des grains interconnectés par ces joints spéciaux sont appelés domaines "multimaclés". Ces domaines sont définis comme des amas de grains interconnectés par des joints de grains de type $\Sigma 3^n$ et sont largement observés expérimentalement dans les alliages à faible énergie de faute d'empilement.

❉ Multi-maclage : formation des joints de grains de type $\Sigma 3^n$

Un premier modèle proposé par Randle *et al.* [63] tente d'expliquer la création de "maclage secondaire" par migration de joints de grains. Ce modèle, intitulé "Σ3 regeneration

model", est présenté dans le schéma de la figure 1.17. Dans son schéma, l'auteur fait l'hypothèse que la rencontre des grains maclés A et B (A' et B' étant les parties maclées) entraîne l'apparition d'un joint de grains de type Σ3 et, selon la règle de combinaison 1.5, celle d'un second joint de grains Σ9. Les grains A et B n'ayant au départ aucune relation particulière de désorientation, la formation de tels types de joints de grains est très hypothétique. Ce modèle ne peut pas être considéré comme un mécanisme permettant la création d'importantes proportions de joints de grains $\Sigma 3^n$ [64].

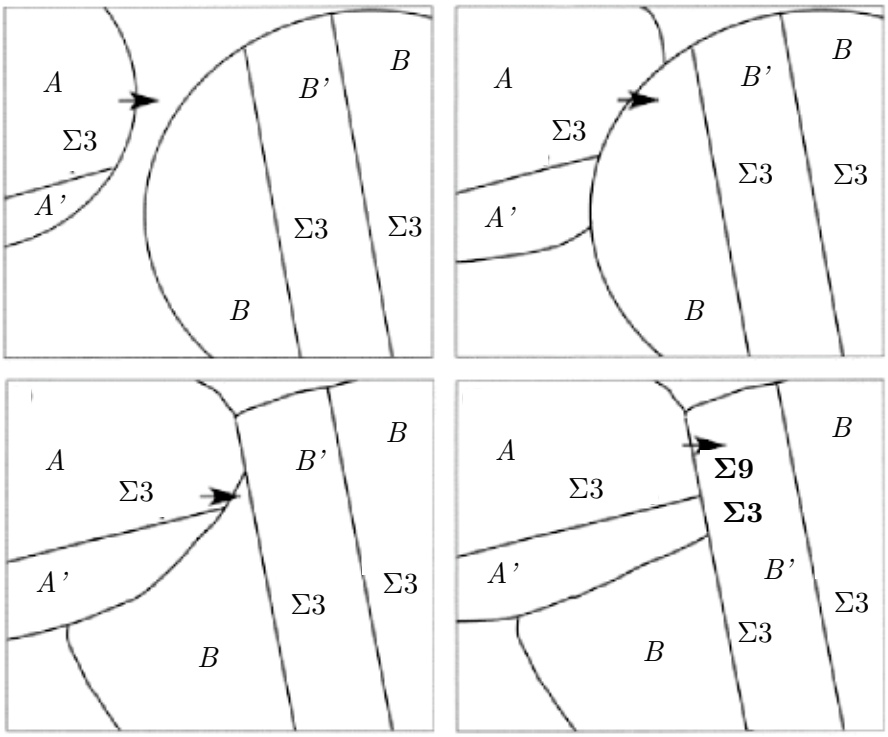


FIGURE 1.17 – Mécanismes de formation de joints de grains $\Sigma 3^n$ par " Σ3 Regeneration model" [63].

Wang *et al.* [65] proposent un second modèle intitulé "twin induced GBCD optimization" (fig. 1.18). Ce modèle fait intervenir la migration de joints de grains Σ3 incohérents de part et d'autre d'un joint de grains. Comme dans le modèle "Σ3 regeneration" de Randle, la formation d'un joint de grains de type Σ9 reste hypothétique.

Nous proposons une explication alternative pour la génération de domaines multimaclés lors de la croissance d'un grain. Une paroi de macle peut être créée pendant la migration d'un joint de grains par une faute accidentelle dans l'empilement de l'un des quatre plans {111} du cristal.

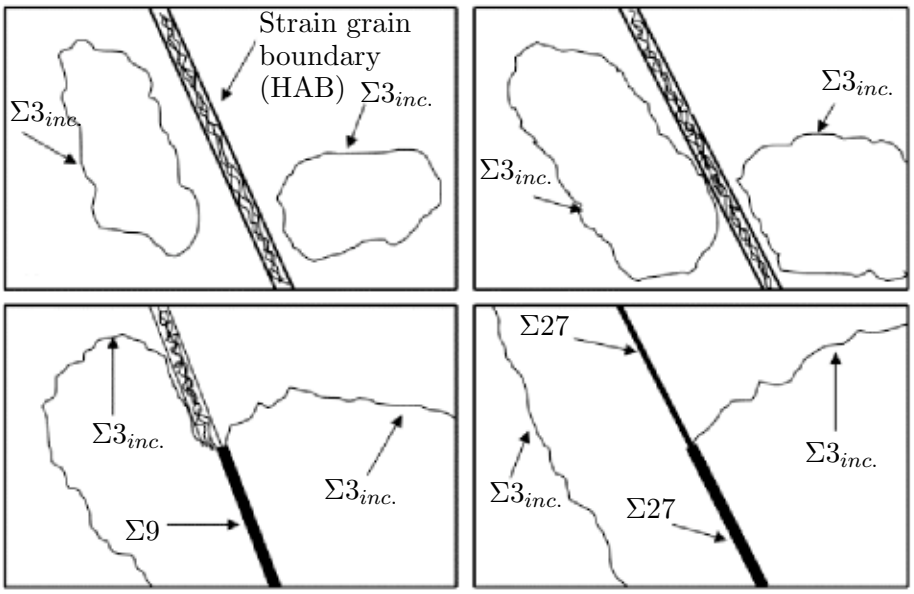


FIGURE 1.18 – Mécanismes de formation de joints de grains $\Sigma3^n$ par "Twin induced GBCD optimization" [65].

Si deux parois de macles sont créées successivement dans le même plan, elles constituent ensemble une macle complète et la rencontre de ces interfaces est géométriquement impossible.

Si deux parois de macle sont générées sur deux plans {111} distincts, la réunion des deux interfaces est géométriquement possible au cours de la croissance du grain. Cette rencontre engendre nécessairement la création d'un joint de type $\Sigma9$ ($\Sigma3^2$) conformément à la règle de combinaison de l'équation 1.5. Ce nouveau joint de grains est non-cohérent et donc de mobilité non-nulle. La séquence conduisant à la formation d'un joint de grains $\Sigma9$ est illustrée dans la figure 1.19.

Si une paroi de macle est formée dans l'un des deux nouveaux "grains" séparés par le nouveau joint de grains (en vert dans la figure 1.19d), une nouvelle interface est alors créée. Cette interface peut alors prendre un caractère différent selon le plan {111} de la paroi de macle. Dans un premier cas, le joint de grains formé est d'un ordre supérieur ($\Sigma27$) conformément à la règle de combinaison de l'équation 1.6. Dans un second cas, il est d'ordre inférieur ($\Sigma3$) conformément à la règle de combinaison de l'équation 1.7. Dans le dernier cas, le nouveau joint de grains $\Sigma3$ n'a aucune raison d'avoir le caractère cohérent d'une paroi de macle.

Ce mécanisme est basé sur l'effet de la migration d'un joint de grains lors de la croissance

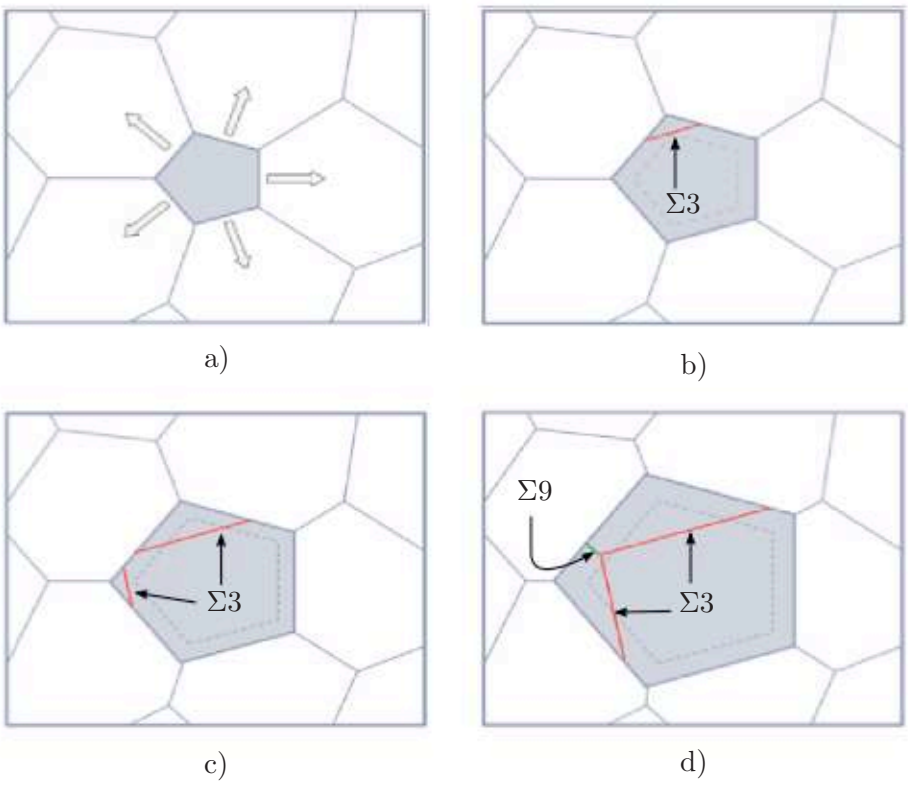


FIGURE 1.19 – Maclage multiple par accidents de croissance successifs : a) croissance d'un germe recristallisé dans la matrice écrouie ; b) création par accident de croissance d'une paroi de macle dans un des plans {111} ; c) creation d'une seconde paroi de macle dans un plan (111) différents ; d) rencontre des deux parois de macle et création d'un joint de grains de type Σ9.

d'un grain maclé ou en cours de maclage. Ainsi, ce modèle semble être transposable à toute transformation microstructurale impliquant la migration d'un joint de grains autre que la recristallisation. Il n'est donc pas impossible qu'un tel mécanisme intervienne dans l'augmentation de la proportion de joints de grains spéciaux observée lors des traitement d'ingénierie des joints de grains ne faisant pas intervenir de recristallisation.

Enfin, Palumbo *et al.* ont établi, sur la base des règles de combinaison des Σ, une limite de proportion de joints de grains de type Σ3 dans une microstructure [66, 67]. Ils montrent ainsi que leur proportion en nombre ne peut pas être supérieure à 2/3 de la totalité des joints de grains d'une microstructure.

1.2.3 Effet de l'ingénierie des joints de grains sur les propriétés mécaniques

Les sollicitations en service que subissent les disques de turbine, outre la traction entraînée par la force centrifuge, sont de type fatigue et/ou fluage selon la zone du disque. En effet dans la zone périphérique du disque les températures en service sont les plus élevées (>600°C) et le fluage joue un rôle significatif dans l'endommagement du matériau. Dans la zone centrale du disque (proche du moyeu), plus froide (450 - 550°C), l'endommagement résulte essentiellement des efforts de traction et des sollicitations cycliques.

❉ Propriétés en fluage des alliages pour disques

À haute température et à contrainte modérée (très inférieure à la limite d'élasticité) la déformation plastique accompagnant le fluage se manifeste par un glissement aux joints de grains assistée par diffusion ("Coble creep"). Lorsque la contrainte augmente (toujours au dessous de la limite d'élasticité) le fluage dit "fluage-dislocation" devient prépondérant par rapport au "fluage diffusion" précédemment cité. La déformation s'opère par glissement de dislocations dans le volume du grain et par montée des dislocations lorsque la température est suffisamment élevée.

En fluage, il est "avantageux" d'avoir le moins de joints de grains possible. La tenue au fluage est une des propriétés que l'on attribue aux monocristaux pour les faibles contraintes ("fluage diffusion"). Pour augmenter la tenue au fluage d'un alliage polycristallin, on cherchera à réduire la surface des joints de grains et donc à faire grossir la taille de grains [68].

❉ Propriétés en fatigue des alliages pour disques

Dans le cas des disques de turbine, la sollicitation en fatigue qui domine lors de la mise en service est de type oligocyclique [69]. En fonctionnement, la contrainte en tout point du disque doit rester inférieure à la limite d'élasticité ; si la limite d'élasticité est dépassée la déformation plastique peut entraîner l'amorçage d'une fissure. Plus la limite d'élasticité est élevée plus la durée de vie en fatigue sera élevée pour une contrainte maximale donnée. A l'inverse du fluage, une taille de grains faible est alors à privilégier. L'amorçage d'une fissure est facilité par la présence de défauts dans l'alliage. Ces défauts peuvent être soit

des inclusions, soit une hétérogénéité locale de la taille de grains (*i.e.* un gros grain dans une population de petits grains). Dans un alliage élaboré par métallurgie des poudres, l'homogénéité de la taille des grains est contrôlée. L'amorçage est alors souvent dû à la présence de particules céramiques issues du creuset de fusion avant atomisation. Selon la localisation de ces défauts locaux l'amorçage est soit inter-granulaire soit intra-granulaire ; ce dernier type étant le plus critique. La propagation des fissures ainsi amorcées se déroule dans la majorité des cas le long des joints de grains [70].

La résistance de l'alliage face à un effet couplé de la fatigue et du fluage est également souhaitée. En effet, la présence d'un maintien en charge pendant les cycles de fatigue entraîne une augmentation drastique de la vitesse de propagation et donc une réduction de la durée de vie. Ce type de sollicitation est très sensible aux effets d'environnement [71–73].

❊ Effet de l'ingénierie des joints de grains (IJG)

La résistance du réseau de joints de grains joue donc un rôle essentiel dans la réponse aux sollicitations en service des disques de turbines. Un ensemble d'études s'intéresse à l'effet des traitements d'ingénierie des joints de grains sur la tenue mécanique des alliages. Palumbo *et al.* [74] réalisent une revue des effets constatés sur la tenue à corrosion, à la fatigue et au fluage. La figure 1.20 représente deux micrographies optiques obtenues après exposition à une attaque corrosive (ASTM28) d'un alliage à base de nickel (Alloy 800) élaboré de manière standard puis ayant subit un traitement d'ingénierie des joints de grains. L'alliage ayant subi un traitement d'IJG semble ne pas se dégrader alors que les joints de grains de l'alliage de référence sont majoritairement creusés par l'attaque. La figure 1.21a) montre l'évolution de la déformation au cours du temps pendant un essai de fluage à 800°C et 68 MPa pour un superalliage (V-57) avec et sans traitement d'IJG. Alors que l'alliage se déforme de façon importante puis rompt pour l'alliage classique, l'alliage IJG subit une déformation moindre qui n'aboutit pas à la rupture. Enfin, la figure 1.21b) représente le nombre de cycles à rupture suite à un essai de fatigue sur deux superalliages (V-57 et Alloy 738) à température ambiante avec une amplitude de contrainte de 275 MPa et un rapport de charge R de 0,7. Le matériaux "traité IJG" a pour les deux matériaux une durée de vie supérieure.

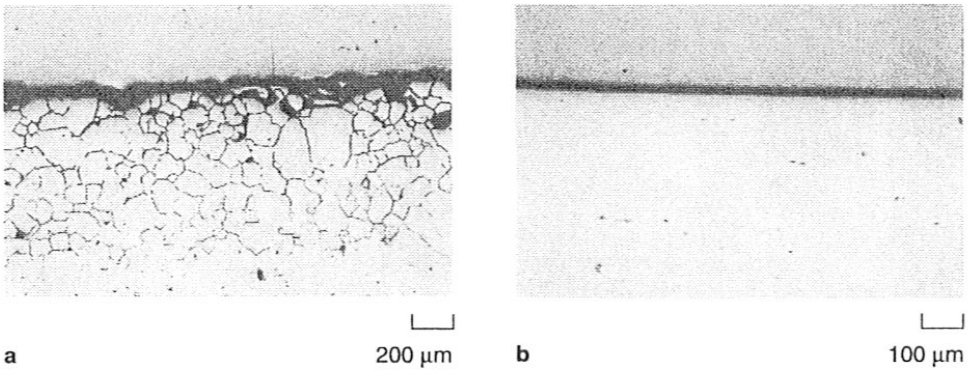
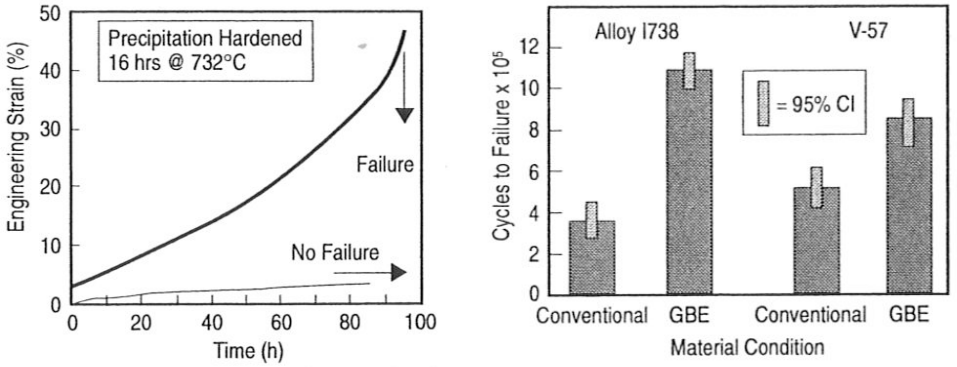


FIGURE 1.20 – Micrographies optiques obtenues après exposition à une attaque corrosive (ASTM28) d'un alliage à base de nickel (Alloy800) a) élaboré de manière classique et b) ayant subit un traitement d'ingénierie des joints de grains (non-précisé) [74].



a) b)

FIGURE 1.21 – Comparaison du comportement d'un superalliage (V-57) avec et sans traitement d'ingénierie de joints de grains lors d'essais mécaniques ; a) Evolution de la déformation au cours du temps pendant un essai de fluage à 800°C et 68 MPa et b) Nombre de cycles à rupture suite à un essai de fatigue à température ambiante avec une amplitude de contrainte de 275 MPa et un ratio R de 0,7 (fréquence non-précisée) [74].

1.3 Traitements thermo-mécaniques au cours du forgeage

L'objectif de la présente étude est d'adapter les méthodes d'ingénierie des joints de grains à la mise en forme par forgeage des disques de turbines en superalliage à base de nickel. Le point commun entre le procédé de forgeage et les traitements d'IJG est la succession d'étapes de déformation et de traitements thermiques. Dans les études d'IJG, les passes de déformation sont réalisées à température ambiante et à des taux de déformation modérés (<20%). Les hautes températures ne sont utilisées que lors des traitements thermiques. Lors du forgeage des disques, les déformations sont réalisées à très haute température pour des raisons de formabilité des matériaux à de très forts taux de déformation (>100%). De ce fait, les phénomènes détaillés dans le paragraphe 1.2.2 ne peuvent pas être directement transposés au forgeage. En effet, les déformations étant réalisées à très haute température, un ensemble de phénomènes dynamiques sont alors mis en jeu (restauration, recristallisation dynamique, superplasticité).

1.3.1 Elaboration et caractéristiques des superalliages à base de nickel

Les compositions et les méthodes d'élaboration conditionnent l'état microstructural des matériaux destinés à être forgés. Les deux matériaux utilisés dans cette étude sont nommément les superalliages à base de nickel Udimet 720 (U720) et N19.

❊ Elaboration des billettes

Les conditions d'élaboration avant forgeage jouent un rôle prépondérant dans l'homogénéité initiale de composition et de microstructure de l'alliage. Les deux superalliages étudiés sont réalisés par deux voies d'élaboration différentes.

L'U720 est préparé par voie conventionnelle, avec une élaboration par triple fusion, une coulée en lingot d'alliage et une transformation en billette par corroyage.

Le N19, nouvelle nuance d'alliage, est le résultat d'une étude menée conjointement par Snecma, le Centre des Matériaux et l'Onera, qui a abouti au dépôt d'un brevet. Cet alliage est élaboré par métallurgie des poudres (MdP). Dans un premier temps, le métal liquide est rapidement solidifié sous forme de fines particules constituant des poudres qui sont ensuite consolidées par compaction isostatique à chaud et/ou filage sous forme de billettes. Cette

voie d'élaboration permet la mise au point de nuances plus chargées en éléments d'alliage.

❉ Compositions

Le tableau 1.22 donne les compositions (% massique) des superalliages N19, N18 et U720.

	N19	N18	U720
C	0,02	0,02	0,05
Cr	13,3	11,5	18,0
Mo	4,90	6,5	3,0
Ti	3,89	4,3	4,8
Co	11,92	15,5	14,8
Al	2,53	4,3	2,4
Hf	0,23	0,5	-
B	-	0,015	0,040
Ni	Bal.	Bal.	Bal.
Zr	0,07	-	0,03

FIGURE 1.22 – Compositions (% massique) des superalliages N19, N18 et U720.

❉ Microstructure initiale

Les superalliages à base de nickel sont constitués d'une matrice γ à base de nickel, solution solide de structure cubique à faces centrées, renforcée par une dispersion de précipités durcissants de phase γ' du type Ni_3Al [75].

Les précipités γ' situés aux joints de grains sont appelés γ' primaires. On distingue ensuite deux populations de précipités γ' intra-granulaires en fonction de leur taille : les précipités γ' secondaires possèdent un diamètre compris entre 70 nm et 120 nm et les précipités γ' tertiaires entre 15 nm et 50 nm (cf. figure 1.23).

Du fait des différences de procédés d'élaboration utilisés, la dispersion des précipités dans les deux alliages est très différente. L'alliage N19 possède une taille de grains très homogène corrélée à la taille des poudres utilisées pour la compaction. Cette homogénéité se retrouve également dans la dispersion de la précipitation de la phase γ'.

A l'inverse, l'alliage U720 possède une grande hétérogénéité tant au niveau de la taille de grain que de la précipitation. En effet, les hétérogénéités chimiques pouvant apparaître lors de la coulée du lingot ne sont pas entièrement effacées par les refusions.

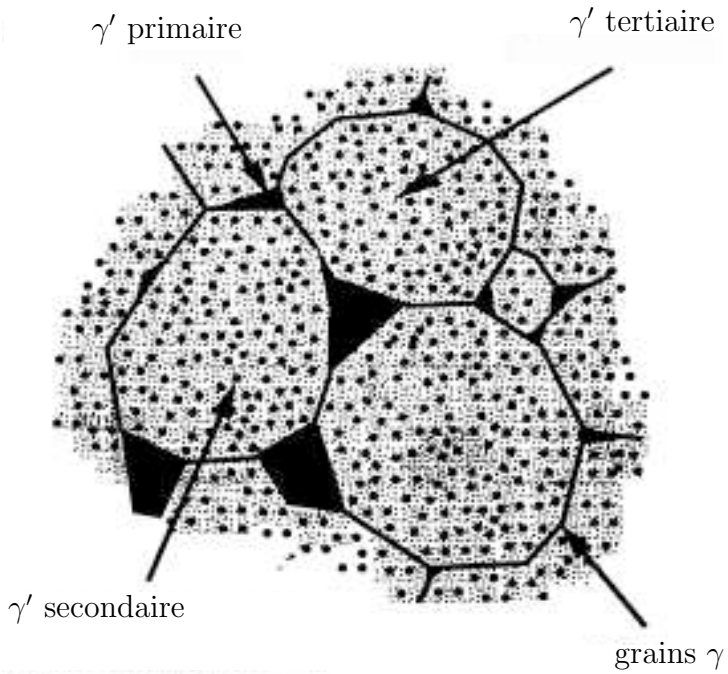


FIGURE 1.23 – Schéma de la précipitation de la phase γ' [75].

1.3.2 Procédé standard de forgeage

D'une manière générale, le procédé de forgeage implique la déformation à haute température du superalliage dans le but de lui donner la forme et les caractéristiques microstructurales souhaitées. Classiquement, le forgeage consiste en un écrasement de la billette initiale jusqu'au taux de déformation souhaité. Cet écrasement est réalisé à température et à vitesse de déformation fixées.

❋ Etape de réduction d'épaisseur

Dans un premier temps, les conditions de réduction d'épaisseur pour passer de la billette au galet forgé doivent respecter les limites de "forgeabilité". La forgeabilité se caractérise par la capacité d'appliquer le taux de déformation voulu en évitant la création de défauts internes (cavités) ou surfaciques. Elle est donc liée à la ductilité et à la contrainte d'écoulement de l'alliage dans les conditions de forgeage. Les paramètres influant sur ces propriétés sont la température, la vitesse de déformation et le taux de déformation appliquées lors d'une "passe" de forgeage. On appelle "passe" un écrasement continue de la billette.

Lors de l'écrasement, d'importantes différences de déformation locale apparaissent dans

le galet. Ces hétérogénéités proviennent du refoulement de la matière sous les tas de la forge. Pour illustrer cet aspect, la figure 1.24 montre la répartition des déformations locales dans un galet de N19 obtenues par un calcul éléments finis réalisé avec le logiciel Forge[3].

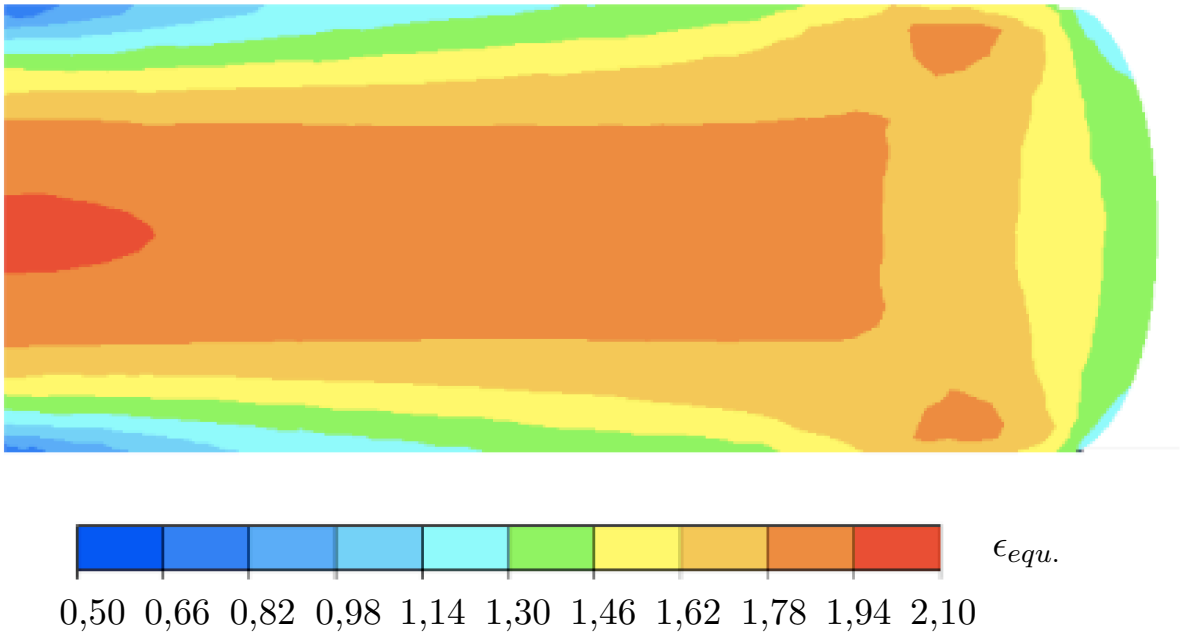


FIGURE 1.24 – Cartographie en déformation équivalente issue des simulations de forgeage sur billette de N19 (ref. N19 C8168-D). Déformation macroscopique ϵ=1,65 (source : SNECMA).

Selon les paramètres de forgeage choisis dans la limite de forgeabilité de l'alliage, différents mécanismes physiques peuvent intervenir au cours d'une passe. Au delà du respect de la forgeabilité de l'alliage, une exigence supplémentaire peut exister concernant la microstructure résultant de l'étape d'écrasement. En effet, la taille, la forme, l'orientation et l'état d'écrouissage des grains sont très variables selon les mécanismes physiques (plasticité, recristallisation dynamique, superplasticité). Ces phénomènes sont détaillés dans le paragraphe 1.3.3.

L'alliage U720 est déformé par forgeage classique pendant la température du galet n'est pas maintenue. Pour les alliages MdP tels que N18 et N19, le forgeage est isotherme et s'opère à de faibles vitesses de déformation. Aux faibles vitesses de déformation ($<5.10^{-3}s^{-1}$), l'alliage N18 présente un comportement superplastique [76, 77].

❋ Traitements thermiques après déformation

Les traitements thermiques réalisés après forgeage consistent en une remise en solution et un revenu. La remise en solution, si elle est réalisée à une température inférieure à la température de dissolution des γ' primaires, est qualifiée de "sub-solvus". La remise en solution "super-solvus" est réalisée à une température supérieure à la température de dissolution des γ' primaires. Pour les alliages étudiés, la température de dissolution des γ' primaires est la suivante :

- T_S=1155°C pour l'U720,
- T_S=1195°C pour le N18,
- T_S=1145°C pour le N19.

L'alliage U720 forgé est souvent soumis à deux types de traitements thermiques standards, un traitement sub-solvus appelé "High Strength" (HS) et un traitement super-solvus appelé "Creep Resistant" (CR).

Le traitement thermique HS est constitué d'une mise en solution de 4h à 1110°C suivi d'une trempe à l'huile, puis de deux vieillissements successifs de respectivement 24h à 650°C et 16h à 760°C chacun suivi d'un refroidissement à l'air. Le traitement thermique CR est constitué de deux paliers de mise en solution de 4h aux températures respectives de 1170°C et 1080°C chacun suivi d'un refroidissement à l'air. S'en suit deux vieillissements successifs de respectivement 24h à 845°C et 16h à 760°C chacun suivi d'un refroidissement à l'air [78].

L'alliage N18 forgé est soumis à un traitement thermique sub-solvus. Un traitement super-solvus sur cet alliage entraîne une croissance de grain non-contrôlée. L'alliage N19 permet cependant l'utilisation d'un tel traitement du fait de la présence à la surface des particules de poudre de carbures de type MC ancrant les joints de grains en l'absence des précipités γ' primaires (dans la limite de taille des particules de poudre).

❋ Microstructure "standard" des superalliages forgés

La microstructure de l'Udimet 720 après forgeage et recuit est caractérisée par une taille de grains très hétérogène. Cette hétérogénéité se manifeste par la présence de bandes alternées de gros et petits grains. A l'origine de ces bandes sont les variations dans la distribution spatiale des précipités γ' primaires due à une hétérogénéité chimique initiale du lingot refondu.

Les alliages MdP permettent, du fait de leur homogénéité chimique initiale, l'obtention de microstructure à taille de grains très homogène. Avant tout traitement de croissance, les grains de l'alliage forgé ont une taille de 10 à 20 μm.

La taille des précipités γ' secondaires à l'issue du traitement de remise en solution est toujours dépendante de la vitesse de refroidissement. Pour N18 par exemple, un refroidissement à 65°C/min donne lieu à des précipités de 0,30 μm alors qu'un refroidissement à 170°C/min donne lieu à des précipités 0,20 μm [79].

1.3.3 Mécanismes de déformation au cours du forgeage

Pour certains matériaux tels que les alliages à base de nickel élaborés par métallurgie des poudres et dans certaines conditions de sollicitation, la déformation peut se produire par superplasticité. Cette tendance est due à la présence d'une structure biphasée à grains fins [80]. En superplasticité, l'accommodation du matériau à la déformation se fait par un ensemble de mécanismes se déroulant essentiellement aux joints de grains comme du glissement ou de la diffusion [81]. De ce fait, la superplasticité se distingue d'une déformation par plasticité des grains.

Au cours du forgeage, le matériau peut atteindre un niveau d'écrouissage critique des grains au-delà duquel la recristallisation dynamique ou méta-dynamique peut être déclenchée. La valeur de cette déformation critique est fonction des conditions de forgeage en termes de température et de vitesse de déformation.

❉ Déformation par plasticité des grains

Les phénomènes accompagnant la déformation d'un matériau polycristallin sont nombreux et font appel à des théories associées à des échelles multiples. On se contentera dans ce paragraphe de rappeler les phénomènes physiques principaux qui accompagnent la plasticité d'un assemblage de cristaux.

La déformation d'un agrégat de cristaux est le résultat de la plastification de chacun des cristaux qui le constituent. La déformation au sein de chaque cristal résulte des déformations que lui communiquent les grains auxquels il est lié. Pour comprendre la plasticité d'un ensemble de grains, il est nécessaire de connaître les mécanismes accompagnant la

déformation de chaque cristal individuellement.

Jusqu'aux températures moyennes, la déformation d'un cristal de manifeste par la création et le glissement des dislocations ainsi que leurs interactions. On distingue les dislocations mobiles des dislocations de la forêt. Lors de la déformation, une dislocation mobile peut être éliminée soit en rencontrant une surface extérieure du cristal soit en s'annihilant par la rencontre d'une dislocation de signe opposé. Cette élimination étant incomplète, un stockage important de lignes de dislocations immobiles a lieu. Ces dislocations ont une grande influence sur le processus de déformation car elles constituent des obstacles au mouvement des dislocations mobiles.

A plus haute température, la diffusion peut être activée et permettre la restauration dynamique du cristal par la montée des dislocations de la forêt. Ce phénomène a pour effet de limiter la densité de dislocation dans un grain à une valeur maximale.

Le mouvement des dislocations au sein d'un cristal se fait dans des systèmes de glissement donnés selon la structure cristallographique du matériau. Dans le cas des métaux CFC, la direction de glissement est <011> et les plans de glissement sont du type {111}. Il y a alors douze systèmes de glissement. La loi de Schmid détermine si un système de glissement dans un monocristal orienté par rapport à une sollicitation est activé ou non. Pour une contrainte donnée, si la contrainte de cisaillement sur un système de glissement dépasse un valeur critique τ_c, le système participe alors à la déformation plastique du monocristal. En déformation uniaxiale, le glissement des dislocations débute lorsque la contrainte imposée σ atteint la valeur critique :

$$\tau_c = F * \sigma_c \tag{1.13}$$

avec F, le facteur de Schmid défini par :

$$F = cos(\lambda) * cos(\phi) \tag{1.14}$$

où λ est l'angle entre la direction de glissement et l'axe de sollicitation et ϕ est l'angle entre la normale au plan de glissement et l'axe de sollicitation.

Cette loi illustre l'influence de l'orientation du cristal par rapport à la sollicitation dans la plastification de celui-ci. La loi de Schmid ne peut pas s'appliquer de manière simple au

polycristal. En effet, la sollicitation d'un grain du polycristal étant induite par la déformation que lui communiquent ses voisins, celle-ci ne peut pas s'apparenter à une traction uniaxiale. Il est pourtant avéré que la présence d'une texture cristallographique entraîne une anisotropie de déformation à l'échelle du polycristal [82].

❉ Déformation par superplasticité

Dans le cas de microstructures à faible taille de grains ($<20\ \mu m$) déformées à des vitesses réduites ($<10^{-3}$), le phénomène de superplasticité peut intervenir. La superplasticité se manifeste par une accommodation de la déformation par glissement inter-granulaire réduisant alors la part de la déformation accommodée par des phénomènes intra-granulaires. Lorsque deux grains glissent l'un par rapport à l'autre le long de leur joint de grains commun, des cavités devraient se former. Cette cavitation est évitée dans le phénomène de superplasticité car ce glissement est accompagné de la migration des joints de grains, la déformation modérée des grains voisins et la diffusion le long du joint de grains. Ce mécanisme est schématisé dans la figure 1.25.

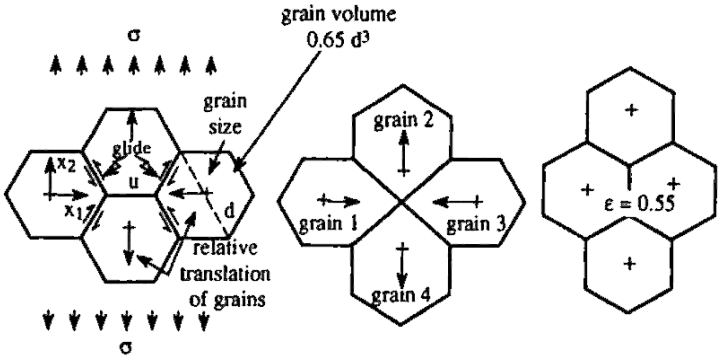


FIGURE 1.25 – Mécanisme élémentaire de déformation par superplasticité [83].

Les propriétés de superplasticité sont parfois exploitées lors du forgeage des superalliages issus de la métallurgie des poudres. En effet, ces alliages ont des tailles de grains réduites, homogènes du fait de leur élaboration, et stables du fait de la présence d'une seconde phase aux joints de grains. On note que la déformation superplastique conserve la forme équiaxe des grains [83]. De plus, le glissement, tel que le décrit le modèle, n'implique aucune rotation et ne modifie pas la nature des joints de grains en présence [84–86].

❊ Recristallisation dynamique

A haute température, et lorsque les taux de déformation deviennent élevés, une recristallisation peut avoir lieu au cours de la déformation. On parle alors de recristallisation dynamique. Ce phénomène se manifeste par un adoucissement du matériau dû à l'apparition des germes recristallisés. On distingue deux types de recristallisation dynamique. Aux faibles vitesses de déformation et à température élevée, la recristallisation est dites "synchronisée". Celle-ci est caractérisée par des oscillations de la contrainte d'écoulement et est accompagnée d'un grossissement des grains. Pour des vitesses de déformation plus importantes, la recristallisation est caractérisée par une germination "en collier". Ce type de recristallisation se traduit par la présence d'un pic de contrainte unique, sans oscillation et par un affinement du grain [87, 88].

La recristallisation dynamique entre en jeu en même temps que la restauration dynamique. Verlinden *et al.* [89] proposent une illustration de l'évolution de la microstructure selon que le phénomène dominant soit la restauration ou la recristallisation (cf. figure 1.26).

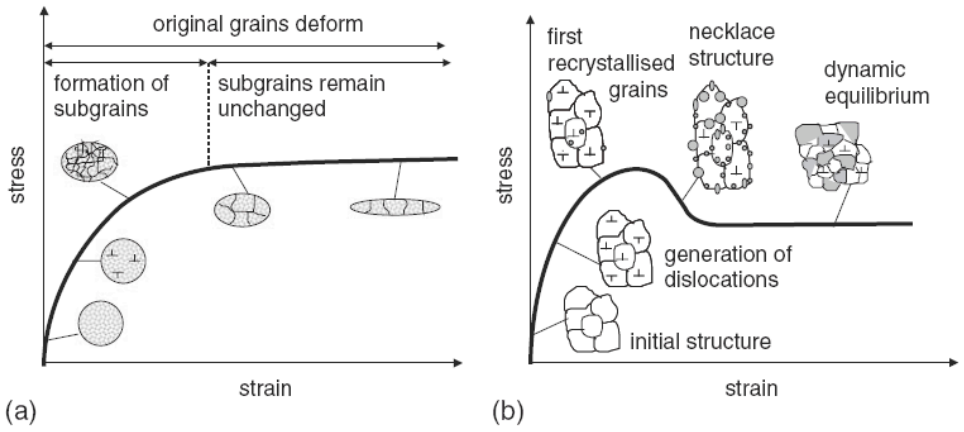


FIGURE 1.26 – Evolution de la microstructure pendant la déformation à haute température : a) d'un matériau subissant une restauration dynamique en collier et b) d'un matériau subissant une recristallisation dynamique [89].

Au cours de la restauration dynamique, bien que les grains initiaux soient de plus en plus déformés, les sous-grains restent plus ou moins équiaxes. Dans les métaux à faible énergie de faute d'empilement tels que les alliages à base de nickel, le processus de restauration est souvent lent et peut laisser place à une accumulation suffisante d'énergie stockée. Une fois

une déformation critique atteinte, des grains dynamiquement recristallisés apparaissent au niveau des joints de grains d'origine (recristallisation discontinue en collier). Plus la déformation est élevée plus les germes recristallisés sont nombreux. Simultanément, les grains, qui avaient déjà recristallisé dans un stade antérieur, sont déformés à nouveau. Après une certaine déformation, un équilibre est atteint. Il s'agit de l'équilibre entre le durcissement dû à l'accumulation de dislocations et l'adoucissement dû à la recristallisation dynamique. La courbe contrainte-déformation atteint alors un palier et la microstructure est constituée d'un assemblage de grains de différentes densités de dislocations. A ce stade, la taille des sous-grains $d_{sous-grain}$ et la taille des grains recristallisés d_{DRX} sont des fonctions croissantes de la température et de l'inverse de la vitesse de déformation. Les deux contraintes d'écoulement suivent une loi de type :

$$\sigma = \sigma_1 + k_1 d_{sous-grain}^{n_1} \tag{1.15}$$

$$\sigma = \sigma_2 + k_2 d_{DRX}^{n_2} \tag{1.16}$$

où σ est la contrainte d'écoulement et σ_1, σ_2, k_1, k_2, n_1, n_2 sont des constantes.

En restauration dynamique et n_1 est proche de 1. k_1 dépend de la composition de l'alliage. En recristallisation dynamique, n_2 est compris entre 0,5 et 0,8. [89].

Pour illustrer ce phénomène, un exemple de courbe caractéristique d'une recristallisation dynamique est présenté figure 1.27a. Il s'agit d'un essai de compression issu d'une étude réalisée par Poelt *et al.* [90] sur un alliage à base de nickel 80A à une vitesse de déformation égale à $10^{-1}s^{-1}$. On observe un pic de contrainte à une déformation d'environ 0,25 suivi d'un adoucissement jusqu'à stabilisation de la contrainte. Un suivi de la recristallisation est réalisé à partir d'essais interrompus pour des conditions identiques de déformation. En utilisant un critère sur la mosaïcité d'orientation dans chaque grain, Poelt *et al.* suivent l'évolution des zones de grains écrouis et recristallisés en fonction de la déformation (figure 1.27). On note que la recristallisation dynamique réduit considérablement la taille de grains. Ce phénomène peut donc être favorable au déclenchement d'un comportement superplastique aux basses vitesses de déformation.

Les vitesses de déformation utilisées pour le forgeage des disques de turbine en super-

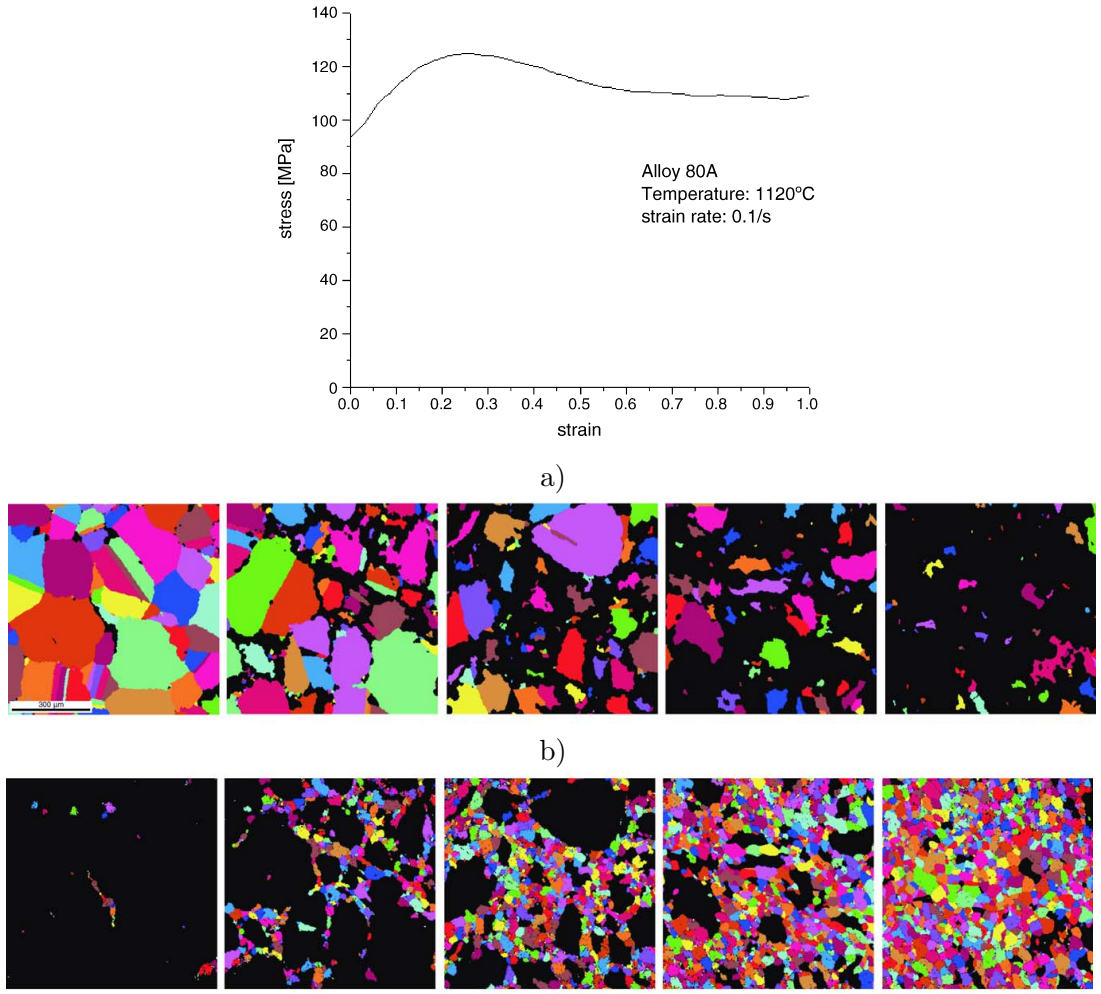


FIGURE 1.27 – a) Courbe contrainte-déformation pour l'alliage 80A et suivi par cartographies EBSD de l'évolution des zones de grains écrouis b) et recristallisés c) pour des taux de déformation croissants de 0,11 - 0,30 - 0,50 - 0,70 et 0,92 [90].

alliage à base de nickel sont généralement plus faibles que celle présentée dans l'exemple précédant. Elles sont de l'ordre de $10^{-2}s^{-1}$ à $10^{-3}s^{-1}$. Pour de telles vitesses, les temps de déformation pour atteindre une déformation de 1 sont plus grands. La recristallisation est un phénomène de diffusion dont la cinétique dépend de la température et de la vitesse de déformation. Ainsi, avec une vitesse de déformation plus faible, les cycles de recristallisation dynamique peuvent être multiples et continues. Mingjie *et al.* ont réalisé des essais de compression à 1050°C sur un superalliage à base de nickel élaboré par métallurgie des poudres [91]. Les courbes contrainte-déformation présentées dans la figure 1.28 montrent que plus la vitesse de déformation est basse, plus l'adoucissement provoqué par la recris-

tallisation dynamique est gommé par le caractère continue du phénomène. Aux vitesses les plus basses, les temps de déformation deviennent tels que des phénomènes de restauration dynamique sont possibles.

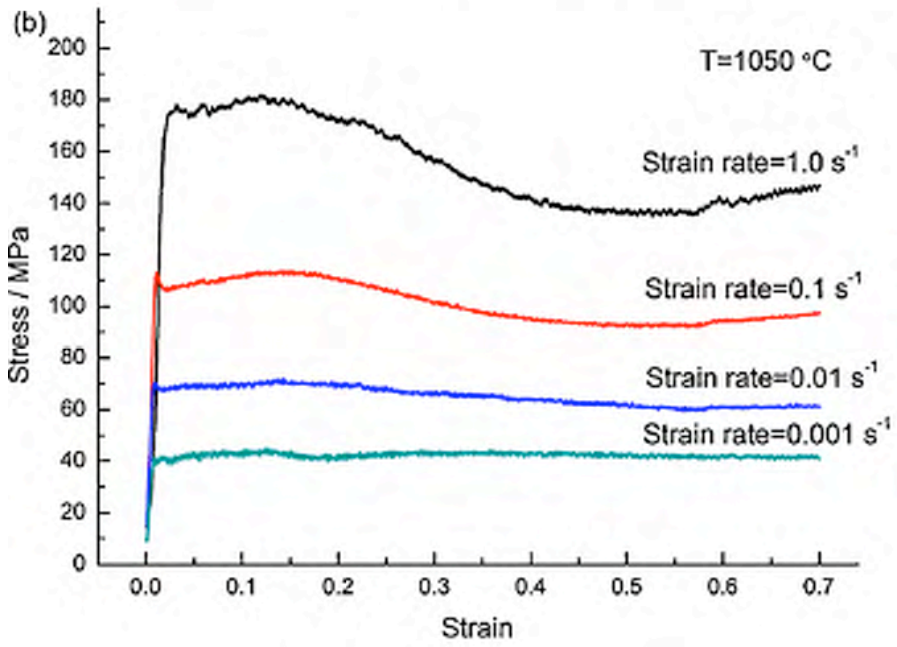


FIGURE 1.28 – Courbes contrainte-déformation issues d'essais de compression sur un superalliage à base de nickel élaboré par métallurgie des poudres à différentes vitesses de déformation à 1050°C [91].

1.3.4 Mécanismes physiques au cours des traitements thermiques

Après déformation, les traitements thermiques peuvent également entraîner des changements microstructuraux susceptibles de modifier le réseau de joints de grains. La précipitation de seconde phase dans les superalliages joue un rôle important dans les cinétiques de migration de joints de grains, soit lors de la croissance normale de grains, soit lors de la germination et de la croissance en recristallisation.

❊ Précipitation et taille de grains

Dans les superalliages à base de nickel étudiés, la taille de grains est en premier lieu conditionnée par la présence des précipités γ' primaires aux joints de grains.

Dans l'alliage U720, une remise en solution "sub-solvus" entraîne la dissolution partielle

des précipités γ' primaires et seuls les précipités γ' intra-granulaires, les plus fins, sont totalement dissous. Les gros précipités γ' primaires situés aux joints de grains sont peu affectés et limitent la croissance des grains par ancrage des joints de grains. Pendant une remise en solution "super-solvus", la majorité des précipités γ' primaires est remise en solution. La croissance des grains est donc rendue possible et peut aboutir à une taille de grain comprise entre 200 μm et 400 μm [78].

Sur le même principe, la croissance de grain dans l'alliage N18 est conditionnée par la présence des précipités γ' primaires. La figure 1.29 illustre l'évolution de la précipitation en fonction de la température et du temps de traitement pour l'alliage N18. A 1160°C, on observe une fraction surfacique importante de γ' primaires limitant la taille de grains. A 1195°C une partie de γ' primaires est dissoute permettant une légère croissance de grains. Au delà de cette température la quasi-totalité des γ' primaires est dissoute entraînant une importante augmentation de la taille de grains.

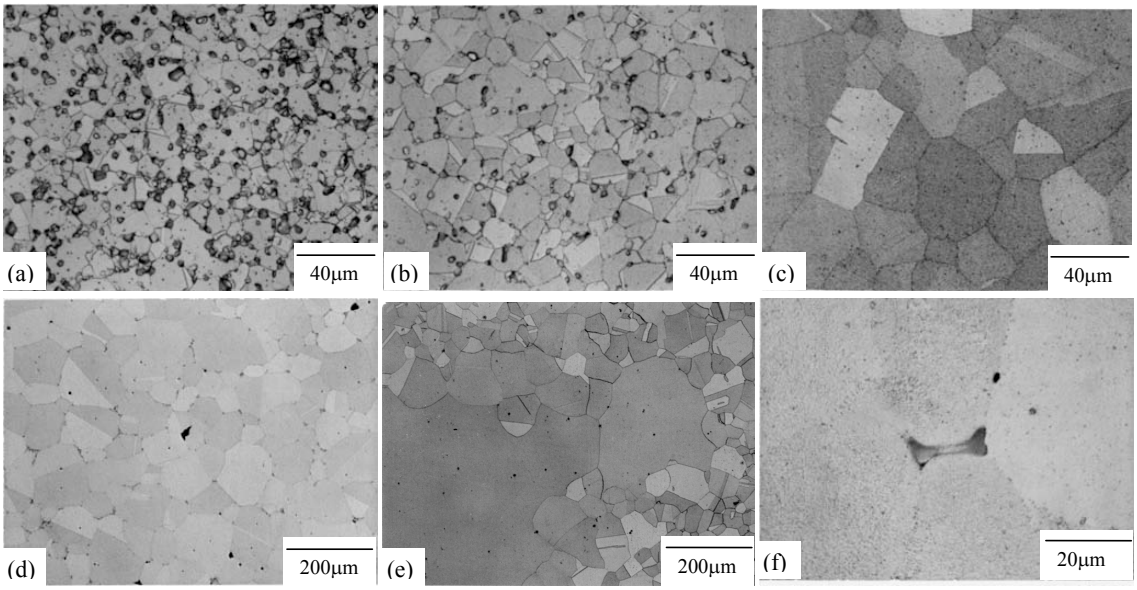


FIGURE 1.29 – Micrographies optiques illustrant la croissance de grain de N18 forgé traité thermiquement à (a) 1160°C pendant 2h, (b)1180°C pendant 2h, (c) 1200°C pendant 2h, (d)1220°C pendant 2h, (e)1200°C pendant 8h et (f)1220°C pendant 2h [92].

L'évolution de la taille de grains mesurée en fonction de la température pour une durée de traitement de 2h. On observe que la taille de grains reste constante jusqu'à la température de 1180°C environ et augmente linéairement au delà de cette température.

Pour l'alliage N19, la taille de grains "subsolvus" varie entre 5 μm et 20 μm et les

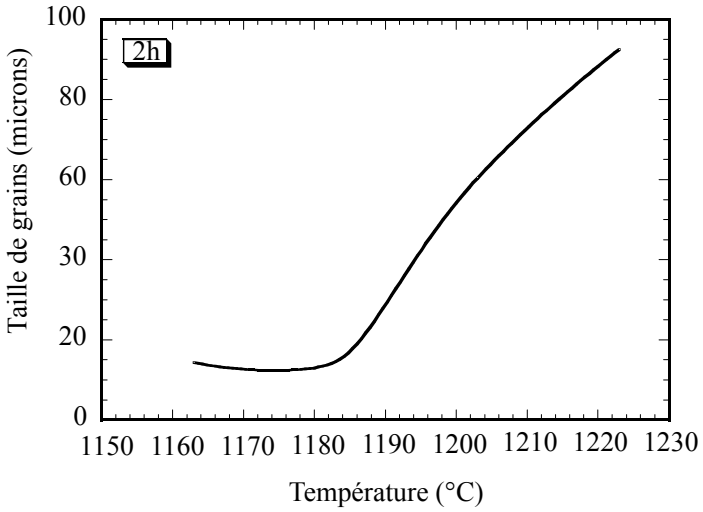


FIGURE 1.30 – Evolution de la taille de grains de N18 avec la température de traitement (2h) [92].

précipités γ' primaires inter-granulaires mesurent entre 1 μm et 10 μm de diamètre. La figure 1.31 représente l'état de précipitation de N19 brut de filage.

❉ Recristallisation statique et méta-dynamique

Lors de traitement de remise en solution, une recristallisation est possible.

Selon les sources on parle de recristallisation statique lorsque la force motrice est la réduction de l'énergie de l'alliage par migration des sous-joints et des joints de grains. Elle est facilitée par une augmentation de la température et se poursuit souvent par une croissance normale de grain. On parle de recristallisation méta-dynamique lorsque la force motrice est la réduction de l'énergie accumulée lors de la déformation.

Comme décrit dans le paragraphe 1.3.3, une recristallisation dynamique est possible au cours de l'étape de déformation du galet. Selon les zones, la déformation accumulée aura ou non provoqué cette recristallisation. Une recristallisation méta-dynamique implique la conservation d'une énergie après déformation et n'est possible que si le matériau n'est pas préalablement recristallisé.

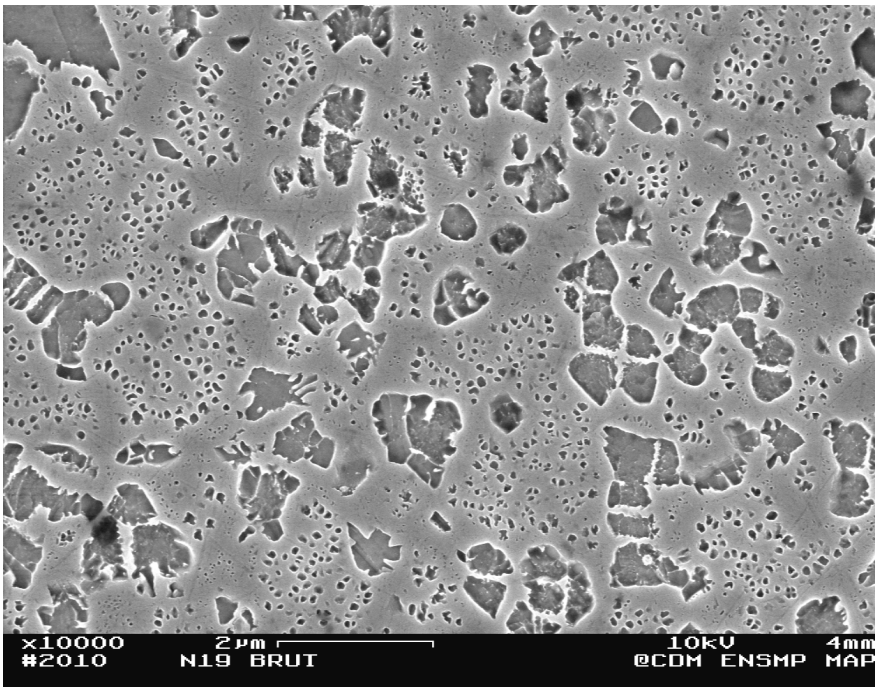


FIGURE 1.31 – Etat de précipitation de N19 brut de filage.

Bilan et problématique

Les études d'ingénierie des joints de grains réalisées jusqu'à présent ont montré la possibilité d'améliorer nettement les propriétés d'un alliage polycristallin en augmentant la proportion de joints de grains de faible indice de coïncidence Σ. L'utilisation de l'indice de coïncidence Σ, bien qu'il ne soit pas suffisant pour décrire complètement un joint de grains d'un point de vue énergétique, semble convenir pour caractériser l'amélioration globale du réseau de joints de grains. Cette caractérisation est possible grâce à une analyse soignée des cartographies EBSD. En effet, la mesure des fractions de joints de grains spéciaux est très sensible au mode opératoire utilisé pour le traitement des cartographies. La méthodologie employée pour l'analyse des cartographies réalisées sur l'alliage N19 pendant cette étude sera détaillée dans le chapitre 3.

L'ingénierie des joints de grains apparaît comme une voie possible d'amélioration des propriétés d'un alliage polycristallin en terme de tenue en fluage et de durée de vie en fatigue. Il s'agit des propriétés principales critiques lors du fonctionnement des disques de turbines. Cet aspect justifie donc l'intérêt d'une adaptation des traitements d'ingénierie des joints de grains au forgeage des superalliages à base de nickel telle qu'elle est proposée dans le programme ORGANDI.

Les traitements d'ingénierie des joints de grains réalisés jusqu'à présent consistent en une déformation à température ambiante suivie d'un traitement à haute température. Deux types de traitements sont à distinguer, chacun mettant en jeu des mécanismes différents pour la transformation de la microstructure. L'étude bibliographique sur les différents modes de recristallisation a permis d'associer les deux traitements d'ingénierie des joints de grains à deux mécanismes connus de germination en recristallisation.

Le premier dit "déformation-restauration" consiste à appliquer des déformations modérées puis un traitement thermique à une température telle que la recristallisation n'intervient pas. L'augmentation de la fraction de joints de grains spéciaux par ce dernier type de traitement, quoique relativement mal comprise, est principalement expliquée par un réarrangement des joints de grains vers des configurations de plus faible énergie. Tel qu'il est décrit, ce mécanisme correspond au phénomène de "Strain Induded Boundary Migration" consistant à créer un germe recristallisé à partir d'un joint de grains de forte désorientation

préexistant dans la microstructure. Ce mécanisme intervient à la suite de taux de déformation modérés n'ayant pas donné lieu à la formation de sous-grains et, de ce fait, à des densités de dislocations élevées dans les grains. Ces fortes densités sont le moteur d'une croissance rapide des germes.

Le second dit "déformation-recristallisation" consiste à appliquer un taux de déformation plus élevé puis un traitement thermique à une température suffisante pour entraîner une recristallisation statique de l'alliage. Il s'agit là d'un mécanisme de germination croissance tel qu'on l'entend classiquement. Il consiste en une germination par coalescence de sous-grains puis une croissance par migration des joints de grains fortement désorientés.

Plusieurs modèles tentent d'expliquer la formation de joints de grains spéciaux au cours de la migration qui accompagne la recristallisation. Nous proposons un modèle permettant d'expliquer la création de joints de grains spéciaux par accidents de croissance successifs lors de la croissance d'un germe.

Lors du forgeage des superalliages, les déformations sont appliquées à haute température. De ce fait, les phénomènes de recristallisation interviennent de façon dynamique. Cet aspect constitue la première difficulté dans l'adaptation des principes d'ingénierie des joints de grains au forgeage des superalliages. L'application de ces méthodes doit également faire face aux limites techniques imposées par le procédé de forgeage. Enfin, la majorité des traitements d'ingénierie des joints de grains réalisés sur des superalliages à base nickel fait intervenir des recuits entraînant la dissolution de la seconde phase pouvant ancrer les joints de grains. Dans le cas de l'alliage N19 deux traitements thermiques sont possibles. L'un réalisé à une température supérieure à la température de solvus des γ' primaires, l'autre inférieure.

L'étude expérimentale menée sur l'alliage N19 et présentée dans le chapitre 4 montrera à la fois la faisabilité et les limites d'application de l'ingénierie des joints de grains au forgeage isotherme.

Chapitre 2

Simulation du maclage multiple en recristallisation

Sommaire

Introduction **62**

2.1 Description de la méthode Vertex **63**

2.1.1 Principe de la méthode 63

2.1.2 Formalisme de la méthode 63

2.1.3 Transformations topologiques 65

2.2 Application à une cartographie EBSD discrétisée **66**

2.2.1 Procédure numérique 67

2.2.2 Etude de la germination 69

2.2.3 Etude de la cinétique de recristallisation statique 71

2.3 Adaptation du modèle au multi-maclage **73**

2.3.1 Introduction du maclage à la simulation 73

2.3.2 Résultats du maclage et maclage multiple 74

2.3.3 Limites du modèle 75

Bilan **77**

Introduction

La recristallisation est un phénomène clef dans les transformations microstructurales intervenant pendant les traitements d'ingénierie de joints de grains. La prévision des distributions des joints de grains après traitements peut donc être envisagée par une modélisation de la recristallisation. Dans les dernières décennies, différents modèles ont été développés afin de modéliser la recristallisation. Un premier type de modélisation vise à formuler analytiquement l'évolution des paramètres microstructuraux au cours de la recristallisation statique [93] ou dynamique [94]. Un second type de modélisation consiste en une description explicite de l'évolution de la microstructure par la migration des joints de grains ; parmi ces derniers, les plus répandus sont : la méthode de Monte-Carlo [95], les automates cellulaires [96] et la méthode "Vertex" [97–100]. Dans ces modèles, la migration est calculée sur la base d'une minimisation de l'énergie globale du polycristal.

Dans le premier chapitre, un mécanisme de maclage multiple par accidents de croissance successifs est proposé pour expliquer la formation des joints de grains de type $\Sigma 3^n$ lors de la croissance d'un grain. L'objectif de la modélisation proposée dans cette étude est d'intégrer ce phénomène à une simulation de la recristallisation. La description de ce phénomène passe donc par une description explicite de la migration des joints de grains du polycristal. Le modèle de Vertex apparaît comme le plus adapté à l'intégration du phénomène de maclage du fait de sa description simplifiée du réseau de joints de grains. Une méthode de discrétisation en réseau de points triples à partir d'une cartographie d'orientation mesurée par EBSD sera détaillée au chapitre 5. La méthode proposée permet de simuler la recristallisation sur la base de cartographies d'orientation expérimentales et, de ce fait, de partir d'états initiaux représentatifs en termes de distribution de tailles de grains et de joints de grains.

Un premier paragraphe est dédié à la description du modèle de Vertex et à son application à un réseau de points triples issu de la discrétisation d'une cartographie d'orientation. Ensuite, une proposition d'adaptation du modèle de Vertex est présentée. Une discussion sur les résultats obtenus met en avant les limites de cette adaptation et aboutit aux perspectives possibles de développement du modèle.

2.1 Description de la méthode Vertex

2.1.1 Principe de la méthode

La méthode de simulation dite "Vertex" est basée sur une description en "sommets" (Vertices), chaque sommet étant le lieu de rencontre de trois joints de grains. Ces points triples sont reliés entre eux par des joints de grains idéalisés par des segments de droites. Les grains du polycristal sont donc décrits par une suite de points triples reliés entre eux et formant un ensemble fermé. L'évolution de la microstructure est alors simulée en calculant le déplacement de l'ensemble des points triples. Le modèle de Vertex est initialement prévu pour simuler la croissance de grains sur des réseaux de points triples construits de manière aléatoire [97, 98]. Dans ce cas, le déplacement d'un point triple est fonction du déplacement de ses proches voisins et des forces résultantes des énergies de chacun des joints de grains qu'il relie. L'énergie d'un joint de grains est calculée sur la base de la désorientation cristallographique entre les deux grains qu'il sépare (Read-Shockley). Plusieurs études récentes [99, 100] proposent d'adapter le modèle de Vertex à la recristallisation en introduisant l'énergie stockée dans les grains dans l'équation de mouvement des points triples. Les simulations sont alors réalisées sur un réseau de points triples dans lequel sont introduits des germes recristallisés dont l'énergie stockée est nulle au sein de grains déformés stockant initialement une énergie de déformation.

2.1.2 Formalisme de la méthode

L'évolution de la microstructure discrétisée est réalisée par le mouvement de chacun des N sommets. La position de chaque sommet i est repérée par un vecteur $\overrightarrow{r_i}(x_i, y_i)$. L'équation qui contrôle le mouvement des sommets prend en compte l'énergie stockée dans les trois grains adjacents, l'énergie interfaciale γ_{ij} et la mobilité m_{ij} des trois joints de grains adjacents notés $j = 1,\ 2\ et\ 3$. L'énergie interfaciale γ_{ij} est donnée en fonction de la désorientation des joints de grains θ. Pour les joints de grains de faible désorientation ($\theta < 15°$), l'énergie est prédite par l'équation de Read-Shockley. Pour les joints de grains

de plus grande désorientation, l'énergie est fixée à une valeur constante γ_{max}.

$$\gamma_{ij} = \begin{cases} \gamma_{max} exp(\theta/\theta_0) & \theta < \theta_0 \\ \gamma_{max} & \theta > \theta_0 \end{cases} \tag{2.1}$$

La vitesse de l'ensemble des N points triples est régie par le système d'équations couplées suivant :

$$D_i \overrightarrow{v_i} = \overrightarrow{f_i} - \frac{1}{2} \sum_{j=1}^{3} D_{ij} \overrightarrow{v_i} \quad i = 1, ..., N \tag{2.2}$$

$\overrightarrow{v_i}$ est le vecteur vitesse associé au sommet i. Les indices j correspondent aux trois points triples adjacents au point triple i. Les termes D_i et D_{ij} et $\overrightarrow{f_i}$ sont donnés par les relations suivantes :

$$D_i = \sum_{j=1}^{3} D_{ij} \tag{2.3}$$

$$D_{ij} = \frac{1}{3 m_{ij} ||\overrightarrow{r_i}||} \begin{pmatrix} y_{ij}^2 & -x_{ij} y_{ij} \\ -x_{ij} y_{ij} & x_{ij}^2 \end{pmatrix} \tag{2.4}$$

$$\overrightarrow{f_i} = -\sum_{j=1}^{3} \gamma_{ij} \frac{\overrightarrow{r_{ij}}}{||\overrightarrow{r_i}||} + \sum_{j=1}^{3} \delta E_{ij} \overrightarrow{n_{ij}} \tag{2.5}$$

Le terme m_{ij} représente la mobilité du joint de grain (ij) [100].

δE_{ij} est la différence entre l'énergie stockée dans les deux grains séparés par le joint de grains (ij). $\overrightarrow{r_{ij}}(x_{ij}, y_{ij}) = r_i - r_j$ définit la direction du joint de grains et $\overrightarrow{n_{ij}}$ est le vecteur unitaire normal. Ces notations sont résumées dans la figure 2.1.

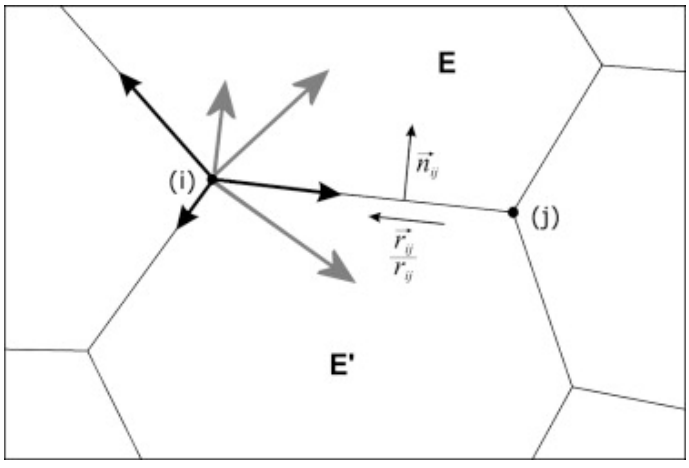


FIGURE 2.1 – Notations utilisées dans la formulation du modèle Vertex d'après [100].

Quand un sommet i est aligné avec au moins deux de ses voisins, la matrice D_j devient non-inversible. Weygang *et al.* [99], pour pallier à ce problème, annulent le calcul de déplacement du noeud jusqu'à ce que l'alignement ne soit plus présent. Cette approximation n'est pas réaliste compte tenu de la fréquence de cette situation dans une microstructure maclée. Pour cela, Kawasaki *et al.* [97] proposent une approximation pour simplifier la matrice D_j et découpler le système. Il est à noter que l'utilisation de cette approximation diminue de façon drastique le coût en temps qu'engendre la résolution du système d'équations complet (eq. 2.2 à 2.5). L'approximation conduit à l'expression suivante du vecteur vitesse :

$$\overrightarrow{v_i} = \overrightarrow{f_i} \sum_{j=1}^{3} \frac{m_{ij}}{||\overrightarrow{r_{ij}}||} \tag{2.6}$$

avec les mêmes notations que précédemment.

2.1.3 Transformations topologiques

Pendant la simulation, des transformations topologiques doivent être réalisées. La première transformation est la rencontre de deux grains conduisant à la disparition d'un joint de grains et à la génération d'un nouveau, fig 2.2a). La seconde est la disparition d'un grain à trois côtés fig 2.2b). Ce sont les transformations topologiques de base nécessaires au

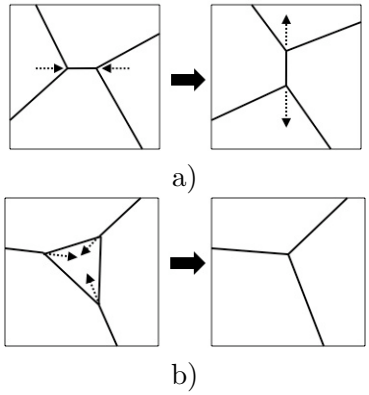


FIGURE 2.2 – Transformations topologiques nécessaires au déroulement de la simulation : a) Rencontre de deux grains, b) Disparition d'un grain.

déroulement de la simulation. La discrétisation de la microstructure nécessite la définition d'une longueur critique. Cette longueur critique donne la longueur minimum d'un joint de grains et l'aire minimale d'un grain que le modèle peut décrire. Cette longueur critique

L_c intervient lors de chaque transformation topologique. Dès qu'un joint de grains devient plus court que L_c, la disparition du joint de grains est imposée. De la même manière, si la surface d'un grain devient inférieure à L_c^2, la disparition de celui-ci est imposée. Dans toutes les transformations, les entités créées (joint de grains ou germe) doivent être de taille supérieure à la longueur critique afin qu'ils ne disparaissent pas lors de l'itération suivante. Nous avons ici choisi de fixer la longueur initiale de tout segment créé à $1,1 \times L_c$.

2.2 Application à une cartographie EBSD discrétisée

Le modèle décrit dans le paragraphe 2.1 est implémenté dans le logiciel de calcul matriciel Matlab. L'objectif de ce paragraphe est de montrer la possibilité de réaliser une simulation à partir d'une cartographie discrétisée en réseau de points triples selon la méthode décrite dans le chapitre 5.

Une cartographie correspondant à l'état initial de notre matériau d'étude principal est choisie pour servir de base à la simulation de la recristallisation statique. Il s'agit d'une cartographie d'orientation réalisée sur un échantillon issu d'un barre filée de N19. Les étapes de discrétisation de cette cartographie sont présentées dans la figure 5.10 du paragraphe 5.2.5.

Afin de simuler une recristallisation, une énergie stockée doit être attribuée à chacun des grains. Connaissant l'orientation des grains, il est possible d'estimer l'énergie stockée dans les grains lors d'une déformation. En première approche, le chargement choisi est une compression et l'énergie stockée dans les grains est estimée grâce à l'application d'un facteur de Taylor M à une valeur d'énergie moyenne E_0 fixée : $E = M^2 * E_0$. Une fois cette énergie calculée, des germes recristallisés doivent être introduits dans le réseau de points triples. Une transformation supplémentaire doit donc être introduite. Dans le modèle de vertex, la nucléation de nouveaux grains recristallisés peut être faite au niveau des points triples. Cette transformation topologique consiste à remplacer un point triple par un nouveau triplet de trois points triples constituant un germe non-écroui. A chaque germe crée est attribuée une énergie nulle $E = 0$ traduisant l'absence de déformation.

Les valeurs des paramètres utilisés pour les simulations sont rassemblées dans le tableau 2.1.

t_f	$1000\ s$
dr_c	$0,01\ \mu m$
L_c	$0,1\ \mu m$
m	$1.10^{-13}\ m^4 s^{-1} J^{-1}$
γ_{max}	$10\ Jm^{-2}$

TABLE 2.1 – Valeur des paramètres utilisés pour le modèle Vertex.

2.2.1 Procédure numérique

L'algorithme utilisé pour la procédure numérique est présenté dans la figure 2.3. Elle consiste en une succession des transformations décrites précédemment :

➛ La première étape de la procédure est la construction du réseau de points triples à partie d'une cartographie EBSD expérimentale. Cette étape, basée sur la détection des points triples est détaillée dans le chapitre 5.

➛ La deuxième étape est l'introduction des germes non-écrouis dans le réseau de points triples.

➛ Une fois la variable temps t initialisée à zéro, le calcul incrémental du mouvement des points triples est réalisé.

➛ A chaque pas de temps, le calcul du mouvement de chaque point triple est calculé selon l'équation 2.6. Le pas de temps est adapté en utilisant un critère basé sur le déplacement maximal calculé sur tous les points triples. Si ce déplacement dr_M est supérieur à une valeur critique dr_c, l'incrément de temps est divisé par deux et le calcul est initialisé à l'incrément de temps précédent. Une fois que dr_M satisfait le critère, l'incrément de temps pour la prochaine étape est augmenté de $dr_M/2$.

➛ Entre chaque étape, tous les joints de grains atteignant une valeur inférieure à la longueur critique L_c sont soumis aux transformations topologiques de rigueur. Avec cette procédure, l'intégrité du réseau de points triples peut être assurée par l'utilisation des valeurs appropriées de dr_c et la longueur critique L_c.

➛ Ce calcul incrémental est réalisé jusqu'à ce que la variable de temps t atteigne une valeur choisie t_f marquant la fin de la simulation.

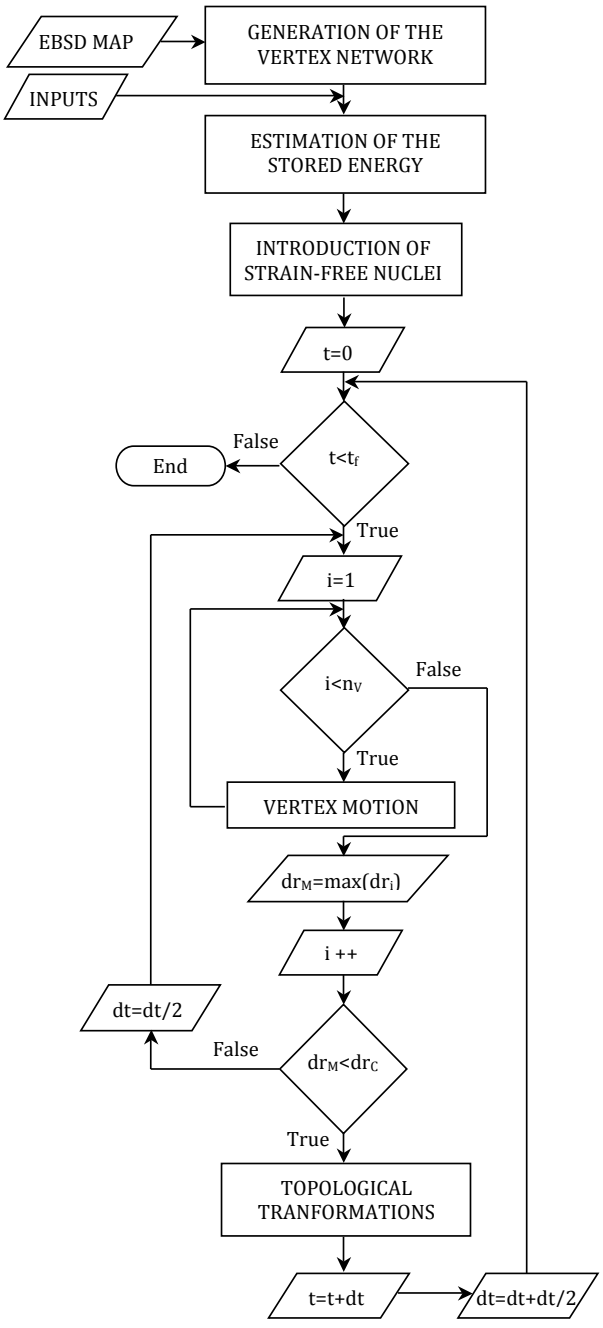


FIGURE 2.3 – Procédure numérique.

2.2.2 Etude de la germination

La croissance de ces germes est conditionnée par leur taille initiale et par l'énergie stockée dans les grains environnants. En réalité, la génération de germe a lieu par activation thermique. Dans le modèle de vertex, la taille initiale des joints de grains adjacents aux germes doit être plus grande que la longueur critique L_C. On choisit ici d'introduire des germes triangulaires équilatéraux, et de coté de longueur $1,1 \times L_c$, à tous les points triples initialement présents. Pour une énergie stockée initiale donnée, la proportion de germes croissant et disparaissant définit le taux de nucléation initiale dans son sens classique. La figure 2.4 montre l'influence de la longueur critique sur l'évolution du nombre de germes en croissance en fonction de l'énergie stockée E_0. Il apparaît que la longueur critique n'a qu'une faible influence sur la germination. Afin de confirmer cette observation, l'évolution de la fraction surface recristallisée X est représentée pour trois longueurs critiques différentes et une même énergie stockée initiale. La figure 2.5 montre que cette évolution n'est pas affectée par le choix de la longueur critique. La "nucléation", c'est-à-dire le premier stade de croissance d'un germe, dépend donc uniquement de la position initiale du germe introduit et de l'énergie stockée.

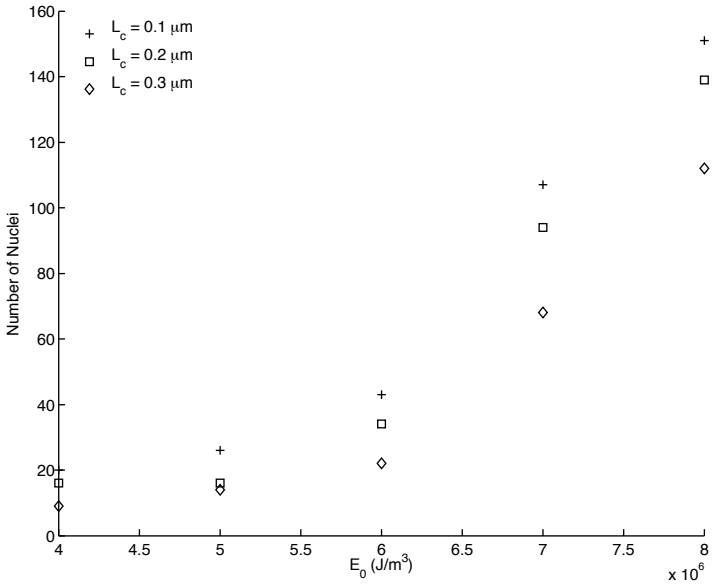


FIGURE 2.4 – Influence de la longueur critique L_c sur le nombre de germes en croissance.

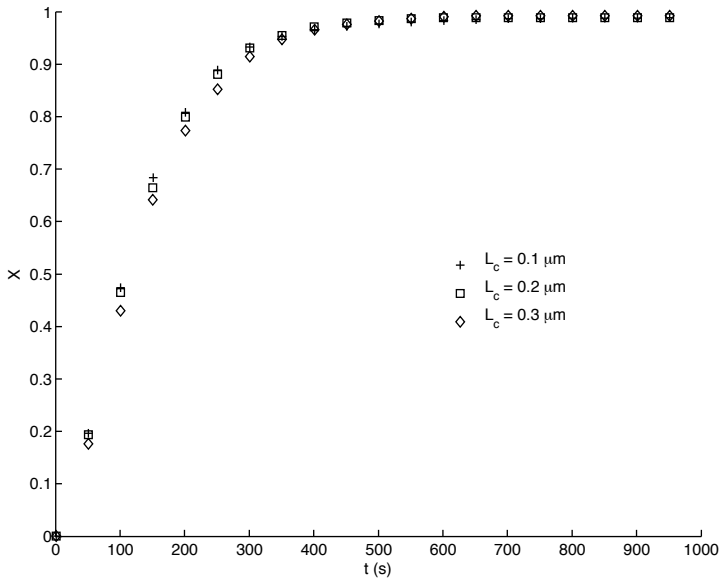


FIGURE 2.5 – Influence de la longueur critique L_c sur l'évolution de la fraction de surface recristallisée ($E_0 = 8MJ/m^3$).

2.2.3 Etude de la cinétique de recristallisation statique

L'évolution de la fraction de surface recristallisée X est tracée en fonction du temps pour quatre valeurs d'énergie stockée E_0 différentes (figure 2.6).

La cinétique de la recristallisation statique est classiquement décrite par une loi de type Avrami :

$$X = 1 - exp(-kt^n) \tag{2.7}$$

Les valeurs identifiées de n sont reportées dans la légende de la figure 2.6.

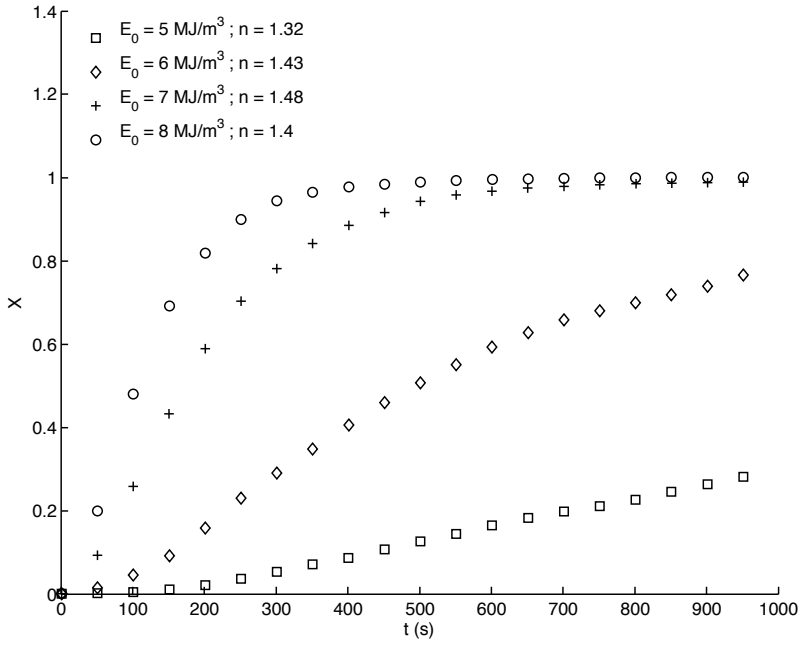


FIGURE 2.6 – Influence de l'énergie stockée sur l'évolution de la fraction de surface recristallisée.

La figure 2.7 illustre une partie du déroulement des simulations pour quatre valeurs d'énergie moyenne E_0. On observe que selon la valeur d'énergie stockée, le nombre de germes en croissance varie. La croissance d'un germe est à la fois fonction de l'énergie stockée disponible dans les grains qui l'entourent mais également de la possibilité qu'il a de coalescer avec un autre germe proche.

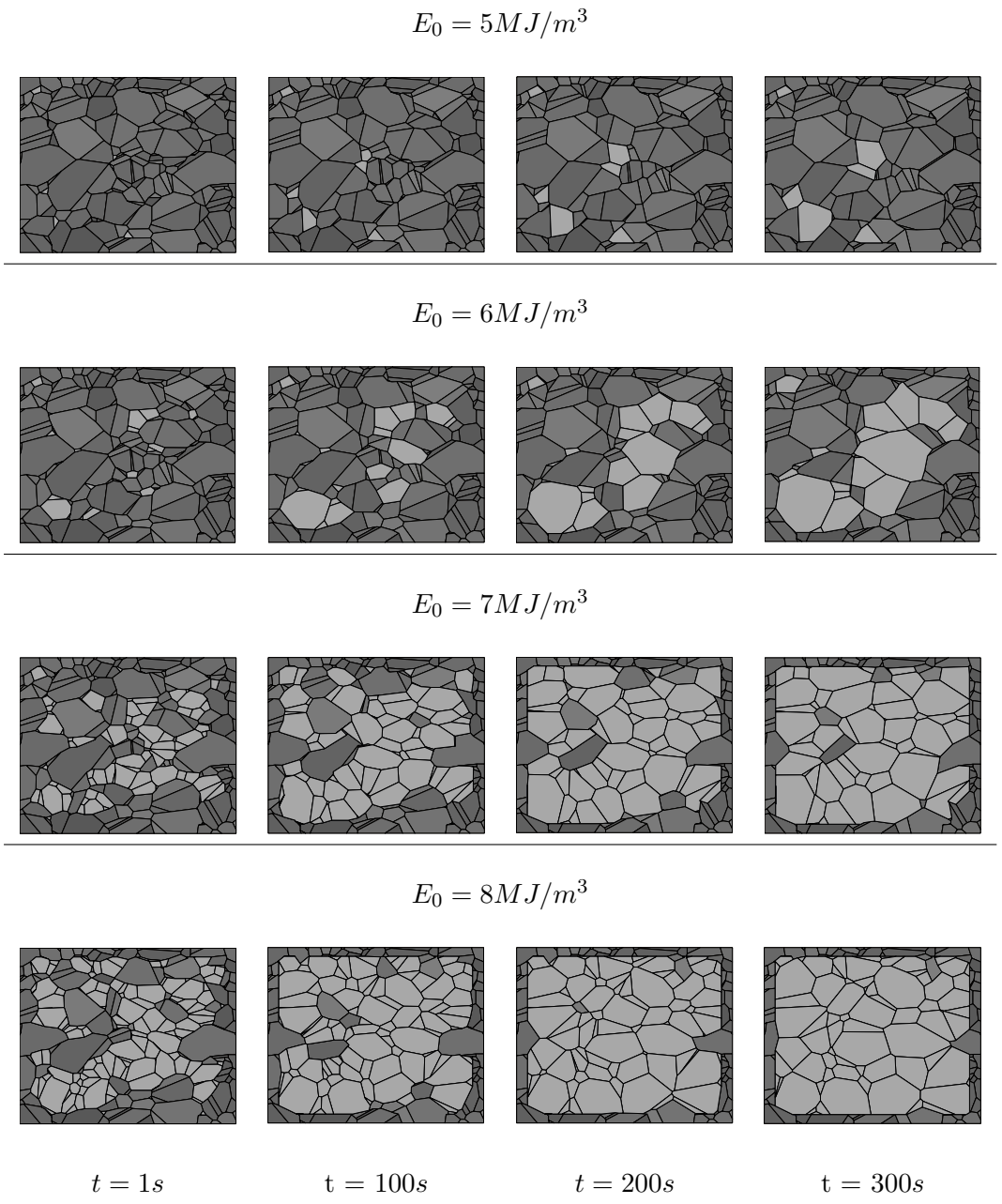


FIGURE 2.7 – Simulation de la recristallisation statique pour quatre valeurs d'énergie moyenne E_0 différentes à partir d'un même état initial pour 312 grains. Les grains recristallisés apparaissent en gris clair.

2.3 Adaptation du modèle au multi-maclage

On propose ici une première piste pour l'introduction du maclage en cours de simulation. Pour qu'elle ait du sens, cette simulation doit respecter les caractéristiques physiques de la paroi de macle. Elle consiste à construire la trace d'un plan {111} sur le plan de la microstructure 2D. Ensuite, une paroi de macle ne doit pas modifier la forme initiale du grain dans lequel elle est introduite.

2.3.1 Introduction du maclage à la simulation

Une transformation supplémentaire est utilisée pour la création des parois de macle. Cette transformation consiste à introduire, comme dans le cas de la germination, un nouveau "grain" constituant la partie maclée d'un grain existant.

Une première contrainte est imposée sur l'orientation de la trace de la paroi de macle. Celle-ci est contrainte à rester parallèle à la trace du plan {111}. Dans le modèle actuel, la création d'une paroi de macle est faite par une approche probabiliste. A intervalle constant de fraction de surface recristallisée, une paroi de macle peut apparaître dans l'un des grains entourant chacun des N points triples. Pour chaque sommet, une probabilité P_M est calculée pour chacun des quatre plans {111} des trois grains adjacents (soit 12 possibilités).

Cette probabilité est fonction de l'angle θ entre la normale du plan {111} et la direction du "front de migration" assimilée au vecteur vitesse $\overrightarrow{v_i}$ (figure 2.8). Par cette approche, on augmente la probabilité d'apparition d'une paroi de macle dont la normale est favorablement orientée par rapport au front de croissance. De plus, l'apparition d'une paroi de macle est conditionnée par la valeur de la norme du vecteur vitesse $\overrightarrow{v_i}$. Ces hypothèses conduisent à l'expression 2.8 :

$$P_M = cos^2\theta * \left(1 - exp\left(\frac{V_c - ||\overrightarrow{v_i}||}{\alpha}\right)\right) \tag{2.8}$$

où V_c est un paramètre supplémentaire qui définit une vitesse de migration critique au dessous de laquelle le maclage n'a pas lieu.

La valeur P_M est calculée et comparée à une valeur aléatoire entre 0 et 1. Si cette valeur aléatoire est plus élevée que la probabilité P_M, la transformation topologique est réalisée dans le grain concerné.

Le grain en croissance est alors divisé en deux parties séparées par un nouveau joint

de grain suivant la direction de la trace du plan {111} sélectionné. Ainsi, deux nouveaux points triples sont créés à l'intersection des joints de grains du grain initial et la paroi de macle (points triples a et b dans la figure 2.8). La distance entre les deux nouveaux points triples a et b et le point triple i est calculée de manière à donner aux joints de grains créés la longueur minimale de $1,1 * L_c$.

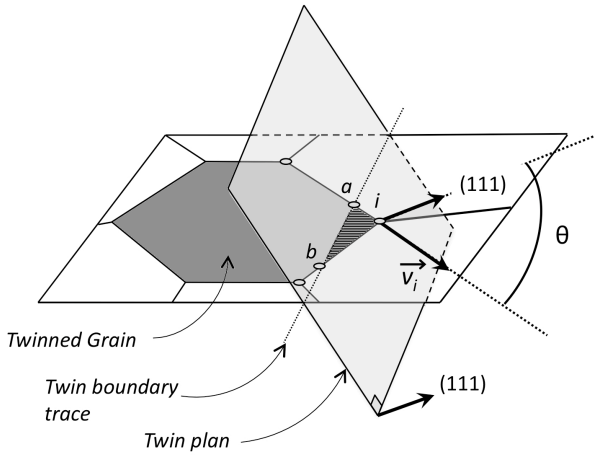


FIGURE 2.8 – Introduction d'une paroi de macle lors de la migration d'un point triple.

Au-delà de la création des parois de macle, une gestion particulière des points triples adjacents à celle ci doit être faite. Il s'agit de s'assurer que la paroi de macle reste parallèle à la trace du plan {111} dans lequel elle est initialement définie. Pour ce faire, le vecteur vitesse calculé pour ces points triples est toujours projetée sur la trace du plan {111}. Ainsi, on s'assure que les points triples ne peuvent se déplacer que dans cette direction.

2.3.2 Résultats du maclage et maclage multiple

La figure 2.9 représente l'évolution d'une simulation incluant l'apparition des parois de macle. Par souci de clarté, cette simulation est réalisée sur un nombre réduit de grains. Avant la simulation, l'ensemble des joints de grains est caractérisé selon la méthode décrite dans la paragraphe 5.2.4. Ainsi un indice de coïncidence (CSL), s'il existe, est attribué à chaque joint de grains. De même, chaque nouveau joint de grains créé (maclage, germination, changement de topologie) est caractérisé selon la même méthode. De plus, on fait le choix d'attribuer aux parois de macle une énergie d'interface nulle.

Les parois de macle introduites lors de la simulation sont représentées en rouge, les

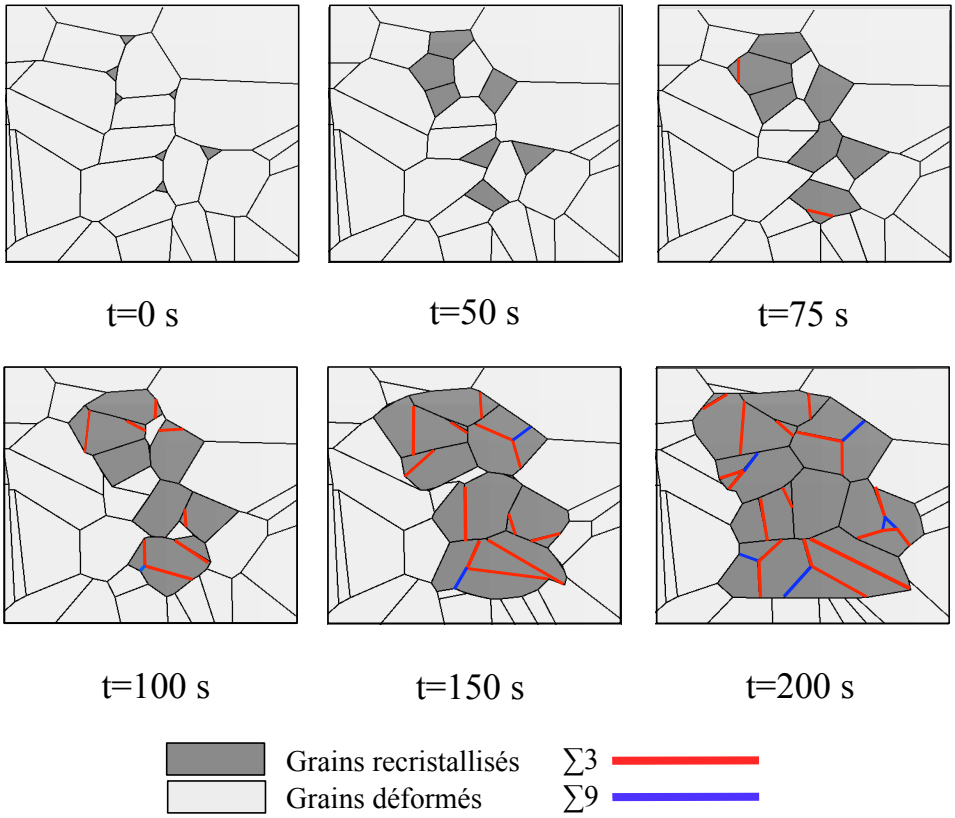


FIGURE 2.9 – Introduction de parois de macle au cours de la simulation.

joints de grains de type $\Sigma 3^n$ en bleu. Comme le prévoit le modèle de maclage multiple par accidents de croissance successifs, on observe que la rencontre des parois de macle entraîne la formation d'un joint de grains de type $\Sigma 9$.

2.3.3 Limites du modèle

Bien que l'orientation d'une paroi de macle soit fixée au cours des déplacements, les changements de topologie faisant intervenir un des deux points triples adjacents à celle-ci entraîne inévitablement un changement de son orientation. Il n'est pas possible ainsi de conserver une orientation cristallographiquement correcte des parois de macle tout au long de la simulation. Cette configuration est illustrée dans le schéma de la figure 2.10.

Dans la configuration représentée fig 2.10, la longueur du segment AB devient inférieure à la longueur critique L_C ce qui entraîne sa disparition par changement de topologie, et la création du segment $A'B'$. Ce changement de topologie entraîne une modification de l'orientation initiale (trace du plan {111}) de la paroi de macle. Ces changements d'orientation

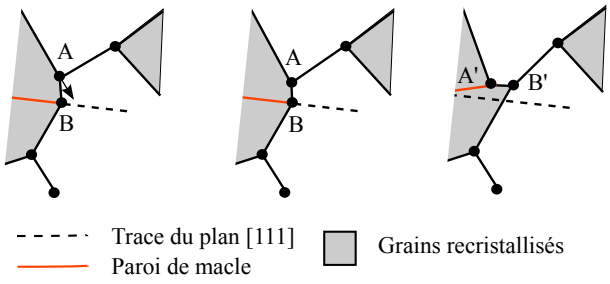


FIGURE 2.10 – Changement d'orientation d'une paroi de macle due à un changement topologique.

peuvent être observés dans la simulation présentée figure 2.9.

Un second problème intervient lorsque l'énergie stockée est trop importante par rapport à l'énergie d'interface des joints de grains. En effet, la contrainte d'orientation imposée aux parois de macle entraîne des configurations indésirables ne pouvant pas être gérées par le modèle. Un exemple de configuration indésirable est illustré dans la figure 2.11. Le déplacement du point triple noté A par rapport au point B, contraint à suivre la trace du plan $\{111\}$, provoque un croisement des joints de grains.

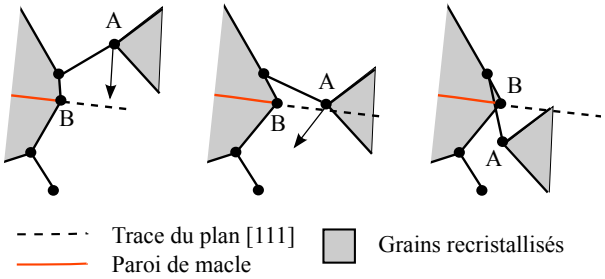


FIGURE 2.11 – Problème de chevauchement de joints de grains dû à la contrainte d'orientation de la paroi de macle.

Le nombre de ces configurations indésirables augmente lorsque le nombre de parois de macle introduites augmente. Ces instabilités entraînent, dans l'état de développement actuel du modèle, l'impossibilité d'aboutir à des simulations réalistes pouvant prétendre à reproduire convenablement le phénomène de maclage multiple en recristallisation.

Bilan

Le modèle de Vertex montre son efficacité pour simuler de manière simple la recristallisation statique. Elle permet de reproduire convenablement les phénomènes de croissance et de coalescence de germes et d'aboutir à des cinétiques de recristallisation réalistes.

L'adaptation du modèle présentée dans ce chapitre s'avère prometteuse pour simuler le phénomène de maclage et de maclage multiple par accidents de croissance successifs tels qu'il sont décrits dans le chapitre 1. Cependant, des problèmes topologiques liés à la présence des parois de macle sont rencontrés. Ces problèmes sont dus à la contrainte d'orientation (trace du plan {111}) imposée aux parois de macle au cours de la simulation. Cette contrainte est cependant nécessaire à une description convenable du phénomène de maclage. De nouvelles solutions sont donc à apporter afin d'éviter ces erreurs.

Les traitements d'ingénierie des joints de grains font intervenir des phénomènes complexes tels que la recristallisation dynamique et la restauration qui ne peuvent pas être intégrés dans le modèle à ce stade de développement. De même, le mode de germination en recristallisation apparaît comme un phénomène incontournable dans la compréhension des mécanismes de modification du réseau de joints de grains. Pour cette raison, une attention particulière doit être portée sur cet aspect dans les développements du modèle. Enfin, la présence d'une seconde phase susceptible d'ancrer les joints de grains est à prendre en compte si l'on souhaite reproduire des cinétiques de croissance réalistes.

Chapitre 3

Méthodes d'analyse du réseau de joints de grains

Sommaire

Introduction **80**

3.1 Réalisation des cartographies EBSD **82**

3.1.1 Diffraction des électrons rétro-diffusés 82

3.1.2 Acquisition des cartographies d'orientation 85

3.1.3 Préparation des échantillons 86

3.2 Exploitation classique des cartographies d'orientation **87**

3.2.1 Traitement préliminaire des cartographies d'orientation 87

3.2.2 Définition et mesure de la taille de grains 88

3.2.3 Mesure des fractions de joints de grains "spéciaux" 91

3.2.4 Mesure de la mosaïcité d'orientation dans les grains 91

3.3 Etude de sensibilité des mesures **93**

3.3.1 Influence du pas d'acquisition et du nettoyage 93

3.3.2 Influence de la taille des cartographies 98

Bilan **100**

Introduction

Les traitements d'ingénierie des joints de grains prétendent à une amélioration du réseau de joints de grains. Pour cela, la "qualité" du réseau de joints de grains doit être appréciée avant et après traitement. Cette appréciation est faite sur la base d'un choix d'analyse des caractéristiques du réseau de joints de grains. L'analyse sur des cartographies d'orientation, obtenues par EBSD, est réalisée sur des zones finies d'échantillons métallographiques polis. La reconstitution du réseau de joints de grains à partir des cartographies d'orientation est très dépendante du protocole expérimental utilisé depuis la préparation de l'échantillon jusqu'au "nettoyage" des cartographies. C'est de cette reconstitution que dépend la validité du résultat de l'analyse du réseau de joints de grains. Trois aspects sont à prendre en compte concernant la méthode à utiliser : la représentativité des mesures, leur reproductibilité et l'analyse que l'on en fait. Le soin porté à chacun de ces aspects est d'autant plus important que la méthode utilisée comporte d'étapes pour aboutir à la valeur mesurée. Pour cela, un soin particulier et des choix raisonnés doivent être pris pour chacune des nombreuses étapes qu'exige la caractérisation d'un réseau de joints de grains.

La préparation des échantillons doit donc être optimisée afin que la surface de l'échantillon soit suffisamment représentative de l'état microstructural du volume. Il s'agit pour cela de supprimer toutes les traces d'écrouissage que peuvent laisser la découpe et le polissage.

Ensuite, il s'agit de réaliser une acquisition selon un protocole reproductible et adapté à tous les échantillons. Les principaux paramètres à ajuster lors de l'acquisition sont l'étendue et le pas de la grille de mesure, ainsi que le temps d'exposition utilisé pour acquérir le cliché de diffraction. Lors de campagnes expérimentales exploratoires telles que celles prévues dans le programme ORGANDI, le nombre d'échantillons est très souvent important et le temps de manipulation est limité par la disponibilité des équipements. Le protocole expérimental choisi doit donc assurer un compromis entre fidélité de la mesure et temps de manipulation. L'étendue de la cartographie doit être suffisamment importante pour avoir un nombre de grains représentatif. Le pas d'acquisition doit être assez petit pour reproduire fidèlement les détails de la microstructure (plus petits grains, parois de macle, précipités). Ces deux aspects sont donc fonction de la taille des grains ; or, selon l'état des échantillons (déformés,

trempés, recuits), la taille de grains est très variable. Un choix adapté des paramètres d'acquisition doit alors être fait pour chacun des états microstructuraux rencontrés dans l'étude.

Après acquisition, indexation et reconstitution, un nettoyage de la cartographie obtenue doit être fait pour éliminer les points aberrants sans pour autant dégrader les mesures fiables.

Pour ces différentes raisons, une étude préliminaire doit être menée afin de définir clairement les méthodes utilisées et d'en assurer la pertinence. Ce chapitre est consacré à la présentation des méthodes expérimentales utilisées, aux méthodes d'exploitations puis enfin à l'étude de sensibilité des mesures aboutissant aux choix des conditions opératoires fait dans le cadre de cette étude et du projet ORGANDI.

3.1 Réalisation des cartographies EBSD

La technique pour cartographier les orientations cristallographiques dans un alliage polycristallin consiste à utiliser la diffraction des électrons rétro-diffusés (plus connu sous le nom de EBSD pour Electron BackScattered Diffraction) qui utilise les propriétés ondulatoires d'un faisceau d'électrons et leur capacité à diffracter sur un réseau cristallin. Elle permet de déterminer l'orientation cristallographique locale dans la coupe métallographique d'un matériau polycristallin.

Par balayage d'une zone étendue à la surface d'un échantillon poli, il est possible de reconstituer une cartographie continue des orientations cristallographiques des grains. La réalisation de telles cartographies sur un nombre suffisamment représentatif de grains permet de quantifier un ensemble de caractéristiques du polycristal :

➛ les grains du polycristal étant différenciés par leurs orientations respectives, l'analyse de leurs morphologies et de leurs tailles est facilitée ;

➛ la mesure de la distribution de l'orientation de l'ensemble des grains permet d'apprécier les éventuelles textures cristallographiques ;

➛ connaissant l'orientation de tous les grains contigus, la mesure de désorientation et des indices de coïncidence de tous les joints de grains sont possibles.

3.1.1 Diffraction des électrons rétro-diffusés

La mesure locale de l'orientation cristallographique par EBSD est basée sur la figure formée par la diffraction des électrons rétro-diffusés sur les plans orientés dans les conditions de Bragg :

$$\lambda = 2dsin\theta_B \tag{3.1}$$

Où λ est la longueur d'onde du faisceau d'électrons, d la distance inter-réticulaire des plans diffractants et θ_B l'angle de Bragg.

Les électrons du faisceau, en pénétrant dans l'échantillon, sont diffusés dans toutes les directions au-dessous du point d'impact. Parmi ces électrons, certains se trouvent alors dans les conditions de Bragg avec un plan du réseau. L'ensemble des électrons diffractés forment alors une paire de cônes d'électrons diffractés dont l'axe est normal au plan diffractant. Ces cônes lorsqu'ils intersectent le détecteur forment une paire de traces hyperboliques parallèles

analogues aux lignes de Kikuchi produites en diffraction électronique conventionnelle en MET. La formation des lignes de Kikuchi par intersection de la partie émergente des cônes de diffraction et de l'écran phosphorescent est représentée dans le schéma de la figure 3.1a). L'ensemble des lignes produites par les différentes familles de plans cristallographiques forme le cliché de diffraction illustré par la figure 3.1b).

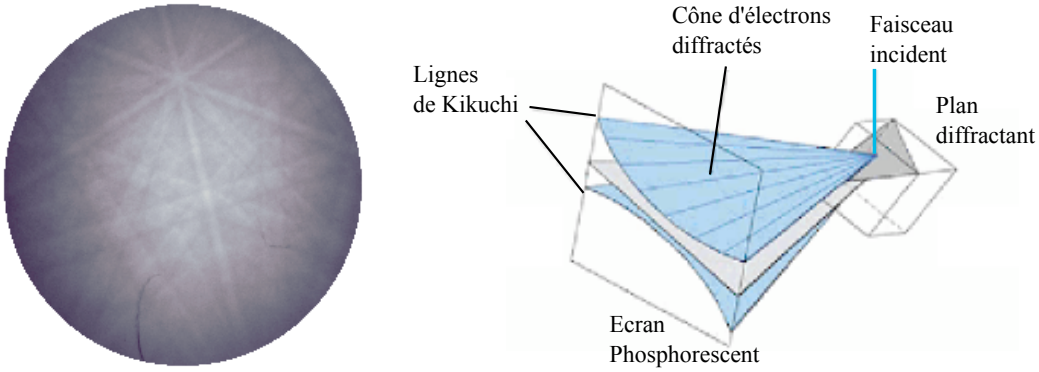


FIGURE 3.1 – Formation des lignes de Kikuchi (a) par intersection des cônes d'électrons diffractés et de le détecteur (b) [101].

La détection des bandes de Kikuchi se fait grâce à une technique d'analyse d'image utilisant la transformée de Hough. Chaque bande du cliché est réduite en un point unique dans l'espace de Hough. Cette méthode permet l'indexation rapide des clichés et donc la mesure d'orientation sur un nombre de points de la surface suffisamment représentatif de l'échantillon.

La qualité des clichés de diffraction dépend de plusieurs paramètres expérimentaux :

➛ l'intensité des électrons diffractés par l'échantillon, liée à l'intensité du faisceau incident ainsi qu'au numéro atomique des éléments en présence ;

➛ l'état de surface de l'échantillon : un relief trop important peut entraîner un effet d'ombrage ;

➛ la taille de la zone irradiée par le faisceau : plus le faisceau interagit avec un volume petit, plus la possibilité de rencontrer les orientations de deux grains différents est faible. Si la zone irradiée se situe sur un joint de grains ou au sein d'un grain localement très écroui, plusieurs clichés de diffraction se superposent, rendant l'indexation moins fiable.

De ce fait, un compromis doit être trouvé afin que l'intensité du faisceau incident soit

suffisante pour produire des cônes de diffraction intenses tout en conservant une résolution spatiale suffisante. L'échantillon doit être incliné d'un angle de 70° environ par rapport à la direction du faisceau incident afin d'obtenir une intensité diffractée optimale vers le capteur sur lequel se forme le cliché de diffraction. Une focalisation convenable doit être également assurée afin de ne pas affecter la qualité des clichés et la résolution spatiale de la mesure.

L'inclinaison de l'échantillon entraîne la modification de la forme du volume d'interaction entre le faisceau incident et le matériau. Le schéma de la figure 3.2 illustre ce volume d'interaction et la résolution spatiale qui en découle. On note que, du fait de l'inclinaison, la résolution est différente selon les deux directions du plan de l'échantillon.

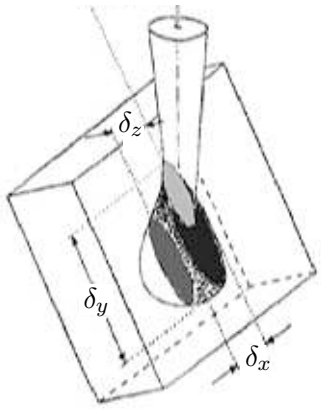


FIGURE 3.2 – Volume d'interaction et résolution spatiale induite par la focalisation du faisceau incident et l'inclinaison de l'échantillon lors de l'acquisition des clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés [101].

3.1.2 Acquisition des cartographies d'orientation

Une cartographie d'orientation est réalisée par balayage de l'échantillon selon une grille de points. La figure de diffraction associée à chacun des points donne l'orientation locale du cristal (3 angles d'Euler) ainsi que les paramètres IQ et CI. Le paramètre de qualité de l'image IQ (Image Quality) traduit le contraste du cliché de diffraction. L'indice de confiance CI (Confidence Index) traduit la différence entre la figure de diffraction expérimentale et la meilleure figure théorique à laquelle elle a été associée.

Le balayage peut être réalisé par un déplacement soit du faisceau incident, soit de l'échantillon. Le balayage par déplacement de l'échantillon sous le faisceau incident permet la réalisation de cartographies d'orientation sur des zones étendues sans introduire de distorsion géométrique ni de modification de la position du centre des figures de diffraction. De plus, cette méthode permet de conserver la focalisation du faisceau en tout point de l'échantillon et donc d'obtenir une résolution spatiale homogène. La résolution spatiale est cependant limitée par la précision du déplacement mécanique de la platine. Dans le cas du balayage faisceau, le pas de la grille peut être considérablement réduit mais la taille de la zone balayée est limitée par les distorsions géométriques et la défocalisation occasionnée par l'inclinaison de l'échantillon. Ce type de système doit faire appel à une calibration dynamique de l'indexation pour prendre en compte le déplacement du centre des figures de diffraction au cours du balayage. Enfin, il est nécessaire d'utiliser un microscope à balayage possédant une fonction de focalisation dynamique afin de pallier la défocalisation progressive du faisceau.

Dans le cadre de la réalisation de cartographies d'orientation sur l'alliage N19, la taille de grains modérée autorise l'utilisation d'un balayage faisceau. Selon la taille de grains des échantillons, la taille de la zone balayée et le pas de mesure choisi sont variables :

➛ pour une taille de grains inférieure à 10 μm de diamètre, la taille des cartographies est limitée à 200 x 200 μm avec un pas de 0,5 μm ;

➛ pour une taille de grains comprise entre 10 μm et 20 μm de diamètre, la taille des cartographies est limitée à 400 x 400 μm avec un pas de 1 μm.

Le microscope utilisé est un MEB Zeiss DSM982 Gemini. Il s'agit d'un appareil équipé d'un canon à émission de champ qui permet une excellente résolution jusqu'aux basses ten-

sions : les résolutions théoriques sont de 1 nm à 30 kV et de 4 nm à 1 kV. Les cartographies d'orientation sont obtenues avec une tension d'accélération de 20 kV et la position de diaphragme la plus ouverte.

3.1.3 Préparation des échantillons

Du fait de l'inclinaison de l'échantillon, l'état de surface de l'échantillon doit être suffisamment plan pour éviter les effets d'ombrage. De plus, la préparation doit être réalisée en évitant l'écrouissage en surface que peut introduire le polissage mécanique. Pour cela, le polissage est souvent réalisé par méthode électrolytique ou par utilisation de suspensions de type OPS.

Les échantillons de N19 sont polis en utilisant un polissage mécanique avec une granulométrie décroissante jusqu'à 1200 puis un polissage à la pâte diamantée de 6, 3 puis 1 μm. Une suspension OPS est ensuite utilisée pendant un temps limité de 2 minutes pour assurer la finition du polissage tout en évitant la création de sillons aux joints de grains.

Lorsque la résine d'enrobage utilisée n'est pas conductrice (polymère) un pont conducteur est réalisé avec de la laque d'argent entre la partie apparente du métal poli et le porte-échantillon.

3.2 Exploitation classique des cartographies d'orientation

Dans cette étude, les acquisitions et les indexations des clichés de diffraction sont réalisées à l'aide des logiciels dédiés de la marque TSL ™OIM. De même, l'exploitation des cartographies d'orientation obtenues sont traitées en utilisant les fonctionnalités du logiciel TSL ™OIM Analysis. Celui-ci permet de réaliser les étapes de nettoyage et de mesures classiques des grains et joints de grains [102].

3.2.1 Traitement préliminaire des cartographies d'orientation

Le soin porté à la préparation des échantillons et à l'acquisition des clichés de diffraction ne suffit souvent pas à s'affranchir de quelques erreurs ponctuelles dégradant la qualité globale de la cartographie une fois reconstituée. Ces erreurs peuvent être néfastes à l'exploitation d'une cartographie. Une attention particulière doit être portée au paramétrage des outils utilisés à chaque étape du nettoyage. En effet, le nettoyage doit assurer efficacement une élimination des erreurs réelles sur les mesures d'orientation sans dégrader les mesures fiables.

Selon la source de l'erreur de mesure, un point de mesure erronée pourra être discriminé à l'aide d'un indicateur particulier :

➛ un point de mesure erroné dû à la présence d'un élément étranger à la surface de l'échantillon est caractérisé par un cliché de diffraction inexistant qui entraîne une incapacité du logiciel d'indexation de donner une valeur d'orientation ;

➛ un point de mesure erroné dû à l'apparition de plusieurs réseaux diffractant sur un même cliché entraîne l'attribution d'une valeur faible de l'indice de confiance ;

➛ un point dont la valeur d'orientation mesurée est isolée par rapport à celles de ses proches voisins, est souvent considéré comme erroné.

Ainsi, plusieurs méthodes sont employées pour discriminer et remplacer la valeur d'orientation d'un point de mesure considéré comme erroné. Le logiciel d'exploitation possède un ensemble d'outils pour réaliser le nettoyage des cartographies. Parmi ceux-ci, les étapes de nettoyage choisies pour la présente étude font intervenir les traitements suivants donnés par ordre d'utilisation :

➛ "Confidence Index Correlation" est un traitement basé sur l'indice de confiance at-

tribué à chaque point de la cartographie. Un seuil est choisi sur la valeur de cet indice. Si un point de mesure possède un indice inférieur à ce seuil, son orientation est modifiée. L'orientation du point voisin, dont l'indice de confiance est le plus grand, lui est alors attribuée. Cette opération entraînant donc un moyennage local des mesures d'orientation, un seuil trop élevé peut amener à un "lissage" des orientations sur une partie trop importante de la cartographie et ainsi provoquer un biais lors des mesures locales de désorientation.

➛ "Grain dilation" est un traitement qui consiste à supprimer les grains définis par un nombre de points contigus inférieur à un seuil défini. L'orientation du point voisin dont l'indice de confiance est le plus grand parmi les points n'appartenant pas au grain à supprimer est alors attribuée à chaque point modifié. L'ordre de suppression des points du grain est choisi aléatoirement. Cette opération est basée sur la définition du grain qui est détaillée dans le paragraphe 3.2.2.

3.2.2 Définition et mesure de la taille de grains

La mesure de la taille de grains, bien qu'étant une notion apparemment simple et claire, mérite une attention particulière lorsque que l'on s'intéresse au réseau de joints de grains. Selon la définition que l'on fait du joint de grains, la définition du grain peut changer et ainsi affecter la mesure de taille de grains.

La taille de grains est une mesure normée définie par l'ASTM [103]. Cette norme préconise trois types de mesure : par comparaison à des images de référence, par la méthode des "intercepts" et par comptage du nombre de grains par unité d'aire. Ces trois mesures peuvent être converties en diamètre moyen équivalent. La formulation de ces conversions n'est pas détaillée dans ce chapitre. Quelle que soit la méthode employée, les grains sont considérés comme les zones séparées par les joints de grains révélés par la micrographie. Une précision est faite au sujet des parois de macle qui, selon la norme, ne doivent pas être considérées comme des joints de grains. Un grain peut être constitué d'un ensemble de zones de contraste homogène séparées par des parois de macle rectilignes.

Dans le traitement des cartographies EBSD, un grain est considéré comme un ensemble de points de mesure contigus séparés par une désorientation inférieure à un seuil angulaire. Ce seuil correspond à la limite angulaire qui sépare les joints de grains de faible et forte

désorientation. Du fait de la différence sur le concept même de grain, les valeurs de taille de grains mesurées sur la base de cartographies EBSD ne peuvent pas être directement comparées à des tailles de grains au sens métallographique du terme. Conformément à la loi de Read et Shockley, la valeur du seuil angulaire est égale à 15°. La valeur par défaut du logiciel d'exploitation est de 10°. Par souci d'homogénéité des mesures réalisées dans les différents laboratoires participant au projet ORGANDI et des résultats de la bibliographie, la valeur de 10° est adoptée pour l'ensemble des résultats présentés.

La taille d'un grain obtenue avec le logiciel d'exploitation consiste simplement à compter le nombre de points contenus dans ce grain. L'aire du grain est obtenue en multipliant le nombre de points appartenant au grain par le carré du pas de la grille. La taille des grains peut aussi être spécifiée par un diamètre équivalent. Le diamètre d'un grain est calculé en supposant que le grain est un cercle. Le diamètre équivalent est alors égal à 2 fois la racine carrée de l'aire, divisée par π. Il est aussi possible de déterminer une valeur de l'indice ASTM G correspondant à l'aire A d'un grain grâce à la relation : $G = -3,32 * log(A) - 2,95$, où A est exprimé en mm^2. L'aire du grain servant de base à toutes les autres mesures de la taille des grains, les résultats présentés dans la suite de la thèse seront exprimés en μm^2.

Le logiciel permet, comme le préconise la norme, d'exclure les parois de macle de la mesure de la taille de grains. Pour déterminer si un joint de grains est une paroi de macle, trois critères sont utilisés. Premièrement, la désorientation du joint de grains doit correspondre, à une tolérance angulaire près de 2°, à une rotation de 60° autour d'un axe <111>. Ensuite, l'orientation de la trace du joint de grains doit correspondre, à une tolérance angulaire de 2°, à l'orientation théorique de cette trace. Enfin, les traces des plans {111} de chacun des deux grains ne doivent pas différer de plus de 8°.

Selon le phénomène que l'on souhaite caractériser par une mesure de la taille de grains, l'exclusion des parois de macle est justifiée ou non. Lorsque l'on s'intéresse aux grains au sens de la croissance lors des traitements thermiques, l'exclusion des parois de macle se justifie. En effet, un grain en croissance peut être subdivisé si un accident de croissance donne naissance à une paroi de macle. On ne considérera pas cette subdivision comme l'apparition d'un nouveau grain de petite taille mais comme une croissance continue du grain initial. Lorsque l'on s'intéresse aux grains au sens du polycristal, rien ne justifie l'exclusion des parois de macle qui font partie intégrante du réseau de joints de grains.

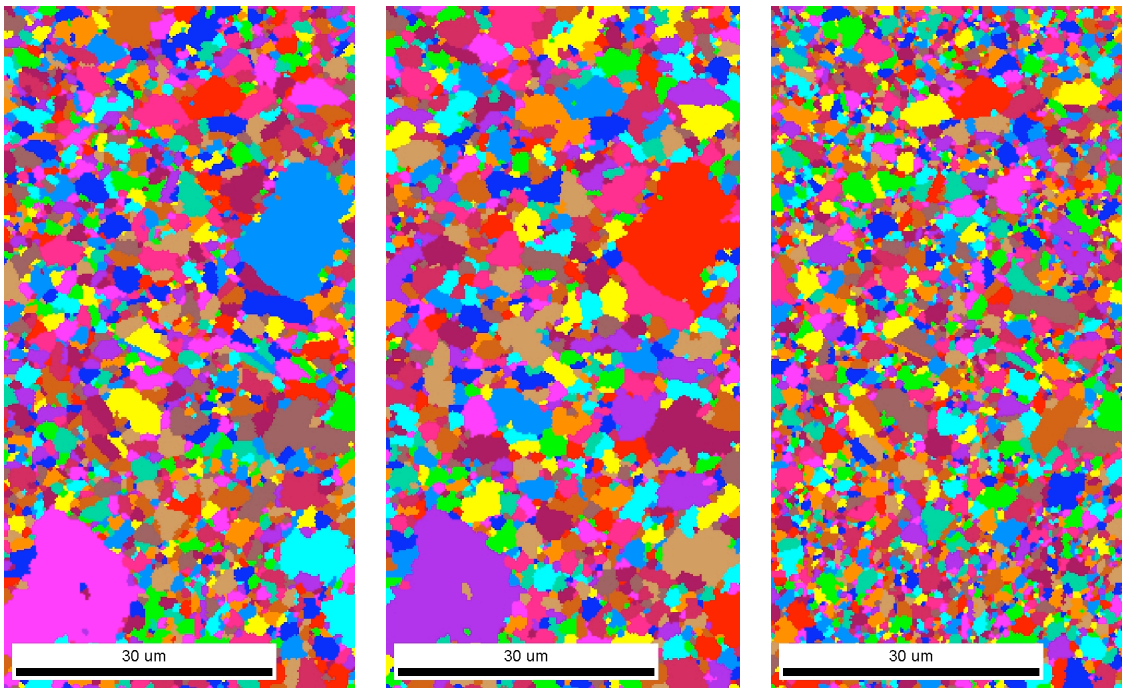
Enfin, l'utilisation des cartographies d'orientation pour la mesure de la taille de grains permet de réaliser une estimation de la mesure de la taille des sous-grains lorsque ces structures existent. En effet, une diminution du seuil angulaire qui définit les grains permet de faire apparaître un assemblage des sous-grains au sein d'un grain déformé.

Pour illustrer ces différentes notions, les grains d'une même cartographie sont représentés avec trois définitions différentes :

➛ tolérance angulaire égale 10° sans exclusion des parois de macle (l'aire moyenne des grains est notée $\overline{Ag}_{AM}$) (cf. figure 3.3a) ;

➛ tolérance angulaire égale à 10° avec exclusion des parois de macle (l'aire moyenne des grains est notée $\overline{Ag}_{SM}$) (cf. figure 3.3b) ;

➛ tolérance angulaire de 2° sans exclusion des parois de macle (l'aire moyenne des sous-grains est notée $\overline{Ag}_{SG}$) (cf. figure 3.3c).



a) Avec parois de macle b) Sans paroi de macle c) Sous-grains

FIGURE 3.3 – Modification de l'aspect des grains selon la définition choisie. Représentation en couleur aléatoire unique par grain. Echantillon de N19 issu de la barre filée.

3.2.3 Mesure des fractions de joints de grains "spéciaux"

Les joints de grains peuvent être, sur la base de leur description cristallographique, classés en catégories (cf. §1.1.1). Le critère utilisé ici pour catégoriser les joints de grains est celui de Brandon.

Le logiciel d'exploitation permet de mesurer la proportion de joints de grains de chacune des catégories parmi l'ensemble des joints de grains du réseau. Les joints de grains ne sont pas considérés individuellement et ne peuvent donc pas être dénombrés. Seules des longueurs de joints de grains sont mesurées en comptabilisant les paires de points séparés par une désorientation correspondant à une catégorie donnée de joints de grains. La fraction en longueur de joint de grain est notée dans la suite de la thèse f_L et la fraction en nombre de joints de grains est notée f_N.

Dans le cas des joints de grains spéciaux d'indice de coïncidence $\Sigma 3$, le logiciel permet, par la méthode décrite dans le paragraphe précédent, de différencier les $\Sigma 3$ correspondant à une paroi de macle cohérente. On note $f_L(\Sigma 3_{coh.})$ la proportion des ces joints de grains. La fraction des $\Sigma 3$ ne correspondant pas à une paroi de macle cohérente est notée $f_L(\Sigma 3_{non-coh.})$. Cette fraction peut être calculée grâce à la relation :

$$f_L(\Sigma 3_{non-coh.}) = f_L(\Sigma 3) - f_L(\Sigma 3_{coh.}) \tag{3.2}$$

3.2.4 Mesure de la mosaïcité d'orientation dans les grains

Le logiciel d'exploitation permet de mesurer la désorientation moyenne au sein des grains du polycristal selon deux méthodes principales.

La méthode "Grain Average Misorientation" (GAM) permet de calculer la désorientation moyenne de chaque point avec ses premiers voisins au sein d'un même grain. La valeur moyenne des désorientations calculées sur l'ensemble des points du grain est attribuée à ce dernier.

La méthode "Grain Orientation Spread" (GOS) prend pour référence l'orientation moyenne des points formant le grain. Pour chaque point, la désorientation par rapport à cette référence est calculée. La valeur moyenne des désorientations ainsi calculées sur l'ensemble des points du grain est attribuée à ce dernier.

La mesure locale de désorientation entre deux points de mesure est très sensible à la taille du pas de la grille de la cartographie. Pour un même gradient d'orientation, plus le pas de mesure est faible plus la désorientation mesurée est réduite. De ce fait la valeur du GAM attribuée à un grain doit être accompagnée du pas de la grille utilisé. L'écart à la moyenne utilisée pour le calcul du GOS est moins dépendant du pas choisi.

Dans le cadre de cette étude, les déformations sont réalisées à haute température. De ce fait, l'écrouissage des grains est accompagné par le phénomène de restauration. Les dislocations produites sont très rapidement réorganisées en structure de sous-joints. Ainsi, la désorientation locale au sein des sous-grains peut être très faible et ne pas refléter le niveau d'écrouissage du grain. L'utilisation de l'orientation moyenne du grain comme référence permet d'apprécier la désorientation d'un bout à l'autre d'un grain, issue d'une déformation, malgré le réarrangement des dislocations. Pour cette raison, la mesure des désorientations moyennes dans les grains est réalisée en utilisant la méthode GOS.

3.3 Etude de sensibilité des mesures

Ce paragraphe est destiné à mettre en évidence l'influence des paramètres d'acquisition et de traitement des cartographies sur la qualité de reconstitution des grains de l'échantillon et sur la validité des mesures des grains et joints de grains.

3.3.1 Influence du pas d'acquisition et du nettoyage

Dans le but de mettre en évidence l'effet du pas d'acquisition et du nettoyage des cartographies sur la qualité des exploitations, plusieurs cartographies d'une même zone sont réalisées avec trois pas de mesure différents : 0,125, 0,25 et 0,5 μm. Pour cartographier la même zone de grains d'une acquisition à l'autre, celle-ci est repérée grâce au léger dépôt de carbone créé sur la surface irradiée par craquage sous le faisceau des huiles contaminant le vide de la chambre du MEB. Après indexation et reconstruction des cartographies brutes, un même traitement de "nettoyage" est réalisé sur les trois cartographies brutes obtenues. L'échantillon choisi pour cette analyse est issu de la campagne expérimentale réalisée sur l'alliage N19 ($n°13$ dans la table 4.1, traité Sub-solvus).

Le nettoyage se déroule en deux étapes successives :

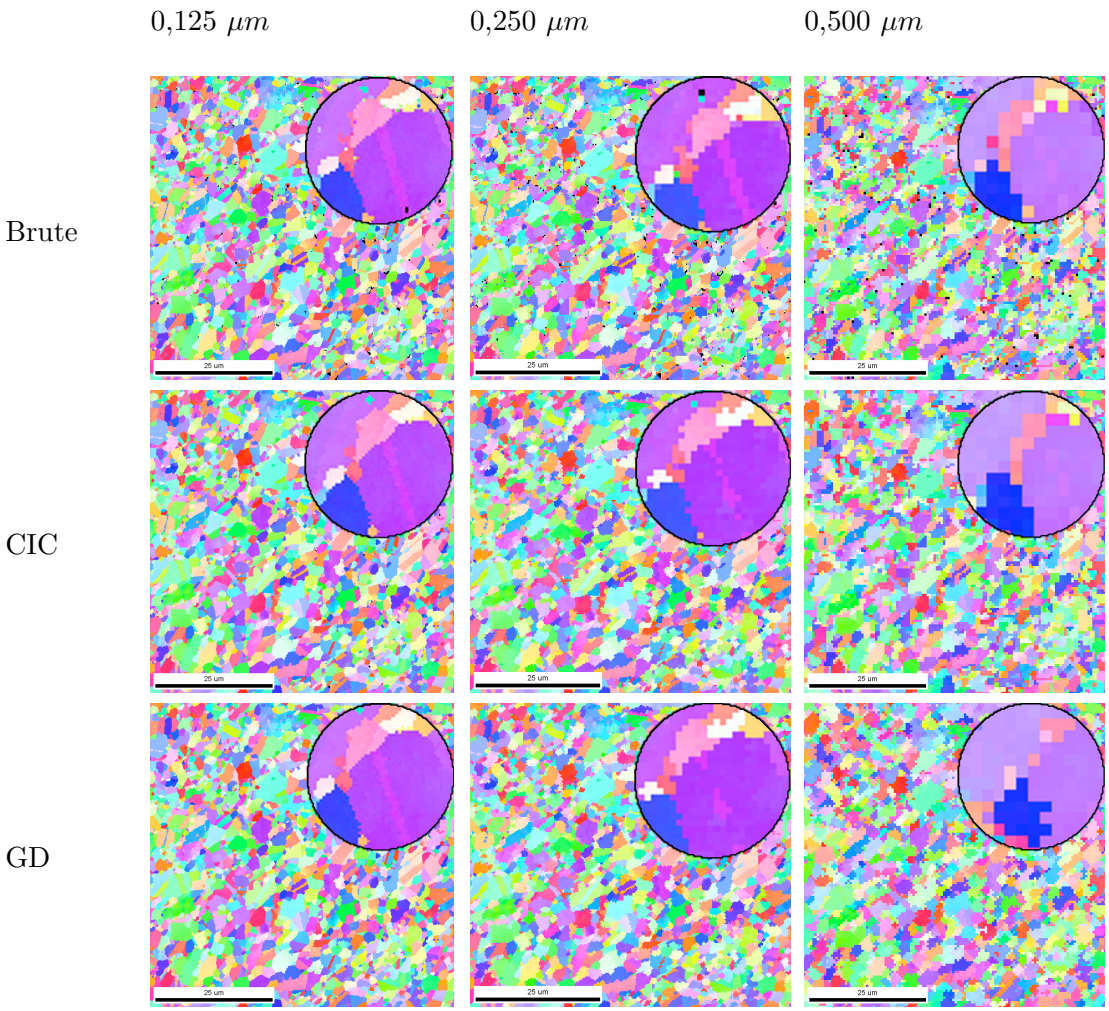
➛ un nettoyage de type "Confidence Index Correlation" (CIC) qui a pour objectif de supprimer les points dont la mesure d'orientation n'est pas suffisamment fiable ; la valeur minimale de CI autorisée est 0,9.

➛ un nettoyage de type "Grain Dilation" visant à supprimer les points isolés ne permettant pas de définir correctement un grain. La taille minimale autorisée pour un grain est de 4 points de mesures.

❋ Influence sur la mesure de la taille de grains

Pour chacune des acquisitions et chacune des étapes de nettoyage réalisées, une cartographie en figure de pôle inverse est réalisée. Afin de mieux visualiser les détails de microstructure, une vue grossie ($\times 5$) est superposée à la cartographie complète. Les neuf cartographies obtenues sont données dans la figure 3.4. Le tableau associé donne les tailles de grains mesurées ($\overline{A_{G(S.M.)}}$ en μm^2) sur chacune des cartographies.

Pour un pas d'acquisition de 0,125 μm, la forme globale des grains est correctement



Taille de grains $\overline{A_{G(S.M.)}}$ en μm^2			
	0,125 μm	0,250 μm	0,500 μm
Brute	1,97	2,22	2,94
CIC	2,29	2,81	3,59
GD	2,45	3,03	4,25

FIGURE 3.4 – Cartographies d'orientation en figure de pôle inverse réalisées sur une même zone avec 3 pas de mesure différents : 0,125 μm, 0,250 μm et 0,500 μm et trois étapes de "nettoyage" : état brut, après "confidence index correlation" (CIC), après CIC puis "grain dilation" (GD). Tableau de la taille de grains $\overline{A_{G(S.M.)}}$ mesurée sur chacune des cartographies.

décrite. On note en particulier que l'aspect rectiligne des deux parois de macle parallèles est correctement restitué. Le premier traitement de nettoyage (CIC) supprime efficacement les orientations incorrectes situées aux joints de grains sans supprimer les petits grains. Il a cependant l'inconvénient de réduire l'écart entre les deux parois de macle parallèles. La taille de grains passe de 1,97 μm^2 sur la cartographie brute à 2,29 μm^2 après nettoyage. Le second traitement n'a visuellement qu'un effet négligeable sur la cartographie, le pas de mesure étant suffisamment petit pour décrire par plusieurs points les plus petits grains. La variation de la taille de grains mesurée est également réduite avec une augmentation de 0,16 μm^2.

En passant à un pas d'acquisition de 0,25 μm, la description globale des grains est légèrement dégradée mais la paire de parois de macle est toujours correctement décrite. La taille de grains mesurée est supérieure à celle mesurée avec le pas de 0,125 μm. Cette augmentation est due à l'impossibilité de décrire des grains de taille inférieure à 0,25 μm. Le traitement CIC supprime les quelques erreurs ponctuelles d'indexation mais dégrade fortement la forme initiale des joints de grains. La suppression de quelques points au niveau des deux parois de macle entraîne le fractionnement de la partie maclée du grain. Ce nettoyage entraîne une importante augmentation de la taille de grains, les points supprimés étant de plus grande taille.

Avec un pas de 0,5 μm, l'aspect général des grains est, dès la cartographie brute, médiocre et la taille de grains mesurée est alors surestimée. Les traitements de nettoyage suivant entraînent la disparition de grains de taille non négligeable ainsi que l'intégralité des parties maclées de grains.

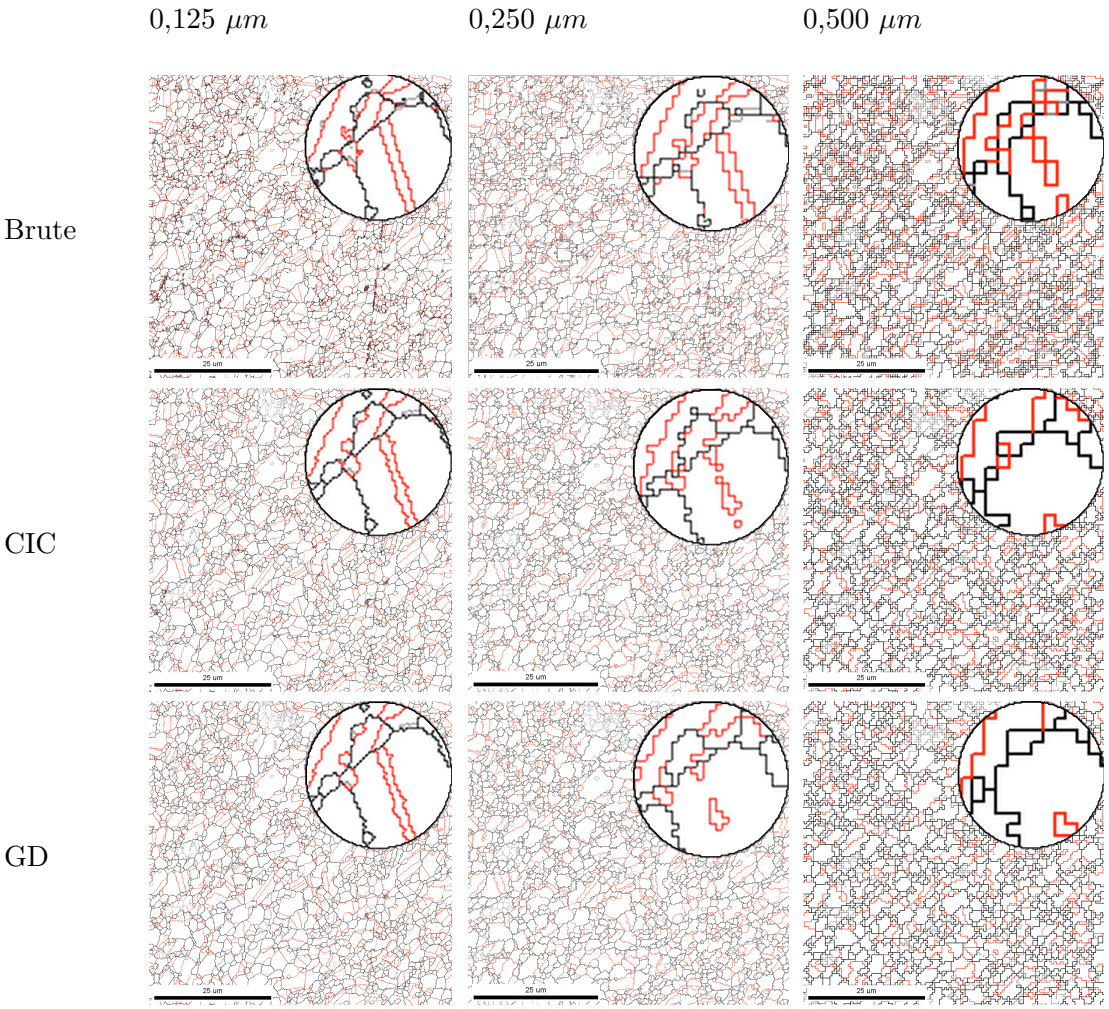
On observe une surestimation de taille de grains entraînée d'une part par l'utilisation d'un pas de mesure trop important et d'autre part par l'emploi abusif de nettoyage. De ce fait, il faut lorsque l'on compare des valeurs de taille de grains, s'assurer que les conditions opératoires utilisées sont identiques pour l'ensemble des valeurs.

❋ Influence sur la distribution de joints de grains mesurée

Afin de mieux visualiser les détails de microstructure, une vue grossie (×5) est superposée à la cartographie complète. Les neuf cartographies obtenues sont données dans la figure 3.5. Le tableau associé donne les fractions de joints de grains spéciaux mesurées (f_L) sur chacune des cartographies.

Cette représentation permet de visualiser la dégradation du réseau de joints de grains avec l'augmentation du pas de mesure. Pour un pas de mesure suffisamment fin (0,125 μm) l'ensemble des joints de grains est correctement décrit. Les étapes de nettoyage n'ont pas d'effet notoire sur cette description et la valeur de la fraction mesurée varie de façon négligeable. L'utilisation d'un pas plus important entraîne une diminution de la fraction mesurée due principalement au défaut de description des parois de macle parallèles.

On note globalement que la fraction de joints de grains spéciaux mesurée est moins sensible aux étapes de nettoyage que la taille de grains.



Fraction de joints de grains spéciaux			
	0,125 μm	0,250 μm	0,500 μm
Brute	0,318	0,286	0,256
CIC	0,316	0,282	0,245
GD	0,317	0,281	0,242

FIGURE 3.5 – Cartographies des joints de grains réalisées sur une même zone avec 3 pas de mesure différents : 0,125 μm, 0,250 μm et 0,500 μm et trois étapes de "nettoyage" : état brut, après "confidence index correlation" (CIC), après CIC puis "grain dilation" (GD). Les joints de grains spéciaux sont tracés en rouge. Tableau de la fraction de joints spéciaux mesurée f_L sur chacune des cartographies.

3.3.2 Influence de la taille des cartographies

Une méthode est proposée pour analyser l'influence de l'étendue de la zone d'analyse en termes de nombre de grains sur les mesures de la taille de grains et de la fraction de joints de grains. Elle consiste à faire varier la taille d'analyse d'un échantillon et d'évaluer les variations obtenues sur les mesures de taille de grains et de fraction de joints de grains spéciaux. La figure 3.6 indique en pointillés les différentes zones d'analyse étudiées. L'échantillon choisi pour cette analyse est issu de la campagne expérimentale réalisée sur l'alliage N19 ($n°13$ dans la table 4.1 traité Sub-solvus). L'ensemble des cartographies est réalisé avec un pas de mesure de 0,125 μm. Les évolutions de la taille de grains et de la fraction de joints de grains mesurées en fonction du nombre de grains présents dans la zone d'analyse sont représentées dans le graphique de la figure 3.7. On note que, pour les deux quantités, la valeur mesurée converge vers une valeur stable à partir d'environ 2000 grains.

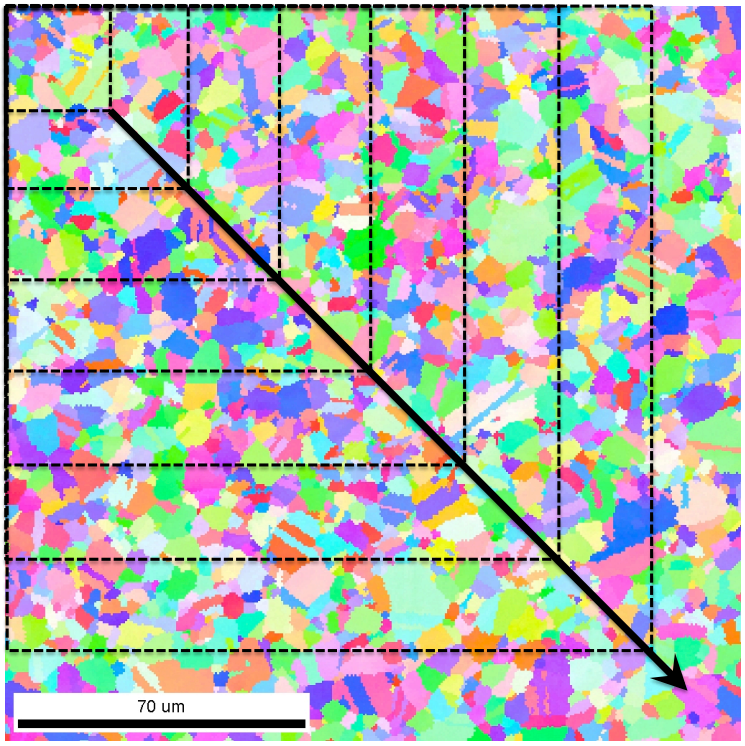


FIGURE 3.6 – Méthode d'évaluation de l'influence du nombre de grains dans la cartographie sur la mesure de la taille de grains et de la distribution de joints de grains spéciaux.

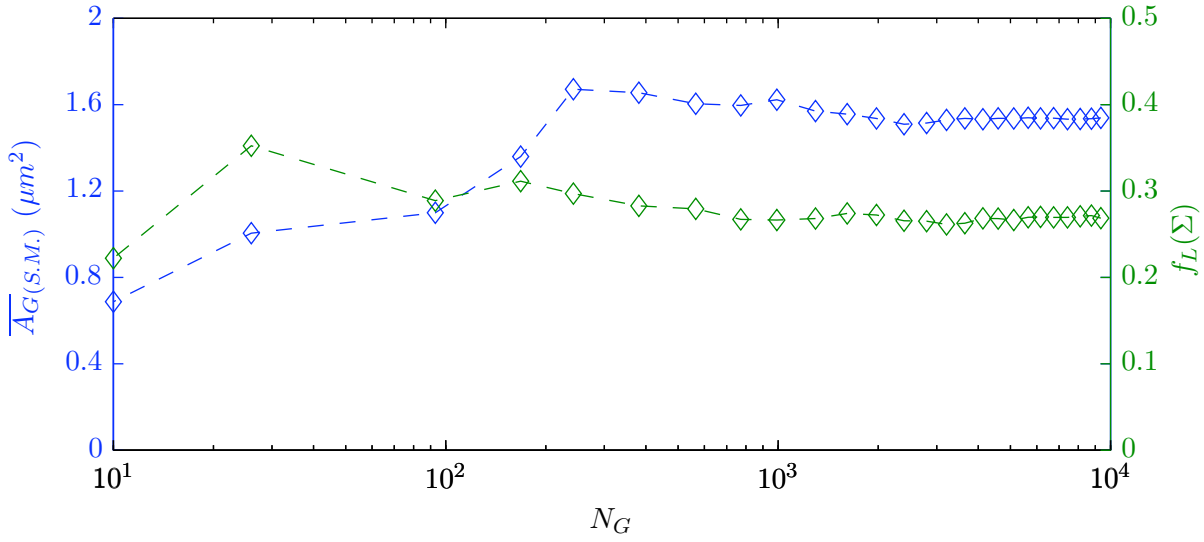


FIGURE 3.7 – Evolutions de la taille de grain $\overline{A_{G(S.M.)}}$ (μm^2) et de la fraction de joints de grains spéciaux $f_L(\Sigma)$ en fonction du nombre de grains dans la cartographie.

Bilan

Les paramètres utilisés pour l'étude ont fait l'objet de nombreuses réunions avec les partenaires du projet ORGANDI afin de trouver un protocole commun utilisable sur l'ensemble des échantillons de l'étude. Le choix principal concerne celui du critère de tolérance utilisé pour classer les joints de grains. Le choix du critère de Brandon comme critère commun a été unanime. Le critère de Brandon, du fait de son utilisation majoritaire dans les études d'ingénierie des joints de grains, apparaît comme un critère "par défaut". Un critère alternatif est cependant proposé pour les joints de grains issus du multi-maclage avec l'utilisation d'une tolérance angulaire fixe de 2°. Ce traitement particulier est justifié par le caractère "cohérent" de ces joints de grains. La tolérance n'est alors utilisée que pour prendre en compte les éventuelles erreurs de mesures.

Le deuxième choix à faire concerne celui du protocole utilisé pour mesurer la taille de grains. Cette mesure dépend essentiellement de la définition que l'on fait du grain. Pour assurer la pertinence des mesures, il est préférable de donner, pour chacune des cartographies, la valeur des tailles de grains avec et sans exclusion des parois de macle. Ainsi lorsque qu'une valeur de taille de grains est présentée, il est important que soit précisée la définition utilisée pour cette mesure.

Enfin, un choix commun a été fait sur le nombre de grains estimé comme représentatif de l'échantillon. Le nombre de 2000 grains est ainsi choisi pour fixer la taille des zones d'analyse. Cette valeur s'accorde convenablement avec les résultats obtenus dans l'étude de sensibilité présentée dans ce chapitre.

L'étude de sensibilité a montré l'importance de l'emploi de précautions particulières quant aux choix des paramètres d'acquisition et de traitement des cartographies. En effet, un nettoyage abusif des cartographies peut entraîner une forte variation de la taille de grains et des fractions de joints de grains mesurées. Le choix du pas d'acquisition dépend de la taille de grains et, de ce fait, ne peut pas faire l'objet d'un choix commun applicable à l'ensemble des échantillons du projet. Dans le cas de l'alliage N19, les tailles de grains obtenues dépendent principalement du traitement thermique utilisé. Ainsi, un pas d'acquisition est choisi pour chacun des trois traitements étudiés : trempé, sub-solvus et super-solvus. Le tableau 3.1 résume les choix utilisés pour chaque traitement.

Traitement	Trempé	Sub-solvus	Super-solvus
Pas de mesure (μm)	0,125	0,125	0,500
Nombre de grains minimum	2000		
Nettoyage 1	CIC (>0,9)		
Nettoyage 2	GD (>4 pixels)		

TABLE 3.1 – Conditions d'acquisition et de traitements des cartographies réalisées sur l'alliage N19

Chapitre 4

Etude expérimentale

Sommaire

Introduction 104

4.1 Simulation expérimentale du forgeage 106

4.1.1 Description des essais 106

4.1.2 Comportement en torsion à haute température 109

4.2 Evolution de la microstructure au cours de la déformation . . 119

4.2.1 Partition des cartographies EBSD 119

4.2.2 Evolution du réseau de joints de grains au cours de la déformation 121

4.3 Evolution de la microstructure au cours des traitements thermiques 124

4.3.1 Résultats des essais de torsion mono-passe 124

4.3.2 Résultats des essais de torsion multi-passe 127

Bilan 131

Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude expérimentale réalisée pour évaluer les effets des paramètres de forgeage sur le réseau de joints de grains de l'alliage N19. Les caractéristiques pouvant être ajustées au cours du procédé de forgeage sont de trois types : le mode de déformation (vitesse et température), la séquence de forgeage (taux de déformation et nombre de passes) et le traitement thermique final (sub ou super-solvus).

Le principe des essais réalisés lors de cette campagne est de reproduire de la façon la plus fidèle possible les conditions de déformation locale dans un galet lors du forgeage pour des éprouvettes de taille réduite. Les grandes déformations mises en oeuvre lors du forgeage impliquent l'utilisation d'essais mécaniques permettant l'application d'un taux de déformation important sans entraîner la ruine de l'éprouvette. Cette première condition élimine donc la possibilité d'utiliser de simples essais de traction. La campagne de compression réalisée dans le cadre de la thèse de Nadia Souaï a révélé de nombreux problèmes de contrôle des vitesses et taux de déformation appliqués [104]. Pour pallier ces problèmes expérimentaux, l'utilisation d'essais de torsion a été privilégiée. En effet, les essais de torsion permettent à la fois l'application de taux de déformation élevés avec un contrôle convenable des conditions de déformation via le système de rotation du dispositif d'amarrage des éprouvettes.

Le plan d'expérience choisi pour cette étude est inspiré de celui de la campagne d'essais de torsion réalisés par Nadia Souaï sur l'U720. Celui-ci est, de même, inspiré par les méthodes classiques d'ingénierie des joints de grains au procédé de forgeage. Lors de cette campagne sur l'U720 tous les essais ont été réalisés à la même température et deux vitesses de déformation ont été utilisées. L'alliage N19 étant un alliage élaboré par métallurgie des poudres, la taille de grains à l'état brut de filage est très inférieure à celle de l'U720. De ce fait, l'utilisation de vitesses de déformation inférieures à $10^{-2}s^{-1}$ et de températures plus élevées peut conduire à l'intervention du phénomène de superplasticité. Ce mode de déformation est alors considéré comme une voie supplémentaire de modification du réseau de joints de grains ("Voie superplasticité"). Ainsi, aux conditions étudiées dans l'étude de l'alliage U720 s'ajoutent deux conditions de vitesse et deux conditions de température pour lesquelles la superplasticité est susceptible d'intervenir.

Une analyse EBSD, réalisée selon le protocole choisi dans le programme ORGANDI

(cf.Chapitre 3), est faite sur l'état initial (brut de filage) puis sur l'état après traitement thermo-mécanique. Afin d'analyser l'influence des déformations à chaud successives et des traitements thermiques intervenant lors du procédé, des trempes après déformation sont réalisées. L'état trempé peut être analysé comme un état intermédiaire résultant de l'étape de déformation et servant d'état initial au traitement thermique. La réalisation de cartographies EBSD représentatives de chacun des états métallurgiques permet d'observer la variation de la fraction de joints de grains spéciaux ainsi que de la taille de grains. Au delà de cette analyse classique, une étude plus approfondie des états trempés est proposée. Elle consiste à mettre en évidence la mosaïcité d'orientation cristallographique dans certains grains de la microstructure. Cette méthode permet de quantifier plus précisément l'effet de la recristallisation dynamique sur le réseau de joints de grains.

4.1 Simulation expérimentale du forgeage

Dans la continuité des essais réalisés sur l'U720 en compression et en torsion dans le cadre de la thèse de Nadia Souai, des essais de torsion sur N19 ont été réalisés au laboratoire du site des Ancizes de Aubert & Duval [105]. Ces essais consistent à appliquer des conditions de déformations (vitesse et température) représentatives des conditions de forgeage.

Deux types d'essais sont réalisés. Lors des essais de torsion dits "mono-passe", la déformation est appliquée en une fois avec des taux de déformation compris entre 0,1 et 0,6.

Lors des essais de torsion dits "multi-passe", la déformation est appliquée en plusieurs fois, les étapes de déformation étant séparées par des temps de maintien en température d'une durée de 30 min pendant lesquels la déformation est maintenue constante. En fin d'essai, une trempe à l'eau est réalisée immédiatement après la fin de la séquence de déformation. Les conditions d'essais sont regroupées dans le tableau 4.1.

4.1.1 Description des essais

Les éprouvettes utilisées pour ces essais de torsion sont prélevées dans une barre filée de N19. Il s'agit d'éprouvettes cylindriques dont la partie utile a pour longueur 17 mm et pour rayon 3 mm. Le plan des éprouvettes de torsion est représenté en figure 4.1. La tête des éprouvettes est filetée afin de la visser aux lignes d'amarrage de la machine de torsion. La fixation est faite en vissant la tête de l'éprouvette jusqu'en butée dans les lignes d'amarrage de la machine. Ainsi le blocage en rotation est assuré par le contact plan sur la butée et le contact dans les filets. Le contrôle de la température est assuré par la présence de deux thermocouples, l'un inséré dans le conduit percé axialement dans une des têtes de l'éprouvette, l'autre fixé à la surface du fût de l'éprouvette. Un système de trempe par projection d'eau, inclus au système, permet de contrôler la vitesse de refroidissement après essai.

Le plan d'expérience choisi est inspiré de la campagne d'essais réalisée sur l'alliage U720 et adapté au cas d'un alliage élaboré par métallurgie des poudres. Il consiste à faire varier, dans différentes conditions de vitesse et de température de déformation, le taux de déformation des passes appliquées à l'éprouvette. Lorsque plusieures passes sont imposées, l'arrêt entre les passes consiste à bloquer les mors en rotation en condition isotherme. Ce

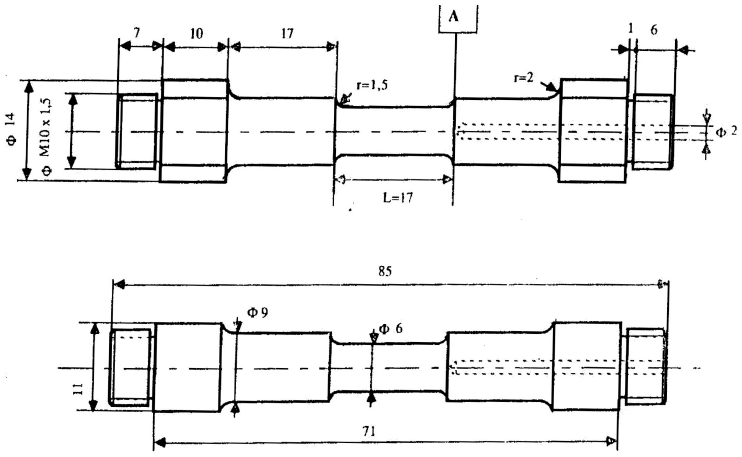


FIGURE 4.1 – Plan des éprouvettes de torsion (Source : CEMEF, Aubert&Duval).

maintien de la déformation entraîne une relaxation des contraintes dans l'éprouvette. Cette étape est représentative de ce que permet le procédé de forgeage isotherme utilisé pour les disques en alliage élaboré par métallurgie des poudres pendant lequel les interruptions de déformation sont faites sans arrêt du four et sans retrait de la matrice de forgeage. Le forgeage isotherme permet l'utilisation de plus basses vitesses de déformation ; c'est en cela que le plan d'expérience est adapté à l'alliage N19. En effet, des vitesses de déformation faibles (10^{-3} et $5.10^{-4}s^{-1}$) sont utilisées. À ces vitesses, les alliages élaborés par métallurgie des poudres sont caractérisés par un comportement superplastique dans certaines conditions de déformation. Cette superplasticité est envisagée comme une voie alternative possible pour la modification du réseau de joints de grains.

Comme dans le procédé de forgeage, les éprouvettes sont ensuite traitées thermiquement. Le fût des éprouvettes déformées est découpé en pions de 5 mm de hauteur. Pour chaque éprouvette, trois pions subissent trois traitements thermiques différents. Un des trois pions est conservé dans l'état trempé et les deux autres sont traités selon les conditions de durée et de température données dans le tableau 4.2. Les traitements sub-solvus et super-solvus qui suivent la déformation sont réalisés respectivement à 25°C en-dessous et 15°C au-dessus de la température de solvus des γ' primaires ($T_S = 1145$°C). Les durées de traitement sont conformes à celles utilisées dans les gammes standard de remise en solution après forgeage des disques. Ces conditions sont rassemblées dans le tableau 4.2.

n°	ref. A&D	γ	$T(°C)$	$\dot{\gamma}$ (s^{-1})
1	3735	1x0,1		
2	3737	1x0,15		
3	3740	1x0,3		
4	3738a	2x0,15		
5	3736	3x0,1		
6	3742	1x0,6		10^{-2}
7	3741	2x0,3		
8	3739b	4x0,15		
9	3743	1x0,6 + 1x0,05		
10	3748	1x0,6 + 1x0,15	1090	
11	3744	1x0,6 + 1x0,05		
12	3750	1x0,6 + 1x0,15		
13	3745	1x0,15		
14	3746	1x0,3		
15	3747	2x0,15		
16	3749	1x0,6		
17	3751	2x0,3		
18	3752	4x0,15		
19	3755	1x0,15		10^{-3}
20	3757	1x0,3		
21	3759	2x0,15		
22	3762	1x0,6	1055	
23	3760	2x0,3		
24	3761	4x0,15		
25	3756	1x0,3		
26	3758	1x0,6	1030	
27	3753	1x0,3		5.10^{-4}
28	3754	1x0,6	1090	

TABLE 4.1 – Récapitulatif des conditions d'essais de torsion sur N19 donnant le numéro de l'éprouvette, sa référence Aubert & Duval ainsi que les conditions d'essai : γ le taux de déformation, $\dot{\gamma}$ la vitesse de déformation et T la température.

Traitement	Sub-solvus	Super-solvus
Température $(°C)$	1120	1160
Durée (h)	4	1

TABLE 4.2 – Conditions des traitements thermiques suite aux essais de torsion sur N19.

4.1.2 Comportement en torsion à haute température

Pour l'analyse du comportement en torsion, les contraintes et déformations sont calculées à la surface de l'éprouvette, car c'est en surface qu'est réalisée l'acquisition des cartographies d'orientation servant à l'analyse du réseau de joints de grains.

❋ Calcul des déformations et contraintes locales

Les courbes contrainte-déformation sont tracées grâce à l'acquisition au cours de l'essai des valeurs d'angle de rotation θ_R et de couple C mesurées par la cellule de charge. Par commodité, on applique la théorie des poutres dans laquelle la déformation en cisaillement est calculée selon la relation :

$$\gamma = r\theta_R/L \tag{4.1}$$

où r est le rayon auquel la déformation est calculée et L la longueur utile de l'éprouvette. Dans l'hypothèse de petites déformations dans le domaine élastique, la contrainte de cisaillement peut être calculée grâce à la relation :

$$\tau = Cr/J \tag{4.2}$$

avec J, le moment polaire d'inertie de l'éprouvette cylindrique pleine, égal à :

$$J = \pi r^4/2 \tag{4.3}$$

Par la suite, les cartographies EBSD sont réalisées sur des méplats d'une largeur de 1 à 2 mm à la surface de l'éprouvette. Pour cela, on considère que l'épaisseur de matière enlevée pour réaliser le méplat est négligeable et que la déformation associée à la zone observée est égale à celle de la surface de l'éprouvette. Le schéma de l'enrobage et du méplat fait sur les pions issus des éprouvettes de torsion en N19 est représenté dans la figure 4.2. Le calcul de la déformation et de la contrainte est donc fait en utilisant $r = R = 3mm$ dans les équations 4.2 et 4.3.

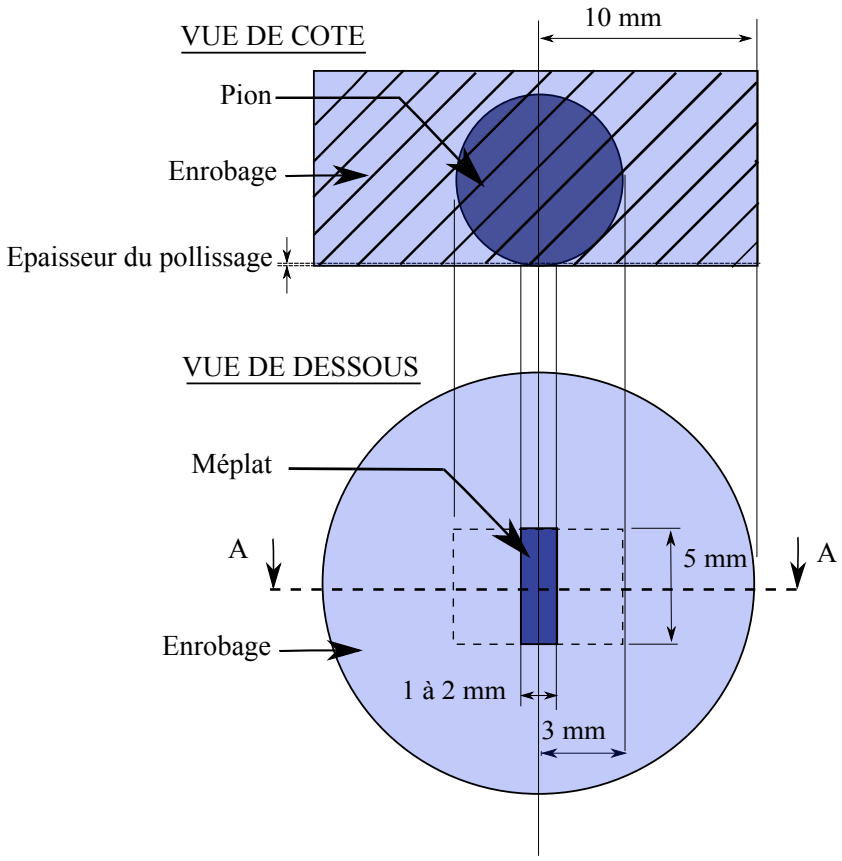


FIGURE 4.2 – Schéma de l'enrobage et du méplat réalisé par polissage sur les pions issus des éprouvettes de torsion en N19.

❉ Essais de torsion "mono-passe"

Le tableau 4.3 rassemble les conditions de déformation et température utilisées pour les essais de torsion mono-passe.

<table>
<tr><th>γ</th><th>T ($^\circ C$)</th><th>$\dot{\gamma}$ (s^{-1})</th></tr>
<tr><td>0,1</td><td rowspan="7">1090</td><td rowspan="4"></td></tr>
<tr><td>0,15</td></tr>
<tr><td>0,3</td></tr>
<tr><td>0,6</td><td>10^{-2}</td></tr>
<tr><td>0,15</td><td rowspan="6">10^{-3}</td></tr>
<tr><td>0,3</td></tr>
<tr><td>0,6</td></tr>
<tr><td>0,15</td><td rowspan="3">1055</td></tr>
<tr><td>0,3</td></tr>
<tr><td>0,6</td></tr>
<tr><td>0,3</td><td rowspan="2"></td><td rowspan="4">5.10^{-4}</td></tr>
<tr><td>0,6</td><td>1030</td></tr>
<tr><td>0,3</td><td rowspan="2"></td></tr>
<tr><td>0,6</td><td>1090</td></tr>
</table>

TABLE 4.3 – Conditions d'essais de torsion "mono-passe" sur N19.

Les courbes obtenues pour les différentes températures et vitesses de déformation étudiées sont représentées dans la figure 4.3.

Des chutes brutales de la contrainte sont observées au cours des essais. Ces décrochements sont trop importants et irréguliers pour être représentatifs du comportement du matériau. Ils peuvent être attribués à des glissements dans le système d'amarrage des éprouvettes de torsion. On suppose que ces glissements entraînent une simple décharge élastique de l'éprouvette suivi d'une reprise progressive de la consigne en contrainte. Le but de ces essais de torsion étant d'appliquer une déformation de taux donné à l'éprouvette, on considère que le taux de déformation final appliqué est très peu modifié par la présence de ces artefacts expérimentaux.

❉ Analyse de la sensibilité à la vitesse de déformation

L'influence de la vitesse de déformation peut être étudiée à $1090^\circ C$, température pour laquelle trois vitesses de déformation ont été appliquées. A la vitesse de $\dot{\gamma} = 10^{-2}s^{-1}$, la courbe contrainte-déformation passe par une contrainte d'écoulement maximale avant de s'abaisser jusqu'à une valeur stationnaire. Cet adoucissement est caractéristique de l'ini-

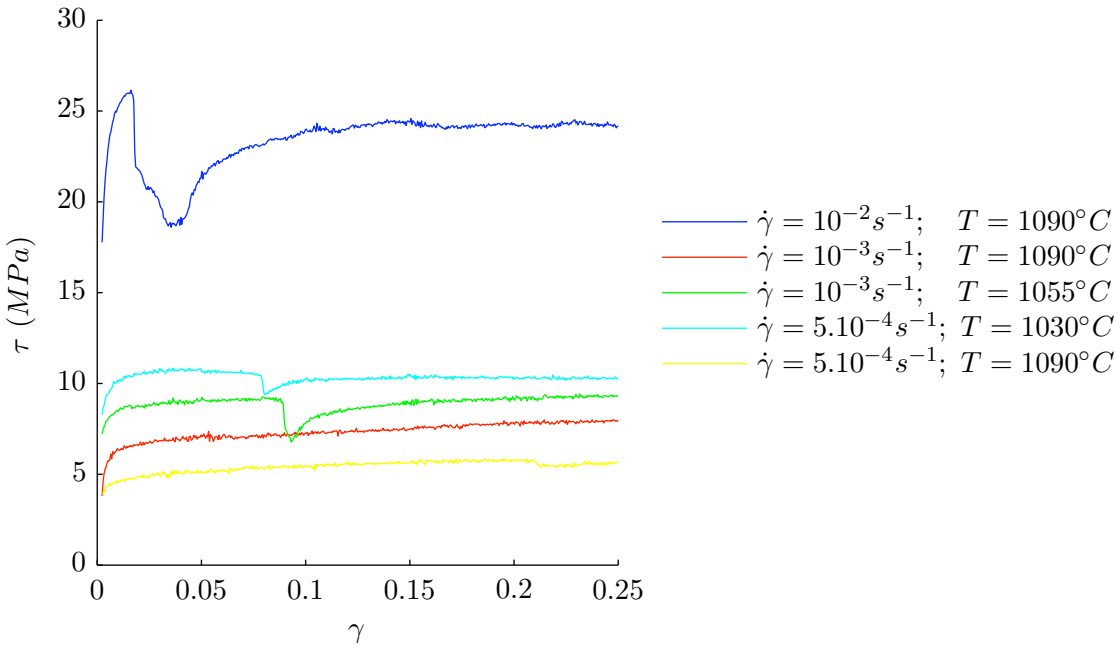


FIGURE 4.3 – Courbe contrainte-déformation en torsion sur l'alliage N19.

tiation d'une recristallisation dynamique. Pour les vitesses inférieures, cet adoucissement n'est plus observé. A la vitesse de $\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$ et $\dot{\gamma} = 5.10^{-4}s^{-1}$, une quasi-stabilisation de la contrainte apparaît sans passer par un maximum. A ces faibles vitesses, la contrainte d'écoulement semble augmenter modérément avec la déformation sans se stabiliser à une valeur constante.

La relation entre la vitesse de déformation et la contrainte maximale d'écoulement τ_p est souvent décrite par une loi puissance :

$$\tau_p = A\dot{\gamma}^m \tag{4.4}$$

Le paramètre m est appelé coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation. Il peut être calculé en estimant la pente de la courbe $log(\tau_p)$ en fonction de $log(\dot{\epsilon})$. Cette courbe est représentée figure 4.4. Les points aux températures de $1030°C$ et $1055°C$ ne sont présents qu'à titre indicatif. La valeur du coefficient de sensibilité à la vitesse obtenue pour $1090°C$ est de 0,48. Cette valeur est caractéristique d'un mode de déformation faisant intervenir de la superplasticité (cf. paragraphe 1.3.3).

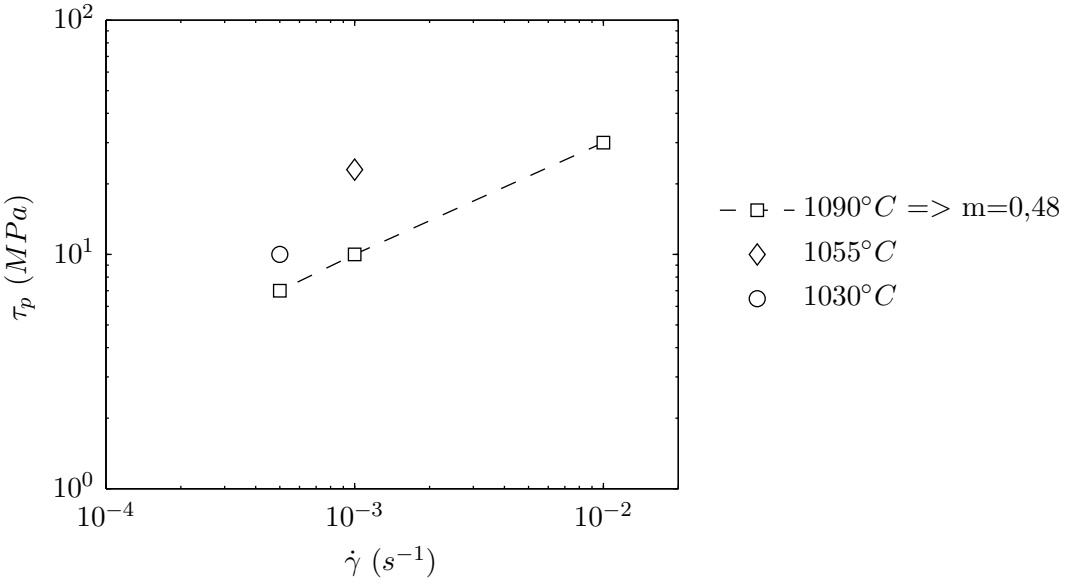


FIGURE 4.4 – Contrainte d'écoulement maximale en fonction de la vitesse de déformation, m est la valeur du paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation calculée à la température de 1090°C (échelle logarithmique).

❋ Analyse de l'évolution de la taille de sous-grains aprés déformation

Il a été montré que la taille des grains et des sous-grains est très dépendante des phénomènes mis en jeu lors de la déformation à haute température. La littérature donne deux relations distinctes 1.15 et 1.16 pour l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la taille moyenne des sous-grains et de la taille des grains (cf §1.3.3). La méthode décrite dans le chapitre 3 pour estimer la taille de sous-grains permet de prendre en compte la présence de sous-structures si elles existent (cf. §3.2.2). Elle donne donc une valeur moyenne d'une taille de sous-grains quelle que soit la proportion de ces sous-structures dans chacune des microstructures.

$$\tau = k.d^{-n} \tag{4.5}$$

où d est la taille de grains exprimée en diamètre équivalent moyen. On propose de généraliser la relation entre contrainte et taille de sous-grains mesurée $\overline{Ag}_{SG}$ par la relation unique :

$$\tau = k'.[\overline{Ag}_{SG}]^{-\frac{n}{2}} \tag{4.6}$$

L'exposant $\frac{n}{2}$ permet de considérer les tailles de grains exprimées en aire.

Les cartographies EBSD réalisées pour chacune des conditions de déformation permettent d'identifier les mécanismes intervenant lors de la déformation à haute température. Selon les mécanismes mis en jeu, la relation entre taille de grains et sous-grains et la contrainte d'écoulement peut être modifiée. Pour l'ensemble des essais de torsion monopasse, la contrainte d'écoulement τ mesurée avant la décharge et la trempe est associée à la mesure de l'aire moyenne des sous-grains $\overline{Ag}_{SG}$.

La figure 4.5 représente l'évolution du logarithme de cette contrainte en fonction du logarithme de la taille moyenne des sous-grains.

Il apparaît deux tendances distinctes pour les différentes conditions de vitesse et de température. En effet, pour les essais réalisés à la vitesse de $10^{-2}s^{-1}$ à $1090°C$, le coefficient n est identifié comme étant proche de 0,5, valeur pour laquelle l'équation 1.16 décrit l'intervention d'une recristallisation dynamique. L'ensemble des essais réalisés à vitesse inférieure semblent respecter une même et unique tendance pour laquelle le coefficient n est

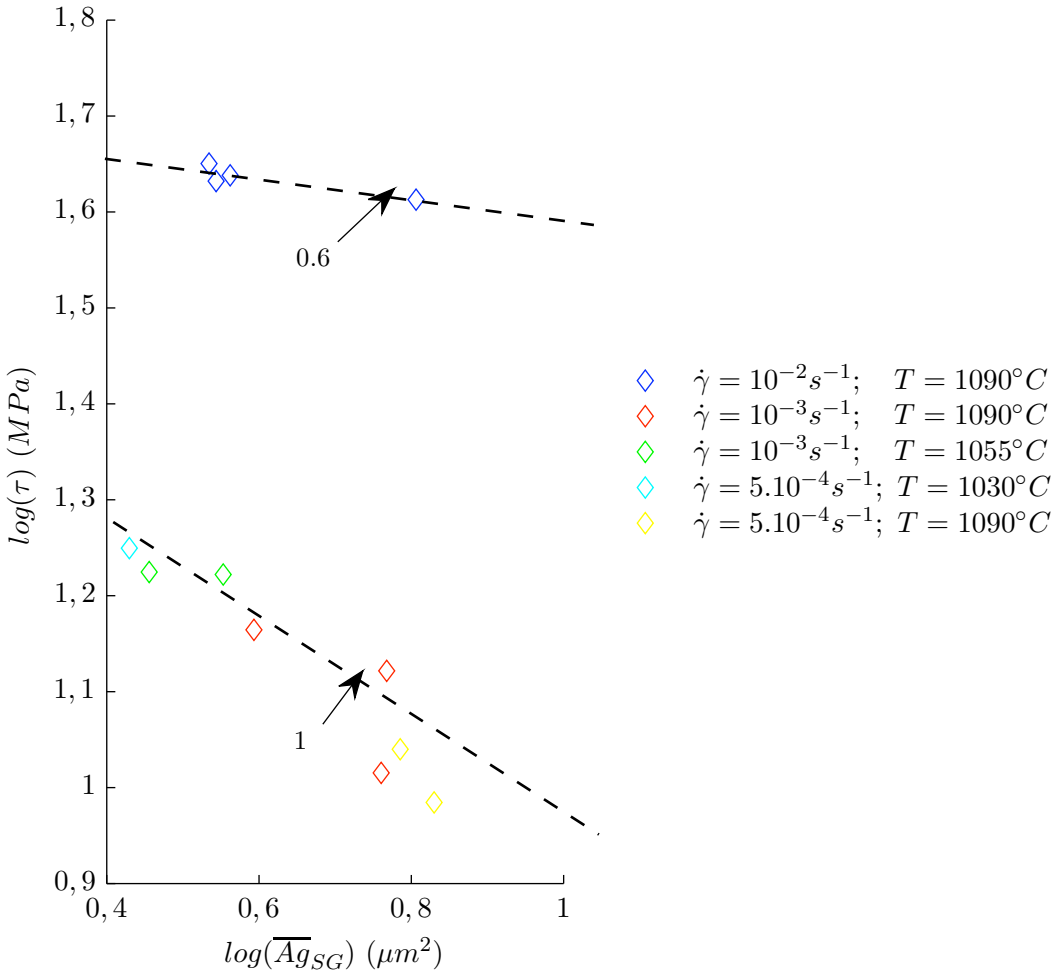


FIGURE 4.5 – Contrainte d'écoulement en torsion avant décharge et trempe en fonction de la taille mesurée des sous-grains.

proche de 1, valeur pour laquelle l'équation 1.16 décrit l'intervention d'une restauration dynamique [89].

La restauration dynamique est un phénomène diffusionnel qui entraîne, par arrangement de dislocations, la diminution des densités locales de dislocations. Ces déformations sont le moteur de la germination et de la cinétique de la recristallisation dynamique. Les vitesses de déformation élevées, du fait des temps courts de déformation, permettent d'atteindre les déformations locales nécessaires à l'initiation de la recristallisation. Aux vitesses plus basses, la restauration dynamique diminue de manière progressive les contraintes locales et retarde l'initiation d'un recristallisation.

❋ Essais de torsion "multi-passe"

Les essais de torsion multi-passe consistent à appliquer une séquence de déformations à un taux de déformation donné, séparés un maintien entraînant une relaxation des contraintes par maintien de la déformation et de la température pendant une durée de 30 min. Bien que les traitements d'ingénierie des joints de grains préconisent un traitement thermique entre chaque passe, l'ensemble de la séquence est réalisé à température constante. On justifie ce choix par l'incapacité technique d'une montée en température contrôlée dans l'enceinte de la presse lors du forgeage des disques. La séquence se termine, comme dans le cas des essais de torsion mono-passe, par une trempe à l'eau.

Deux types d'essais multi-passes sont réalisés. Le premier type consiste à réaliser des passes répétées avec un même taux de déformation. Ces essais sont réalisés dans le but d'étudier l'influence de la réitération d'un faible taux de déformation préconisé dans les méthodes classiques d'ingénierie des joints de grains. Le second type consiste à appliquer une déformation à faible taux à la suite d'une première passe de taux de déformation égal à 0,6. Ces essais ont pour but d'étudier l'influence d'une dernière passe en vue de simplifier une éventuelle application industrielle. En effet, alors que la succession de passes à faible taux de déformation pour atteindre le taux de déformation final nécessaire au forgeage des disques ($\epsilon > 1$) ne peut pas être envisagée, la réalisation d'une unique passe à faible taux de déformation en fin de procédé semble industriellement possible. Les conditions utilisées pour les essais multi-passes sont rassemblées dans le tableau 4.4. Les courbes obtenues à $1090°C$ aux deux vitesses de déformation sont représentées dans la figure 4.6.

γ	$T(°C)$	$\dot{\gamma}$ (s^{-1})
3x0,1	1090	10^{-2}
2x0,15		
4x0,15		
2x0,3		
2x0,15		10^{-3}
4x0,15		
2x0,3		
2x0,15	1055	
2x0,3		
4x0,15		
1x0,6 + 1x0,05	1090	10^{-2}
1x0,6 + 1x0,15		
1x0,6 + 1x0,05		10^{-3}
1x0,6 + 1x0,15		

TABLE 4.4 – Récapitulatif des conditions d'essais de torsion multi-passe sur N19.

Il apparaît qu'une séquence de taux de déformation identiques répétés n'entraînent pas un comportement identique lors des essais de torsion multi-passe. En effet, le maintien en température avant chaque montée en contrainte provoque une augmentation significative de la contrainte d'écoulement. Il est possible d'attribuer cette augmentation à l'intervention d'un auto-échauffement lors de la déformation. En effet, un auto-échauffement entraîne une augmentation de la température dans le volume de l'éprouvette au-delà de la température mesurée par le thermocouple de régulation au coeur de l'éprouvette. L'auto-échauffement étant fonction du taux et de la vitesse de déformation, celui en surface de l'éprouvette est supérieur à celui au coeur de l'éprouvette. Il est donc possible que, malgré un auto-échauffement dans le volume de l'éprouvette, la régulation en température n'ait pas le temps ne se faire. L'auto-échauffement entraîne alors une diminution progressive de la contrainte d'écoulement en cours de déformation. De plus, l'augmentation de la température peut entraîner une diminution progressive de la fraction volumique de précipités γ' secondaires au cours de la déformation. Lors du maintien, il n'y a plus d'auto-échauffement et la température dans l'éprouvette redevient égale à la température de consigne. Lors du cycle de déformation suivant, la contrainte d'écoulement apparaît augmentée du fait de la diminution de température et de l'augmentation de la fraction volumique de précipités γ' secondaires pendant le maintien.

Un pic de contrainte apparaît à la suite du domaine d'élasticité et s'amplifie avec le

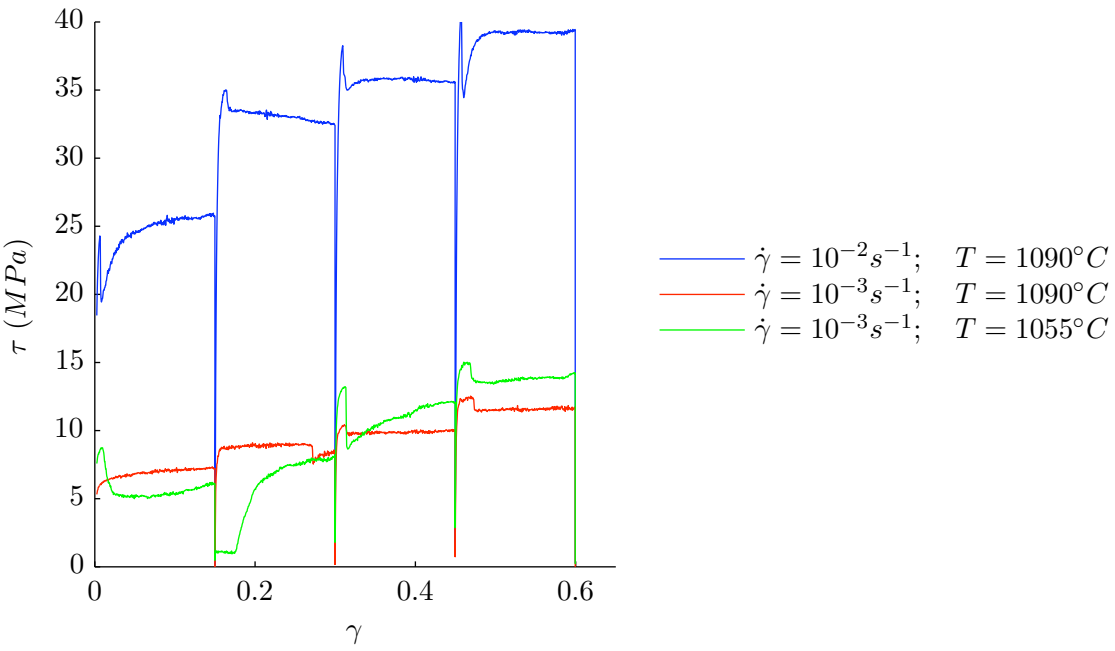


FIGURE 4.6 – Courbe contrainte-déformation en torsion sur l'alliage N19. Essais "multi-passes".

nombre de passes. Bien que n'étant pas clairement identifié, ce pic de contrainte peut être attribué à un phénomène d'interaction entre dislocations et atomes interstitiels tel un vieillissement intervenant soit au cours de la déformation, soit lors du temps de maintien. Les décrochements de la valeur de la contrainte présents sur les courbes correspondant aux essais à la vitesse de $10^{-3}s^{-1}$ sont attribués aux artefacts expérimentaux déjà rencontrés au cours des essais de torsion mono-passe.

4.2 Evolution de la microstructure au cours de la déformation

Le logiciel OIM permet de mesurer la désorientation moyenne dans des grains du polycristal selon deux méthodes.

La méthode "Grain Average Misorientation" (GAM) permet de calculer la désorientation moyenne de chaque pixel avec ses premiers voisins au sein d'un même grain. La valeur moyenne des désorientations calculées sur l'ensemble des pixels du grain est attribuée à ce dernier.

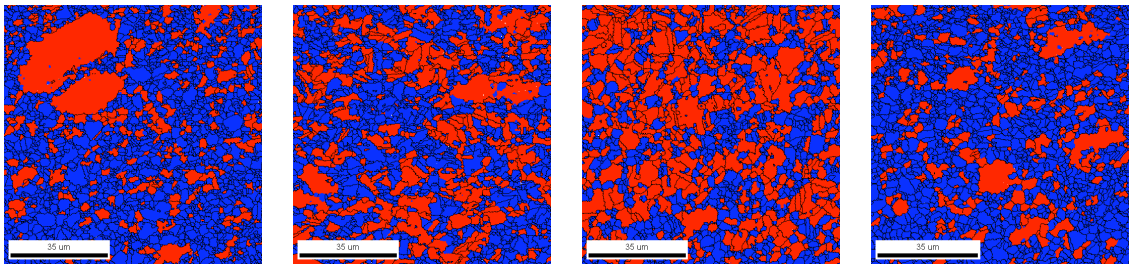
La méthode "Grain Orientation Spread" (GOS) se base sur l'orientation moyenne des pixels du grain. Pour chaque pixel, la désorientation par rapport à cette moyenne est calculée. La valeur moyenne des désorientations ainsi calculées sur l'ensemble des pixels du grain est attribuée à ce dernier.

Dans le cadre de cette étude, les déformations sont réalisées à haute température. De ce fait, l'écrouissage des grains est accompagnée par le phénomène de restauration. Les dislocations produites sont très rapidement réorganisées en structure de sous-joints. Ainsi, la désorientation locale au sein des sous-grains peut être très faible et ne pas refléter le niveau d'écrouissage du grain. L'utilisation de l'orientation moyenne comme référence permet d'apprécier la désorientation d'un bout à l'autre d'un grain issue d'une déformation malgré le réarrangement des dislocations. Pour cette raison, la mesure des désorientations moyennes dans les grains est réalisée en utilisant la méthode GOS.

4.2.1 Partition des cartographies EBSD

Lors des essais de torsion à haute température, la déformation est accompagnée d'une recristallisation dynamique des grains. Plusieurs études [62, 90, 106–110] montrent la possibilité d'identifier les zones recristallisées et les zones déformées sur la base d'un critère de mosaïcité d'orientation des grains. Cette méthode d'identification est ici utilisée pour suivre l'évolution de la microstructure en recristallisation dynamique. Les cartographies EBSD réalisées après trempe à différents taux de déformation permettent d'observer l'état des grains du polycristal au cours de la déformation. On fait l'hypothèse que les grains nouvellement formés lors d'une recristallisation dynamique ont une mosaïcité d'orientation très

faible. La mesure de la désorientation moyenne de chaque grain permet alors d'identifier les grains déformés non-recristallisés et les grains dynamiquement recristallisés. Pour cela, un seuil de la valeur de désorientation moyenne par grain doit être déterminé. La valeur de ce seuil est choisie à 0,6° de désorientation moyenne. Au delà de ce seuil, un grain est considéré comme déformé et non-recristallisé. Pour chaque cartographie, une identification des zones de grains recristallisés dynamiquement peut être faite. A titre d'illustration, ces cartographies sont présentées dans la figure 4.2.1. Il s'agit des états trempés après les essais de torsions mono-passes réalisés à la vitesse de $10^{-2}s^{-1}$ à $1090°C$.



$\gamma = 0,1$ $\gamma = 0,15$ $\gamma = 0,3$ $\gamma = 0,6$

FIGURE 4.7 – Cartographies des zones de grains recristallisés dynamiquement selon un critère de mosaïcité (Grain Orientation Spread). En rouge GOS>0,6°, en bleu GOS<0,6°. Etats trempés après les essais de torsion réalisés à la vitesse de $10^{-2}s^{-1}$ à $1090°C$.

Une fois identifiées, les populations de grains recristallisés et déformés peuvent être analysées séparément en terme de réseau de joints de grains. Le but de cette analyse différenciée est de mettre en évidence l'effet de la recristallisation dynamique sur le réseau de joints de grains.

On fait l'hypothèse d'une chronologie dans le phénomène de recristallisation dynamique. On considère que l'ensemble des grains déformés d'une cartographie est représentatif des grains prochainement recristallisés. Sur la base de cette hypothèse, la population de grains déformés à un taux de déformation donné peut être comparée à la population de grains recristallisés à un taux de déformation supérieur. Ainsi, il est possible de mesurer la proportion de joints de grains spéciaux effectivement créés au cours de la recristallisation des grains. Cette méthode de dépouillement est schématisée dans la figure 4.8. La fraction de joints de grains spéciaux mesurée dans la zone de grains recristallisés au premier incrément de déformation est comparée à celle mesurée dans l'état initial (brut de filage) des

éprouvettes de torsion. Ce dépouillement est réalisé sur les états trempés après les essais de torsion mono-passe à $1090°C$ aux vitesses de 10^{-2} et 10^{-3} s^{-1}.

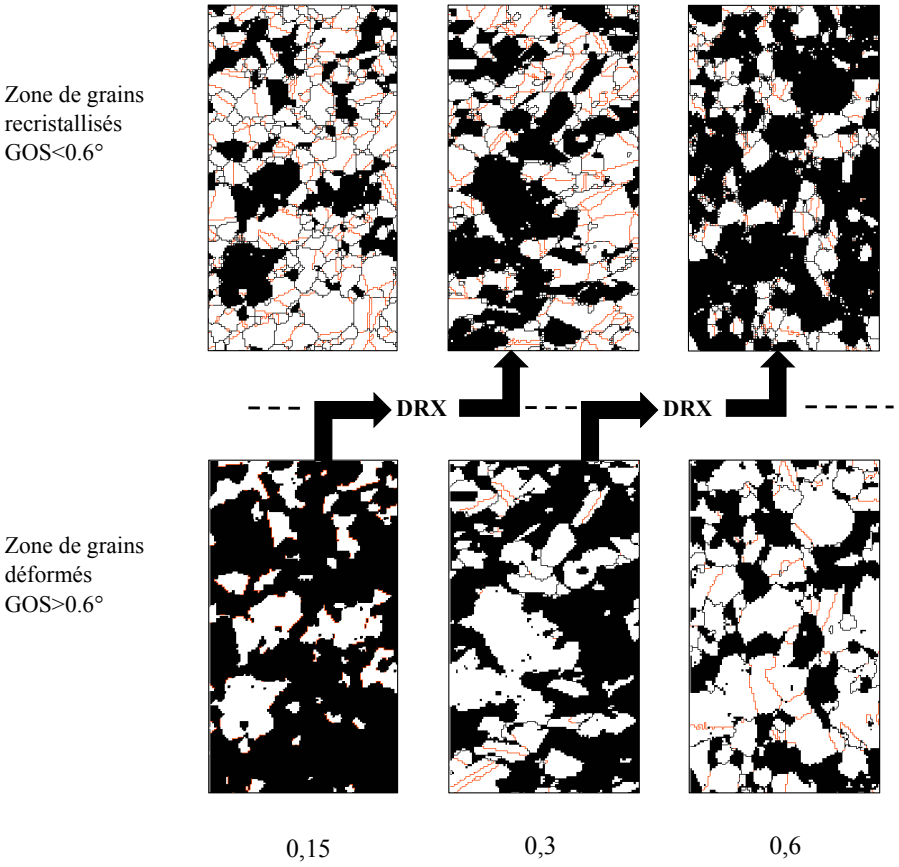


FIGURE 4.8 – Etude différentiée des grains recristallisés et déformés dans les cartographies EBSD sur état trempés après torsion.

4.2.2 Evolution du réseau de joints de grains au cours de la déformation

On note $\Delta\Sigma_{DRX}$ la différence entre la fraction de joints de grains spéciaux mesurée dans la zone de grains déformés et celle mesurée dans la zone de grains recristallisés après un incrément de déformation.

$$\Delta\Sigma_{DRX} = \Sigma_{RX} - \Sigma_{DEF} \tag{4.7}$$

Où Σ_{RX} et Σ_{DEF} sont les fractions en longueur de joints de grains spéciaux dans les zones de grains recristallisés et déformés. L'évolution de $\Delta\Sigma_{DRX}$ en fonction du taux de déformation aux deux vitesses est représentée sur les courbes de la figure 4.9.

Il apparaît que l'évolution de la fraction de joints de grains spéciaux formés lors de la

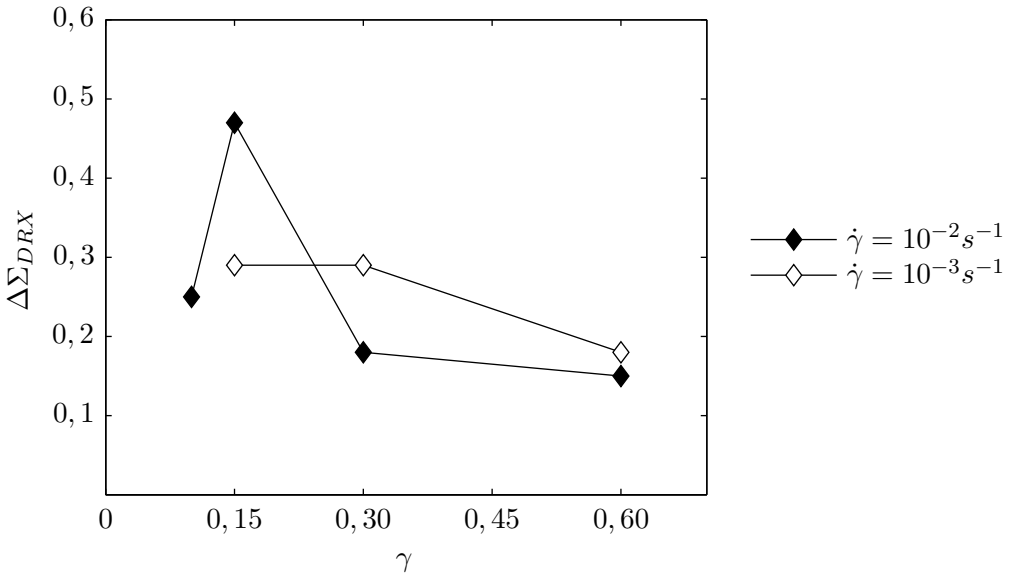


FIGURE 4.9 – Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux issue de la recristallisation dynamique lors des essais de torsion en fonction du taux de déformation. T=1090°C.

recristallisation dynamique est supérieure après de faibles taux de déformations (<0,2).

On sait que l'écrouissage des grains du polycristal est sensible à la vitesse à laquelle un taux de déformation est appliqué. Il est donc difficile de comparer l'effet du stockage d'une énergie motrice pour la recristallisation dynamique à deux vitesses de déformation différentes. Il est cependant possible de déterminer un paramètre énergétique prenant en compte le taux de déformation γ ainsi que la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$. On choisit ici d'écrire ce paramètre noté W sous la forme d'une loi de puissance :

$$W = \gamma.\dot{\gamma}^m \tag{4.8}$$

où m est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation.

L'évolution de $\Delta\Sigma_{DRX}$ en fonction de W est tracée sur un même graphique pour les deux vitesses de déformations dans la figure 4.10.

Le paramètre de sensibilité à la vitesse m ajusté pour construire cette courbe commune aux deux vitesses est égal à 0,16. Il correspond à une valeur classique obtenue pour des écrouissages ne faisant pas intervenir de superplasticité [83]. Bien qu'il ait été montré que la déformation lors des essais de torsion fasse intervenir de la superplasticité, celle-ci ne contribue en rien au stockage d'énergie sous forme de dislocations dans les grains.

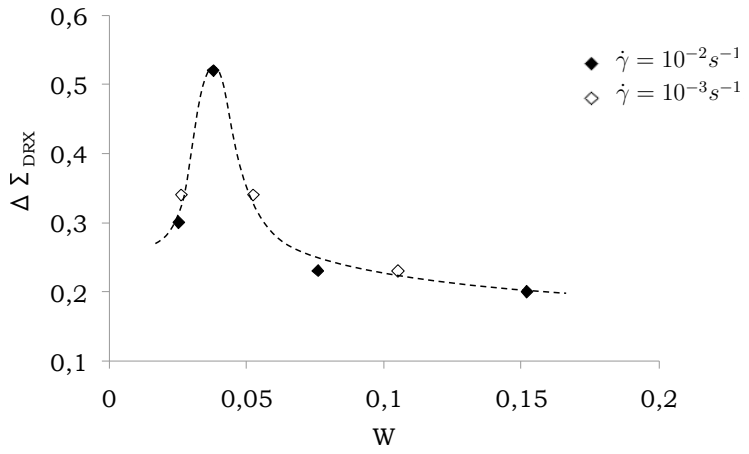


FIGURE 4.10 – Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux issue de la recristallisation dynamique lors des essais de torsion en fonction de W.

Cette "courbe maîtresse" indique que les réseaux de joints de grains créés de manière continue par recristallisation dynamique ont une fraction de joints de grains spéciaux variable au cours de la déformation. L'énergie apportée par déformation, bien que toujours croissante, entraîne une augmentation de la fraction de joints de grains spéciaux jusqu'à un seuil commun aux deux vitesses. Au delà de ce seuil, la recristallisation dynamique qu'elle active ne participe plus à la création de joints de grains spéciaux.

4.3 Evolution de la microstructure au cours des traitements thermiques

Une fois l'étape de déformation réalisée, deux des pions n'ayant pas été utilisés lors de l'étude de l'état trempé sont soumis aux traitements thermiques sub-solvus et super-solvus précédemment décrits (cf tableau 4.2). Une exploitation classique des cartographies EBSD est réalisée à la suite des traitements thermiques afin de mesurer la fraction de joints de grains spéciaux.

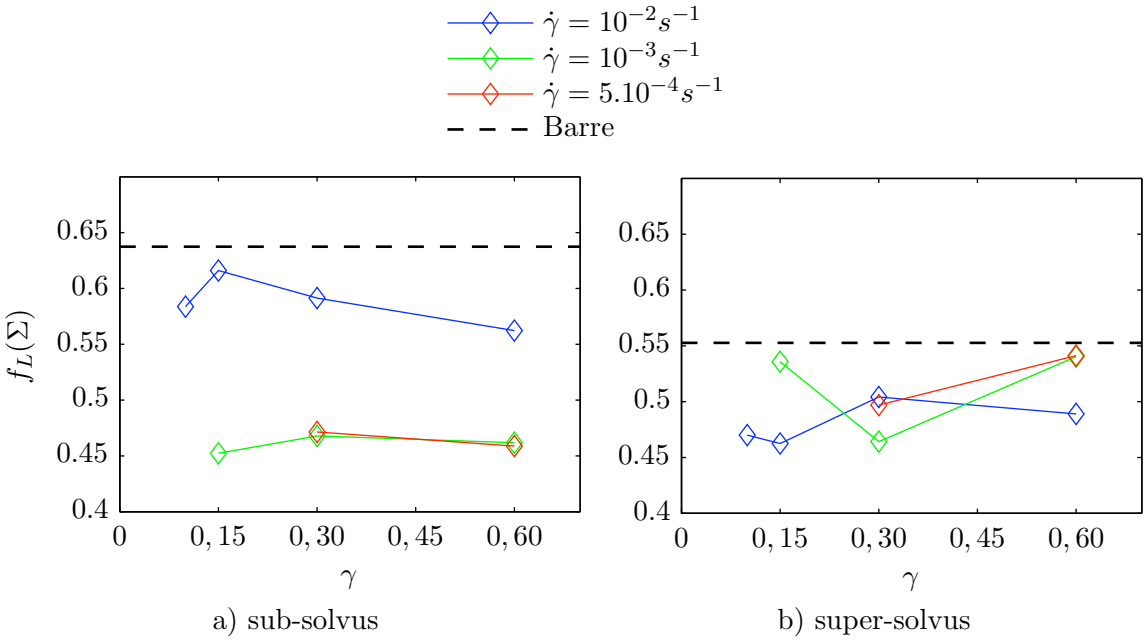
4.3.1 Résultats des essais de torsion mono-passe

Afin d'observer l'effet de la vitesse de déformation, l'évolution de la fraction de joints de grains spéciaux avec le taux de déformation à la température de 1090°C est représentée dans la figure 4.11. De même, pour évaluer l'effet de la température, cette même évolution est représentée dans la figure 4.12 dans laquelle sont reportés les résultats des essais réalisés à la vitesse de $10^{-3}s^{-1}$. La ligne pointillée tracée sur les graphiques de la figure 4.11 et 4.12 indique les fractions atteintes lorsque les traitements thermiques sont directement appliqués à des pions issus de la barre filée et n'ont subit aucune déformation.

❊ Traitement sub-solvus

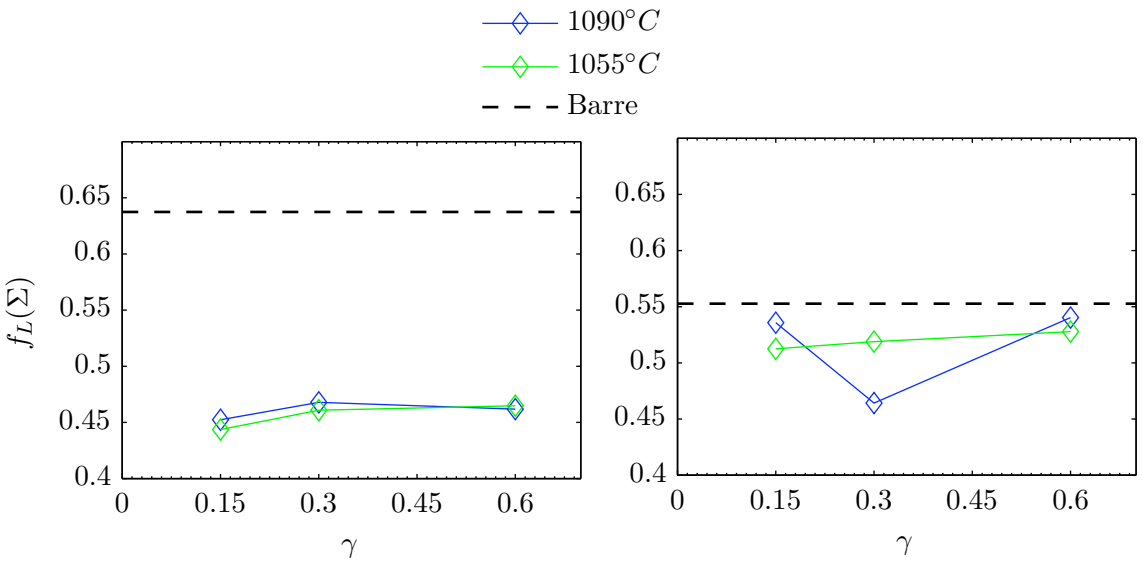
Suite au traitement sub-solvus, les fractions de joints de grains spéciaux obtenues sur les échantillons ayant été déformés à la vitesse de $10^{-2}s^{-1}$ sont très nettement supérieures à celles obtenues aux vitesses inférieures. En effet, pour les vitesses de $10^{-3}s^{-1}$ et $5.10^{-4}s^{-1}$, les fractions sont constantes et environ égales à 0,45 quel que soit le taux de déformation appliqué. A la vitesse de $10^{-2}s^{-1}$, les fractions se situent autour de 0,6 et varient avec le taux de déformation. La valeur maximale est obtenue pour un taux de déformation de 0,15. au delà de cette valeur, la fraction diminue avec l'augmentation du taux de déformation.

Les régimes de vitesse élevée et basse se distinguent de manière claire. Cette tendance peut être directement mise en corrélation avec les différences de comportement observées lors de l'identification des mécanismes mis en jeu dans la déformation à haute température (cf. §4.1.2). En effet l'intervention d'une restauration dynamique aux basses vitesses de déformation a été identifiée et peut être la cause des fractions de joints de grains spé-



a) sub-solvus b) super-solvus

FIGURE 4.11 – Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux après déformation à 1090°C et traitement thermique a) sub-solvus b) super-solvus.



a) sub-solvus b) super-solvus

FIGURE 4.12 – Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux après déformation à $10^{-3}s^{-1}$ et traitement thermique a) sub-solvus b) super-solvus.

ciaux modérées obtenues après traitement thermique. Cet effet peut être expliqué par la dissipation progressive par restauration de l'énergie de déformation emmagasinée lors de l'écrouissage.

On peut également observer que la tendance obtenue à la vitesse de $10^{-2}s^{-1}$ est semblable à celle obtenue sur les pions trempés non-traités thermiquement (cf. figure 4.9). Il semblerait donc que le traitement sub-solvus n'efface pas la microstructure par une recristallisation complète et que par conséquent la fraction de joints de grains spéciaux obtenue est dépendante du réseau de joints de grains initial.

❊ Traitement super-solvus

Suite au traitement super-solvus, les fractions obtenues sont globalement inférieures à celles obtenues avec le traitement sub-solvus et se situent entre 0,45 et 0,55. Contrairement aux tendances observées précédemment, les vitesses élevées et basses ne se distinguent pas clairement. Alors que les fractions obtenues à $10^{-2}s^{-1}$ sont inférieures à celles observées après le traitement sub-solvus, les vitesses de $10^{-3}s^{-1}$ et $5.10^{-4}s^{-1}$ donnent lieu à des fractions plus élevées.

Pour les deux traitements thermiques les évolutions présentées dans la figure 4.12 montrent qu'à la vitesse de $10^{-3}s^{-1}$, un changement de température n'entraîne pas de variation de la fraction de joints de grains spéciaux mesurée.

De même, on observe pour les deux traitements, et quelles que soient les conditions thermomécaniques, que ces fractions sont supérieures à l'ensemble des fractions atteintes après torsion. Cette première observation montre l'effet bénéfique d'un écrouissage élevé dans la création de joints de grains spéciaux lors des traitements thermiques.

4.3.2 Résultats des essais de torsion multi-passe

L'évolution de la fraction de joints de grains spéciaux est mesurée après différentes séries de passes pour les conditions T=1090°C et $\dot{\gamma} = 10^{-2}s^{-1}$, T=1090°C et $\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$ et T=1055°C et $\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$ suivies soit d'un traitement sub-solvus soit d'un traitement super-solvus.

❋ Traitement sub-solvus

La figure 4.13 rassemble les résultas obtenus après les essais de torsion multi-passe suivis d'un traitement sub-solvus. On note que pour toutes les conditions d'essais, la réitération d'une passe de 0,15 n'entraîne pas une augmentation notable de la fraction de joints de grains spéciaux.

Pour la condition T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-2}s^{-1}$, la fraction mesurée reste identique à celle obtenue après une seule passe. De même, la réitération d'une passe de 0,3 ne modifie pas la fraction mesurée. La succession d'une passe de 0,6 puis d'une passe de 0,15 donne lieu à une fraction mesurée inférieure de 20% à celle obtenue après une seule passe. Ce résultat met en évidence l'effet de la microstructure avant déformation sur la fraction de joints de grains spéciaux dans ces conditions et après traitement sub-solvus.

Pour la condition T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$, on observe que les fractions mesurées sont nettement inférieures à celles obtenue à plus haute vitesse. L'évolution de la fraction avec le nombre de passe n'est pas monotone et la succession d'une passe de 0,6 puis d'une passe de 0,15 donne lieu à une fraction mesurée comparable à celle obtenue après une seule passe.

Pour la condition T=1055°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$ la fraction de joints de grains spéciaux reste identique quelle que soit le nombre de passe et les taux de déformation imposés.

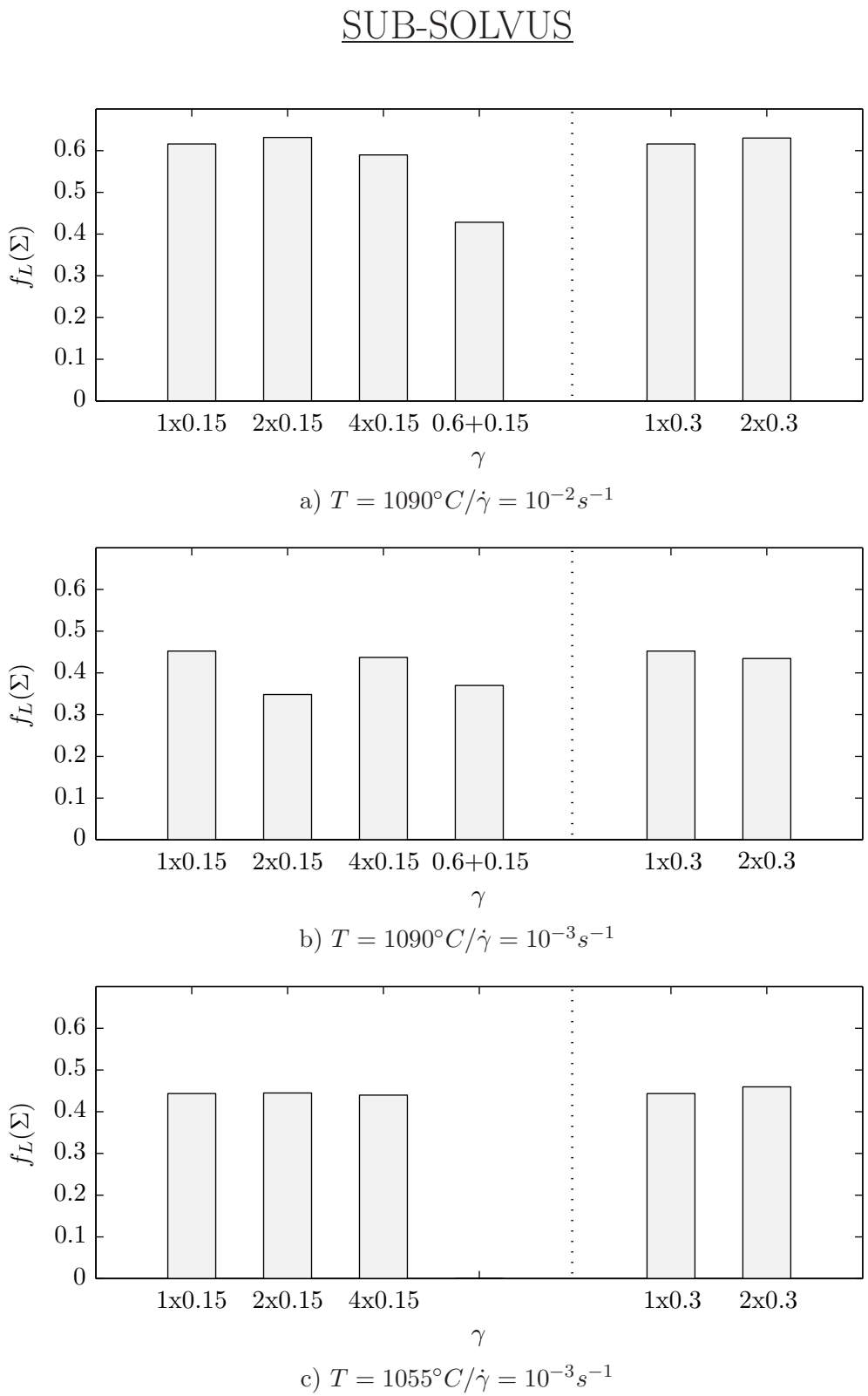


FIGURE 4.13 – Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux après recuit sub-solvus 4h. a) T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-2}s^{-1}$, b) T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$ et c) T=1055°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$.

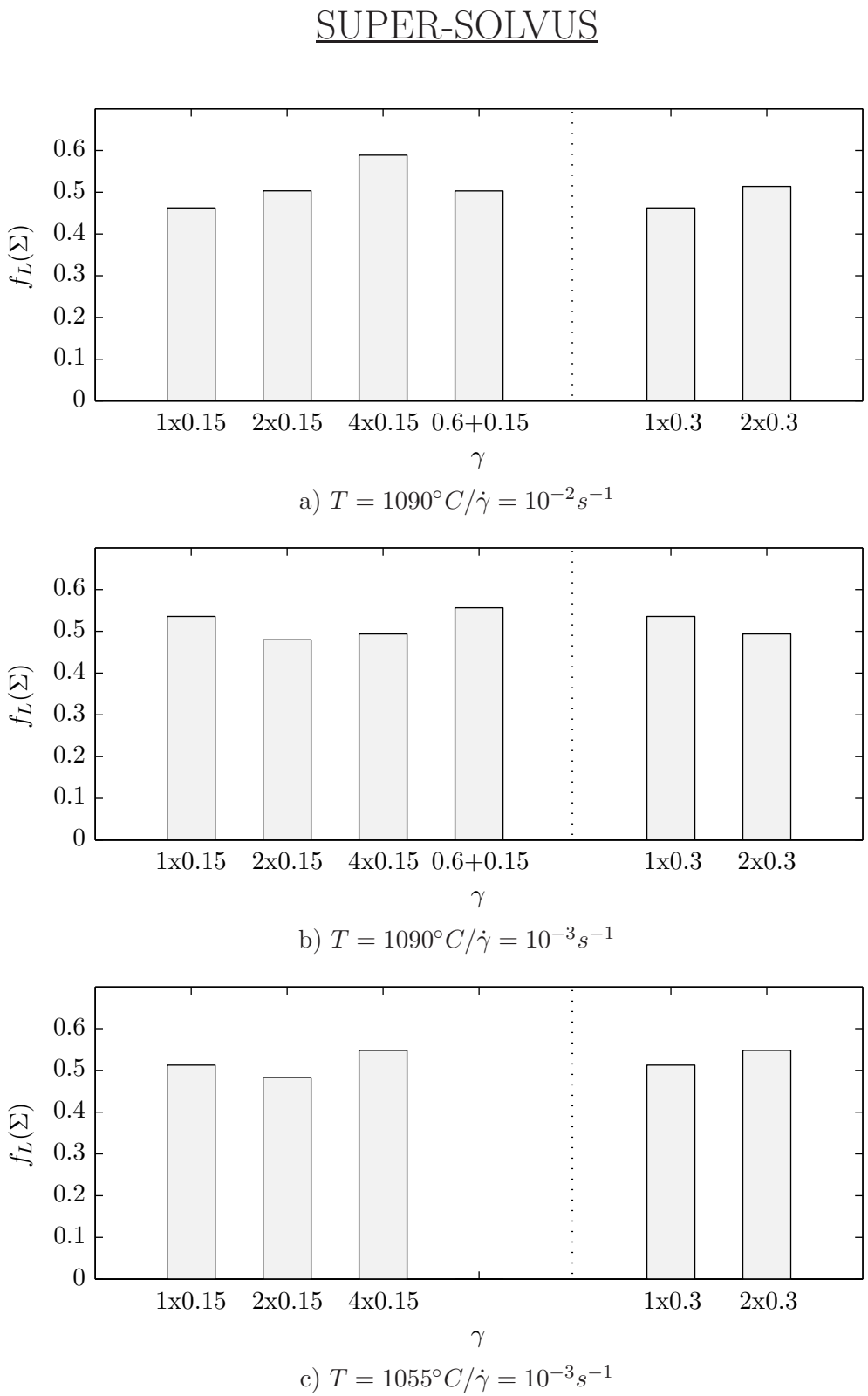
❉ Traitement super-solvus

La figure 4.14 rassemble les résultats obtenus après les essais multipasses suivis d'un traitement super-solvus.

Pour la condition T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-2}s^{-1}$, on note que contrairement aux résultats obtenus après traitement sub-solvus la réitération de passes entraîne une augmentation notable de la fraction de joints de grains spéciaux. Cette tendance est observée pour des passes de 0,15 ainsi que pour les passes de 0,3. La succession d'une passe de 0,6 puis d'une passe de 0,15 donne lieu à une fraction de joints de grains spéciaux équivalent à celle obtenue après une unique passe de 0,15. L'influence de l'état initial de la microstructure n'est donc pas vérifiée dans le cas des traitements super-solvus.

Pour la condition T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$, on observe que l'évolution de la fraction avec le nombre de passes n'est pas monotone. Comme avec la vitesse de $10^{-2}s^{-1}$, la succession d'une passe de 0,6 puis d'une passe de 0,15 donne lieu à une fraction mesurée comparable à celle obtenue après une seule passe.

Pour la condition T=1055°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$ la fraction de joints de grains spéciaux reste sensiblement égale quelle que soit le nombre de passes et les taux de déformation imposés.



a) $T = 1090°C/\dot{\gamma} = 10^{-2}s^{-1}$

b) $T = 1090°C/\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$

c) $T = 1055°C/\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$

FIGURE 4.14 – Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux après recuit super-solvus 1h. a) T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-2}s^{-1}$, b) T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$ et c) T=1055°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$.

Bilan

Une étude préliminaire du comportement en torsion dans les différentes conditions de sollicitation montre l'intervention de phénomènes microstructuraux dépendant des conditions de température et vitesse de déformation imposées. Les courbes d'écoulement en torsion ont une forme caractéristique de la recristallisation dynamique avec un adoucissement suivi d'un palier de contrainte. L'étude de la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation montre que le phénomène de superplasticité intervient indiscutablement aux basses vitesses de déformation ($< 10^{-2}s^{-1}$) à la température de 1090°C, le nombre d'essais étant insuffisant pour tirer des conclusions aux plus basses températures. L'étude des tailles de sous-grains nous indique que les déformations aux plus basses vitesses font intervenir une restauration dynamique quelle que soit la température. Seule la condition $10^{-2}s^{-1}/1090°C$ ne fait pas intervenir ce phénomène.

La méthode d'analyse des microstructures par partition des grains écrouis et recristallisés permet de mettre en évidence une formation accrue de joints de grains spéciaux lors des premiers cycles de recristallisation dynamique. La stabilisation de la contrainte qui suit l'adoucissement ne semble pas bénéfique pour la création de joints de grains spéciaux lors du renouvellement des grains de la microstructure. Aux plus basses vitesses de déformation, la restauration dynamique est à l'origine d'une inhibition de la recristallisation dynamique. Les plus importantes fractions de joints de grains spéciaux obtenues après déformation et trempe apparaissent à la suite d'un faible taux de déformation (0,15) dans les conditions $10^{-2}s^{-1}/1090°C$.

L'étude des états traités thermiquement après déformation en une seule passe fait apparaître une différence entre les microstructures obtenues après une traitement sub-solvus et super-solvus. En sub-solvus la fraction de joints de grains spéciaux maximale (0,62) est obtenue après déformation à $10^{-2}s^{-1}/1090°C$. Le traitement thermique dans ce cas semble conserver une mémoire de la microstructure initiale, un pic de la valeur de la fraction mesurée étant obtenue après une passe de 0,15. Les fractions obtenues après traitement super-solvus sont globalement inférieures et ne semblent pas hériter des microstructures initiales.

Lors des essais de torsion multi-passe à $10^{-2}s^{-1}/1090°C$, la réitération d'une à quatre

passes de 0,15 suivie d'un traitement sub-solvus semble permettre un maintien de la forte fraction de joints de grains spéciaux obtenue suite à une seule passe. Il en est de même pour la réitération d'une passe à 0,3. Cependant la réalisation d'une passe de 0,15 après une passe de 0,6 entraîne une forte dégradation de la fraction mesurée. La réitération des passes dans les conditions de vitesse et température plus basse ne permet pas une augmentation de la fraction de joints de grains spéciaux.

Lors des essais de torsion multi-passe à $10^{-2}s^{-1}/1090°C$, la réitération d'une à quatre passes de 0,15 suivie d'un traitement super-solvus entraîne une augmentation substantielle de la fraction mesurée jusqu'à une valeur de 0,6 équivalente aux meilleurs valeurs obtenues après traitement sub-solvus. Cet effet d'augmentation avec le nombre de réitérations de petites passes s'apparente aux effets constatés lors des études "classiques" d'ingénierie des joints de grains. Comme dans le cas sub-solvus, la réalisation d'une passe de 0,15 après une passe de 0,6 entraine une diminution de la fraction mesurée.

Dans le cadre du projet ORGANDI, la gamme thermo-mécanique à favoriser dans l'optique d'une augmentation de la fraction de joints de grains spéciaux est la suivante : de faibles taux de déformation (de 0,15 à 0,3) à la vitesse de $10^{-2}s^{-1}/1090°C$. Les deux traitements thermiques aboutissent après 4 itérations à des fractions mesurées identiques. Il semble évident que l'application d'une telle gamme pour atteindre des taux de déformation proche de 2 sur pièce réelle est inenvisageable.

Chapitre 5

Percolation du réseau de joints de grains

Sommaire

Introduction 134

5.1 Topologie du réseau de joints de grains 135

5.1.1 Etude des points triples du réseau de joints de grains 136

5.1.2 Percolation du réseau de joints de grains 137

5.1.3 Connectivité dans l'assemblage de grains 140

5.1.4 Estimateurs pertinents de la connectivité des joints de grains . . . 141

5.2 Discrétisation des cartographies en réseaux de sommets 142

5.2.1 Principe de la discrétisation 142

5.2.2 Détection des points triples dans la cartographie EBSD 143

5.2.3 Construction de la table de connectivité 146

5.2.4 Analyse du réseau de joints de grains discrétisé 147

5.2.5 Exemple de discrétisation 151

5.3 Connectivité du réseau de joints de grains dans N19 153

5.3.1 Distribution des points triples du réseau de joints de grains 153

5.3.2 Identifications des amas dans le réseau de joints de grains 157

5.3.3 Etude des domaines de grains 163

Bilan 165

Introduction

L'ingénierie des joints de grains repose sur l'hypothèse qu'une fraction élevée de joints de grains spéciaux entraîne une amélioration globale des propriétés mécaniques ayant un caractère inter-granulaire. La plupart des études se concentre sur une démonstration par l'expérience de cette tendance en confrontant les distributions de joints de grains et les propriétés [27–36].

Des études récentes s'intéressent aux mécanismes permettant aux joints de grains spéciaux d'améliorer le réseau de joints de grains face à une dégradation inter-granulaire [29, 111–119]. L'idée sous-jacente est que les joints de grains spéciaux agissent comme des barrières susceptibles d'interrompre la continuité du réseau de joints de grains généraux. Au-delà de leur proportion, la manière selon laquelle les joints de grains spéciaux viennent interrompre les chemins continus de joints de grains généraux apparaît alors comme un paramètre essentiel. De cette idée découle le besoin de nouveaux outils de description et d'analyse du réseau pouvant être soit originaux soit inspirés de théories préexistantes.

Un premier paragraphe est consacré à la revue des différentes méthodes proposées dans la littérature pour décrire la topologie du réseau de joints de grains. Cette étude préalable permet de confronter la pertinence de ces différentes méthodes, de mettre en évidence les limites de chacune d'elle et de proposer des voies d'amélioration.

Les logiciels commerciaux d'analyse du réseau de joints de grains ne disposent pas d'outils permettant une étude de leur topologie. Pour cette raison, une méthode originale basée sur la discrétisation en points triples du réseau de joints de grains est proposée pour l'analyse des échantillons de cette étude. La description de cette méthode ainsi que les analyses qu'elle autorise sont présentées dans le deuxième paragraphe. Enfin l'application de cette méthode d'analyse aux cartographies réalisées sur l'alliage N19 est présentée.

5.1 Topologie du réseau de joints de grains

Au-delà de la simple mesure des fractions de joints de grains de chaque catégorie (spéciaux, généraux), certaines études se penchent sur la topologie du réseau de joints de grains. En effet, la sévérité d'un endommagement inter-granulaire au sein d'un réseau de joints de grains dépend logiquement des chemins continus qui lui sont disponibles pour se propager. Au-delà de leur proportion, la manière selon laquelle les joints de grains spéciaux viennent interrompre les chemins continus de joints de grains généraux apparaît comme un paramètre essentiel dans l'étude du réseau de joints de grains. Afin d'illustrer ce point, le schéma de la figure 5.1 illustre la propagation d'une fissure inter-granulaire le long d'un chemin de joints de grains généraux, puis l'arrêt de celle-ci à la rencontre d'un point triple composé de deux joints de grains spéciaux. Chaque point triple de la microstructure se présente en fait soit comme des jonctions soit comme un point d'arrêt pour une propagation inter-granulaire.

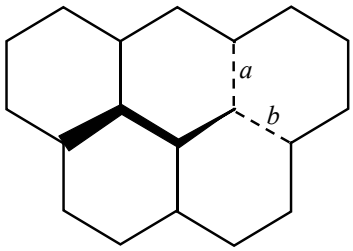


FIGURE 5.1 – Représentation schématique d'une propagation inter-granulaire. Les lignes continues représentent les joints de grains généraux, les lignes pointillées les spéciaux (a et b) et les lignes épaisses la fissure [116].

Deux approches existent pour caractériser la façon dont les joints de grains spéciaux se présentent comme obstacles à la propagation d'un endommagement inter-granulaire. La première, plus répandue, consiste à analyser la connectivité de joints de grains spéciaux et généraux. Cette analyse est réalisée soit en s'intéressant à la distribution des jonctions entre joints de grains (i.e. les points triples), soit en s'intéressant aux amas percolant de joints de grains.

La seconde approche consiste à analyser les ensembles de grains interconnectés par des joints de grains spéciaux. On parle alors de "domaines" de grains constituant des ensembles "imperméables" à la propagation d'un endommagement inter-granulaire.

5.1.1 Etude des points triples du réseau de joints de grains

Chaque point triple du réseau peut être caractérisé par le nombre i de joints de grains spéciaux qui le constituent. Il existe alors quatre types de point triple notés J_i avec i=0, 1, 2 ou 3. Schuh *et al.* [115] mesurent la distribution de chaque type de point triple pour différents matériaux c.f.c.. Ils comparent ces distributions à celles obtenues sur un assemblage aléatoire simulé de joints de grains. Ces distributions sont représentées dans les quatre graphiques de la figure 5.2

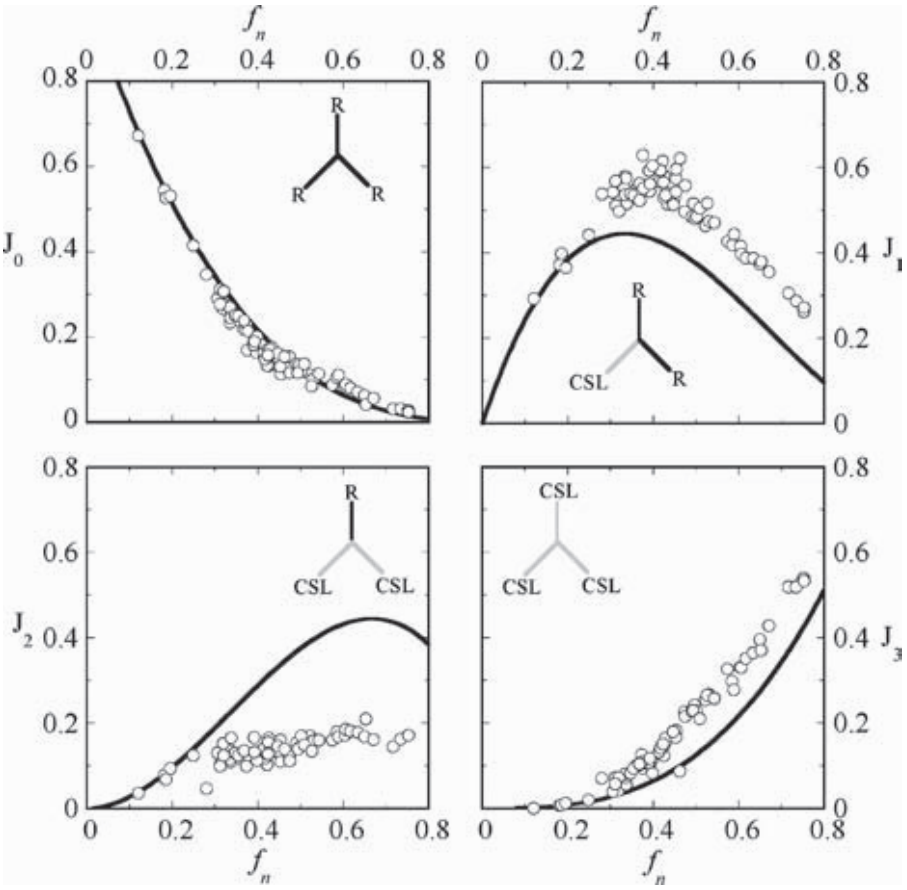


FIGURE 5.2 – Distribution des points triples de type J_i avec i=0, 1, 2 ou 3. Fréquence d'apparition d'un type de point triple en fonction de la fraction de joints de grains spéciaux notées f_n. Les lignes continues représentent la distribution d'un assemblage aléatoire simulé de joints de grains. Les points sont issus de mesures expérimentales [116].

Les différences observées entre l'assemblage aléatoire simulé et les réseaux de joints de grains réels sont expliquées par la présence des règles de combinaison régissant la rencontre de deux joints de grains spéciaux à un point triple (cf. éq.1.4 §1.1.1). Du fait de ces contraintes cristallographiques, la fréquence d'apparition des points triples de type J_2

est inférieure à celle donnée par le modèle aléatoire. En effet, la rencontre de deux joints de grains spéciaux respectant la règle de combinaison entraîne inévitablement la formation d'un point triple de type J_3. Cela explique donc la fréquence d'apparition des points triples de type J_3 supérieure dans les réseaux de joints de grains réels. Cependant, l'augmentation de la fréquence des "brins libres" J_1 ne peut pas être directement corrélée avec l'existence de ces règles cristallographiques.

Les mêmes auteurs proposent la réalisation de réseaux aléatoires simulés dans lesquelles des contraintes cristallographiques sont ajoutées sur l'apparition des joints de grains de type $\Sigma 3^n$. Pour cela, le modèle utilise un paramètre A baptisé "twin prominence" calculé grâce à la relation :

$$A = \frac{f_N(\Sigma 3)}{f_N(\Sigma 3) + f_N(\Sigma 9) + f_N(\Sigma 27)} \tag{5.1}$$

où $f_N(\Sigma)$ est la fraction en nombre des joints de grains de type Σ. Gertsman *et al.* [117] indiquent que le paramètre A est compris entre 0,5 et 0,9.

Par cette méthode, les distributions de points triples simulés se retrouvent en accord avec les distributions expérimentales [29].

5.1.2 Percolation du réseau de joints de grains

La théorie de percolation permet de décrire si une connection se crée d'un bout à l'autre d'un assemblage d'éléments liés entre eux partiellement et de manière aléatoire. Il s'agit alors de déterminer le seuil de la probabilité d'existence des éléments au-delà duquel un amas infini d'éléments interconnectés apparaît. Cette théorie donne une analyse sur la possibilité de traverser un milieu désordonné. Plus l'on s'approche du seuil de percolation plus les amas deviennent grand. Au-delà du seuil, les amas peuvent s'interconnecter et grandir très rapidement [118].

Dans le cas du réseau de joints de grains, on parle de percolation "de liens". Ce type de percolation décrit la connection entre deux sites (points triples) par un lien conducteur ou non. Au regard de l'endommagement inter-granulaire, les joints de grains généraux sont considérés comme des liens conducteurs et les joints de grains spéciaux comme des liens coupés. Le seuil de percolation p_c est atteint lorsque la probabilité de transfert par les liens conducteurs est égal à 1. La théorie de percolation permet de calculer le seuil de percolation

selon le type de cellules formées par les sites. Dans le cas de grains hexagonaux (2D), le seuil de percolation est égal à 0,653. Au voisinage du seuil de percolation, les propriétés moyennes des amas varient avec la probabilité p selon :

$$X \propto |p - p_c|^n \tag{5.2}$$

où n est l'exposant critique.

On illustre souvent le phénomène de seuil par l'évolution de la probabilité de percolation P_∞ en fonction de la probabilité p. P_∞ correspond à la probabilité de formation d'un amas de taille infinie dans un réseau de taille infinie [118].

Lorsque la répartition des liens "ouverts" n'est pas aléatoire, on parle alors de percolation corrélée. Schuh [115] réalise un ensemble de simulations de réseaux hexagonaux dans lesquels le nombre de joints de grains spéciaux est variable. Lorsque la distribution des joints de grains spéciaux est faite de manière aléatoire, le seuil de percolation obtenu est égal à la valeur théorique de 0,653. En rajoutant les contraintes cristallographiques aux points triples (cf §5.1.1), le seuil de percolation est alors décalé vers une valeur supérieure.

Les propriétés étudiées dans le cadre de la théorie de percolation sont établies pour un réseau de joints de grains de taille infinie et vérifiées par des simulations sur des réseaux suffisamment étendus. En pratique, les réseaux de joints de grains ont une taille finie et la zone d'étude est d'autant plus réduite que l'analyse est faite sur des zones d'observation de taille limitée.

Tsurekawa *et al.* [119] proposent de déterminer expérimentalement le seuil de percolation. A une valeur de p donnée, P_∞ peut être estimée par le rapport de la longueur du plus grand amas sur la longueur totale du réseau. Il s'agit alors d'un seuil de percolation apparent qui est nécessairement fonction de la taille du réseau. Un problème de mesure des grandeurs apparaît dès lors que l'on passe ce seuil. La plupart des grandeurs utilisées en percolation est en réalité étudiée au voisinage du seuil de percolation.

De même, Schuh *et al.* [29] proposent une mesure expérimentale des amas interconnectés dans un réseau de joints de grains par l'utilisation d'un algorithme dit "Depth-first search" similaire à celui décrit dans le paragraphe 5.3.2. Cette analyse est faite sur la base de l'image du squelette pixel du réseau de joints de grains issue de l'analyse d'une cartographie EBSD.

La figure 5.3 représente le découpage en amas de joints de grains généraux obtenu par cette méthode.

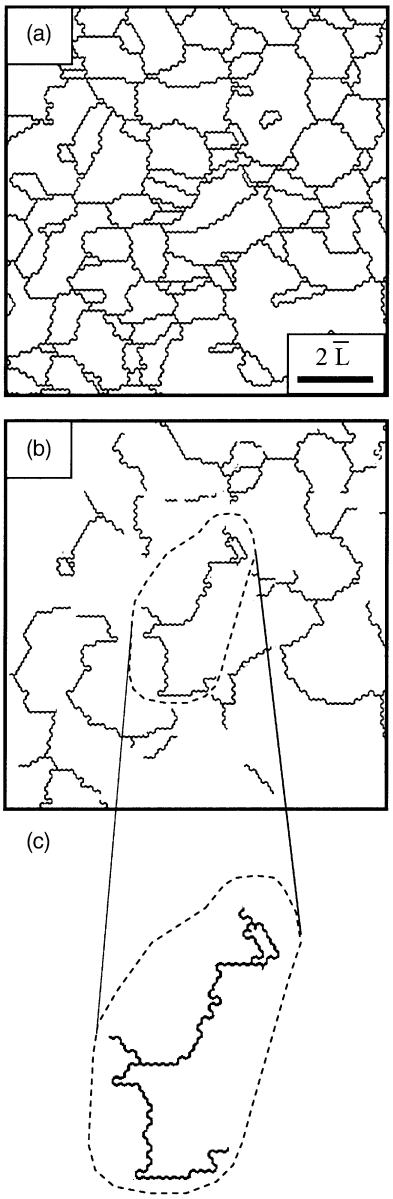
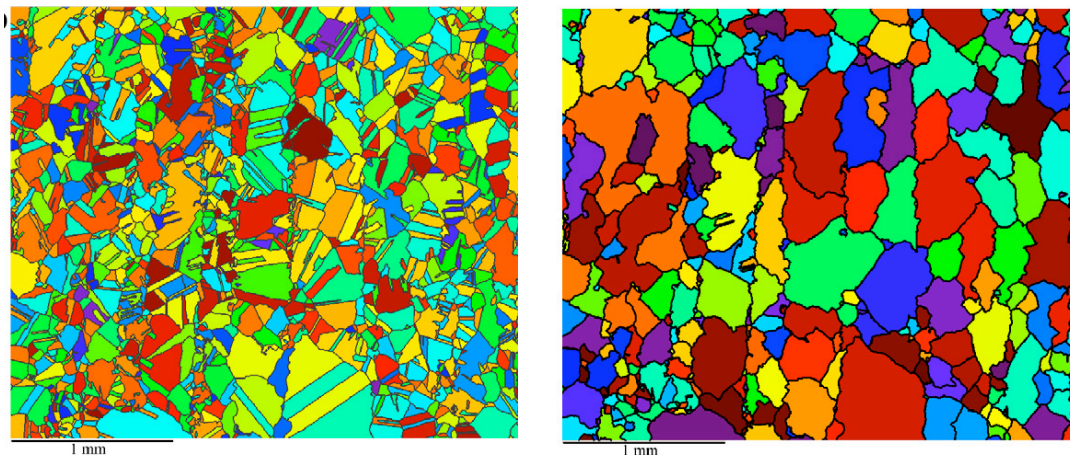


FIGURE 5.3 – Découpage en amas de joints de grains généraux (b) obtenue par "Depth-first search" à partir de l'image du squelette pixel du réseau de joints de grains (a) ; c) amas de joints de grains généraux isolé [29]. (La barre d'échelle a une longueur égale à 2 fois la longueur moyenne des joints de grains).

5.1.3 Connectivité dans l'assemblage de grains

Un autre type de caractérisation du réseau de joints de grains consiste à reconstruire les ensembles de grains interconnectés par des joints de grains d'une nature donnée. Cyril Cayron [111] propose de quantifier le maclage et ses paramètres, tels que les domaines multimaclés et les joints de grains spéciaux de type $\Sigma 3^n$. Il propose une méthode pour traiter les cartographies EBSD, reconstituer les domaines multimaclés et construire des graphiques en fractal représentant les relations de maclage entre les différentes parties de chaque domaine. Il propose sur cette base le calcul d'un ensemble de nouveaux paramètres tels que le nombre moyen de grains ou le nombre moyen de relations de maclage par domaine. Les cartographies de grains de la figure 5.4 illustrent la reconstitution des domaines dans l'alliage U720.



a) b)

FIGURE 5.4 – Reconstitution des domaines dans l'alliage U720 [111] ; a) les grains ; b) les domaines multimaclés reconstitués.

Dans l'étude de l'ingénierie des joints de grains, les domaines de grains interconnectés par des joints de grains spéciaux sont alors considérés comme des ensembles de grains "imperméables" à la propagation d'une fissuration inter-granulaire. En d'autres termes, une fissure inter-granulaire rencontre obligatoirement un joint de grains spécial si elle ne contourne pas ces domaines de grains.

5.1.4 Estimateurs pertinents de la connectivité des joints de grains

Si les différentes approches précédemment introduites sont autant de moyens de comprendre comment sont connectés les joints de grains du réseau, elles ne donnent pas d'indicateur utilisable pour caractériser et comparer des microstructures.

Schuh *et al.* [29] énumèrent un ensemble de paramètres permettant de caractériser la connectivité des joints de grains généraux au sein d'une microstructure. Ils considèrent que le paramètre le plus pertinent est la longueur maximale des amas de joints de grains généraux mesurée dans une cartographie. Ils observent que cette longueur D_{max} n'a pas de relation direct avec la fraction en nombre de joints de grains spéciaux. Il trouve cependant une relation linéaire entre D_{max} et un paramètre P_k calculé grâce à la relation :

$$P_k = \frac{J_2}{1 - J_3} \tag{5.3}$$

où J_i est la fraction de points triples de type i.

P_k correspond donc à la proportion de points triple de type J_2 parmi les points triples n'étant pas de type J_3. Les points triples de type J_3 ne sont en effet pas considérés comme des obstacles à proprement dit car intervenant nécessairement après un point triple "bloquant". Lorsque le seuil de percolation est dépassé, la taille mesurée du plus grand amas de joints de grains généraux est fonction de la taille de la cartographie.

Plusieurs auteurs utilisent la proportion des points triples de type J_2 dans la modélisation de la propagation inter-granulaire [112, 113] ou du fluage [114], ce type de point triple étant le seul se présentant réellement comme une barrière à la propagation.

5.2 Discrétisation des cartographies en réseaux de sommets

Les outils commerciaux tels que ™OIM ou ™HKL ne permettent qu'une exploitation classique des cartographies (cf. §3.2). Afin d'élargir les possibilités d'exploitation, un outil complémentaire est développé dans ™Matlab.

La présente méthode consiste à discrétiser la microstructure en un réseau de points triples reconstruit sur la base de la cartographie d'orientation établie par ™OIM. Ces points triples sont liés entre eux par des segments de droite représentant les joint de grains idéalisés. Cette méthodologie a, d'une part, pour objectif de simplifier le traitement classique des cartographies et, d'autre part, de développer des méthodes d'analyse plus fines du réseau de joints de grains.

Schuh et al. [29] décrivent une technique pour analyser quantitativement la topologie du réseau des joints de grains par mesure de la connectivité des joints de grains spéciaux et généraux à partir de cartographies EBSD. Les amas de joints de grains interconnectés, ou «Clusters» sont identifiés en utilisant un algorithme "depth-first graph-search" sur des cartographies d'orientation brutes.

La discrétisation en réseau de points triples permet également de s'affranchir des erreurs locales de mesure d'orientation le long de joints de grains. En effet, la mesure de l'orientation à proximité d'un joint de grains peut être altérée par la superposition des clichés de diffraction des réseaux des deux grains. Les erreurs d'indexation qui en résultent peuvent entraîner une discontinuité dans la désorientation mesurée le long d'un joint de grains. Lors de la mesure d'un amas de joints de grains, la présence d'une telle erreur locale peut entraîner une interruption de la continuité de l'amas. La discrétisation en un réseau de points triples étant basée sur l'orientation moyenne des grains, les joints de grains idéalisés sont associés à une désorientation unique.

5.2.1 Principe de la discrétisation

La méthode de discrétisation s'appuie sur l'orientation cristallographique (3 angles d'Euler) de chaque point de mesure de la cartographie EBSD. Une liste des points de la cartographie donnant leurs coordonnées et leurs orientations est établie dans un fichier "*.ang" produit grâce au logiciel ™OIM. La méthodologie menant à la discrétisation complète de la

microstructure 2D peut être séparée en quatre étapes :

- ➛ distinction des grains dans la cartographie ;
- ➛ détection des points triples dans la cartographie ;
- ➛ construction de la table de connectivité ;
- ➛ correction des incompatibilités de connection.

5.2.2 Détection des points triples dans la cartographie EBSD

Un grain est défini par un ensemble de points d'orientations identiques ou proches formant un amas continu. La première étape de la méthodologie est de distinguer les grains dans la cartographie par l'utilisation d'un critère sur l'angle de désorientation telle que le définit l'équation 5.6. Si deux points voisins ont une désorientation d'angle θ inférieure à 10°, ils sont considérés comme appartenant au même grain. L'orientation attribuée à chaque grain est la moyenne des orientations des points qui le constituent. Une table d'orientation liste les orientations, sous forme des composantes de la matrice d'orientation, attribuées à chacun des grains de la cartographie.

Le point de rencontre de trois grains est appelé "point triple". La détection des points triples est réalisée en balayant ligne par ligne l'ensemble des points de la cartographie. Chaque point de la cartographie est comparé à trois de ses plus proches voisins.

Une méthode originale est adoptée pour déterminer si un quadruplet de points de la cartographies est le lieu d'un point triple. Un simple comptage du nombre d'orientation en présence dans le quadruplet n'est pas suffisante. Ces trois orientations doivent être ordonnées lorsque l'on parcourt circulairement les points du quadruplet. Pour vérifier cette condition, on définit un nombre de coordinations. Le calcul du nombre de coordination est détaillé dans la figure 5.5.

Pour considérer le point de rencontre de ces quatre points comme un point triple, le nombre d'orientations et le nombre de coordinations doivent être égaux à 3. Le principe de la discrétisation en points triples ne permet pas la prise en compte des intersections de quatre joints de grains. Lorsque le nombre de grains est égal à 4 (point quadruple), un artifice est utilisé pour transformer une telle configuration en deux points triples distincts. Pour ce faire, l'un des points du quadruplet est remplacé par un des trois autres pris de manière aléatoire. Le nombre de grains est alors réduit à trois et la configuration peut être

analysée comme un point triple.

Cette méthodologie ne s'applique pas à une cartographie réalisée selon une grille à motif hexagonal. Dans ce cas, les points sont analysés par triplets et le comptage des orientations est une condition suffisante pour identifier les points triples.

A chaque point triple détecté est associé le numéro des trois grains mis en jeu. La figure 5.6 illustre les configurations pouvant être rencontrées au cours de l'analyse. Pour chacune de ces configurations, le nombre d'orientations et le nombre de coordination sont calculés afin de définir la présence d'un point triple.

Sur cette base, la table des points triples peut être construite (figure 5.7 a)). Cette table donne les coordonnées et le triplet de grains pour chacun des points triples de la cartographie. Un traitement particulier est réalisé pour l'ensemble des points situés au bord de la cartographie. En effet, sont considérés comme points triples tous les doublets de points

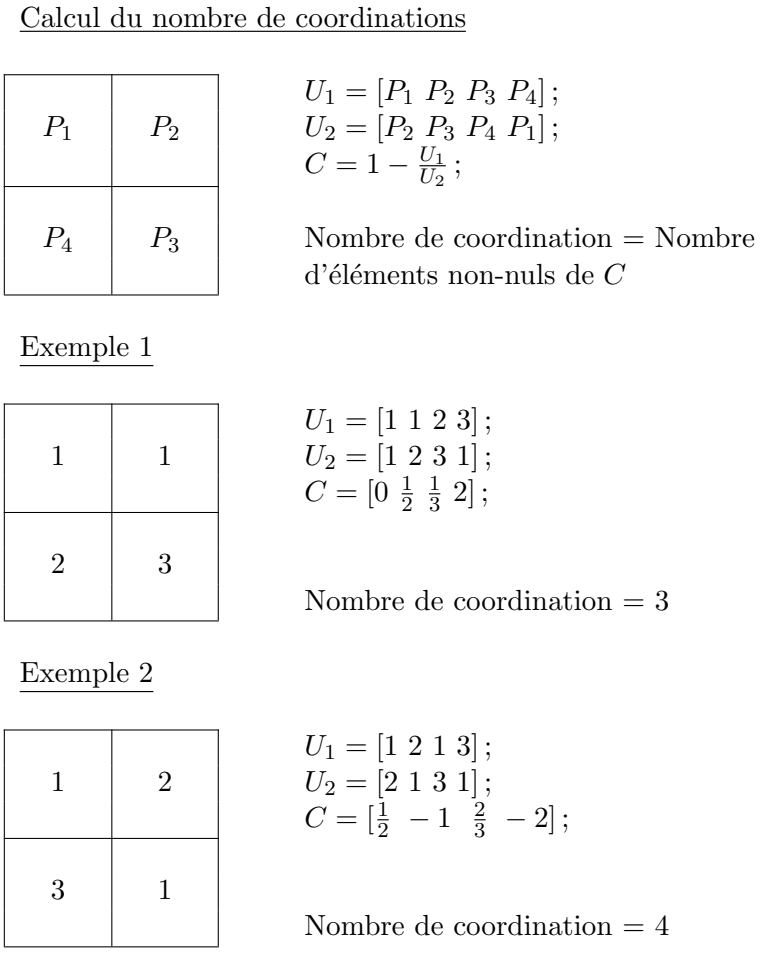


FIGURE 5.5 – Calcul du nombre de coordination.

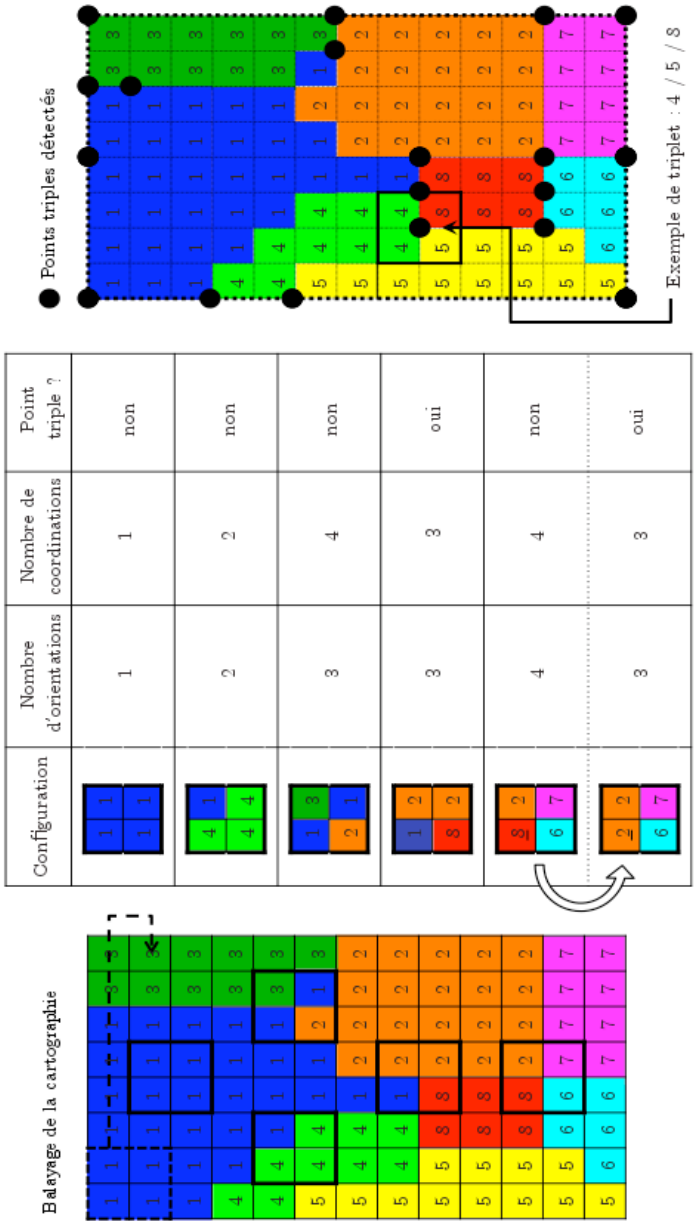


FIGURE 5.6 – Méthode de détection des points triples.

ayant une orientation différente. Ces points triples ne sont alors associés qu'à deux grains.

5.2.3 Construction de la table de connectivité

La connection entre chacun des points triples est établie sur le principe élémentaire suivant : deux points triples sont connectés s'ils ont en communs deux grains et deux seulement. Sur cette base, il est possible de construire la table de connectivité de l'ensemble de la cartographie. Cette table attribue à chacun des points triples ses trois points triples voisins (P.V.) accompagnés du doublet de grains (G.C.1 et G.C.2) qu'ils ont en commun (figure 5.7 b)). Enfin, une table des grains est construite. Cette table donne pour chacun des grains reconstruits l'ensemble des points triples qui le définissent. Pour des raisons de commodité, les points triples sont donnés dans l'ordre de connectivité.

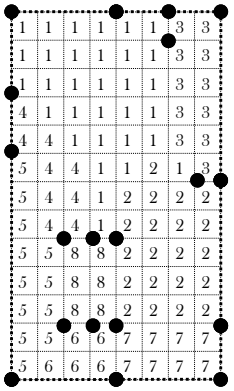


Table des points triples :

N° Pt. Tpl.	X_i	X_i	Grain 1	Grain 2	Grain 3
1	X_1	Y_1	4	5	8
2	X_2	Y_2	1	4	8
3	X_3	Y_3	1	2	8
etc	...				

a)

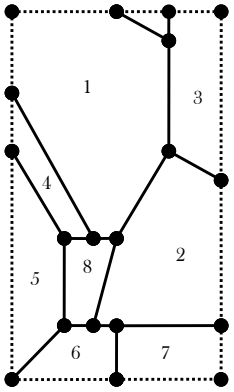


Table des connectivités :

N° Pt. Tpl.	P.V. 1	G.C. 1	G.C. 2	P.V. 2	G.C. 1	G.C. 2	P.V. 3	G.C. 1	G.C. 2
1	2	4	8	5	5	8	...		
2	1	8	4	3	1	8	...		
3	2	8	1	...					
etc	...								

Table des grains :

N° Grain	Pt. 1	Pt. 2	Pt. 3	Pt. 4	...
1	2	3	11	9	...
2	3	5	...		
3	...				
etc	...				

b)

FIGURE 5.7 – Constructions des tables a) Table des points triples : numérotation, coordonnées et grains associés b) Table des connectivités : numérotation, trois points triples voisins (P.V.) et les deux grains associés à chacun (G.C.) ; Table des grains : numérotation, points triples définissant chaque grain.

❉ Gestion des incompatibilités de connections

Par cette discrétisation, un grain peut être défini par un minimum de trois points triples. Il est possible de rencontrer dans une cartographie des grains situés au milieu d'un joint de grains. Dans cette configuration, le grain est défini par deux points triples ayant en commun l'ensemble de leurs 3 grains. Dans ce cas, il n'est pas possible de connecter ces points triples convenablement par l'application du principe précédemment énoncé. La connection de ces points nécessitant l'utilisation de méthodes trop lourdes, ces configurations sont évitées par la suppression de points triples ayant plus de deux grains communs comme l'illustre la figure 5.8. Les joints de grains évincés par cette suppression entraînent inévitablement de nombreuses imperfections dans la description du réseau de joints de grains. C'est le cas notamment des macles dites incomplètes (cf. §1.2.2 maclage et multi-maclage). Ces erreurs doivent donc être prises en compte lors de la mesure des fractions de joints de grains de type Σ3.

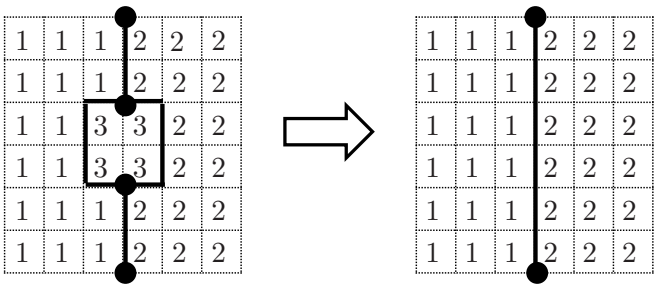


FIGURE 5.8 – Gestion des incompatibilités de connection.

5.2.4 Analyse du réseau de joints de grains discrétisé

Chaque ligne de la table de connectivité décrit un point triple avec les trois joints de grains qui le constituent et les trois grains qu'il sépare. Pour chaque point triple, il est possible de calculer la désorientation de chacun des trois joints de grains. Pour cela, la représentation choisie pour l'orientation de chaque grain est la matrice de rotation dont les composantes sont fonction des trois angles d'Euler ϕ_1, ψ et ϕ_2. Pour rappel, les angles d'Euler sont les trois rotations successives nécessaires pour passer du repère (x, y, z) lié à l'échantillon au repère (e1, e2, e3) lié au cristal :

- ➛ une rotation d'angle ϕ_1 autour de l'axe des z, on obtient ainsi le repère (x', y', z) ;
- ➛ une rotation d'angle ψ autour de l'axe des x', on obtient ainsi le repère (x', y", z") ;

➛ une rotation d'angle ϕ_2 autour de l'axe des z", on obtient ainsi le repère (e1, e2, e3).

Ces trois rotations sont schématisées dans la figure 5.9

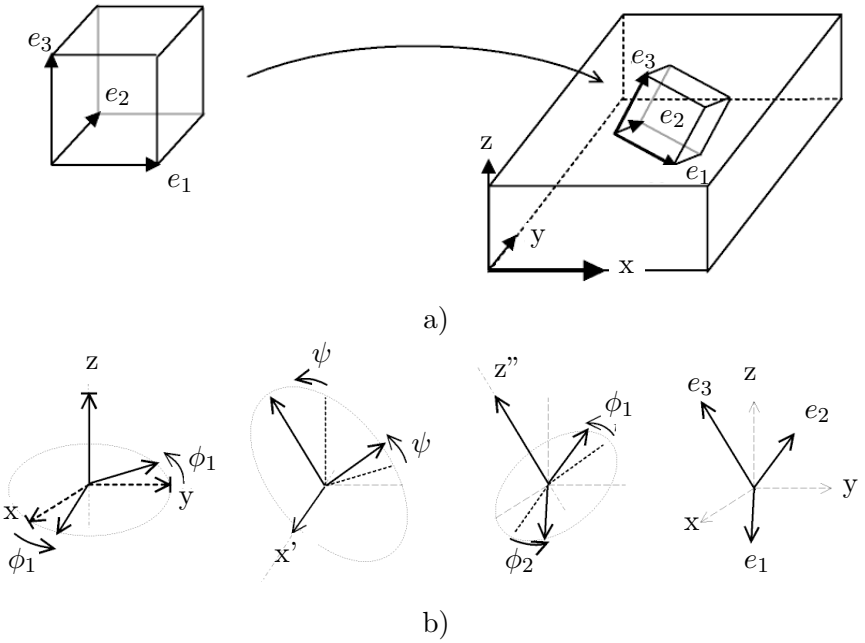


FIGURE 5.9 – Définition des angles d'Euler : a) repères liés à l'échantillon et au cristal, b) trois rotations élémentaires pour passer de l'un à l'autre.

Le calcul de la désorientation des joints de grains et de l'indice de coïncidence associé est basé sur l'expression des orientations cristallographiques sous forme matricielle. Les composantes de la matrice d'orientation d'un grain sont des fonctions des trois angles d'Euler :

$$\begin{array}{l|l}
M_{11} = cos(\phi_1) * cos(\phi_2) - sin(\phi_1) * sin(\phi_2) * cos(\psi) & M_{13} = sin(\phi_2) * sin(\psi) \\
M_{12} = sin(\phi_1) * cos(\phi_2) + cos(\phi_1) * sin(\phi_2) * cos(\psi) & M_{23} = cos(\phi_2) * sin(\psi) \\
M_{21} = -cos(\phi_1) * sin(\phi_2) - sin(\phi_1) * cos(\phi_2) * cos(\psi) & M_{31} = sin(\phi 1) sin(\psi) \\
M_{22} = -sin(\phi_1) * sin(\phi_2) - cos(\phi_1) * cos(\phi_2) * cos(\psi) & M_{32} = -cos(\phi_1) * sin(\psi) \\
M_{33} = cos(\psi) &
\end{array} \tag{5.4}$$

La désorientation entre deux grains d'orientation M_A et M_B est représentée par la matrice de désorientation ΔM_{AB} :

$$\Delta M_{AB} = M_B M_A^{-1} \tag{5.5}$$

Cette désorientation peut être exprimée comme une paire angle/axe (θ/UVW) selon les relations :

$$cos\theta = (M_{11} + M_{22} + M_{33} - 1)/2 \tag{5.6}$$

$$U : V : W = M_{32} - M_{23} : M_{13} - M_{31} : M_{21} - M_{12} \tag{5.7}$$

si θ=180° alors UVW est défini par

$$U : V : W = (M_{11} + 1)^{1/2} : (M_{22} + 1)^{1/2} : (M_{33} + 1)^{1/2} \tag{5.8}$$

L'effet de la symétrie du cristal est de réduire l'espace d'orientation nécessaire à décrire l'ensemble des désorientations possibles. Dans un cristal cubique, une même orientation peut être décrite par 24 matrices différentes. Chacune des 24 matrices équivalentes peut être calculée en multipliant la matrice d'origine par les 24 matrices de rotations équivalentes du système cubique. Pour une désorientation entre deux cristaux, le nombre de matrices équivalentes est donc de 24x24=576. A cela s'ajoute, l'équivalence entre les désorientations ΔM_{AB} et ΔM_{BA}. Par convention, la matrice choisie parmi les 1152 matrices équivalentes pour décrire une désorientation est celle donnant l'angle de désorientation θ le plus petit.

Connaissant la désorientation d'un joint de grains, il est possible de le catégoriser selon la théorie des réseaux de coïncidence (CSL). Il s'agit de comparer la désorientation du joint de grains avec les désorientations de chacun des réseaux de coïncidence théoriques dans la gamme de Σ choisie. On se limite ici aux réseaux de coïncidence dont l'indice Σ est compris entre 3 et 29. Un critère angulaire est utilisé pour attribuer ou non une valeur de Σ à un joint de grains. Le critère le plus couramment employé est le critère de Brandon donnant la tolérance angulaire en fonction de l'indice Σ considéré :

$$\Delta\theta_{max} = 15°\Sigma^{-1/2} \tag{5.9}$$

Une méthode pour comparer analytiquement la désorientation expérimentale aux coïncidences exactes est de calculer la "dé-désorientation" entre la matrice ΔM_{AB} et les matrices M_{CSL} correspondant à chacune des valeurs de Σ :

$$\Delta M_D = \Delta M_{AB} M_{CSL}^{-1} \tag{5.10}$$

La déviation angulaire θ_D est alors calculée grâce à l'équation 5.6. Pour une coïncidence donnée, si $\theta_D < \Delta\theta_{max}$, l'indice Σ correspondant est attribué au joint de grains. Si cette condition n'est remplie pour aucune des coïncidences, le joint de grains est catégorisé comme joint de grains "général".

Pour chaque cartographie, l'ensemble des joints de grains de la cartographie discrétisée est catégorisé et une table ("table des joints de grains") est construite pour associer chaque joint de grains au numéro des deux points triples qui le définissent ainsi qu'à l'indice de coïncidence qui lui été attribué ("0" indiquant un joint de grains général).

5.2.5 Exemple de discrétisation

Afin d'illustrer la méthodologie, l'ensemble des étapes précédemment décrites est réalisé sur une cartographie d'orientation issue de mesures EBSD sur une coupe métallographique d'un échantillon de superalliage N19. La cartographie représente une zone de 400 x 400 μm avec un pas de mesure de 1 μm selon une grille à motif carré (figure 5.10).

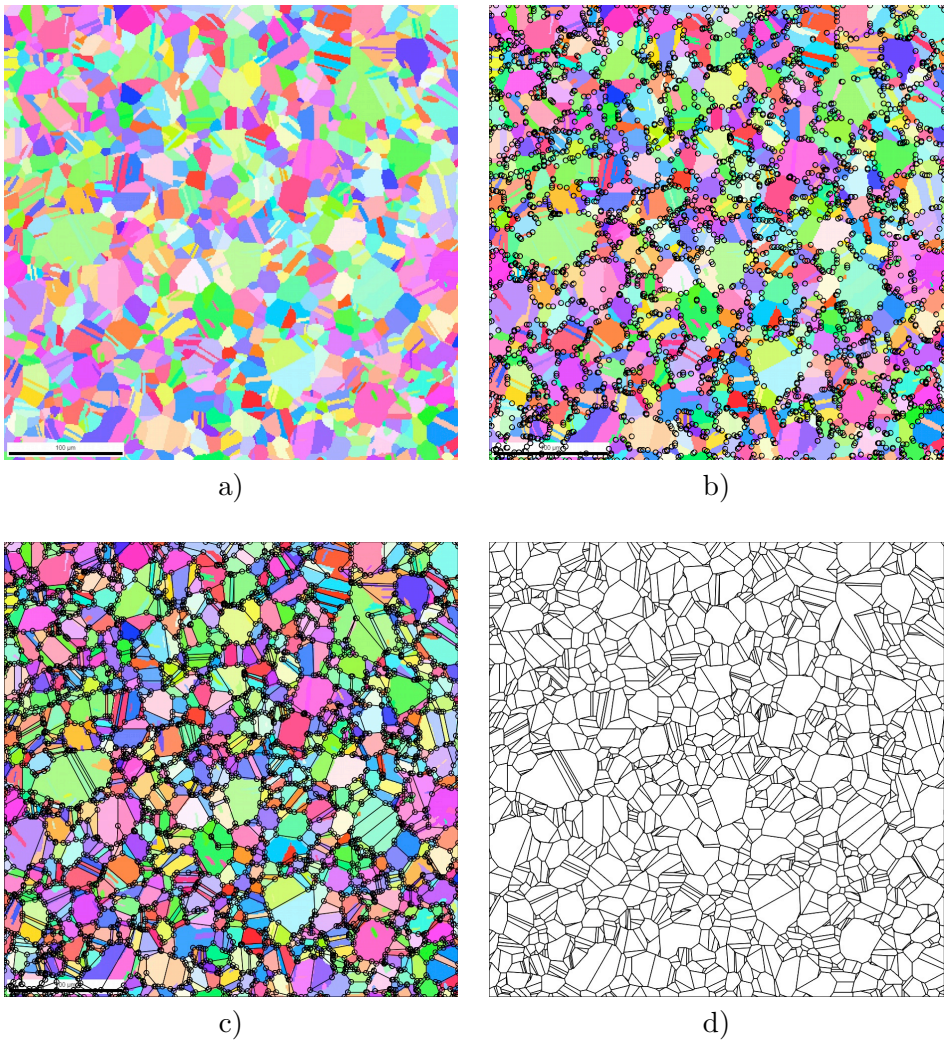


FIGURE 5.10 – Construction du réseau de points triples à partir d'une cartographie EBSD a) cartographie initiale en figure de pôle inverse, b) détection des points triples c) connection des points triples, d) réseau de points triples.

Afin de valider les résultats obtenus par cette méthodologie, l'analyse de cette cartographie est réalisée avec le logiciel ™OIM Analysis. La figure 5.11 présente une zone de la cartographie dans laquelle est représentée la nature des joints de grains. Pour raison de clarté, parmi les joints spéciaux, seuls ceux de type $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ et $\Sigma 27$ sont représentés.

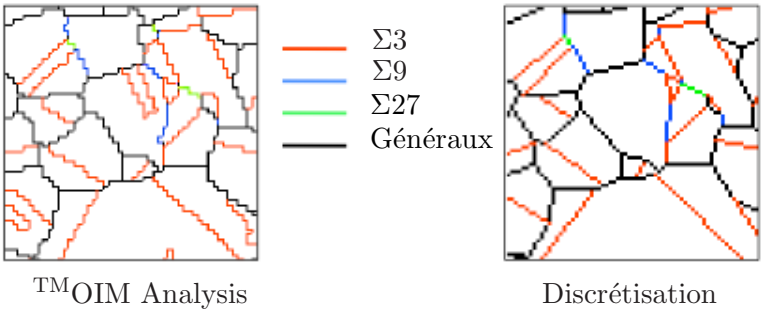


FIGURE 5.11 – Comparaison entre les joints de grains "spéciaux" obtenus avec ™OIM Analysis et la méthode de discrétisation en réseau de points triples

On note qu'en dehors des joints de grains ignorés pour des raisons de connectivité, la nature des joints de grains obtenue par la méthode de discrétisation en points triples est identique à celle obtenue par le logiciel ™OIM. Les distributions des joints de grains obtenues par les deux méthodes sont comparées dans le schéma de la figure 5.12. L'ensemble des fractions dans chacune des classes est sensiblement identique pour les deux méthodes. Seule la classe des Σ3 est réduite par la méthode de discrétisation en réseau de points triples. Cette réduction s'explique par la suppression de l'ensemble des macles "incomplètes" sur la cartographie pour des raisons d'incompatibilité de connection (cf. §5.2.3).

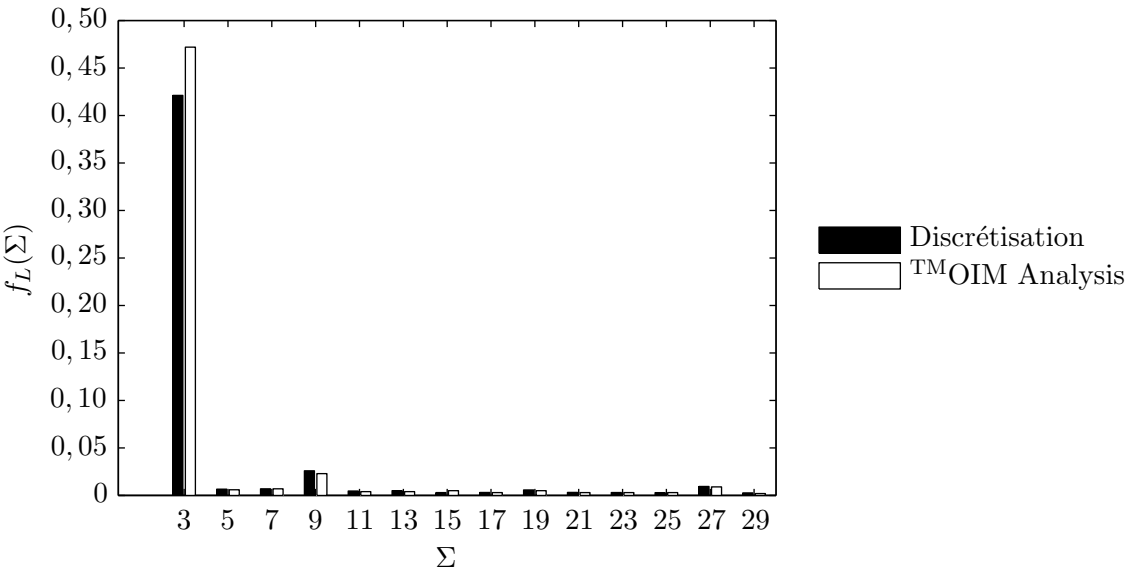


FIGURE 5.12 – Comparaison entre les distributions de joints de grains "spéciaux" obtenus avec ™OIM Analysis et la méthode de discrétisation en réseau de points triples.

5.3 Connectivité du réseau de joints de grains dans N19

Afin d'estimer la pertinence d'une analyse de la percolation dans l'étude du réseau de joints de grains dans l'alliage N19, l'ensemble des cartographies réalisées après les différents traitements thermo-mécaniques est discrétisé et analysé selon la méthode décrite dans le paragraphe précédent.

On notera que les fractions de joints de grains sont dans la suite du paragraphe exprimées en nombre et sont notées f_N. Cette quantité, qui n'était pas mesurable par l'utilisation du logiciel OIM, est accessible par la discrétisation en points triples. La fraction exprimée en nombre est justifiée dès lors que l'on considère les joints de grains comme des entités discrètes dans le cadre de la théorie de percolation.

5.3.1 Distribution des points triples du réseau de joints de grains

La table des points triples construite après discrétisation d'une cartographie attribue à chaque point triple du réseau les trois joints de grains qui le constituent. L'ensemble des joints de grains étant catégorisé selon la théorie des réseaux de coïncidence, il est possible de connaître le nombre de joints de grains spéciaux en présence à chaque point triple. Ainsi, la proportion des points triples appartenant à chacun des types J_0, J_1, J_2 et J_3 parmi l'ensemble des points triples peut être déterminée.

Les cartographies réalisées sur N19 peuvent être utilisées pour analyser la distribution des points triples. Comme le propose Schuh [29], l'évolution de la proportion de chaque type de point triple est tracée en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux $f_N(\Sigma)$. Ces distributions sont présentées dans le graphique de la figure 5.13. Les points expérimentaux sont comparés aux distributions théoriques données par Schuh *et al.* avec et sans contrainte cristallographique.

Comme dans l'étude de Schuh, les distributions expérimentales de points triples s'écartent notablement de la distribution théorique d'un réseau aléatoire du fait de l'existence de contraintes cristallographiques aux points triples. Seule la distribution des points triples J_0 est en accord avec le modèle aléatoire et apparait donc comme indépendante de ces contraintes. Cependant, l'intégration de ces contraintes dans la modélisation modifie de manière trop importante les distributions. Elle entraîne une sous-estimation de la fraction

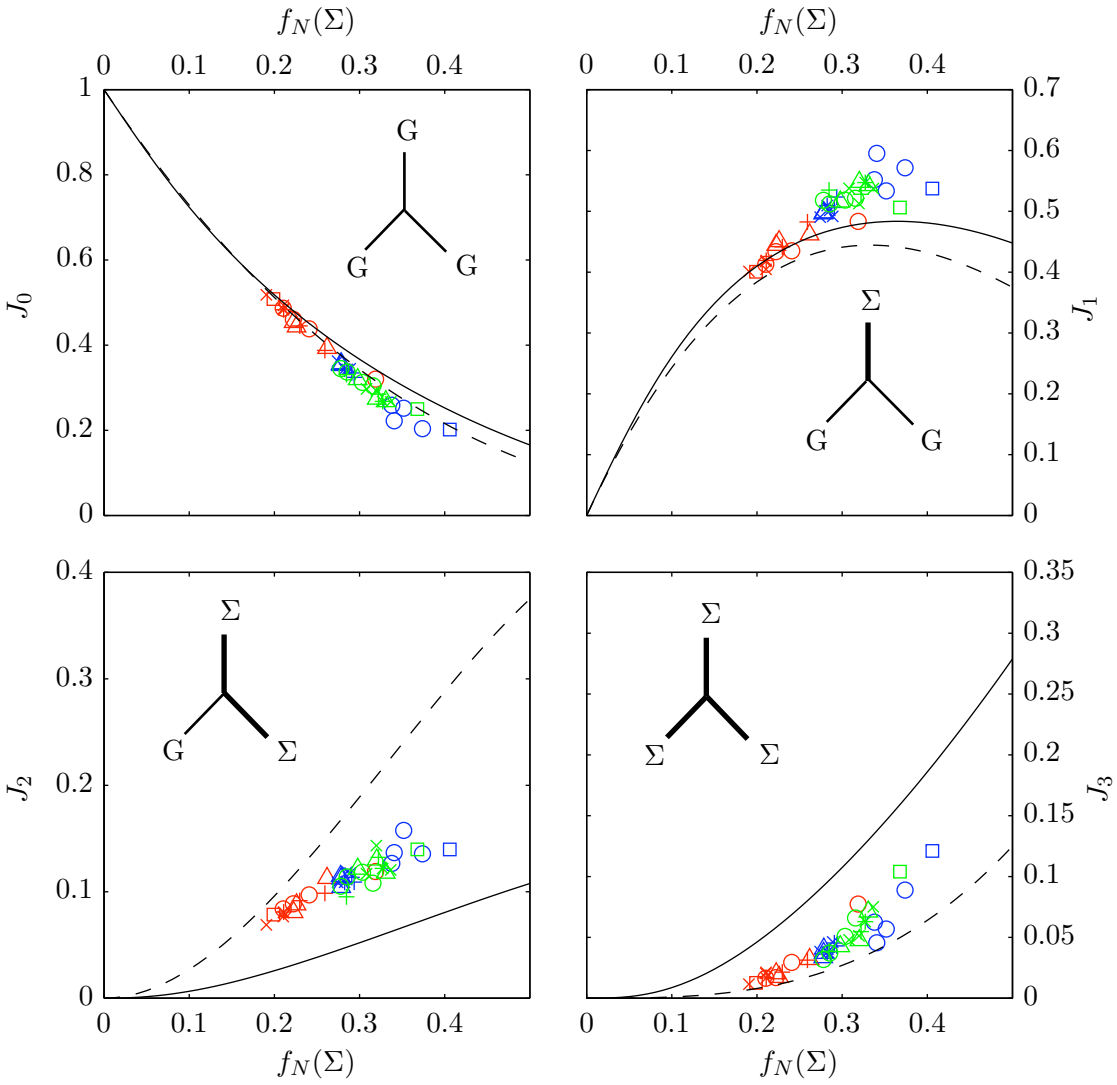


FIGURE 5.13 – Distribution des différents types de points triples pour l'ensemble des cartographies réalisées sur l'alliage N19. La légende donnant la correspondance entre les marqueurs et les traitements thermo-mécaniques est identique à celle de la figure 5.17. Les courbes donnent la distribution théorique des points triples avec (ligne continue) et sans contrainte cristallographique (ligne pointillée).

de points triples J_2 et une surestimation de la fraction de points triples J_3. Il est possible d'attribuer ces différences à la présence dans le réseau d'une proportion non négligeable de joints de grains spéciaux autre que $\Sigma 3^n$ ne répondant à aucune règle de combinaison. Pour s'affranchir de cet effet, les distributions sont construites en ne considérant que les joints de grains de type $\Sigma 3^n$ pour lesquels les contraintes cristallographiques sont avérées. Ces distributions sont présentées dans le graphique de la figure 5.14.

Les distributions obtenues sont alors en accord avec le modèle théorique proposé par Schuh. Seule la distribution des points triples de type J_1 reste sous-estimée par le modèle.

La distribution des points triples formés par les joints de grains de type $\Sigma 3^n$ peut donc être bien décrite par le modèle de Schuh *et al.*. Cependant ce modèle s'avère inapplicable en présence d'une proportion de joints de grains spéciaux ne répondant à aucune règle de combinaison.

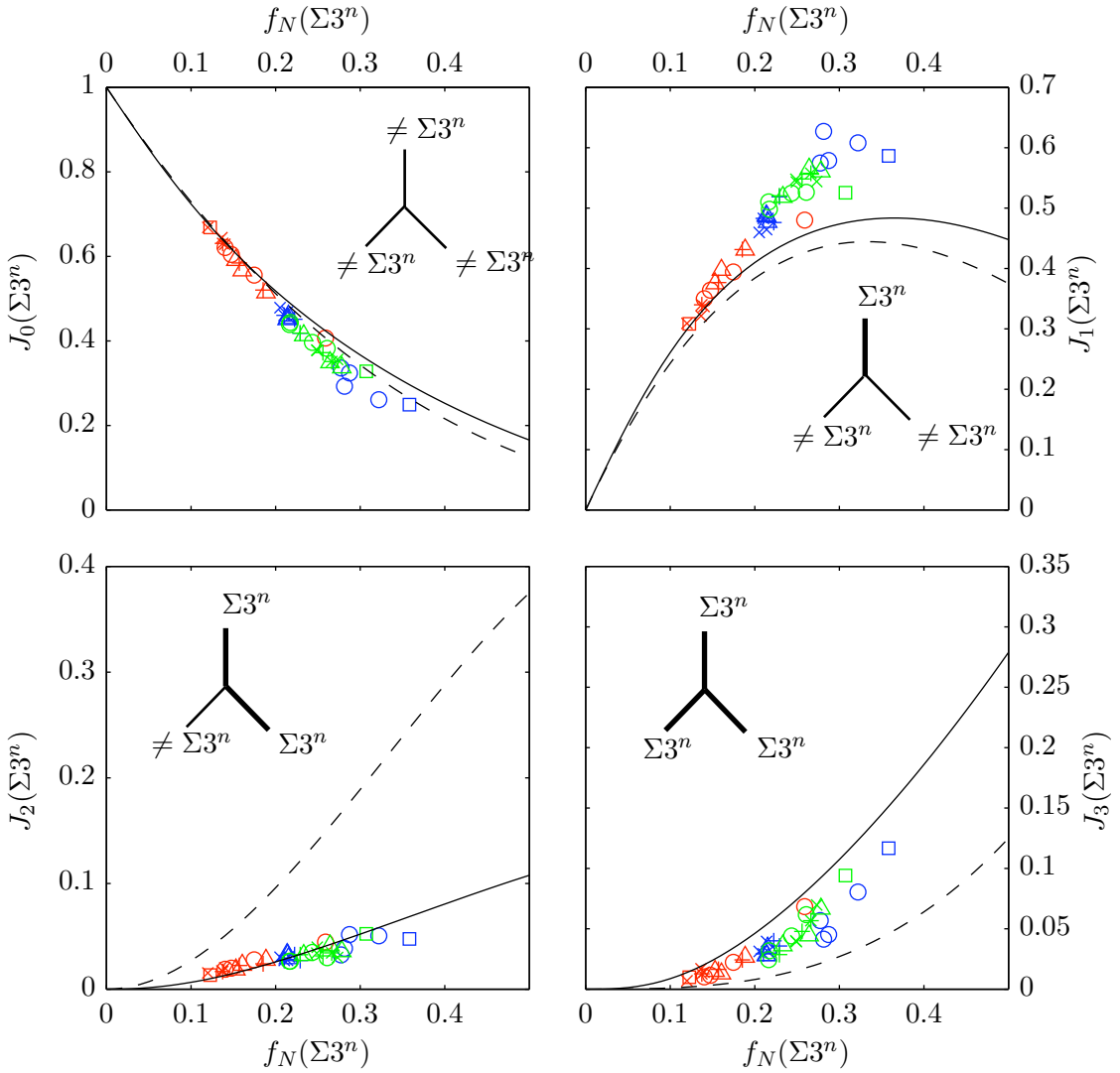


FIGURE 5.14 – Distribution des différents types de points triples pour l'ensemble des cartographies réalisées sur l'alliage N19. Seuls sont considérés les joints de grains spéciaux de type $\Sigma 3^n$. La légende donnant la correspondance entre les marqueurs et les traitements thermo-mécaniques est identique à celle de la figure 5.17. Les courbes donnent la distribution théorique des points triples avec (ligne continue) et sans contrainte cristallographique (ligne pointillée).

5.3.2 Identifications des amas dans le réseau de joints de grains

Une table construite sur le même modèle que la table des joints de grains et ne regroupant que les joints de grains de la catégorie désirée est établie.

L'algorithme d'identification consiste à reconstruire un par un les amas en partant de points triples tirés aléatoirement dans le réseau. Une boucle est réalisée pour construire chacun des amas dont le numéro et l'ensemble des joints de grains qui le constitue sont listés dans une table appelée table des amas. Un premier joint de grains appartenant à la catégorie désirée est ajouté à la première ligne de la table des amas. Ensuite, une recherche est faite sur le reste des joints de grains afin de trouver ceux qui possèdent des points triples communs au premier joint de grain. Une fois le premier joint de grains trouvé, la ligne de l'amas est actualisée et l'opération de recherche est menée une nouvelle fois sur l'ensemble des joints de grains restants. Cette boucle est répétée jusqu'à ce qu'aucun nouveau joint de grains ne soit trouvé. Un nouvel amas est alors construit sur la base d'un joint de grains n'ayant pas déjà été introduit dans la table des amas. La table est donc complète lorsque la totalité des joints de grains de la table a été placée dans la table des amas. Pour illustrer cette identification, la figure 5.15 représente une cartographie dans laquelle tous les amas de joints de grains généraux sont identifiés par des couleurs différentes.

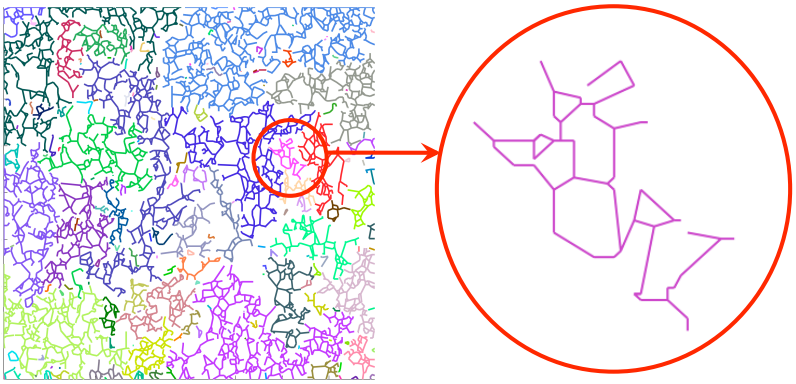


FIGURE 5.15 – Identification des amas de joints de grains.

La figure 5.16 montre quatre populations d'amas différentes identifiées sur une même cartographie.

Tout comme pour l'analyse de la distribution des points triples, les amas de joints de grains peuvent être identifiés dans chacune des cartographies réalisées lors des essais de torsion sur l'alliage N19. Afin de comparer l'ensemble des cartographies, les longueurs

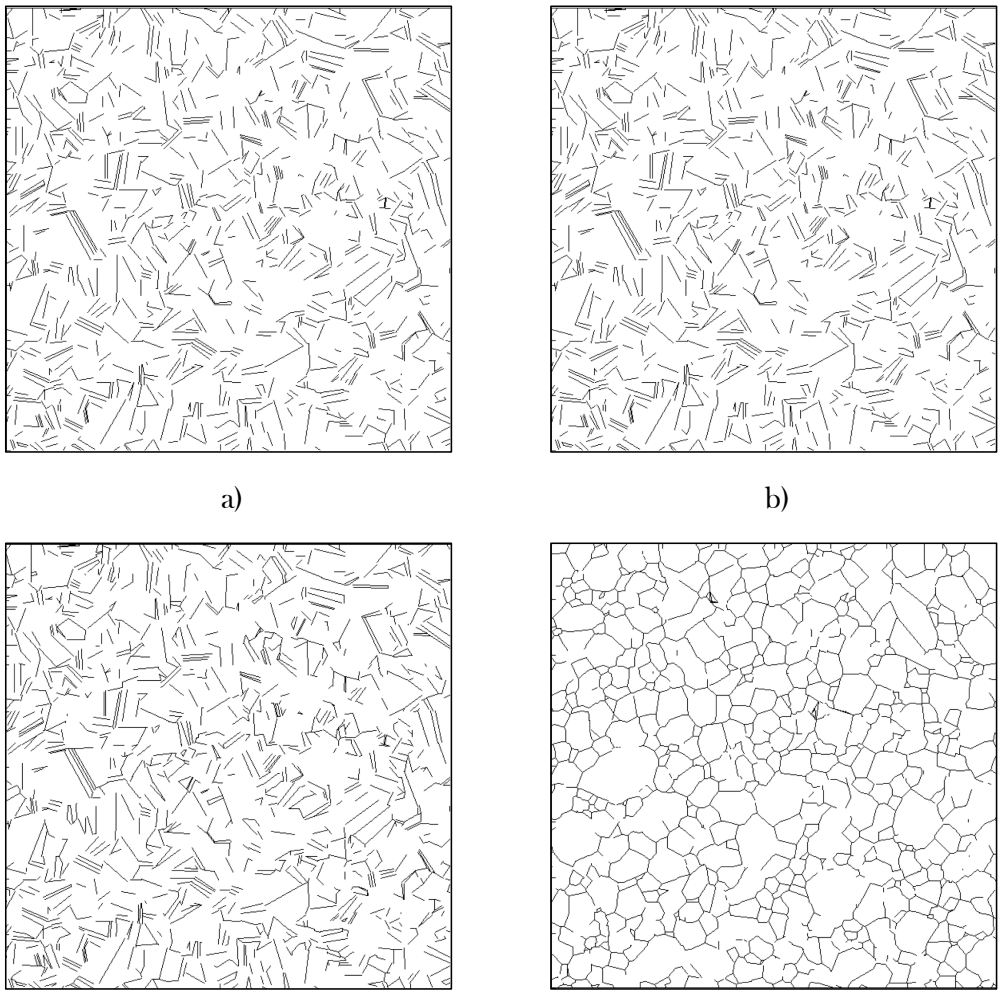


FIGURE 5.16 – Identification des amas de joints de grains pour quatre populations différentes a) Σ3, b) Σ3 + Σ9 + Σ27, c) 3<Σ<=29 d) généraux.

utilisées pour mesurer la taille des amas sont exprimées en nombre de joints de grains par amas. La moyenne de ces longueurs est notée m_s.

Dans un premier temps, on propose d'examiner l'évolution de la longueur des amas de joints de grains spéciaux $m_s(\Sigma)$ en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux $f_N(\Sigma)$. La légende de la figure 5.17 indique les conditions de traitement thermo-mécanique correspondant à chacun des échantillons (T pour Trempé, B pour SuB-solvus et P pour SuPer-solvus).

On observe globalement que l'augmentation de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux entraîne l'augmentation de la taille moyenne des amas de joints de grains de cette même catégorie. Si cette tendance suit une logique évidente, des différences peuvent être observées entre les différents traitements thermo-mécaniques. Les points correspondant aux échantillons trempés (rouge) et traités super-solvus (vert) suivent une progression linéaire indépendamment des conditions de déformation. Les points correspondant aux échantillons traités sub-solvus ne suivent pas tous la même tendance. En effet, les échantillons déformés à la vitesse de $10^{-2}s^{-1}$ ainsi que l'état brut de filage s'écartent du reste des points. Cela semble indiquer une différence dans la connectivité des joints de grains spéciaux résultant des déformations à haute et à basse vitesse. On constate qu'une même fraction de joints de grains spéciaux correspond à des amas de tailles différentes.

Le principal mécanisme identifié comme pouvant être à l'origine d'une percolation des joints de grains spéciaux est le maclage multiple tel qu'il a été décrit dans la figure 1.19 du paragraphe §1.2.2. Les amas percolants de joints de grains $\Sigma 3^n$ sont créés par la formation des joints de grains de type $\Sigma 3^n > \Sigma 3$ reliant les parois de macle formées par accident de croissance. Afin de mettre en évidence le rôle que jouent ces joints de grains dans la formation d'amas percolants, l'évolution de leur taille moyenne est tracée en fonction de la fraction de $f_N(\Sigma 3^n > \Sigma 3)$ (figure 5.18).

L'évolution observée suit une progression linéaire regroupant les points de tous les échantillons. Malgré les fractions mesurées faibles (<0.08), la tendance semble assez claire. Cette linéarité montre le rôle central que jouent ces joints de grains dans la percolation. De cela, il est possible de conclure que d'importantes fractions de joints de grains spéciaux (principalement de type $\Sigma 3$) n'entraînent pas nécessairement une percolation importante. C'est le cas, par exemple des parois de macle répétées sur un même plan cristallographique. Il est

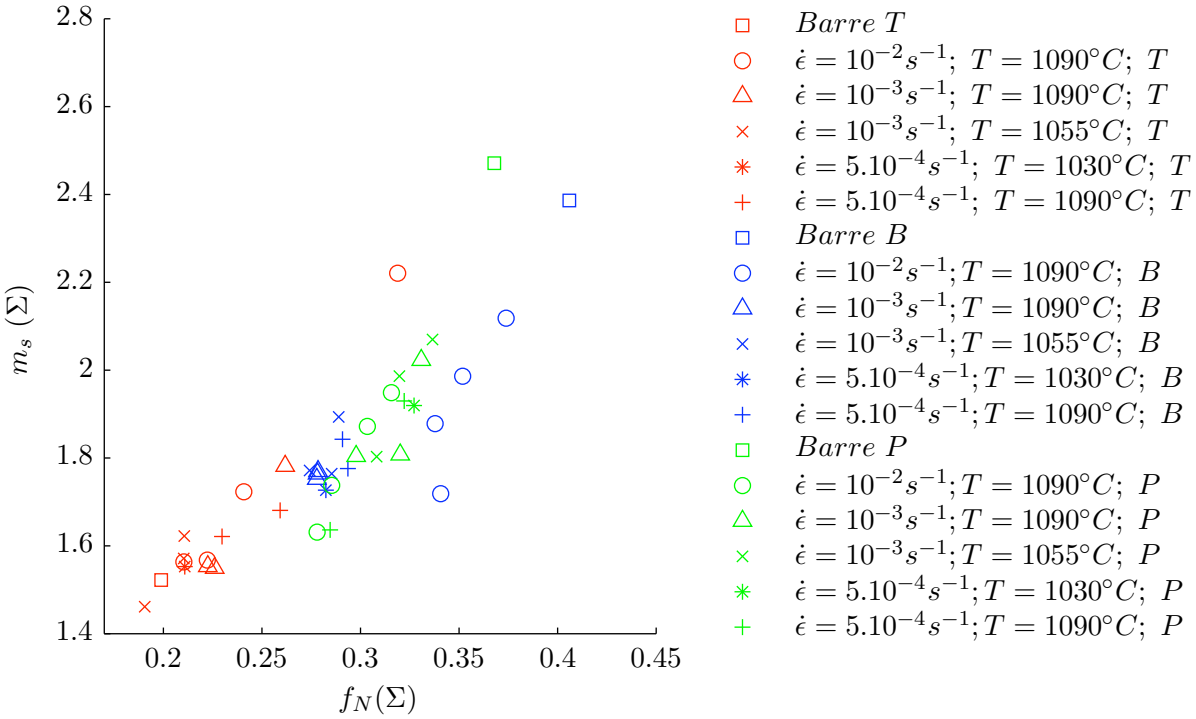


FIGURE 5.17 – Evolution de la masse moyenne des amas de joints de grains spéciaux en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux.

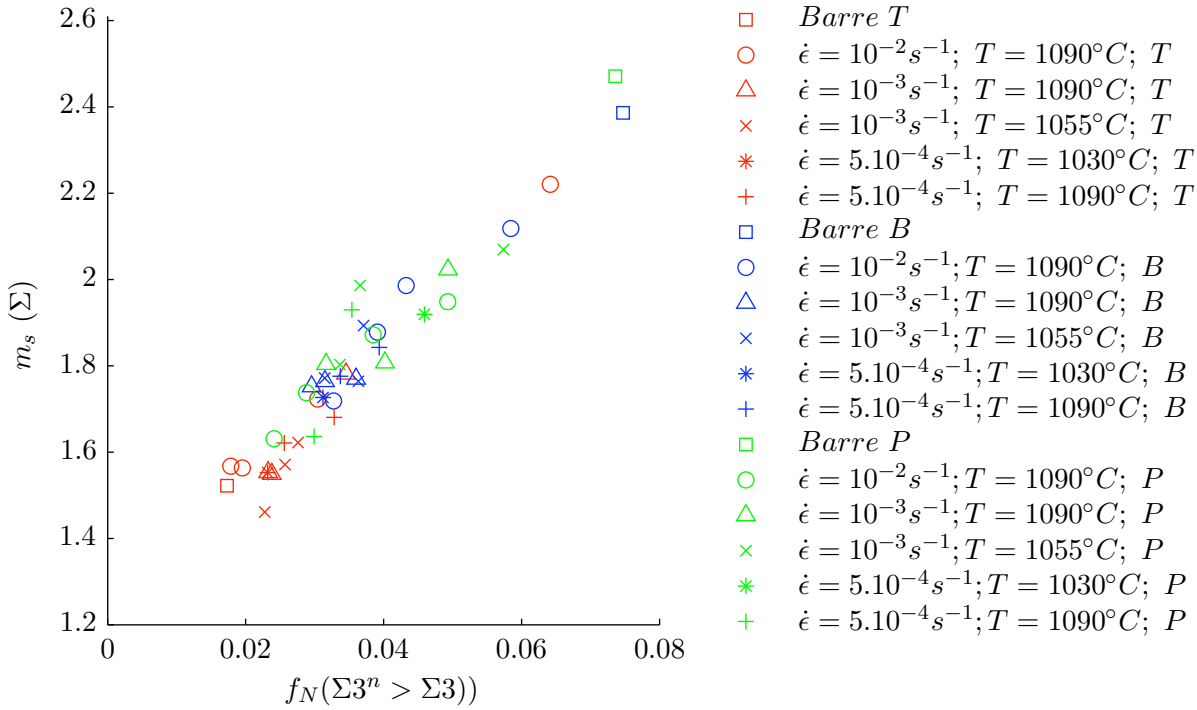


FIGURE 5.18 – Evolution de la masse moyenne des amas de joints de grains spéciaux en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux de type $\Sigma 3^n > \Sigma 3$.

possible de mettre en avant ce phénomène en traçant l'évolution de la fraction de "parois de macle secondaires" $\Sigma 3^n > \Sigma 3$ en fonction de la fraction de joints de grains $\Sigma 3$ (figure 5.19).

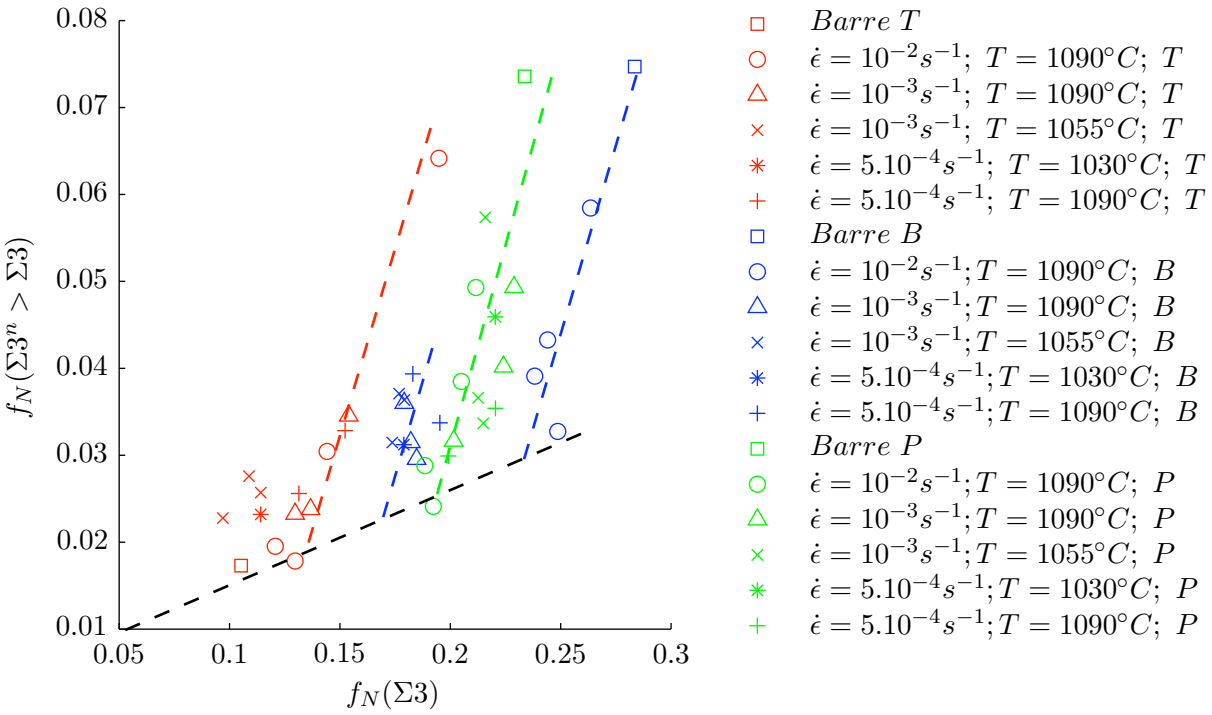


FIGURE 5.19 – Evolution de la fraction $f_N(\Sigma 3^n > \Sigma 3)$ en fonction de la fraction $f_N(\Sigma 3)$.

Une relation de linéarité entre $f_N(\Sigma 3)$ et $f_N(\Sigma 3^n > \Sigma 3)$ est constatée quel que soit le traitement. Cependant, les traitements se distinguent par un décalage dans le sens des abscisses. Ce décalage indique que l'apparition de joints de grains de type $\Sigma 3^n > \Sigma 3$ n'intervient pas à quantité de parois de macle égale selon les traitements thermo-mécaniques.

Bien que l'étude des amas de joints de grains spéciaux présente un intérêt pour comprendre certains mécanismes, celle-ci ne donne aucune indication sur l'effet d'une augmentation de la fraction de joints de grains spéciaux sur la connectivité des joints de grains généraux. L'évolution de la taille moyenne des amas de joints de grains généraux est tracée en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux dans le graphique de la figure 5.20. La taille moyenne des amas diminue selon une progression hyperbolique lorsque la fraction de joints de grains spéciaux augmente. Malgré la difficulté de mesurer de manière fiable la taille des amas percolant (cf. §5.1.2), cette tendance confirme tout de même l'idée selon laquelle les joints de grains spéciaux sont susceptibles d'interrompre efficacement la

connectivité des joints de grains généraux.

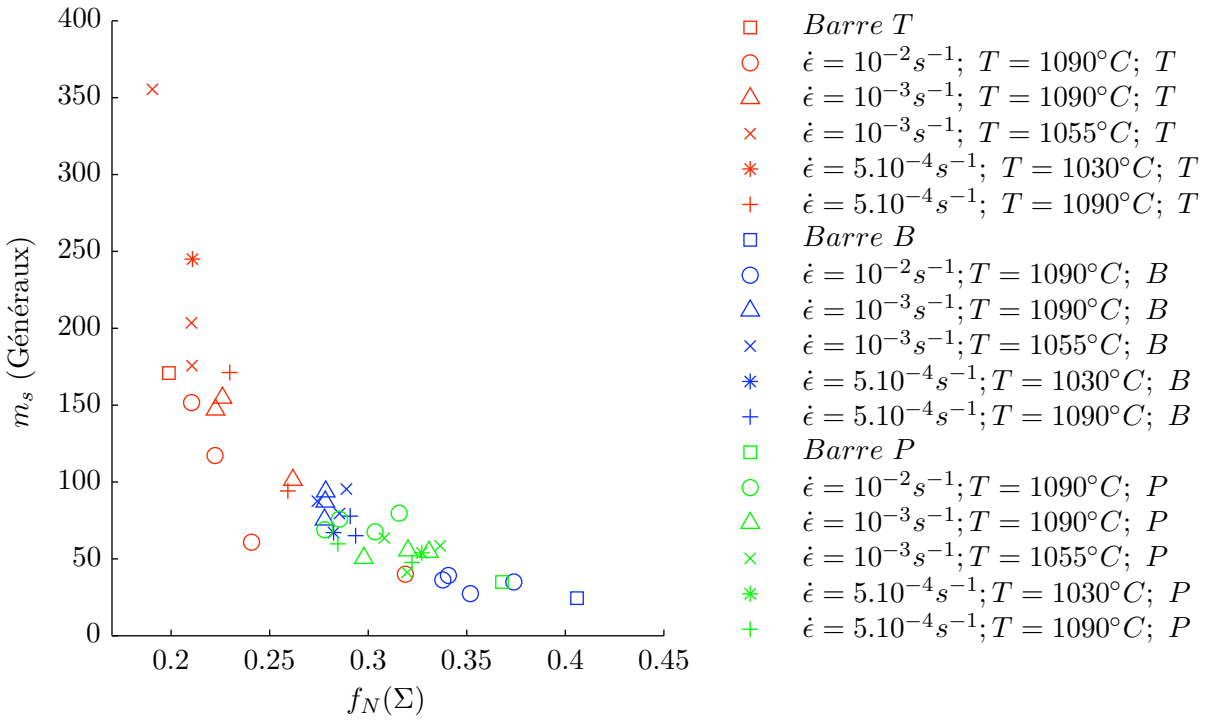


FIGURE 5.20 – Evolution de la masse moyenne des amas de joints de grains généraux en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux.

5.3.3 Etude des domaines de grains

La méthode de discrétisation en points triples permet également d'identifier les domaines de grains tels qu'ils sont définis dans le paragraphe 5.1.3.

Sur le même principe de l'identification des amas de joints de grains spéciaux, les domaines de grains sont reconstruits un à un dans une table des domaines. Une boucle est réalisée pour construire chacun des domaines de grains dont le numéro et l'ensemble des grains qui le constitue sont listés dans une table appelée table des domaines. Un premier grain est ajouté à la première ligne de la table des domaines. Ensuite, une recherche est faites sur le reste des grains afin de trouver l'ensemble des grains possédant des joints de grains spéciaux commun à ce premier grain. Une fois le premier grain voisin trouvé, s'il existe, la ligne est actualisée et l'opération de recherche est menée une nouvelle fois sur l'ensemble des grains restants. Cette boucle est répétée jusqu'à ce qu'aucun nouveau grain ne soit trouvé. Un nouveau domaine est alors construit sur la base d'un grain n'ayant pas déjà été introduit dans la table des domaines. La table est donc complète lorsque la totalité des grains de la table d'origine a été placée dans la table des domaines. Le schéma de la figure 5.21 illustre l'identification des domaines dans une cartographie.

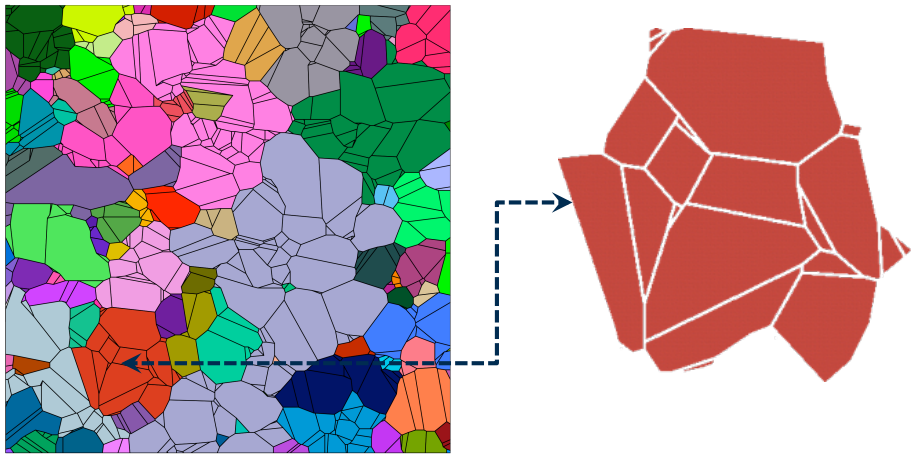


FIGURE 5.21 – Identification des domaines de grains.

Tout comme pour l'analyse de la taille des amas, les domaines de grains interconnectés par des joints de grains spéciaux peuvent être identifiés dans chacune des cartographies réalisées lors des essais de torsion sur l'alliage N19. Afin de comparer l'ensemble des cartographies, la taille moyenne des domaines est exprimée en nombre moyen de grains par

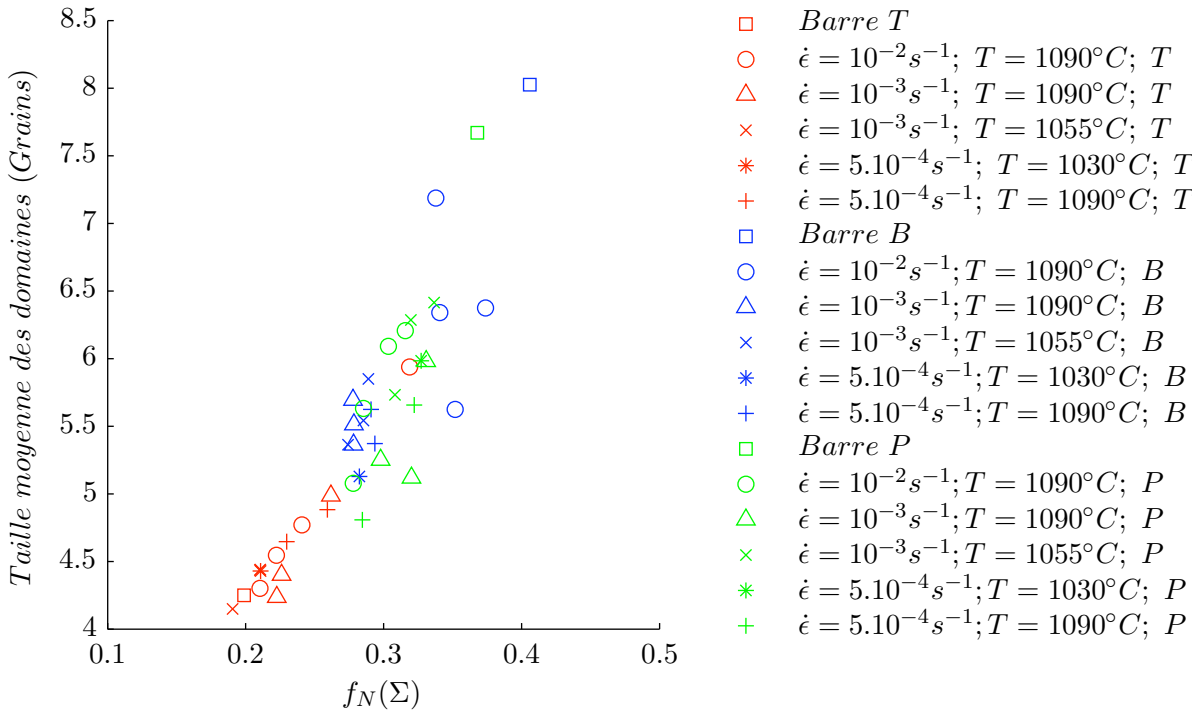


FIGURE 5.22 – Evolution de la taille moyenne des domaines en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux.

domaine. L'évolution de la taille moyenne des domaines en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux est représentée dans le graphique de la figure 5.22. On observe que la taille moyenne de domaines augmente avec la fraction de joints de grains spéciaux.

Contrairement à l'évolution de la taille des amas de joints de grains généraux les différents traitements thermo-mécaniques ne se distinguent pas particulièrement. Cette différence peut s'expliquer par le fait que seule la création de parois de macle entraîne une subdivision des grains. La jonction des parois de macle lors de la croissance et la formation de joints de grains de type $\Sigma 3^n$, telles que le décrit le schéma de la figure 1.19, n'entraînent pas de subdivision supplémentaire. En d'autre termes, le maclage multiple n'entraîne pas l'augmentation de la taille des domaines.

Bilan

L'étude bibliographique montre la diversité des méthodes d'exploitation du réseau de joints de grains visant à caractériser la topologie.

La méthode de discrétisation, par la simplification du réseau en un assemblage de points triples, permet la mise en place simple et rapide d'un grand nombre de méthodes d'exploitation complémentaires aux outils commerciaux. L'application aux cartographies issues de la campagne d'essais de torsion sur l'alliage N19 a permis d'exploiter ces nouvelles ressources et de mettre en évidence des différences entre les différents traitements thermo-mécaniques.

L'étude de la distribution des points triples repose sur une logique d'amorçage et de propagation d'un défaut à travers un réseau de points triples. Les distributions obtenues sur la base des essais de torsion réalisés sur l'alliage N19 sont en accord avec la bibliographie et mettent en évidence le rôle que jouent les règles de combinaisons cristallographiques sur le réseau de joints de grains.

L'étude des amas de joints de grains repose sur une idée similaire, mais sa réalisation s'avère compliquée lorsque les fractions de joints de grains spéciaux ne sont pas suffisantes ou lorsque les cartographies sont de taille trop petite. Cependant, l'effet des joints de grains spéciaux sur la continuité du réseau de joints de grains généraux peut être observée.

Les paramètres pouvant être mesurés grâce à l'ensemble de ces méthodes d'analyse ne trouvent leur pertinence que lorsque qu'ils sont corrélés à des propriétés mécaniques. Ces aspects sont abordés dans le chapitre de discussion.

Chapitre 6

Discussion

Sommaire

6.1 Identification des mécanismes d'ingénierie des joints de grains lors du forgeage des galets 168

6.2 Réseau de joints de grains et propriétés mécaniques 169

6.2.1 Connectivité du réseau de joints de grains et propriétés 169

6.2.2 Etude de la propagation inter-granulaire dans l'alliage N19 170

6.3 Conclusion et perspectives 173

6.1 Mécanismes d'ingénierie des joints de grains lors du forgeage

Il ressort des résultats de l'étude expérimentale sur l'alliage N19 (cf. Chap.4) que, si l'application de faibles taux de déformation suivie d'un recuit dans certaines conditions de vitesse et de température, entraîne un "effet ingénierie des joints de grains", les phénomènes mis en jeu sont plus complexes que dans le cas d'une déformation à température ambiante. La voie "superplasticité" (basses vitesses de déformation à plus haute température) ne semble pas à favoriser pour l'ingénierie des joints de grains. De même, l'effet bénéfique de la réitération des passes dans certains cas ne peut pas être assimilé aux effets présentés dans la littérature, les passes n'étant pas séparées par des traitements thermiques.

Cependant, une analogie peut être faite avec les deux mécanismes identifiés dans les traitement d'ingénierie de joints de grains à basse température (cf. §1.2.1). En effet, les déformations à haute température entraînent deux comportements, distincts selon que l'on déforme à basse ou à haute vitesse. Le premier cas entraîne la formation de sous-structures par restauration et s'apparente donc au traitement de "strain-annealing". Le second cas se manifeste par une recristallisation dynamique rapide pouvant s'apparenter au traitement de "strain-recrystallisation". Ce dernier donne lieu à d'importantes fractions de joints de grains spéciaux soit dès la première passe après traitement sub-solvus, soit après une succession de passes suivie d'un traitement super-solvus. Pour le traitement sub-solvus, la présence des précipités de seconde phase, bien que limitant la croissance normale des grains, semble avoir un effet bénéfique sur la création de joints de grains spéciaux et notamment de parois de macles. Le traitement super-solvus s'effectue à une température supérieure qui, bien qu'elle engendre des cinétiques de croissance plus rapides, ne semble pas favoriser la formation de joints de grains spéciaux. L'effet de la précipitation sur la création de parois de macle semble être un point clef pour la compréhension des différences entre traitements thermiques.

L'étude de la percolation du réseau de joints de grains (cf. Chap.5) a montré la pertinence d'une caractérisation des microstructures par la mesure de la fraction de joints de grains spéciaux. Ces derniers, qu'ils soient ou non des parois de macle, se présentent comme des obstacles capables d'interrompre efficacement la connectivité du réseau de joints de grains généraux.

6.2 Réseau de joints de grains et propriétés mécaniques

Sur la base des résultats de l'étude expérimentale, des gammes de forgeage dites "optimisées" ont été réalisées sous presse sur des galets de N19. Ces galets expérimentaux sont destinés à être caractérisés en terme de réseau de joints de grains dans des zones choisies dans lesquelles sont découpées des ébauches destinées à la réalisation d'essais mécaniques. Bien que les résultats des essais en cours ne soient pas encore disponibles, des pistes de dépouillement utilisant les méthodes décrites dans ce document peuvent être proposées. Cette discussion fait l'objet du premier paragraphe. Le second paragraphe illustre un exemple de dépouillement original des résultats obtenus sur un essai de propagation de fissure sur l'alliage N19.

6.2.1 Connectivité du réseau de joints de grains et propriétés

Selon la propriété mécanique étudiée, la manière selon laquelle le réseau de joints de grains est caractérisé doit être adaptée.

Si l'on souhaite étudier l'influence du réseau sur les propriétés en fluage, une caractérisation globale du réseau de joints de grains doit être favorisée, le fluage n'étant pas à proprement dit lié à la propagation d'un endommagement. Une étude complémentaire basée sur la reconstitution et la mesure des domaines interconnectés de grains peut être une voie à explorer.

Dans le cas du comportement en fatigue, les aspects d'amorçage et de propagation d'un endommagement sont à prendre en compte. Dans ce cas, l'étude de la distribution des points triples et de la percolation des amas de joints de grains généraux semble adaptée. En effet, l'amorçage d'un endommagement est de toute évidence très sensible aux possibilités de propagation dans son entourage proche. De même la proportion de points triples "bloquants" peut favoriser localement le passage d'une fissure courte à une fissure longues, d'autant plus que la longueur critique est proche de celle de la taille de grains. Un effet de la connectivité du réseau de joints de grains sur la durée de vie en fatigue est à envisager.

Enfin, une réflexion doit être menée sur les parois de macle lorsqu'elles sont le lieu d'un amorçage en fatigue ou en fatigue-fluage. L'observation d'un tel amorçage a été faite dans le cadre de la thèse de Thomas Billot [71]. La présence de parois de macle est, de

ce point de vue, néfaste aux propriétés en fatigue. Cependant, cet aspect met en évidence l'intéret d'étudier la connectivité des parois de macle et la percolation de joints de type $\Sigma 3^n$ par maclage multiple. Une corrélation entre l'apparition de ce type d'amorçage et le multi-maclage peut alors être une piste à explorer.

6.2.2 Etude de la propagation inter-granulaire dans l'alliage N19

Des essais de propagation de fissure réalisés en marge du programme ORGANDI sont présentés dans ce paragraphe afin d'illustrer le rôle que peut jouer la nature des joints de grains dans la propagation d'un endommagement. Dans ce but, une analyse post-mortem d'un échantillon issu d'un essai de propagation de fissure en fatigue fluage est réalisée. L'échantillon étudié est une éprouvette SEN de SMO43 (version initiale de l'alliage N19). L'essai est réalisé à la température de 700°C et consiste à imposer à l'éprouvette une série de cycles à contrainte imposée. Les cycles sont des rampes de 10 s entre une charge de 1,9 kN et 19 kN (R=0,1) puis d'un maintien en charge de 300 s suivi d'une décharge linéaire de 10 s jusqu'à 1,9 kN. La fissure initiale de l'éprouvette est de 200 μm. L'étude post-mortem consiste à observer la fissure dans le plan de la surface de l'éprouvette. Une première observation est réalisée au microscope optique. Cette image optique du chemin de propagation est nécessaire pour le repérage de la fissure sur la cartographie d'orientation EBSD réalisée sur cette même zone.

L'utilisation de la cartographie des indices de qualité d'image des clichés de diffraction, fournis par le logiciel d'indexation, permet de rendre compte de la topologie de la surface analysée ainsi que de l'écrouissage local des grains. On observe que le passage de la fissure ne perturbe que très faiblement l'indice de qualité de l'image. On admet alors que la fissure se propage en ne désorientant pas ou très peu les grains de part et d'autre de chaque joint de grains qu'elle parcourt. De ce fait, une étude statistique de la répartition du type de joints aux alentours de la fissure est possible.

Les trois représentations du chemin de fissuration sont données dans la figure 6.2.2.

Trois populations de joints de grains sont étudiées : l'ensemble des joints de la cartographie, noté "Global network", les joints parcourus par la fissure, notés "Cracked boundaries" et l'ensemble des joints parcourus par la fissure auquel sont ajoutés les joints adjacents à la fissure (i.e. les joints qui auraient pu être choisis comme chemin de propagation par

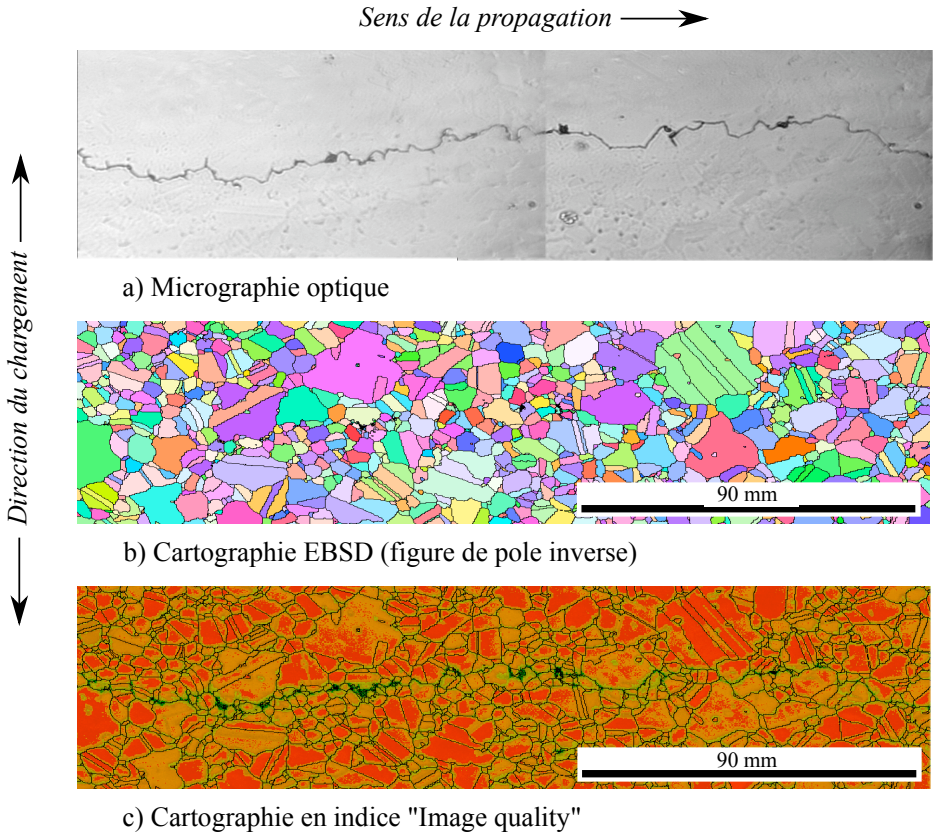


FIGURE 6.1 – Chemin de fissuration à la surface d'une éprouvette SEN de SMO43 après propagation par fatigue fluage.

la fissure). Cette population est notée "Crack area". Pour chacune de ces populations, les proportions en longueur par rapport à la totalité de la population considérée sont calculées. Les catégories de joints comptées sont :

➛ Les joints de grains "spéciaux" dont la valeur de Σ est comprise entre 3 et 29. Notons que les joints de grains de type $\Sigma 3$ sont séparés en deux classes, les parois de macle ($\Sigma 3$ cohérent) et les joints de type $\Sigma 3$ non-cohérents.

➛ Les joints de grains de faible désorientation notés $\Sigma 1$

➛ Les joints de grains généraux, notés "Random" (cf. § 3.2).

La distribution des joints de grains de chaque population est présentée dans le table 6.1.

Une première remarque peut être faite sur la répartition du type de joints quelle que soit la population concernée. Il apparaît que les types de joints prédominants parmi les joints spéciaux sont ceux d'indice $\Sigma 3$ et $\Sigma 9$ et cela malgré la soustraction des parois de macle de cette population. On vérifie donc une tendance de ces alliages à former par maclage

Σ	Global network	Cracked boundaries	Crack area
1 (Low angle)	0,022	0,023	0,018
3 (Non-Coh.)	0,028	0,030	0,038
5	0,006	0,004	0,005
7	0,008	0,007	0,002
9	0,016	0,011	0,022
11	0,008	0,007	0,007
13a	0,002	0	0,001
13b	0,003	0,004	0,001
15	0,005	0	0,005
17a	0,001	0	0,001
17b	0,003	0	0
19a	0,002	0	0
19b	0,002	0	0,001
21a	0,002	0	0
21b	0,004	0,008	0,005
23	0,002	0	0,003
25a	0,001	0	0
25b	0,003	0	0
27a	0,002	0	0,004
27b	0,003	0,004	0,005
29a	0	0	0
29b	0,002	0	0
"Specials"	0,149	0,076	0,190
Random	0,829	0,905	0,799

TABLE 6.1 – Distribution des joints de grains mesurées sur les trois différentes populations mesurée sur la cartographie d'orientation EBSD autour de la fissure.

multiple ou autre des joints de type $\Sigma 3^n$. La seconde observation est que la distribution du type de joints de grains dans les trois populations considérées est différente. Il apparaît que la proportion de joints généraux est plus importante dans les joints de grains ayant été parcourus par la fissure que dans les joints adjacents à celle-ci ainsi que dans la totalité des joints de la cartographie. Il est donc possible de tirer une conclusion en première approche sur l'influence du type de joints sur la propagation inter-granulaire dans cet alliage. En effet, il semble que les joints de grains de type généraux soient des chemins de fissuration préférentiellement empreintés par la fissure. Cette dernière observation va donc dans le sens de l'hypothèse sur laquelle se base le principe d'ingénierie des joints de grains : les joints de grains spéciaux sont des joints de grains dont la résistance mécanique est supérieure à celle des joints généraux. De plus, cela justifie d'apprécier la qualité de la microstructure par la mesure des chemins de percolation formés par les joints de grains "faibles".

6.3 Conclusion et perspectives

La problématique de cette thèse vise à "désempiriser" et à adapter les méthodes d'ingénierie des joints de grains au forgeage des superalliages à base de nickel pour disques de turbines aéronautiques.

Une étude bibliographique de la littérature concernant l'ingénierie des joints de grains a tout d'abord permis de réaliser une synthèse des vecteurs d'amélioration possibles des caractéristiques du réseau de joints de grains par l'application de traitements thermo-mécaniques. Ensuite, la revue des différents phénomènes modifiant le réseau de joints de grains lors du procédé de forgeage des superalliages a permis de démontrer la pertinence d'une adaptation des méthodes d'ingénierie des joints de grains.

L'étude expérimentale menée sur l'alliage N19 a révélé des tendances fortes quant à l'influence des paramètres thermo-mécaniques sur la modification du réseau de joints de grains. Deux phénomènes dominants au cours de la déformation sont identifiés : une restauration dynamique pour les basses vitesses de déformation et une recristallisation dynamique pour les hautes vitesses de déformation.

L'analyse des réseaux de joints de grains après déformation et trempe a permis de mettre en évidence une formation accrue de joints de grains spéciaux lors des premiers cycles de recristallisation dynamique. L'étude des états traités thermiquement indique que le traitement sub-solvus permet d'augmenter la fraction de joints en conservant les joints de grains spéciaux formés au cours de la déformation. Le traitement super-solvus ne permet d'obtenir de fortes fractions de joints de grains spéciaux qu'après réitération des traitements. La gamme thermo-mécanique à favoriser dans l'optique d'une augmentation de la fraction de joints de grains spéciaux dans les galets forgés est la suivante : de faibles taux de déformation (de 0,15 à 0,3) à la vitesse de $10^{-2}s^{-1}/1090°C$. Les deux traitements thermiques aboutissent après itérations à des fractions mesurées identiques. Il semble évident que l'application d'une telle gamme pour atteindre des taux de déformation proche de 2 est difficilement réalisable industriellement. Pour cette raison, les gammes choisies pour forger les galets de N19 du projet ORGANDI ne respectent pas ces préconisations mais sont choisies afin d'obtenir des microstructures très différentiées. Ce choix permettra de mettre en évidence l'influence de la fraction de joints de grains spéciaux sur les propriétés mécaniques.

Sur la base des études récentes, une méthode innovante basée sur la discrétisation du réseau de joints de grains a montré son efficacité dans l'analyse approfondie de la connectivité du réseau de joints de grains et a abouti à des perspectives intéressantes concernant le dépouillement des essais mécaniques à venir. La description bidimensionnelle du réseau de joints de grains ne permet pas de rendre compte de la connectivité réelle du réseau de joints de grains. Bien que l'acquisition tridimensionnelle de cartographies EBSD reste difficile, une adaptation des outils d'analyse ici développés au cas 3D est possible.

Enfin, la meilleure compréhension de l'ingénierie des joints de grains dans sa mise en ouvre et ses mécanismes permettent d'envisager son application à un faste gamme de matériaux et de procédés de mise en forme. Compte tenu des résultats obtenus sur un matériau complexe tel que le N19, il est probable qu'une optimisation du réseau de joints de grains dans un matériau plus "modèle" soit facilitée.

Table des figures

1.1 Relation entre deux réseaux par une rotation d'angle de désorientation θ autour d'un axe cristallographique [u v w] et position du plan du joint de grains (rouge) a) de flexion b) de torsion [3]. 14

1.2 représentation schématique d'un réseau de coïncidence d'indice $\Sigma 5$ formé par deux réseaux CFC dans une projection [001] [6]. 15

1.3 Probabilités théoriques d'existence de joints de grains de proche coïncidence dans un polycristal aléatoire [1]. 19

1.4 Schéma d'un joint symétrique de flexion selon Read et Shockley [23]. 21

1.5 Energies interfaciales relatives mesurées dans l'aluminium pour a) des joints de flexion autour de [100] (l'énergie du joint de flexion de 37° autour de [100] est pris pour référence) et pour b) des joints de flexion autour de [110] en fonction de la désorientation θ (l'énergie du joint de flexion de 30° autour de [110] est pris pour référence) [21]. 22

1.6 Energie relative γ_{gb}/γ_S par mesure d'angle de sillons thermiques dans l'Inconel 600 (par microscopie à force atomique) pour a) des joints de flexion autour de [100] et pour b) des joints de flexion autour de [110] en fonction de la désorientation θ [22]. 22

1.7 Représentation schématique d'un joint de grains de coïncidence d'indice $\Sigma 3$, a) cohérent (paroi de macle), b) incohérent et c) l'évolution de son énergie avec l'angle ϕ [25]. 23

1.8 Influence du nombre de cycles de strain-recrystalization sur la distribution des joints de grains de l'alliage Inconel 600 [28]. 28

1.9 Cartographies EBSD d'un alliage de cuivre après des déformations de a) 67% , b) 20% et) 67% en 5 fois, suivis d'un recuit de 10 min à 560°C ; les joints de grains colorés en rouge correspondent aux Σ3 [37]. 29

1.10 a) Micrographie par MET, les flèches indiquent la direction du cisaillement et b) représentation schématique d'un grain de nickel subdivisé en cellules de déformation après une torsion. [43]. 31

1.11 Mécanismes de germination en recristallisation par coalescence et croissance de sous-grains a) par migration d'un joint de grains de forte désorientation initialement présente b) par désorientation progressive de la structure de sous-grains [49]. 32

1.12 Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux en fonction de la taille de grain [51] 34

1.13 Différentes morphologies des parois de macle dans une coupe métallographique [9]. 35

1.14 Formation de deux parois de macle parallèles par accident de croissance successifs. 36

1.15 Formation d'une macle incomplète par le mécanisme de Dash and Brown [58]. 36

1.16 Exemple de fraction recristallisée fortement maclée a) identification des sous-joints (gris), des parois de macle (rouges) et autres joints spéciaux (bleu) et b) repérage de la zone recristallisée (bleu) dans la microstructure écrouie (vert) (critère de mosaicité d'orientation des grains) [62]. 37

1.17 Mécanismes de formation de joints de grains $\Sigma 3^n$ par " Σ3 Regeneration model" [63]. 38

1.18 Mécanismes de formation de joints de grains $\Sigma 3^n$ par "Twin induced GBCD optimization" [65]. 39

1.19 Maclage multiple par accidents de croissance successifs : a) croissance d'un germe recristallisé dans la matrice écrouie ; b) création par accident de croissance d'une paroi de macle dans un des plans {111} ; c) creation d'une seconde paroi de macle dans un plan (111) différents ; d) rencontre des deux parois de macle et création d'un joint de grains de type Σ9. 40

1.20 Micrographies optiques obtenues après exposition à une attaque corrosive (ASTM28) d'un alliage à base de nickel (Alloy800) a) élaboré de manière classique et b) ayant subit un traitement d'ingénierie des joints de grains (non-précisé) [74]. 43

1.21 Comparaison du comportement d'un superalliage (V-57) avec et sans traitement d'ingénierie de joints de grains lors d'essais mécaniques ; a) Evolution de la déformation au cours du temps pendant un essai de fluage à 800°C et 68 MPa et b) Nombre de cycles à rupture suite à un essai de fatigue à température ambiante avec une amplitude de contrainte de 275 MPa et un ratio R de 0,7 (fréquence non-précisée) [74]. 43

1.22 Compositions (% massique) des superalliages N19, N18 et U720. 45

1.23 Schéma de la précipitation de la phase γ' [75]. 46

1.24 Cartographie en déformation équivalente issue des simulations de forgeage sur billette de N19 (ref. N19 C8168-D). Déformation macroscopique ϵ=1,65 (source : SNECMA). 47

1.25 Mécanisme élémentaire de déformation par superplasticité [83]. 51

1.26 Evolution de la microstructure pendant la déformation à haute température : a) d'un matériau subissant une restauration dynamique en collier et b) d'un matériau subissant une recristallisation dynamique [89]. 52

1.27 a) Courbe contrainte-déformation pour l'alliage 80A et suivi par cartographies EBSD de l'évolution des zones de grains écrouis b) et recristallisés c) pour des taux de déformation croissants de 0,11 - 0,30 - 0,50 - 0,70 et 0,92 [90]. 54

1.28 Courbes contrainte-déformation issues d'essais de compression sur un superalliage à base de nickel élaboré par métallurgie des poudres à différentes vitesses de déformation à 1050°C [91]. 55

1.29 Micrographies optiques illustrant la croissance de grain de N18 forgé traité thermiquement à (a) 1160°C pendant 2h, (b)1180°C pendant 2h, (c) 1200°C pendant 2h, (d)1220°C pendant 2h, (e)1200°C pendant 8h et (f)1220°C pendant 2h [92]. 56

1.30 Evolution de la taille de grains de N18 avec la température de traitement (2h) [92]. 57

1.31 Etat de précipitation de N19 brut de filage. 58

2.1 Notations utilisées dans la formulation du modèle Vertex d'après [100]. . . . 64

2.2 Transformations topologiques nécessaires au déroulement de la simulation : a) Rencontre de deux grains, b) Disparition d'un grain. 65

2.3 Procédure numérique. 68

2.4 Influence de la longueur critique L_c sur le nombre de germes en croissance. 70

2.5 Influence de la longueur critique L_c sur l'évolution de la fraction de surface recristallisée ($E_0 = 8MJ/m^3$). 70

2.6 Influence de l'énergie stockée sur l'évolution de la fraction de surface recristallisée. 71

2.7 Simulation de la recristallisation statique pour quatre valeurs d'énergie moyenne E_0 différentes à partir d'un même état initial pour 312 grains. Les grains recristallisés apparaissent en gris clair. 72

2.8 Introduction d'une paroi de macle lors de la migration d'un point triple. . . 74

2.9 Introduction de parois de macle au cours de la simulation. 75

2.10 Changement d'orientation d'une paroi de macle due à un changement topologique. 76

2.11 Problème de chevauchement de joints de grains dû à la contrainte d'orientation de la paroi de macle. 76

3.1 Formation des lignes de Kikuchi (a) par intersection des cônes d'électrons diffractés et de le détecteur (b) [101]. 83

3.2 Volume d'interaction et résolution spatiale induite par la focalisation du faisceau incident et l'inclinaison de l'échantillon lors de l'acquisition des clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés [101]. 84

3.3 Modification de l'aspect des grains selon la définition choisie. Représentation en couleur aléatoire unique par grain. Echantillon de N19 issu de la barre filée. 90

3.4 Cartographies d'orientation en figure de pôle inverse réalisées sur une même zone avec 3 pas de mesure différents : 0,125 μm, 0,250 μm et 0,500 μm et trois étapes de "nettoyage" : état brut, après "confidence index correlation" (CIC), après CIC puis "grain dilation" (GD). Tableau de la taille de grains $\overline{A_{G(S.M.)}}$ mesurée sur chacune des cartographies. 94

3.5 Cartographies des joints de grains réalisées sur une même zone avec 3 pas de mesure différents : 0,125 μm, 0,250 μm et 0,500 μm et trois étapes de "nettoyage" : état brut, après "confidence index correlation" (CIC), après CIC puis "grain dilation" (GD). Les joints de grains spéciaux sont tracés en rouge. Tableau de la fraction de joints spéciaux mesurée f_L sur chacune des cartographies. 97

3.6 Méthode d'évaluation de l'influence du nombre de grains dans la cartographie sur la mesure de la taille de grains et de la distribution de joints de grains spéciaux. 99

3.7 Evolutions de la taille de grain $\overline{A_{G(S.M.)}}$ (μm^2) et de la fraction de joints de grains spéciaux $f_L(\Sigma)$ en fonction du nombre de grains dans la cartographie. 99

4.1 Plan des éprouvettes de torsion (Source : CEMEF, Aubert&Duval). 107

4.2 Schéma de l'enrobage et du méplat réalisé par polissage sur les pions issus des éprouvettes de torsion en N19. 110

4.3 Courbe contrainte-déformation en torsion sur l'alliage N19. 112

4.4 Contrainte d'écoulement maximale en fonction de la vitesse de déformation, m est la valeur du paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation calculée à la température de 1090°C (échelle logarithmique). 113

4.5 Contrainte d'écoulement en torsion avant décharge et trempe en fonction de la taille mesurée des sous-grains. 115

4.6 Courbe contrainte-déformation en torsion sur l'alliage N19. Essais "multi-passes". 118

4.7 Cartographies des zones de grains recristallisés dynamiquement selon un critère de mosaïcité (Grain Orientation Spread). En rouge GOS>0,6°, en bleu GOS<0,6°. Etats trempés après les essais de torsion réalisés à la vitesse de $10^{-2}s^{-1}$ à 1090°C. 120

4.8 Etude différentiée des grains recristallisés et déformés dans les cartographies EBSD sur état trempés après torsion. 121

4.9 Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux issue de la recristallisation dynamique lors des essais de torsion en fonction du taux de déformation. T=1090°C. 122

4.10 Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux issue de la recristallisation dynamique lors des essais de torsion en fonction de W. 123

4.11 Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux après déformation à 1090°C et traitement thermique a) sub-solvus b) super-solvus. 125

4.12 Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux après déformation à $10^{-3}s^{-1}$ et traitement thermique a) sub-solvus b) super-solvus. 125

4.13 Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux après recuit sub-solvus 4h. a) T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-2}s^{-1}$, b) T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$ et c) T=1055°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$. 128

4.14 Evolution de la fraction de joints de grains spéciaux après recuit supersolvus 1h. a) T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-2}s^{-1}$, b) T=1090°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$ et c) T=1055°C/$\dot{\gamma} = 10^{-3}s^{-1}$. 130

5.1 Représentation schématique d'une propagation inter-granulaire. Les lignes continues représentent les joints de grains généraux, les lignes pointillées les spéciaux (a et b) et les lignes épaisses la fissure [116]. 135

5.2 Distribution des points triples de type J_i avec i=0, 1, 2 ou 3. Fréquence d'apparition d'un type de point triple en fonction de la fraction de joints de grains spéciaux notées f_n. Les lignes continues représentent la distribution d'un assemblage aléatoire simulé de joints de grains. Les points sont issus de mesures expérimentales [116]. 136

5.3 Découpage en amas de joints de grains généraux (b) obtenue par "Depth-first search" à partir de l'image du squelette pixel du réseau de joints de grains (a) ; c) amas de joints de grains généraux isolé [29]. (La barre d'échelle a une longueur égale à 2 fois la longueur moyenne des joints de grains). 139

5.4 Reconstitution des domaines dans l'alliage U720 [111] ; a) les grains ; b) les domaines multimaclés reconstitués. 140

5.5 Calcul du nombre de coordination. 144

5.6 Méthode de détection des points triples. 145

5.7 Constructions des tables a) Table des points triples : numérotation, coordonnées et grains associés b) Table des connectivités : numérotation, trois points triples voisins (P.V.) et les deux grains associés à chacun (G.C.) ; Table des grains : numérotation, points triples définissant chaque grain. 146

5.8 Gestion des incompatibilités de connection. 147

5.9 Définition des angles d'Euler : a) repères liés à l'échantillon et au cristal, b) trois rotations élémentaires pour passer de l'un à l'autre. 148

5.10 Construction du réseau de points triples à partir d'une cartographie EBSD a) cartographie initiale en figure de pôle inverse, b) détection des points triples c) connection des points triples, d) réseau de points triples. 151

5.11 Comparaison entre les joints de grains "spéciaux" obtenus avec ™OIM Analysis et la méthode de discrétisation en réseau de points triples 152

5.12 Comparaison entre les distributions de joints de grains "spéciaux" obtenus avec ™OIM Analysis et la méthode de discrétisation en réseau de points triples. 152

5.13 Distribution des différents types de points triples pour l'ensemble des cartographies réalisées sur l'alliage N19. La légende donnant la correspondance entre les marqueurs et les traitements thermo-mécaniques est identique à celle de la figure 5.17. Les courbes donnent la distribution théorique des points triples avec (ligne continue) et sans contrainte cristallographique (ligne pointillée). 154

5.14 Distribution des différents types de points triples pour l'ensemble des cartographies réalisées sur l'alliage N19. Seuls sont considérés les joints de grains spéciaux de type $\Sigma 3^n$. La légende donnant la correspondance entre les marqueurs et les traitements thermo-mécaniques est identique à celle de la figure 5.17. Les courbes donnent la distribution théorique des points triples avec (ligne continue) et sans contrainte cristallographique (ligne pointillée). . . . 156
5.15 Identification des amas de joints de grains. 157
5.16 Identification des amas de joints de grains pour quatre populations différentes a) $\Sigma 3$, b) $\Sigma 3 + \Sigma 9 + \Sigma 27$, c) $3<\Sigma<=29$ d) généraux. 158
5.17 Evolution de la masse moyenne des amas de joints de grains spéciaux en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux. 160
5.18 Evolution de la masse moyenne des amas de joints de grains spéciaux en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux de type $\Sigma 3^n > \Sigma 3$. 160
5.19 Evolution de la fraction $f_N(\Sigma 3^n > \Sigma 3)$ en fonction de la fraction $f_N(\Sigma 3)$. . 161
5.20 Evolution de la masse moyenne des amas de joints de grains généraux en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux. 162
5.21 Identification des domaines de grains. 163
5.22 Evolution de la taille moyenne des domaines en fonction de la fraction en nombre de joints de grains spéciaux. 164

6.1 Chemin de fissuration à la surface d'une éprouvette SEN de SMO43 après propagation par fatigue fluage. 171

Bibliographie

[1] L. Priester. *Les joints de grains, de la théorie à la pratique*. EDP Sciences, 2006.

[2] A.D. Rollett. Lecture notes, *Misorientation distributions, rodrigues space, symmetry (L18), texture, microstructure and anisotropy. Carnegie Mellon University*, 2009.

[3] V. Randle. *The measurement of grain boundary geometry*. Institute of Physics Publishing, 1993.

[4] M.J. Haas. *Grain boundary phenomena and failure of aluminium alloys*. Rijksuniversiteit Groningen, 1974.

[5] O. Hardouin Duparc. A review of some elements in the history of grain boundaries, centered on Georges Friedel, the coincident site lattice and the twin index. *Journal of Materials Science*, 46(12) :4116-4134, 2011.

[6] C.T. Forwood and L.M. Clarebrough. *Electron Microscopy of Interfaces in Metals and Alloys*. Adam Hilger, Bristol, 1991.

[7] D.G. Brandon. The structure of high-angle grain boundaries. *Acta Metall.*, 14 :1476, 1966.

[8] G. Palumbo and K.T. Aust. *Acta Metall.*, 38 :2343, 1990.

[9] M.A. Meyers and C. McCowan. The formation of annealing twins : overview and new thoughts. In *International Symposium on Interface Migration and Control of Microstructure*, Detroit, Michigan, USA, September 1984.

[10] R. L. Fullman. Crystallography and interfacial free energy of noncoherent twin boundaries in copper. *Journal of Applied Physics*, 22 :456, 1951.

[11] M. Frary and C.A. Schuh. Combination rule for deviant CSL grain boundaries at triple junctions. *Acta Materialia*, 51 :3731-3743, 2003.

[12] L. Priester. Geometrical speciality and special properties of grain boundaries. *Revue Phys. Appl.*, 24 :419-438, 1989.

[13] D. Wolf. Structure-energy correlation for grain boundaries in f.c.c. metals of asymmetrical twist (general) boundaries. *Acta Metallurgica et Materialia*, 38(5) :791-798, 1990.

[14] W. Xu, M. Ferry, N. Mateescu, J.M. Cairney and F.J. Humphreys. Techniques for generating 3D EBSD microstructures by FIB tomography. *Materials Characterization*, 58(10) :961-967, 2007.

[15] A. King, W. Ludwig, D. Engelberg and T.J. Marrow. Diffraction contrast tomography for the study of polycrystalline stainless steel microstructures and stress corrosion cracking. *Rev. Metall.*, 108(1) :47-50, 2011.

[16] A. Schwartz. The potential engineering of grain boundaries through thermomechanical processing. *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, 50 :50-55, 1998.

[17] U. Erb, S.H. Kim and K.T. Aust. Grain boundary character distribution. *Revue Phys. Appl.*, 44 :835-839, 2001.

[18] A. Garbacz and M.W. Grabski. The relationship between texture and csl boundaries distribution in polycrystalline materials. the grain boundary misorientation distribution in random polycrystal. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41(2) :469-473, 1993.

[19] H. Kühn, G. Baerö and H. Gleiter. On the energy-misorientation relationship of grain boundaries. *Acta Metallurgica*, 27(6) :959-963, 1979.

[20] K.K. Shih and J.C.M. Li. Energy of grain boundaries between cusp misorientations. *Surface Science*, 50(1) :109-124, 1975.

[21] G.C. Hasson and C. Goux. Interfacial energies of tilt boundaries in aluminum. *Scripta Metallurgica*, 5 :889, 1971.

[22] T. Skipmore, R.G. Buxchheit and M.C Juhas. Grain boundary energy vs. misorientation in inconel 600 alloy as measured by thermal groove and OIM analysis correlation. *Scripta Materialia*, 50 :873-877, 2004.

[23] W.T. Read and W. Shockley. Dislocation models of crystal grain boundaries. *Physical Revue*, 78(3) :275-289, May 1950.

[24] V. Divinski, G. Reglitz and G. Wilde. Grain boundary self-diffusion in polycrystalline nickel of different purity levels. *Acta Materialia*, 58(2) :386-395, 2010.

[25] D.A. Porter and K.E. Easterling. *Phase transformations in metals and alloys*. Nelson Thornes, 1992.

[26] S.J. Fulvio and R.R. Rios. Nucleation and growth during recrystallization. *Materials Research*, 8(3) :225-238, 2005.

[27] J.A. Zelinski. *An Evaluation of Grain Boundary Engineering Technology and Processing*. PhD thesis, B.S., Mechanical Engineering, University of Michigan, 2005.

[28] M. Kumar, W.E. King and A.J. Schwartz. Modifications to the microstructural topology in f.c.c. materials through thermomechanical processing. *Acta Materialia*, 48(9) :2081-2091, 2000.

[29] C.A. Schuh, M. Kumar and W.E. King. Analysis of grain boundary networks and their evolution during grain boundary engineering. *Acta Materialia*, 51 :687-700, 2003.

[30] G. Palumbo. Metal alloys having improved resistance to intergranular stress corrosion cracking. *Integran Technologies, assignee. Patent 5,817,193. 06*, 2000.

[31] P. Lin, G. Palumbo, U. Erb and K.T. Aust. Influence of grain boundary character distribution on sensitization and intergranular corrosion of alloy 600. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 33(9) :1387-1392, 1995.

[32] U. Krupp, W.M. Kane, X. Liu, O. Dueber, C. Laird and C.J. McMahon. The effect of grain-boundary-engineering-type processing on oxygen-induced cracking of in718. *Materials Science and Engineering A*, 349(1-2) :213-217, 2003.

[33] L. Tan, K. Sridharan and T.R. Allen. Effect of thermomechanical processing on grain boundary character distribution of a Ni-based superalloy. *Journal of Nuclear Materials*, 371(1-3) :171-175, 2007. Nuclear Fuels and Structural Materials 1, Proceedings of the First Symposium on Nuclear Fuels and Structural Materials for Next Generation Nuclear Reactors.

[34] L. Tan, K. Sridharan, T.R. Allen, R.K. Nanstad and D.A. McClintock. Microstructure tailoring for property improvements by grain boundary engineering. *Journal of Nuclear Materials*, 374(1-2) :270-280, 2008.

[35] L. Tan and T. Allen. An electron backscattered diffraction study of grain boundary-engineered incoloy alloy 800h. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36 :1921-1925, 2005.

[36] S. Xia, B.X. Zhou, W.J. Chen and W.G. Wang. Effects of strain and annealing processes on the distribution of [sigma]3 boundaries in a ni-based superalloy. *Scripta Materialia*, 54(12) :2019-2022, 2006.

[37] M. Kumar, A.J. Schwartz and W.E. King. Microstructural evolution during grain boundary engineering of low to medium stacking fault energy fcc materials. *Acta Materialia*, 50(10) :2599-2612, 2002.

[38] Y.Y. Zhang and J.S. Zhang. Recrystallization in the particles interfacial region of the cold-sprayed aluminum coating : Strain-induced boundary migration. *Materials Letters*, 65(12) :1856-1858, 2011.

[39] Y. Yogo, H. Takeuchi, T. Ishikawa, N. Iwata, and K. Nakanishi. Strain-induced boundary migration of carbon steel at high temperatures. *Scripta Materialia*, 61(11) :1001-1003, 2009.

[40] R.D. Doherty and R.W. Cahn. Nucleation of new grains in recrystallization of cold-worked metals. *Journal of the Less Common Metals*, 28(2) :279-296, 1972.

[41] P.A. Beck and P.R. Sperry. Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum. *Journal of Applied Physics*, 21 :150-152, 1950.

[42] F.J. Humphreys and M. Hatherly. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Pergamon, Elsevier Science Ltd., Oxford, UK, 1995.

[43] R.D Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D.J. Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen and A.D. Rollett. Current issues in recrystallization : a review. *Materials Science and Engineering : A*, 238 :219-274(56), 15 November 1997.

[44] S. Varma and B. Willits. Subgrain growth in aluminum during static annealing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 15 :1502-1503, 1984.

[45] P. Bartuska. Growth of subgrains in strongly deformed polycrystalline nickel. *Czechoslovak Journal of Physics*, 14 :765-772, 1964.

[46] J.H. Driver. Evolution structurale en recristallisation : Problèmes de germination et de croissance. *Supplément au Journal de Physique III*, 5 :13-19, 1995.

[47] P.R. Rios, F. Siciliano Jr, H.R. Zschommler Sandim, R.L. Plaut and A.F. Padilha . Nucleation and growth during recrystallization. *Texture and Anisotropy of Polycrystals II*, 105 :157-162, 2005.

[48] B. Hutchinson. Nucleation of recrystallization. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27 :1471, 1992.

[49] A.R. Jones, B. Ralph and N. Hansen. Subgrain Coalescence and the Nucleation of Recrystallization at Grain Boundaries in Aluminium. *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences*, 368(1734) :345-357, 1979.

[50] B. Bay and N. Hansen. Recrystallization in commercially pure aluminum. *Metallurgical Transaction*, 15(A) :287-297, 1950.

[51] T. Watanabe. The importance of grain boundary character distribution (gbcd) to recrystallization, grain growth and texture. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27(11) :1497-1502, 1992.

[52] V. Randle. Twinning-related grain boundary engineering. *Acta Materialia*, 52(14) :4067-4081, 2004.

[53] H. Gleiter. The formation of annealing twins. *Acta Metallurgica*, 17(12) :1421-1428, 1969.

[54] J.T. Mcginn, V.A. Greenhut and T. Thomas. A mechanism for fault formation in fine particles and implications for theories of annealing twins in f.c.c. metals. *Acta Metallurgica*, 30(12) :2103-2110, 1982.

[55] Q. Li, J.R. Cahoon and N.L. Richards. On the calculation of annealing twin density. *Scripta Materialia*, 55(12) :1155-1158, 2006.

[56] S. Mahajan, C.S. Pande, M.A. Imam and B.B. Rath. Formation of annealing twins in f.c.c. crystals. *Acta Materialia*, 45(6) :2633-2638, 1997.

[57] M.A. Meyers and L.E. Murr. A model for the formation of annealing twins in f.c.c. metals and alloys. *Acta Metallurgica*, 26(6) :951-962, 1978.

[58] S. Dash and N. Brown. An investigation of the origin and growth of annealing twins. *Acta Metallurgica*, 11(9) :1067-1075, 1963.

[59] C.V. Kopezky, V.Y. Novikov, L.K. Fionova and N.A. Bolshakova. Investigation of annealing twins in f.c.c. metals. *Acta Metallurgica*, 33(5) :873-879, 1985.

[60] H.C.H. Carpenter and S. Tamura. The formation of twin metallic crystals. *Nature*, 119(121), 1927.

[61] M. Kumar, A.J. Schwartz and W.E. King. The role of twinning in the optimization of the grain boundary character distribution. In *International Symposium on Advances in Twinning TMS-AIME Annual Meeting*, San Diego, CA, March 1999.

[62] S. Xia, B. Zhou and W. Chen. Grain cluster microstructure and grain boundary character distribution in alloy 690. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40 :3016-3030, 2009.

[63] V. Randle. Mechanism of twinning-induced grain boundary engineering in low stacking-fault energy materials. *Acta Materialia*, 47(15-16) :4187-4196, 1999.

[64] B.W. Reed and M. Kumar. Mathematical methods for analyzing highly-twinned grain boundary networks. *Scripta Materialia*, 54(6) :1029-1033, 2006.

[65] W. Wang and H. Guo. Effects of thermo-mechanical iterations on the grain boundary character distribution of Pb-Ca-Sn-Al alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 445-446 :155-162, 2007.

[66] G. Palumbo, K.T. Aust, U. Erb, P.J. King, A.M. Brennenstuhl and P.C. Lichtenberger. On annealing twins and CSL distributions in f.c.c. polycrystals. *Physica Status Solidi (a),*, 131-2 :425-428, 2006.

[67] P. Lin, G. Palumbo and K.T. Aust. Experimental assessment of the contribution of annealing twins to csl distributions in fcc materials. *Scripta Materialia*, 36(10) :1145-1149, 1997.

[68] S. Terzi. *Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres et optimisé pour la tenue en fluage*. PhD thesis, PhD, Institut National Polytechnique De Toulouse, 2006.

[69] M.J. Donachie and S.J. Donachie. *Superalloys : A Technical Guide*. ASM International, 2002.

[70] J. Gayda and R.V. Miner. Fatigue crack initiation and propagation in several nickel-base superalloys at 650°C. *International Journal of Fatigue*, 5(3) :135-143, 1983.

[71] T. Billot. *Comportement et endommagement en fatigue et fatigue-fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Institut P', 2010.

[72] T. Billot, P. Villechaise and M. Jouiad. Creep fatigue behavior at high temperature of a udimet 720 nickel-base superalloy. *International Journal of Fatigue*, 32 :824-829, 2005.

[73] B. Flageolet, M. Jouiad, P. Villechaise and J. Mendez. On the role of g particles within gamma prime precipitates on damage accumulation in the p/m nickel-base superalloy n18. *Materials Science and Engineering A*, 399 :199-205, 2005.

[74] G. Palumbo, E. Lehockey and P. Lin. Applications for grain boundary engineered materials. *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, 50 :40-43, 1998.

[75] R.C. Reed. *The superalloys : fundamentals and applications*. Cambridge, UK ; New York : Cambridge University Press, 2006.

[76] V.A. N18 alloy for aircraft turbine parts. *Metal Powder Report*, 47(10) :18-22, 1992.

[77] J.R. Davis. *Nickel, Cobalt and their alloys*. ASM Interntional, Handbook commitee, 1993.

[78] S. Dubiez-Le Goff. *Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud*. PhD thesis, PhD, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.

[79] J.Y. Guedou, J.C. Lautridou and Y. Honnorat. N18, power metallurgy superalloy for disks : development and applications. *Superalloys*, 267-276, 1992.

[80] Y. Huang, M. Strangwood and P.L. Blackwell. Superplastic behaviour of inconel 718 sheet. In *Materials Congress 2000*, Cirencester, April 2000.

[81] O.A. Kaibyshev. Fundamental aspects of superplastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, 324 :96-102, 2002.

[82] C. Sansal. *Plasticité et effet de taille dans les polycristaux à grains micrométriques : simulations mésoscopiques et modélisation*. PhD thesis, PhD, Ecole Centrale de Paris, 2007.

[83] D. Francois, A., A. Pineau and A. Zaoui. *Comportement mécanique des matériaux*. Hermés, Paris, FR, 1995.

[84] J. Vetrano. Superplasticity : Mechanisms and applications. *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, 53 :22-22, 2001.

[85] A.K. Mukherjee. Deformation mechanisms in superplasticity. *Annual Review of Materials Science*, 9 :191-217, 1979.

[86] O.A. Kaibyshev, R.Z. Valiev, and A.K. Emaletdinov. Deformation mechanisms and the theory of structural superplasticity of metals. *Physica Status Solidi (a)*, 90(1) :197-206, 1985.

[87] F. Montheillet and J.P. Thomas. Dynamic recrystallization of low stacking fault energy metals. *Metallic Materials with High Structural Efficiency*, 146 :357-368, 2004.

[88] F. Montheillet. Métallurgie en mise en forme à chaud. *Techniques de l'Ingénieur*, M3031, 2009.

[89] B. Verlinden and R.W. Cahn. *Thermo-mechanical processing of metallic materials*. Pergamon Materials Series. Elsevier, 2007.

[90] P. Poelt, C. Sommitsch, S. Mitsche and M. Walter. Dynamic recrystallization of ni-base alloys : experimental results and comparisons with simulations. *Materials Science and Engineering : A*, 420(1-2) :306-314, 2006.

[91] Z. Mingjie, L. Fuguo, W. Shuyun and L. Chenyi. Characterization of hot deformation behavior of a p/m nickel-base superalloy using processing map and activation energy. *Materials Science and Engineering : A*, 527(24-25) :6771-6779, 2010.

[92] S. Takahashi. N18, p/m superalloy for disks : development and applications. In *International Gas Turbine Congress*, Tokyo, November 2003.

[93] C.W. Price. Use of Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami kinetics in recrystallization of metals and crystallization of metallic glasses. *Acta Metallurgica et Materialia*, 38(5) :727-738, 1990.

[94] G. Damamme, F. Montheillet and O. Lurdos. Approche simplifiée du mécanisme de recristallisation dynamique discontinue. In *Matériaux 2006*, Dijon, November 2006.

[95] A.D. Rollett, M.J. Luton and D.J. Srolovitz. Microstructural simulation of dynamic recrystallization. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(1) :43-55, 1992.

[96] T. Rane, R. Dewri, S. Ghosh, N. Chakraborti and K. Mitra. Modeling the recrystallization process using inverse cellular automata and genetic algorithms : Studies using differential evolution. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 26 :311-321, 2005. 10.1007/s11669-005-0080-x.

[97] K. Kawasaki, T. Nagai and K. Nakashima. Vertex model for two-dimensional grain growth. *Philosophical Magazine Part B*, 60(3) :399-421, 1989.

[98] D. Weygand, Y. Bréchet and J. Lepinoux J. A vertex dynamics simulation of grain growth in two dimensions. *Philosophical Magazine B*, 78 :329-352(24), 1 October 1998.

[99] D. Weygand, Y. Bréchet and J. Lepinoux. Mechanisms and kinetics of recrystallisation : A two dimensional vertex dynamics simulation. *Interface Science*, 9 :311-317, 2001.

[100] K. Piekos, J. Tarasiuk, K. Wierzbanowski and B. Bacroix. Generalized vertex model of recrystallization - application to polycrystalline copper. *Computational Materials Science*, 42(4) :584-594, 2008.

[101] A.J. Schwartz and M. Kumar. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer, 2009.

[102] Edax. Tsl crystallography. http ://www.edax.com/products/tsl.cfm, Mis en ligne en 2008.

[103] V.A. ASTM standards. *ASTM*, 03 01 :297-322, 1993.

[104] N. Souai, N. Bozzolo, L. Nazé, Y. Chastel and R. Logé. About the possibility of grain boundary engineering via hot-working in a nickel-base superalloy. *Scripta Materialia*, 62(11) :851-854, 2010.

[105] F. Adamski. Plan d'expérience pour les essais de torsion sur le n19. *Réunion ORGANDI du 13 octobre*, 2009.

[106] C. Kerisit, S. Jacomet, N. Bozzolo, W. Geslin M. Houillon, V. Llorca and R.E. Logé. Mesures des hétérogénéités de déformation du tantale déformé à froid et conséquences sur la recristallisation. In *Matériaux 2010*, Nantes, October 2010.

[107] D.P. Field, M.M. Nowell, P. Trivedi, and T.M. Lillo S.I. Wright. Local orientation gradient and recrystallization of deformed copper. *Materials Research*, 8 :225-238, 2005.

[108] S. Dziaszyk, E.J. Payton, F. Friedel, V. Marx, and G. Eggeler. On the characterization of recrystallized fraction using electron backscatter diffraction : A direct comparison to local hardness in an IF steel using nanoindentation. *Materials Science and Engineering : A*, 527(29-30) :7854-7864, 2010.

[109] W. Tu and T. Pollock. Deformation and strain storage mechanisms during high-temperature compression of a powder metallurgy nickel-base superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41 :2002-2009, 2010.

[110] S. Mandal, S.K. Mishra, A. Kumar, P.V. Sivaprasad I. Samajdar, T. Jayakumar and B. Raj. Evolution and characterization of dynamically recrystallized microstructure in a titanium-modified austenitic stainless steel using ultrasonic and EBSD techniques. *Philosophical Magazine*, 88 :883-897, 2008.

[111] C. Cayron. Quantification of multiple twinning in face centred cubic materials. *Acta Materialia*, 59(1) :252-262, 2011.

[112] T. Watanabe. Grain boundary design and control for high temperature materials. *Materials Science and Engineering : A*, 166(1-2) :11-28, 1993.

[113] V.Y. Gertsman and K. Tangri. Modelling of intergranular damage propagation. *Acta Materialia*, 45(10) :4107-4116, 1997.

[114] B. Alexandreanu, B.H. Sencer, V. Thaveeprungsriporn and G.S. Was. The effect of grain boundary character distribution on the high temperature deformation behavior of ni-16cr-9fe alloys. *Acta Materialia*, 51(13) :3831-3848, 2003.

[115] C.A. Schuh, R.W. Minich and M. Kumar. Connectivity and percolation in simulated grain-boundary networks. *Philosophical magazine*, 83 :711-726, 2003.

[116] C.A. Schuh, M. Kumar and W. King. Universal features of grain boundary networks in fcc materials. *Journal of Materials Science*, 40 :847-852(6), 2005.

[117] V.Y. Gertsman and K. Tangri. Computer simulation study of grain boudary and triple junction distribution in microstrutures formed by multiple twinning. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43 :2317-2324, 1995.

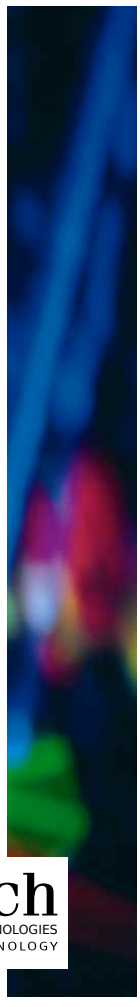
[118] D. Stauffer and A. Aharony. *Introduction of Percolation Theory*. 2 edition. CRC Press, 1994.

[119] S. Tsurekawai, S. Nakamichi and T. Watanabe. N18, p/m superalloy for disks : development and applications. In *Materials Science Forum, Thermec 2006*, Vancouver, March 2007.

Ingénierie des joints de grains dans les superalliages à base de nickel

Résumé : Ce travail est consacré à l'étude de l'ingénierie des joints de grains dans les superalliages à base de nickel pour disques de turbine aéronautique. L'ingénierie des joints de grains a montré son efficacité dans l'amélioration des propriétés en fatigue et en fluage dans certains alliages de cuivre et de nickel. Cette amélioration est obtenue en réalisant une succession de déformations à température ambiante séparées par des traitements thermiques. Ce traitement a pour objectif de modifier la distribution du réseau de joints de grains. L'objectif de l'étude est d'adapter ces traitements au procédé du forgeage à haute température des superalliages. Une étude expérimentale est menée pour mettre en évidence l'influence des paramètres de forgeage sur les caractéristiques du réseau de joints de grains. La caractérisation de ce réseau est faite grâce à la réalisation de cartographies d'orientations cristallographiques par EBSD. Une méthode de caractérisation innovante basée sur la discrétisation des cartographies en réseaux de points triples est proposée. Cette méthode permet d'analyser la connectivité du réseau de joints de grains en vue d'une corrélation avec les propriétés mécaniques.

Mots clés : Ingénierie des joints de grains, Superalliages à base de nickel, EBSD.



Grain Boundary Engineering in Ni-based superalloys

Abstract: This work is dedicated to the study of Grain Boundary Engineering in Ni-based superalloys for aircraft turbine disk. The grain boundary engineering has proven its efficiency for the improvement of the fatigue and creep properties of copper and nickel alloys. This improvement is achieved by performing series of room temperature deformations interspaced by heat treatments to modify the distribution of the grain boundary network. The aim of the study is to adapt these processes to high temperature forging of superalloys. An experimental study is achieved to highlight the influence of forging parameters on the grain boundary network. The characterization of the grain boundary network is made through the realization of crystallographic orientation mapping by EBSD. An innovative characterization method based on the discretization of orientation maps in a triple junction network is proposed. This method allows to analyze the connectivity in the grain boundary network with the objective of a correlation with mechanical properties.

Keywords: Grain Boundary Engineering, Ni-based superalloys, EBSD

MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY