



N°d'ordre NNT : 2017LYSEI003

**THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON**  
opérée au sein de  
**l'INSA de Lyon**

**Ecole Doctorale ED 162**  
**Mécanique, Energétique, Génie civil et acoustique (MEGA)**

**Spécialité de doctorat** : Mécanique

Soutenue publiquement le 16/01/2017, par :  
**Alexandre BALAN**

---

**Modélisation isotherme et anisotherme  
de la limite d'élasticité précipitation-  
dépendante de l'Inconel 718**

---

Devant le jury composé de :

CAILLETAUD, Georges	Professeur Mines ParisTech	<b>Président</b>
THUILLIER, Sandrine	Professeur Université Bretagne-Sud	<b>Rapporteur</b>
DESCHAMPS, Alexis	Professeur Grenoble INP	<b>Rapporteur</b>
CAZOTTES, Sophie	Maître de conférences INSA de Lyon	<b>Examinatrice</b>
NELIAS, Daniel	Professeur INSA de Lyon	Directeur de thèse
PEREZ, Michel	Professeur INSA de Lyon	Co-Directeur de thèse
PINEAU, André	Professeur émérite MINES ParisTech	<b>Invité</b>
CHAISE, Thibaut	Maître de conférences INSA de Lyon	<b>Invité</b>
PICHOT, François	Docteur Safran Aircraft Engines	<b>Invité</b>



# Remerciements

Cette thèse ayant été effectuée au sein des laboratoires MATEIS et LaMCoS dans le cadre de la chaire AREVA-SAFRAN, je tiens donc tout d'abord à remercier leurs directeurs respectifs : Jérôme le Chevalier et David Dureisseix (puis Daniel Nelias) pour m'avoir accueilli dans leurs laboratoires. Je souhaiterais également remercier tous les acteurs de la chaire AREVA-SAFRAN qui m'ont permis de mener ces recherches dans d'excellentes conditions de travail. J'aimerais également remercier tout le personnel administratif et technique de ces institutions pour leur aide, tout particulièrement Isabelle Comby, secrétaire de l'équipe MSE du LaMCoS, pour son aide indispensable durant ces trois ans, toujours aussi efficace.

Je voudrais remercier les membres du Jury pour avoir accordé de leur temps à la lecture, à la critique et à l'amélioration de mon travail. Je tiens à exprimer ma gratitude à Georges Cailletaud pour l'honneur qu'il m'a fait de présider mon jury, ainsi qu'à Sandrine Thuillier et Alexis Deschamps pour avoir accepté de rapporter ce travail de thèse.

J'aimerais remercier tout particulièrement l'ensemble de mes tuteurs qui m'ont suivi sans faille durant ces trois années de travail. Mes tuteurs officiels Daniel Nelias et Michel Perez et également Thibaut Chaise et Sophie Cazottes, qui m'ont fait confiance en m'attribuant ce travail. Mes tuteurs au sein de Safran ont également toute ma reconnaissance : Fabien Corpace ainsi que François Pichot et Mathieu Touboul. Tous mes tuteurs m'ont énormément aidé durant ces trois années de travail, en me prodiguant de précieux conseils et en m'aidant à chaque fois que j'en ai eu besoin. Sans ces personnes de confiance, ces travaux n'auraient jamais pu aboutir.

J'aimerais remercier Daniel Nelias pour sa réactivité et sa grande patience sans faille envers moi, ces conseils m'ont toujours permis de gagner du temps dans les moments critiques.

J'aimerais remercier Michel pour son enthousiasme inentamable et contagieux, pour les nombreuses heures passées avec moi à m'expliquer, avec une grande pédagogie, le modèle de précipitation et les journées passées chez lui pour corriger l'article (tout en me permettant de faire de belles balades en vélo).

Je remercie Thibaut pour sa grande disponibilité, toujours présent pour me conseiller en cas de problème, son esprit de synthèse permettant invariablement de trouver la solution la plus efficace. Un grand merci à Sophie Cazottes, qui a été d'une aide indispensable dans l'observation expérimentale des précipités, notamment grâce à toutes les observations MET qu'elle a effectué pour moi, passant pour cela des journées entières dans le noir.

Un grand merci à Fabien, qui m'a suivi au début de ma thèse, en étant très disponible et prodiguant des conseils avisés.

Merci également à François et Mathieu pour avoir supervisé mes travaux et donné un avis plus « industriel » à l'orientation de ma thèse. Ils m'ont été d'une aide précieuse, notamment pour les maquettes de soudages, dont ils ont supervisé toute l'élaboration et simulé l'histoire thermique. Je les remercie pour tout le temps qu'ils m'ont consacré.

J'aimerais remercier Thierry Douillard, Florian Mercier et Philippe Chaudet pour leur aide concernant la microscopie et les essais mécaniques. J'aimerais également remercier particulièrement Claude Esnouf, pour m'avoir enseigné les principes de la microscopie électronique ainsi que de la DRX, et m'avoir permis de faire la première observation des précipités au MET au début de ma thèse.

Je remercie le laboratoire SIMAP, particulièrement Annie Antoni-Zdziobek, qui m'a permis d'accéder au montage de DSC de SIMAP et pour son aide dans l'interprétation des résultats. Je remercie également de nouveau Alexis Deschamps ainsi que Frédéric de Geuset pour m'avoir permis d'utiliser le montage de SAXS et pour avoir effectué les mesures ainsi que les traitements des résultats.

Un grand merci au LLB du CEA, pour l'accès aux installations et le temps de faisceau accordé, tout particulièrement à Marie-Hélène Mathon pour son aide plus que précieuse pour les essais de DNPA, ainsi que pour le calage réussi du modèle de précipitation. Merci à Claude pour son aide cette année.

Je tiens à remercier André Pineau, pour les riches discussions concernant l'Inconel 718, alliage connu depuis si longtemps et malgré tout si incompris. Merci à lui de m'avoir fait l'honneur d'avoir accepté mon invitation à ma soutenance de thèse.

Un grand merci à Sam, ma stagiaire lors de ma première année de thèse, qui m'a accompagné lors de mes périples expérimentaux à Lyon mais aussi à Grenoble.

Un grand merci aux doctorants et chercheurs du LaMCoS. Je remercie également les doctorants du laboratoire MATEIS tels que Benoit, Paul Juan, Mélanie et Gwénaëlle ainsi que les enseignants chercheurs de MATEIS et du LaMCoS. Je remercie tout particulièrement Jérôme et Didier, qui m'ont aidé tout au long de ma thèse en me prodiguant nombre de conseils essentiels et qui m'ont soutenu.

Un grand merci à Nicolas, Nicolas, Jonathan, Romain, Arthur et bien sûr Nicolas de m'avoir soutenu lors de ma thèse, malgré le fait que nous soyons éparpillés dans toute la France.

Je remercie également toute ma famille, en particulier mes parents et ma sœur Tiphaine, ainsi que ma belle-famille, pour leur soutien lors des moments difficiles lors de ces trois ans. Je remercie tout particulièrement Timmy, Loulou et Zathe qui ont toujours été là pour moi.

Enfin je remercie Marie pour m'avoir soutenu et supporté pendant toutes ces années.



# Résumé

Ce manuscrit de thèse présente les résultats de travaux concernant les effets des transitoires thermiques sur la précipitation des phases intermétalliques dans le superalliage base nickel Inconel 718<sup>®</sup> et les conséquences de cette précipitation sur les propriétés mécaniques de cet alliage.

Ces travaux se concentrent sur une approche couplée capable de décrire l'évolution de la précipitation de la phase  $\gamma''$  et ses conséquences sur la limite d'élasticité de l'Inconel 718<sup>®</sup>. L'état de précipitation est modélisé grâce à l'implémentation des équations de la théorie classique de germination et de croissance, modifiées afin de prendre en compte la géométrie en plaquette des précipités  $\gamma''$ .

Ce modèle de précipitation est ensuite validé par des données expérimentales issues de la littérature mais également d'observations au microscope électronique en transmission et d'essais de diffusion de neutrons aux petits angles.

La distribution de taille de la phase  $\gamma''$  ainsi simulée est utilisée comme donnée d'entrée d'un modèle de prédiction de la limite d'élasticité précipitation-dépendant. Ces limites d'élasticité simulées sont enfin comparées à des résultats expérimentaux issus d'essais de traction.

Une maquette de soudage a ensuite été réalisée afin de tester le modèle de prévision de limite d'élasticité pour des transitoires thermiques, dans un cas industriel.

**Mots clés :** *Limite d'élasticité, précipitation, Durcissement par vieillissement, superalliage base Nickel, Diffusion de neutrons aux petits angles, Microscopie électronique en transmission*



<b>Nomenclature (dans l'ordre d'apparition dans le texte)</b>			
$a_\gamma$	Paramètre de maille de la matrice $\gamma$ (m)	$T$	Température (K)
$a_{\gamma'}$	Paramètre de maille de la phase $\gamma'$ (m)	$R$	Constante universelle des gaz parfaits (J. mol <sup>-1</sup> . K <sup>-1</sup> )
$a_{\gamma''}, c_{\gamma''}$	Paramètres de maille de la phase $\gamma''$ (m)	$\Gamma$	Energie de surface moyenne des précipités $\gamma''$ (J. m <sup>-2</sup> )
$q$	Facteur de forme moyen de $\gamma''$ (-)	$x, y$	coefficients stœchiométriques de la phase considérée (-)
$r_p$	Rayon moyen des précipités $\gamma''$ (m)	$b$	Norme du vecteur de Burgers (m)
$T_p$	Épaisseur moyenne des précipités $\gamma''$ (m)	$\sigma_y$	Limite d'élasticité (Pa)
$a_\delta, b_\delta, c_\delta$	Paramètres de maille de la phase $\delta$ (m)	$\sigma_0$	Contribution constante de la limite d'élasticité (Pa)
$f_v$	Fraction volumique de $\gamma''$ (-)	$K$	Constante de durcissement de la loi de Hall & Pech (Pa. m <sup>1/2</sup> )
$D_p$	Diamètre moyen des précipités $\gamma''$ (m)	$d$	Diamètre moyen des grains (m)
$V_p$	Volume des précipités $\gamma''$ (m <sup>3</sup> )	$\sigma_{y 0,2\%}$	Limite d'élasticité à 0,2 % de déformation (Pa)
$S_p$	Surface des précipités $\gamma''$ (m <sup>2</sup> )	$T_f$	Température de fusion (K)
$\Delta G$	Evolution de l'énergie de Gibbs (J)	$\rho$	Densité de dislocation (m <sup>-3</sup> )
$\Delta g$	Force motrice volumique de germination (J. m <sup>-3</sup> )	$\gamma_p$	Angle de cisaillement (°)
$\Gamma$	Energie d'interface précipité/matrice (J. m <sup>-2</sup> )	$\Delta\sigma_{\text{écr}}$	Durcissement par écrouissage (MPa)
$k_B$	Constante de Boltzmann (J. K <sup>-1</sup> )	$G$	Module de cisaillement (Pa)
$T$	Température (K)	$M$	Facteur de Taylor (-)
$r_p^*$	Rayon critique de nucléation (m)	$A_r$	Allongement relatif à la rupture (m)

$\Delta G^*$	Evolution de l'énergie de Gibbs pour un rayon critique de nucléation ( $J$ )	$R_e$	La limite d'élasticité conventionnelle (MPa)
$X_A^\gamma, X_B^\gamma$	Fraction atomique de l'élément A ou B dans la matrice (-)	$R_m$	La résistance mécanique conventionnelle (MPa)
$X_A^e, X_B^e$	Fraction atomique de l'élément A ou B dans la solution solide $m$ (-)	$n$	Coefficient d'écroutissage (-)
$K_S$	Produit de solubilité (-)	$\dot{\epsilon}$	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )
$J_n$	flux de n-mères captant un atome pour devenir des (n+1)-mères (-)	$\epsilon_{conv}$	Déformation conventionnelle (-)
$\beta_n$	Condensation d'un monomère sur les n-mères (-)	$\epsilon$	Déformation rationnelle
$N_n, N_{n+1}$	Nombre de n-mères et de (n+1)-mères	$\sigma$	Contrainte vraie (MPa)
$\alpha_n$	Evaporation d'un monomère sur les (n+1)-mères (-)	$H_v$	Dureté Vickers ( $H_v$ )
$\widetilde{N}_n$	nombre de n-mères à l'état d'équilibre	$\epsilon_p$	Déformation plastique
$J^s$	lux de germination stationnaire	$\Delta\sigma_{SS}^{Nb}$	Durcissement par solution solide dû au Niobium (Pa)
$\beta^*$	Taux de condensation ( $s \cdot m^{-4}$ )	$\Delta\sigma_p$	Durcissement dû à la précipitation (Pa)
$N_0$	Densité de sites de nucléation ( $m^{-3}$ )	$A_{Nb}$	Constante de durcissement du Nb ( $Pa \cdot at\%^{-0,5}$ )
$Z$	Facteur de Zeldovich (-)	$\bar{F}$	Force moyenne de franchissement des Précipités (N)
$V_{at}^{\gamma''}$	Volume atomique moyen de $\gamma''$ ( $m^3$ )	$\bar{L}$	Distance inter-précipité moyenne (m)
$V_{at}^\gamma$	Volume atomique moyen de $\gamma$ ( $m^3$ )	$N_i$	Densité volumique de précipité de la classe $i$ (-)
$\tau$	Temps d'incubation (s)	$F_i$	Force de franchissement des précipités de la classe $i$ (N)

$C^\gamma$	Concentration en soluté dans la matrice $\gamma$ (-)	$F^{bp}$	Force de franchissement des précipités contournés (N)
$C^{\gamma''}$	Concentration en soluté dans la phase $\gamma''$ (-)	$\beta$	Constante multiplicative : force de franchissement des précipités contournés (-)
$C^i$	Concentration en soluté à l'interface matrice / précipité (-)	$L_{bp}$	Distance entre les précipités contournés (m)
$X_A^i, X_B^i$	Fraction atomique de l'élément A ou B à l'interface matrice / précipité	$L_p$	Distance entre le centre des deux précipités les plus proches dans le plan de glissement (m)
$X_{Ni}^\gamma$	Fraction atomique de Ni dans la matrice (-)	$D_p'$	Diamètre des précipités dans le plan de glissement (m)
$X_{Nb}^\gamma$	Fraction atomique de Nb dans la matrice (-)	$T_p'$	Épaisseur des précipités dans le plan de glissement (m)
$X_{Ni}^{\gamma e}$	Fraction atomique de Ni dans la matrice à l'équilibre (-)	$\theta$	Angle entre les plans $\{100\}_\gamma$ et $\{111\}_\gamma$ (°)
$X_{Nb}^{\gamma e}$	Fraction atomique de Nb dans la matrice à l'équilibre (-)	$N_a$	Densité surfacique de précipité ( $m^{-2}$ )
$a$	Paramètre de maille de la matrice $\gamma$ (m)	$N_v$	Densité volumique de précipité ( $m^{-3}$ )
$X_{Nb}^{\gamma''}$	Fraction atomique de Nb dans $\gamma''$ (-)	$r_p^{eq}$	Rayon moyen équivalent des précipités cisillés (m)
$D_{Nb}$	Coefficient de diffusion du Nb dans la matrice ( $m^2 \cdot s^{-1}$ )	$F_i^{sh}$	Force de franchissement des précipités cisillés de la classe $i$ (N)
$X_{Nb}^i(r_p)$	Fraction atomique de Nb à l'interface ppt/matrice (-)	$k$	Constante multiplicative pour la force de franchissement des précipités cisillés (-)
$X_{Ni}^i(r_p)$	Fraction atomique de Ni à l'interface ppt/matrice (-)	$\Gamma_\gamma''$	Energie de parois d'antiphase de la phase $\gamma''$ ( $J \cdot m^{-2}$ )
$\alpha$	Ratio des volumes atomiques de la matrice et des précipités (-)	$r_c$	Rayon de transition (m)
$r_0$	Longueur de capillarité (m)	$q_c$	Facteur de forme de transition (-)

$X_{Nb}^0$	Fraction atomique initiale de Nb dans la matrice (-)	$R_{courb}$	Rayon de courbure d'une dislocation épinglée par des précipités (m)
$r_{pi}$	Rayon des précipités de la classe i (m)	$\theta_{courb}$	Angle de courbure d'une dislocation épinglée par des précipités (°)
$N_i$	Nombre de précipités de la classe i (-)	$L_{sh}$	Distance entre les précipités cisailés (m)
$q_i$	Facteur de forme de la classe i (-)	$\Gamma_1$	Tension de ligne des dislocations (-)
$D_0^{Nb}$	Facteur pré-exponentiel du coefficient de diffusion du Nb dans la matrice ( $m^2 \cdot s^{-1}$ )	$\Delta\sigma_p^{bp}$	Durcissement dû aux précipités contournés (Pa)
$Q^{Nb}$	Energie d'activation de la diffusion du Nb dans la matrice ( $J \cdot mol^{-1}$ )	$\Delta\sigma_p^{sh}$	Durcissement dû aux précipités cisailés (Pa)

<b>Principaux acronymes utilisés (dans l'ordre d'apparition dans le texte)</b>			
DSC	Differential Scanning Calorimetry	PTE	Pouvoir ThermoElectrique
DNPA	Diffusion des Neutrons aux Petits Angles	CMR	Cancérigène, Mutagène et Toxique
MET	Microscope Electronique en Transmission	EBSD	Electron BackScatter Diffraction
MEB	Microscopie Electronique à Balayage	STEM- HAADF	Scanning Transmission Electron Microscopy – High Angle Annular Dark Field
TIG (soudage)	Tungsten Inert Gas	TRC (diag)	Transformation à Refroidissement Continu
ASTM	American Society for Testing Material	LSW	Lifshitz-Slyozov-Wagner
TTT (diagramme)	Temps - Température - Transformation	CNGTs	Classical Nucleation and Growth Theories
DRX	Diffraction des Rayons X	KWN	Kampman and Wagner Numerical (model)
CFC	Cubique Faces Centrées	KME	(modèle de type) Kocks-Mecking et Estrin
TCP	Topologically Close Packed (phase)	ZAT	Zone Affectée Thermiquement
XPS	X-ray Photoelectron Spectrometry	ZF	Zone Fondue
TRS	Traitement de Remise en Solution	MB	Métal de Base
TE	Trempe à l'Eau	PRIP	PRecipitation Induced Plasticity
ER	Etat de Réception	SAXS	Small-Angle X-ray Scattering



# Table des matières

Remerciements.....	iii
Résumé.....	vii
Table des matières.....	xv
Introduction générale.....	1
Chapitre 1. Etude expérimentale de la précipitation de la phase $\gamma''$ dans l'Inconel 718®.....	5
1.1. Généralités sur l'Inconel 718®.....	7
1.1.i. Matériau fourni pour l'étude.....	7
1.1.ii. Composition chimique et rôle des éléments d'addition.....	9
1.1.iii. La précipitation dans l'Inconel 718®.....	11
1.2. Traitements thermiques étudiés.....	25
1.3. Méthodes expérimentales utilisées pour l'étude de la précipitation dans l'Inconel 718®.....	29
1.3.i. Observation de la taille de grain.....	31
1.3.ii. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC).....	33
1.3.iii. Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA).....	35
1.3.iv. Observations de microscopie électronique en transmission et à balayage MET et MEB	38
1.4. Synthèse des résultats et discussion.....	43
1.4.i. Domaine de précipitation des phases intermétalliques : résultats de DSC.....	43
1.4.ii. Détermination de la taille et forme de la phase $\gamma''$ : résultats des observations MEB, MET et de DNPA.....	50
1.5. Bilan du chapitre 1.....	56
Chapitre 2. Modélisation de l'état de précipitation.....	57
2.1. Approche choisie.....	59
2.2. Présentation du modèle classique de germination et de croissance.....	61

2.2.i.	Le cas d'école des précipités sphériques.....	61
2.2.ii.	Adaptation des équations au cas de la phase $\gamma''$ .....	72
2.3.	Données d'entrée et calibration du modèle de précipitation.....	76
2.4.	Résultats et validation du modèle de précipitation .....	81
2.5.	Bilan du chapitre 2.....	91
Chapitre 3.	Comportement mécanique.....	93
3.1.	Quelques points sur la déformation d'un alliage polycristallin .....	95
3.2.	Principe du durcissement structural.....	97
3.2.i.	Durcissement par effet de taille de grains .....	97
3.2.ii.	Durcissement par écrouissage (dislocations parfaites).....	99
3.2.iii.	Durcissement par atomes en solution solide.....	104
3.2.iv.	Durcissement par précipitation d'une deuxième phase .....	108
3.3.	Etude expérimentale des propriétés mécaniques de l'Inconel 718® .....	114
3.3.i.	Traitements thermiques utilisés pour la caractérisation mécanique .....	114
3.3.ii.	Mesure de dureté .....	117
3.3.iii.	Essais de traction monotone .....	118
3.4.	Résultats et discussions .....	122
3.4.i.	Influence des différentes phases intermétalliques sur les propriétés mécaniques de l'Inconel 718® .....	122
3.4.ii.	Etude de l'évolution des propriétés mécaniques pour des traitements isothermes 125	
3.4.iii.	Détermination de la relation entre la limite d'élasticité et la dureté Vickers.....	128
3.4.iv.	Relation entre l'état de précipitation et les propriétés mécaniques .....	129
3.5.	Bilan du chapitre 3.....	132
Chapitre 4.	Prévision de la limite d'élasticité dépendante de la précipitation de la phase $\gamma''$ ...	133
4.1.	Présentation du modèle de limite d'élasticité.....	136
4.1.i.	La contribution du niobium en solution solide $\Delta\sigma_{SSNb}$ .....	136
4.1.ii.	La contribution constante $\sigma_0$ .....	137

4.1.iii. Durcissement par précipitation $\Delta\sigma_p$ .....	137
4.2. Résultats du modèle de limite d'élasticité pour des traitements thermiques isothermes et discussion .....	150
4.3. Bilan du chapitre 4.....	157
Chapitre 5. Application du modèle de prévision de limite d'élasticité au cas de transitoires thermiques typiques du soudage .....	159
5.1. Description du procédé de soudage TIG.....	162
5.1.i. Généralités sur les procédés de soudage .....	162
5.1.ii. Présentation du procédé de soudage TIG (Cazes, 1995) .....	163
5.1.iii. Phénomènes physiques activés lors du soudage .....	166
5.1.iv. Les défauts internes dus aux opérations de soudage.....	167
5.2. Validation de l'approche couplée microstructure / mécanique dans un cas industriel : maquettes de soudage.....	174
5.2.i. Etude expérimentale de la limite d'élasticité des maquettes de soudage .....	176
5.2.ii. Modélisation de la limite d'élasticité des maquettes de soudage et confrontation aux données expérimentales .....	181
5.3. Bilan de chapitre 5 .....	190
Synthèse générale de la thèse .....	191
Perspectives .....	195
Bibliographie .....	201
Annexes .....	213



# Introduction générale

La prédiction de la durée de vie en service des pièces mécaniques est un défi industriel de premier ordre. Le groupe SAFRAN, spécialisé notamment dans l'aéronautique, et AREVA, leader mondial de l'industrie nucléaire, ont pour objectif commun d'améliorer leur capacité de modélisation et de prédiction de la durée de vie des matériaux. Une chaire regroupant ces deux industriels et les laboratoires LaMCoS et MATEIS de l'INSA de Lyon a été démarrée en novembre 2011 dans l'objectif d'étudier l'influence des procédés de fabrication sur la durée de vie des éléments mécaniques.

Les superalliages sont des alliages austénitiques de trois sortes : des alliages à base cobalt (Co), à base nickel (Ni) ou à base fer-nickel. Ils présentent une excellente résistance mécanique, une très bonne ténacité ainsi qu'une grande résistance à l'oxydation à haute température. Leurs propriétés mécaniques exceptionnelles aux hautes températures comme à des températures cryogéniques (-250°C) font de ces alliages un choix privilégié pour les domaines d'utilisation où des sollicitations thermomécaniques élevées sont demandées. Ainsi, les superalliages sont utilisés dans la fabrication de composants tels les turbines gaz (disques de turbines et de compresseur, aubes de turbines ou carters divers), des moules et poinçons dans l'industrie du verre, des matrices et pièces de four pour l'outillage industriel ou encore des pièces devant résister à la corrosion (dans les domaines de la marine, du nucléaire et de l'industrie chimique). Les premiers superalliages sont apparus aux Etats-Unis, comme en France, à partir de 1929. Cependant, c'est avec l'apparition de la métallurgie sous vide dans les années 50 que les superalliages se sont réellement développés.

L'Inconel 718<sup>®</sup>, étudié au cours de cette thèse, est un superalliage à base nickel à durcissement structural qui a été mis au point par Eiselstein dans les années 60 pour la société Huntigton Alloys Inc (Eiselstein, 1965). Il est très largement utilisé dans le domaine de l'aéronautique, représentant 70% en masse de la consommation des superalliages à base nickel à l'échelle mondiale (Devaux A. , 2007). Il est principalement utilisé dans l'industrie aérospatiale pour produire certains composants critiques des turbines, grâce à ses excellentes propriétés mécaniques et sa haute résistance à la corrosion préservées à haute température (Reed, 2006). De plus, sa bonne soudabilité couplée à un

prix bas, relativement aux autres superalliages de même utilisation, fait de cet alliage un très bon candidat pour les pièces d'assemblage (Lingenfelter, 1989).

Cependant, bien que l'Inconel 718<sup>®</sup> soit déjà utilisé depuis près de cinquante ans, les phénomènes physiques mis en jeu lors de la précipitation multi-phase complexe ne sont pas encore parfaitement compris. De plus, peu d'études offrent une modélisation complète, même simplifiée, de la précipitation des différentes phases présentes dans cet alliage et de leur effet sur ses propriétés mécaniques.

Les travaux de cette thèse, née dans le cadre de la chaire entre le groupe SAFRAN, AREVA et l'INSA de Lyon, ont pour objectifs de proposer des avancées dans la prédiction de l'influence des traitements thermomécaniques, de type soudage, sur les propriétés mécaniques des pièces en superalliage base nickel Inconel 718<sup>®</sup>, ainsi que sur leur tenue mécanique. Cette prédiction des propriétés mécaniques s'appuie sur une importante étude des changements microstructuraux de l'Inconel 718<sup>®</sup> soumis à de tels traitements thermomécaniques.

Cette thèse a pour objectif final la mise au point :

- d'un modèle physique permettant de prédire l'impact des traitements de soudage sur les éléments de microstructure ayant un impact sur les propriétés mécaniques, tels que les concentrations locales de précipités ou encore l'évolution de la concentration des éléments de soluté en solution solide ;
- d'un modèle mécanique dont les lois de comportement du matériau se basent sur l'évolution de la précipitation pendant le soudage. Dans cette étude, seule la limite d'élasticité a été simulée. Cependant, cette thèse fait partie d'un ensemble de travaux visant à prédire également l'ensemble de l'érouissage.

Ce modèle de prévision microstructurale devra être intégrable dans des codes de simulation mécanique. A terme, il pourra aussi être utilisé pour anticiper les propriétés du matériau soudé en service (durée de vie, tolérance aux dommages...).

Dans le but de répondre à ces objectifs généraux, ce manuscrit de thèse est scindé en 5 chapitres :

Le premier a pour objectif de présenter le matériau fourni par Safran Aircraft Engines (anciennement Snecma), utilisé pour les études expérimentales, sa composition et le rôle de différents éléments d'addition. La précipitation des différentes phases intermétalliques dans cet alliage est également développée. Les traitements thermiques, utilisés dans la partie expérimentale de cette étude, permettant de faire précipiter la principale phase durcissante, sont ensuite explicités. Des essais de Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC), de Diffusion des Neutrons aux Petits angles (DNPA), des observations de taille de grain au microscope optique ainsi que des observations de Microscopie Electronique en Transmission (MET) et en balayage (MEB) ont été utilisés dans cette étude afin de caractériser la précipitation de la phase  $\gamma''$  : le principe ainsi que les résultats de cette campagne expérimentale seront présentés.

Le deuxième chapitre est consacré à la modélisation de l'état de précipitation de la phase  $\gamma''$  dans l'Inconel 718<sup>®</sup>. Le modèle choisi ainsi que les équations utilisées dans le cas de précipités sphériques seront décrits et démontrés, ces équations seront ensuite adaptées à une nouvelle géométrie correspondant à celle de la phase  $\gamma''$ . Ces résultats de simulation seront également validés *via* les données expérimentales présentées dans la première partie.

Au sein du troisième chapitre, le comportement mécanique de l'Inconel 718<sup>®</sup> pour divers états microstructuraux sera étudié. Tout d'abord, le principe du durcissement structural sera développé, suivi de l'étude expérimentale du comportement mécanique grâce à des essais de traction monotones après traitements thermiques isothermes et des mesures de dureté.

Le quatrième volet permet de faire le lien entre l'état de précipitation précédemment simulé et les propriétés mécaniques de l'alliage. La distribution de taille de la phase  $\gamma''$  déterminée lors du deuxième chapitre sera alors utilisée comme donnée d'entrée d'un modèle de prédiction de la limite d'élasticité. Les équations de ce modèle seront définies et justifiées, les données d'entrée et le calibrage de ce modèle explicités et la validation des résultats pour des traitements isothermes sera effectuée.

L'approche couplée présentée au long de ce manuscrit sera, dans le dernier chapitre, éprouvée dans le cas de transitoires thermiques de type soudage. Tout d'abord, le principe du soudage sera présenté d'une manière générale puis l'étude se concentrera sur le cas du soudage TIG. Les résultats de simulation de limite d'élasticité de ce modèle couplé seront comparés à des mesures de dureté effectuées le long d'une ligne de fusion sur deux maquettes de soudage.

Il a été décidé lors de la rédaction de ce manuscrit de ne pas intégrer de chapitre bibliographique. Cependant, au début de chaque partie, les informations bibliographiques nécessaires à la bonne compréhension de cette partie seront exposées.

**Chapitre 1.**

**Etude expérimentale de la  
précipitation de la phase  $\gamma''$  dans  
l'Inconel 718<sup>®</sup>**



## 1.1. *Généralités sur l'Inconel 718<sup>®</sup>*

Inconel<sup>®</sup> est une marque déposée de Special Metals Corporation. Cette marque est utilisée comme préfixe pour environ 25 alliages dont l'Inconel 718<sup>®</sup>.

Il est né de la recherche d'un alliage durci par les atomes en solution solide pour l'industrie à grande échelle. Les applications visées nécessitaient une haute résistance et une grande stabilité microstructurale à haute température (de 650°C à 760°C). Comme la stabilité était d'une grande importance, les tests de durcissement par vieillissement ainsi que la stabilité métallurgique ont fait partie intégrante du développement de cet alliage. Ces tests ont montré de façon inattendue un effet important de l'ajout du Niobium à la composition de base de l'alliage 718 dans le durcissement structural pendant le vieillissement. La recherche d'un alliage non durci par précipitation est alors mise de côté et des études sont faites du côté d'un nouvel alliage à durcissement structural : l'Inconel 718<sup>®</sup>. (Lingenfelter, 1989)

Cet alliage possédait des propriétés mécaniques comparables aux meilleurs matériaux de cette époque (Rene 41<sup>®</sup>, Udimet 700<sup>®</sup>, Waspaloy<sup>®</sup>,...), mais contrairement à ces alliages, considérés comme difficilement soudables du fait d'une importante fissuration à chaud, l'Inconel 718<sup>®</sup> est beaucoup moins exposé à ce problème grâce à sa précipitation durcissante plus lente. (Lingenfelter, 1989)

Le développement de cet alliage a donc été une étape déterminante dans l'amélioration de la soudabilité de cette classe d'alliage que sont les alliages à base nickel à haute résistance et à durcissement par vieillissement.

### *1.1.i. Matériau fourni pour l'étude*

Afin de mener à bien cette étude, Safran Aircraft Engines a fourni 2 lopins d'alliage 718 ayant subi une étape de mise en forme appelée conversion (correspondant à un martelage périphérique à chaud visant à diminuer le diamètre de la bielle initiale). La composition de ces lopins est donnée dans la Table 1.1. Les dimensions des lopins fournis sont illustrées dans la Figure 1.1

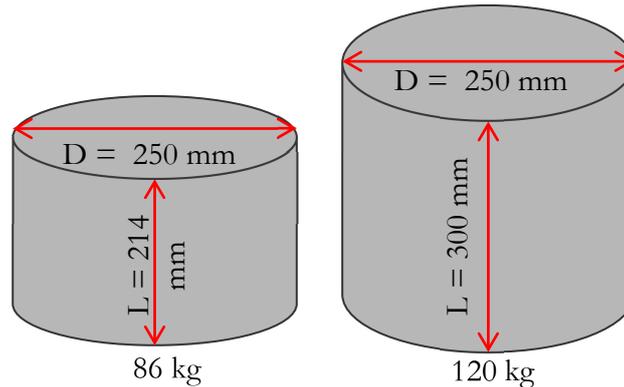


Figure 1.1 - Lopins fournis par Safran Aircraft Engines

Les bielles desquelles sont issues les 2 lopins sont certifiées sans phase de Laves, de Freckles, points blancs, inclusions et retassures.

La taille de grain initiale a été évaluée entre 4 et 6 ASTM (ce qui correspond à une taille de grain moyenne comprise entre 80 et 40  $\mu\text{m}$ , les formules et tables de conversion de ASTM à  $\mu\text{m}$  sont disponibles en Annexe A).

Les lopins fournis ont ensuite subi un traitement thermique de remise en solution industrielle, l'état de réception sera appelé par la suite : état ER.

**ER : 955°C pendant 1h suivi d'un refroidissement à l'air libre (955°C/1h/air).**

Les lopins étant des objets massifs, le refroidissement à l'air libre n'est pas véritablement une trempe, les vitesses de refroidissement variant de manière importante entre le centre et la périphérie de ces derniers. Dans les zones de plus faible vitesse de refroidissement (les zones au centre des lopins), une présence de précipités intermétalliques est possible.

Une campagne de caractérisation du lopin de base de 86 kg a été menée et est présentée en Annexe B. La conclusion de cette étude est que le lopin de base n'étant pas homogène au niveau de la taille de grain ni au niveau des propriétés mécaniques, il faudra porter une attention particulière à la manière de prélever les échantillons en son sein. La précipitation a lieu pendant le refroidissement à l'air libre du lopin. Il convient donc d'effectuer une remise en solution avant chaque essai de cette étude afin de partir d'un état homogène entre les différents échantillons.

Les campagnes expérimentales qui seront décrites par la suite ont été menées avec des échantillons usinés dans le petit lopin de 86 kg. Seule la maquette de soudage (voir Chapitre 5) a été prélevée dans le lopin de 120 kg.

### 1.1.ii. Composition chimique et rôle des éléments d'addition

La composition chimique de l'alliage d'Inconel 718<sup>®</sup> utilisé lors de cette étude est donnée dans la Table 1.1.

Table 1.1. Composition chimique de l'alliage d'Inconel 718<sup>®</sup> étudié

	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Co	C	Autres
<b>Pds%</b>	53,72	18,22	17,84	5,42	2,91	0,93	0,46	0,16	0,02	0,32
<b>at%</b>	53,16	18,95	19,93	3,39	1,76	1,13	0,99	0,16	0,10	0,45

Chaque élément constituant cet alliage a une fonction bien précise, voici l'effet des principaux composants de l'Inconel 718<sup>®</sup> :

- Nickel (Ni) : élément principal de l'alliage 718, constituant élémentaire de la matrice  $\gamma$ . Il confère au matériau une bonne résistance à la corrosion ainsi qu'à l'oxydation. Le nickel possède une couche 3d non saturée permettant diverses associations chimiques afin de former une solution solide ainsi que des phases intermétalliques ordonnées stables qui vont durcir l'alliage lors de divers traitements thermiques.
- Fer (Fe) : le ratio fer/nickel a une influence sur la résistance à la rupture, sur la tenue à haute température mais également sur le coût de l'alliage. Les principaux avantages du fer sont qu'il confère une très bonne forgeabilité à l'alliage, ainsi qu'un coût relativement bas (comparé à celui d'autres superalliages utilisables dans des conditions comparables). L'ajout de fer a également des effets néfastes : une solution solide trop riche en fer limite la quantité d'élément participant au durcissement structural par précipitation au cours du vieillissement.
- Chrome (Cr) : le chrome participe au durcissement par solution solide ainsi qu'à la résistance à l'oxydation.
- Niobium (Nb) : élément fondamental dans le durcissement structural par précipitation, il entre dans la composition de la principale phase intermétallique ordonnée durcissante avec le nickel (phase  $\gamma''$  de composition  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) mais également de sa forme stable (phase  $\delta$ ). La résistance augmente continuellement avec la quantité de niobium,

cependant une forte diminution de la ductilité est observée quand cette quantité dépasse 5 pds%. La concentration de niobium optimale a été déterminée autour de cette valeur.

- Molybdène (Mo) : c'est un acteur dans le durcissement de solution solide par distorsion du réseau à température ambiante comme à haute température.
- Titane & aluminium (Ti & Al) : éléments participants au durcissement structural par précipitation de la phase intermétallique durcissante  $\gamma'$  (de composition  $\text{Ni}_3(\text{Ti,Al})$ ). Cette seconde phase durcissante a un rôle secondaire comparé à la phase  $\gamma''$ .
- Carbone (C) : c'est un élément très réactif avec le niobium pour former des carbures de composition  $\text{NbC}$ . Le carbone va donc capter des atomes de niobium qui ne pourront plus participer au durcissement par précipitation de phase  $\gamma''$ . De ce fait, le carbone va diminuer le durcissement de l'alliage. De plus, les carbures ainsi formés sont des sites d'amorçage de fissures en fatigue quand la taille de grain passe sous une certaine valeur. Le carbone doit donc rester en faible quantité (typiquement  $<0,04$  pds%).

Bien que tous les éléments aient une importance certaine, l'élément d'addition le plus important est le niobium qui, en se combinant avec le nickel, permet la formation de phase durcissante  $\gamma''$  ainsi que de la phase  $\delta$  qui limite la croissance du grain au cours de la mise en forme et des traitements thermiques. Le prochain paragraphe sera donc consacré à la précipitation de ces différentes phases intermétalliques dans l'Inconel 718<sup>®</sup>.

### 1.1.iii. La précipitation dans l'Inconel 718®

La métallurgie des superalliages est très complexe et tout particulièrement celle de l'alliage 718. En effet, comme l'illustre le diagramme TTT (Transformation – Temps – Température) ci-dessous (Figure 1.2), de nombreuses phases stables ou métastables apparaissent et sont en concurrence en fonction des domaines de temps/températures considérés.

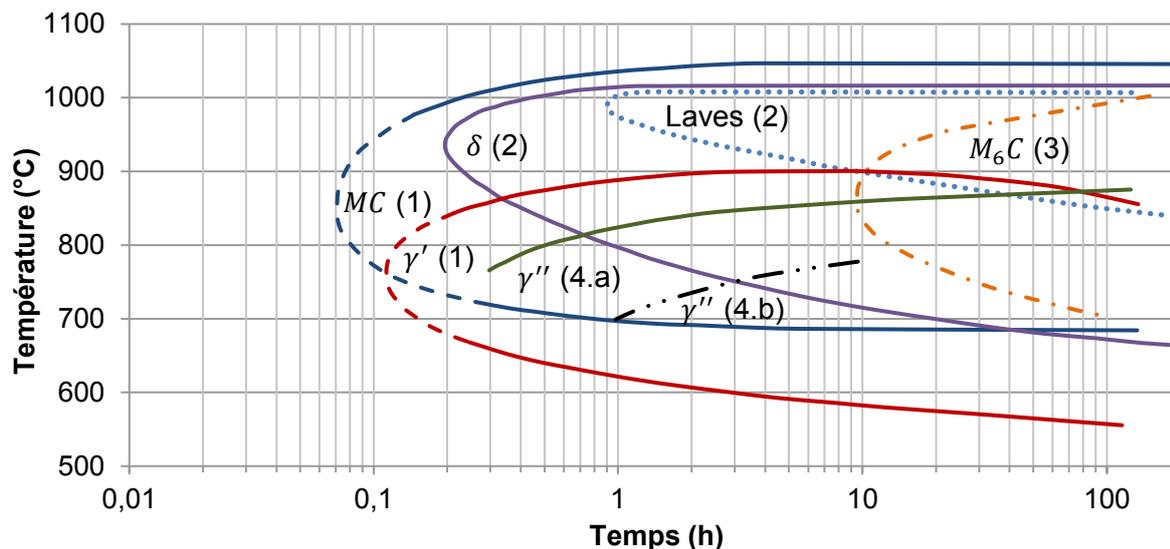


Figure 1.2 - Diagramme TTT “schématisé” de l'Inconel 718® (Mons, 1996). Données extraites de : (1) (Eiselstein, 1965), (2) (Boesch & Canada, 1968) (Boesch & Canada, 1969), (3) (Keiser & Brouwn, 1976), (4.a) (Cozar & Pineau, 1973) avec un ratio  $\frac{X_{Ti}+X_{Al}}{X_{Nb}} = 0,77$ , (4.b) (Cozar & Pineau, 1973) avec un ratio  $\frac{X_{Ti}+X_{Al}}{X_{Nb}} = 0,97$

Il s'agit, d'après (Mons, 1996), du diagramme TTT le mieux établi de l'Inconel 718®. Cependant, il est encore incomplet, notamment en ce qui concerne le nez de précipitation de la phase  $\gamma''$ . En effet, il est difficile d'effectuer des traitements isothermes suffisamment courts et précis si le nez de précipitation est situé vers des temps trop courts. Il faut également tenir compte du fait que les alliages 718 utilisés pour ces différentes études ne sont pas exactement de la même composition chimique, ce qui peut avoir des conséquences sur la précipitation. Ce diagramme TTT est donc une approximation du diagramme réel.

L'alliage 718, comme tous les superalliages base nickel, doit ses excellentes propriétés mécaniques principalement à un mode de durcissement par une fine précipitation homogène de phases intermétalliques ordonnées et cohérentes avec la matrice : les phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Bien que la plupart des superalliages soient durcis par la phase  $\gamma'$ , l'Inconel 718® a un durcissement structural piloté par la précipitation de phase  $\gamma''$ . La fraction volumique  $\gamma' + \gamma''$  peut atteindre 15 à 20 % du volume total.

Dans les prochains paragraphes les phases présentes dans cet alliage seront détaillées en commençant par la matrice  $\gamma$ .

*a. Quelques rappels de cristallographie :*

Chaque précipité germe dans la matrice suivant des orientations précises, un plan cristallographique d'accolement commun entre la matrice et chaque précipité est alors défini. Il est ensuite possible de trouver des directions cristallographiques communes : les relations d'orientation ou d'épitaxie entre les plans et les directions compacts de la matrice  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ . Les directions compactes sont les directions de plus grande densité atomique dans les plans compacts. Ces plans compacts sont les plans de plus grande densité atomique.

- (100) : un plan (le vecteur [100] est le vecteur normal au plan)
- {100} : famille de plan (100), (010), (001) dans un cubique
- [100] : une rangée dans un cristal (droite passant par au moins 2 nœuds du réseau)
- <100> : une famille de rangées réticulaires (droites parallèles passant chacune par au moins 2 nœuds du réseau)

### b. La matrice $\gamma$

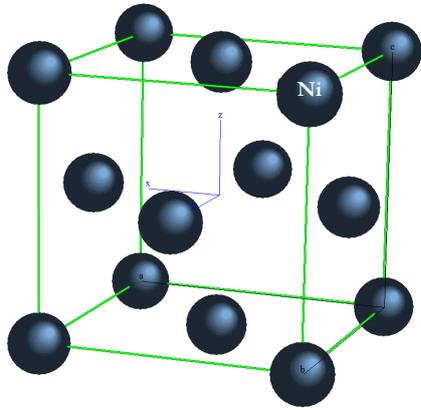


Figure 1.3 - Maille cristallographique de la matrice  $\gamma$  (cette étude)

La maille cristallographique de la matrice est cubique faces centrées (ou CFC) ( $A1$ ) (groupe d'espace  $Fm\bar{3}m$  (225)). Il s'agit d'une solution solide de substitution de nickel. Dans le cas de l'alliage 718, les éléments pouvant se substituer au nickel sont le chrome, le fer, le molybdène, le cobalt, l'aluminium, le titane et le niobium. La maille initiale est composée de 4 atomes de Ni en position 4a (0, 0, 0). Le paramètre de maille est  $a_\gamma = 0,3616$  nm (d'après Sundararaman *et al.* (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988)) qui ont déterminé cette valeur par Diffraction des Rayons X (DRX). La valeur du paramètre de maille du CFC nickel pur est de 0,3523. La maille CFC

de nickel dans l'alliage 718 subit donc une dilatation qui peut s'expliquer par la différence de taille des atomes de nickel et des atomes de substitution.

Dans cette matrice, vont précipiter diverses phases secondaires :

- carbures primaires  $MC$  et secondaires  $M_6C$
- phases TCP (Topologically Close Packed)
- phases durcissantes métastables  $\gamma'$  et  $\gamma''$
- phase intermétallique stable  $\delta$

Au cours de ce travail, seules les phases intermétalliques, notamment la phase  $\gamma''$ , seront étudiées en profondeur. Cependant, quelques éléments généraux seront donnés au sujet des carbures et phases TCP.

### *c. Carbures*

Les carbures se présentent sous deux formes :

- Les carbures primaires de type  $MC$ ,  $M$  pouvant être du titane, du niobium ou du chrome. Ils apparaissent pendant la solidification du lingot et sont très stables thermiquement. Ils ne peuvent pas être mis en solution, ils restent donc présents après les traitements thermiques à haute température. Après le forgeage, les carbures sont regroupés en amas prenant l'orientation principale du fibrage. Ils sont néfastes pour les propriétés mécaniques du matériau, en effet, ils n'apportent aucun durcissement, diminuent le durcissement maximal potentiel de l'alliage en captant le Nb et le Ti nécessaires à l'apparition des phases durcissantes et altèrent la résistance à la fatigue. Leur fraction volumique est d'environ 1% (Chaudhury, Zhao, Valencia, & Holt, 1992) (Thompson & Boutwell, 1994).
- Les carbures secondaires de type  $M_6C$  apparaissent au cours du maintien en température. Pour des temps courts de maintien, la précipitation des carbures secondaires est intergranulaire. Ensuite, ils précipitent autour des carbures primaires (Coste, 2003). Ils n'ont pas d'impact significatif sur les propriétés mécaniques du matériau. Le fait qu'ils soient situés aux joints de grains leur permet de les épingler et donc de contrôler leur mobilité.

### *d. Phases TCP*

Des phases topologiquement compactes (ou TCP) précipitent lors de la solidification ou lors du vieillissement lorsque l'alliage est mal équilibré. Il s'agit de phases de Laves de structure hexagonale ou de phases  $\sigma$  quadratiques centrées. Ces phases ont un impact fortement préjudiciable puisqu'elles entraînent une baisse de la ductilité ainsi que de la contrainte à la rupture du matériau. Concernant l'Inconel 718<sup>®</sup>, l'apparition de ces phases est maintenant évitée grâce à une meilleure définition de la composition combinée à un affinement des procédés d'élaboration et d'homogénéisation du matériau.

### e. Phase $\gamma'$

#### Composition :

La phase  $\gamma'$  est de composition générique  $Ni_3(Ti;Al)$ . Des études ont été menées pour connaître la composition exacte de cette phase, ainsi M. Miller *et al.* (Miller & Babu, 2008) ont déterminé sa composition par la technique de la sonde atomique :

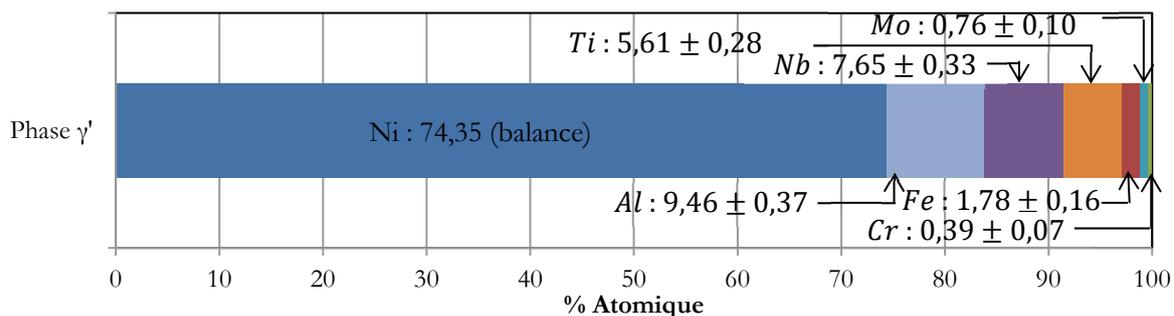


Figure 1.4 - Composition de la phase  $\gamma'$  dans l'alliage 718 en at%, le nickel est la balance (mesures effectuées par sonde atomique) d'après (Miller & Babu, 2008)

#### Structure cristallographique :

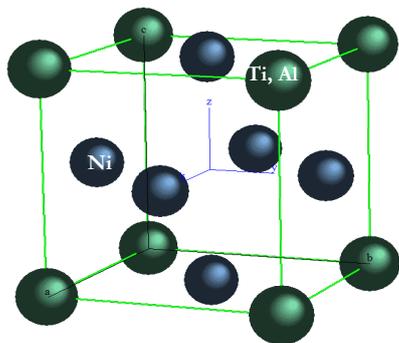


Figure 1.5 - Maille cristallographique de la phase  $\gamma'$  (cette étude)

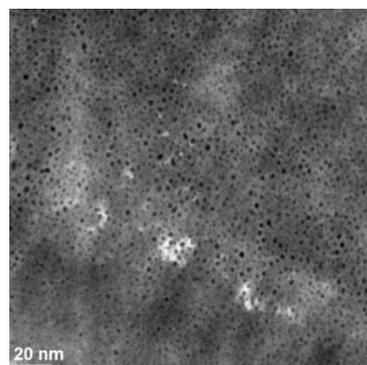


Figure 1.6 - Phase  $\gamma''$  : image MET en HAADF (760°C/2h) (cette étude)

Sa maille est cubique faces centrées (ou fcc) ( $L1_2$ ) de structure ordonnée (voir Figure 1.5). Elle appartient au groupe d'espace  $Pm\bar{3}m$  (221). Les positions des atomes dans la maille sont les suivantes :

3 atomes de Ni :

$$\triangleright 3d : \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right); \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right); \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right)$$

1 atome de Ti ou Al :

$$\triangleright 1a : (0,0,0)$$

Le paramètre de maille de cette phase est de :  $a_{\gamma'} = 0,362 \text{ nm}$ . (Sundaraman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988).

### Forme et cohérence des précipités :

Oblak *et al.* (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) ont montré que la phase  $\gamma'$  précipite de manière cohérente sous la forme de petites sphères avec un diamètre de l'ordre de 2 à 10 nm (voir Figure 1.6). Les relations d'épitaxies entre  $\gamma$  et  $\gamma'$  peuvent être exprimées de la manière suivante :

$$\triangleright \gamma - \gamma' \Rightarrow \begin{cases} (111)_{\gamma'} \parallel \{111\}_{\gamma} \\ [\bar{1}10]_{\gamma'} \parallel \langle \bar{1}10 \rangle_{\gamma} \end{cases} \text{ (Niang, 2010)}$$

*f. Phase  $\gamma''$*

### Composition

La phase  $\gamma''$  est de composition nominale  $Ni_3Nb$ . M. Miller *et al.* (Miller & Babu, 2008) ont également déterminé sa composition exacte grâce à une analyse par sonde atomique :

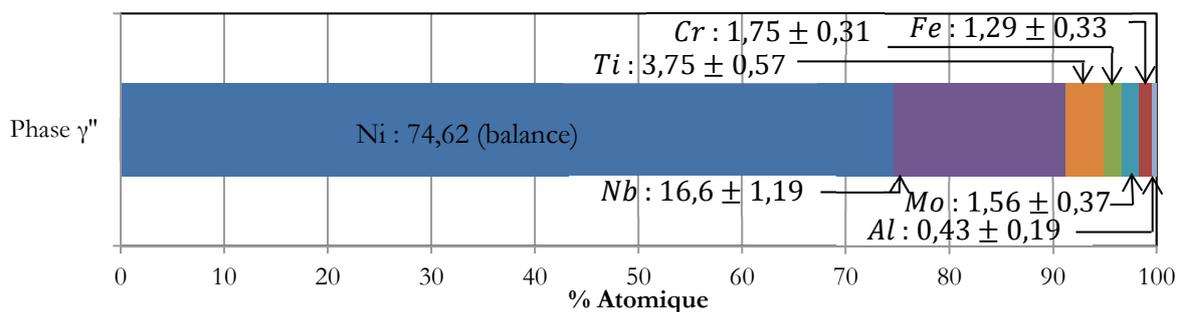


Figure 1.7 - Composition de la phase  $\gamma''$  dans l'alliage 718 en at%, le nickel est la balance (mesures effectuées par sonde atomique) d'après (Miller & Babu, 2008)

### Structure cristallographique :

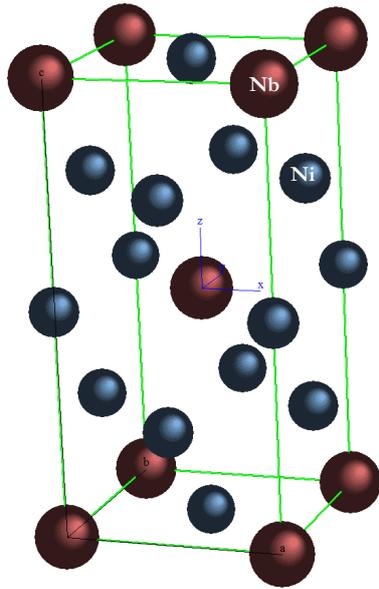


Figure 1.8 - Maille de la phase  $\gamma''$  (cette étude)

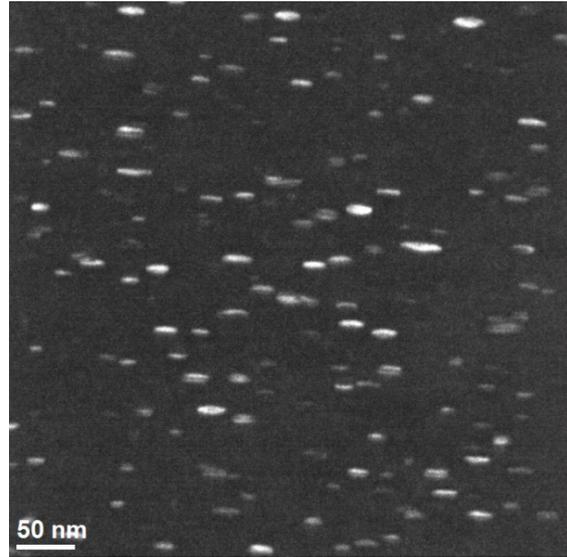


Figure 1.9 - Phase  $\gamma''$  : image MET en champ sombre, axe de zone [001], tache  $\frac{1}{2} 1 0$  (760°C/2h) (cette étude)

La maille de la phase  $\gamma''$  est tétragonale centrée ( $D0_{22}$ ) de structure ordonnée comme l'illustre la Figure 1.8. Elle appartient au groupe d'espace  $I4/mmm$  (139). Les positions des atomes dans la maille sont les suivantes :

6 atomes de Ni :

- $4d \bar{4}m2: \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{4}\right); \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{4}\right)$
- $2b 4/mmm: \left(0, 0, \frac{1}{2}\right)$

2 atomes de Nb :

- $2a 4/mmm: (0, 0, 0)$

Les paramètres de maille de cette phase sont les suivants :  $a_{\gamma''} = 0,3624$  nm et  $c_{\gamma''} = 0,7046$  nm, reportés par Wagner et Hall (Wagner & Hall, 1965) (avec dans ce cas un rapport  $\frac{c_{\gamma''}}{a_{\gamma''}} = 1,94$ ).

## Forme et cohérence des précipités :

Les relations d'épitaxies entre  $\gamma$  et  $\gamma''$  peuvent être exprimées de la manière suivante :

$$\gamma - \gamma'' \Rightarrow \begin{cases} (001)_{\gamma''} \parallel \{001\}_{\gamma} \\ [100]_{\gamma''} \parallel \langle 100 \rangle_{\gamma} \end{cases} \text{ (Paulonis, Oblack, \& Duval, 1969)}$$

Elle précipite de manière cohérente dans la matrice  $\gamma$  sous forme de disques (Oblak, Paulonis, & Duval, 1974), avec un diamètre variant de quelques dizaines à une centaine de nanomètres et une épaisseur allant de quelques nanomètres à une vingtaine de nanomètres (voir Figure 1.9).

La Figure 1.10 présente le facteur de forme ( $q = 2r_p/T_p$ , avec  $r_p$  le rayon des précipités et  $T_p$  leur hauteur) des précipités  $\gamma''$  considérés comme des disques en fonction du diamètre de ces particules, pour différentes études effectuées sur ce sujet. Tout d'abord, une augmentation importante du facteur de forme avec le diamètre de la particule a lieu (il s'agit donc d'un allongement/aplatissement important de la particule), ensuite un changement de pente est observé pour des diamètres supérieurs à 30-40 nm, pouvant être interprété comme une perte de cohérence de la phase  $\gamma''$  avec la matrice  $\gamma$  (Devaux, et al., 2008). D'après Slama *et al.* (Slama, Servant, & Cizeron, 1997), la phase  $\gamma''$  devient incohérente avec la matrice pour des diamètres supérieurs à 120 nm dans l'Inconel 718®.

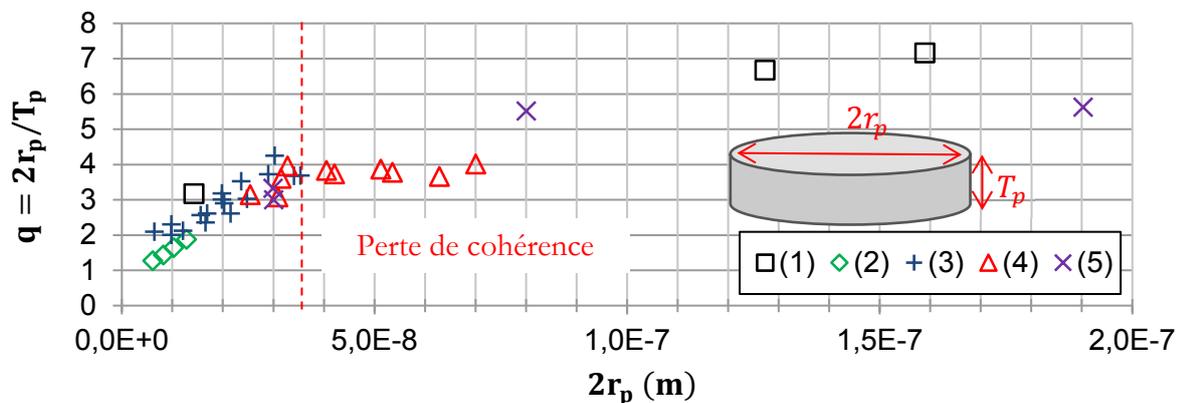
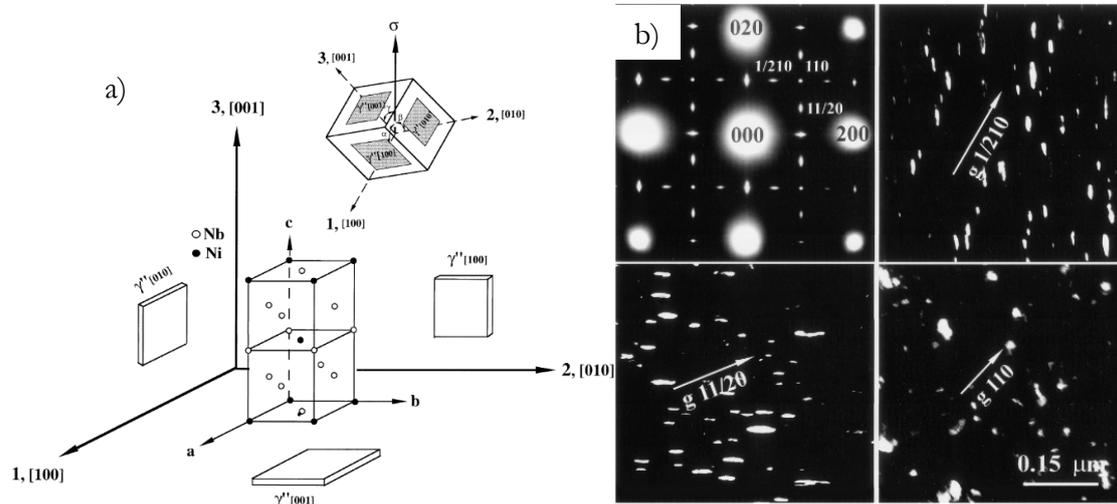


Figure 1.10 - Facteur de forme en fonction du diamètre du précipité. Données issues de : 1. (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1992), 2. (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994), 3. (Devaux, et al., 2008), 4. (Han, Deb, & Chaturvedi, 1982), 5. (Slama & Cizeron, 1997).

Le plan de base du disque correspond à  $(001)_{\gamma''}$  comme illustré sur la Figure 1.11, l'axe  $\vec{c}$  est donc normal au plan du disque. Cette forme de disque s'explique par le fait que les déformations de cohérence sont plus élevées selon l'axe  $\vec{c}$  (d'environ 2,5 %) que suivant les autres directions (environ 0,8 %) (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994). Le précipité va donc croître de manière similaire selon les directions cohérentes  $(\vec{a}, \vec{b})$  et peu selon  $\vec{c}$ . Le précipité peut se positionner de

trois façons dans la matrice  $\gamma$ , des orientations orthogonales correspondant aux plans  $\{001\}_\gamma$  (Gao & Wei, 1995) (Figure 1.11.a). Au vu de sa forme, la phase  $\gamma''$  possède plusieurs variants. Chacun peut être observé au Microscope Electronique en Transmission (MET) en champ sombre en sélectionnant la tache de diffraction correspondante (voir partie 1.3.iv).



**Figure 1.11 - a) Les trois variants de la phase  $\gamma''$  b) Images MET de la phase  $\gamma''$  avec un cliché de diffraction et les trois variants de cette phase (schéma et images issus de (Gao, Chen, & Harlow, 1996))**

Sa forme et sa taille ont été observées lors de nombreuses campagnes expérimentales de MET comme dans les travaux de (Cozar & Pineau, 1973), (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974), (Chaturvedi & Han, 1987), (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994), (Gao, Chen, & Harlow, 1996) et plus récemment de (Devaux, et al., 2008).

Cependant, il y a un manque important de données concernant la variation de la fraction volumique de la phase  $\gamma''$  en fonction du temps et de la température, données essentielles dans le cadre des travaux de modélisation effectués dans cette étude.

## Localisation des précipités $\gamma''$

Sa précipitation est principalement homogène au sein des grains (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1992) (Cozar & Pineau, 1973). La Figure 1.9 reflète bien cette homogénéité intragranulaire. Cependant, certains auteurs comme X. J. Pang et M. Gao ont étudié la ségrégation du niobium aux joints de grains (Pang, Dwyer, Valerio, & Wei, 1994), (Gao & Wei, 1995). Ils ont mené des études en spectroscopie photoélectronique des rayons X (XPS) et ont observé une forte ségrégation du niobium aux joints de grains (concentration 3 à 4 fois plus importante que la concentration moyenne). Cette ségrégation serait à l'origine de la précipitation préférentielle de la phase  $\gamma''$  aux joints de grains qu'ils ont observée (les joints de grains sont entièrement couverts de précipités  $\gamma''$ ). Sur des observations MEB menées lors de cette étude, des joints de grains riches en précipités ont également pu être repérés (voir Figure 1.33). Cependant, ces précipités n'ont pas pu être identifiés avec certitude comme étant des particules  $\gamma''$  ou alors  $\delta$ .

La phase  $\gamma''$  est dite métastable. En effet, pour des vieillissements longs à des températures supérieures à 750°C (pourtant inférieures à sa température de solvus qui est d'environ 920°C), la phase  $\gamma''$  ne croît pas seulement, mais va aussi se transformer en sa forme stable qui est la phase  $\delta$  (voir 1.1.iii.g). La transformation s'effectue par le cisaillement de la phase  $\gamma''$  selon la direction de ses plans atomiques les plus denses. L'empilement local des atomes correspond alors à celui de la phase  $\delta$  qui va croître au sein des grains à partir de ces germes, consommant la phase  $\gamma''$  et affaiblissant ainsi les propriétés mécaniques du matériau.

## *g. Phase $\delta$*

### Composition

La phase  $\delta$  est la forme stable de la phase  $\gamma''$  et a la même composition chimique nominale ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ).

### Structure cristallographique :

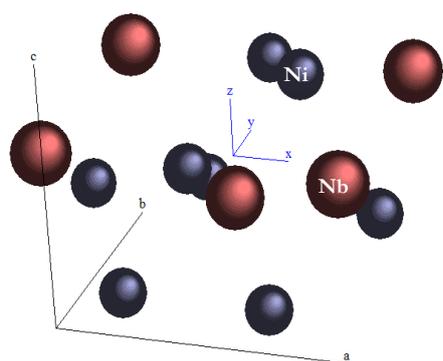


Figure 1.12 - Maille de la phase  $\delta$

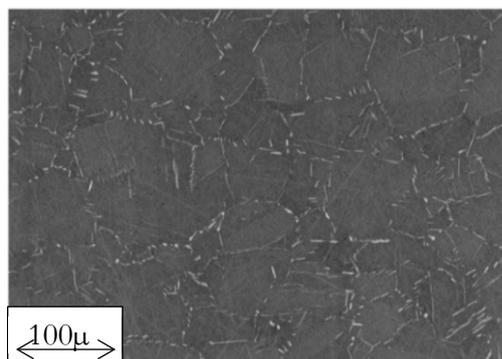


Figure 1.13 - Phase  $\delta$ : image MEB (Dehmas, Lacaze, Niang, & Viguier, 2011)

La maille de la phase  $\delta$  est orthorhombique ( $D0_a$ ) de structure ordonnée (voir Figure 1.12). Elle appartient au groupe d'espace  $Pmmn$  (59). Les positions des atomes dans la maille sont les suivantes :

6 atomes de Ni :

- $4f .m. : \left(\frac{1}{4}, 0, \frac{1}{6}\right); \left(\frac{3}{4}, 0, \frac{1}{6}\right); \left(\frac{1}{4}, \frac{1}{2}, \frac{5}{6}\right); \left(\frac{3}{4}, \frac{1}{2}, \frac{5}{6}\right)$
- $2b mm2: \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{3}\right); \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{2}{3}\right)$

2 atomes de Nb :

- $2a mm2: \left(0, 0, \frac{2}{3}\right); \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{3}\right)$

Les paramètres de maille de cette phase sont les suivants :  $a_\delta = 0,5141 \text{ nm}$  ,  $b_\delta = 0,4231 \text{ nm}$  et  $c_\delta = 0,4534$  (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988), déterminés par DRX. A. Niang a également déterminé ces paramètres de mailles lors de ses travaux de thèse par une méthode de DRX ( $a_\delta = 0,5113 \text{ nm}$  ,  $b_\delta = 0,4214 \text{ nm}$  et  $c_\delta = 0,4528 \text{ nm}$ ) (Niang, 2010).

Lorsque la phase se trouve en intragranulaire, les relations d'épitaxie entre  $\delta$  et  $\gamma$  peuvent être exprimées de la manière suivante :

$$\gamma - \delta \Rightarrow \begin{cases} (010)_\delta \parallel \{111\}_\gamma \\ [100]_\delta \parallel \langle 110 \rangle_\gamma \end{cases} \text{ (Cozar \& Pineau, 1973)}$$

### Forme et cohérence des précipités :

La phase  $\delta$  est semie-cohérente avec la matrice austénitique  $\gamma$  (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988).

La phase peut prendre deux morphologies distinctes en fonction de son histoire thermomécanique : une forme globulaire et une aciculaire. Un écrouissage initial plus important va accélérer la cinétique de précipitation et va influencer la morphologie de cette phase (Liu, Chen, & Yao, 1999) : elle va favoriser les petits précipités globulaires qui vont précipiter de manière homogène (comme l'illustre la Figure 1.14). Cette forme améliore la tenue au fluage et peut être obtenue en effectuant une mise en solution ou un forgeage/martelage subsolvus.

La forme aciculaire de la phase  $\delta$  précipite, quant à elle, massivement aux joints de grains. Cette forme détériore les propriétés mécaniques du matériau en le fragilisant. En effet, la forme aciculaire est un chemin privilégié pour la propagation des fissures. La précipitation sous forme d'aiguilles se fait selon les plans  $\{111\}_\gamma$  (Cozar & Pineau, 1973).

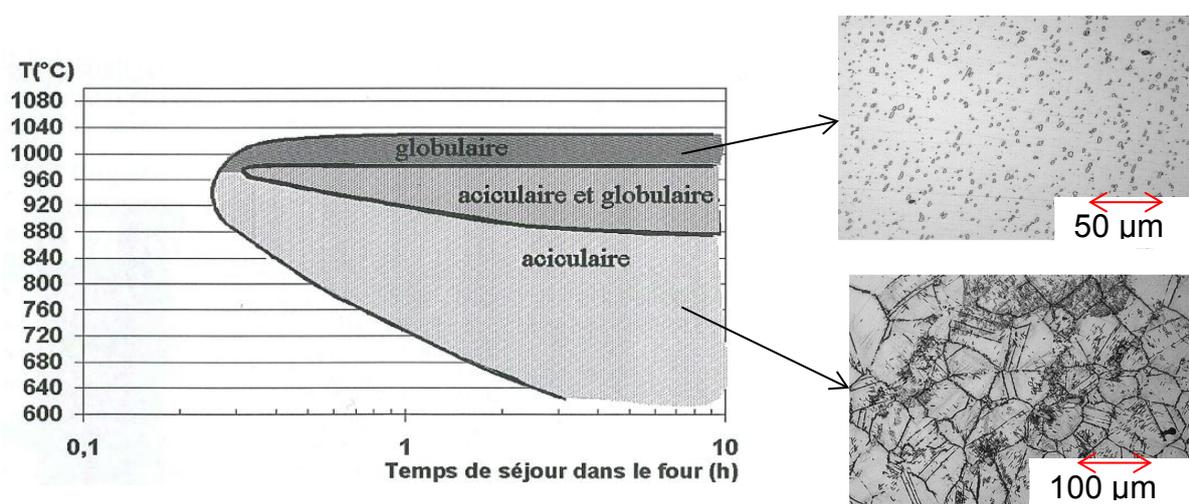


Figure 1.14 - Forme globulaire et aciculaire de la phase  $\delta$  en fonction de l'histoire thermique (microscopie optique) Diagramme TTT issu de (Coste, 2003)

## Localisation des précipités $\delta$

La précipitation de la phase  $\delta$  est très hétérogène, s'effectuant sur des sites de germination privilégiés tels que les joints de grains et les macles. Cette hétérogénéité est due à un écart important entre la taille de la maille de  $\delta$  et de la matrice  $\gamma$  (expliquant également la semi-cohérence). La précipitation de  $\delta$  est, de ce fait, lente. Les procédés de mise en forme à haute température de l'alliage (laminage, forgeage, martelage) engendrent de grandes déformations qui sont autant de sites de germination pour la phase  $\delta$ . Autour des précipités  $\delta$ , se forme une zone dépourvue de phase  $\gamma''$  (d'environ 100 nm (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994)) mais les précipités  $\gamma'$  demeurent présents (Cozar & Pineau, 1973).

Cependant, ce n'est pas toujours à partir de la phase  $\gamma''$  que la phase  $\delta$  apparaît : M. Dehmas *et al.* (Dehmas, Lacaze, Niang, & Viguier, 2011) ont étudié la phase  $\delta$  directement à partir de la solution solide sursaturée  $\gamma$ , c'est-à-dire sans présence au préalable de phase  $\gamma''$ .

Cette phase a été largement étudiée au cours de nombreuses études : (Coste, 2003), (Azadian, Wei, & Warren, 2004), (Stockinger, Kozeschnik, Buchmayr, & Horvath, 2001), (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988), (Dehmas, Lacaze, Niang, & Viguier, 2011), *etc.*

La température de dissolution de la phase  $\delta$  se situe entre 970 et 1050°C (selon sa teneur en niobium). Cette stabilité jusqu'à une telle température, ainsi la précipitation au joint de grains, permettent une bonne maîtrise de la croissance des grains pendant les procédés de mise en forme à haute température (forgeage, laminage, martelage). En effet, la phase  $\delta$  freine le déplacement des joints de grains par ancrage mécanique (elle retarde ainsi la recristallisation statique et le grossissement des grains).

*b. Discussion sur la précipitation des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  et sur le durcissement structural induit par ce phénomène*

Plusieurs mécanismes semblent être en jeu lors de la germination des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . En effet, même si ces phases semblent précipiter indépendamment l'une de l'autre, M. Sundararaman *et al.* (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1992) ont observé de nombreux cas d'association physique entre les deux types de précipités (précipitation de  $\gamma''$  sur une face  $\{100\}$  de  $\gamma'$  qui requiert une énergie d'interface plus faible que dans le cas d'une précipitation de  $\gamma''$  au sein de  $\gamma$ ). De même, R. Cozar et A. Pineau (Cozar & Pineau, 1973) ont observé des précipités cuboïdes  $\gamma'$  avec des précipités  $\gamma''$  sur les six faces, ce qui accroît la stabilité thermique de ces précipités pour des traitements de plus de 8 h à 750°C (études menées sur des alliages très proches du 718 en terme de composition avec une petite modification du ratio  $\frac{X_{Ti}^{at}+X_{Al}^{at}}{X_{Nb}^{at}}$  (avec  $X_{Ti}^{at}$ ,  $X_{Al}^{at}$  et  $X_{Nb}^{at}$  les fractions atomique de Titane, d'Aluminium et de Niobium de l'alliage) afin d'en modifier les propriétés mécaniques).

Les excellentes propriétés mécaniques de l'Inconel 718® sont dues à une fine précipitation homogène de phases intermétalliques durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$  au sein de la matrice  $\gamma$ . La phase  $\gamma'$  induit un durcissement par joint d'antiphase (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974), cependant, le principal mécanisme de durcissement est la considérable déformation de cohérence induite par la phase  $\gamma''$  (avec une distorsion tétragonale  $c_{\gamma''}/a_{\gamma''} = 2$ ,  $a$  et  $c$  étant les paramètres de maille de la phase  $\gamma''$ ). Cependant, d'après Sundararaman *et al.* (Sundararaman & Singh, 1993), le durcissement d'ordre, dû au passage de quadruplets de dislocations au travers des précipités  $\gamma''$ , serait à l'origine de ce durcissement important. L'effet de durcissement prédominant de la phase  $\gamma''$  peut également être expliqué par le fait que sa fraction volumique à l'équilibre est plus importante que celle de la phase  $\gamma'$  ( $f_{v_{\gamma''}}/f_{v_{\gamma'}} \approx 4$ , avec  $f_{v_{\gamma''}}$  la fraction volumique de  $\gamma''$  et  $f_{v_{\gamma'}}$  la fraction volumique de  $\gamma'$ ). Ce ratio des fractions volumiques dépend grandement du ratio  $\frac{Ti+Al}{Nb}$  dans la composition de l'Inconel 718® étudié d'après (Cozar & Pineau, 1973).

Il est donc primordial d'étudier la précipitation de la phase  $\gamma''$  afin de comprendre et de pouvoir prédire les propriétés mécaniques du matériau. La prochaine partie sera consacrée aux traitements thermiques utilisés dans le cadre de la campagne expérimentale de caractérisation microstructurale.

## 1.2. *Traitements thermiques étudiés*

Les traitements isothermes utilisés dans ces travaux ont été déterminés en utilisant les diagrammes TTT issus de la littérature (Mons, 1996) disponibles en Figure 1.2. Ces traitements isothermes ont été effectués dans un four Nabertherm<sup>®</sup>, sous une atmosphère neutre d'Argon afin d'éviter toute oxydation des échantillons traités. Ces traitements thermiques, ainsi que les phases attendues, conformément au diagramme TTT, sont listés dans la Table 1.2.

Etant donné la géométrie massive du cylindre de base dans lequel ont été prélevés les échantillons, la microstructure est hétérogène, comme le montre l'Annexe B. Afin d'avoir une microstructure homogène dans les échantillons d'une même campagne de caractérisation, les échantillons d'une même campagne ont été prélevés à une même distance du centre du lopin.

Afin d'avoir une microstructure initiale vierge de tout précipité, un premier Traitement thermique de Remise en Solution (TRS) est effectué sur tous les échantillons, suivi d'une trempe à l'eau afin d'éviter toute précipitation pendant le refroidissement :

- 1050°C/1h/eau

Ce traitement de remise en solution est éventuellement suivi d'un traitement thermique de précipitation effectué à une température  $T$  pendant une durée  $t$  puis d'une Trempe à l'Eau (TE). Ces traitement seront notés dans la suite de ce manuscrit sous la forme  $T/t$ , les échantillons à l'Etat de Réception seront notés (ER) et les échantillons à l'état de réception puis remis en solution notés ER+TRS

Table 1.2. Traitements thermiques effectués pour la campagne de caractérisation microstructurale

Techniques expérimentales	Traitements thermiques	Phases attendues					
		$\gamma$	MC	$\gamma'$	$\gamma''$	$\delta$	Laves
<b>DNPA</b>	ER+TRS+760°C/30min/TE	✓	✓	✓	?	✗	✗
	ER+TRS+760°C/1h/TE	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+760°C/2h/TE	✓	✓	✓	✓	?	✗
	ER+TRS+720°C/18min/TE	✓	✓	✓	?	✗	✗
	ER+TRS+720°C/2h/TE	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS +720°C/4h/TE	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS +720°C/6h/TE	✓	✓	✓	✓	?	✗
<b>MEB</b>	ER+TRS+980°C/10min/Vref=10°C.min <sup>-1</sup>	✓	✓	✓	✓	?	✗
<b>MET</b>	ER+TRS+760°C/1h/TE	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+760°C/2h/TE	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+720°C/2h/TE	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+720°C/4h/TE	✓	✓	✓	✓	✗	✗

✓ : phase attendue

✗ : phase non attendue

? : indéterminé

Pour les essais de calorimétrie différentielle à balayage, les traitements thermiques testés ont été déterminés grâce à différentes données issues de la littérature (notamment la Figure 1.2 et la Table 1.3 issue d'un article de E. López Cuéllar *et al.* (Cuéllar, Morin, Reyes Melo, Ortiz Méndez, Guarajo Martínez, & Yereña Cortéz, 2009)). Ce tableau permet d'avoir une bonne idée des phases présentes en fonction de différents traitements thermiques. Ces traitements thermiques permettent en théorie de séparer au mieux les différentes phases intermétalliques.

Table 1.3. Phases présentes en fonction du traitement thermique (Cuéllar, Morin, Reyes Melo, Ortiz Méndez, Guarajo Martínez, &amp; Yereña Cortéz, 2009)

Traitement thermique	$\gamma$	MC	Phases en présence			Laves
			$\gamma'$	$\gamma''$	$\delta$	
Etat de base	✓	✓	✓	✓	✓	✗
1040°C/1h + eau	✓	✓	✗	✗	✗	✗
982°C/5h + 900°C/5h + eau	✓	✓	✗	✗	✓	✓
982°C/5h + eau	✓	✓	✗	✗	✓	✓
982°C/1h + eau	✓	✓	✗	✗	✓	✗
760°C/1h + eau	✓	✓	✓	✓	✗	✗
720°C/4h + eau	✓	✓	✓	✓	✗	✗
660°C/20h + eau	✓	✓	✓	✗	✗	✗

✓ : phase attendue

✗ : phase non attendue

? : indéterminé

Tous les échantillons ont subi le traitement thermique ER+TRS afin d'obtenir une totale dissolution des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ . Seuls certains carbures persistent. Les histoires thermiques testées, illustrées sur la Figure 1.15, sont au nombre de 4 :

- Une rampe de 20 à 1100°C à une vitesse de 2°C/minuite suivie d'un palier à 1100°C/1h pour finir avec un refroidissement contrôlé avec une vitesse de 10°C/min
- Une rampe de 20 à 982°C à une vitesse de 10°C/minuite suivie d'un palier à 982°C/20h pour finir avec un refroidissement contrôlé avec une vitesse de 10°C/min
- Une rampe de 20 à 760°C à une vitesse de 10°C/minuite suivie d'un palier à 982°C/20h pour finir avec un refroidissement contrôlé avec une vitesse de 10°C/min
- Une rampe de 20 à 720°C à une vitesse de 10°C/minuite suivie d'un palier à 982°C/20h pour finir avec un refroidissement contrôlé avec une vitesse de 10°C/min

Les températures entre parenthèses dans la Figure 1.15 correspondent aux températures mesurées. En effet, il y a un écart de 20 à 26°C entre la température consigne et la température réelle atteinte pendant l'essai.

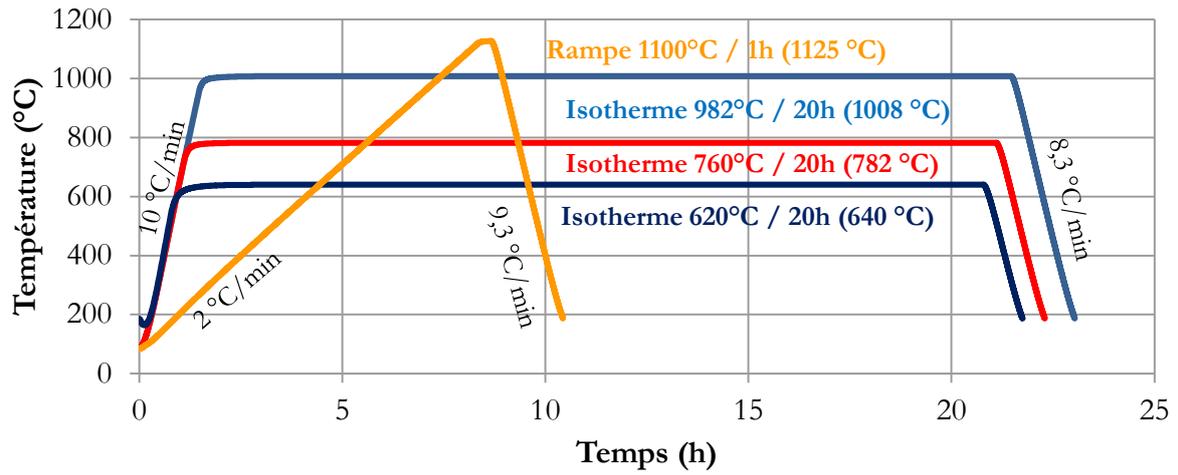


Figure 1.15 - Rampes de températures testées (DSC)

### 1.3. *Méthodes expérimentales utilisées pour l'étude de la précipitation dans l'Inconel 718®*

Une partie importante de ces travaux est consacrée à l'étude de la précipitation des phases intermétalliques ( $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ ) lors de transitoires thermiques de type soudage. Cependant, dans un premier temps, la caractérisation de cette précipitation est effectuée dans le cas de traitements isothermes. Ces campagnes expérimentales ont été menées dans le but de recueillir des informations permettant de déterminer les données d'entrée du modèle de prévision microstructurale présenté dans le Chapitre 2 ainsi que des données permettant de valider ce modèle.

La phase  $\gamma''$  précipitant sous la forme de petites particules métastables de taille nanométrique, réparties de manière homogène au sein des grains, leur caractérisation n'est pas triviale. La distribution de taille des précipités  $\gamma''$  est relativement bien documentée dans la littérature grâce à des campagnes d'observation MET comme dans les travaux (Jianxin, Xishan, & Shouhua, 1995), (Sundaraman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1992), (Boyd & Nicholson, 1971). Cependant, la densité de particules, la fraction volumique ainsi que les limites de solubilité des éléments d'addition sont beaucoup plus difficiles à caractériser et très peu de données expérimentales sur ces sujets sont disponibles. Concernant la densité de précipités  $\gamma''$ , les travaux de He *et al.* peuvent tout de même être cités (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994). Les données concernant le produit de solubilité de la phase  $\gamma''$  n'ont en revanche jamais été publiées à la connaissance de l'auteur. Une tentative de diagramme TTT (voir Figure 1.2) regroupant l'ensemble des phases décrites dans la partie 1.1.iii a été effectuée par Mons (Mons, 1996). Cependant, il peut être observé que les courbes correspondant à la phase  $\gamma''$  sont incomplètes et dispersées.

Les différentes techniques employées seront décrites dans cette partie. Les principes ainsi que la description des essais menés et les résultats attendus de l'utilisation de ces techniques seront exposés. Enfin, les résultats obtenus seront présentés.

Tout d'abord, la technique d'observation de la taille de grain sera décrite. Cette technique est utilisée pour caractériser la microstructure du lopin de base (Annexe B).

Ensuite, les essais de DSC ont été menés afin de déterminer les domaines de précipitation des phases intermétalliques de l'Inconel 718®.

Afin de mesurer la distribution de taille des précipités  $\gamma''$  ainsi que sa fraction volumique pour les traitements thermiques présents dans la partie 1.2, deux méthodes complémentaires ont été

utilisées. D'un côté, les essais de Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA) sont basés sur l'analyse d'un large volume d'échantillon (de l'ordre du  $\text{mm}^3$ ), donnant accès à des mesures statistiquement fiables concernant la fraction volumique et le rayon moyen des précipités. D'un autre côté, les observations de Microscopie Electronique en Transmission (MET) et en balayage (MEB) sont très localisées et permettent d'obtenir avec précision la taille, la forme et les informations sur la cristallographie des phases observées.

Enfin, des essais utilisant le Pouvoir Thermoélectrique (PTE) ont été effectués. Cette technique indirecte permet de suivre l'évolution de la précipitation dans cet alliage. Les résultats sont malheureusement incomplets, cependant le principe de cette technique ainsi que les résultats obtenus sont présentés en Annexe C.

Le tableau ci-dessous (Table 1.4) présente les techniques de caractérisation microstructurale utilisées au cours de ces travaux. Les informations qu'il est possible d'obtenir avec chaque technique, ainsi qu'une indication sur la facilité et le temps nécessaire aux mesures et au traitement des données, y sont également disponibles.

**Table 1.4. Techniques expérimentales de caractérisation microstructurale**

 Facile/temps court    
  Délicat/temps moyen    
  Très difficile ou impossible / Temps long

	$f_v$ (fraction volumique)			Taille			Composition chimique			Domaine de précipitation			Structure cristallographique / paramètres de maille			Temps		
	$\gamma'$	$\gamma''$	$\delta$	$\gamma'$	$\gamma''$	$\delta$	$\gamma'$	$\gamma''$	$\delta$	$\gamma'$	$\gamma''$	$\delta$	$\gamma'$	$\gamma''$	$\delta$	Préparation échantillon	Mesures	Traitement
DSC																		
DNPA																		
MEB																		
MET																		
PTE																		

DSC : Differential Scanning Calorimeter

DNPA : Diffusion des Neutrons aux Petits Angles

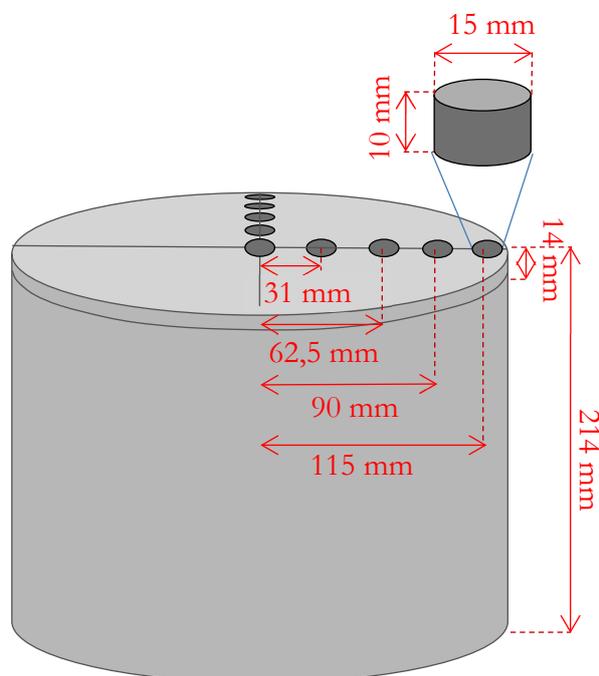
MEB/MET : Microscope Electronique à Balayage / en Transmission

PTE : Pouvoir Thermoélectrique

Ce tableau (loin d'être exhaustif) permet néanmoins de s'apercevoir de la nécessité de combiner plusieurs techniques afin d'avoir une information complète sur la précipitation des phases intermétalliques.

### 1.3.i. Observation de la taille de grain

Les échantillons nécessaires à l'observation de la taille de grain ont été prélevés au sein du lopin de 86 kg, pour cela une tranche de 14 mm de longueur a été prélevée par électroérosion à fil au sommet du lopin. Les éprouvettes cylindriques de 15 mm de diamètre et 10 mm de hauteur ont également été prélevées par électroérosion dans cette tranche. 9 échantillons ont été prélevés à différentes distances du centre comme illustré dans la Figure 1.16.



2 échantillons à 115 mm du centre

2 échantillons à 90 mm du centre

2 échantillons à 62,5 mm du centre

2 échantillons à 31 mm de centre

1 échantillon au centre

Les échantillons ont été laissés dans leur état d'origine (état ER).

Ils ont été polis manuellement avec une polisseuse rotative en utilisant des papiers de plus en plus fins puis avec une solution contenant des grains de silice de 3  $\mu\text{m}$ . Suite à cette opération, les échantillons sont considérés comme étant polis miroir.

Figure 1.16 - Schéma de prélèvement des échantillons

Les échantillons sont attaqués chimiquement, afin de révéler leur microstructure. Ils sont plongés environ 30 secondes dans une solution de Pratt à température ambiante. La composition de cette solution est la suivante :

- 600 mL de HCl à 35 %
- 19 mL de  $\text{HCNO}_3$  à 60 %
- 125 mL de  $\text{FeCl}_3$
- 256 mL de  $\text{H}_2\text{O}$  déionisée

Après avoir été attaqués chimiquement, les échantillons ont été observés au microscope optique. Les photos prises ont été traitées avec le logiciel ImageJ afin de déterminer une taille moyenne de grain sur chaque échantillon. Ce logiciel permet également d'obtenir la distribution de taille de grain. La procédure pour le traitement d'image est la suivante :

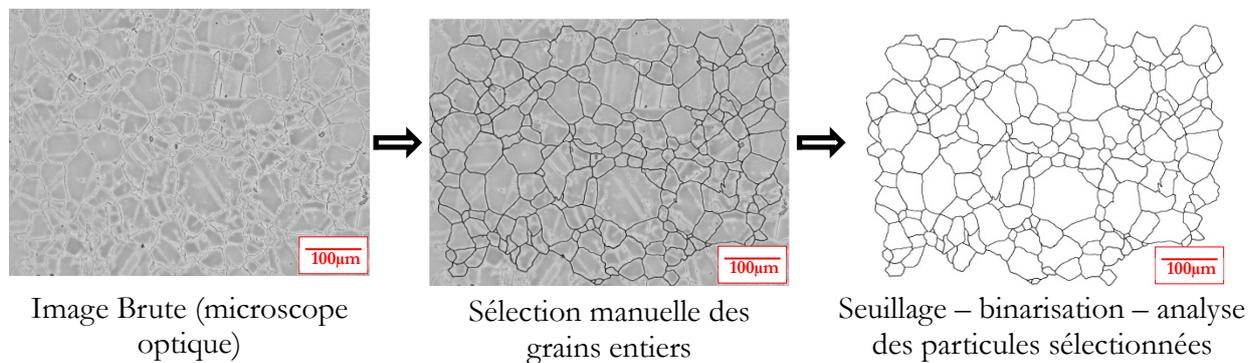


Figure 1.17 - Méthode d'analyse de la taille de grain

La sélection des grains se fait manuellement par une technique de décalquage. Ce logiciel permet d'obtenir l'aire (en  $\mu\text{m}$ ). Pour chaque échantillon, 5 images ont été effectuées, puis traitées avec cette technique afin d'avoir un minimum de 140 grains pris en compte pour avoir une moyenne représentative de tout l'échantillon.

Ensuite, la taille des grains a été exprimée en ASTM (NF EN ISO 643, 2013) à partir de l'aire moyenne des grains grâce à la relation:  $G = -1,443 \cdot \ln(A) + 16,978$  (voir Annexe A). Cette technique a été utilisée dans le cadre de l'étude du lopin de base, présentée dans l'Annexe B.

### *1.3.ii. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)*

La deuxième technique de caractérisation microstructurale employée est la calorimétrie différentielle à balayage ou DSC (Differential Scanning Calorimetry). C'est une technique d'analyse thermique classique permettant de déterminer des domaines de températures auxquels le matériau étudié subit des changements microstructuraux. Elle est utilisée pour un grand nombre de matériaux, allant des polymères aux superalliages, c'est une technique d'analyse globale qualitative et quantitative. Le principe de la DSC est expliqué en Annexe D.

Elle permet de connaître :

- la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) des polymères, verres métalliques et des liquides ioniques
- les températures de fusion et de cristallisation
- les températures de transformation de phases pour les alliages métalliques
- les températures de précipitation et de dissolution des précipités

Cette dernière possibilité est celle ayant motivé l'utilisation de cette technique. Le but étant, avec la DSC, de déterminer les intervalles de précipitation et de dissolution des phases intermétalliques :  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ , afin tout d'abord de mieux connaître l'alliage étudié et surtout de pouvoir maîtriser au mieux les futurs traitements thermiques de vieillissement.

Cela permettra d'obtenir les connaissances nécessaires à la mise en place de toutes les autres techniques de caractérisation, au cours desquelles le but sera de faire précipiter chaque phase le plus indépendamment possible pour observer leur cinétique de précipitation pendant divers traitements isothermes.

Les essais DSC décrits ci-dessous ont été menés au laboratoire SIMAP – Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés, Equipe TOP (UMR CNRS INPG UJF 5266) à l'école PHELMA Grenoble INP avec l'aide précieuse de Annie Antoni-Zdziobek, maître de conférences. La machine utilisée est illustrée Figure 1.18, il s'agit d'un instrument Setaram DSC/Multi High Temperature Calorimeter HTC.

L'analyseur de la machine utilisée mesure le flux de chaleur échangé entre l'échantillon et le témoin. Les thermocouples en contact avec les creusets permettent la mesure d'une différence de potentiel entre chaque fil de thermocouple. Une bande métallique de conductivité thermique connue, en série avec les capteurs, fournit un signal électrique proportionnel au flux de chaleur échangé entre l'échantillon et le témoin. Le signal obtenu est donné sous forme d'une différence

de potentiel exprimée en  $\mu\text{V}$ . Les résultats sont donc présentés sous la forme d'une tension (qui correspond au flux de chaleur échangé entre l'échantillon et le témoin) en fonction de la température.



Figure 1.18 - Machine DSC utilisée au laboratoire SIMAP

Les échantillons utilisés ont été prélevés dans le lopin de 86 kg, tous à une même distance du centre du lopin afin d'avoir la même microstructure de départ. Ce sont des cylindres de 6 mm de diamètre et 15 mm de hauteur (Figure 1.19). Les creusets utilisés sont en alumine également de forme cylindrique de diamètre 7 mm et de longueur 22 mm.

Avant de subir les rampes de températures, les échantillons ont été pesés et mesurés précisément afin de calibrer la machine DSC.

La rampe de température avait pour objectif d'observer les températures de début et de fin de précipitation et de dissolution au chauffage puis au refroidissement des trois phases intermétalliques d'intérêt dans notre alliage (phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ ). Ce premier traitement thermique était un essai de DSC classique, contrairement aux trois autres.

Les trois autres traitements thermiques étaient des tests d'une utilisation plus "exotique" de la DSC : le but recherché était l'observation de la cinétique de précipitation des phases intermétalliques (la phase  $\delta$  pour le palier à  $982^\circ\text{C}$ ,  $\gamma''$  pour  $760^\circ\text{C}$  et  $\gamma'$  à  $620^\circ\text{C}$ ). Pour cela, la montée en température s'est effectuée à la vitesse de chauffe maximale pour cette machine (à  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ) et l'analyse des résultats était concentrée sur le palier afin d'observer indirectement la précipitation en fonction de la température.

Les résultats obtenus par cette technique sont présentés dans la partie 1.4.i.

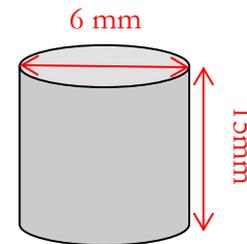


Figure 1.19 - Echantillons pour essais DSC

### 1.3.iii. Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA)

Afin de calibrer la modèle de précipitation de la phase  $\gamma''$  présenté dans le Chapitre 2, la détermination de la fraction volumique à l'équilibre en fonction de la température est nécessaire. La technique non-destructrice de Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (ou DNPA) est une technique efficace de détermination quantitative de la fraction volumique de petits précipités tel  $\gamma''$  ainsi que de leur facteur de forme et leur rayon moyen. La stœchiométrie des précipités à analyser, ainsi que leur cristallographie, sont utilisées comme données d'entrée afin de traiter les mesures de diffusion.

#### a. Principe des mesures de DNPA

Les essais de DNPA ont été menés au laboratoire Léon Brillouin (LLB), situé au Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) à Saclay. Le spectromètre Paxy (Figure 1.20) de sept mètres de long a été utilisé.

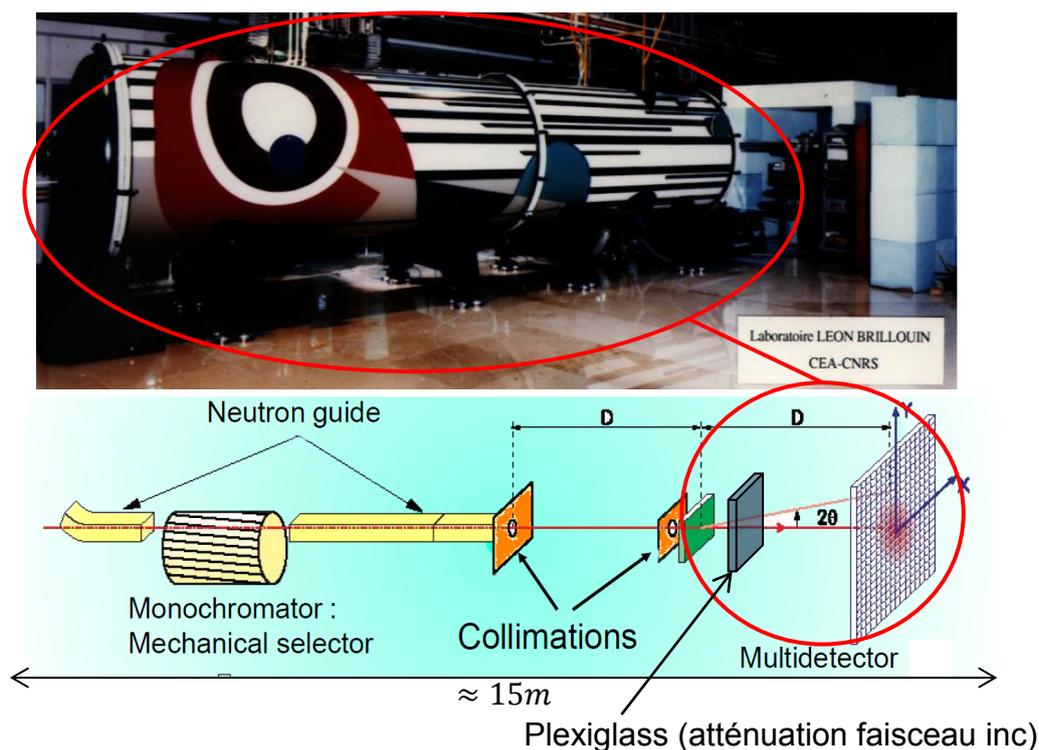


Figure 1.20 - Spectromètre Paxy (LLB, CEA Saclay)

Le flux de neutrons produit par le réacteur nucléaire au centre de l'installation est envoyé dans les guides à neutrons jusqu'au spectromètre. Ce flux va traverser un sélecteur de vitesse qui laisse passer uniquement les neutrons ayant la même longueur d'onde  $\lambda$  ( $3 \text{ \AA} < \lambda < 25 \text{ \AA}$ ). Ensuite, le flux entre dans le collimateur qui va concentrer le rayon :  $\varnothing \approx 7,6 \text{ mm}$ . Le faisceau atteint enfin l'échantillon qui va le faire diffuser de plusieurs façons. Le détecteur est placé derrière

l'échantillon, il est composé de 128 x 128 cellules de comptage de coup de neutrons. Entre l'échantillon et le détecteur, une pièce en plexiglass est placée afin d'atténuer le faisceau incident pour éviter une dégradation des cellules de comptage. Le détecteur est frappé par les neutrons diffusés et va compter le nombre de percussions sur chaque cellule, ce qui permet d'obtenir une distribution surfacique du nombre de neutrons. Le faisceau direct est arrêté par un « beam stop » afin de ne pas détériorer les cellules de détection. Les résultats obtenus sont semblables à la Figure 1.21.

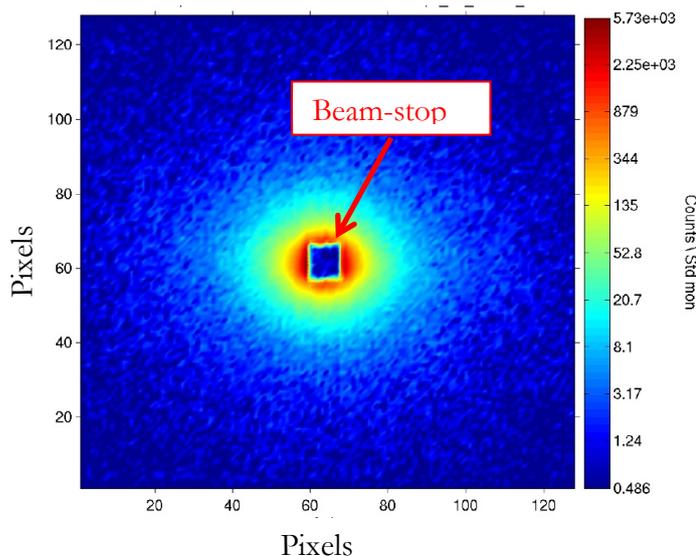


Figure 1.21 - Exemple de spectre de diffusion de DNPA

*b. Description des essais menés*

Les échantillons sont des parallélépipèdes rectangles de 1 cm x 1 cm x 1 mm (Figure 1.22) prélevés dans le lopin de 86 kg à une même distance de son centre. Ces échantillons ont subi les traitements thermiques décrits dans la partie 1.2. Ils ont été placés par la suite dans les porte-échantillons (Figure 1.23).

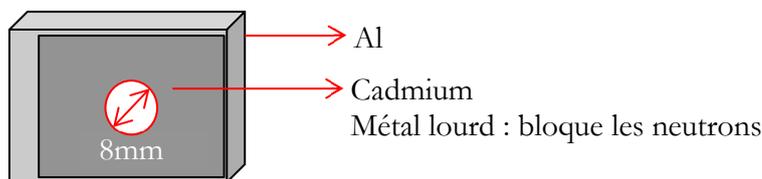
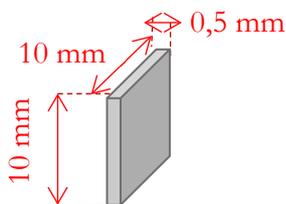


Figure 1.22 - Echantillons de DNPA

Figure 1.23 - Porte échantillon pour les essais de DNPA

Le détecteur a été placé dans deux différentes configurations (voir Table 1.5). Tous les échantillons ont été testés dans les deux configurations.

**Table 1.5. Configurations des essais de DNPA**

	Configuration 1	Configuration 2
Longueur d'onde (nm)	0,6	0,96
Distance détecteur-échantillon(m)	2	5
Gamme de rayons observables (nm)	$0,5 < r_p < 4$	$2 < r_p < 17$

Effectuer plusieurs configurations permet la détection d'une plus large gamme de rayon (ici les précipités ayant un rayon compris entre 0,5 et 17 nm, ce qui correspond aux phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ ).

Le traitement des données est très long et difficile afin de parvenir aux paramètres microstructuraux intéressants dans le cadre de cette étude : la fraction volumique précipitée, le rayon moyen de ces particules et leur facteur de forme  $q$  (voir Figure 1.10). La méthode utilisée afin de traiter les mesures brutes est présentée en Annexe E.

Le rayon moyen, la fraction volumique et le facteur de forme de la phase  $\gamma''$  déterminés par la méthode de DNPA sont présentés dans la partie 1.4.ii.c. Les incertitudes ont été déterminées en modifiant légèrement les données d'entrée du modèle de sphères dures (présenté dans l'Annexe E) jusqu'à l'apparition d'un écart entre les données expérimentales et simulées par ce modèle.

### *1.3.iv. Observations de microscopie électronique en transmission et à balayage MET et MEB*

Du fait de sa petite taille, la phase  $\gamma''$  est difficilement observable par des méthodes simples. Une technique efficace est la Microscopie Electronique en Transmission (MET). Ainsi, de nombreuses études ont utilisé cette technique d'observation en vue d'étudier sa précipitation, tout particulièrement sa morphologie en fonction du temps et de la température (Devaux, et al., 2008), (Cozar & Pineau, 1973), (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1992), (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994), (Gao, Chen, & Harlow, 1996) ou pour étudier son effet sur le durcissement structural de l'alliage 718 (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974).

Cette technique d'observation a été utilisée afin de mesurer la distribution de taille des précipités  $\gamma''$  et le facteur de forme  $q = \frac{2r_p}{T_p}$ , avec  $r_p$  est le rayon moyen et  $T_p$  l'épaisseur moyenne des précipités. Ces résultats seront utilisés comme données de validation du modèle de précipitation (voir Chapitre 2).

La technique de MET permet en théorie de déterminer la fraction volumique mais les incertitudes de mesures sont importantes, car l'épaisseur locale de la lame mince est difficile à déterminer. De plus, le MET étant une technique très locale, la fraction volumique mesurée ne sera peut-être pas représentative de tout l'échantillon. Le choix a donc été fait de ne pas utiliser cette technique pour mesurer la fraction volumique.

#### *a. Observation MEB*

En vue de simplifier les observations microstructurales, des observations MEB ont été effectuées. Cependant, les précipités étant de taille nanométrique, la résolution du MEB ne permet que difficilement d'aller à de telles échelles. Le principe de la microscopie électronique à balayage (MEB) est disponible en Annexe F.

L'échantillon, initialement à l'état de réception, a subi un traitement thermique de remise en solution, puis un second à 980°C/10min suivi d'un refroidissement contrôlé à 10°C/min afin d'obtenir de gros précipités  $\gamma''$ .

L'échantillon a ensuite subi un polissage mécanique sur des tapis de polissage ayant une taille de grains abrasifs décroissante, jusqu'à un polissage par une solution d'alumine de diamètre 0,25  $\mu\text{m}$ . L'échantillon est alors poli miroir puis sera attaqué pour révéler la microstructure.

L'attaque proposée par A. Niang dans sa thèse (Niang, 2010) pour révéler la phase  $\gamma''$  est la suivante : mélange de 460 ml d'acide phosphorique, 25 ml d'acide sulfurique et 50 g de  $CrO_3$ , sous 4 Volts pendant 7 à 8 secondes. Cette attaque est cependant risquée (le  $CrO_3$  étant un CMR (Cancérogène, Mutagène et Toxique)), une alternative d'attaque a été choisie : le polissage ionique. La machine utilisée est un polisseur ionique de type Gatan Illion. Il s'agit d'une technique de polissage de finition en vue d'une observation MEB ou d'une cartographie EBSD. L'échantillon est bombardé par des ions accélérés entre 1 et 10 KeV permettant d'arracher les atomes à la surface de l'échantillon, ce qui permet d'obtenir une surface très lisse. Cette technique a l'avantage de pouvoir être appliquée à la plupart des matériaux homogènes et hétérogènes comme les métaux, céramiques, semi-conducteurs, etc. Elle permet également l'élimination de l'oxydation superficielle qui a pu être créée durant les étapes de polissage précédentes. Cette technique permet également de révéler la microstructure par contraste topologique. L'effet d'une telle attaque peut être observé grâce à un microscope optique (Figure 1.24).

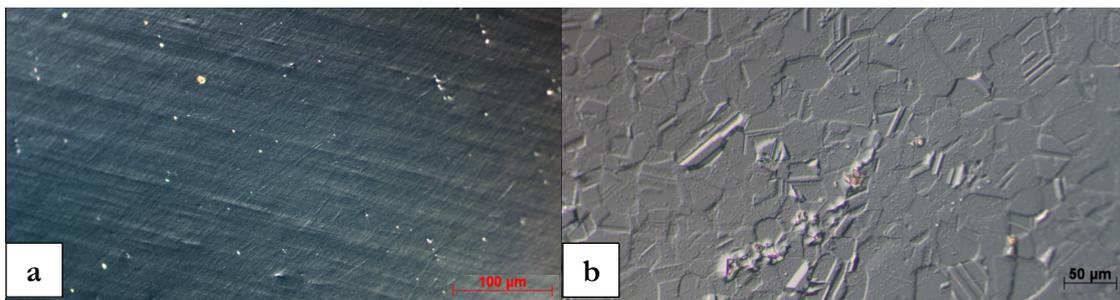


Figure 1.24 – Observation de l'effet de l'attaque ionique: a) non attaqué, b) attaqué (cette étude)

### *b. Observation MET*

Le principe de la microscopie électronique en transmission (MET) est expliqué en Annexe G.

#### **Préparation des échantillons :**

Des échantillons ont été prélevés proches du bord du lopin de 86 kg (au niveau radial) et également proches de la surface (au niveau de la hauteur). Les échantillons de base sont de petits parallélépipèdes rectangles de 1 cm x 1 cm x 0,5 mm prélevés tel que schématisé sur la Figure 1.25. Tous les échantillons ont été prélevés à la même distance du centre du lopin afin d'obtenir des microstructures de départ similaires.

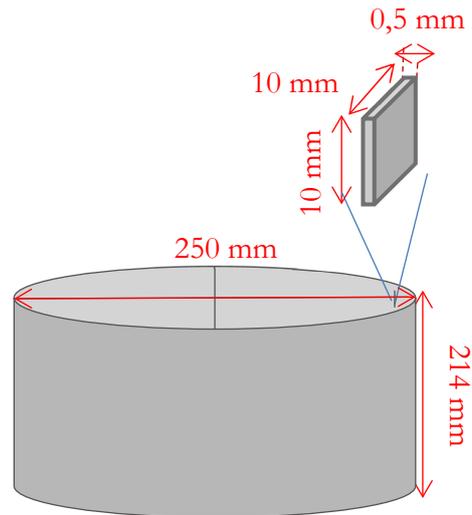


Figure 1.25 - Prélèvement des échantillons pour les observations MET

Après avoir subi les traitements thermiques présentés dans la Table 1.2, les échantillons sont préparés en vue d'une observation MET :

- tout d'abord, ils sont polis manuellement jusqu'à une épaisseur de 0,10 à 0,15 mm,
- ensuite, ces échantillons amincis sont poinçonnés afin d'extraire des disques pour observation MET d'une taille classique d'un diamètre de 3 mm,
- ces disques sont ensuite polis électrochimiquement grâce à une machine Struers Tenupol, en utilisant l'électrolyte A2 de chez Struers à une température d'environ  $-15^{\circ}\text{C}$  et une tension de 24,5 V. Le polissage électrochimique a pour but de faire apparaître un trou au centre de l'échantillon de manière à avoir des bords, autour de ce trou, les plus fins possible, comme illustré dans la Figure 1.26. Les observations MET seront effectuées dans ces zones minces.

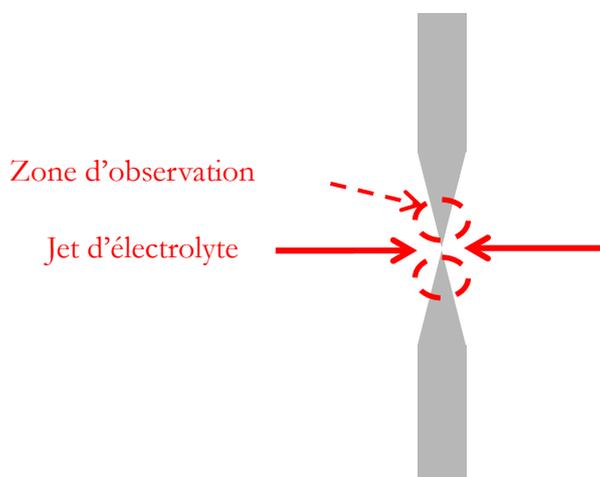


Figure 1.26 - Amincissement par attaque électrolytique

### Obtention des images des précipités $\gamma'$ et $\gamma''$ :

Les observations ont été menées sur un MET JEOL 2010F, fonctionnant à 200 kV, au Consortium Lyonnais de Microscopie (CLYM), situé à l'Université de Lyon (France).

Les phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  étudiées ont des structures proches et sont cohérentes, leurs taches peuvent donc être confondues avec celles de la matrice  $\gamma$ . Cependant, des taches de surstructures sont présentes car ces phases sont ordonnées, ce qui permet de les observer en mode champ sombre et donc d'effectuer des mesures de taille précises quand la matrice est orientée en axe de zone  $[001]_\gamma$  (Gao & Wei, 1995) (Gao, Chen, & Harlow, 1996) (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1992) (Niang, 2010).

Le schéma d'un cliché de diffraction classique obtenu, ainsi qu'un exemple obtenu lors de cette étude, sont présentés sur la Figure 1.27. De cette manière, les trois variants de la phase  $\gamma''$  peuvent être observés indépendamment en faisant une image en champ sombre à partir des taches 110 (variant 1 : une ellipse avec un rapport  $\frac{\text{grand axe}}{\text{petit axe}} \approx 1$  correspondant au-dessus des « disques » de  $\gamma''$  devrait être observé, cependant les précipités  $\gamma''$  ne sont pas des disques parfaits mais plutôt des ellipsoïdes),  $1\frac{1}{2}0$  (variant 2 : le disque sera vu de côté, une ellipse avec un rapport  $\frac{\text{grand axe}}{\text{petit axe}} > 1$  sera donc observé) et la tache  $\frac{1}{2}10$  (variant 3 ayant sensiblement la même forme que le variant 2).

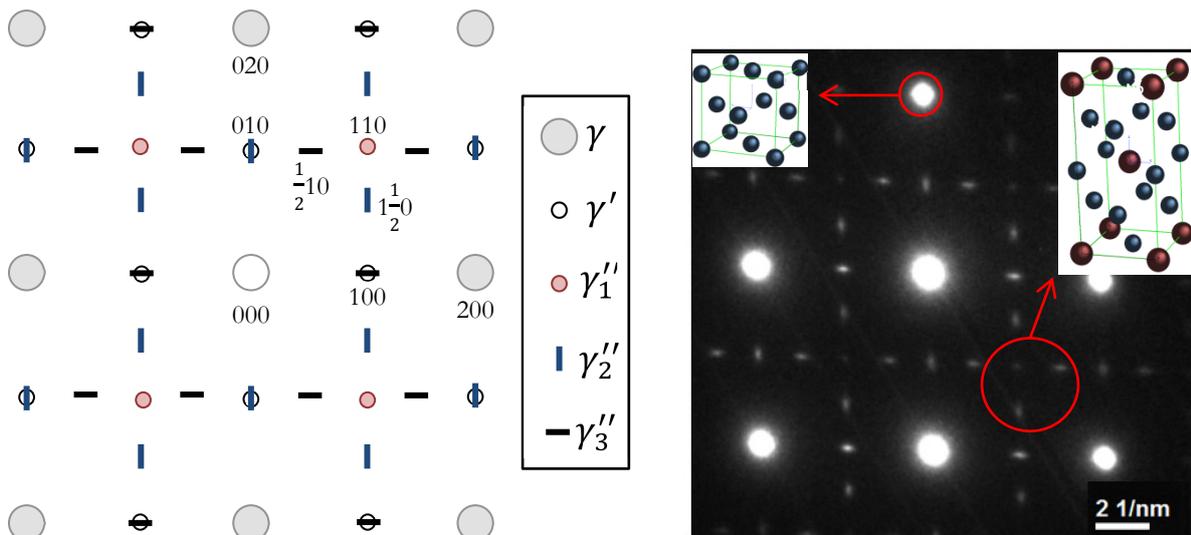


Figure 1.27 - (gauche) Schéma d'un cliché de diffraction pour un échantillon orienté en  $[001]_\gamma$ . (droite) Cliché de diffraction expérimental (après un traitement thermique de 760°C/2h)

Avec une orientation  $[001]_{\gamma}$ , les trois variants donnent trois taches différentes correspondant aux réflexions d'une sous-structure aux positions  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  et  $\{1\frac{1}{2}0\}$  (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1992). Afin d'observer seulement la phase  $\gamma''$ , la réflexion de sous-structure  $\{1\frac{1}{2}0\}$  est utilisée afin de faire des images en champ sombre d'un seul variant de la phase  $\gamma''$ . Un exemple d'image en champ sombre centré sur la réflexion de sous-structure  $\{1\frac{1}{2}0\}$  pour chaque traitement thermique étudié est présent en Figure 1.34.

Les images en champ sombre pour les différents traitements thermiques sont utilisées pour la détermination de la distribution de taille et du facteur de forme de la phase  $\gamma''$ . Les résultats sont présents dans la partie 1.4.ii. Afin de tracer ces distributions de taille, la mesure manuelle grâce au logiciel ImageJ est effectuée sur chaque particule clairement visible sur les clichés. Cela permet alors l'obtention d'une distribution statistique de la taille des précipités.

Les précipités  $\gamma'$  ont été bien révélés en imagerie STEM-HAADF (voir Figure 1.36).

## 1.4. Synthèse des résultats et discussion

### 1.4.i. Domaine de précipitation des phases intermétalliques : résultats de DSC

#### a. Rampe 1100°C – chauffe

La rampe jusqu'à 1100°C a tout d'abord été effectuée afin de vérifier les températures d'apparition des phases intermétalliques. En traçant le signal de la machine DSC en fonction de la température, il est possible de déterminer la position des pics correspondant à la précipitation (voir Figure 1.28).

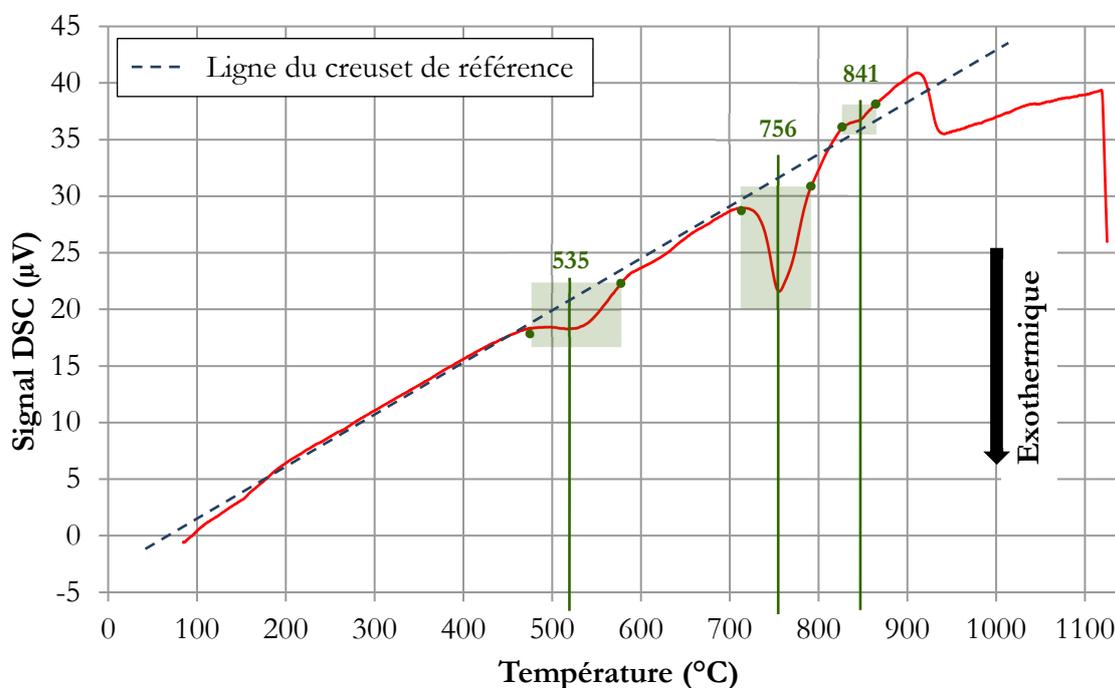


Figure 1.28 - Résultats DSC Rampe 1100°C (chauffe à 2°C/min)

Trois pics exothermiques apparaissent clairement sur cette courbe : le premier centré autour de 535°C, le deuxième à 756°C et un troisième à 841°C.

Pour savoir à quels phénomènes correspondent ces pics, il est possible de se référer à plusieurs études ayant utilisé cette technique sur l'alliage 718 (Slama & Cizeron, 1997), (Niang, 2010), (Yang, Chang, Mannan, & deBarbadillo, 1997). Les phénomènes exothermiques observés correspondent à une précipitation de phases, la dissolution de ces phases se traduit, quant à elle, par des phénomènes endothermiques.

L'intervalle de température allant de 473°C à 583°C correspond à la précipitation de la phase  $\gamma'$ , le deuxième pic situé entre 708°C et 791°C correspond à la précipitation de la phase  $\gamma''$  et le dernier pic moins important correspond à la transformation  $\gamma'' \rightarrow \delta$  entre 834 et 863°C. Ces intervalles de précipitation sont valables pour cette vitesse de chauffe. En effet, la vitesse de chauffe a une influence sur la quantité de phase présente mais aussi sur leur température d'apparition et de dissolution. A. Niang *et al.* (Niang, Viguiier, & Lacaze, 2010) et C. Slama *et al.* (Slama & Cizeron, 1997), entre autres, ont étudié cet effet de la vitesse de chauffe et de refroidissement. A. Niang a ainsi montré que la température de solvus de la phase  $\delta$  varie linéairement avec la vitesse de chauffe (pour une vitesse comprise entre 5 et 20°C/s). C. Slama a étudié l'effet de la vitesse de refroidissement sur les domaines de précipitation des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  puis a tracé le diagramme de Transformation en Refroidissement Continu (TRC) de l'alliage 718.

Au-delà de 900°C, un décalage important entre la ligne de base et celle correspondant à l'alliage 718 apparaît. Il ne s'agit ni d'une précipitation ni d'une dissolution. Ce décalage est principalement dû à la différence importante de capacité calorifique et conductivité thermique entre l'échantillon (alliage 718) et la référence (air). Yang *et al.* (Yang, Chang, Mannan, & deBarbadillo, 1997) ont mis en relief ce problème.

### *b. Isothermes 982 – 760 – 620°C / 20h – chauffe*

Avec ces traitements à chauffe « rapide » suivie d'un long palier à haute température, le but était d'observer une cinétique de précipitation pour chacune des phases intermétalliques de l'alliage. Pour ce faire, le signal DSC en fonction du temps a été tracé pour l'ensemble de l'essai (graphes a), c) et e)).

Le palier à 982°C a été prévu pour observer la phase  $\delta$ , le palier à 760°C pour l'observation de la phase  $\gamma''$  et le palier à 620°C pour la phase  $\gamma'$ .

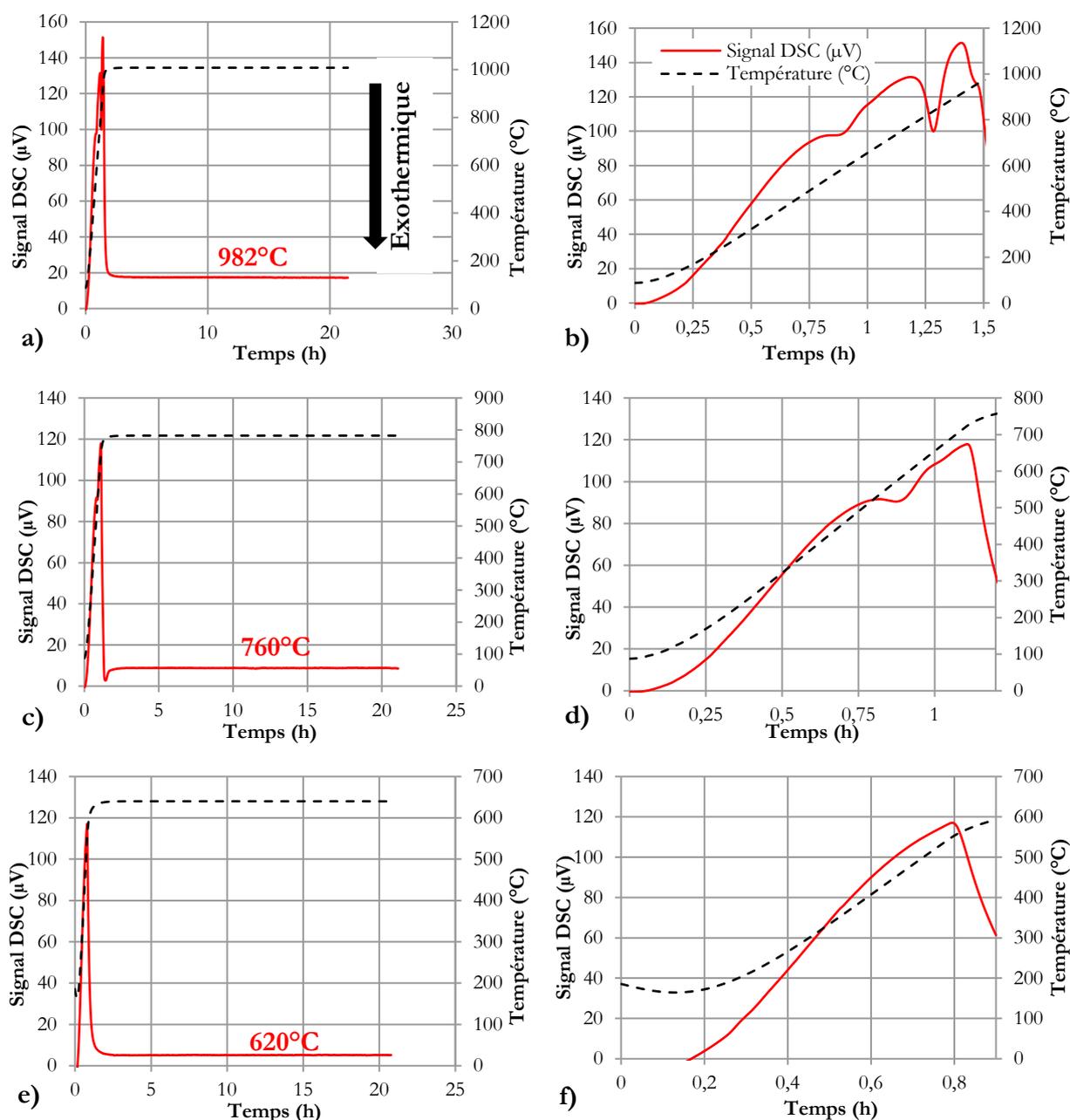


Figure 1.29 - Signal DSC=f(t) - a) Chauffe+palier 982°C, b) Zoom chauffe 982°C (10°C/min), c) Chauffe+palier 760°C, d) Zoom chauffe 760°C (10°C/min), e) Chauffe+palier 620°C, f) Zoom chauffe 620°C (10°C/min)

Après une première observation rapide, aucun évènement exothermique ni endothermique n'est visible pendant le palier. Cependant, une analyse de la chauffe « rapide » précédant ces paliers (voir graphes b), d) et f)), permet de remarquer de tels phénomènes. En effet, pour les chauffes allant jusqu'à 1008°C (consigne à 982°C) et 782°C (consigne à 760°C), des phénomènes exothermiques correspondant à des précipitations de phases intermétalliques sont présents.

Cette absence de précipitation pendant le palier s'explique donc par le fait que toutes les phases pouvant précipiter à la température du palier ont déjà précipité pendant le chauffage. La machine utilisée permet d'avoir une vitesse de chauffe maximale de 10°C/min ce qui est très insuffisant pour éviter toute précipitation avant l'atteinte du palier.

Cependant, ces essais ont permis d'obtenir des intervalles de précipitation des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  qui précipitent dans ces domaines de températures, pour une autre vitesse de chauffe que celle de la rampe à 1100°C. Pour cela, les signaux DSC en fonction de la température pour les chauffes allant jusqu'à 1008 et 782°C ont été analysés (voir Figure 1.30).

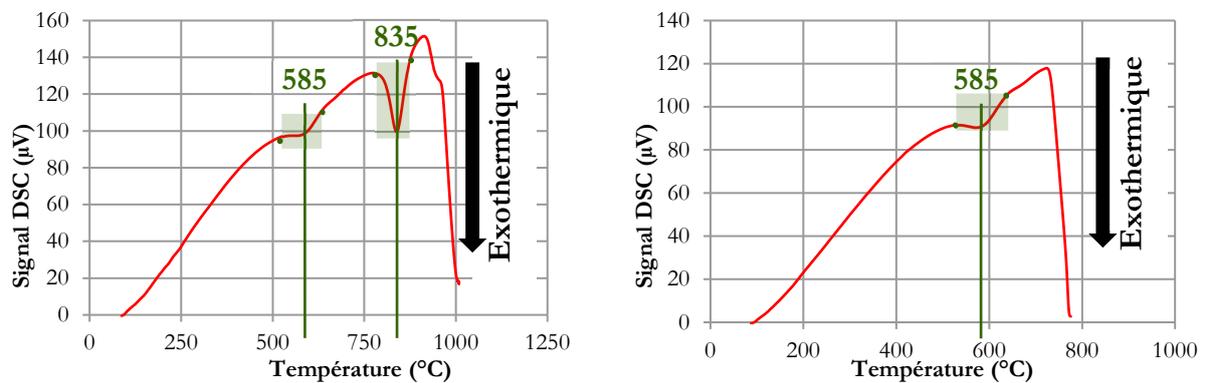


Figure 1.30 - Signal DSC=f(T) – a) Chauffe 982°C (10°C/min), b) Chauffe 760°C (10°C/min)

Contrairement à la rampe jusqu'à 1125°C, la ligne de base permettant de mieux voir les pics ne peut pas être tracée, puisqu'au niveau des pics la température se stabilise très vite, ce qui a pour effet de courber cette ligne avant de la briser subitement quand la température souhaitée est atteinte.

Les intervalles de précipitation pour une vitesse de chauffe de 10°C/min peuvent cependant être déterminés : 530-633°C pour la précipitation de  $\gamma'$  (même intervalle sur les deux courbes) et 785-880°C pour  $\gamma''$ .

### c. Refroidissement suite aux isothermes

Les données concernant le refroidissement de l'ensemble des essais sont tracées sur la Figure 1.31 présentant le signal DSC en fonction de la température.

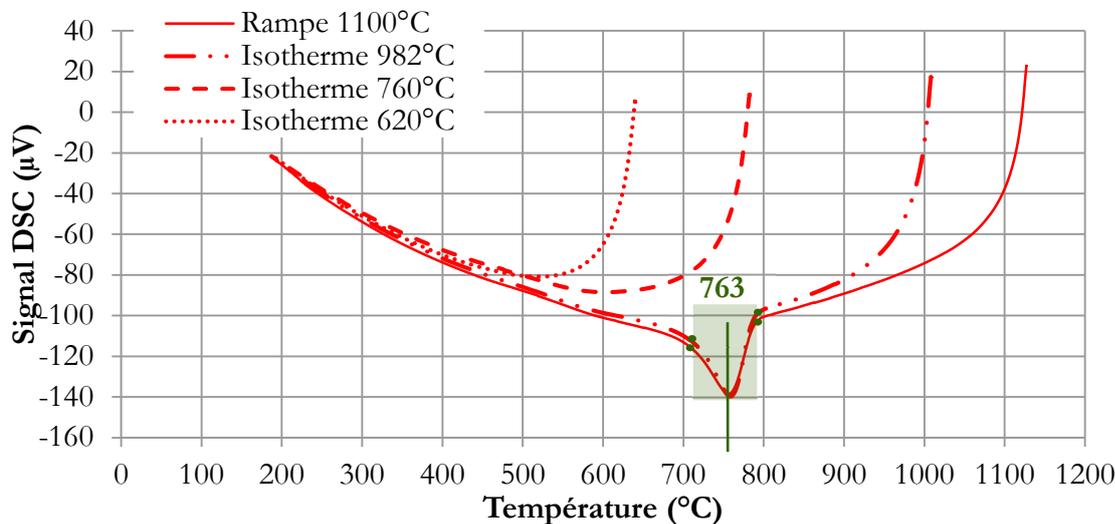


Figure 1.31 - Signal DSC=f(T) - refroidissement

Lors du refroidissement après la rampe à 1100°C et l'isotherme à 982°C, un important pic entre 700°C et 790°C avec un maximum à 763°C apparaît. Les vitesses de refroidissement programmées étaient les mêmes (10°C/min, les vitesses réelles étaient de 9,3°C/min pour la rampe à 1100°C et de 8,3°C/min pour le traitement à 982°C). A. Niang (Niang, 2010) et C. Slama *et al.* (Slama & Cizeron, 1997) ont observé exactement le même pic unique lors du refroidissement (650-790°C, maximum à 750°C. pour C. Slama *et al.* et 720-800°C avec un maximum à 765°C pour A. Niang). C. Slama *et al.* ont déterminé que ce pic correspondait à la précipitation conjointe de  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ .

Le refroidissement de l'isotherme programmé à 760°C (782°C réel) donne également des informations intéressantes : en effet, la précipitation de la phase  $\gamma'$  a bien eu lieu lors du chauffage. Si au refroidissement aucun pic exothermique n'est observé, la déduction peut être faite que la température de solvus de la phase  $\gamma'$  n'est pas atteinte à 782°C. Dans le cas contraire, lors du maintien de 20h à haute température, cette phase aurait eu le temps de disparaître totalement et elle aurait précipité de nouveau durant le refroidissement.

### d. Bilan des résultats de DSC

Afin de vérifier ces résultats, il est important de les confronter avec ceux des autres études menées sur le sujet : la Figure 1.32 résume les résultats de cette étude ainsi que ceux de A. Niang *et al.* (Niang, Viguier, & Lacaze, 2010) et C. Slama *et al.* (Slama & Cizeron, 1997).

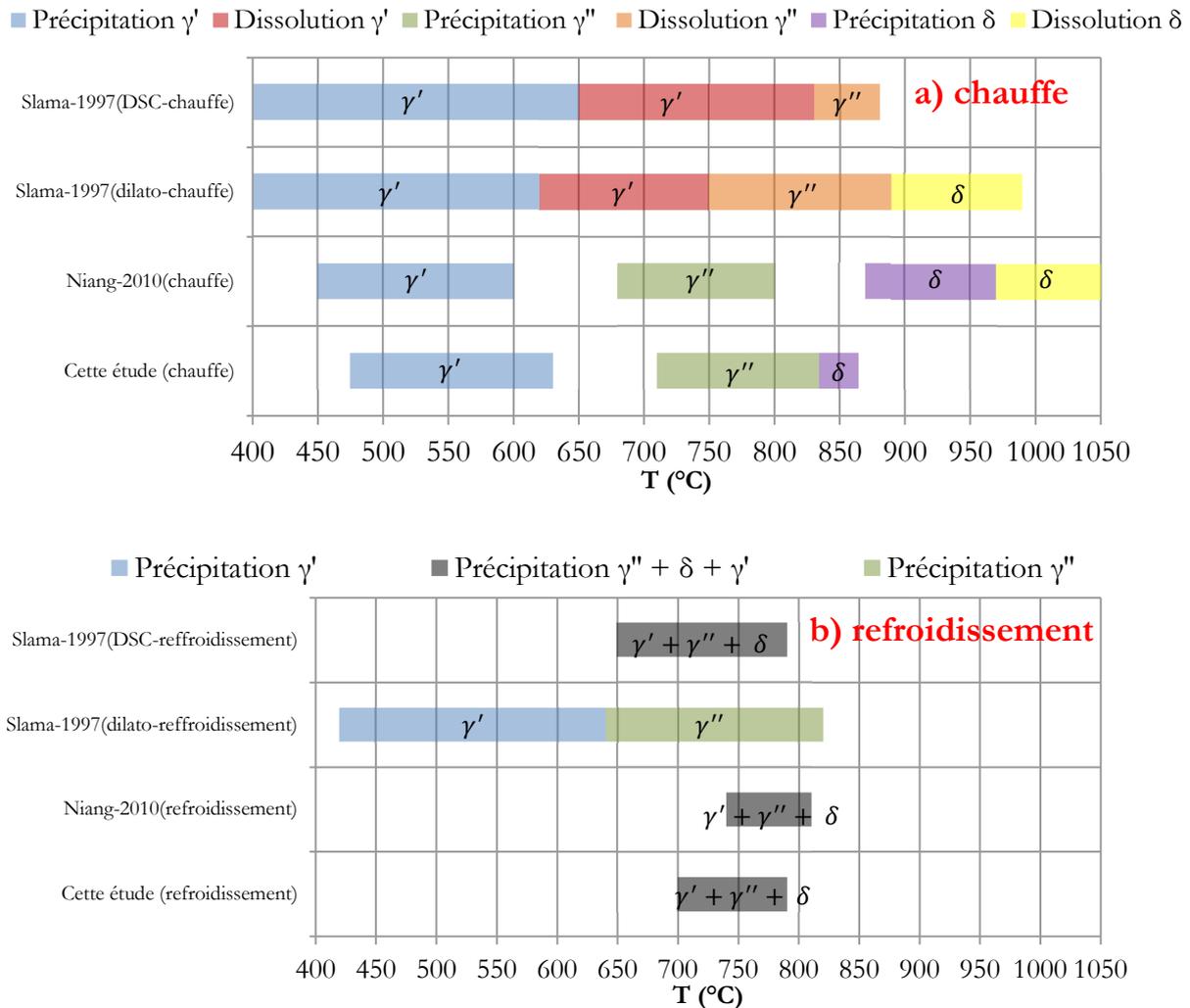


Figure 1.32 - Confrontation résultats DSC : a) chauffe b) refroidissement

Ces graphes présentent les résultats de diverses études sur les domaines de précipitation des phases intermétalliques dans l'alliage 718. Ce sont principalement des mesures de DSC mais aussi de dilatométrie. Les essais de dilatométrie et de DSC de C. Slama ont été menés avec une vitesse de chauffe de 5°C/min sous argon. Les essais de DSC de A. Niang consistent en des rampes de 20°C jusqu'à 1050°C, à des vitesses de 5, 10 et 20°C/min, le refroidissement s'est fait à 10°C/min. Dans cette étude, les vitesses de chauffe étaient de 2 et 10 °C/min, les vitesses de refroidissement étaient de 8,3 et 9,3 °C/min.

Les résultats obtenus lors de cette étude sont parfaitement en accord avec les autres études menées sur ce sujet, avec cependant un décalage de domaine de précipitation de la phase  $\delta$  par rapport aux résultats de A. Niang. Les domaines de dissolution n'apparaissent malheureusement pas clairement sur les graphiques de cette étude, cependant C. Slama a centré son étude sur l'observation de la dissolution des phases intermétalliques. Les compositions chimiques des alliages des deux travaux issus de la littérature ainsi que de cette étude ne sont pas strictement identiques ce qui peut expliquer en partie les différences de mesures observées.

Cette étude menée en début de thèse a permis de mieux connaître cet alliage ainsi que de déterminer les domaines de précipitation des trois phases intermétalliques de l'alliage 718 étudié. Cela permet de mieux maîtriser les traitements thermiques de précipitation qui serviront soit à déterminer des données d'entrée ou de calage du modèle de prédiction microstructural, soit à déterminer des données de validation.

## 1.4.ii. Détermination de la taille et forme de la phase $\gamma''$ : résultats des observations MEB, MET et de DNPA

### a. Résultats des observation MEB

L'observation effectuée au MEB au CLYM sur l'échantillon ayant subi une attaque ionique est disponible en Figure 1.33 (voir Table 1.2 pour le traitement thermique subi par l'échantillon).

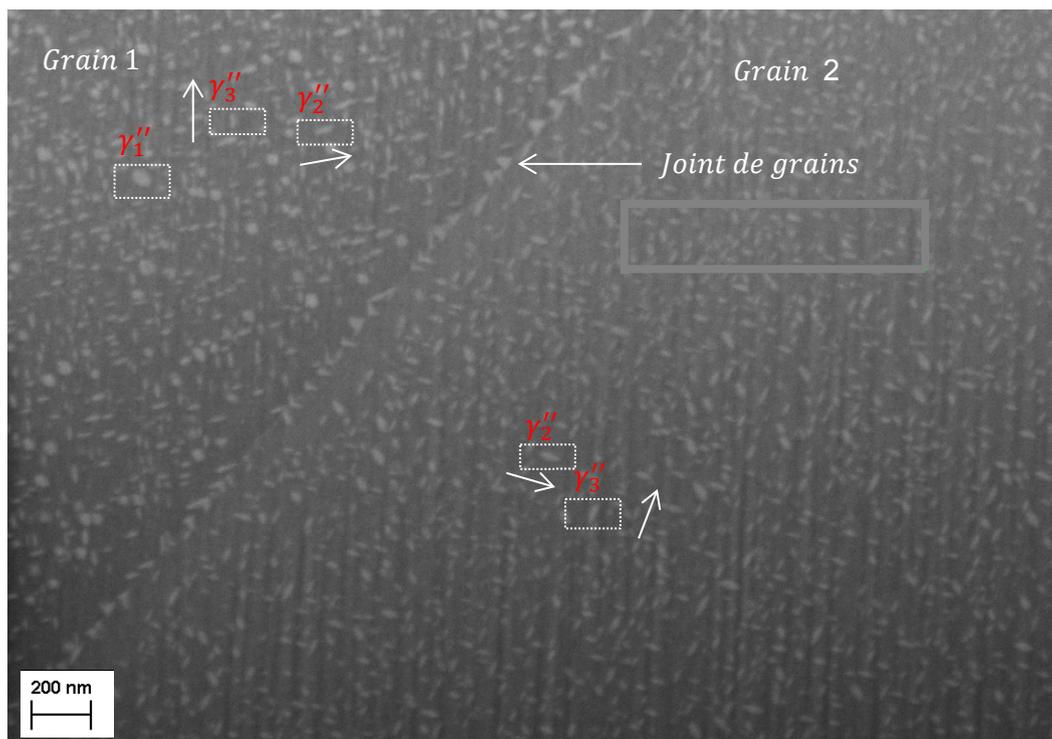


Figure 1.33 - Observation MEB des phases précipitées dans l'Inconel 718®

Cette image permet de nombreuses observations : en effet, les trois variants de la phase  $\gamma''$  sont observables. De plus, cette image a été faite juste au-dessus d'un joint de grains. Il est alors possible de voir la différence d'orientation des variants de la phase  $\gamma''$  au sein des deux grains. Au niveau du joint de grains, une importante précipitation peut-être remarquée (les joints de grains sont des sites privilégiés de germination) avec une zone de quelques dizaines de nanomètres complètement exempte de précipitation. Cela peut être expliqué par la forte précipitation au niveau des joints de grains, absorbant alors le niobium environnant, ce qui limite la précipitation alentour. Cependant, une discussion avec André Pineau durant cette étude a permis d'affirmer que les précipités aux joints de grain ne sont pas des particules de  $\gamma''$  mais plutôt de petits précipités  $\delta$ , de même composition chimique que la phase  $\gamma''$ . Au sein des grains, la précipitation de la phase  $\gamma''$  est très homogène.

La phase  $\gamma'$  ne peut cependant pas être clairement différenciée de la phase  $\gamma''$  avec cette observation, puisqu'aucune étude de composition chimique n'a été faite sur cette image.

*b. Distributions de taille des phases  $\gamma''$  et  $\gamma'$  : résultats des observations MET*

Les images en champ sombre ont été utilisées afin de déterminer la distribution de tailles des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Un exemple d'image en champ sombre pour chaque traitement thermique testé est présenté en Figure 1.34. Ces images permettent également d'observer la précipitation homogène intra-granulaire de la phase  $\gamma''$  dans la matrice.

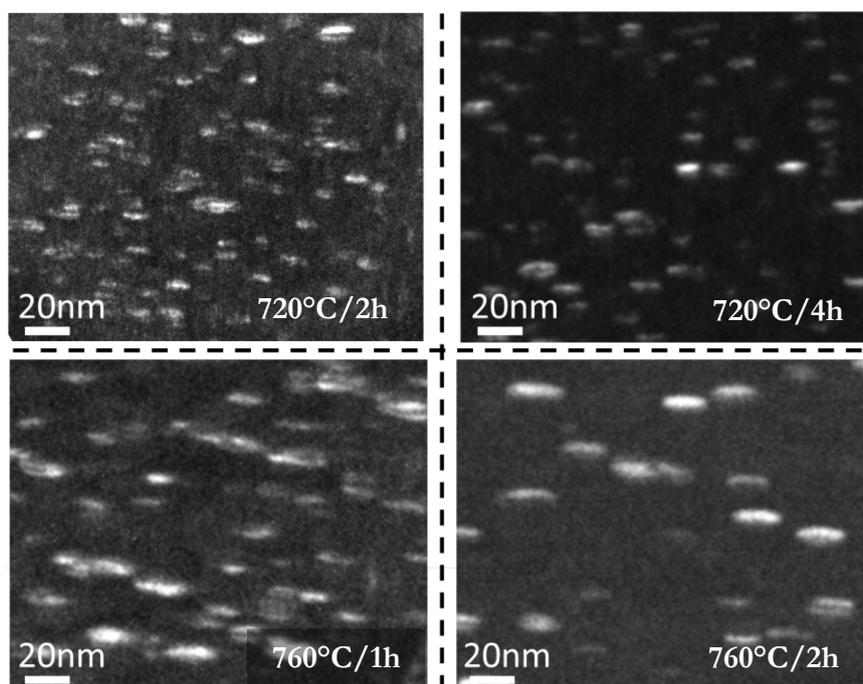


Figure 1.34 - Images en champ sombre utilisant la réflexion de sous-structure  $\left\{1\frac{1}{2}0\right\}$  illustrée Figure 1.27

Les distributions de tailles déterminées expérimentalement sont tracées sur la Figure 1.35. Pour cela, la taille de chaque précipité bien visible est mesurée grâce au logiciel DigitalMicrograph® (diamètre et épaisseur).

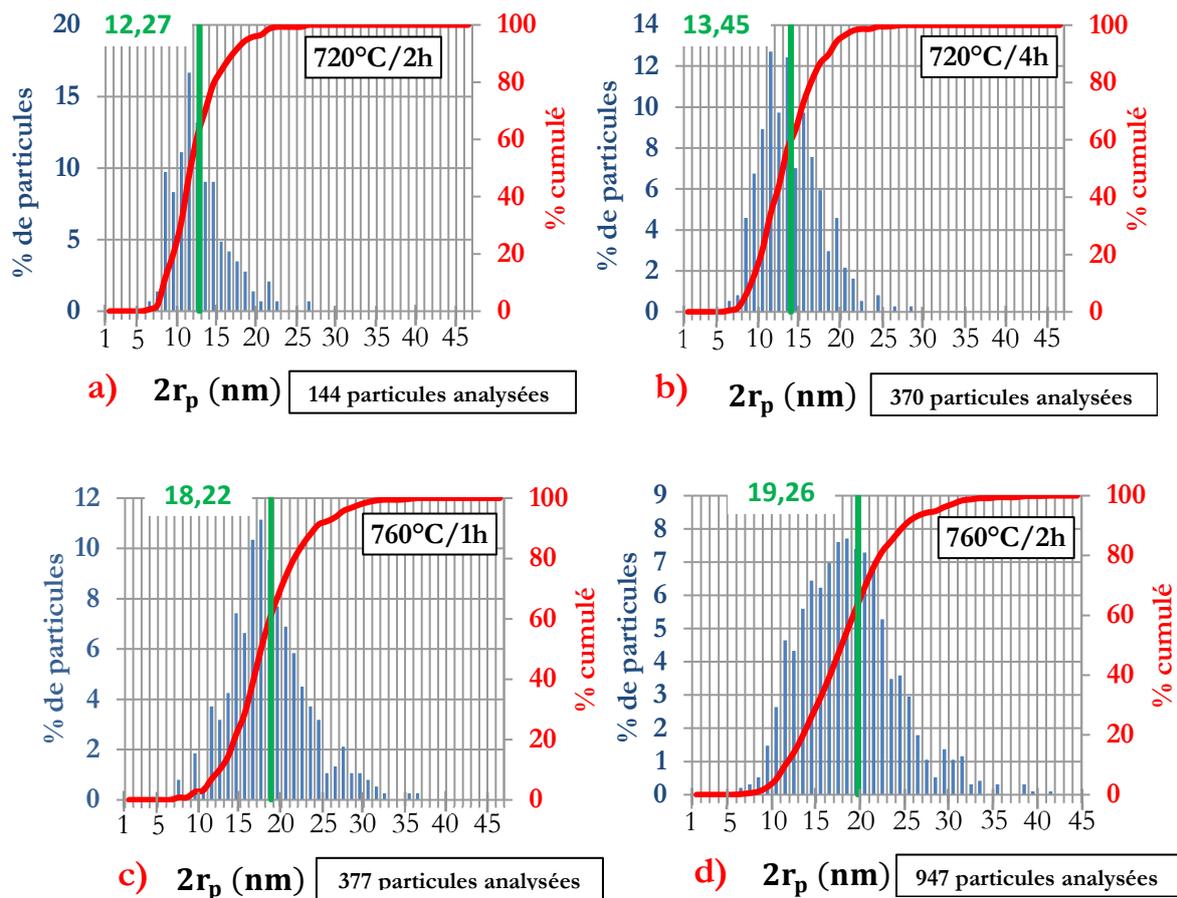


Figure 1.35 - Distributions expérimentales des tailles des précipités  $\gamma''$ .

Sur la Figure 1.35, la distribution tracée est un pourcentage de précipités analysés pour chaque classe de taille de diamètre. Le nombre d'images analysées pour chaque traitement thermique étudié est : a) 2 images, b) 3 images, c) 7 images et d) 14 images.

Ce type de représentation a été choisie car la densité volumique de particules est difficilement déterminable par la technique MET. En effet, il faudrait pour cela mesurer l'ensemble des particules dans le volume analysé et mesurer ce volume, or toutes les particules ne sont pas très visibles et les prendre en compte pourrait fausser les résultats finaux. De plus, l'épaisseur de la lame est difficile à obtenir puisqu'elle varie en fonction de la distance au trou au bord duquel les observations sont effectuées.

Sur cette figure, sont également tracés les pourcentages cumulés des particules analysées (en rouge sur les graphiques). Les distributions expérimentales suivent une loi Log normale, avec cependant un vide vers les petits précipités. Cela peut s'expliquer par la résolution du MET, les petits précipités n'étant pas visibles (ou peu et donc pas pris en compte dans l'analyse d'images) mais pourtant présents. Ce fait peut conduire à une légère surestimation du rayon moyen

expérimental. Ces données serviront par la suite à valider le modèle de précipitation présenté au Chapitre 2.

Lors de ces travaux, la précipitation de la phase  $\gamma''$  a principalement été étudiée. Cependant, des observations ont également été menées concernant la phase  $\gamma'$  pour le traitement thermique à 760°C pendant 2h (les résultats sont présents sur la Figure 1.36).

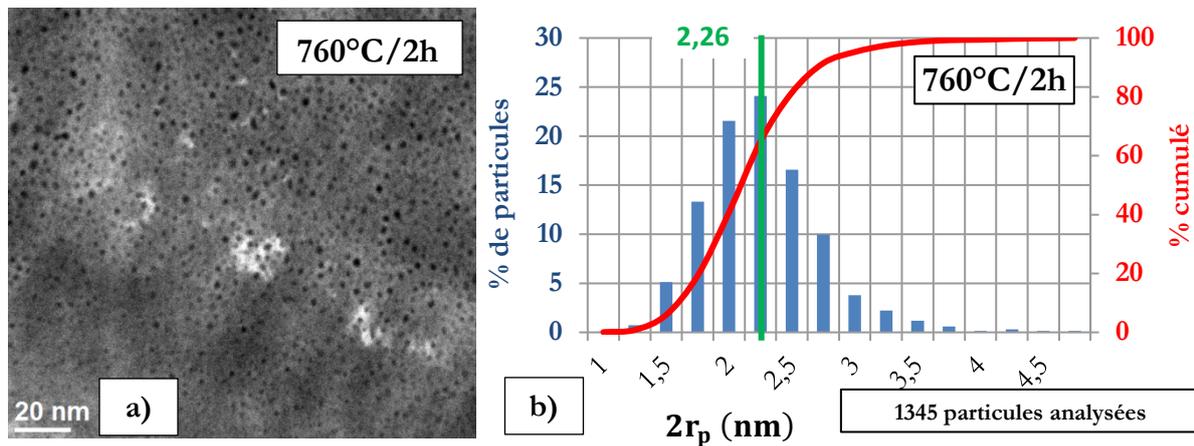


Figure 1.36 - a) Image MET par la technique de STEM-HAADF b) Distribution expérimentale de taille de la phase  $\gamma'$

L'image MET de STEM-HAADF permet d'observer la précipitation homogène de la phase  $\gamma'$  sous la forme de sphères de quelques nanomètres de diamètre. Contrairement à la phase  $\gamma''$ , la phase  $\gamma'$  apparaît plus sombre que la matrice  $\gamma$ ; cela peut s'expliquer par le fait que le contraste obtenu dépend de  $z^2$  ( $z$  étant le numéro atomique) et que  $\text{Ni}_3\text{Al}$  a un  $z$  légèrement plus faible que Ni. La distribution de taille suit, tout comme la phase  $\gamma''$ , une loi de type Log normale avec un rayon moyen de 2,26 nm.

### c. Synthèse des rayons moyens et facteur de forme de la phase $\gamma'$ : résultats de MET et DNPA

Les résultats de mesure de rayon moyen (MET et DNPA) et de fraction volumique (DNPA) en fonction du temps pour les 2 températures étudiées (720°C et 760°C) sont tracés sur la Figure 1.37. Des données issues de la littérature y sont également proposées. Cela permet de vérifier la cohérence des résultats obtenus par les deux techniques testées par rapport aux études menées sur le sujet.

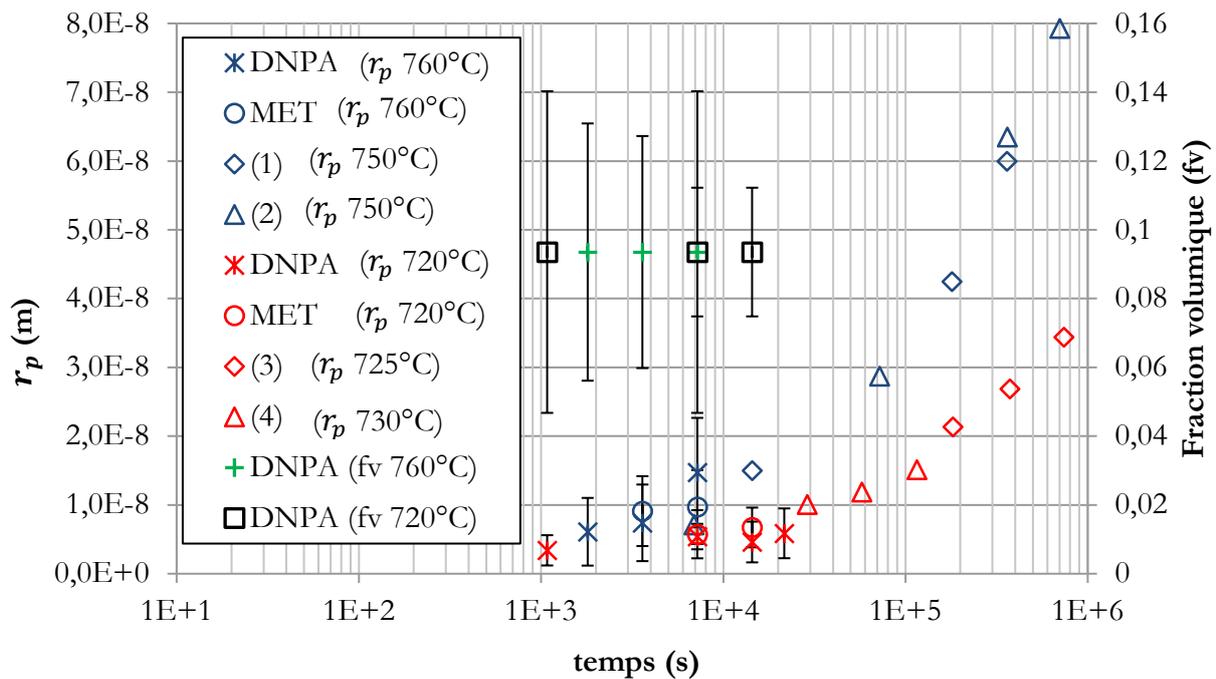


Figure 1.37 - Rayon moyen et fraction volumique précipitée de la phase  $\gamma''$  en fonction du temps pour diverses températures. Données expérimentales issues de: 1. (Slama & Adbellaoui, 2000), 2. (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994), 3. (Han, Deb, & Chaturvedi, 1982), 4. (Devaux, et al., 2008)

Les temps testés sont plus courts que ceux disponibles dans la littérature, cela permet d'avoir le début de la courbe de croissance des précipités  $\gamma''$ . Les résultats de rayons moyens obtenus par les deux techniques à ces deux températures sont très cohérents avec les données issues de la littérature pour des températures proches. De plus, les mesures effectuées aux mêmes temps et températures par les deux techniques (760°C/1h, 760°C/2h, 720°C/2h et 720°C/4h) sont très proches, ce qui permet d'être confiant dans ces résultats.

La fraction volumique obtenue par la technique de DNPA pour les deux températures est la même. Elle est de 9,34 % dès 18 minutes à 720°C et dès 30 minutes à 760°C et reste stable jusqu'à 4h pour 720°C et 2h pour 760°C. Cette stabilité indique que la fraction volumique à l'équilibre est atteinte à ou avant 18 minutes à 720°C et 30 minutes à 760°C. Cependant, il convient de rester prudent puisque les incertitudes liées à cette technique ne sont pas négligeables.

Le facteur de forme a également pu être mesuré par ces deux techniques (MET et DNPA). Les résultats obtenus ainsi que des données issues de la littérature sont tracés sur la Figure 1.38.

Tout d'abord, il peut être remarqué que les résultats obtenus par les techniques de MET et de DNPA sont en parfaite cohérence. De plus, les résultats de cette étude concernant le facteur de forme sont en accord avec les données issues de la littérature. Le facteur de forme évolue avec le

diamètre des particules : en effet, le facteur de forme croît en même temps que le diamètre. Si une extrapolation vers les plus petits rayons est faite, il est possible d'en déduire que les germes de  $\gamma''$  sont de forme quasi-sphériques (facteur de forme proche de 1). Plus les précipités croissent, plus ils s'aplatissent (plus l'épaisseur sera faible devant le diamètre).

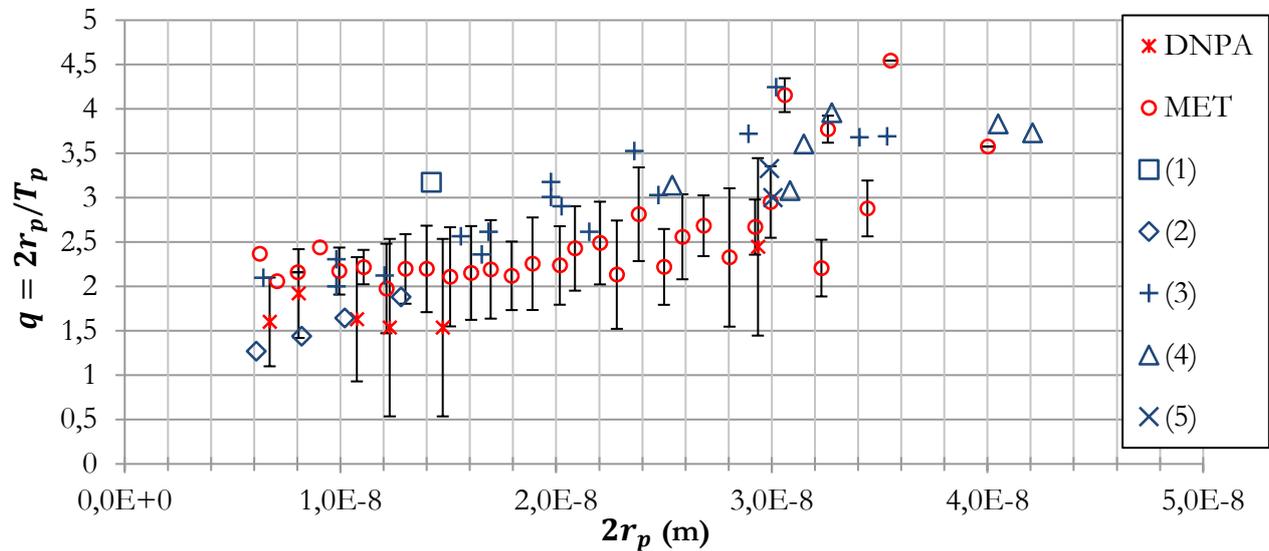


Figure 1.38 - Facteur de forme  $q$  en fonction du rayon de la phase  $\gamma''$ . Données expérimentales issues de : 1. (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1992), 2. (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994), 3. (Devaux, et al., 2008), 4. (Han, Deb, & Chaturvedi, 1982), 5. (Slama & Cizeron, 1997).

Cette campagne de caractérisation de la précipitation des phases durcissantes s'est concentrée sur l'étude de la phase  $\gamma''$ . Elle a permis de déterminer les distributions de taille, le rayon moyen ainsi que la fraction volumique pour différents temps et températures de traitements. Ces données seront par la suite utilisées afin de calibrer ou de valider le modèle de précipitation de la phase  $\gamma''$  présenté dans le Chapitre 2.

## 1.5. *Bilan du chapitre 1*

L'inconel 718<sup>®</sup> est un superalliage base nickel. Il est le superalliage le plus utilisé aujourd'hui, notamment dans le domaine de l'aérospatial.

La microstructure de cet alliage est complexe : de nombreuses phases précipitent dans sa matrice de nickel. Cette étude se concentre sur l'étude de la principale phase durcissante : la phase  $\gamma''$ .

Cette phase précipite de manière homogène à l'intérieur des grains. Cependant, une précipitation préférentielle peut être observée au niveau des joints de grains (une zone de déplétion apparaît alors autour de ces joints de grains).

Une campagne expérimentale a été menée afin d'étudier la précipitation de la phase  $\gamma''$ . Le matériau utilisé pour cette étude a été fourni par Safran Aircraft Engines.

Différentes techniques expérimentales complémentaires ont permis une étude complète de la précipitation :

- les domaines de précipitation des différentes phases intermétalliques ( $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ ) ont été déterminés par la technique de calorimétrie différentielle à balayage (DSC),
- la distribution complète de taille des précipités  $\gamma''$  pour différents traitements thermiques a été tracée grâce à la technique de Microscopie Electronique à Balayage (MET),
- le rayon moyen  $r_p$  de la phase  $\gamma''$  pour plusieurs temps et températures de traitement a été mesuré par la combinaison des techniques de MET et de Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA),
- le facteur de forme  $q = \frac{2r_p}{T_p}$  en fonction de  $2r_p$  (avec  $T_p$  l'épaisseur des précipités  $\gamma''$ ) a été déterminé par les techniques de MET et de DNPA pour plusieurs traitements thermiques,
- la fraction volumique  $f_v$  précipitée de phase  $\gamma''$  en fonction du temps et de la température a été étudiée par la technique de DNPA.

Les résultats obtenus par ces diverses techniques seront utilisés dans le Chapitre 2 en tant que données de calage et de validation du modèle de précipitation de la phase  $\gamma''$  proposé.

# **Chapitre 2.**

## **Modélisation de l'état de précipitation**



Il est en théorie possible d'étudier expérimentalement les propriétés mécaniques le long d'une ligne de soudage en effectuant des traitements thermiques correspondant aux différentes histoires thermiques de cette zone. Cependant, cela n'est pas envisageable dans la pratique car le nombre d'échantillons nécessaires serait bien trop important, chaque point dans cette zone nécessitant un traitement thermique spécifique. La modélisation prédictive de l'état de précipitation suite à un traitement thermique quelconque et la détermination des propriétés mécaniques qui en découlent sont donc nécessaires : c'est dans ce but que les modélisations de précipitations exposées dans cette partie ont été menées.

Dans la littérature, il est possible de trouver des auteurs ayant modélisé une partie ou la totalité de la précipitation de la phase  $\gamma''$  : Devaux *et al.* ont étudié la coalescence de la phase  $\gamma''$  (Devaux, et al., 2008) grâce à une importante campagne d'analyse d'images MET. Dans des travaux plus récents, Fisk *et al.* (Fisk, Ion, & Lindgren, 2014) ont simulé l'ensemble de la précipitation de la phase  $\gamma''$  (germination, croissance et coalescence) *via* un modèle de précipitation à rayon moyen. Ils utilisent par la suite les données issues de ce modèle en tant que données d'entrée d'un modèle de prédiction de la limite d'élasticité et d'écrouissage. La distribution de taille des précipités  $\gamma''$  est calculée *a posteriori* grâce à la théorie de Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW). Ce type d'approche est connue pour être une estimation correcte pour des traitements isothermes mais échoue à décrire correctement une distribution de taille de précipités pour des traitements non-isothermes (Perez, Dumont, & Acevedo-Reyes, 2008), (Perez, Dumont, & Acevedo-Reyes, 2009), (Deschamps & Perez, 2010)). De plus, leur modèle n'a été calibré et utilisé que pour une température unique de 760°C.

Dans cette étude, une approche de modélisation de précipitation multi-classes est proposée. Ce modèle est basé sur le modèle numérique de Kampmann et Wagner (Kampmann & Wagner, 1984). Les équations de germination et de croissance seront, lors de ce chapitre, adaptées à des précipités sous forme de disques. Le modèle de précipitation est implémenté dans un logiciel avec une gestion de classe de type Lagrangienne : le logiciel PreciSo. Ce logiciel permet d'obtenir une distribution de densité d'un ou plusieurs types de précipités pour des traitements isothermes comme non-isothermes.

## 2.1. *Approche choisie*

Afin de modéliser la précipitation dans l'alliage d'étude, le logiciel PreciSo sera utilisé. C'est un logiciel créé et développé dans les laboratoires Mateis puis LaMCoS au travers de plusieurs

études, dont (Perez, Dumont, & Acedevó-Reyes, 2008) (Maisonnette, 2010) (Bardel, et al., 2014). Dans ce logiciel, est implémenté un modèle classique de germination et de croissance. Il s'agit d'un modèle à champ moyen : les concentrations en atomes de soluté de la matrice sont isotropes, ne dépendant que du temps, donc il n'y a pas de prise en compte des ségrégations des espèces chimiques. Ce modèle est simple et permet d'avoir des résultats proches de la réalité pour un temps court de calcul, ce qui en fait un modèle très utilisé par les métallurgistes (quelques secondes ou dizaines de secondes pour un traitement thermique isotherme et quelques dizaines de secondes pour un transitoire thermique de type soudage).

La modélisation de la précipitation se fait en trois étapes principales à chaque pas de temps :

- calcul du taux de germination  $\frac{dN}{dt}$
- calcul de la vitesse de croissance (peut être négative dans le cas d'une dissolution)  $\frac{dr_p}{dt}$
- un bilan de matière afin de déterminer les quantités de soluté restant en solution solide

Afin de mener à bien la modélisation de la précipitation de la phase  $\gamma''$  (principale responsable du durcissement structural et *a fortiori* du durcissement par précipitation fine et homogène), il est nécessaire d'adapter les équations présentes dans PreciSo à la géométrie de cette phase. En effet, PreciSo a été développé pour des précipités sphériques (Perez, 2007), puis le logiciel a été amélioré ; ensuite de nouvelles équations ont été implémentées afin de pouvoir prendre en compte les précipités en forme de bâtonnets (Bardel D. , 2014) (Bardel, et al., 2014).

La phase  $\gamma''$  précipite sous forme de plaquettes (modélisées sous forme de cylindres). L'objet de la prochaine partie est la présentation et la démonstration des équations du modèle classique de germination et de croissance pour des précipités sphériques (cas d'école), puis l'adaptation des équations dépendant de la géométrie du précipité sera effectuée afin que PreciSo parvienne à modéliser des précipités en plaquettes.

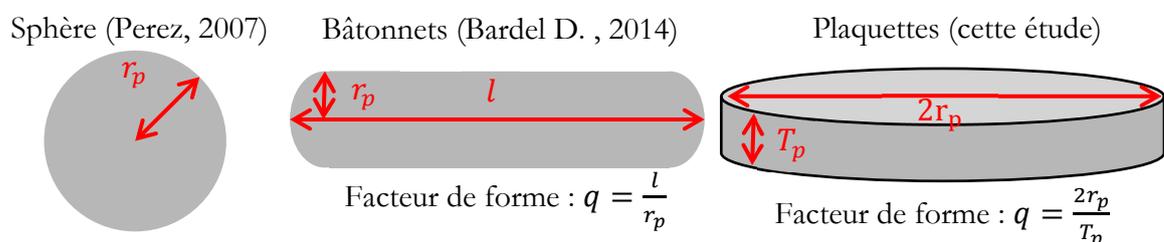


Figure 2.1 - Formes de précipités disponibles dans PreciSo

## 2.2. *Présentation du modèle classique de germination et de croissance*

Ouvrages de référence dans ce domaine sur lesquels sont basés les calculs de cette partie : (Russell, 1968) (Wagner & Kampmann, 1991) (Porter & Easterling, 1992) (Doherty, 1996)

Le modèle classique de germination et de croissance (ou CNGTs : Classical Nucleation and Growth Theories) a été grandement utilisé pour modéliser l'évolution de la distribution de taille d'une famille de particules. Ce modèle, originalement proposé par Wagner et Kampmann (Kampmann & Wagner, 1984), est généralement implémenté dans les logiciels de simulation de précipitation pour des particules sphériques (Deschamps & Brechet, 1999) (Myhr, Grong, & Andersen, 2001) (Myhr, Grong, Fjær, & Marioara, 2004). (Perez, Dumont, & Acevedo-Reyes, 2008) (Perez, Dumont, & Acevedo-Reyes, 2009)

Ce modèle, aussi appelé modèle KWN (Kampmann and Wagner Numerical model), décrit l'évolution de la distribution de taille de précipités, discrétisée en un ensemble de classes de taille. A chaque pas de temps, pour chaque classe  $i$  de taille de précipités, le rayon des précipités de cette classe  $r_{pi}$  et leur nombre par unité de volume  $N_i$  sont calculés.

Dans la suite de cette partie cette théorie sera donc présentée pour des précipités sphériques. Afin de modéliser la précipitation d'une phase à partir d'une solution solide sursaturée, il faut déterminer :

- Le taux de germination  $\frac{dN}{dt}$
- La vitesse de croissance  $\frac{dR}{dt}$

### 2.2.i. *Le cas d'école des précipités sphériques*

La matrice sera considérée comme ayant une concentration en soluté constante dans l'espace (ce qui correspond à un modèle de champ moyen). Dans cette partie, sera considérée une matrice avec un seul type d'atome de soluté en vue de simplifier les calculs permettant de bien comprendre le principe de ce modèle. Ce modèle s'appuie sur la thermodynamique : soit un système d'enthalpie libre (ou énergie de Gibbs)  $G$ . Soit maintenant dans ce système un précipité  $p$  (de volume  $V_p$  et de surface  $S_p$ ) se formant au sein d'une matrice  $\gamma_p$  sous l'action de l'agitation thermique. L'enthalpie libre du système varie lors de  $\Delta G$  (la Figure 2.2 est une illustration de ce phénomène) :

$$\Delta G = V_p \Delta g + S_p \Gamma \quad (2.1)$$

Avec  $\Delta g$  la force motrice volumique de germination (en  $\text{J} \cdot \text{m}^{-3}$ ) et  $\Gamma$  l'énergie d'interface entre la matrice et le précipité ainsi formé (en  $\text{J} \cdot \text{m}^{-2}$ ). Tout système physique tendant à atteindre un état de moindre énergie ; pour que la précipitation ait lieu, il faut donc qu'elle soit avantageuse en terme de coût énergétique, donc que  $\Delta G$  diminue (gain d'énergie pour le système) quand le rayon du précipité en question croît.  $\Delta g$  est, comme son nom l'indique, une énergie allant en faveur de la précipitation, elle est donc négative.  $\Gamma$  est quant à elle une force positive s'opposant à la précipitation. La précipitation peut donc se résumer ici à une compétition entre ces deux contributions énergétiques.

Un précipité sphérique de rayon  $r_p$  sera ici considéré, donc  $V_p = \frac{4}{3}\pi r_p^3$  et  $S_p = 4\pi r_p^2$ , donc :

$$\Delta G = \frac{4}{3}\pi r_p^3 \Delta g + 4\pi r_p^2 \Gamma \quad (2.2)$$

La partie volumique de l'expression de  $\Delta G$  varie en  $r_p^3$ , la partie surfacique en  $r_p^2$ . Pour des petits rayons, la composante surfacique prédomine, la précipitation est donc impossible. Pour des rayons suffisamment grands, le rapport de domination s'inverse et  $\Delta G$  devient négative. Pour des précipités sphériques,  $\Delta G$  en fonction de  $r_p$  à l'allure suivante illustrée en Figure 2.2.

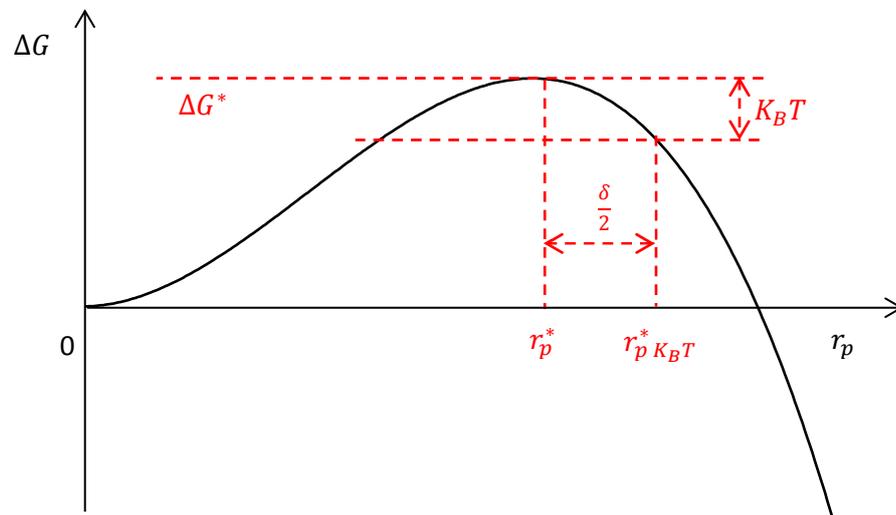


Figure 2.2 - Représentation schématique du  $\Delta G$  engendré par la formation d'un précipité en fonction de son rayon

A présent, le rayon pour lequel  $\Delta G$  passe par un maximum avant de décroître est déterminé. Ce rayon correspond au rayon à partir duquel un précipité sera considéré comme stable (augmenter

son rayon sera moins coûteux en énergie au système que de le diminuer). En dessous de ce rayon, le précipité sera dissous dans la matrice : c'est le rayon critique de germination, noté  $r_p^*$ . Il est obtenu en déterminant le rayon permettant d'annuler  $\frac{\partial \Delta G}{\partial r_p}$ . Pour des précipités sphériques, il peut s'exprimer comme suit :

$$\boxed{r_p^* = -\frac{2\Gamma}{\Delta g}} \quad (2.3)$$

L'expression de  $\Delta G^*$  correspondante peut alors être donnée. Elle représente la barrière énergétique que doit franchir un précipité pour devenir stable (ou barrière de germination):

$$\boxed{\Delta G^* = \frac{16 \pi \Gamma^3}{3 \Delta g^2}} \quad (2.4)$$

Quand un germe possède un rayon proche de  $r_p^*$ , l'agitation thermique peut lui permettre de franchir la barrière de germination. Pour qu'il y ait précipitation, il faut qu'il y ait une barrière de germination suffisamment basse et une agitation thermique suffisamment importante, cela est possible pour un intervalle de température dépendant des espèces chimiques considérées :

- Pour des températures trop élevées, la force motrice de précipitation est trop faible, donc la barrière de germination est haute. L'agitation thermique est alors très élevée mais insuffisante pour faire franchir cette barrière aux germes. La précipitation sera alors limitée.
- Pour de trop faibles températures, la force motrice de précipitation est élevée (barrière de germination basse), mais l'agitation thermique est également basse ce qui va aussi limiter la précipitation.

De bonnes illustrations de ces phénomènes sont les diagrammes TTT avec un nez de précipitation correspondant à la température optimum (force motrice de précipitation haute, barrière basse et bonne agitation thermique). Le temps nécessaire à la précipitation sera alors plus court que pour des températures supérieures ou inférieures.

En réalité, un autre rayon critique est défini au-delà duquel les germes seront considérés comme stables et croîtront : le rayon de germination  $r_{p_{KB}T}^*$  (voir Figure 2.2), correspondant au rayon du germe pour lequel la variation de l'énergie de Gibbs qu'il induit dans le système est de  $\Delta G^* - K_B T$ . Cela permet de tenir compte des fluctuations thermiques et donc de s'assurer de leur stabilité. Mathématiquement, deux solutions réelles de rayons existent (voir Figure 2.2).

Cependant, physiquement il est évident que seul le rayon supérieur à  $r_p^*$  peut être stable, celui inférieur à  $r_p^*$  menant à une dissolution de la particule. Donc  $r_{p\ K_B T}^*$  est exprimé par :

$$r_{p\ K_B T}^* = r_p^* + \frac{\delta}{2} = r_p^* + \frac{1}{2} \sqrt{\frac{k_B T}{\pi \Gamma}} \quad (2.5)$$

Pour connaître  $\Delta G$ , les expressions de  $\Gamma$  et  $\Delta g$  sont nécessaires.  $\Gamma$  sera considérée comme étant un paramètre ajustable (et constant) du modèle, dans la mesure où sa détermination expérimentale est très difficile. Il faut donc seulement déterminer  $\Delta g$ .

### a. Calcul de la force motrice volumique de précipitation $\Delta g$

Dans cette partie, l'expression de la force motrice volumique de germination sera déterminée. Pour ce faire, un système contenant des atomes A et B est considéré. D'un côté, est présente une solution solide sursaturée ( $\gamma$ ) de composition  $X^\gamma = (X_A^\gamma; X_B^\gamma)$  (métastable), de l'autre, une solution solide  $m$  de composition  $X^e = (X_A^e; X_B^e)$  et de volume  $V_m$  en équilibre thermodynamique avec un précipité  $\gamma''$  de volume  $V_p$ .  $\gamma''$  est une phase stœchiométrique considérée comme composée de molécules  $A_x B_y$ .

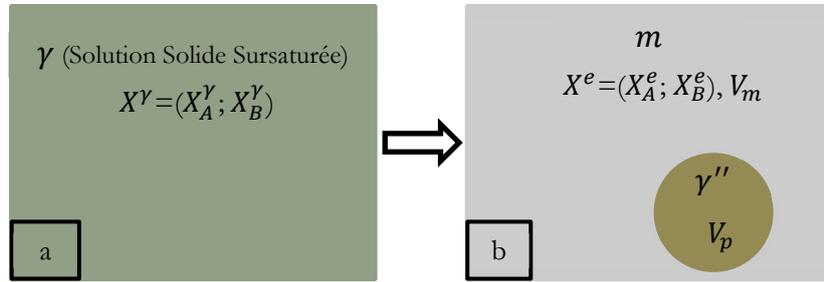


Figure 2.3 - Système considéré pour la détermination de  $\Delta g$

La force motrice de germination  $\delta g$  correspond à l'énergie que gagne le système en transférant un petit nombre ( $dn$ ) de molécules  $A_x B_y$  de la solution solide sursaturée de concentration  $(X_A^\gamma; X_B^\gamma)$  vers le précipité  $\gamma''$  qui sera alors en équilibre thermodynamique avec la solution solide  $m$  de concentration  $(X_A^e; X_B^e)$  :

$$\delta g = dn \cdot x \left( \left. \frac{\partial G^m}{\partial n_A} \right|_{X^e} - \left. \frac{\partial G^m}{\partial n_A} \right|_{X^\gamma} \right) + dn \cdot y \left( \left. \frac{\partial G^m}{\partial n_B} \right|_{X^e} - \left. \frac{\partial G^m}{\partial n_B} \right|_{X^\gamma} \right) \quad (2.6)$$

Les termes en  $X^\gamma$  correspondent à la variation d'enthalpie libre dans la solution solide sursaturée quand une petite quantité  $dn$  de molécules  $A_x B_y$  est enlevée (soit  $dn \cdot x$  atomes A et  $dn \cdot y$  atomes B). Les termes en  $X^e$  correspondent à la variation de l'enthalpie libre dans le précipité  $\gamma''$

en équilibre thermodynamique avec la solution solide  $m$  quand  $dn.x$  atomes A et  $dn.y$  atomes B sont ajoutées dans le précipité. Dans les termes en  $X^e$  un terme  $\delta G^m$  apparaît alors qu'il s'agit de termes correspondant au précipité  $\gamma''$ . En effet, ce précipité est en équilibre avec la solution solide qui l'entoure, donc la variation d'énergie de Gibbs dans le précipité est la même que dans la solution solide.

Dans le cas de ce modèle, c'est la force motrice volumique de précipitation qu'il faut déterminer.

Soit  $V_{at}^{\gamma''}$  le volume atomique du précipité  $A_xB_y$ , alors  $\Delta g$  qui est donnée par :

$$\Delta g = \frac{\delta g}{V_{at}^{\gamma''} \cdot dn} \quad (2.7)$$

Afin de calculer  $\Delta g$ , il faut connaître l'enthalpie libre de la solution solide  $m$  pour ensuite la dériver partiellement par rapport aux éléments chimiques du précipité. Ce calcul est présent en Annexe H, au final (sous l'hypothèse de solution solide idéale) :

$$\Delta g = -\frac{k_B T}{V_{at}^{\gamma''}} \ln \left[ \frac{X_A^{\gamma^x} \cdot X_B^{\gamma^y}}{X_A^{e^x} \cdot X_B^{e^y}} \right] = -\frac{k_B T}{V_{at}^{\gamma''}} s \quad (2.8)$$

Avec  $k_B$  la constante de Boltzmann,  $s$  la sursaturation de la solution solide vis-à-vis de la précipitation de  $A_xB_y$  ( $s = \ln \left[ \frac{X_A^{\gamma^x} \cdot X_B^{\gamma^y}}{K_s} \right]$ ): le produit de solubilité est alors défini :

$$K_s = X_A^{e^x} \cdot X_B^{e^y} \quad (2.9)$$

Il est possible de montrer (voir Annexe I pour le calcul et les hypothèses nécessaires) que :

$$\log(K_s) = -\frac{A}{T} + B \quad (2.10)$$

A et B sont deux constantes à évaluer qui serviront de données d'entrée du modèle. Le taux de germination peut à présent être exprimé.

*b. Détermination du taux de germination  $dN/dt$*

**Flux de germination instantané  $J(t)$  :**

Le nombre de molécules franchissant la barrière thermodynamique par unité de temps sera ici déterminé. Soit l'hypothèse suivante : à  $t=0$ , la solution solide sursaturée est composée d'atomes isolés (ou monomères). Ces atomes diffusent et forment des n-mères. Il faut expliciter le flux de n-mères captant un atome pour devenir des (n+1)-mères :

$$J_n = \beta_n \cdot N_n - \alpha_n \cdot N_{n+1} \quad (2.11)$$

Avec :

- $\beta_n$  : Condensation d'un monomère sur les n-mères
- $\alpha_n$  : Evaporation d'un monomère sur les (n+1)-mères
- $N_n$  et  $N_{n+1}$  : Nombre de n-mères et nombre de (n+1)-mères

Ce calcul permet bien de voir comment va varier le nombre de (n+1)-mères dans une unité de temps : il y a d'abord tous les n-mères recevant un atome pour devenir des (n+1)-mères, auxquels il faut retrancher le nombre de (n+1)-mères qui vont perdre un atome durant ce même pas de temps.

Il est possible de montrer que dans un état d'équilibre ( $J_n = 0 \forall n$ ) (voir Annexe J) :

$$J_n = -\beta_n \widetilde{N}_n \frac{\partial}{\partial n} \left( \frac{N_n}{\widetilde{N}_n} \right) \quad (2.12)$$

Avec  $\widetilde{N}_n$  le nombre de n-mères à l'état d'équilibre.

A présent, soit un état stationnaire (flux  $J_n$  constant ou indépendant de n), en réutilisant l'équation (2.12), le flux de germination stationnaire  $J^S$  peut être exprimé (voir Annexe J pour le détail des calculs) :

$$J^S = \beta^* N_0 Z \exp \left( -\frac{\Delta G(n^*)}{k_B T} \right) \quad (2.13)$$

Avec  $\beta^*$  le taux de condensation d'un monomère sur un n-mère,  $N_0$  le nombre de sites de germination par unité de volume,  $n^*$  le nombre critique d'atomes pour qu'un précipité soit stable ( $n$  est lié à  $r_p$  par la formule suivante :  $V_{at}^{\gamma''} n = \frac{4}{3} \pi r_p^3$  avec  $V_{at}^{\gamma''}$  le volume atomique moyen du

précipité considéré) et  $Z$  le facteur de Zeldovich qui peut être exprimé de la manière suivante (détails du calcul pour des précipités sphériques en Annexe K) :

$$Z = \sqrt{-\frac{1}{2\pi k_B T} \frac{\partial^2 G}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*}} = \frac{V_{at} \gamma''}{2\pi r_p^{*2} \sqrt{k_B T}} \sqrt{\frac{\Gamma}{k_B T}} \quad (2.14)$$

### Temps d'incubation :

L'expression du flux de germination stationnaire est à présent déterminée ; cependant, ce flux ne s'établit pas instantanément, il faut un temps appelé temps d'incubation  $\tau$  pour que les monomères s'associent en précipités stables. Le taux de germination instantané  $J(t)$ , avec un temps d'incubation en bon accord avec ceux décrits par un modèle Monte-Carlo, peut être écrit comme suit (Maugis, Soisson, & Lae, 2005) :

$$J(t) = J^s \left[ 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right] = \beta^* N_0 Z \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \left[ 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right] \quad (2.15)$$

Avec  $\tau = \frac{\delta^2}{2\beta^*}$  (qui peut être retrouvé en utilisant la physique statistique), correspondant au temps mis pour effectuer au hasard un saut de  $\delta$  avec une fréquence de saut de  $\beta^*$  (taux de condensation : fréquence à laquelle un atome de soluté vient s'accrocher au précipité). Pour déterminer une expression de  $\delta$ , il faut reprendre le développement limité présent en Annexe J (équation (A-48)), prendre  $n = n_{k_B T}^*$ , dans ce cas  $\delta = 2(n_{k_B T}^* - n^*)$  (voir Figure 2.2). Ensuite l'expression de  $\tau$  est :

$$\tau = \frac{2}{\pi \beta^* Z^2} \quad (2.16)$$

Afin de calculer  $J(t)$ , il faut encore déterminer,  $N_0$  et  $\beta^*$ .

En ce qui concerne  $N_0$ , deux choix sont implémentés dans PreciSo :

- Soit la germination est homogène au sein de la matrice, dans ce cas :  $N_0 = \frac{1}{V_{at}^{\gamma}}$  avec  $V_{at}^{\gamma}$  le volume atomique de la matrice.
- Soit la germination est hétérogène avec des sites de germinations préférentiels (souvent les joints de grains ou de macles), un nombre de sites de germination hétérogènes doit alors être choisi,  $N_0$  prendra cette valeur.

## Taux de condensation :

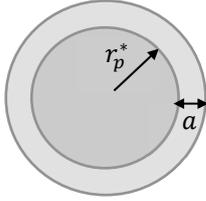


Figure 2.4 - Schéma pour la détermination de  $\beta$

Afin de déterminer le taux de condensation, le système de la Figure 2.4 peut être utilisé: un précipité  $p$  de rayon  $r_p^*$ , une coquille d'épaisseur  $a$  autour du précipité.  $a$  est la distance parcourue par un atome de soluté pendant un temps  $t$ . Il peut s'exprimer par :  $a^2 = D \cdot t$  avec  $D$  le coefficient de diffusion du soluté considéré. L'élément de soluté est en concentration  $C = \frac{X}{V_{at}} = \frac{X}{a^3}$ , avec  $a$  le paramètre de maille de la matrice cubique et  $X$  la fraction molaire en soluté.

Le taux  $\beta^*$  est alors le nombre d'atomes de soluté dans la coquille d'épaisseur  $a$  autour du précipité sphérique de rayon  $r_p^*$ .

Le volume de la coquille est (car  $r_p^* \gg a$ ) :

$$V_{coquille} = \frac{4}{3}\pi(r_p^* + a)^3 - \frac{4}{3}\pi r_p^{*3} = \frac{4}{3}\pi(a^3 + 3a^2r_p^* + 3ar_p^{*2}) = 4\pi r_p^{*2} a \quad (2.17)$$

Le taux de condensation est alors :

$$\beta^* = V_{coquille} \frac{C}{t} = \frac{4\pi r_p^{*2} X D}{a^4} \quad (2.18)$$

A présent, tous les éléments nécessaires pour exprimer le taux de nucléation sont disponibles :

$$\frac{dN}{dt} = J(t) = \beta^* N_0 Z \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right] \quad (2.19)$$

Dans la prochaine partie, le taux de croissance sera déterminé.

### *c. Taux de croissance $dr_p/dt$*

Le taux de croissance sera exprimé pour des précipités sphériques apparaissant dans une solution solide avec un profil de concentration stationnaire autour des précipités. Pour le moment, l'énergie d'interface précipité/matrice ne sera pas prise en considération. Un schéma du système considéré est présent sur la Figure 2.5 :

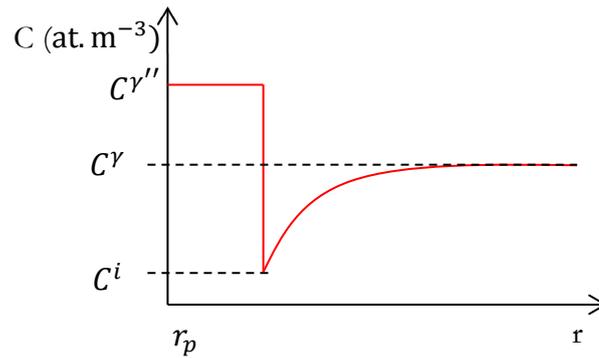


Figure 2.5 - Profil de concentration en soluté autour d'un précipité dans une matrice infinie

Pour cela, la loi de Fick en coordonnées sphériques est utilisée :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{D}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left( r^2 \frac{\partial C}{\partial r} \right) \quad (2.20)$$

Le profil de concentration étant stationnaire,  $\frac{\partial C}{\partial t} = 0$ , ce qui implique que  $C(r) = -\frac{A}{r} + B$  avec comme conditions limites  $C(r_p) = C^i$  et  $C(\infty) = C^V$ , donc :

$$C(r) = -\frac{r_p}{r} (C^V - C^i) + C^V \quad (2.21)$$

Une expression du flux d'atomes de soluté arrivant sur le précipité de rayon  $r_p$  est :

$$J(r_p) = -D \left. \frac{\partial C}{\partial r} \right|_{r=r_p} = -\frac{D}{r_p} (C^V - C^i) \quad (2.22)$$

Afin de déterminer le taux de croissance, il suffit alors de faire un bilan de matière : combien d'atomes de soluté y-a-t-il dans une coquille d'épaisseur  $dr_p$  autour d'un précipité de rayon  $r_p$  pour un pas de temps  $dt$ . Pour cela, il faut compter les atomes de soluté présents au début du pas de temps dans cette coquille, plus ceux qui arrivent au cours de ce pas de temps grâce au flux calculé à l'équation (2.22) afin d'obtenir le nombre total final d'atomes de soluté après un pas de temps  $dt$  :

- dans une coquille d'épaisseur  $dr_p$ , à la surface d'un précipité sphérique de rayon  $r_p$ , il y a initialement  $4\pi r_p^2 dr_p C^i$  atomes de soluté
- le flux calculé précédemment permet d'apporter pour chaque pas de temps  $4\pi r_p^2 |J(r_p)| dt$  atomes de soluté
- au final, il y a  $4\pi r_p^2 dr_p C^{V''}$  atomes de soluté une fois que le précipité à un rayon de  $r_p + dr_p$

$$\begin{aligned} dr_p C^i + |J(r_p)| dt &= dr_p C^{\gamma''} \\ \Leftrightarrow \frac{dr_p}{dt} &= \frac{D}{r_p} \frac{C^\gamma - C^i}{C^{\gamma''} - C^i} \end{aligned} \quad (2.23)$$

$\frac{dr_p}{dt}$  peut être exprimé en utilisant les fractions molaires de soluté :  $X^\gamma$  (dans la matrice),  $X^i$  (à l'interface matrice/précipité) et  $X^{\gamma''}$  (au sein du précipité). Les fractions molaires (sans unité) peuvent être exprimées en fonction des concentrations atomiques (en  $\text{at.m}^{-3}$ ) ainsi que des volumes atomiques  $V_{at}^{\gamma''}$  (des précipités) et  $V_{at}^\gamma$  (de la matrice) (en  $\text{m}^3.\text{at}^{-1}$ ) :  $C^\gamma = \frac{X^\gamma}{V_{at}^\gamma}$ ,  $C^i = \frac{X^i}{V_{at}^i}$ ,  $C^{\gamma''} = \frac{X^{\gamma''}}{V_{at}^{\gamma''}}$ .  $\frac{dr_p}{dt}$  peut alors s'écrire (avec  $\alpha = \frac{V_{at}^\gamma}{V_{at}^{\gamma''}}$ ) :

$$\boxed{\frac{dr_p}{dt} = \frac{D}{r_p} \frac{X^\gamma - X^i}{\alpha X^{\gamma''} - X^i}} \quad (2.24)$$

*d. Prise en compte de la courbure de l'interface matrice / précipité : effet Gibbs-Thomson*

Jusqu'à maintenant, l'effet de la courbure de l'interface matrice/précipité sur la variation d'enthalpie libre du système, due à l'apparition d'un précipité au sein de la matrice, n'a pas été pris en compte. Cet effet est aussi appelé effet Gibbs-Thomson et modifie entre autre la limite de solubilité d'une espèce atomique dans une phase  $m$  en équilibre thermodynamique avec un précipité  $\gamma''$ .

L'effet Gibbs-Thomson peut être exprimé de la manière suivante (voir Annexe L pour la démonstration) :

$$\boxed{X_A^i(r_p)^x X_B^i(r_p)^y = X_A^i(\infty)^x X_B^i(\infty)^y \exp\left(\frac{2\Gamma V_{at}^{\gamma''}(x+y)}{r_p k_B T}\right)} \quad (2.25)$$

Avec  $X_A^i(r_p)$  et  $X_B^i(r_p)$  les limites de solubilité à l'équilibre (ou concentrations d'équilibre) des éléments A et B à l'interface matrice/précipité (précipité de composition  $A_x B_y$  et de rayon  $r_p$ ).  $X_A^i(\infty)$  et  $X_B^i(\infty)$  sont les limites de solubilité à l'équilibre (ou concentrations d'équilibre) des éléments A et B à l'interface matrice/précipité dans le cas où l'effet de la courbure de cette interface n'est pas prise en compte.

En reprenant l'expression du produit de solubilité  $K_s = X_A^{e^x} \cdot X_B^{e^y}$  (équation (2.9)), l'équation (2.25) peut être réécrite sous la forme :

$$K_s(r_p) = K_s(\infty) \exp\left(\frac{(x+y)r_{p0}}{r_p}\right) \quad (2.26)$$

$$\text{Avec } r_{p0} = \frac{2\Gamma V_{at}''}{K_B T}$$

Ces équations permettent de voir directement l'effet Gibbs-Thomson sur les limites de solubilité à l'interface comparées au cas où cette interface n'est pas prise en compte. Cet effet non négligeable doit être pris en compte dans l'équation de croissance (équation (2.24)) qui devient alors :

$$\boxed{\left. \frac{dr_p}{dt} \right|_{\text{croissance}} = \frac{D}{r_p} \frac{X^v - X^i(r_p)}{\alpha X^{v''} - X^i(r_p)}} \quad (2.27)$$

$$\text{Avec } X^i(r_p) = (X_A^i(r_p); X_B^i(r_p))$$

A présent, toutes les équations nécessaires pour déterminer le taux de germination (2.19) ainsi que la croissance des précipités (2.27) sont déterminées, tout en prenant en compte l'interface qui se crée entre les précipités et la matrice, pour des précipités sphériques. Il faut souligner cependant encore un phénomène : les petits précipités sont moins stables que les gros et ont tendance à se dissoudre pendant que les plus gros croissent d'avantage. Cela a pour effet de diminuer le nombre de précipités, tout en augmentant leur taille moyenne, ce qui a de grandes conséquences sur les propriétés mécaniques et doit donc être pris en compte dans cette modélisation. En effet, puisque les précipités seront plus gros et moins nombreux, leur surface totale diminuera. Cela aura pour conséquence une moindre efficacité des précipités comme obstacles à la déformation plastique ou à l'encrage des joints de grains afin d'empêcher les grains de grossir. Le durcissement structural procuré par cette précipitation sera donc moins efficace : ce phénomène s'appelle mûrissement d'Ostwald ou la coalescence. Ce phénomène est pris en compte implicitement par l'équation de croissance établie en (2.27) dans le modèle choisit. En effet, ces résultats sont la conséquence de l'effet Gibbs-Thomson intégré dans cette équation.

Dans la prochaine partie, l'effet d'une géométrie de précipité de type disque sur les équations de germination et de croissance sera exposé.

### 2.2.ii. Adaptation des équations au cas de la phase $\gamma''$

Dans le cas de la phase  $\gamma''$  de l'alliage 718, l'hypothèse de précipités sphériques est difficilement acceptable. En effet, la Figure 2.6 permet d'illustrer le fait que la phase  $\gamma''$  adopte une géométrie de disque avec un facteur de forme pouvant aller jusqu'à 5 ou 8 (voir Figure 2.8). Il est alors nécessaire d'adapter les équations de la théorie classique de germination et de croissance pour modéliser de manière adéquate la précipitation de cette phase.

Dans cette partie certaines hypothèses sont formulées:

- Précipitation unique de la phase  $\gamma''$  (les phases  $\gamma'$  et  $\delta$  sont ignorées) : en effet le durcissement étant principalement dû à la phase  $\gamma''$ , la simulation de cette seule phase suffit à bien prédire par la suite la limite d'élasticité (voir Chapitre 1).
- Précipitation homogène de la phase  $\gamma''$  : justifié par les observations MET du Chapitre 1 (voir Figure 1.33 et Figure 1.34).
- La phase  $\gamma''$  est modélisée comme étant des disques (voir Figure 2.6) : les auteurs ayant étudié cette phase s'accordent sur la forme de disque de la phase  $\gamma''$  (Boyd & Nicholson, 1971) (Cozar & Pineau, 1973) (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974).
- Le facteur de forme  $q = 2r_p/T_p$  dépend du rayon des précipités : hypothèse de modélisation issue de mesures expérimentales (voir Figure 2.8).
- Seul le niobium diffuse dans la matrice  $\gamma$  : *i.e.* le nickel est massivement présent dans la matrice (voir composition de l'alliage 718 dans la Table 1.1) et diffuse plus vite que le niobium.

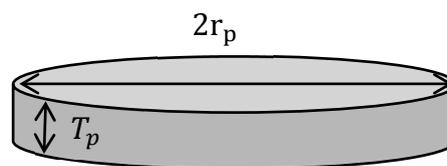


Figure 2.6 - Particules  $\gamma''$  sous forme de disques

*a. Effet de la géométrie en plaquette sur la vitesse de germination  $dN/dt$*

L'expression de la vitesse de germination reste inchangée et est rappelée ci-dessous :

$$\frac{dN}{dt} = \beta^* N_0 Z \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right] \quad (2.28)$$

Où  $\beta^*$  est le taux de condensation,  $N_0 = \frac{1}{v_{at}}$  la densité de site de germination,  $Z$  le facteur de Zeldovitch,  $\Delta G^*$  la barrière énergétique de germination,  $T$  la température et  $\tau$  est le temps d'incubation.

Tout d'abord, la géométrie influe directement sur le bilan énergétique d'un système dans lequel précipite une particule au sein d'une matrice. La variation de l'enthalpie libre du système devient alors (voir Annexe M pour le détail des calculs) :

$$\Delta G = V_p \Delta g + S_p \Gamma = \frac{2\pi \Delta g}{q} r_p^3 + 2\pi \Gamma r_p^2 \left(1 + \frac{2}{q}\right) \quad (2.29)$$

$\Delta g$  étant la force motrice volumique de germination et  $\Gamma$  l'énergie d'interface entre la matrice et le précipité de rayon  $r_p$ , de surface  $S_p$  et de volume  $V_p$ .  $q$  est le facteur de forme.

De cette première équation, découlent deux termes importants qui auront une influence sur la vitesse de germination : la barrière énergétique de germination  $\Delta G^*$  et le rayon critique de germination  $r_p^*$ , qui correspondent respectivement au maximum de la fonction  $\Delta G$  et au rayon correspondant à ce maximum. Ils deviennent alors (voir Annexe M pour le détail des calculs) :

$$r_p^* = -\frac{2\Gamma(q+2)}{3\Delta g} \quad (2.30)$$

$$\Delta G^* = \frac{16}{3} \pi \frac{\Gamma^3}{\Delta g^2} \frac{(q+2)^3}{18q} \quad (2.31)$$

Les équations (2.30) et (2.31) sont légèrement différentes des équations. (22) and (23) de Fisk *et al.* (Fisk, Ion, & Lindgren, 2014), pour qui les précipités sous forme de disques sont supposés devenir des sphères lorsque  $q = 1$ .

Ensuite, la géométrie affecte le facteur de Zeldovitch.  $Z$  (voir Annexe M pour le détail des calculs) :

$$Z = \frac{V_{at}^{\gamma''}}{3\pi r_p^{*2}} \sqrt{\frac{\Gamma q(q+2)}{2k_B T}} \quad (2.32)$$

Avec  $V_{at}^{\gamma''}$  le volume atomique du précipité  $\left(\frac{v_{maille}}{nb_{atomes/maille}}\right)$ .

Les expressions des autres termes de l'équation de germination restent inchangées. Dans le cas des précipités  $\gamma''$ , ils peuvent être exprimés comme suit :

$$\Delta g = -\frac{k_B T}{V_{at}^{\gamma''}(x+y)} \ln \left[ \frac{X_{Ni}^{\gamma}{}^x X_{Nb}^{\gamma}{}^y}{Ks} \right] \quad (2.33)$$

Où  $x$  et  $y$  sont les coefficients stœchiométriques de la phase considérée (pour  $\gamma''(\text{Ni}_3\text{Nb})$   $x=3$  et  $y=1$ ),  $X_{Ni}^{\gamma}$  et  $X_{Nb}^{\gamma}$  les fractions atomiques de Ni et Nb dans la matrice  $\gamma$  et  $Ks$  est le produit de solubilité (en fraction atomique), s'exprimant sous la forme :

$$Ks = X_{Ni}^{\gamma e}{}^x X_{Nb}^{\gamma e}{}^y = 10^{-\frac{A}{T}+B} \quad (2.34)$$

$X_{Ni}^{\gamma e}$  et  $X_{Nb}^{\gamma e}$  les fractions atomiques de Ni et Nb dans la matrice à l'équilibre à la température  $T$ . Le produit de solubilité est supposé avoir une forme classique où  $A$  et  $B$  sont des constantes expérimentalement déterminées.

Ensuite :

$$\beta^* = \frac{4\pi r_p^{*2}}{a^4} \frac{X_{Nb}^{\gamma''}}{D_{Nb} X_{Nb}^{\gamma}} \quad (2.35)$$

$$\tau = \frac{2}{\pi \beta^* Z^2} \quad (2.36)$$

$a$  est le paramètre de maille de  $\gamma$ ,  $D_{Nb}$  est le coefficient de diffusion du Nb dans la matrice et  $X_{Nb}^{\gamma''} = y/(x+y)$  est la fraction atomique de Nb dans  $\gamma''$ .

*b. Effet de la géométrie en plaquette sur la vitesse de croissance  $dr_p/dt$*

La géométrie a une influence directe sur l'équation de croissance. Cette équation a été adaptée de l'équation de Zener-Hillert pour des précipités en forme de plaquettes (Hillert, 1957) :

$$\frac{dr_p}{dt} = \frac{q D_{Nb}}{2 r_p} \frac{X_{Nb}^{\gamma} - X_{Nb}^i(r_p)}{\alpha X_{Nb}^{\gamma''} - X_{Nb}^i(r_p)} \quad (2.37)$$

Avec  $D_{Nb}$  le coefficient de diffusion du Nb dans la matrice  $\gamma$ ,  $X_{Nb}^i$  est la concentration atomique de niobium dans la matrice à l'interface matrice/précipité pour un rayon de courbure de  $r_p$ ,  $X_{Nb}^{\gamma''}$  la concentration atomique de niobium dans la phase  $\gamma''$  et  $\alpha = \frac{V_{at}^{\gamma}}{V_{at}^{\gamma''}}$ .

Dans l'équation originale de Zener-Hillert, un terme multiplicatif de  $1 - r^*/r_p$  est présent afin de prendre en compte les effets de capillarité. Dans le cas de cette étude, ce terme a été supprimé car l'effet de Gibbs-Thomson est déjà pris en compte dans le produit de solubilité dépendant de  $r_p$ .

Pour déterminer la fraction de soluté à l'interface précipité/matrice, l'influence de l'interface sur l'équilibre doit être prise en compte, *i.e.* l'effet Gibbs-Thomson. Cet effet modifie les limites de solubilité et n'est pas négligeable dans le cas de la nucléation et de la coalescence (Perez, 2005). L'effet Gibbs-Thomson a été adapté pour des précipités sous forme de disques (voir Annexe M pour le détail des calculs) :

$$X_{Ni}^x(r_p) X_{Nb}^y(r_p) = K_s \exp\left(\frac{r_0}{r_p}\right) \quad (2.38)$$

Où  $r_0$  est la longueur de capillarité. Elle peut être exprimée par :

$$r_0 = \frac{V_{at}^{\gamma''} \Gamma(x+y) 2(q+2)}{k_B T 3} \quad (2.39)$$

A la fin de chaque pas de temps, après les calculs de nucléation et de croissance, la quantité de niobium restant en solution solide est calculée grâce à un bilan de matière :

$$X_{Nb}^{\gamma} = \frac{X_{Nb}^0 [1 + \alpha f_v - f_v] - X_{Nb}^{\gamma''} \alpha f_v}{1 - f_v} \quad (2.40)$$

$X_{Nb}^0$  est la fraction atomique totale de niobium dans l'alliage et  $f_v$  est la fraction volumique de précipités  $\gamma''$ . La fraction volumique  $f_v$  est calculée grâce à la distribution de taille de précipité donnée par le modèle implémenté dans PreciSo :

$$f_v = 2\pi \sum_i \frac{r_{pi}^3 N_i}{q_i} \quad (2.41)$$

Avec  $r_{pi}$  et  $N_i$  le rayon et le nombre de précipités dans la classe de taille  $i$ .  $q_i$  est le facteur de forme de la classe  $i$ .

L'implémentation des équations de germination et de croissance a été faite dans PreciSo comme décrit dans (Perez, Dumont, & Acevedo-Reyes, 2008) (Perez, Dumont, & Acevedo-Reyes, 2009).

A présent, PreciSo peut prendre en compte cette nouvelle géométrie de précipité. Dans la prochaine partie, les données d'entrée nécessaires à la modélisation de la précipitation de la phase  $\gamma''$  seront déterminées.

### 2.3. *Données d'entrée et calibration du modèle de précipitation*

#### **Paramètres de la matrice :**

La matrice  $\gamma$  est une solution solide de substitution de nickel cristallisant sous forme cubique face centrées (CFC). Le paramètre de maille  $a$  de la matrice  $\gamma$  de l'Inconel 718<sup>®</sup> a été mesuré par Sundararaman *et al.* (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988) par des méthodes de DRX et obtenant ainsi une valeur de  $a = 3,616 \times 10^{-10}$  m. Afin d'obtenir le volume atomique, la relation suivante est utilisée :  $V_{at} = \frac{V_{maille}}{Nb_{atomes/maille}}$  avec  $V_{maille} = a_\gamma^3$  et le nombre d'atomes par maille est de 4. Donc  $V_{at}^\gamma$  peut être calculé par :  $V_{at}^\gamma = \frac{a^3}{4} = 1,182 \times 10^{-29}$  m<sup>3</sup>.

#### **Paramètres des éléments en solution solide :**

Seule la diffusion du niobium dans la matrice est considérée. Le coefficient de diffusion du niobium dans la matrice est donné par :

$$D_{Nb} = D_0^{Nb} \cdot \exp\left(-\frac{Q^{Nb}}{RT}\right) \quad (2.42)$$

Avec  $R$  la constante universelle des gaz parfaits, avec une valeur, considérée dans cette étude, de  $8,314 \text{ J. mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . Le terme pré-exponentiel a été déterminé par Devaux *et al.* à  $D_0^{\text{Nb}} = 8,8 \times 10^{-5} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  (Devaux, et al., 2008). L'énergie d'activation de la diffusion d'une valeur de  $Q^{\text{Nb}} = 258 \text{ kJ. mol}^{-1}$  a été choisie. Cette valeur est dans la gamme de valeur d'énergies d'activation disponibles dans la littérature : Devaux *et al.* (Devaux, et al., 2008) ont trouvé  $Q^{\text{Nb}} = 272 \text{ kJ. mol}^{-1}$ , Han *et al.* (Han, Deb, & Chaturvedi, 1982) mesurent  $298 \text{ kJ. mol}^{-1}$ , Stockinger *et al.* (Stockinger, Kozeschnik, Buchmayr, & Horvath, 2001)  $215 \text{ kJ. mol}^{-1}$  et Patil *et al.* (Patil & Kale, 1996) ont déterminé  $(203 \pm 5) \text{ kJ. mol}^{-1}$ . Les différents coefficients de diffusion évoqués ci-dessus sont tracés, en fonction de la température, sur la Figure 2.7.

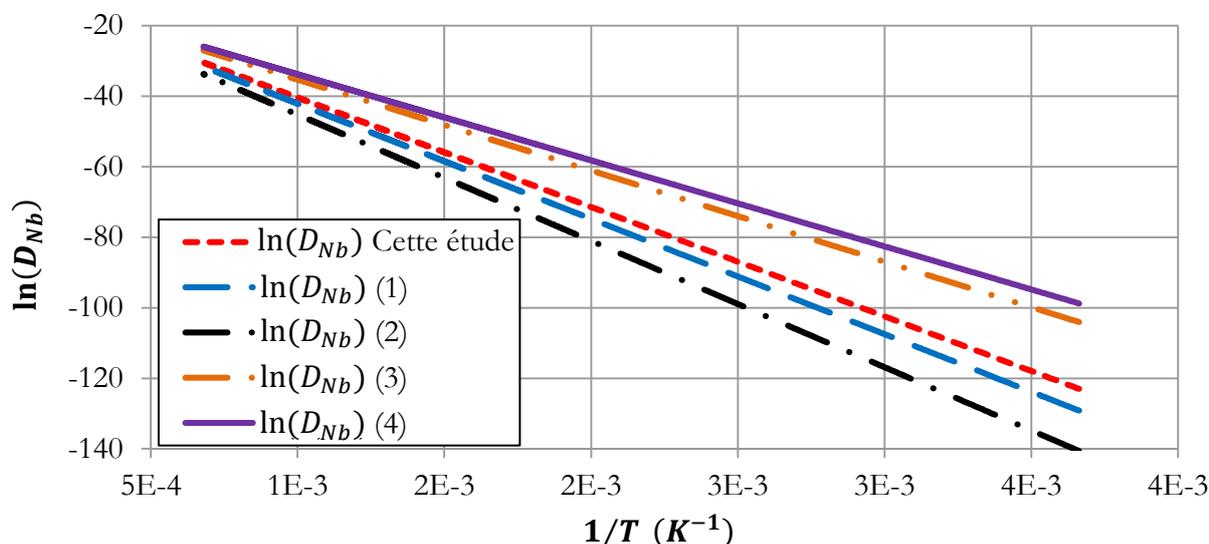


Figure 2.7 - Comparaison de différents coefficients de diffusion rencontrés dans la littérature sous la forme  $\ln(D_{\text{Nb}}) = f(1/T)$  avec  $D_0^{\text{Nb}} = 8,8 \times 10^{-5}$ . Données issues de : (1) (Devaux, et al., 2008) ; (2) (Han, Deb, & Chaturvedi, 1982) ; (3) (Stockinger, Kozeschnik, Buchmayr, & Horvath, 2001) ; (4) (Patil & Kale, 1996)

### Paramètres de la phase $\gamma''$ :

La composition exacte des précipités  $\gamma''$  a été discutée dans la partie 1.1.iii.f : elle est composée de 74 at% Ni, 17 at% Nb et de nombreux autres éléments. Pour des questions de simplicité, la stœchiométrie de cette phase a été fixée à  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  comme dans la grande majorité des études sur l'Inconel 718®.

Tout d'abord, afin de déterminer le volume atomique  $V_{\text{at}}$  l'équation  $V_{\text{at}} = \frac{V_{\text{maille}}}{\text{Nb}_{\text{atomes/maille}}}$  est de nouveau utilisée avec cette fois  $V_{\text{maille}} = a^2 \cdot c$  (maille tétragonale centrée). Le nombre d'atomes par maille est de 8 (6 atomes de nickel et 2 atomes de niobium). Les paramètres de maille sont

$a_{\gamma''} = 0,3624 \text{ nm}$  et  $c_{\gamma''} = 0,7046 \text{ nm}$  (reportés par Wagner et Hall (Wagner & Hall, 1965)).

le volume atomique moyen résultant est alors de  $V_{at}^{\gamma''} = 1,157 \times 10^{-29} \text{ m}^{-3}$ .

L'énergie de surface  $\Gamma$  est difficile à déterminer expérimentalement ce qui explique qu'elle soit souvent considérée comme un paramètre d'ajustement. C'est ainsi qu'elle est considérée dans cette étude. Une valeur de  $110 \text{ mJ.m}^{-2}$  a été déterminée, parfaitement en accord avec celle calculée par (Devaux, et al., 2008) qui est de  $\Gamma = 95 \pm 17 \text{ mJ.m}^{-2}$ . Pour évaluer sa valeur, Devaux *et al.* ont utilisé une expression reliant : l'énergie (ou tension) de surface  $\Gamma$ , le diamètre  $D_p$  et l'épaisseur  $T_p$ , le module de cisaillement  $G$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  des précipités  $\gamma''$ . Cette relation est proposée par Cozar *et al.* (Cozar & Pineau, 1973), pour des particules adoptant une géométrie ellipsoïdale.

Une comparaison entre le facteur de forme expérimental de cette étude et celui disponible dans divers articles sur le sujet est disponible sur la Figure 2.8. L'évolution du facteur de forme présente deux différents régimes : de 0,5 à 18 nm, une croissance importante du facteur de forme avec le diamètre du précipité peut être observée ; après 18 nm, une croissance plus lente a lieu.

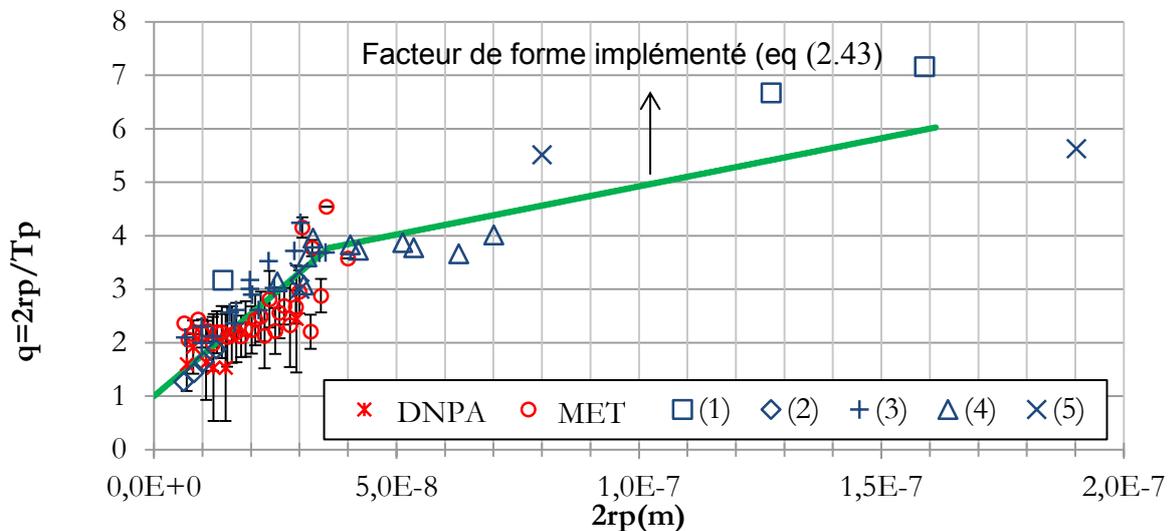


Figure 2.8 - Facteur de forme en fonction du diamètre du précipité. Résultats de DNPA et MET comparés à des mesures issues de la littérature : 1. (Sundaraman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1992), 2. (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994), 3. (Devaux, et al., 2008), 4. (Han, Deb, & Chaturvedi, 1982), 5. (Slama & Cizeron, 1997).

L'évolution du facteur de forme est directement implémentée dans le modèle de précipitation grâce aux équations suivantes :

$$\begin{cases} q = 7,7 \times 10^7 \times 2r_p + 1 & \text{si } r_p \leq 18 \text{ nm} \\ q = 1,80 \times 10^7 \times 2r_p + 3,124 & \text{si } r_p > 18 \text{ nm} \end{cases} \quad (2.43)$$

Un facteur de forme non-constant pourrait requérir des termes additionnels dans les équations de germination. Cependant, les ordres de grandeur de ces termes ont été calculés et leurs effets ont été déterminés comme étant négligeables comparés aux termes « originaux » des équations de germination. Ces calculs sont présents en, Annexe N. A chaque pas de temps et pour chaque classe de taille de précipités, le facteur de forme est considéré comme constant.

Le produit de solubilité peut s'exprimer, dans le cas de la précipitation de la phase  $\gamma''$  de composition ( $Ni_3Nb$ ), par :

$$K_S = X_{Ni}^\gamma \cdot X_{Nb}^\gamma \text{ et } \text{Log}(K_S) = -\frac{A}{T} + B \quad (2.44)$$

Avec  $X_{Ni}^\gamma$  la fraction atomique de nickel présent dans la solution solide,  $X_{Nb}^\gamma$  celle de niobium.

Pour tracer  $K_S$  et donc déterminer les coefficients A et B, les fractions volumiques à l'équilibre de la phase  $\gamma''$  à deux différentes températures sont utilisées. Il y a malheureusement très peu de données concernant la fraction volumique à l'équilibre en fonction de la température. Les mesures de DNPA donnent  $f_v = 9,35 \%$  à  $760^\circ\text{C}$ . Afin d'avoir une deuxième température, le diagramme TTT proposé par (Cozar & Pineau, 1973) (voir Figure 1.2) a été utilisé afin d'avoir une estimation de la température de dissolution de  $\gamma''$  : cette température peut être estimée à  $900^\circ\text{C}$ , la fraction volumique à l'équilibre a alors été fixée à  $0 \%$ .

A partir de ces données de fraction volumique, les termes  $X_{Ni}^\gamma$  et  $X_{Nb}^\gamma$  de l'équation (2.44) ont été calculés grâce au bilan de matière proposé en équation (2.40), rappelé ci-dessous :

$$X_i^\gamma = \frac{X_i^0 [1 + \alpha f_v - f_v] - X_i^{\gamma''} \alpha f_v}{1 - f_v} \quad (2.45)$$

Avec  $X_i^\gamma$  la fraction atomique de l'élément  $i$  restant en solution solide,  $X_i^0$  est la fraction atomique totale de l'élément  $i$  (déterminé grâce à la composition de l'alliage),  $X_i^{\gamma''}$  est la fraction atomique de l'élément  $i$  dans les précipités (déterminé avec la stœchiométrie du précipité, ici  $\gamma'' = Ni_3Nb$ ),

$\alpha$  est le rapport entre le volume atomique de la matrice et celle du précipité considéré  $\left(\frac{V_{at}^{\gamma}}{V_{at}^{\gamma''}}\right)$  et  $f_v$  la fraction volumique précipitée.

Ensuite, la courbe  $\text{Log}(K_S) = f\left(\frac{1}{T}\right)$  est tracée et une régression linéaire effectuée afin de déterminer les valeurs de A et B. Les paramètres du produit de solubilité sont alors  $A = 4688$  K et  $B = 1,7137$ .

Tous les paramètres du modèle de précipitation de la phase  $\gamma''$  sont présents dans la Table 2.1.

**Table 2.1. Synthèse des paramètres du modèle de précipitation**

Paramètre	Valeur	Source
$a$ (m)	$3,616 \times 10^{-10}$	(Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988)
$V_{at}^{\gamma}$ (m <sup>3</sup> )	$1,182 \times 10^{-29}$	Cette étude
$D_0^{\text{Nb}}$ (m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )	$8,8 \times 10^{-5}$	(Devaux, et al., 2008)
$Q^{\text{Nb}}$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	258	(Devaux, et al., 2008) + ajustement
$V_{at}^{\gamma''}$ (m <sup>-3</sup> )	$1,157 \times 10^{-29}$	Cette étude
$\Gamma$ (mJ.m <sup>2</sup> )	110	(Devaux, et al., 2008) + ajustement
$A$ (K)	4688,5	Cette étude
$B$	1,7137	Cette étude
$k_B$ (J.K <sup>-1</sup> )	$1,38 \times 10^{-23}$	-
$R$ (J.mol <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	8,314	-
$x$	3	-
$y$	1	-

La germination est considérée dans ce modèle comme étant homogène, ce qui est confirmé par les observations MET et MEB disponibles en Figure 1.33 et Figure 1.34.

A présent, toutes les données nécessaires à la simulation de la précipitation de la phase  $\gamma''$  sont disponibles. Une étude a été effectuée afin de déterminer l'influence de plusieurs paramètres d'entrée, cette étude est disponible en Annexe O.

Dans la prochaine partie, seront présentés les résultats de cette simulation. Ils seront comparés aux résultats expérimentaux issus de ces travaux ainsi que d'autres travaux portant sur ce sujet.

## 2.4. Résultats et validation du modèle de précipitation

Des traitements isothermes ont été modélisés pour différentes températures, en partant d'un état remis en solution. Les températures modélisées sont les mêmes que celles étudiées expérimentalement (720°C et 760°C), ainsi qu'une troisième pour laquelle il existe des données dans la littérature (660°C). La Figure 2.9 illustre la comparaison entre les résultats de simulation et expérimentaux du rayon moyen de la phase  $\gamma''$  en fonction du temps, pour différentes températures.

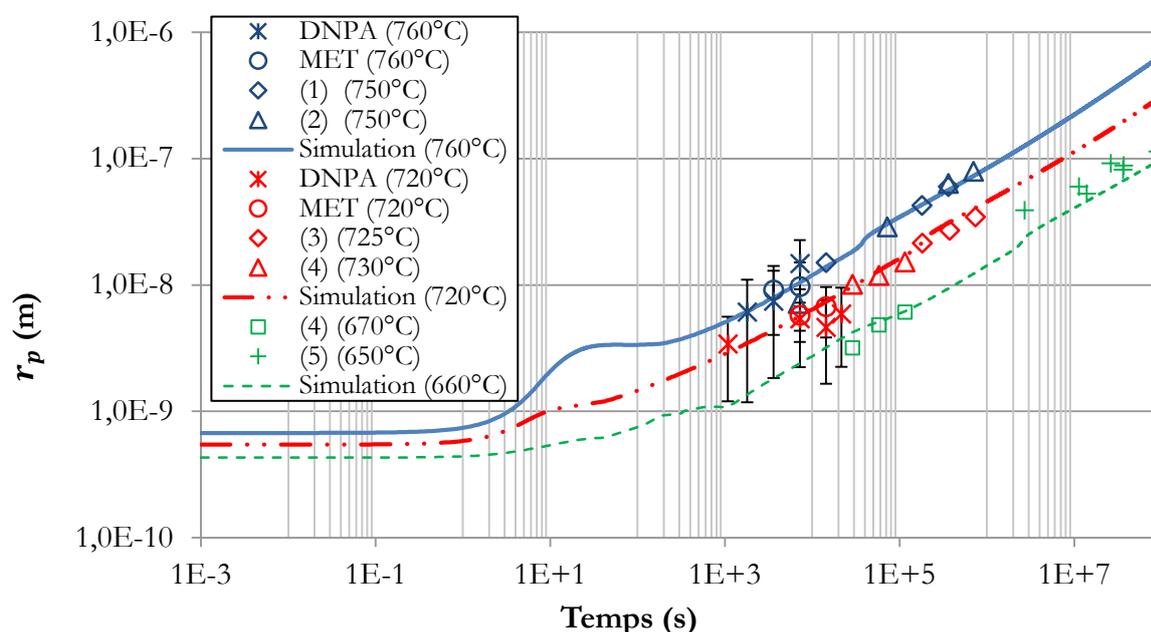
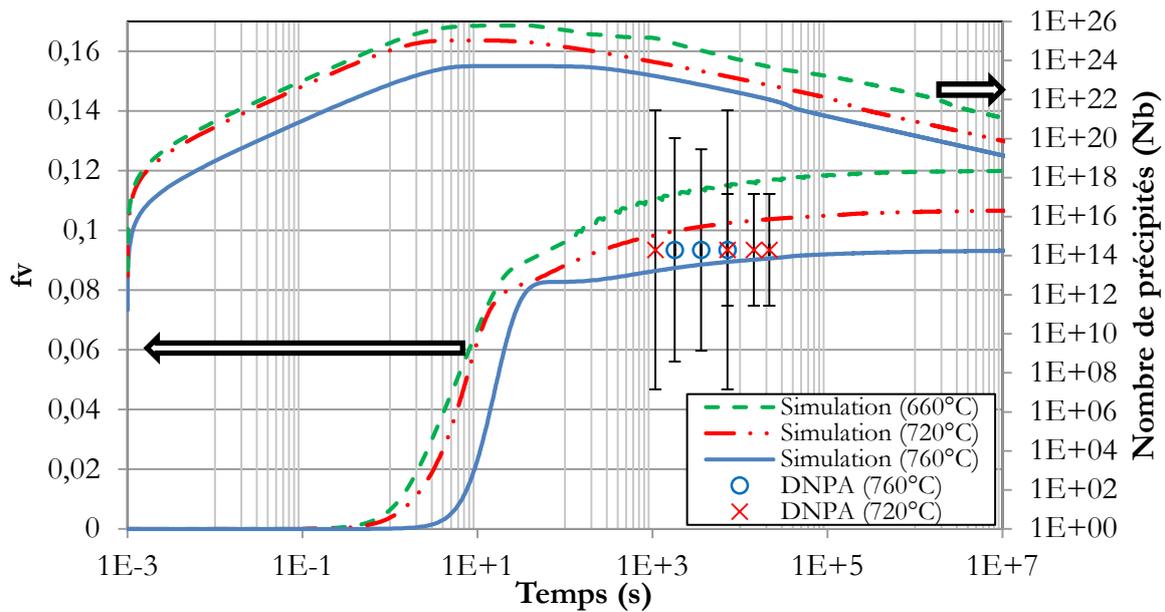


Figure 2.9 - Rayon moyen en fonction du temps pour différents traitements thermiques. Comparaison entre les résultats expérimentaux et de simulation. Données issues de: 1. (Slama & Adbellaoui, 2000), 2. (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994), 3. (Han, Deb, & Chaturvedi, 1982), 4. (Devaux, et al., 2008), 5. (Wlodek & Fiedl, 1994)

Il peut être noté que les effets de la température sur la cinétique de précipitation sont bien pris en compte avec ce modèle. Un écart peut cependant être observé avec les données expérimentales pour des temps longs de traitement. Cela peut être dû à des hétérogénéités de diffusion (diffusion aux joints de grains, de macles, hétérogénéités chimiques,...) qui ne sont pas prises en compte dans le cadre de cette approche.

La fraction volumique et le nombre de précipités en fonction du temps sont illustrés sur la Figure 2.10.



**Figure 2.10 - Fraction volumique et nombre de précipités en fonction du temps et de la température de traitement**

La distribution expérimentale de taille des précipités est obtenue par la technique de MET. La distribution expérimentale suit une loi Log-normale, alors que les résultats de modélisation suivent une loi de type Lifshitz–Slyozov–Wagner (ou LSW) (induite par la modélisation choisie). Cet écart entre les distributions peut s’expliquer par une diffusion non homogène du niobium dans la matrice dans la réalité : en effet dans le modèle à champ moyen choisi, la diffusion du niobium est homogène et constante. Dans un alliage réel, la diffusion du niobium peut être hétérogène, du fait d’hétérogénéités dans la microstructure (ségrégation chimique et donc composition de la matrice non constante dans l’espace, les joints de grains et de macles ou encore les dislocations sur lesquels la diffusion est plus rapide et donc la précipitation favorisée). Certaines particules peuvent alors croître beaucoup plus vite que d’autres, ce qui a pour effet d’élargir la distribution et explique la forme en Log-normale des distributions expérimentales. Ce problème de différence d’allure des distributions expérimentales et simulées est un problème classique dans l’état de l’art de la simulation de la précipitation.

Afin de tracer les distributions disponibles sur la Figure 2.11, les distributions normalisées (tracées sur la Figure 1.35) sont multipliées par le nombre total de particules donné par PreciSo pour chaque traitement thermique étudié.

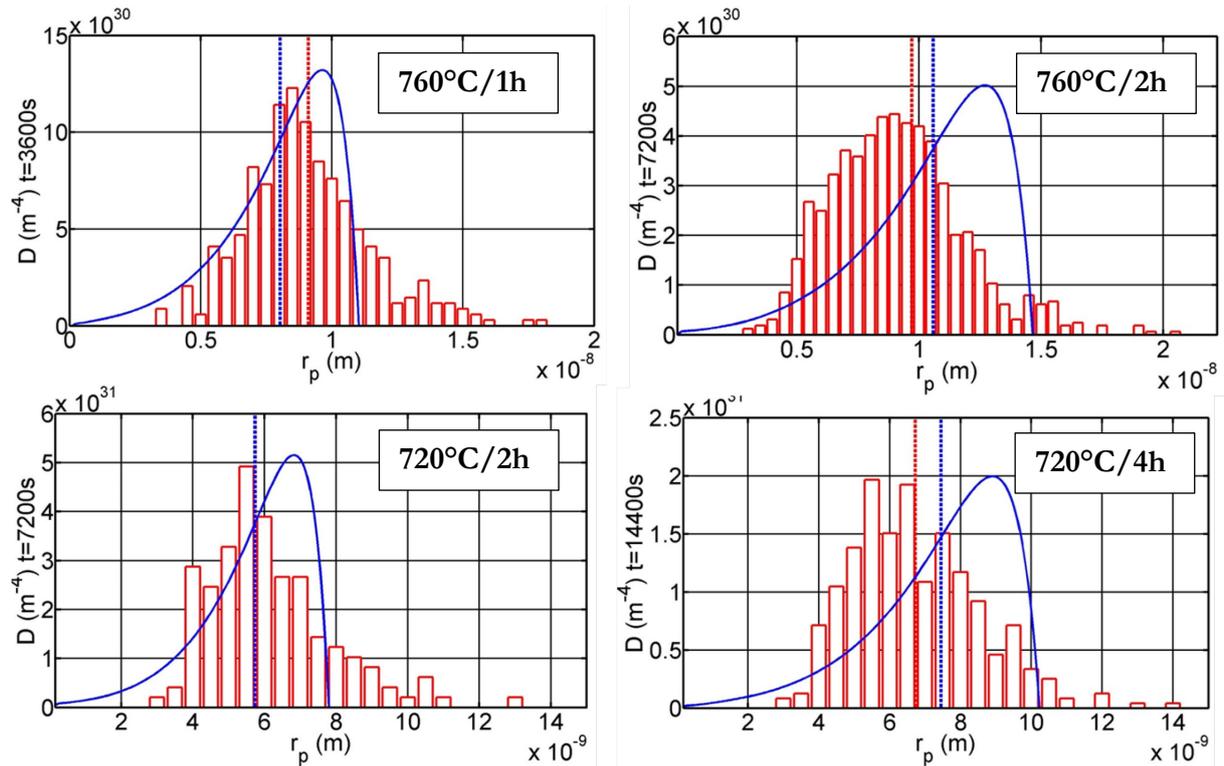


Figure 2.11 - Distribution de taille des précipités  $\gamma''$  : comparaison des données expérimentales avec la simulation

Le modèle proposé permet une bonne description de la précipitation de la phase  $\gamma''$  dans l'Inconel 718<sup>®</sup>, en ce qui concerne le rayon moyen, la fraction volumique et la distribution de taille des précipités pour les données expérimentales disponibles. Il est important de noter que le modèle a été paramétré uniquement grâce à des données expérimentales correspondant à des traitements isothermes.

A présent, ce modèle est testé pour des traitements anisothermes correspondant aux rampes étudiées dans le cas des essais de DSC (voir les parties 1.2 et 1.4.i ainsi que la Figure 2.12 (les températures entre parenthèses sur ces courbes sont les températures effectivement atteintes lors de l'essai) pour les traitements thermiques testés). Cela permet d'avoir une idée qualitative de la justesse du modèle dans le cas de transitoires thermiques.

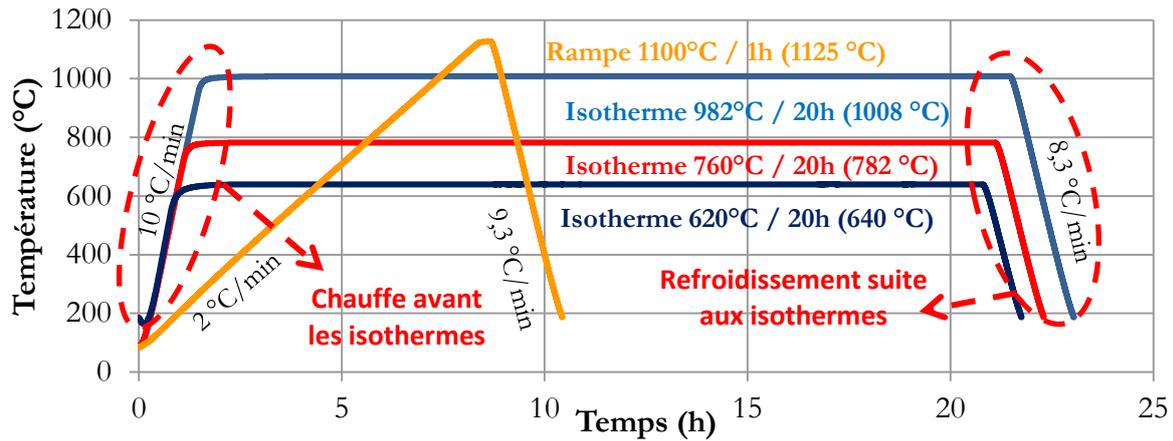


Figure 2.12 - Rappel des traitements thermiques utilisés dans l'étude de DSC

Sur la Figure 2.13, est tracée la fraction volumique précipitée de phase  $\gamma''$  en fonction de la température maximale au chauffage.

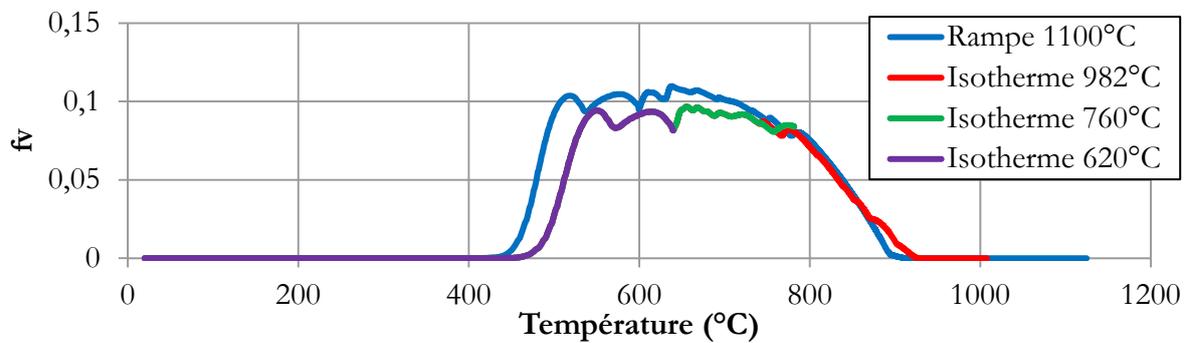


Figure 2.13 - Simulations PreciSo des traitements thermiques réalisés pendant la DSC : fraction volumique (chauffe)

La fraction volumique précipitation durant le refroidissement en fonction de la température est tracée sur la Figure 2.14.

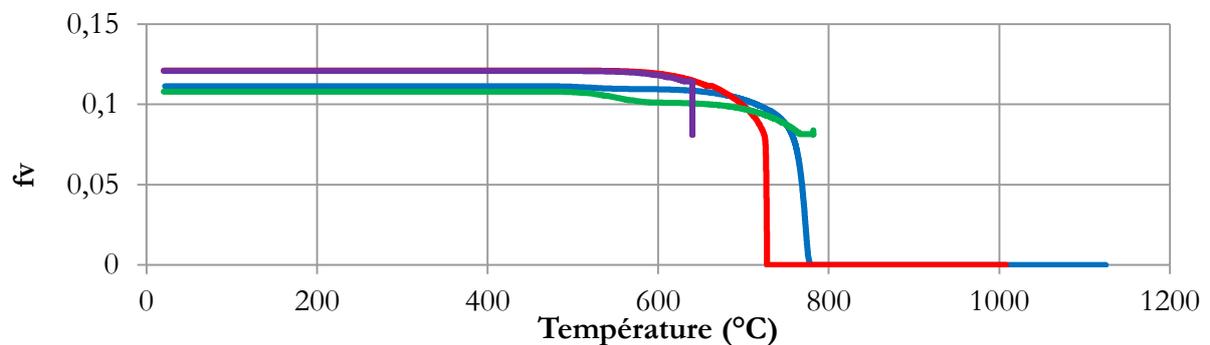


Figure 2.14 - Simulations PreciSo des traitements thermiques réalisés pendant la DSC : fraction volumique (refroidissement)

Sur la Figure 2.15, sont tracés le rayon moyen ( $r_p$ ) et le nombre de précipités en fonction de la température pendant le chauffage.

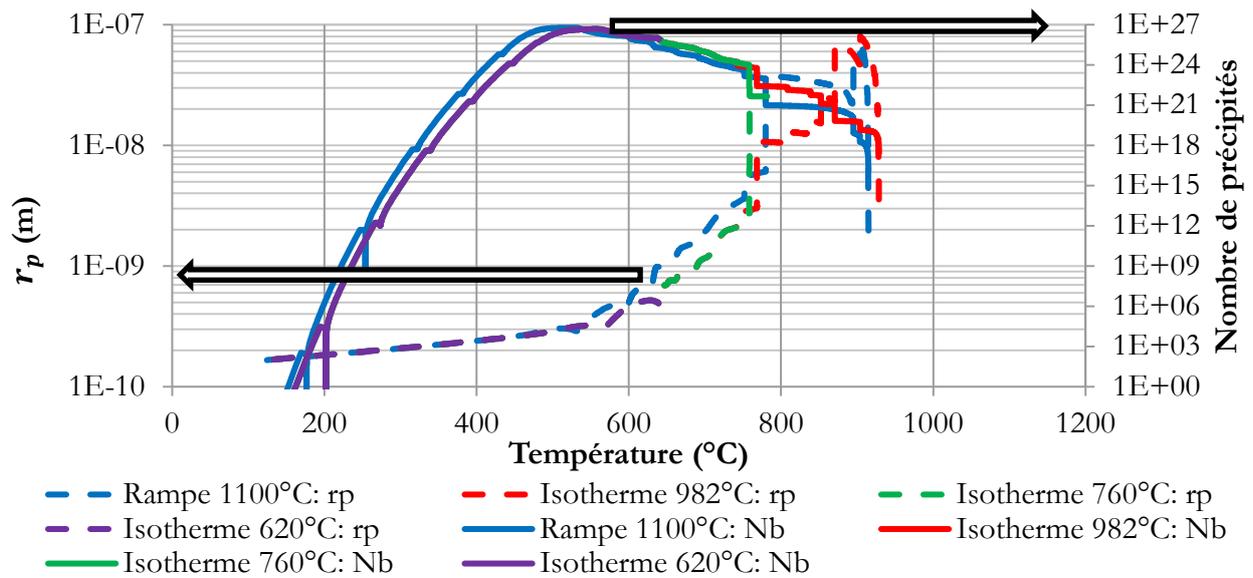


Figure 2.15 - Simulations PreciSo des traitements thermiques réalisés pendant la DSC : rayon moyen et nombre de précipités (chauffe)

Le nombre de précipités augmente jusqu'à une température voisine de 520°C. Ensuite, la coalescence a lieu (diminution du nombre de précipités de pair avec une augmentation du rayon moyen). Une diminution du rayon moyen ainsi que du nombre de précipités peut être observée à partir d'environ 900°C, ce qui correspond au début de la dissolution de la phase  $\gamma''$ .

Le nombre de précipités et leur rayon moyen en fonction de la température, pendant le refroidissement suite aux isothermes ainsi que pour la rampe à 1100°C, sont tracés sur la Figure 2.16.

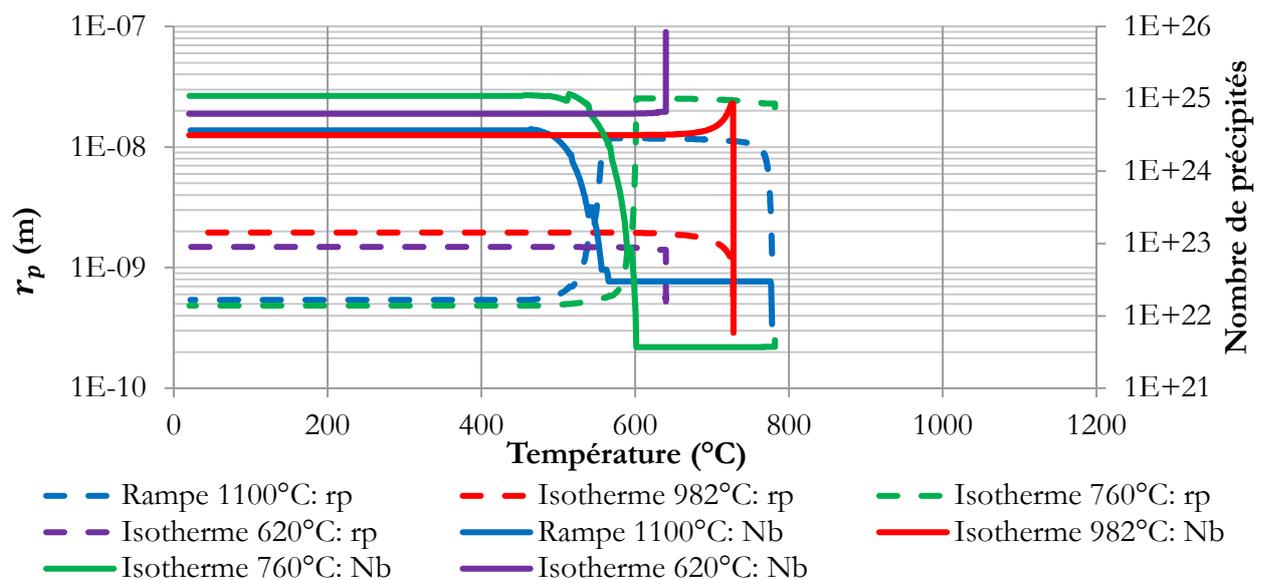


Figure 2.16 - Simulations PreciSo des traitements thermiques réalisés pendant la DSC : rayon moyen et nombre de précipités (refroidissement)

Le rayon moyen augmente rapidement pour les traitements ayant abouti à une dissolution totale des précipités (rampe à 1100°C et isotherme à 982°C) dès que la plus haute température favorable à la précipitation est atteinte (environ 780°C). Ensuite, la température n'étant plus suffisante pour faire croître les particules, le rayon moyen atteint un palier. En ce qui concerne le refroidissement suite à l'isotherme à 982°C, la diminution du nombre de précipités, allant de pair avec une augmentation du rayon moyen entre 730°C et 680°C, est due à un début de coalescence. Elle prend fin après 680°C du fait d'une température devenue trop basse.

Afin de pouvoir expliquer la diminution du rayon moyen pour la rampe 1100°C et l'isotherme à 760°C, il est nécessaire d'étudier l'évolution dans le temps de la distribution de taille des précipités. Afin d'illustrer l'explication, les distributions finales des traitements thermiques utilisés pour les essais de DSC sont tracées sur la Figure 2.17.

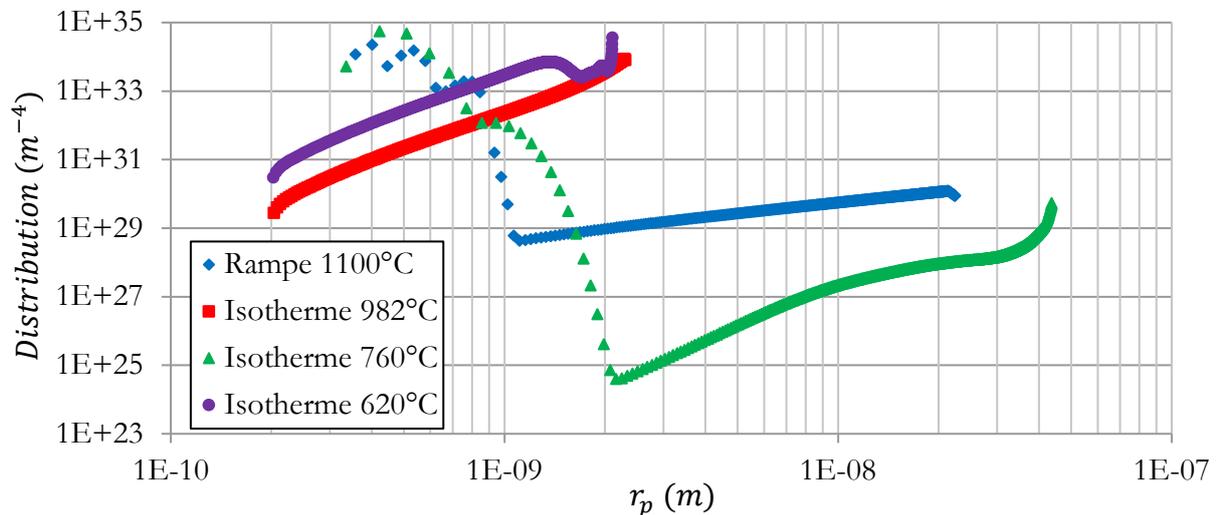
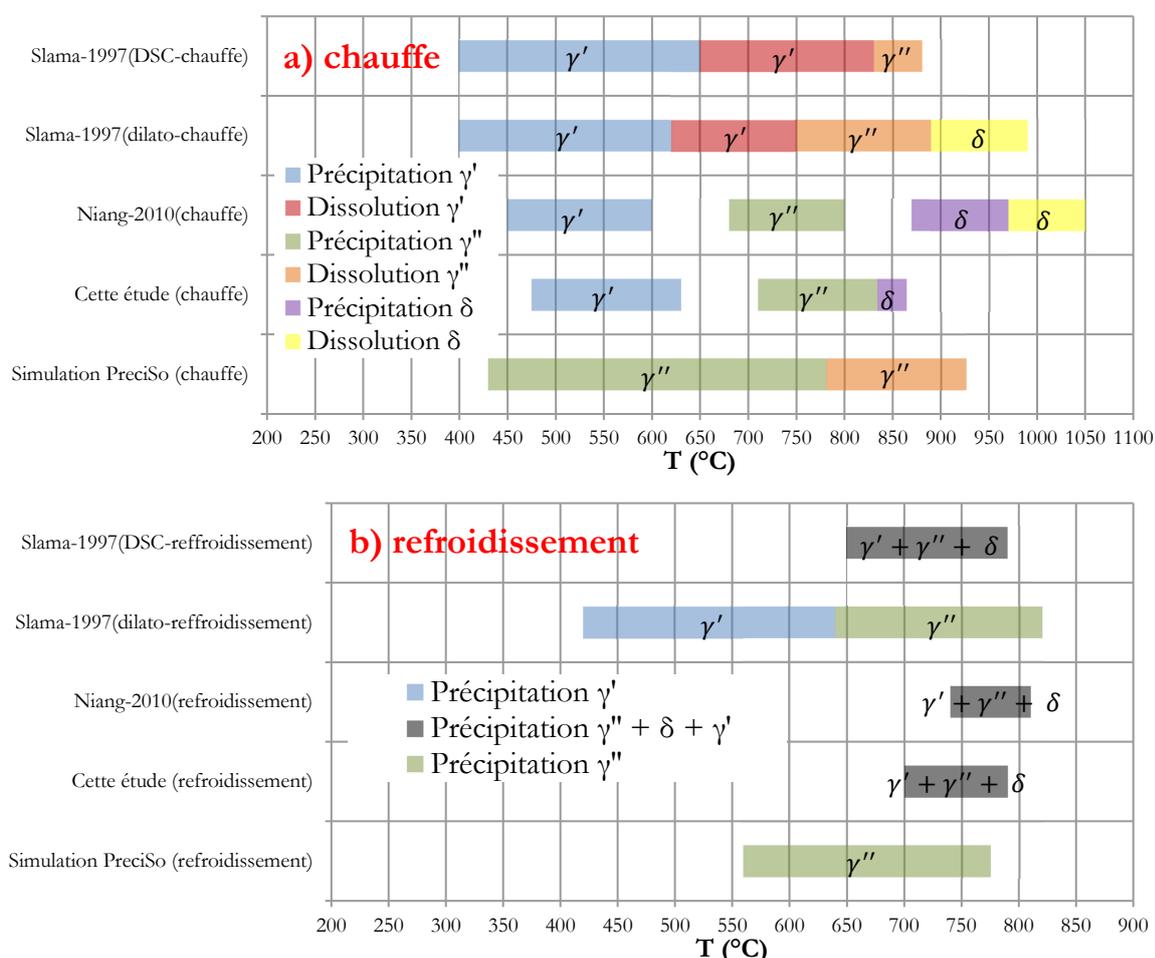


Figure 2.17 - Distribution de taille à la fin du refroidissement

En ce qui concerne l'isotherme à 760°C et la rampe à 1100°C, la diminution du rayon moyen suite au premier palier (palier entre 780°C et 615°C pour l'isotherme à 760°C et entre 770°C et 565°C pour la rampe à 1100°C) provient de la germination importante (et donc un nombre important de petites particules) dans les intervalles de températures dans lesquels le rayon moyen diminue. Cette germination est suffisante pour faire baisser le rayon moyen. Il y a donc une distribution non LSW avec un pic important aux très petits rayons et un nombre de précipités moins important aux gros rayons (comme il est possible d'observer sur la Figure 2.17). Cet exemple permet d'illustrer l'importance d'un modèle multi-classes. En effet, un modèle à rayon moyen ne permet pas de bien rendre compte de transitoires thermiques entraînant une distribution non LSW. Il est cependant important de rappeler que ces résultats sont uniquement des simulations.

Afin de comparer ces résultats de simulation à ceux obtenus expérimentalement par la technique de DSC, il est possible de reprendre la Figure 1.32 et d'y ajouter les résultats de simulation. Les données pour la précipitation correspondent à l'ensemble des 4 simulations : la température de début de précipitation est celle de la rampe à 1100°C pour laquelle la précipitation commence plus tôt. La température de fin de précipitation et début de dissolution correspond à celle de la chauffe de « l'isotherme » à 982°C pour laquelle la dissolution est la plus tardive. La plage de précipitation de la phase  $\gamma''$  considérée est donc la plus large possible. De même pour le refroidissement, la température de début de précipitation est celle de la rampe à 1100°C. Les résultats sont tracés sur la Figure 2.18.



**Figure 2.18 - Confrontation entre résultats expérimentaux de DSC et simulations : a) chauffe b) refroidissement**

Il est possible d'observer sur la Figure 2.18 que la précipitation simulée de la phase  $\gamma''$  est en cohérence avec les résultats expérimentaux de cette étude ainsi qu'avec les données issues de la littérature. Cependant, cette précipitation, notamment pendant la chauffe, a lieu pour des températures basses. Le début de la précipitation simulée correspond à la précipitation

expérimentalement mesurée de la phase  $\gamma'$  alors que seule la phase  $\gamma''$  est simulée. Cette précipitation à de basses températures peut s'expliquer par les données expérimentales utilisées pour calibrer le modèle. En effet, la DNPA ne permet pas de différencier les phases présentes dans le matériau étudié. Les traitements thermiques étudiés en DNPA (Table 1.2) entraînent, d'après de diagramme TTT de la Figure 1.2, la précipitation conjointe des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Donc, les mesures de fraction volumique à l'équilibre de DNPA, pour calibrer le modèle, représentent la fraction volumique de  $\gamma' + \gamma''$ . Concernant le refroidissement, la précipitation de la phase  $\gamma''$  est en très bonne cohérence avec les données de refroidissement expérimentales.

Ensuite, le diagramme TTT a été tracé grâce à ce modèle de précipitation sur la Figure 2.19.

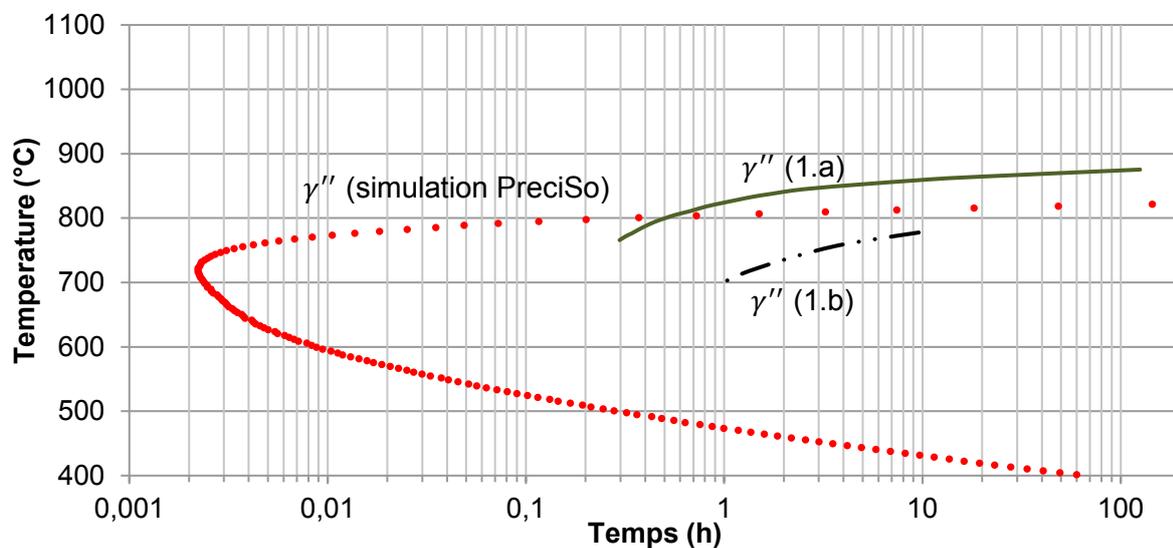


Figure 2.19 - Diagramme TTT de l'alliage 718 : confrontation de la simulation PreciSo et des données issues de (1.a) (Cozar & Pineau, 1973) avec un ratio  $\frac{X_{Ti+X_{Al}}}{X_{Nb}} = 0,77$ , (1.b) (Cozar & Pineau, 1973) avec un ratio  $\frac{X_{Ti+X_{Al}}}{X_{Nb}} = 0,97$

Pour les temps longs (supérieurs à 1h), la simulation PreciSo permet une bonne approximation de la réalité. Pour les temps plus courts, il est difficile de se prononcer ; en effet les données expérimentales manquent pour des traitements isothermes courts, le diagramme TTT de la phase  $\gamma''$  disponible provient de (Cozar & Pineau, 1973) et est incomplet. Il manque notamment le nez de précipitation. La précipitation simulée semble rapide, cependant, à la connaissance de l'auteur, aucune donnée expérimentale ne vient contester ni confirmer ce fait. L'Inconel 718<sup>®</sup> est connu pour son durcissement relativement lent, ce qui permet d'éviter la fissuration pendant l'étape de soudage notamment (voir partie 5.1.iv) Ce n'est pas incompatible avec une précipitation rapide et une croissance de ces précipités suffisamment lente pour que ces derniers ne représentent pas

d'obstacles forts aux déplacements des dislocations trop tôt. Cela est confirmé par la modélisation de la limite d'élasticité présentée dans le Chapitre 4.

De plus, ce modèle a été utilisé en début de thèse, afin de prendre en main le modèle de précipitation en simulant la précipitation de la phase  $\delta$  (pour laquelle il existe de nombreuses études expérimentales concernant notamment l'évolution de sa fraction volumique en fonction du temps et de la température). Cette première modélisation est présentée en Annexe P.

Il existe plusieurs voies d'amélioration pour ce modèle de précipitation :

- Les données d'entrée peuvent être affinées, notamment en ce qui concerne le produit de solubilité. En effet, l'Annexe O permet de montrer que les résultats du modèle sont très sensibles aux paramètres  $A$  et  $B$  du produit de solubilité. Pour cela, des données supplémentaires de fraction volumique à l'équilibre, pour des températures plus éloignées de  $760^\circ\text{C}$  que la deuxième température étudiée ( $720^\circ\text{C}$ ), peuvent être mesurées par des techniques comme la DNPA. Les paramètres pour calculer la diffusion du niobium dans la matrice, dans le cas de l'alliage étudié, peuvent être déterminés expérimentalement, par des techniques similaires à celle présentée dans (Devaux, et al., 2008).
- Une diffusion de niobium non homogène peut être considérée. La densité de joints de grains, de joints de macles ou encore la densité de dislocation peut être estimée. Ensuite, la diffusion du niobium va dépendre du type d'hétérogénéité considérée. La diffusion présentera alors une distribution et non plus une valeur unique.
- Ensuite, des travaux très récents de Holmeda *et al.* (Holmeda, Osmundsen, & Du, 2016) et Du *et al.* (Du, Holmedal, Friis, & Marioara, 2016) permettent d'adapter les équations du modèle KNW à la précipitation des particules non-sphériques. Dans cette étude, l'analyse de Ham a été utilisée (Ham, 1959) afin de déterminer des fonctions correctrices de l'équation de croissance pour des précipités sous forme de cuboïdes et d'ellipsoïdes allongés (grains de riz). Cependant, dans le cas de cette étude, les précipités modélisés sont de forme ellipsoïdale aplatie. La fonction correctrice doit donc être recalculée pour de telles particules avec une méthode similaire aux études (Holmeda, Osmundsen, & Du, 2016) et (Du, Holmedal, Friis, & Marioara, 2016). Une autre fonction correctrice est calculée analytiquement pour prendre en compte un facteur de forme non constant dans

l'effet Gibbs-Thomson. Les équations de croissance considérées dans ces études sont les équations pour des précipités sphériques qui sont ensuite multipliées par ces fonctions correctrices dépendant du facteur de forme (non constant).

## 2.5. *Bilan du chapitre 2*

Dans cette étude, le logiciel PreciSo, développé aux laboratoires MATEIS et LaMCoS, a été utilisé afin de modéliser la précipitation de la phase  $\gamma''$ . Les géométries disponibles étaient les sphères et les bâtonnets.

Les théories du modèle classique de germination et de croissance ont été rappelées et les calculs effectués pour des précipités sphériques.

Les équations du modèle classique de germination et de croissance implémentées dans le logiciel ont ensuite été adaptées à une nouvelle géométrie de précipité : les précipités sous forme de plaquettes.

Les données d'entrée du modèle ont été décrites et déterminées expérimentalement, grâce à des données issues de la campagne expérimentale de cette étude ou de la littérature.

Ensuite, les résultats du modèle de précipitation ont été comparés à des données expérimentales de cette étude ainsi qu'à d'autres, issues d'études sur ce sujet.

Le modèle proposé permet de simuler la distribution de taille complète de la précipitation de la phase  $\gamma''$  et donc d'avoir accès au rayon moyen, au nombre de particules ainsi qu'à la fraction volumique précipitée à chaque pas de temps pour des traitements thermiques isothermes.

Le modèle a ensuite été testé dans le cas des rampes de chauffage et de refroidissement étudiées lors des essais de DSC du Chapitre 1. Ce modèle permet de retrouver des domaines de températures de précipitation cohérents avec ceux mesurés lors de cette étude et ceux provenant de la littérature.

Le diagramme TTT de la précipitation de la phase  $\gamma''$  a été simulé et comparé aux rares données disponibles dans la littérature. Les données disponibles sont cependant trop rares pour pouvoir valider ou invalider ce diagramme simulé.

La précipitation de la phase  $\delta$  a également été simulée avec ce modèle (voir Annexe P).

Des pistes d'amélioration du modèle ont enfin été proposées. Elles concernent principalement les données d'entrée et l'équation de croissance.

Le modèle a donc été éprouvé pour des traitements isothermes. Ce même modèle est utilisé dans le Chapitre 5 dans le cas de transitoires thermiques (appliqué au cas du soudage TIG) sur l'Inconel 718®.



# **Chapitre 3.**

## **Comportement mécanique de l'Inconel 718<sup>®</sup>**



Dans ce chapitre, les propriétés mécaniques de l'Inconel 718<sup>®</sup> seront étudiées. Le but sera de relier l'évolution de la microstructure aux propriétés mécaniques, notamment la limite d'élasticité. Pour cela, différents traitements thermiques sont testés afin de faire précipiter les phases durcissantes, notamment la phase  $\gamma''$ .

Tout d'abord, quelques éléments concernant la déformation d'un alliage polycristallin seront rappelés. Ensuite, les différents processus du durcissement structural seront expliqués. Enfin, l'étude expérimentale menée sur les propriétés mécaniques de l'Inconel 718<sup>®</sup> sera décrite.

### 3.1. *Quelques points sur la déformation d'un alliage polycristallin*

Un matériau métallique soumis à un effort de traction a une réponse en déformation se décomposant en deux termes additifs :

- la déformation élastique, réversible, existant jusqu'à rupture, quel que soit le niveau d'effort
- la déformation plastique, qui est une déformation irréversible. Cette déformation a lieu après avoir dépassé une valeur de contrainte locale supérieure à une valeur critique appelée limite d'élasticité.

La grande régularité de la microstructure d'un matériau cristallin assure une réponse élastique homogène, pouvant être ramenée aux liaisons interatomiques. La réponse élastique est de caractère entropique, car l'ordre local n'est pas modifié. Le matériau étudié lors de cette étude est un polycristal : les grains, fins et orientés aléatoirement, ont pour conséquence macroscopique une élasticité isotrope. Cependant, les étapes d'élaboration du matériau et de mise en forme d'une pièce peuvent orienter préférentiellement les grains et ainsi générer des textures particulières. Cette distribution anisotrope de cristaux peut entraîner une anisotropie des propriétés mécaniques.

La déformation plastique, irréversible, est obtenue en faisant glisser une partie du cristal sur l'autre en rétablissant la perfection cristalline. Pour cela, la déformation se fera selon les plans les plus favorables (plans compacts), qui sont les plus denses en atomes. Il faut alors exercer une contrainte de cisaillement suffisante dans ce plan. Cependant, toute la surface du cristal ne glisse pas simultanément sur le plan de glissement, ce qui demanderait d'agir simultanément contre des

milliards de liaisons interatomiques (voir Figure 3.1). La déformation s'effectue sur une petite partie de ce plan, grâce au déplacement d'une dislocation.

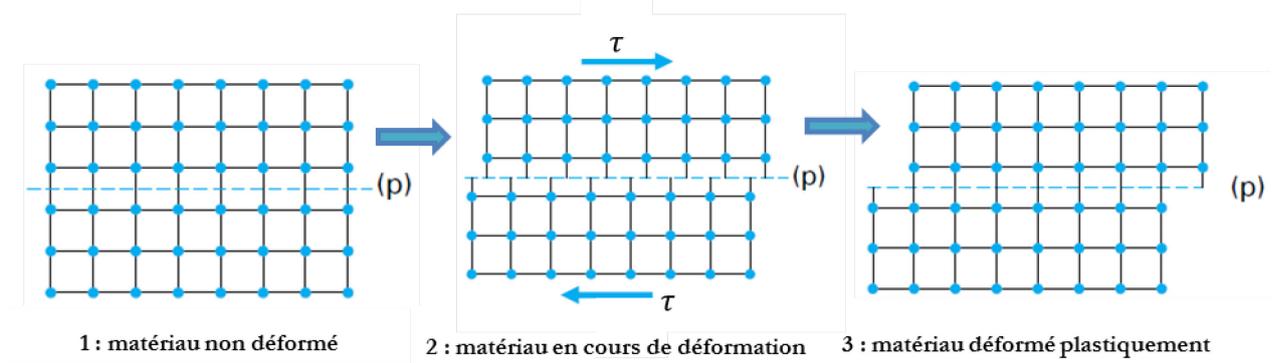


Figure 3.1 - Cisaillement sans dislocation le long du plan (p) (Chomel, 2012)

Une dislocation est caractérisée par sa ligne  $L$  et par le vecteur de Burgers  $\vec{b}$ , décrivant le déplacement relatif des plans au-dessus et en dessous de la dislocation, correspondant à un vecteur de translation du réseau cristallin. Autour de cette ligne de dislocation, un champ de contraintes décroît rapidement avec la distance à cette ligne. Ce défaut se déplace dans le plan de glissement sur une distance interatomique, ce qui ne nécessite que de légers déplacements d'atomes le long du front de coupure (voir Figure 3.2).

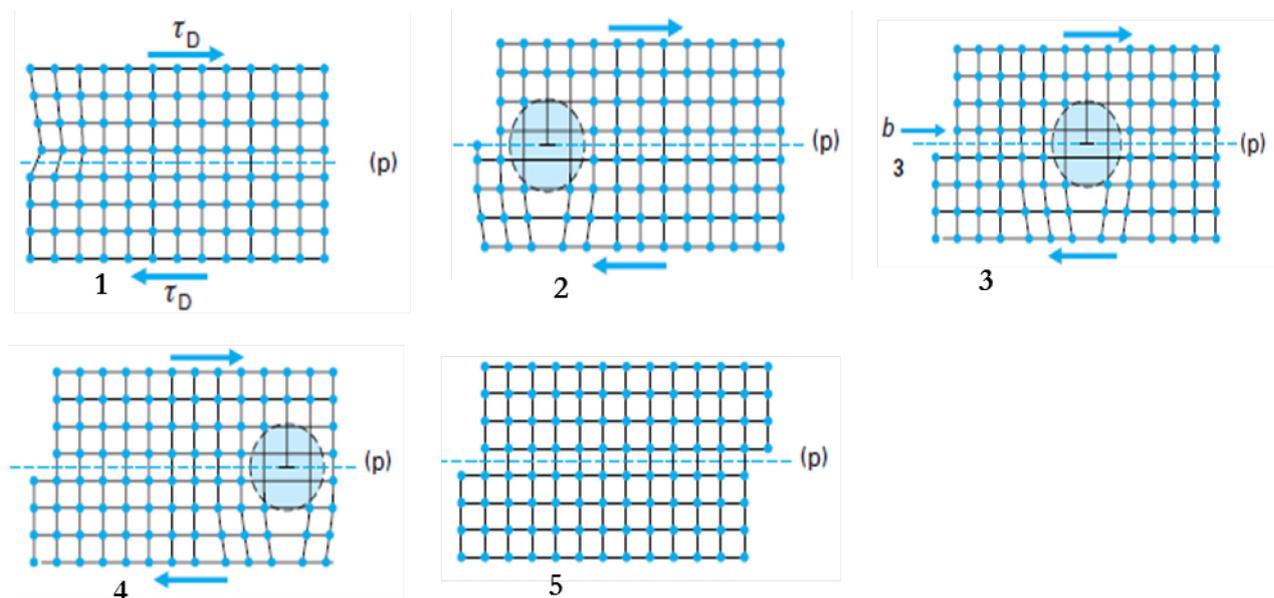


Figure 3.2 - Cisaillement avec une dislocation le long du plan (p) (Chomel, 2012)

Quand une dislocation traverse tout le cristal, elle disparaît à sa sortie. Le résultat est une translation de vecteur  $b$  d'une partie du cristal sur l'autre. L'opération peut être renouvelée, la déformation plastique sera alors accumulée avec un niveau de contrainte constant. La trace du

passage des dislocations sur le plan de glissement débouchant en surface est une marche rectiligne sur cette surface (ligne de glissement).

Contrairement à la déformation élastique, se propageant à la vitesse du son, le glissement de dislocations est plus lent et dépend du niveau de contrainte.

Le mouvement des dislocations au sein du plan de glissement peut être ralenti par la présence de défauts de diverses natures dans le réseau cristallin. La conséquence est une augmentation de la limite d'élasticité. Cela est à l'origine du phénomène du durcissement structural.

### 3.2. *Principe du durcissement structural*

La limite d'élasticité vraie à l'échelle du réseau cristallin est définie par une contrainte seuil nécessaire au déplacement irréversible des dislocations dans le réseau. Il existe de nombreux mécanismes conduisant à un durcissement structural des alliages métalliques. Dans cette partie, quatre types de mécanismes présents dans le cas de l'Inconel 718<sup>®</sup> seront développés :

- le durcissement par effet de taille de grains
- le durcissement par écrouissage
- le durcissement par atomes en solution solide
- le durcissement par précipitation d'une deuxième phase

Kozar *et al.* (Kozar, Suzuki, Milligan, Schirra, Savage, & Pollock, 2009) regroupent l'ensemble de ces mécanismes dans le cas des superalliages base nickel polycristallins (dont fait partie l'Inconel 718<sup>®</sup>).

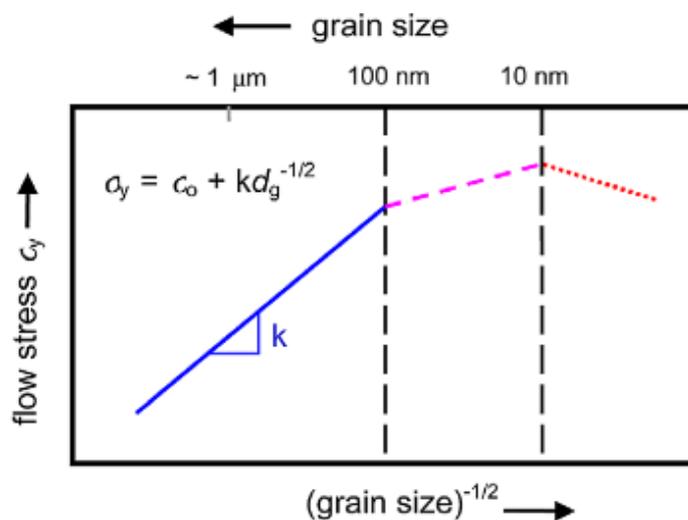
#### 3.2.i. *Durcissement par effet de taille de grains*

Il est expérimentalement constaté que la valeur de la limite d'élasticité macroscopique d'un alliage métallique polycristallin augmente quand la taille de grains diminue. Hall (en 1951) et Petch (en 1952) ont découvert accidentellement l'effet de taille des polycristaux en étudiant le crochet de traction dans les aciers doux. La variation de la limite d'élasticité en fonction du diamètre moyen obéit le plus souvent à la relation qu'ils ont proposée :

$$\sigma_y = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad (3.1)$$

Avec  $\sigma_y$  la limite d'élasticité,  $d$  le diamètre moyen des grains,  $\sigma_0$  et  $K$  sont des constantes variant d'un alliage à l'autre.

Cette loi a été étudiée pour des gammes très larges de taille de grains allant du millimètre à quelques nanomètres et la fenêtre dans laquelle cette loi est vérifiée sur la limite d'élasticité est très large. Cependant, pour de petites tailles de grains, d'autres comportements sont observés. Ainsi, Chokshi *et al.* (Chokshi, Rosen, Karch, & Gleiter, 1989) observent une inversion de cette loi pour des tailles de grains nanométriques. Pour ces tailles de grains, les études actuelles semblent indiquer que la nature des mécanismes de dislocations mis en jeu est modifiée. De cette manière, Kumar *et al.* (Kumar, Van Swygenhoven, & Suresh, 2003) ont identifié trois domaines de comportements différents dans le durcissement structural en fonction de la taille de grains (Figure 3.3).



**Figure 3.3 - Représentation schématique de la contrainte d'écoulement en fonction de la taille de grains (grains micrométriques courbe bleue / grains submicroniques courbe violette / grains nanométriques courbe rouge) (Kumar, Van Swygenhoven, & Suresh, 2003)**

Dans le cas du matériau de cette étude (voir la partie 1.1.i et l'Annexe B), les grains sont de taille micrométrique. Ce matériau suit donc les mécanismes traditionnels des grandes tailles de grains.

Il est possible d'augmenter de manière non négligeable la limite d'élasticité d'un matériau en agissant sur la taille de grains avec un simple traitement thermomécanique : dans le cas de l'alliage 718, une méthode d'augmentation des résistances en traction ( $\sigma_{y 0,2\%}$  et  $\sigma_m$ ) consiste en un traitement thermomécanique spécial appelé Direct Aged (DA). Ce traitement consiste à vieillir directement l'alliage après la mise en forme à chaud, supprimant l'étape de traitement thermique de recristallisation ou de mise en solution post-mise en forme. Cela permet d'éviter la restauration et croissance statique des grains afin de conserver une microstructure à grains fins et l'écroûissage résiduel de la mise en forme. La Figure 3.4 extraite des travaux de Fayman (Fayman, 1987) illustre le gain dans les propriétés mécaniques apporté par le traitement DA.

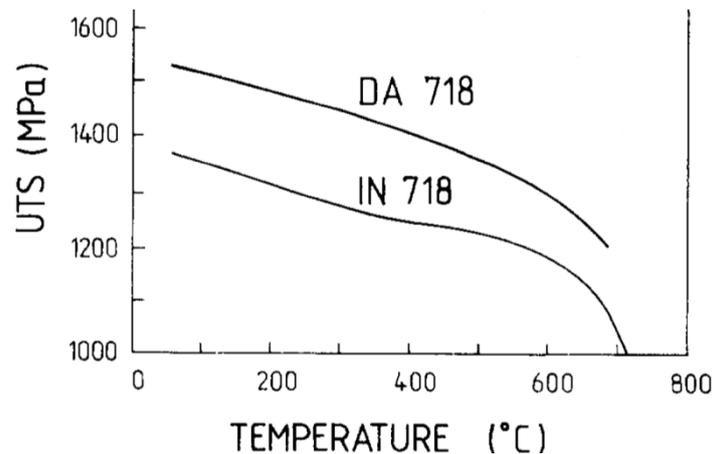


Figure 3.4 - Propriétés mécaniques de l'alliage 718 avec et sans traitement Direct Aged (DA). UTS : Ultimate Tensile Strength (Fayman, 1987)

Cette figure met en évidence le durcissement dû à une plus faible taille de grains mais également le durcissement dû à l'écroissage introduit lors de l'opération de mise en forme, qui est le prochain type de durcissement développé.

### 3.2.ii. Durcissement par écroissage (*dislocations parfaites*)

Un moyen simple de durcir un alliage métallique est d'utiliser l'augmentation de la contrainte d'écoulement plastique en fonction de la grandeur de la déformation plastique. Quand le système est à une température inférieure à  $0,3.T_f$  ( $T_f$  ; température de fusion en K), la limite d'élasticité subit alors une augmentation irréversible : c'est le phénomène appelé consolidation ou écroissage. L'écroissage correspond à une augmentation de la densité de dislocation au cours de la déformation (à part dans le cas de la déformation induite par la transformation de phase, expliquée par la suite). Le taux de consolidation s'écrit  $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$  (avec  $\sigma$  la contrainte d'écoulement rationnelle et  $\epsilon$  la déformation rationnelle) et diminue en fonction de la grandeur de la déformation plastique (relation non-linéaire entre la densité de dislocations et l'allongement plastique du matériau). La Figure 3.5 illustre ce taux de consolidation.

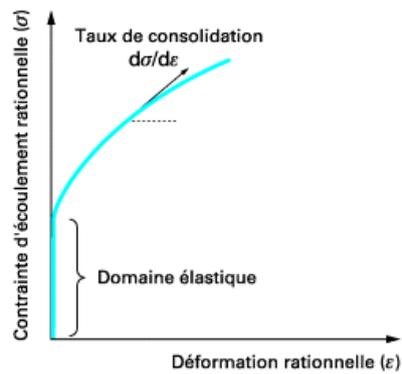


Figure 3.5 - Courbe de traction (illustration du durcissement par écrouissage) (Thomas & Schmitt, 2002)

Au-dessus de la limite d'élasticité, les dislocations s'accumulent sur les plans de glissement actifs. Cela va gêner le déplacement des dislocations mobiles, de sorte qu'il faut augmenter la contrainte externe au fur et à mesure que le glissement progresse sur ces plans. L'activation d'un glissement simple conduit à une rotation progressive des axes cristallographiques des grains par rapport aux axes de sollicitation. Ces deux effets se combinent, ce qui active d'autres systèmes de glissement (moins favorablement orientés initialement : glissements multiples). Ces nouveaux plans vont couper les plans de glissement primaires. L'intersection entre les dislocations sur ces plans sécants crée des enchevêtrements, qui vont progressivement conduire à la formation d'une configuration cellulaire constituée de parois à très forte densité de dislocation entourant des volumes à faible densité de dislocations. La densité de dislocation finit par saturer car le stockage des dislocations dans les parois est compensé par des mécanismes d'annihilation résultant de la rencontre de deux dislocations de signe opposé (restauration dynamique).

La Figure 3.6 permet d'avoir une bonne vision de la configuration cellulaire apparaissant pour des déformations importantes.

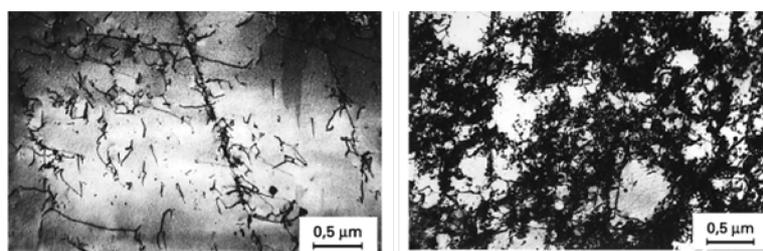


Figure 3.6 - Configuration des dislocations parfaites (gauche: allongement 3% - droite: allongement 15%) dans un acier inoxydable de structure cfc (images IRSID)

La modélisation à base physique du phénomène d'écrouissage utilisé dans la littérature est souvent celle proposée par Kocks-Mecking et Estrin (KME) (Kocks & Mecking, 2003) (Estrin,

1996). Afin de mettre en équation le phénomène d'écroutissage, l'évolution de la densité de dislocation  $\rho$  au fur et à mesure de la déformation plastique est exprimée comme suit :

$$\frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p} = \left( \frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p} \right)^+ - \left( \frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p} \right)^- \quad (3.2)$$

Avec  $\left( \frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p} \right)^+$  le terme source provenant du mécanisme de multiplication de Frank-Read et  $\left( \frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p} \right)^-$  le terme d'annihilation.

Le mécanisme de Frank-Read est illustré sur la Figure 3.7 (gauche). Il a lieu lorsqu'une dislocation se propageant dans le plan de glissement se retrouve coincée entre deux points d'ancrage. Afin de continuer sa course, cette dislocation a besoin d'une contrainte de cisaillement supplémentaire qui va la courber jusqu'à un point critique après lequel la dislocation va se séparer en deux : une première partie se dégage et continue son déplacement, la seconde restant ancrée.

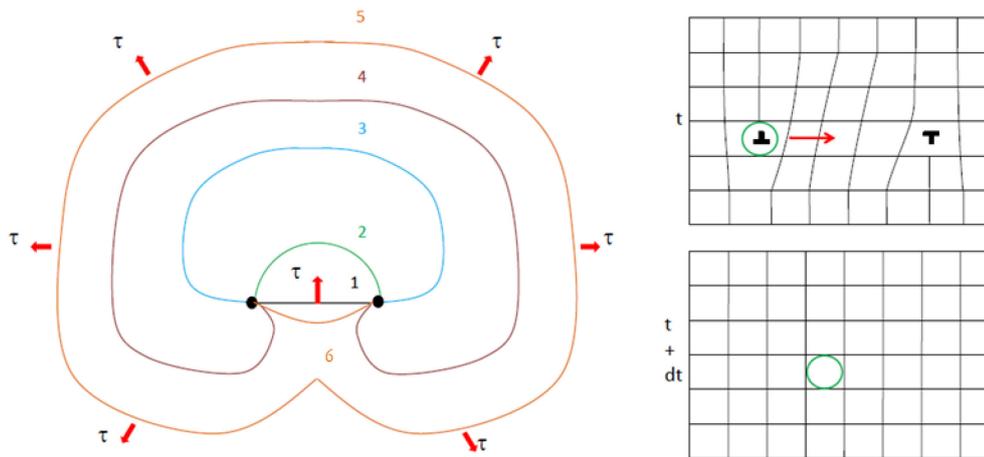


Figure 3.7 - Mécanismes de Frank-Read (gauche) et de restauration (droite) (Bardel D. , 2014)

Le mécanisme de multiplication peut être lié au cisaillement local dans le plan de glissement en utilisant la Figure 3.8 : quand le libre parcours moyen  $d$ , séparant la dislocation initialement bloquée des prochains obstacles, est parcouru, un décalage du cristal de norme  $b$  apparaît (ainsi qu'une nouvelle dislocation). Pour un déplacement de l'ordre de  $b$ , le cisaillement local peut être considéré comme faible, il peut alors être écrit  $\tan(\gamma_p) \approx \gamma_p$  avec  $\gamma_p$  l'angle de cisaillement. La densité de dislocation peut être introduite comme suit :

$$\gamma_p = \frac{b}{h} = \frac{l_d}{l_d d h} b d = \frac{l_d}{V_{cristal}} b d = \rho b d \quad (3.3)$$

En reprenant l'équation (3.2), il est possible d'exprimer le terme source du modèle KME :

$$\left(\frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p}\right)^+ = \frac{1}{bd} \quad (3.4)$$

Cette équation exprime le stockage de dislocations dû à divers obstacles présents dans le plan de glissement.

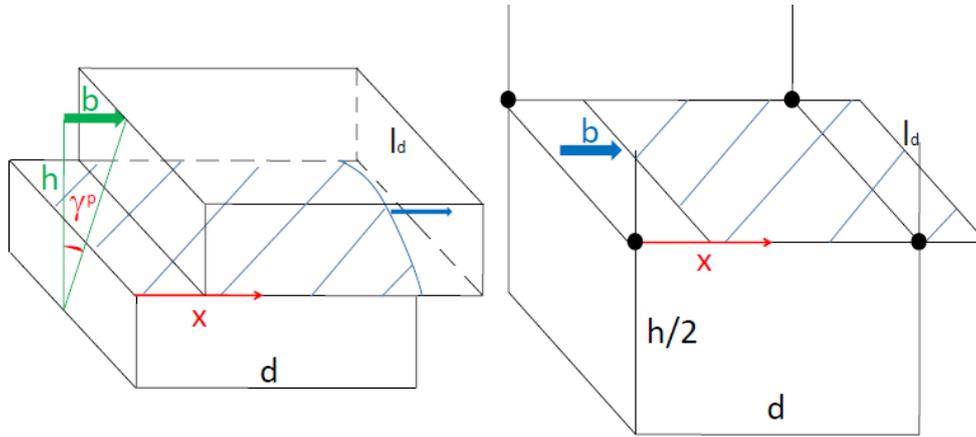


Figure 3.8 - Cisaillement du cristal par propagation de dislocation (Bardel D. , 2014)

Le terme d'annihilation correspond au fait qu'une dislocation peut s'annuler avec un autre de vecteur de Burgers opposé durant la déformation (voir Figure 3.7 (droite)). Ces dislocations possèdent des champs de contraintes opposés menant à une annulation du défaut dans le cristal (concentration de contrainte nulle). Soit l'évènement (en  $t + dt$ ) : obtenir une nouvelle dislocation dans un volume  $V$  ; phénomène indépendant du précédent et proportionnel à la densité de dislocation. Ce phénomène est binaire, le taux de restauration  $\frac{\partial \rho}{\partial t}$  est alors quadratique en fonction de la densité de dislocation. Couplé avec l'utilisation de l'équation d'Orowan  $d\gamma_p = \rho \cdot b \cdot dx = \rho \cdot b \cdot v \cdot dx$ , cela permet d'obtenir (Bardel D. , 2014) :

$$\left(\frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p}\right)^- = \frac{\partial \rho}{\partial t} \frac{\partial t}{\partial \gamma_p} = k_2 \rho \quad (3.5)$$

Si seule la présence de dislocation intervient comme obstacle à leur mouvement (non prise en compte des joints de grains, éléments en solution solide et précipités),  $d$  est la distance séparant deux dislocations forêts et  $k_2$  représente l'efficacité du mécanisme de restauration dépendant de la température. Si le réseau d'obstacles est distribué uniformément dans le plan de glissement,  $d = 1/\sqrt{\rho}$  et donc  $\left(\frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p}\right)^+ = \frac{\sqrt{\rho}}{b}$ . Dans le cas réel, moins idéal, une autre constante d'efficacité

est utilisée ( $k_1$ ) afin de prendre en compte cet « écart à l'idéalité » de distribution d'obstacles. L'équation (3.2) peut alors être exprimée :

$$\frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p} = k_1 \sqrt{\rho} - k_2 \rho \quad (3.6)$$

D'autres éléments peuvent avoir un impact sur l'évolution de la densité de dislocation (atomes en solution solide et précipitation d'une phase secondaire), cela sera développé dans la suite de cette partie.

Le durcissement par écrouissage correspond à  $\Delta\sigma_{\acute{e}cr}$ , associé à l'augmentation de la densité de dislocation, peut s'écrire (Thomas & Schmitt, 2002) :

$$\Delta\sigma_{\acute{e}cr} = M\alpha_{\acute{e}cr}Gb\sqrt{\rho} \quad (3.7)$$

Avec  $M$  le facteur de Taylor,  $\alpha_{\acute{e}cr}$  une constante numérique,  $G$  le module de cisaillement de l'alliage,  $b$  le module du vecteur de Burgers. De plus,  $M\alpha \approx 1$  pour les métaux de structure cubique (Thomas & Schmitt, 2002).

Dans les alliages à structure cristalline compacte comme l'alliage 718 (matrice de structure cfc), la présence d'atomes en solution solide modifie l'énergie de défauts d'empilement de manière parfois non négligeable. Si cette énergie modifiée devient très basse, les dislocations parfaites se dissocient sous contrainte (de la manière dont l'illustre la Figure 3.9). La déformation plastique provient alors de l'écartement des dislocations partielles sur les plans de glissement, de larges bandes de défaut d'empilement apparaissent alors.

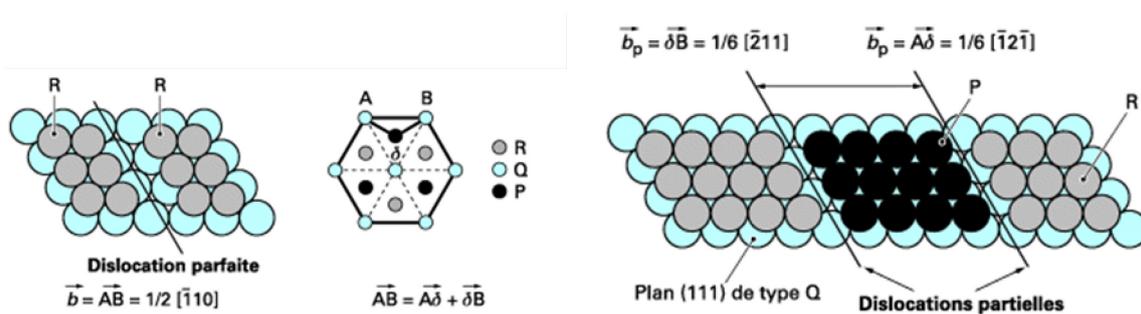


Figure 3.9 - Schématisation de la dissociation d'une dislocation parfaite dans le réseau cfc en deux dislocations partielles entourant un défaut d'empilement (Thomas & Schmitt, 2002)

### 3.2.iii. Durcissement par atomes en solution solide

Les atomes en solution solide peuvent avoir d'autres conséquences que celles évoquées ci-dessus (sur l'énergie des défauts d'empilement). Ces atomes provoquent des discontinuités ponctuelles dans le réseau cristallin qui vont freiner le déplacement des dislocations par glissement.

Il existe deux types de solutions solides : les **solutions solides de substitution** (les atomes de soluté remplacent les atomes du solvant sur certains sites du réseau cristallin) et les **solutions solides d'insertion** (quand les atomes de soluté sont suffisamment petits, ils ont la possibilité de s'insérer entre les sites du réseau cristallin du solvant). La Figure 3.10 illustre ces deux types de solutions solides (avec deux cas possibles pour la solution solide de substitution qui peut être soit aléatoire, soit ordonnée).

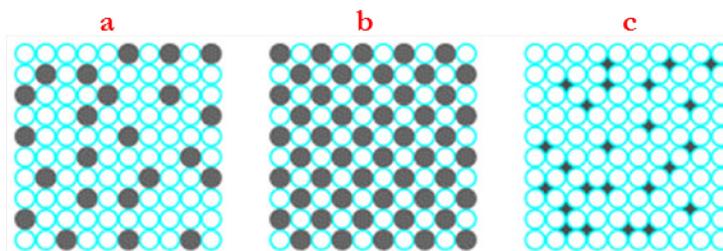


Figure 3.10 - a) solution solide de substitution aléatoire b) solution solide de substitution ordonnée c) solution solide d'insertion (Thomas & Schmitt, 2002)

Dans le cas de l'Inconel 718<sup>®</sup>, la matrice  $\gamma$  est une solution solide de substitution dans laquelle des atomes de chrome, fer, molybdène, cobalt, aluminium, titane et niobium vont se substituer à des atomes de nickel dans la maille cfc du nickel pur.

Les atomes étrangers vont créer une dilatation ou contraction locale dans le réseau cristallin (puisque leur taille est différente de celle des atomes du soluté ou de celle des interstices dans le soluté). Ce sont les distorsions ainsi créées qui induisent une force d'interaction entre les atomes de l'alliage et les dislocations. Cette interaction provient du fait que l'énergie élastique de la dislocation dépend des constantes d'élasticité locales du réseau cristallin et de la grandeur des distorsions de dilatation et de contraction du réseau qui lui sont propres. Quand la dislocation rencontre un atome étranger, les distorsions autour de cette dislocation sont compensées par la distorsion autour de l'atome étranger. L'énergie de la dislocation est alors abaissée : c'est **l'effet de taille**. Les atomes de soluté modifient localement les constantes d'élasticité de la matrice ce qui provoque également une force d'interaction entre la dislocation et le soluté. Cette force peut être répulsive ou attractive selon que la présence de l'atome étranger augmente ou diminue les constantes d'élasticité : c'est **l'effet de module**.

*a. Effet des atomes de soluté sur la limite d'élasticité d'un alliage non déformé*

La force de liaison entre les atomes en solution solide et les dislocations mobiles s'oppose au déplacement de celles-ci. Deux cas limites peuvent être rencontrés : un cas où les atomes de solutés sont peu mobiles et un autre où ils sont très mobiles :

- Dans le cas où les atomes de solutés sont peu mobiles (souvent le cas des atomes de substitution aux températures d'emploi basses), la ligne de dislocation prend une forme en zigzag afin de se placer dans le voisinage d'un grand nombre d'atomes de soluté (distribués aléatoirement). Pour que la dislocation se déplace, il faut appliquer une contrainte de cisaillement supplémentaire pour l'arracher aux atomes étrangers qui l'épinglent tout au long de son parcours.
- Dans le cas où les atomes de solutés sont très mobiles (souvent dans le cas d'atomes d'insertion ou pour des températures d'emploi hautes), ils peuvent migrer vers les dislocations par diffusion sous l'effet de la force de liaison entre atomes en solution et dislocation. Il se crée alors par ce phénomène de diffusion des zones (atmosphères de Cottrell) riches en atomes de soluté. Les dislocations sont ainsi solidement ancrées et une contrainte élevée est alors nécessaire pour les arracher de ces zones. Cependant, une fois les dislocations libérées de ces zones, la contrainte de résistance due aux atomes de soluté diminue.

Plusieurs auteurs ont étudié le durcissement provoqué par les atomes en solution solide dans le cas de l'Inconel 718<sup>®</sup> tels que Roth *et al.* (Roth, Davis, & Thomson, 1997) et Mishima *et al.* (Mishima, Ochiai, Hamao, Yodogawa, & Suzuki, 1986).

Roth *et al.* ont étudié expérimentalement différents alliages de nickel, avec une concentration variable de chrome (Cr), molybdène (Mo) et tungstène (W). Ils ont mesuré la limite d'élasticité de ces alliages, qu'ils ont comparée ensuite à celle du nickel pur (également mesurée par eux). Après avoir retiré le durcissement dû à la taille de grain, ils en ont déduit l'effet de l'ajout de Mo et de W sur le durcissement de la solution solide en fonction de la température de maintien.

Mishima *et al.* ont étudié l'effet de très nombreux éléments d'addition (Al, Si, Zn, Ga, Ge, In, Sn, Sb, Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Fe, Co, Cu, Ru, Rh) sur les propriétés mécaniques d'une solution solide de nickel (module d'Young, limite d'élasticité à 0,2 % de déformation) à froid (77 K). Ces données très complètes et reprises sur la Figure 3.11 seront utilisées dans le

Chapitre 4 afin de déterminer le durcissement dû au niobium (seul élément dont la composition varie pendant la précipitation de la phase  $\gamma''$ , en considérant sa composition stœchiométrique  $Ni_3Nb$ ) dans l'Inconel 718®.

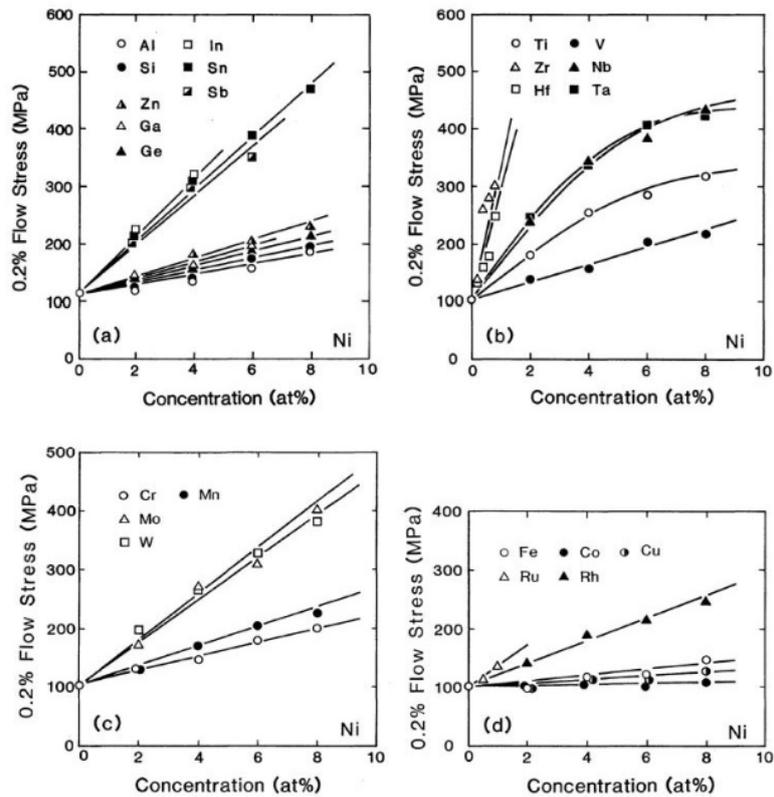


Figure 3.11 - Effet, sur la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation d'une matrice de nickel à 77 K, de l'ajout de : (a) éléments du sous-groupe B, (b) métaux de transition des groupes 4A et 5A, (c) ceux des groupes 6A et 7A, (d) ceux du groupe 8A (Mishima, Ochiai, Hamao, Yodogawa, & Suzuki, 1986)

L'effet des mêmes éléments sur le module d'Young est illustré sur la Figure 3.12.

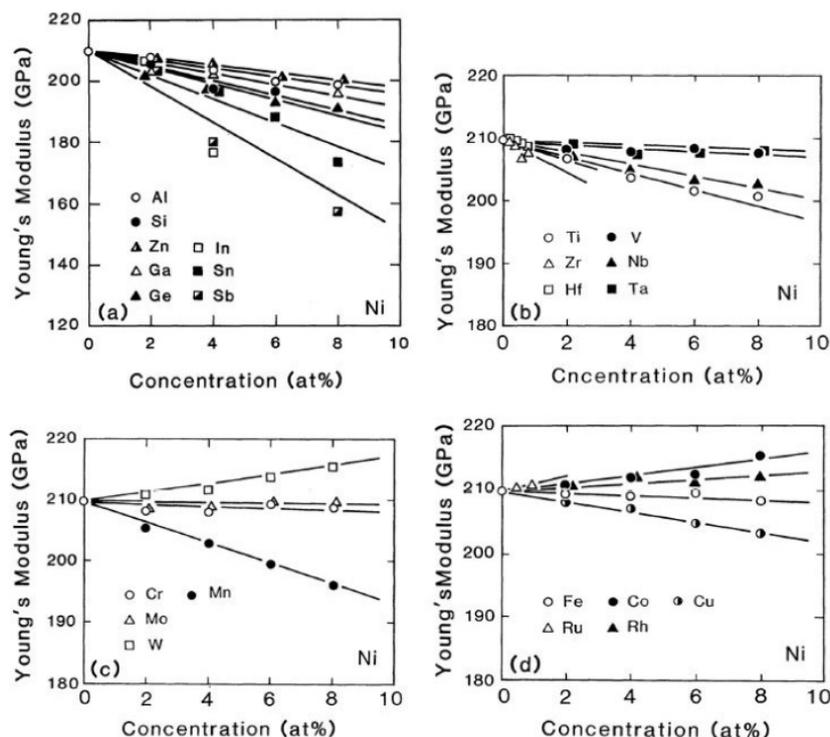


Figure 3.12 - Effet, sur le module d'Young d'une matrice de nickel à 77 K, de l'ajout de : (a) éléments du sous-groupe B, (b) métaux de transition des groupes 4A et 5A, (c) ceux des groupes 6A et 7A, (d) ceux du groupe 8A (Mishima, Ochiai, Hamao, Yodogawa, & Suzuki, 1986)

Le durcissement par atome de soluté en solution solide peut être exprimé comme suit pour un alliage avec de multiples éléments d'alliages agissant en même temps (Roth, Davis, & Thomson, 1997) :

$$\Delta\sigma = \left( \sum_i k_i^{\frac{1}{n}} c_i \right)^n \quad (3.8)$$

Avec  $n$  une constante égale à  $1/2$ ,  $c_i$  la fraction atomique (en at%) de l'élément d'addition considéré et  $k_i$  la constante de durcissement (en MPa.at% dans le cas de (Roth, Davis, & Thomson, 1997)).

*b. Effet des solutés sur la limite d'élasticité d'un alliage déformé (effet sur l'érouissage)*

Dans le cas d'une traction uniaxiale, le taux de consolidation (qui correspond à la pente  $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$  de la courbe en traction de la Figure 3.5) est plus important (en général) pour les solutions solides que pour les métaux purs. Comme les atomes de soluté freinent le déplacement des dislocations, cela modifie les mécanismes d'annihilation et de recombinaison de dislocations mis en jeu lors de la formation de cellules (expliquées dans la partie 3.2.ii). Il y a au final une densité de dislocation en moyenne plus élevée dans les solutions solides que dans les métaux purs et donc une contrainte d'écoulement plastique plus élevée pour une valeur donnée de déformation.

***3.2.iv. Durcissement par précipitation d'une deuxième phase***

L'Inconel 718<sup>®</sup> est un alliage à durcissement structural par précipitation. Ses propriétés mécaniques sont donc contrôlées par l'état de précipitation pouvant être décrit par la fraction volumique, la taille moyenne ainsi que la distribution de taille des précipités. Dans cette partie, les mécanismes de durcissement par la présence d'une phase secondaire seront décrits.

Un autre phénomène modifie la limite d'élasticité d'un métal non déformé ainsi que la loi de consolidation du métal lors de l'érouissage : la présence d'une fine dispersion de petites particules (< taille des grains) d'une seconde phase dans les grains d'un alliage métallique. Ces particules peuvent être des inclusions formées pendant la solidification du lingot en raison d'une faible solubilité dans le métal solide (oxydes ou sulfures). Elles peuvent aussi être des précipités obtenus suite à un traitement thermique approprié, dépendant de l'alliage et des précipités désirés : souvent un traitement de mise en solution à haute température, suivi d'un palier isotherme suffisamment long à une température plus basse, à laquelle la limite de solubilité de certains atomes de soluté est plus faible dans le métal solide.

Le réseau cristallin, ainsi que la nature des liaisons atomiques de la phase secondaire, sont différents de ceux de la matrice au sein de laquelle elle se forme. Une discontinuité dans les plans de glissements des dislocations mobiles apparaît alors, engendrant une force de freinage à leur déplacement.

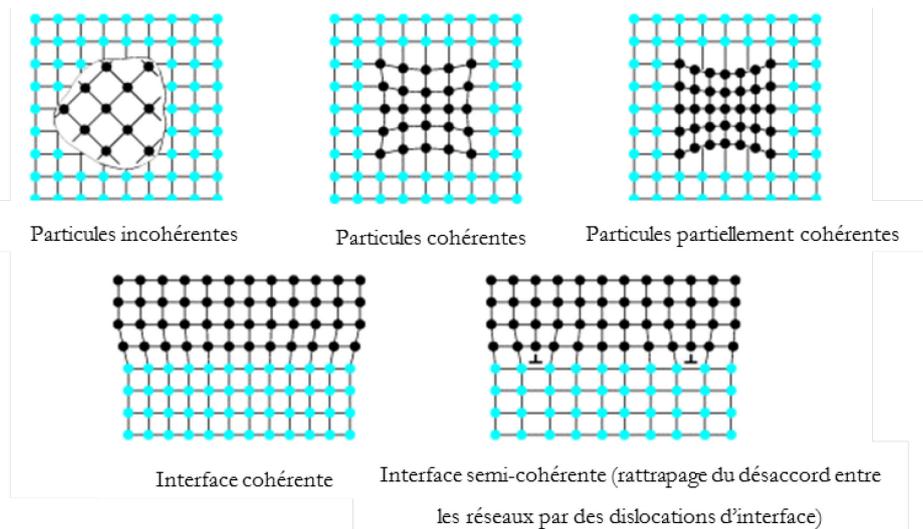


Figure 3.13 - Schématisation de la discontinuité cristalline entre la phase primaire et secondaire (Thomas & Schmitt, 2002)

Ces phases sont généralement classées en fonction de la nature de leur discontinuité cristalline avec la matrice. Elles peuvent ainsi être classées en trois catégories : phase cohérente avec la matrice, semi-cohérente ou partiellement cohérente.

- Phase secondaire cohérente : les plans cristallins sont continus à travers toutes les interfaces, les emplacements atomiques sont donc identiques dans la phase secondaire et principale. Seule la composition chimique des deux phases est différente. Généralement, la structure cristalline de la phase secondaire correspond à une structure ordonnée dérivée de la structure cristalline de la matrice et toutes les interfaces sont cohérentes ou semi-cohérentes. Les phases ordonnées cohérentes perdent leur cohérence à partir d'une certaine taille (voir partie 1.1.iii.f et la Figure 1.10 pour la perte de cohérence de la phase  $\gamma''$  dans l'Inconel 718<sup>®</sup>).
- Phase secondaire partiellement cohérente : la continuité des plans cristallins n'est pas vérifiée pour toutes les familles de plans cristallins entre les phases primaire et secondaire. Les interfaces pour les plans restant cohérents sont cohérentes ou semi-cohérentes. Ces interfaces sont incohérentes pour les autres familles de plans et la continuité est interrompue.
- Phase secondaire incohérente : La structure cristalline et l'orientation cristallographique de la particule sont différentes de celles de la matrice. Les plans cristallins ne sont pas continus de la matrice à la phase secondaire, la configuration atomique dans la zone de transition est comparable à celle d'un joint de grains de désorientation à grand angle.

*a. Effet de la phase secondaire sur la limite d'élasticité d'un alliage non déformé*

Quand une dislocation croise une particule de la phase secondaire dans son plan de glissement, elle est bloquée aux points d'appuis à l'interface matrice/précipité du fait de la discontinuité cristallographique entre les deux phases. Au fur et à mesure que la contrainte augmente, la dislocation se courbe entre les points d'appuis. La contrainte nécessaire pour courber la dislocation est inversement proportionnelle au rayon de courbure des arcs (voir Figure 3.14 et Figure 3.15). La valeur maximale de la contrainte est atteinte quand l'arc de dislocation prend la forme d'un demi-cercle de rayon de courbure  $d/2$  où  $d$  est la distance entre les particules de la phase secondaire. Pour des contraintes plus grandes, la poursuite de la dilatation des arcs de dislocation conduit à une diminution du rayon de courbure de la ligne. La configuration devient instable et les arcs se rejoignent en aval des particules en laissant une petite boucle autour de chaque particule ainsi contournée. Cependant, lors du stade d'expansion de la dislocation dans les particules, la force exercée sur les particules par la dislocation augmente avec la contrainte sur le plan de glissement. Quand cette force est suffisamment élevée, la dislocation pénètre les particules qui sont ainsi cisailées au lieu d'être contournées. Ces deux mécanismes de franchissement des particules par les dislocations dépendent de la cohérence entre les réseaux cristallins, de la taille des particules et de la distance qui les sépare.

Les Figure 3.14 et Figure 3.15 illustrent les deux mécanismes de franchissement évoqués ci-dessus.

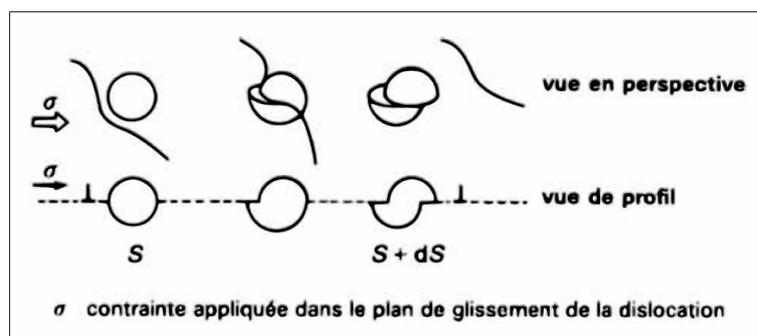


Figure 3.14 - Cisaillement des particules de la phase secondaire par une dislocation (Maisonnette, 2010)

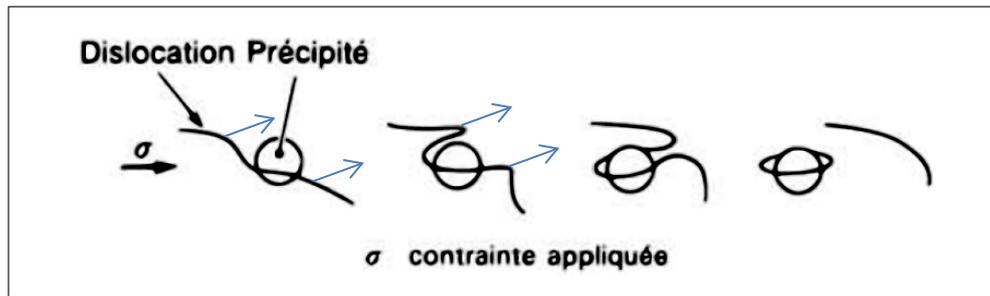


Figure 3.15 - Contournement d'Orowan des particules de la phase secondaire par une dislocation (Maisonnette, 2010)

Les particules étant cisailées apportent un meilleur durcissement à l'alliage que celles contournées. Seules les particules les plus petites peuvent être cisailées. Le durcissement croît avec la taille des particules si le mécanisme en jeu est le cisaillement.

Une transition du mécanisme de cisaillement à celui de contournement lors de la coalescence des précipités a lieu : en effet, lors de ce phénomène, la fraction volumique totale de précipités ne varie pas, cependant leur taille augmente (et donc leur nombre diminue) et la distance entre elles augmente également. Le durcissement augmente jusqu'à une taille critique des précipités à partir de laquelle le mécanisme de cisaillement est remplacé par celui de contournement. Lorsque les précipités ont la taille critique, le durcissement est maximal. Le rayon correspondant est le rayon critique  $r_c$ . Quand le rayon moyen est plus petit que  $r_c$ , l'alliage peut être considéré comme sous-vieilli. Quand le rayon moyen prend la valeur de  $r_c$ , le matériau est vieilli de manière optimale et la contribution des précipités à l'augmentation de la limite d'élasticité est maximale. Au-delà de  $r_c$ , le matériau est sur-vieilli. En réalité, la distribution de taille des précipités conduit à une cohabitation des deux phénomènes de franchissement des précipités par les dislocations.

Des auteurs comme Nembach et Neite ont étudié la théorie du durcissement par précipitation des superalliages base nickel dans divers travaux (Nembach & Neite, 1985) (Nembach, Schänzer, Schröer, & Trinckauf, 1988) et (Nembach E. , 2006).

Concernant l'Inconel 718<sup>®</sup>, il a la particularité d'être durci par la phase  $\gamma''$ , contrairement à la plupart des superalliages base nickel (durcis par la phase  $\gamma'$ ) (Sundararaman & Singh, 1993). Une faible fraction volumique de précipités (de l'ordre de 10 à 15 % comme observé au Chapitre 2) comparée à celle de superalliages durcis par  $\gamma'$  (55 à 60 % dans le cas de l'alliage IN100 par exemple (Kozar, Suzuki, Milligan, Schirra, Savage, & Pollock, 2009)), suffit à durcir de manière considérable l'alliage. Oblak *et al.* (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) ont étudié les deux mécanismes de durcissement en jeu dans l'Inconel 718<sup>®</sup> : le durcissement de cohérence et le

durcissement d'ordre. Ils expliquent que le durcissement important de cet alliage provient du fait qu'il faille un quadruplet de dislocations (et non pas une seule) afin de cisailer les particules tout en rétablissant l'ordre cristallographique. Ce mécanisme est schématisé sur la Figure 3.16. Sundararaman *et al.* (Sundararaman & Singh, 1993) ont repris les travaux de Oblak et ont complété le formalisme afin de prendre en compte le durcissement dans un alliage contenant les trois variants de  $\gamma''$ .

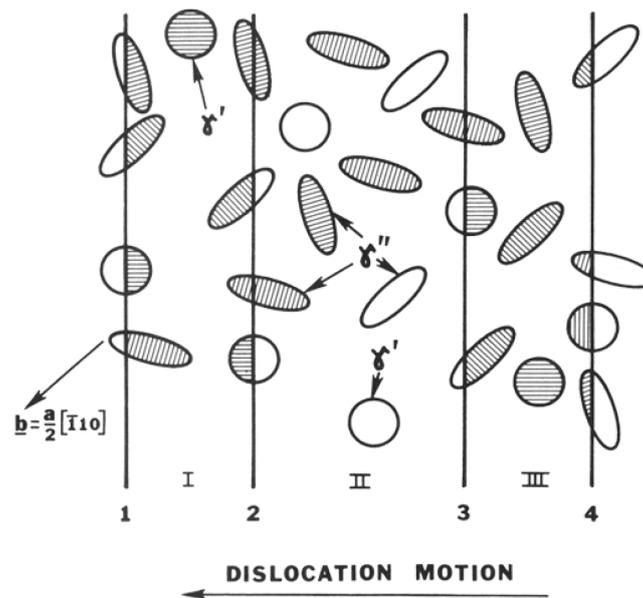


Figure 3.16 - Représentation idéalisée du processus de cisaillement de particules  $\gamma'$  et  $\gamma''$  par un quadruplet de dislocations dans l'alliage 718 (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974)

La mise en équation des phénomènes de cisaillement et contournement décrits dans cette partie est effectuée dans le Chapitre 4, au sein duquel un modèle de prévision de limite d'élasticité précipitation-dépendant est décrit.

Chaturvedy *et al.* (Chaturvedy & Han, 1983) ont étudié expérimentalement le durcissement en fonction du temps et de la température de traitement (voir Figure 3.17).

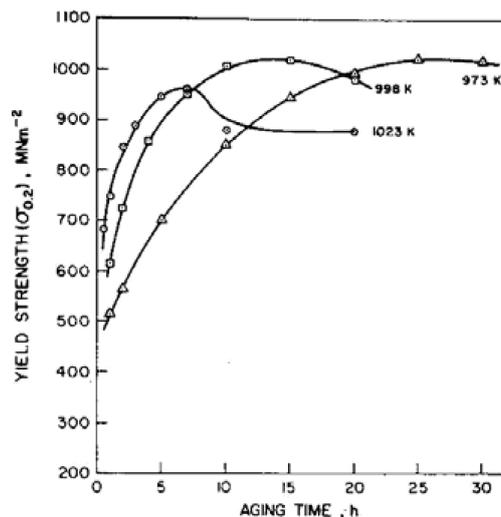


Figure 3.17 - Influence du vieillissement sur  $\sigma_{y,0.2\%}$  à 20°C (Chaturvedy & Han, 1983)

### *b. Effet de la phase secondaire sur la consolidation*

L'effet des particules de la phase secondaire dépend de leur taille ainsi que de leur dispersion. Pour une fraction volumique importante de particules fines, l'effet est semblable à celui décrit pour les atomes en solution solide : ralentissement de la mobilité des dislocations, diminution de leurs possibilités d'interaction, accroissement de la densité moyenne de dislocations, diminution du taux de restauration dynamique. La conséquence est alors une augmentation de la consolidation.

Maintenant, le cas d'une particule isolée est considéré : si elle est cisailée, son diamètre apparent dans le plan de glissement décroît, il y a donc une diminution du durcissement sur ce plan. C'est un phénomène localisé qui favorise donc le glissement planaire dans certaines directions. Cela peut avoir des effets néfastes sur le durcissement en provoquant un adoucissement par localisation et parfois même la remise en solution de la particule cisailée quand son rayon apparent devient inférieur au rayon critique de germination.

Pour une particule contournée, le passage successif des dislocations va laisser des boucles autour de la particule, ce qui va accroître la densité moyenne de dislocations faisant obstacle aux dislocations mobiles. Le rayon apparent de cette particule croît alors avec la déformation, ce qui a pour effet d'augmenter la consolidation. Au-delà d'une certaine concentration de contrainte autour du précipité, des systèmes de glissement secondaire sont activés provoquant une relaxation plastique totale.

### 3.3. *Etude expérimentale des propriétés mécaniques de l'Inconel 718<sup>®</sup>*

A présent, la campagne de caractérisation expérimentale des propriétés mécaniques de l'alliage 718 sera décrite. Les données mécaniques ainsi déterminées (notamment la limite d'élasticité pour différents états microstructuraux) sont nécessaires à la validation du modèle mécanique (voir Chapitre 4).

#### 3.3.i. *Traitements thermiques utilisés pour la caractérisation mécanique*

Les traitements isothermes utilisés dans ces travaux ont été déterminés en utilisant le diagramme TTT issu de la littérature (Mons, 1996) disponible en Figure 1.2. Ces traitements isothermes ont été effectués dans un four Nabertherm, sous une atmosphère neutre d'Argon afin d'éviter toute oxydation des échantillons traités. Ces traitements thermiques ainsi que les phases attendues, conformément au diagramme TTT, sont listés dans la Table 3.1.

Les notations sont les mêmes que celles présentées dans la partie 1.2 :

- ER : échantillons à l'Etat de Réception
- TRS : Traitement thermique de Remise en Solution (1050°C/1h/eau)
- Ce traitement de remise en solution est éventuellement suivi d'un traitement thermique de précipitation, noté  $T/t$ , effectué à une température  $T$  pendant une durée  $t$  puis Trempés à l'Eau (TE).

**Table 3.1. Traitements thermiques utilisés pour l'étude mécanique**

Technique expérimentale	Traitement thermique	Phases attendues					
		$\gamma$	MC	$\gamma'$	$\gamma''$	$\delta$	Laves
Essais de traction	ER	✓	✓	?	?	?	✗
	ER+TRS	✓	✓	✗	✗	✗	✗
	ER+TRS+760°C/1h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+760°C/2h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+760°C/16h	✓	✓	✓	✓	?	✗
	ER+TRS+720°C/1h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+720°C/2h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+720°C/4h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+720°C/7h30min	✓	✓	✓	✓	?	✗
	ER+TRS+720°C/15h15min	✓	✓	✓	✓	?	✗
	ER+TRS+620°C/20h	✓	✓	✓	✗	✗	✗
	ER+TRS+980°C/1h	✓	✓	✗	✗	✓	✗
Essais de dureté Vickers	ER	✓	✓	?	?	?	✗
	ER+TRS	✓	✓	✗	✗	✗	✗
	ER+TRS+760°C/30min	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+760°C/1h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+760°C/2h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
	ER+TRS+760°C/3h15min	✓	✓	✓	✓	?	✗
	ER+TRS+760°C/4h20min	✓	✓	✓	✓	?	✗

---

ER+TRS+760°C/5h20min	✓	✓	✓	✓	?	✗
ER+TRS+760°C/6h25min	✓	✓	✓	✓	?	✗
ER+TRS+760°C/16h	✓	✓	✓	✓	?	✗
ER+TRS+760°C/18h20min	✓	✓	✓	✓	?	✗
ER+TRS+760°C/20h30min	✓	✓	✓	✓	?	✗
ER+TRS+720°C/1h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
ER+TRS+720°C/2h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
ER+TRS+720°C/4h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
ER+TRS+720°C/6h	✓	✓	✓	✓	✗	✗
ER+TRS+720°C/7h30min	✓	✓	✓	✓	?	✗
ER+TRS+720°C/15h15min	✓	✓	✓	✓	?	✗
ER+TRS+620°C/20h	✓	✓	✓	?	✗	✗
ER+TRS+980°C/1h	✓	✓	✗	✗	✓	✗

---

✓ : phase attendue

✗ : phase non attendue

?: indéterminé

Pour chaque éprouvette de traction, un échantillon de dureté a été mis avec dans le four, afin que les traitements thermiques communs aux essais de dureté et de traction soient strictement les mêmes. Cela servira à déterminer la relation entre dureté et limite d'élasticité (voir partie 3.4.iii).

Dans la prochaine partie, les différentes techniques utilisées seront décrites.

### *3.3.ii. Mesure de dureté*

Des mesures de dureté ont été effectuées afin d'observer l'évolution du profil de dureté en fonction de la distance au centre du petit lopin de 86 kg. Cette technique a également été utilisée dans le cadre de la maquette de soudage, afin d'avoir une évolution de la limite d'élasticité en fonction de la distance à la ligne de fusion, cela de manière rapide et semi-automatique (voir Chapitre 5 pour la description de la maquette de soudage). Le principe des mesures de dureté est expliqué en Annexe Q.

#### *a. Description des essais de dureté menés*

Concernant l'étude du lopin de base, les échantillons de dureté sont les mêmes que ceux utilisés pour l'observation de la taille de grain présentée dans la partie 1.3.i. Ils sont repolis miroir avec des grains atteignant 3  $\mu\text{m}$  de diamètre de la même manière que pour l'observation de la taille de grain.

Afin d'éviter les effets de bords, les mesures de dureté ont été prises sur la surface inférieure des échantillons et suffisamment éloignées des bords de chaque échantillon.

Afin de vérifier la représentativité des mesures, des essais ont été effectués sur un échantillon attaqué possédant les plus gros grains avant qu'il soit repoli. Ainsi, les paramètres de l'essai ont été fixés afin que l'empreinte de la pointe pyramidale couvre au minimum une vingtaine de grains (le but n'étant pas de déterminer la dureté intragranulaire). La charge utilisée est de 200 N.

Il a été effectué 6 mesures par échantillon, avec deux échantillons par distance au centre du lopin.

Concernant les échantillons pour l'étude de l'évolution du durcissement structural en fonction du traitement thermique subi, ils ont été prélevés dans le lopin de 86 kg également, à une même distance du centre du lopin afin d'avoir une microstructure initiale semblable pour tous les échantillons. La préparation est la même que précédemment.

### 3.3.iii. Essais de traction monotone

Les essais de traction font partie des essais mécaniques les plus utilisés pour la caractérisation mécanique des alliages métalliques. Ce sont des essais simples uniaxiaux permettant de déterminer de nombreuses grandeurs mécaniques afin de caractériser un matériau (contrainte maximale, limite d'élasticité, module de Young, *etc.*). Le principe des essais de traction uniaxiaux est présenté en Annexe R.

Par la suite, les échantillons utilisés ainsi que les traitements thermiques qu'ils ont subis seront présentés.

Les essais de traction uniaxiaux consistent à solliciter de façon unidirectionnelle des éprouvettes (de section initiale  $S_0$  et de longueur initiale  $L_0$ ) avec une force  $F$  croissante tout en enregistrant l'allongement résultant  $\Delta L$ , avec une vitesse d'allongement constante  $\dot{\epsilon}$ .

Les principaux paramètres qu'il est possible de déterminer sur une courbe de traction sont (voir Figure 3.18) :

- La limite d'élasticité conventionnelle  $R_e$  (qui n'est pas la même que la limite d'élasticité théorique, mais une approximation).
- La résistance mécanique conventionnelle  $R_m$ , correspondant à la contrainte conventionnelle à laquelle apparaissent des phénomènes de striction. Ces phénomènes hétérogènes vont aboutir, pour des efforts de traction de même niveau ou décroissants, à la rupture.  $R_m$  est donc un indicateur important, correspondant au niveau de contrainte nominale à ne pas atteindre lors de l'utilisation de pièces faites dans cet alliage.  $R_m$  n'est cependant pas la contrainte de rupture du matériau, cette dernière étant définie par l'état de contrainte à l'endroit de la rupture.
- L'allongement relatif à la rupture  $A_r = \Delta L_{rupture}/L_0$  est une mesure de l'amplitude moyenne de la déformation plastique de l'éprouvette rompue.  $A$  n'est pas une mesure de la déformation plastique maximale du matériau. En effet, l'existence d'une striction entraîne une non-uniformité de la contrainte ainsi que de la déformation plastique.
- Le coefficient d'érouissage  $n = d \left( \frac{\log(\sigma)}{\log(\epsilon)} \right)$ , mesuré dans le domaine de déformation plastique homogène (avant l'apparition d'un phénomène de striction). Il est un indicateur de la consolidation. Plus il est élevé, plus il faudra augmenter la contrainte pour pouvoir augmenter la déformation plastique.

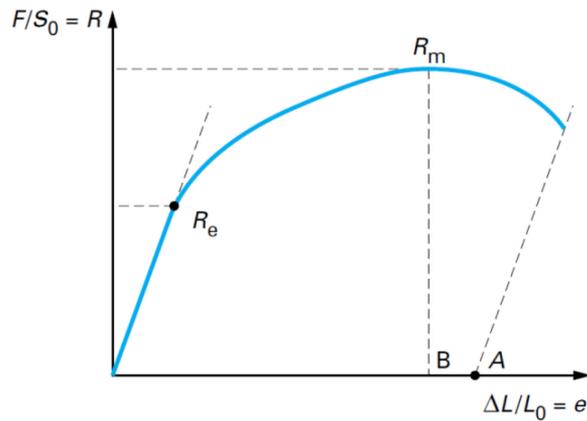


Figure 3.18 - Courbe de traction conventionnelle (Chomel, 2012)

*a. Échantillons utilisés*

**Forme des éprouvettes utilisées :**

Les éprouvettes utilisées sont des cylindres de 6 mm de diamètre et de 40 mm de longueur utile. Un schéma de ces éprouvettes est disponible en Figure 3.19.

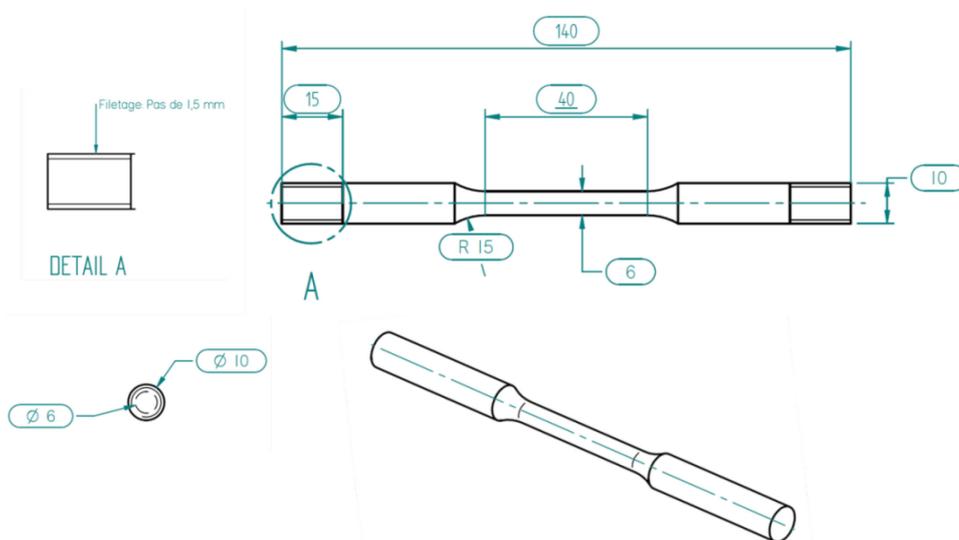


Figure 3.19 – Éprouvettes cylindriques utilisées pour les essais de traction

Les éprouvettes utilisées ont une réduction de section entre les extrémités (zone d'amarrage à la machine de traction) et la zone utile reliées par des congés. Les congés ont été dimensionnés afin d'éviter la concentration de contraintes à cet endroit. La réduction de section permet de concentrer les contraintes dans la partie utile de l'éprouvette, cette partie est de section constante afin d'avoir un état de contrainte homogène pendant l'essai dans la partie utile.

### Prélèvement :

Les éprouvettes ont été usinées à partir du lopin de 86 kg (présenté dans la partie 1.1.i)). Elles ont été prélevées à une même distance du centre du lopin, à quelques millimètres de la face supérieure du lopin et à quelques millimètres du bord. La direction de prélèvement est illustrée par la Figure 3.20. Cela permet d'avoir la microstructure la plus homogène possible au sein d'une même éprouvette et ainsi d'avoir une homogénéité des propriétés mécaniques. De même, la microstructure de départ est la même dans chaque éprouvette.

Il est important de noter que les éprouvettes de dureté ont été prélevées à la même distance au centre que les éprouvettes de traction. Cela permet d'avoir une microstructure semblable pour tous les échantillons de cette étude mécanique. De plus, cela permet d'estimer la taille de grain des éprouvettes de traction avant déformation, mais après traitement thermique de précipitation, en utilisant les échantillons de dureté. La méthode de mesure de la taille de grain est la même que celle décrite dans la partie 1.3.i.

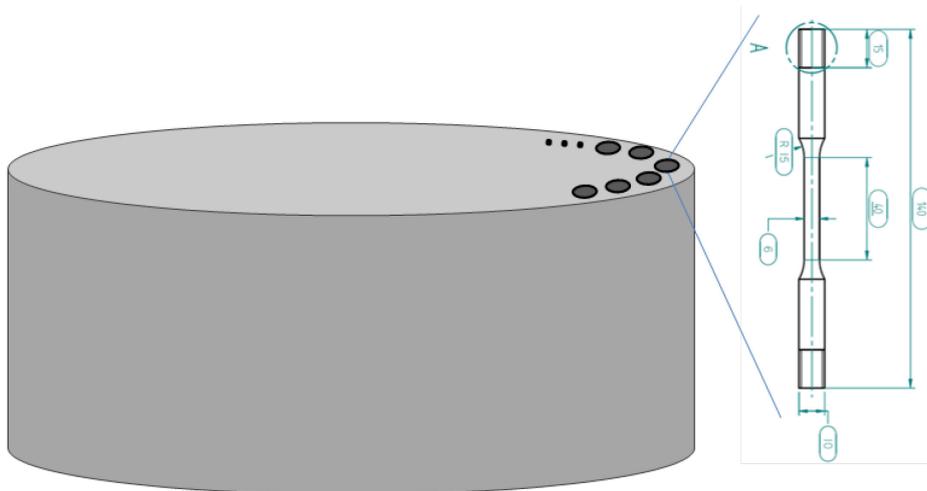


Figure 3.20 - Schéma de prélèvement des éprouvettes cylindriques

### *b. Description des essais de traction menés*

La machine utilisée pour les essais de traction est une Schenck Hydro 250 KN. Les essais de traction sont pilotés en déformation ( $\epsilon$ ) par l'extensomètre mécanique HZT071, avec une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Le montage utilisé est illustré sur la Figure 3.21.

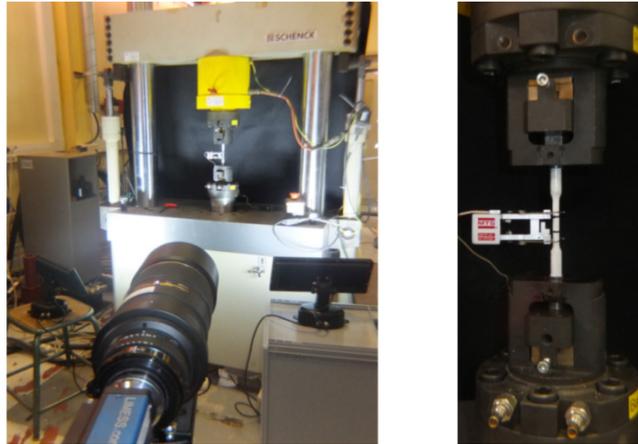


Figure 3.21 - Montage utilisé pour les essais de traction

L'extensomètre à haute température HZT071 utilisé, permet d'enregistrer directement les valeurs de déformation conventionnelle  $\epsilon_{conv} = \frac{\Delta L}{L_0}$ , avec  $\Delta L$  l'allongement de l'éprouvette et  $L_0$  sa longueur initiale.

Ces résultats bruts sont ensuite traités afin de tracer la courbe de traction rationnelle : la contrainte vraie en fonction de la déformation rationnelle.

La contrainte vraie est la charge rapportée à la section instantanée, qui peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (3.9)$$

Avec  $S$  la section instantanée, exprimée comme suit :

$$S = \frac{S_0}{1 + \epsilon_{conv}} \quad (3.10)$$

La déformation rationnelle peut s'écrire :

$$\epsilon = \ln(1 + \epsilon_{conv}) \quad (3.11)$$

Les résultats sont présentés sous la forme de la contrainte vraie en fonction de l'allongement relatif qui est  $\epsilon$  exprimée en %.

### 3.4. Résultats et discussions

#### 3.4.i. Influence des différentes phases intermétalliques sur les propriétés mécaniques de l'Inconel 718®

Tout d'abord, les éprouvettes de tractions ont subi un traitement thermique dans le but de faire précipiter les phases le plus indépendamment possible (selon le diagramme TTT de la Figure 1.2) avant d'effectuer les essais de traction. Le but de cette première étude mécanique était d'avoir une idée qualitative de l'effet des phases intermétalliques  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  sur les propriétés mécaniques de l'Inconel 718®, notamment en ce qui concerne la limite d'élasticité. Les courbes de traction rationnelles de ces différents échantillons sont tracées sur la Figure 3.22.

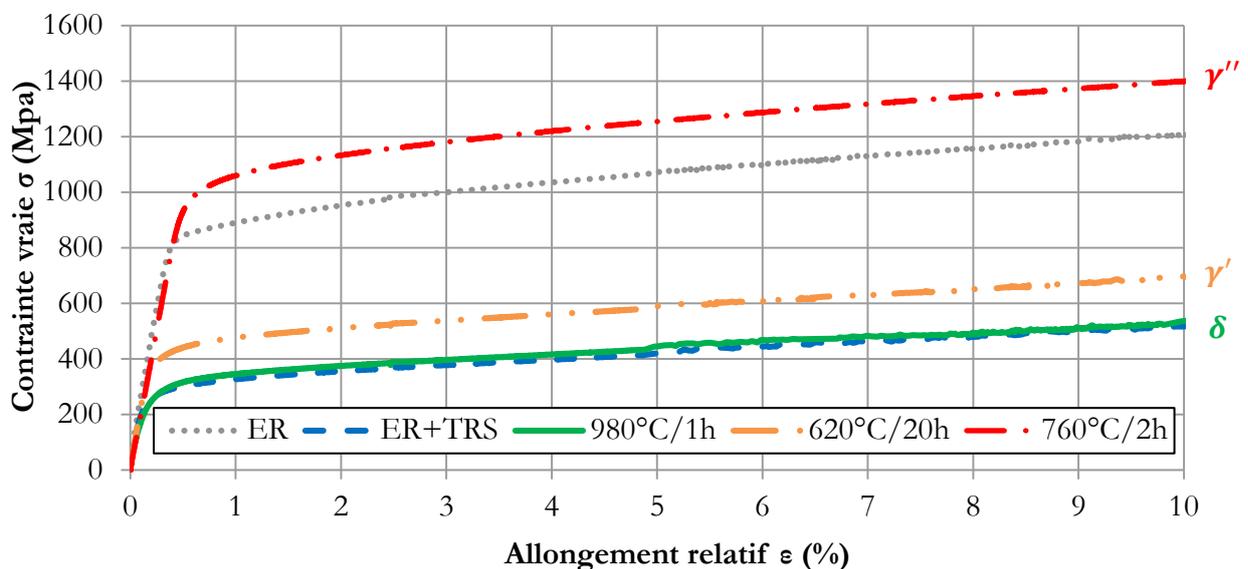


Figure 3.22 - Courbe de traction rationnelle pour différents traitements thermiques : importance des phases dans le durcissement structural de l'alliage 718

Une première observation qui peut être faite est que l'état de réception du lopin, dans lequel ont été prélevées les éprouvettes (état ER), n'est pas remis en solution de manière optimale. En effet, le lopin a subi une remise en solution industrielle dans un four à 955°C, puis a été refroidi à l'air libre. Le lopin étant massif, les phases durcissantes ont eu le temps de précipiter à nouveau, ce qui explique que la courbe ER soit plus proche de la courbe correspondant à une précipitation massive de phase  $\gamma''$  (760°C/2h) que de la courbe d'une éprouvette remis en solution au laboratoire (ER+TRS).

Ensuite, ces courbes permettent d'illustrer la contribution primordiale de la phase  $\gamma''$  dans le durcissement structural de l'Inconel 718®. Pour cela, la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation a

été déterminée. Ces résultats sont résumés sur la Figure 3.23. Les barres d'erreurs correspondent à plus ou moins l'écart type des mesures pour chaque échantillon. En effet, les essais ont été répétés une fois pour s'assurer de leur reproductivité. L'essai de traction correspondant à l'éprouvette remise en solution a été lui répété trois fois.

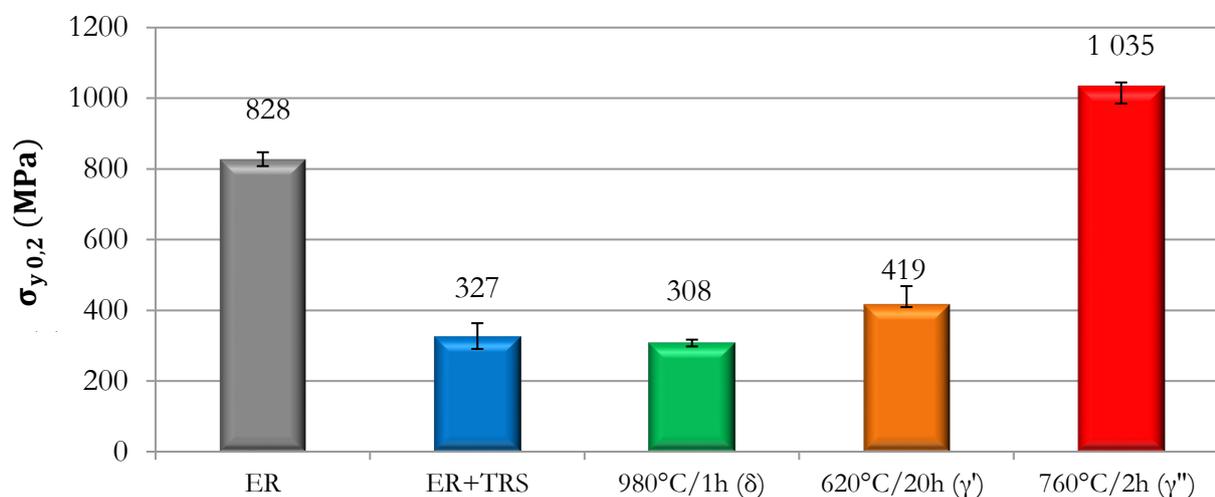


Figure 3.23 - Limite d'élasticité à 0,2 % de déformation en fonction du traitement thermique

De plus, des mesures de dureté ont été effectuées sur les échantillons mis dans le four en même temps que les éprouvettes de traction. Cela permet d'avoir une bonne estimation de la dureté des éprouvettes de traction avant essai mécanique. Les résultats de ces mesures de dureté sont présents en Figure 3.24. Les barres d'erreurs correspondent à plus ou moins l'écart type des mesures pour chaque échantillon.

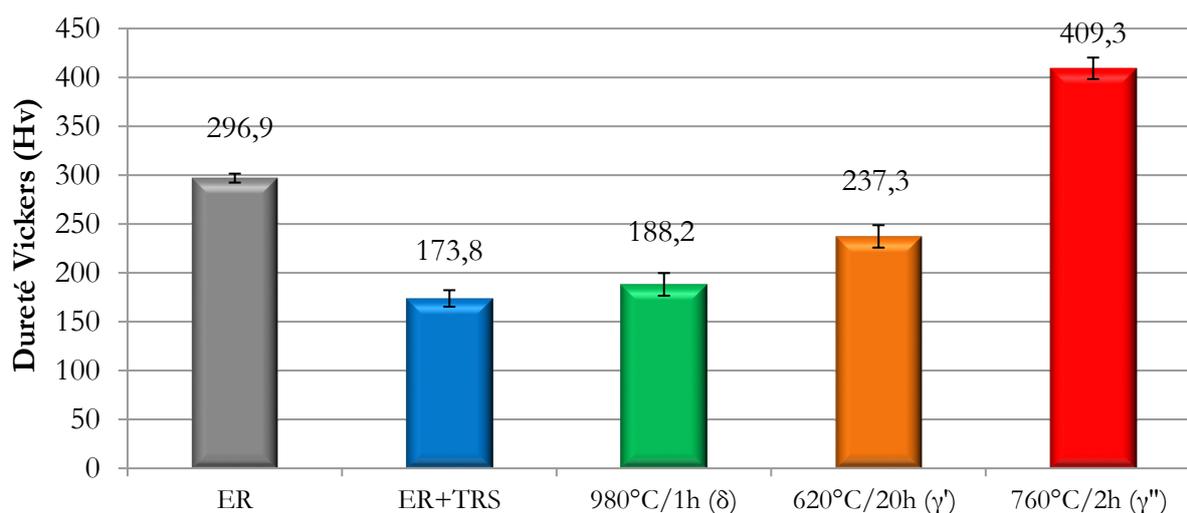


Figure 3.24 - La dureté Vickers en fonction du traitement thermique

Ces données de limite d'élasticité ainsi que de dureté permettent de montrer la nécessité d'une remise en solution préliminaire, avant de faire un traitement thermique de précipitation. En effet,

le traitement de remise en solution permet de faire diminuer la limite d'élasticité de 828 à 327 MPa. Cependant, cette baisse de la limite d'élasticité n'est pas uniquement due à la dissolution des précipités durcissants, mais également à la croissance de grains. Cette croissance est provoquée par la haute température de remise en solution, mais également par la disparition de la phase  $\delta$ . En effet, la phase  $\delta$  ne joue pas de rôle dans le durcissement structural, comme il est possible de l'observer sur la Figure 3.22, la Figure 3.23 et la Figure 3.24. Cependant, elle permet d'ancrer mécaniquement les joints de grains, ralentissant ainsi la croissance de grains. Ainsi, il est important de connaître la taille de grains, notamment la différence de taille de grains entre les différents échantillons afin de déterminer la part du durcissement uniquement dû à la précipitation.

Les tailles de grains des différents échantillons de dureté ont ainsi été mesurées et les résultats sont affichés sur la Figure 3.25. Les résultats de taille de grains sont exprimés en mesure ASTM (voir Annexe A pour l'équivalence en  $\mu\text{m}^2$ ). Ces tailles de grains sont représentatives de celles des éprouvettes de traction avant essai mécanique. Les barres d'erreur correspondent à l'écart type de tailles des différents grains de l'échantillon en unités ASTM.

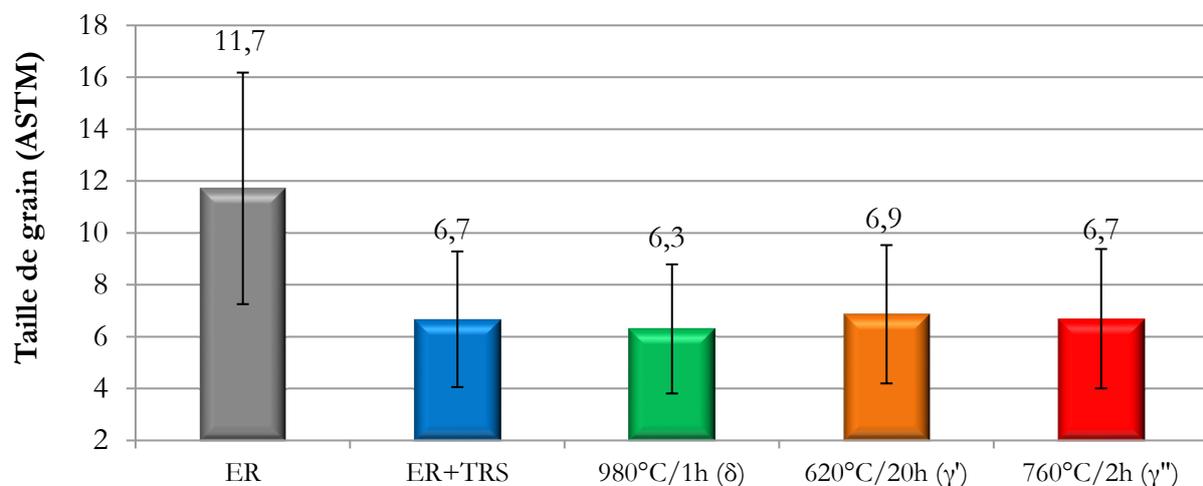


Figure 3.25 - Taille de grains des éprouvettes de dureté

Sur la Figure 3.25, il est possible d'observer l'effet du traitement de remise en solution sur la taille de grains des éprouvettes de traction. En effet, la taille de grains passe de 11,7 à 6,7 ASTM, ce qui correspond à une croissance importante.

En revanche, les tailles de grains des autres échantillons sont identiques (avec un écart type important). Les traitements thermiques entre 620 et 760°C n'ont donc pas d'influence sur la taille de grains.

Ainsi, la différence de limite d'élasticité entre les éprouvettes ER+TRS, 980°C/1h, 620°C/20h et 760°C/2h est due au durcissement par précipitation de la phase  $\gamma'$ , mais surtout de la phase  $\gamma''$ . Elle est également due à la diminution conjointe du durcissement des éléments en solution solide. En effet, lorsque la précipitation a lieu, la concentration en niobium de la matrice  $\gamma$  (élément durcissant la matrice) diminue.

### 3.4.ii. Etude de l'évolution des propriétés mécaniques pour des traitements isothermes

Les éprouvettes utilisées pour cette série d'essais à 720°C et 760°C ont été prélevées à une distance différente du centre du lopin par rapport aux éprouvettes utilisées lors des essais précédents. Les hétérogénéités du lopin de base expliquent les différences observables dans les courbes de traction des échantillons remis en solution et traités à 760°C/2h entre les deux campagnes d'essais.

Les essais de traction menés sur des éprouvettes traitées thermiquement à des températures de 720°C et 760°C, à différents temps, ont été effectués afin d'étudier l'évolution du durcissement dû à la précipitation de la phase  $\gamma''$ .

Les courbes de traction rationnelles correspondantes sont tracées sur la Figure 3.26 pour les traitements thermiques à 720°C et sur la Figure 3.28 pour les traitements à 760°C.

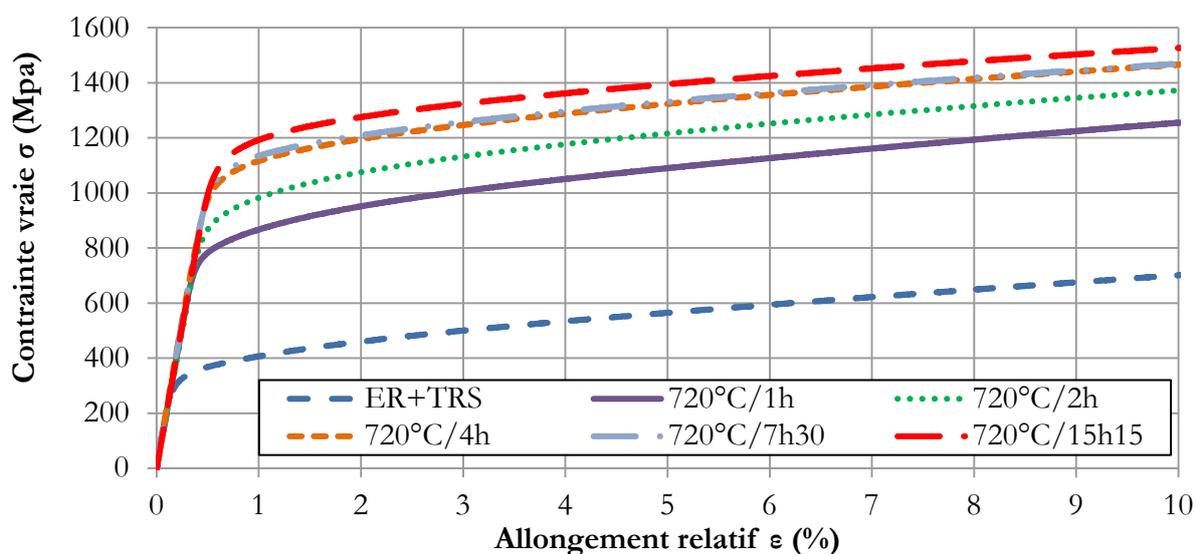


Figure 3.26 - Courbe de traction rationnelle : évolution du durcissement structural de l'alliage 718 dû à la phase  $\gamma''$ , pour une température de 720°C

A partir des courbes de traction rationnelles de la Figure 3.26, les limites d'élasticité à 0,2 % de déformation ont été déterminées et tracées sur la Figure 3.27.

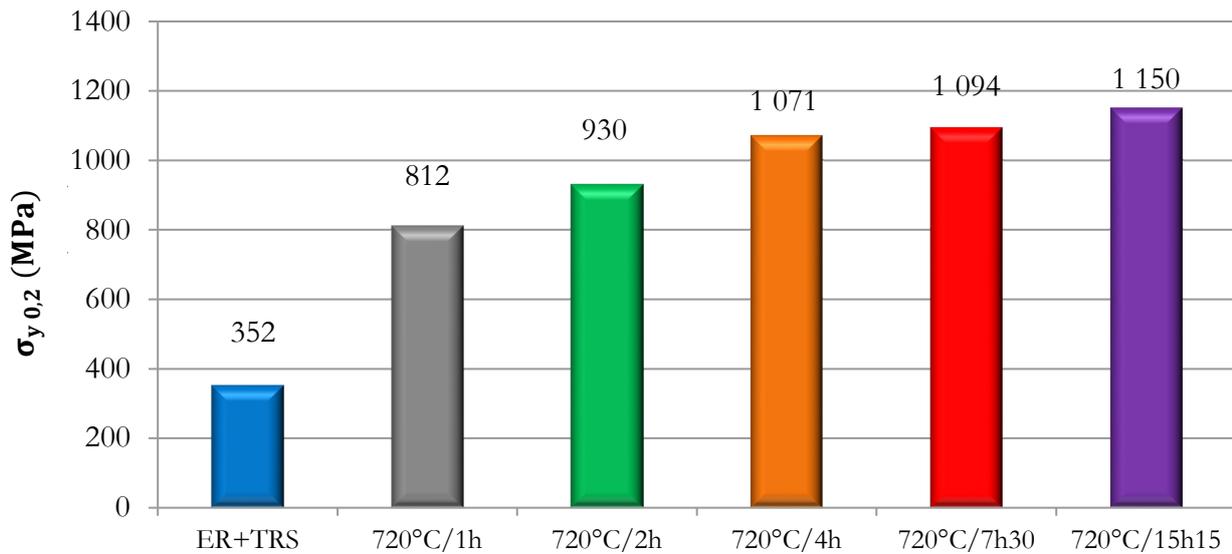


Figure 3.27 - Limite d'élasticité à 0,2 % de déformation en fonction du temps de traitement à 720°C

Pour des traitements isothermes à 720°C, la limite d'élasticité augmente rapidement pendant 4h, passant de 327 à 1089 MPa, puis elle augmente très lentement jusqu'à au moins 15h15 de traitement, atteignant alors une valeur de 1171 MPa.

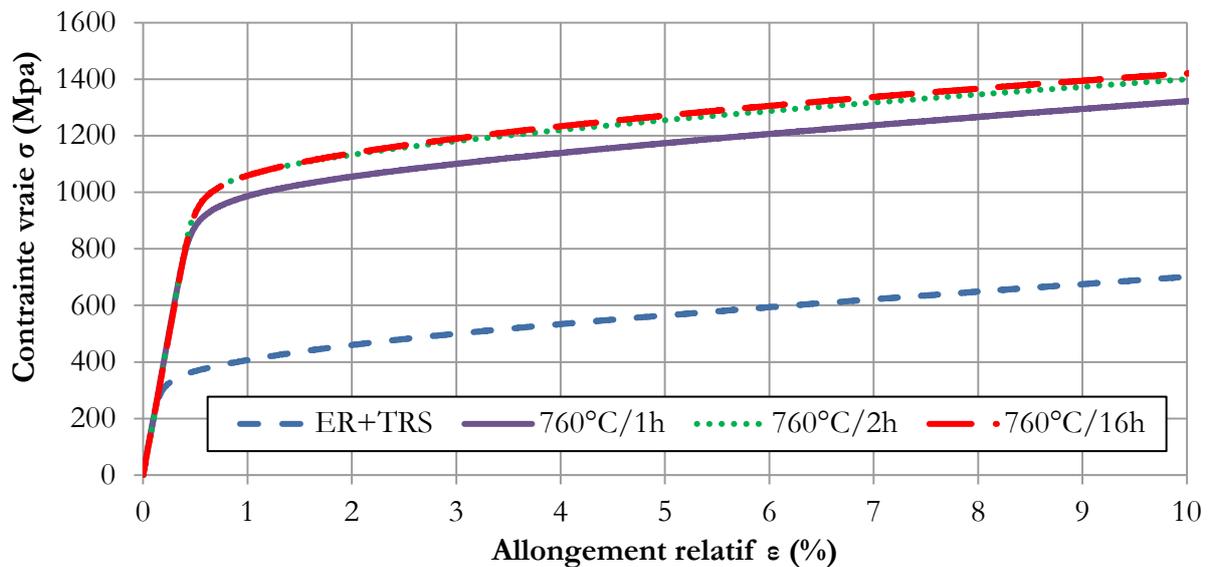


Figure 3.28 - Courbe de traction rationnelle : évolution du durcissement structural de l'alliage 718 dû à la phase  $\gamma''$ , pour une température de 760°C

A partir des courbes de traction rationnelles de la Figure 3.28, les limites d'élasticité à 0,2 % de déformation ont été déterminées et tracées sur la Figure 3.29.

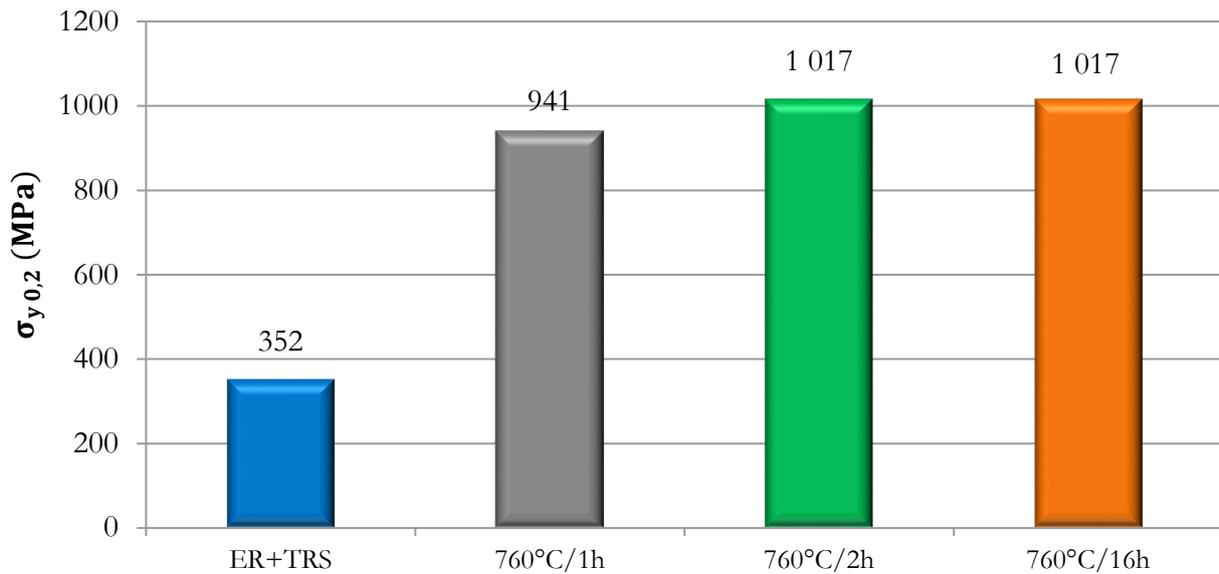


Figure 3.29 - Limite d'élasticité à 0,2 % de déformation en fonction du temps de traitement à 760°C

Pour des traitements thermiques à 760°C, la limite d'élasticité augmente pendant au moins 2h, passant de 327 à 1035 MPa. Ces essais de traction ne permettent pas de voir ce qu'il se passe entre 2 et 16h, cependant la limite d'élasticité à 2h est la même que celle à 16h à 760°C.

L'ensemble des résultats des essais de dureté effectués sur des échantillons thermiquement traités à 720 et 760°C sont présents sur la Figure 3.30.

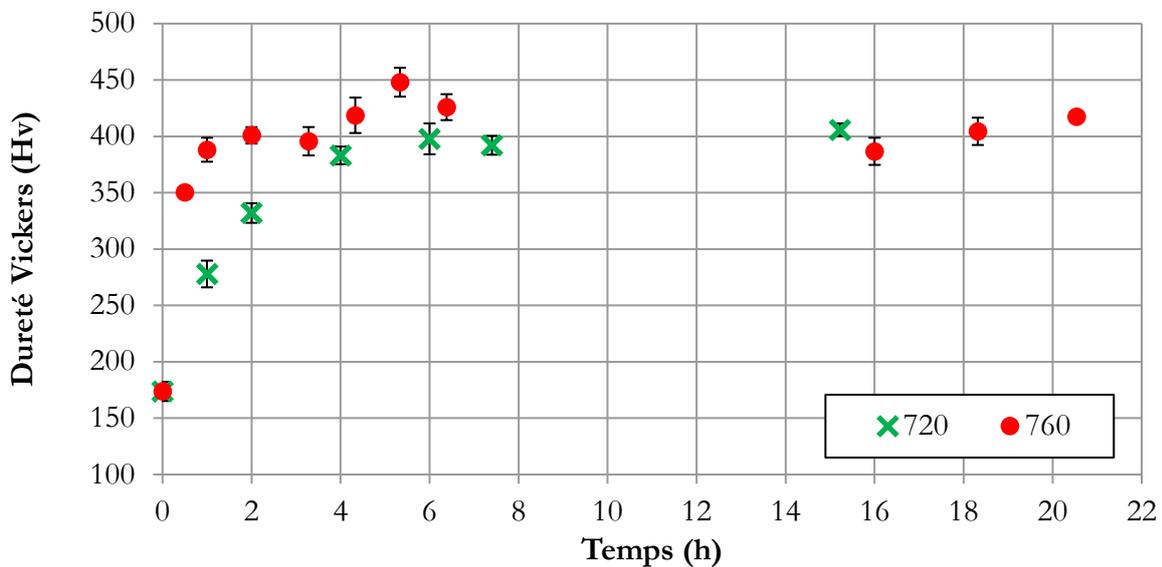


Figure 3.30 - Dureté Vickers en fonction du temps de traitement à 720°C et 760°C

Ces essais de dureté permettent d'avoir une bonne représentation de l'évolution du durcissement structural à 720 et 760°C, entre 0 et 8h de traitement. Quelques valeurs aux temps longs ont été mesurées : pour une température de 720°C, la croissance du durcissement est très légère entre

7h30 et 15h15. En ce qui concerne les traitements thermiques à 760°C, le durcissement semble diminuer entre 6h30 et 16h, puis augmenter légèrement de 16h à 20h30 de traitement. Ces essais de dureté permettront également de déterminer la relation entre la dureté et la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation.

### 3.4.iii. Détermination de la relation entre la limite d'élasticité et la dureté Vickers

Dans cette partie, la relation entre la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation (en MPa) et la dureté Vickers (en Hv) sera exprimée.

Tout d'abord, la dureté en fonction de la limite d'élasticité mesurée sur les éprouvettes de traction a été tracée sur la Figure 3.31. Ces mesures correspondent aux traitements thermiques communs aux essais de dureté et de traction présents dans la Table 3.1.

Sur la courbe de la Figure 3.31, est clairement visible une relation affine entre ces deux grandeurs. La relation suivante en est alors déduite :

$$H_v = 3,4 \times \sigma_{y,0,2\%}(\text{MPa}) - 264 \quad (3.12)$$

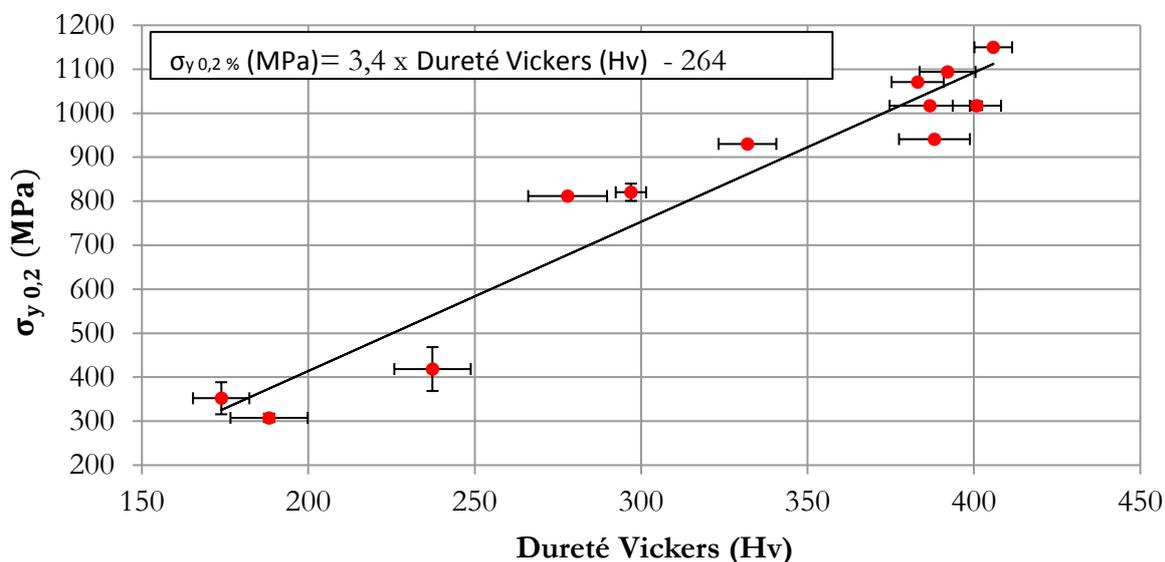


Figure 3.31 - Dureté Vickers en fonction de la limite d'élasticité

### 3.4.iv. Relation entre l'état de précipitation et les propriétés mécaniques

Sur la Figure 3.32, est tracée la relation entre la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation et les paramètres microstructuraux simulés par PreciSo à 720°C et 760°C : le rayon moyen ( $r_p$ ), le nombre de précipités (Nb précipités) et la fraction volumique (fv).

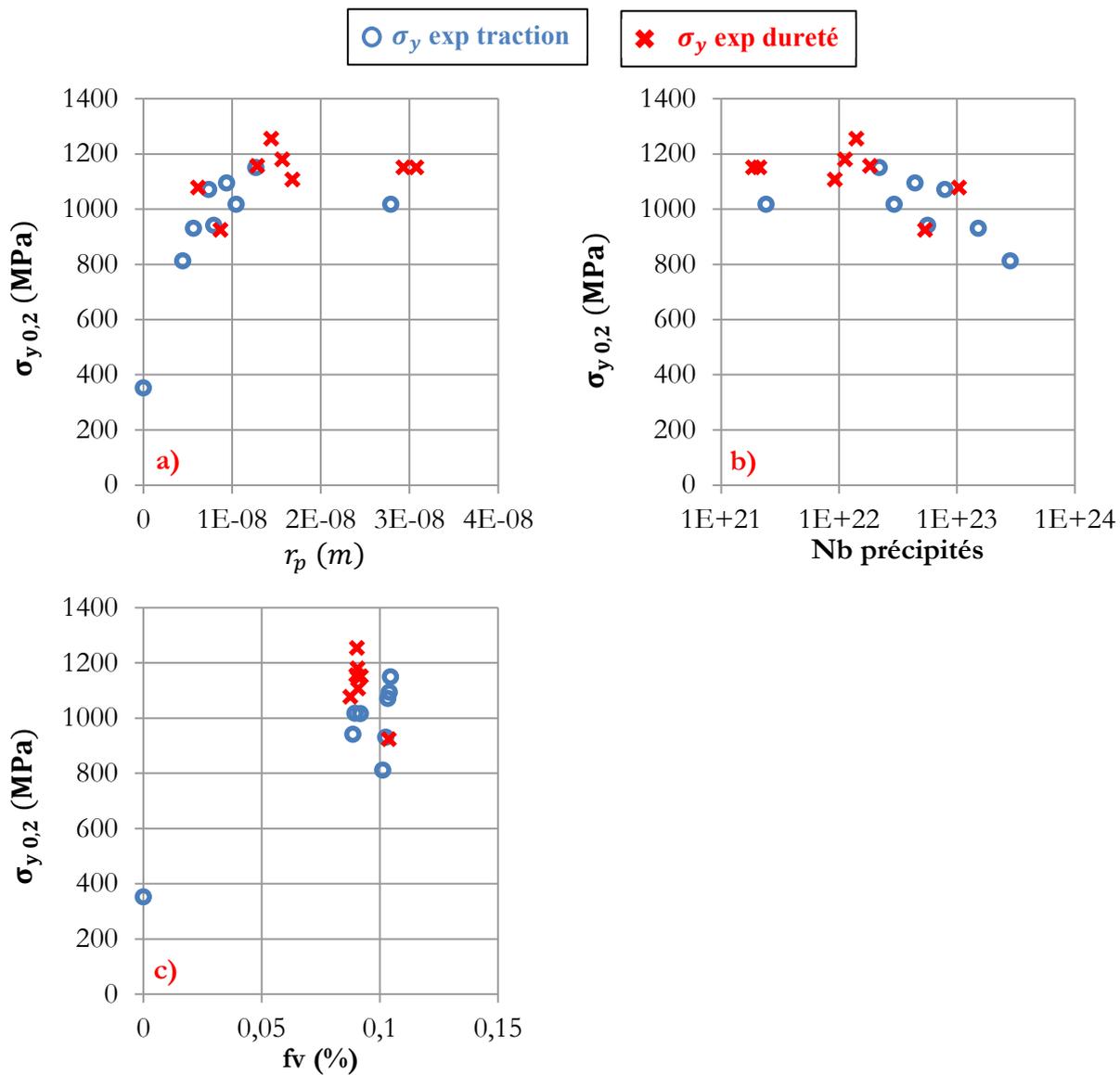


Figure 3.32 - Relation entre la limite d'élasticité et les paramètres microstructuraux. a)  $\sigma_{y0,2\%}$  en fonction de  $r_p$ , b)  $\sigma_{y0,2\%}$  en fonction du nombre de précipités, c)  $\sigma_{y0,2\%}$  en fonction de la fraction volumique (fv)

Tous les traitements thermiques étudiés se situent dans la phase de coalescence de la précipitation (d'après les simulations PreciSo décrites lors du Chapitre 2). Sur le graphique de la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation en fonction de la fraction volumique, aucune corrélation entre ces deux données ne peut être observée. En effet, d'après les résultats PreciSo, les traitements thermiques étudiés dans cette partie conduisent à une fraction volumique d'équilibre (de 10,4 % à

720°C et 9 % à 760°C). Ce qui change en fonction des différents traitements thermiques, ce sont le rayon moyen (ainsi que la distribution) et le nombre de précipités : le rayon augmente avec le temps et le nombre de précipités diminue.

- Une augmentation importante de la limite d'élasticité a lieu avec l'augmentation du rayon dans un premier temps, les petits précipités étant cisailés par les dislocations, produisant un durcissement important. A partir d'un rayon situé entre 13 et 28 nm, la limite d'élasticité commence à diminuer, illustrant le changement de mécanisme de franchissement des précipités par les dislocations. En effet, à partir d'un certain rayon (appelé rayon de transition ou rayon critique), les précipités ne sont plus cisailés mais contournés par les dislocations ce qui demande une moindre quantité d'énergie et donc produit un durcissement moins important.
  
- Tout d'abord, une augmentation de la limite d'élasticité a lieu avec la diminution du nombre de précipités jusqu'à une valeur autour de  $10^{22}$ . La diminution du nombre de précipités contournés avec le temps est compensée par leur croissance, et donc l'augmentation de leur résistance individuelle au déplacement des dislocations. A partir de  $10^{22}$  précipités, le rayon de transition est atteint, les précipités sont alors majoritairement contournés. Quand les précipités sont contournés (rayon situé entre 13 et 28 nm), la précipitation est déjà en phase de coalescence : l'augmentation de leur rayon, associée à la diminution du nombre de précipités, explique la diminution du durcissement.

Afin d'observer l'effet de la précipitation sur l'érouissage, les courbes de traction de la Figure 3.26 et de la Figure 3.28 ont été traitées afin de déterminer les courbes d'érouissages correspondantes, tracées sur la Figure 3.33. L'ordonnée de ce graphe correspond à  $\sigma_{vraie} - \sigma_y$ , avec  $\sigma_{vraie}$  la contrainte vraie, l'abscisse est la déformation plastique  $\epsilon_p = \epsilon - \epsilon_e$ , avec  $\epsilon_e$  la déformation élastique.

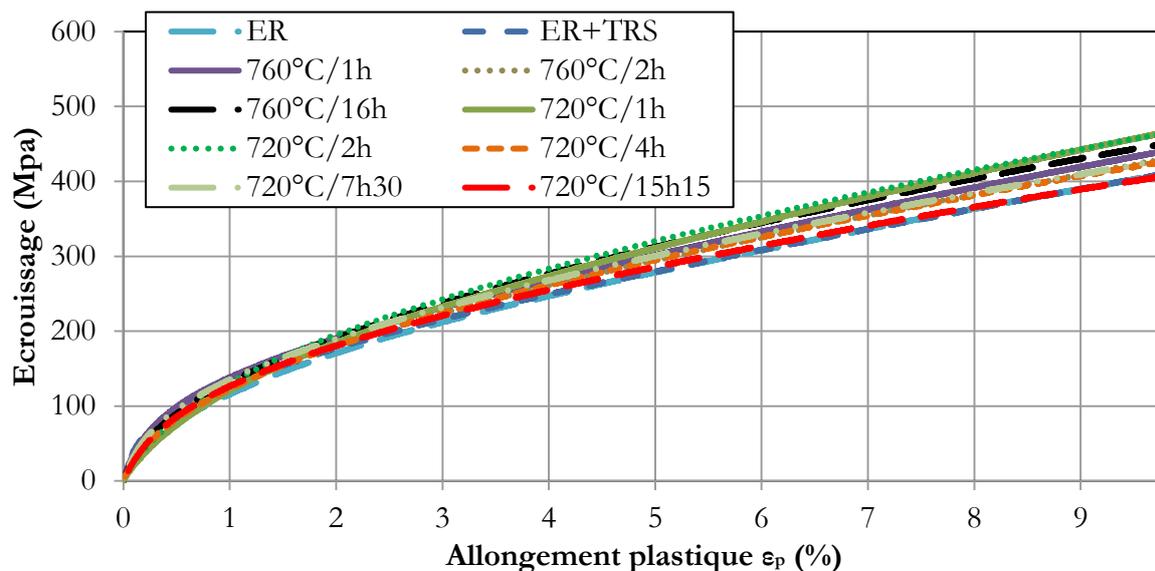


Figure 3.33 - Courbes d'écroissage (observation de l'effet de la précipitation sur l'écroissage)

L'ensemble des courbes d'écroissage correspondant aux traitements thermiques à 760°C, 720°C, ainsi que celles de l'échantillon à l'état de réception et remis en solution sont très proches, malgré des états de précipitations très différents (les traitements thermiques à 760°C et 720°C conduisant à un état de précipitation des phases  $\gamma''$  et  $\gamma'$  différent). L'état de précipitation de l'échantillon à l'état de réception n'est pas connu, et la précipitation est complètement absente de l'échantillon remis en solution. Dans cette partie, l'effet primordial des traitements thermiques, et donc de la précipitation sur la limite d'élasticité, a été observé. Cependant, la Figure 3.33 montre que l'état de précipitation ne semble pas avoir d'effet significatif sur l'écroissage de cet alliage.

### 3.5. *Bilan du chapitre 3*

Le durcissement structural peut avoir plusieurs origines. Une augmentation de la limite d'élasticité d'un alliage polycristallin peut être provoquée par :

- une diminution de la taille de grains
- une augmentation de l'écroissage
- une augmentation de la concentration de certains atomes en solution solide
- l'apparition d'une nouvelle phase au sein de la matrice

La campagne de caractérisation mécanique menée dans cette étude est composée d'essais de traction ainsi que de mesures de dureté. Le but est de relier la limite d'élasticité au traitement thermique subi par les éprouvettes. La précipitation en fonction du traitement thermique ayant été étudiée dans le Chapitre 2, il sera alors possible de relier la précipitation à la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation expérimentale.

Les températures principalement étudiées sont 720 et 760°C, auxquelles la précipitation est rapide et importante. En effet, 720°C correspond au pic de précipitation du diagramme TTT simulé (Figure 2.19). 760°C est situé quant à lui légèrement au-dessus de ce pic.

Les essais illustrent le fait qu'à 760°C, la limite d'élasticité augmente jusqu'à environ 5h de traitement. Elle est plus faible après 16h puis est quasiment stable. A 720°C, la limite d'élasticité augmente pendant 6h puis reste stable jusqu'à au moins 15h15.

La relation linéaire entre la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation et la dureté Vickers a été déterminée.

L'effet de l'état de précipitation simulé par PreciSo (rayon moyen, fraction volumique et nombre de particules) sur le durcissement structural mesuré expérimentalement a été observé.

L'écroissage semble être indépendant de la précipitation des phases intermétalliques ( $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ ).

Les résultats expérimentaux de cette partie serviront à la validation du modèle de prédiction de la limite d'élasticité précipitation dépendante développé dans le prochain chapitre.

# Chapitre 4. Prédiction de la limite d'élasticité dépendante de la précipitation de la phase $\gamma''$



La précipitation de la phase  $\gamma''$  a une influence primordiale sur le durcissement structural (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) (Sundararaman & Singh, 1993). Un des objectifs principaux de cette thèse est la modélisation de ce durcissement provoqué par la précipitation de cette phase.

La contribution la plus récente au durcissement par précipitation dans l'alliage 718, est celle de Fisk *et al.* (Fisk, Ion, & Lindgren, 2014). La distribution de taille de précipité est post-calculée à la suite d'un modèle de précipitation à rayon moyen (évoqué dans le Chapitre 2) et utilisée comme donnée d'entrée de leur modèle de limite d'élasticité et d'écrouissage. Concernant la limite d'élasticité, les contributions des précipités cisailés et contournés sont calculées par une approche à rayon moyen et fraction volumique totale : tout se passe comme si tous les précipités simulés étaient à la fois cisailés et contournés. Ensuite, la distribution de taille de type LSW calculée est utilisée afin de déterminer quels sont les pourcentages de particules contournées et cisillées, en définissant et fixant la valeur du rayon de transition (rayon à partir duquel les précipités ne sont plus cisillés mais contournés). Enfin, les amplitudes des contributions contournées et cisillées sont pondérées avec ces pourcentages.

Dans cette étude, le modèle proposé n'est pas un modèle de rayon moyen mais bien un modèle prenant en compte la contribution de chaque classe de précipités, qui sera soit cisillée, soit contournée en fonction du rayon de cette classe. De plus, la forme des précipités n'est pas prise en compte dans le modèle proposé par Fisk *et al.* En effet, la forme allongée des précipités  $\gamma''$  a une influence sur le calcul de la distance inter-particule et donc sur le durcissement. Cet effet sera pris en compte dans le modèle proposé dans cette partie.

Ce modèle est basé en grande partie sur les travaux de Didier Bardel *et al.* (Bardel, et al., 2014). Il prend en compte l'ensemble de la distribution de taille des précipités  $\gamma''$  calculée par PreciSo lors du Chapitre 2, leur forme de disque, leur distribution spatiale et la compétition entre les deux mécanismes possibles de franchissement des particules  $\gamma''$  par les dislocations : le contournement et le cisaillement. Le durcissement dû aux éléments de soluté en solution solide est également pris en compte.

#### 4.1. *Présentation du modèle de limite d'élasticité*

Dans ce chapitre, un modèle basé sur l'interaction entre les dislocations et les défauts est décrit dans le but de calculer la limite d'élasticité  $\sigma_y$ . La formulation classique, originellement proposée par Friedel (Friedel, 1964), puis reprise et enrichie par Kocks *et al.* (Kocks, Argon, & Ashby, 1975) et Deschamps *et al.* (Deschamps & Brechet, 1999), est utilisée afin de prendre en compte l'état de précipitation :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \Delta\sigma_{SS}^{Nb} + \Delta\sigma_p \quad (4.1)$$

Où  $\sigma_0$  est la limite d'élasticité du matériau de base, incluant : la force de Peierls-Nabarro, la contribution des dislocations forêt, l'effet de Hall-Petch et le durcissement par atomes de soluté en solution solide excepté le niobium. Ces contributions sont supposées constantes dans le cas de cette étude lors d'un traitement thermique. En effet, pour les traitements thermiques étudiés, la croissance de grain est négligeable (les échantillons utilisés pour les données expérimentales de la limite d'élasticité ont tous la même taille de grain). Ensuite, seule la précipitation de la phase  $\gamma''$  est modélisée, donc seule la quantité de niobium va varier dans la matrice, les autres atomes de soluté vont rester en solution solide. Concernant les dislocations « forêt », le traitement de remise en solution annihile les dislocations, ce terme est donc négligeable devant les autres termes de durcissement.  $\Delta\sigma_{SS}^{Nb}$  et  $\Delta\sigma_p$  sont respectivement la contribution du niobium en solution solide et des précipités  $\gamma''$ . Ces contributions sont linéairement sommées selon Kocks *et al.* (Kocks, Argon, & Ashby, 1975).

##### 4.1.i. *La contribution du niobium en solution solide $\Delta\sigma_{SS}^{Nb}$*

Mishima *et al.* (Mishima, Ochiai, Hamao, Yodogawa, & Suzuki, 1986) ont étudié l'effet de divers éléments de soluté sur la limite d'élasticité des alliages de nickel. Ils proposent dans leur étude la relation suivante :

$$\Delta\sigma_{SS}^{Nb} = A_{Nb} \sqrt{X_{Nb}^{\gamma}} \quad (4.2)$$

Avec  $X_{Nb}^{\gamma}$  la concentration atomique de niobium dans la matrice (en at%) et une constante  $A_{Nb} = 1.17 \times 10^9 \text{ Pa} \cdot \text{at}\%^{-0.5}$ , expérimentalement mesurée.

#### 4.1.ii. La contribution constante $\sigma_0$

Afin de déterminer la limite d'élasticité du matériau de base, l'éprouvette de traction remise en solution (traitement ER+TRS, voir Table 3.1 du Chapitre 3) est utilisée. Dans cette éprouvette dépourvue de tout précipité durcissant :  $\sigma_y = \sigma_0 + \Delta\sigma_{SS}^{Nb} = 352 \text{ MPa}$  (voir Figure 4.1). En considérant alors que tout le niobium est en solution solide ( $X_{Nb}^{\gamma} = 3,39 \text{ at\%}$ ), il est possible de retrancher sa contribution en utilisant l'équation (4.2). La contribution constante  $\sigma_0$  peut ainsi être estimée à 137 MPa.

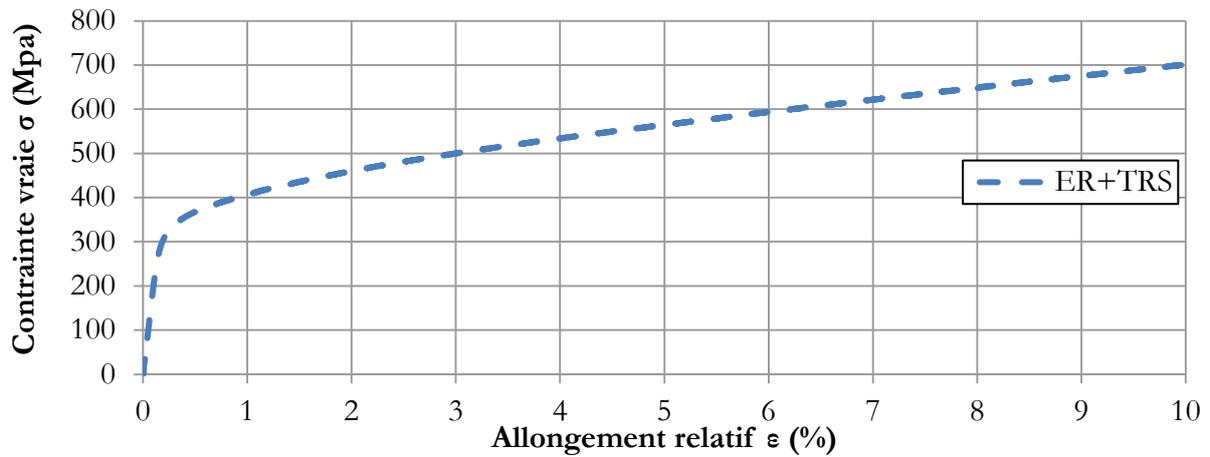


Figure 4.1 - Courbe de traction rationnelle l'échantillon remis en solution

#### 4.1.iii. Durcissement par précipitation $\Delta\sigma_p$

Le durcissement par précipitation peut s'écrire comme suit (Kocks, Argon, & Ashby, 1975) (Deschamps & Brechet, 1999) :

$$\Delta\sigma_p = \frac{M\bar{F}}{b\bar{L}} = \frac{M}{b\bar{L}} \frac{\sum_i N_i(r_{pi})F_i(r_{pi})}{\sum_i N_i(r_{pi})} \quad (4.3)$$

Où  $\bar{F}$  est la force moyenne des obstacles et  $\bar{L}$  la distance moyenne inter-obstacles. Afin de prendre en compte l'ensemble de la distribution de rayon de la phase  $\gamma''$ , la sommation de la contribution de chaque classe  $i$  de précipités est faite en utilisant  $N_i(r_{pi})$ , le nombre de précipités dans la classe  $i$  (donc de rayon  $r_{pi}$ ) et  $F(r_{pi})$  la force agissant sur les précipités de taille  $r_{pi}$ .

En fonction de leur rayon, les précipités  $\gamma''$  peuvent être soit cisailés (pour les petits précipités ou obstacles faibles), soit contournés (gros précipités ou obstacles forts).

### a. Cas des précipités contournés

Pour les précipités contournés, la force agissant sur les dislocations est :

$$F^{bp}(r_p) = 2\beta G b^2 \quad (4.4)$$

Où  $\beta$  est un paramètre constant habituellement considéré comme étant égal à 0,5 ( (Donnadieu, Roux-Michollet, & Chastagnier, 1999), (Deschamps & Brechet, 1999)). Cependant, selon Brown *et al.* (Brown & Stobbs, 1971),  $\beta = 0,25$  est une valeur plus réaliste. Dans cette étude, une valeur intermédiaire de 0,3 a été choisie.  $G$  est le module de cisaillement du matériau et  $b$  la norme du vecteur de burgers. Fukuhara *et al.* (Fukuhara & Sanpei, 1993) ont étudié l'évolution de  $G$  en fonction de la température. Ils ont déterminé  $G = 80 \times 10^9$  Pa à température ambiante. D'après (Chen & Chaturvedi, 1997),  $b = 2,5 \times 10^{-10}$  m.

La distance inter-particules est un paramètre clé. Elle dépend grandement de la densité de précipité, de leur orientation et de leur forme. Pour les précipités sous forme de plaquettes orientés selon  $\{100\}_\gamma$ , avec des plans de glissement des dislocations selon  $\{111\}_\gamma$ , Nie *et al.* (Nie, Muddle, & Polmear, 1996) ont proposé une relation entre la distance entre les centres des particules  $L_p$  et l'espace laissé entre les particules aux dislocations pour contourner les précipités  $L_{bp}$  (voir Figure 4.2).

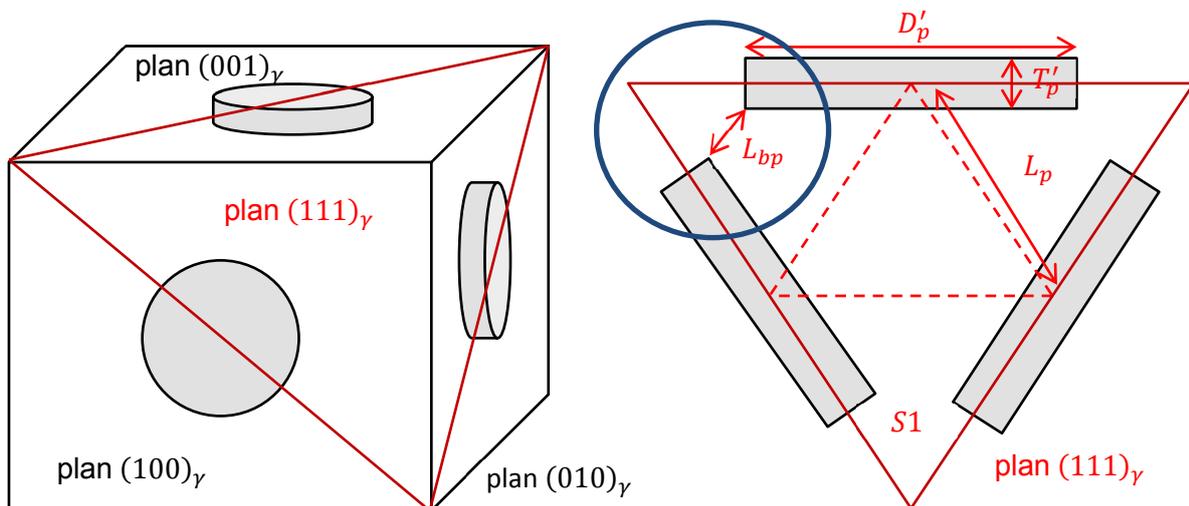


Figure 4.2 - Disposition des précipités en plaquette dans le plan de glissement

Le triangle de côté  $L_p$  de la Figure 4.2 coupe les précipités en leur centre (à  $\frac{T_p'}{2}$ ) et les milieux de ses côtés coïncident avec le milieu des précipités ( $\frac{D_p'}{2}$ ). La distance entre les précipités utilisée pour

modéliser la limite d'élasticité correspond à la plus petite distance entre les précipités sur la Figure 4.2, soit  $L_{bp}$ .

La partie entourée par le cercle bleu de la Figure 4.2 est maintenant considérée :

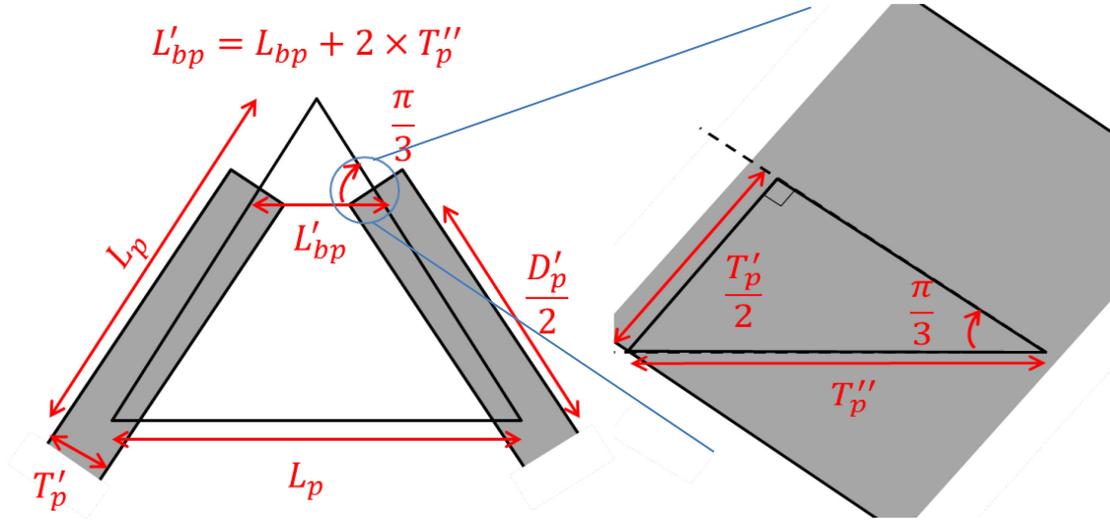


Figure 4.3 - Calcul de  $L_{bp}$

En regardant la partie de droite de la Figure 4.3 :

$$\sin\left(\frac{\pi}{3}\right) = \frac{T'_p/2}{T''_p} \quad (4.5)$$

$$\Leftrightarrow T''_p = \frac{T'_p}{2 \sin\left(\frac{\pi}{3}\right)} = \frac{T'_p}{\sqrt{3}}$$

A présent, en considérant la partie gauche de la Figure 4.3, le théorème de Thalès peut être appliqué :

$$\frac{L_{bp} + 2 \times T''_p}{L_p} = \frac{L_p - \frac{D'_p}{2}}{L_p} \quad (4.6)$$

$$\Leftrightarrow L_{bp} = L_p - \frac{D'_p}{2} - \frac{2}{\sqrt{3}} T'_p$$

Avec  $D_p'$  et  $T_p'$  le diamètre moyen et l'épaisseur moyenne des précipités vus pas les dislocations dans le plan de glissement (voir Figure 4.2). L'épaisseur  $T_p'$  est reliée à l'épaisseur du précipité  $T_p$  par l'angle entre les plans  $\{100\}_\gamma$  et  $\{111\}_\gamma$ .

### Angle entre les plans $\{100\}_\gamma$ et $\{111\}_\gamma$

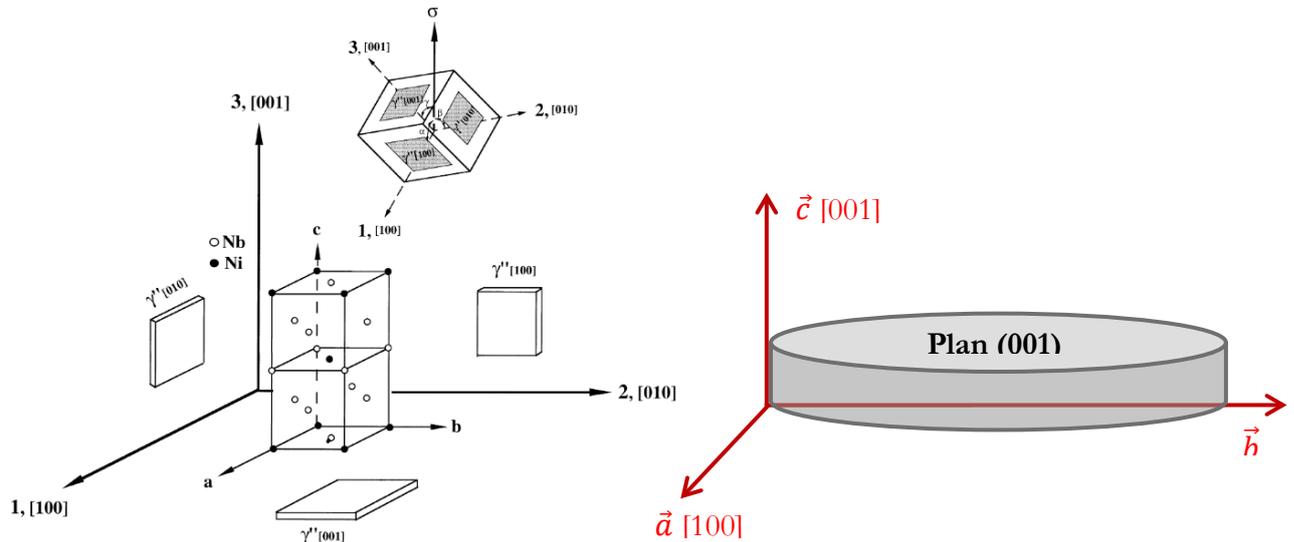


Figure 4.4 - Les trois variants de la phase  $\gamma''$  (Gao, Chen, & Harlow, 1996)

Les relations d'épitaxie entre les précipités et la matrice sont rappelées ci-dessous :

$$\gamma - \gamma'' \Rightarrow \begin{cases} (001)_{\gamma''} // \{001\}_\gamma \\ [001]_{\gamma''} // \langle 001 \rangle_\gamma \end{cases} \quad (4.7)$$

La Figure 4.4 illustre la disposition des précipités  $\gamma''$  par rapport à la matrice. Le plan (001) de  $\gamma''$  est parallèle au plan (100) de la matrice ; la rangée [001] de  $\gamma''$  est parallèle à la rangée  $\langle 001 \rangle$  de  $\gamma$  : le précipité est posé sur la face supérieure de la matrice. De même le plan (001) de la phase  $\gamma''$  est parallèle au plan (010) de la matrice : le précipité peut donc être posé sur la face du côté de la matrice. Les précipités  $\gamma''$  sont disposés de la même manière que dans les travaux de Nie *et al.* (Nie, Muddle, & Polmear, 1996). Leur méthode, qu'ils ont utilisée dans le cas d'alliages d'aluminium, peut donc être utilisée ici.

L'angle entre 2 plans est l'angle entre leur vecteur normal :

$$\begin{aligned}
 (001) \cdot (111) &= \|(001)\| \cdot \|(111)\| \times \cos(\theta) \\
 \Leftrightarrow \cos(\theta) &= \frac{(001) \cdot (111)}{\|(001)\| \cdot \|(111)\|} = \frac{1}{\sqrt{3}} \\
 \Leftrightarrow \theta &\approx 54,74^\circ
 \end{aligned}
 \tag{4.8}$$

### Expressions de $T'_p$ et de $D'_p$

Soit l'ensemble des plans de glissement de la famille  $\{111\}_\gamma$  passant par les précipités représentés à la Figure 4.5. La surface d'intersection entre ces plans et les précipités n'est pas la même en fonction des plans considérés (voir Figure 4.5). Il sera admis (Figure 4.5 droite) que la hauteur des précipités vue par les dislocations est la même quel que soit le plan considéré, cependant la largeur  $D_{pi}$  varie de 0 à  $D_p$ .

La surface d'intersection sera considérée comme étant un rectangle de hauteur  $T'_p$  et de largeur  $D'_p$  (même si en réalité la forme de cette surface n'est pas de cette forme, voir Figure 4.6).

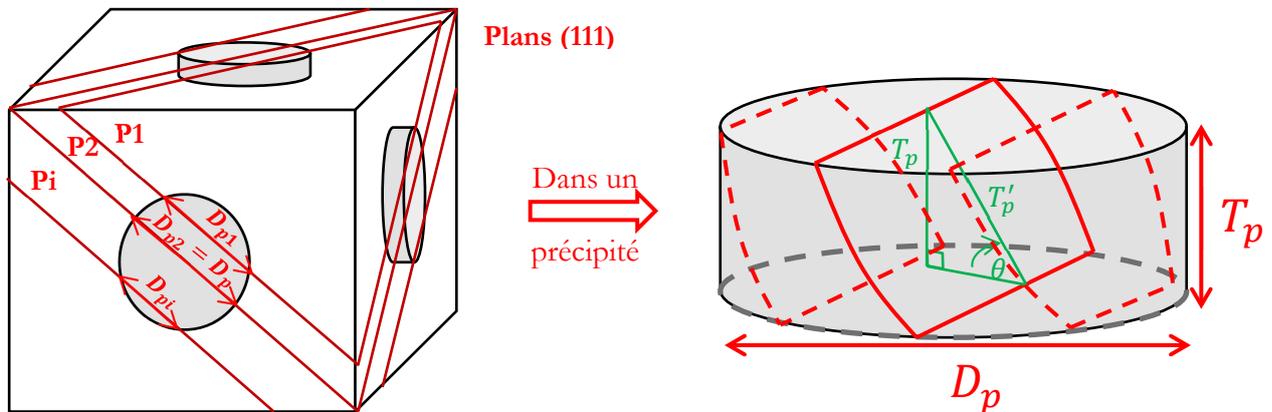


Figure 4.5 - Intersection entre le précipité et le plan de glissement

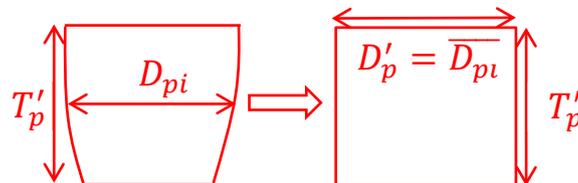


Figure 4.6 - Surface d'intersection considérée

Pour avoir  $T'_p$ , le triangle vert est utilisé (Figure 4.5 droite) :

$$T'_p = \frac{T_p}{\sin(\theta)} = T_p \sqrt{\frac{3}{2}} \quad (4.9)$$

$$T'_p = \sqrt{6} \frac{\sum_{i>i_c} N_i \frac{r_{pi}}{q_i}}{\sum_{i>i_c} N_i}$$

Où  $r_{pi}$ ,  $N_i$  et  $q_i$  sont le rayon, le nombre et le facteur de forme des précipités de la classe  $i$ , et  $i_c$  est la classe de précipités à partir de laquelle le mécanisme de franchissement des particules change.

Afin de calculer  $D'_p$ , il faut sommer tous les  $D_{pi}$  de la Figure 4.7, puis diviser par  $D_p$  (le diamètre des précipités de la classe  $i$ ). Cela revient à trouver une surface rectangulaire de même valeur que le disque de diamètre  $D_p$ . Si la hauteur de ce rectangle est fixée à  $D_p$ , alors sa largeur sera  $D'_p$  :

Donc :

$$S_1 = S_2 \Leftrightarrow \frac{\pi D_p^2}{4} = D_p \times D'_p \quad (4.10)$$

$$\Rightarrow D'_p = \frac{\pi D_p}{4} = \frac{\pi \sum_{i>i_c} N_i r_{pi}}{\sum_{i>i_c} N_i}$$

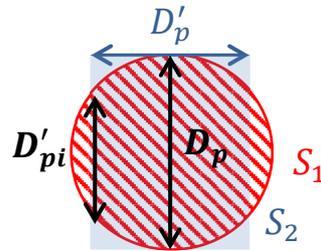


Figure 4.7 - Calcul de  $D'_p$

## Détermination de $L_p$ et $L_{bp}$

Afin de déterminer la distance  $L_p$  entre les centres des particules, le nombre de précipités par unité de surface dans le plan de glissement  $N_a$  doit être calculé de deux manières distinctes :

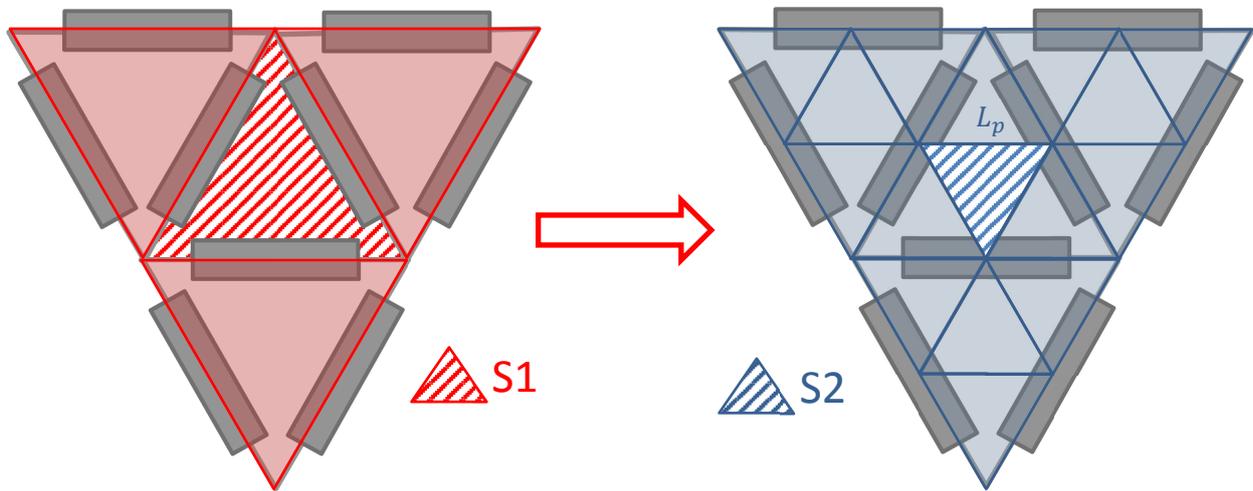


Figure 4.8 - Schéma pour le calcul de  $L_p$

Tout d'abord, la Figure 4.8 montre que  $n_{S1}$  précipités sont contenus dans le triangle équilatéral de surface  $S1$ , ce qui conduit à :

$$N_a = \frac{n_{S1}}{S1} \quad (4.11)$$

Avec  $N_a$  le nombre de précipités par unité de surface.

La surface  $S1$  contient 3/2 précipités. Il faut à présent une expression de  $S1$  en fonction de  $L_p$ .

Pour cela, la partie droite de la Figure 4.8 est utilisée :

$$S2 = \frac{\sqrt{3}}{4} L_p^2 \text{ et } S1 = 4 \times S2 = \sqrt{3} L_p^2 \quad (4.12)$$

En reprenant les équations (4.11) et (4.12) :

$$N_a = \frac{n_{S1}}{S1} = \frac{3}{2\sqrt{3}L_p^2} \quad (4.13)$$

$$\Leftrightarrow L_p = \sqrt{\frac{\sqrt{3}}{2N_a}}$$

Ensuite,  $N_a$  peut être estimé en considérant le nombre de particules interceptant un plan d'unité de surface. Le centre de ces particules est localisé dans un parallélépipède d'épaisseur de  $D_p \sin \theta$  (voir Figure 4.9). Le nombre de précipités par unité de surface est alors lié au nombre de précipités par unité de volume *via* :

$$N_a = N_v D_p \sin \theta = N_v D_p \sqrt{2/3} = \sqrt{8/3} \sum_{i>ic} N_i r_{pi} \quad (4.14)$$

Avec  $N_v$  le nombre de précipités présents dans une unité de volume.

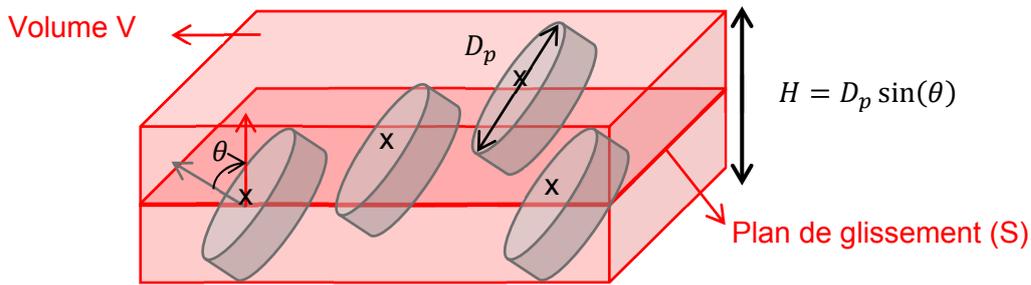


Figure 4.9 - Intersection du plan de glissement avec les précipités sous forme de disques de diamètre  $D_p$  dans un parallélépipède d'épaisseur H

Donc :

$$L_p = \sqrt{\frac{3}{4\sqrt{2}}} \left( \sum_{i>ic} N_i r_{pi} \right)^{-0.5} \quad (4.15)$$

Finalement, en utilisant les équations (4.6), (4.9), (4.10) et (4.15),  $L_{bp}$  peut être exprimé avec les données de sorties du modèle de précipitation :

$$L_{bp} = \sqrt{\frac{3}{4\sqrt{2}}} \left( \sum_{i>ic} N_i r_{pi} \right)^{-0.5} - \frac{\pi}{4} \frac{\sum_{i>ic} N_i r_{pi}}{\sum_{i>ic} N_i} - 2\sqrt{2} \frac{\sum_{i>ic} N_i \frac{r_{pi}}{q_i}}{\sum_{i>ic} N_i} \quad (4.16)$$

### b. Cas des précipités cisailés

Pour les précipités cisailés, l'approche de Friedel (Friedel, 1964) est modifiée afin de prendre en compte la géométrie non-sphérique des précipités  $\gamma''$ . La surface d'intersection entre les précipités et le plan de glissement est considérée comme étant un rectangle de surface  $D'_p T'_p$  (voir Figure 4.6). Dans cette partie, un disque de rayon  $r_p^{eq}$  et d'une surface équivalente à  $D'_p T'_p$  est considéré, conduisant à :

$$r_p^{eq} = \sqrt{\frac{D_p' T_p'}{\pi}} = \left(\frac{3}{2}\right)^{\frac{1}{4}} \frac{r_p}{\sqrt{q}} \quad (4.17)$$

La Figure 4.10 illustre la situation considérée : les précipités sont vus comme un nuage de points répartis aléatoirement. Une dislocation essaye alors de franchir ces obstacles. La longueur  $L$  de cette figure correspond donc à la distance  $L_{sh}$  entre les précipités cisailés. Seuls les précipités cisailés sont ici considérés, les particules contournées n'apparaissent pas sur la Figure 4.10.  $F_i^{sh}$  correspond à la force agissant sur les précipités cisailés de la classe  $i$ ,  $\Gamma_l$  correspond à la tension de ligne de la dislocation,  $R_{courb}$  est le rayon de courbure de la dislocation et  $\theta_{courb}$  est l'angle correspondant.

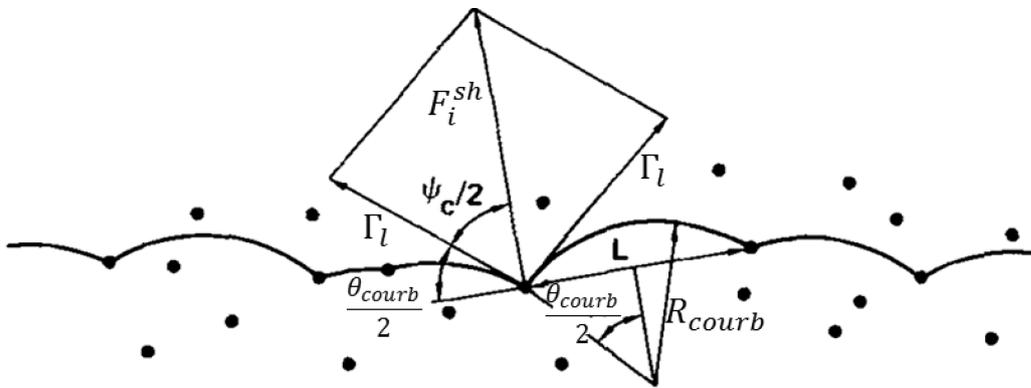


Figure 4.10 - Illustration schématique de la pénétration d'une dislocation dans un nuage d'obstacles ponctuels répartis aléatoirement (Ardell, 1985)

La force agissant sur les précipités cisailés dépend de leur rayon. Pour les précipités de la classe  $i$  et de taille  $r_{pi}$ , elle s'exprime sous la forme :

$$F_i^{sh} = kGbr_{pi} \quad (4.18)$$

Avec  $k$  une constante représentant la difficulté à cisailier une particule  $\gamma''$ . Oblak *et al.* (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) ont étudié le cisaillement des précipités  $\gamma''$ . Ils ont expérimentalement déterminé une valeur de l'énergie de parois d'antiphase ( $\Gamma_\gamma''$ ) de  $\gamma''$  par la technique de MET en mesurant la distance entre les dislocations cisillant les précipités  $\gamma''$ , ainsi que la fraction volumique précipitée dans ce même échantillon. Ils ont alors déterminé une valeur de  $\Gamma_\gamma''$  de  $296 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$ , avec cependant une marge d'erreur importante notamment due à la mesure de la fraction volumique de  $\gamma''$ . Oblak *et al.*, dans le même article, expriment la force de cisaillement sous la forme suivante :  $F^{sh} = 2\Gamma_\gamma'' r_p$  ;  $k$  peut alors être identifié :  $k = \frac{2\Gamma_\gamma''}{Gb} = 2,91 \times 10^{-2}$  (voir Table 4.1 pour les valeurs des paramètres).

La force moyenne agissant sur la dislocation, utilisée par la suite, est alors :

$$F^{sh} = \frac{\sum_{i<ic} N_i F_i^{sh}}{\sum_{i<ic} N_i} = kGb \left(\frac{3}{2}\right)^{1/4} \frac{\sum_{i<ic} N_i r_{pi} q_i^{-0.5}}{\sum_{i<ic} N_i} \quad (4.19)$$

Le mécanisme de franchissement des précipités par les dislocations change lorsque leur rayon atteint une valeur critique notée  $r_c$ . En-dessous de ce rayon, les précipités sont cisailés ; au-dessus, ils sont contournés. Chaturvedi *et al.* ont déterminé ce rayon de transition  $r_c \approx 12,5$  nm par des essais de fluage (Chaturvedi & Han, 1987). Ils ont mesuré le diamètre des précipités  $\gamma''$  par la technique de MET, puis ont mené des essais de fluage à contrainte constante pour différentes valeurs de contrainte. Après avoir atteint le domaine de stabilité, la vitesse de fluage a été mesurée, puis ils ont tracé le diamètre de la phase  $\gamma''$  en fonction de la vitesse de fluage. Ils ont mesuré une résistance au fluage optimale pour un rayon de 23,2 nm. Ce diamètre est différent de celui permettant d'avoir une limite d'élasticité maximale à température ambiante qui est, d'après leurs mesures, de 27 nm. Ils ont déterminé que ce maximum correspondait à un changement de mécanisme de franchissement des précipités par les dislocations.

Pour l'alliage étudié dans la présente étude, des observations au MET montrent des précipités cisailés jusqu'à un rayon de 19 – 20 nm (voir Figure 4.11). Une valeur de  $r_c = 20$  nm a été choisie, en accord avec celle calculée par Sundararaman *et al.*. (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988).

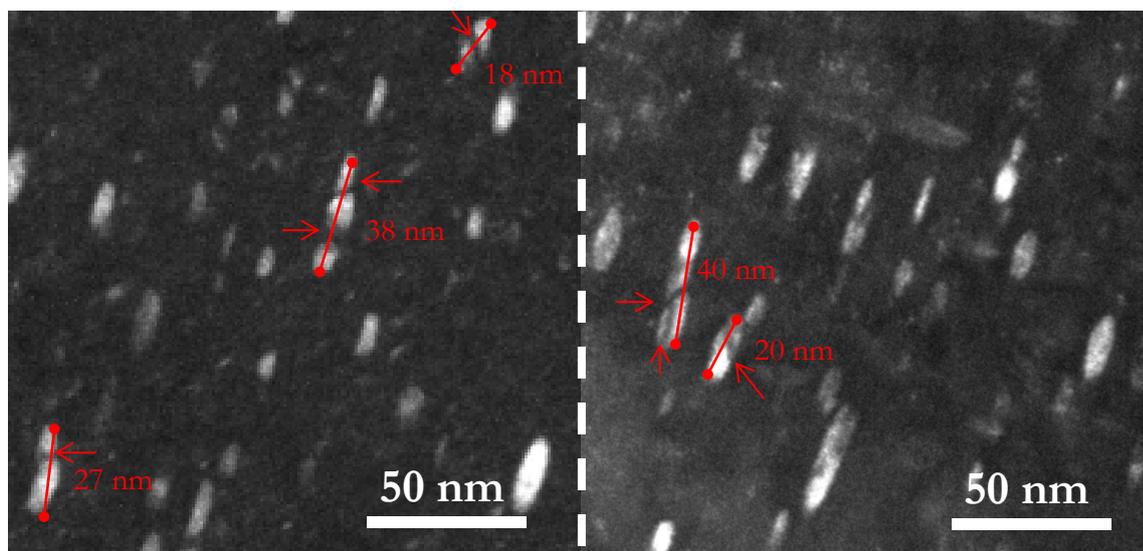


Figure 4.11 - Images en champ sombre utilisant la réflexion de sous-structure  $\left\{1 \frac{1}{2} 0\right\}$  illustrée Figure 1.27 (traitement thermique : 760°C/2h suivi d'un essai de traction jusqu'à rupture). Observation des particules cisailées.

### Calcul de $L_{sh}$

Si les précipités sont cisailés, la distance  $L_{sh}$  entre les obstacles interagissant avec la ligne de dislocation dépend de la courbure de cette dernière, qui dépend elle-même de la contrainte appliquée. L'argument avancé par Friedel (Friedel, 1964) est que, si un écoulement stationnaire est atteint, en moyenne, l'aire balayée par la dislocation après s'être libérée de l'obstacle contient exactement un obstacle, alors  $A \cdot N_a = 1$ . L'aire  $A$  peut être estimée grâce à des considérations géométriques. Pour cela, l'approche développée par Esmacili *et al* (Esmacili, Lloyd, & Poole, 2003) et reprise par Bardel *et al.* (Bardel, et al., 2014). Cela permet de calculer la distance  $L_{sh}$  entre les obstacles faibles (précipités pouvant être cisailés).

Le système considéré ici est illustré sur la Figure 4.12, tirée de la thèse de Bardel (Bardel D. , 2014). L'aire  $A$  est la surface hachurée en noir sur la Figure 4.12. Elle peut être exprimée à partir du rayon de courbure  $R_{courb}$  et de l'angle de courbure  $\theta_{courb}$  (sous condition de  $\theta_{courb}$  petit, voir Annexe S pour les détails de calculs) :

$$A = \frac{R_{courb}^2 \theta_{courb}^3}{2} \quad (4.20)$$

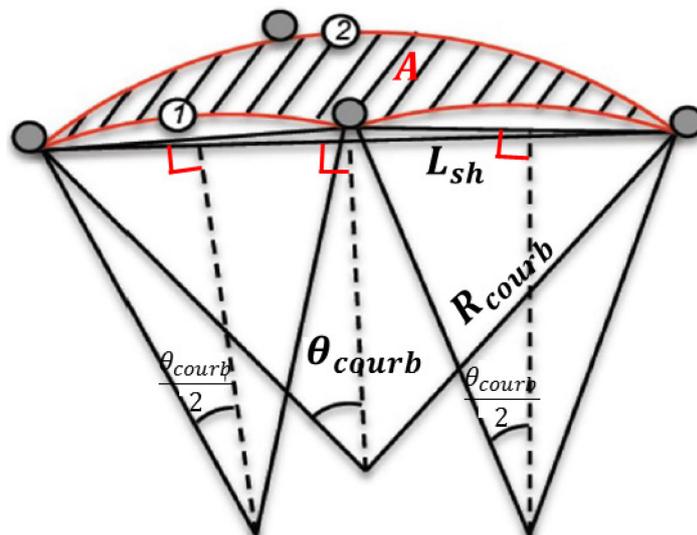


Figure 4.12 - Détermination de  $L_{sh}$  (Bardel D. , 2014)

En regardant la Figure 4.10, il peut être déterminé trivialement que  $\sin\left(\frac{\theta_{courb}}{2}\right) = \frac{L_{sh}}{2R_{courb}}$

Comme  $\theta_{courb}$  petit, un développement limité de  $\sin\left(\frac{\theta_{courb}}{2}\right)$  peut être fait et :

$$\begin{aligned}
 L_{sh} &\approx 2R_{courb} \left( \frac{\theta_{courb}}{2} - \frac{\theta_{courb}^3}{48} \right) \approx R_{courb} \theta_{courb} \\
 \Rightarrow L_{sh}^2 \theta_{courb} &\approx R_{courb}^2 \theta_{courb}^3
 \end{aligned} \tag{4.21}$$

Donc, en reprenant l'équation (4.20) et en appliquant le critère de Friedel et le fait que  $\theta_{courb} = \frac{F_{sh}}{\Gamma_1}$  (voir Annexe S pour les détails de calcul), puis en reprenant les équations (4.13) et (4.15) donnant les expressions de  $N_a$  et de  $l_p$ , une expression de la distance entre les centres des précipités cisailés peut être donnée :

$$\begin{aligned}
 A. N_a = 1 &= \frac{L_{sh}^2 \theta_{courb} N_a}{2} = L_{sh}^2 \frac{\sqrt{3} F_{sh}}{4 L_p^2 \Gamma_1} \\
 \Leftrightarrow L_{sh} &= \sqrt{\frac{4\Gamma_1}{\sqrt{3}}} F_{sh}^{-0.5} L_p = F_{sh}^{-0.5} \sqrt{\frac{\Gamma_1 \sqrt{3}}{\sqrt{2}}} \left( \sum_{i < ic} N_i r_{pi} \right)^{-0.5}
 \end{aligned} \tag{4.22}$$

Avec  $\Gamma_1$  la tension de ligne s'exprimant :

$$\Gamma_1 = \beta G b^2 \tag{4.23}$$

Dans la littérature (Fisk, Ion, & Lindgren, 2014), la distance utilisée dans l'équation (4.3) pour les précipités cisailés et contournés est la même et correspond à un réseau carré. Cependant, dans le cas des précipités  $\gamma''$ , il s'agit d'un réseau triangulaire. Les équations (4.16) et (4.22) permettent de se rendre compte que pour un réseau d'obstacles triangulaires, la distance inter-particules n'est pas la même pour des obstacles faibles (cisailés) et pour des obstacles forts (contournés).

### c. Résumé des équations de durcissement par précipitation

Pour les précipités contournés, le durcissement est de :

$$\Delta \sigma_p^{bp} = 2M\beta G b \left[ \sqrt{\frac{3}{4\sqrt{2}}} \left( \sum_{i > ic} N_i r_{pi} \right)^{-0.5} - \frac{\pi}{4} \frac{\sum_{i > ic} N_i r_{pi}}{\sum_{i > ic} N_i} - 2\sqrt{2} \frac{\sum_{i > ic} N_i \frac{r_{pi}}{q_i}}{\sum_{i > ic} N_i} \right]^{-1} \tag{4.24}$$

Pour les précipités cisailés :

$$\Delta \sigma_p^{sh} = M (CkG)^{3/2} \left( \frac{3}{2} \right)^{1/8} \sqrt{\frac{b}{\Gamma_1}} \left( \sum_{i < ic} N_i r_{pi} \right)^{0.5} \left[ \frac{\sum_{i < ic} N_i r_{pi} q_i^{-0.5}}{\sum_{i < ic} N_i} \right]^{3/2} \tag{4.25}$$

Les contributions des précipités cisailés et contournés sont additionnées grâce à une loi quadratique comme dans (Kocks, Argon, & Ashby, 1975) et (Deschamps & Brechet, 1999) :

$$\Delta\sigma_p = \sqrt{\Delta\sigma_p^{sh^2} + \Delta\sigma_p^{bp^2}} \quad (4.26)$$

A présent, tous les termes nécessaires au calcul de la limite d'élasticité précipitation dépendante ont été définis.

Les paramètres d'entrée pour le modèle de limite d'élasticité sont regroupés dans la Table 4.1. Il est important de noter que ce modèle ne contient pas de paramètres ajustables. Tous les paramètres ont été soit mesurés, soit pris dans la littérature.

**Table 4.1. Synthèse des paramètres d'entrée du modèle de limite d'élasticité**

Parameter	Value	Source
$\sigma_0$ (Pa)	$137 \times 10^6$	Cette étude
M	3,06	(Deschamps & Brechet, 1999), (Simar, Bréchet, de Meester, Denquin, & Pardoën, 2007), (Gallais, Denquin, Bréchet, & Lapasset, 2008), (Simar, Bréchet, de Meester, Denquin, Gallais, & Pardoën, 2012)
G (Pa)	$80 \times 10^9$	(Fukuhara & Sanpei, 1993)
b (m)	$2,54 \times 10^{-10}$	(Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974)
$A_{Nb}$ (Pa.at $^{-0,5}$ )	$1,17 \times 10^9$	(Mishima, Ochiai, Hamao, Yodogawa, & Suzuki, 1986)
$\beta$	0,3	Dans la gamme de valeurs proposée par (Brown & Stobbs, 1971), (Donnadieu, Roux-Michollet, & Chastagnier, 1999), (Deschamps & Brechet, 1999)
$r_c$ (m)	$20 \times 10^{-9}$	Cette étude (observations MET, en accord avec (Chaturvedi & Han, 1987))
$q_c$ (m)	3,808	Cette étude (à partir de $r_c$ et de l'équation (2.43))
k	$2,91 \times 10^{-2}$	(Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974)

## 4.2. Résultats du modèle de limite d'élasticité pour des traitements thermiques isothermes et discussion

La comparaison entre les résultats de simulation et expérimentaux sur la limite d'élasticité de l'Inconel 718<sup>®</sup> est illustrée sur la Figure 4.13. Les simulations ont été menées pour des traitements isothermes à 720°C et 760°C. Le point expérimental à  $t=0$  s correspond à l'échantillon remis en solution. Les données expérimentales correspondent à la limite d'élasticité mesurée à partir des courbes de tractions de la Figure 3.27 et la Figure 3.29, ainsi que les mesures de dureté de la Figure 3.30 converties en limite d'élasticité grâce à l'équation (3.12).

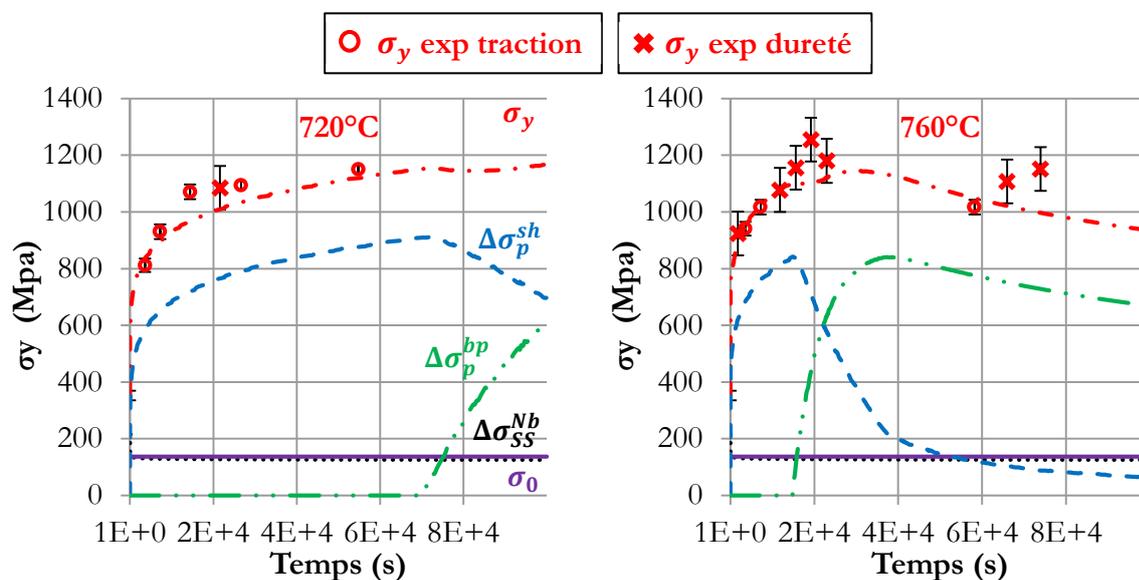


Figure 4.13 - Limite d'élasticité en fonction du temps de traitement pour deux températures : comparaison entre simulation et expérimental

Les données expérimentales correspondent aux essais décrits dans le Chapitre 3. Les barres d'erreurs correspondent à deux fois l'écart type standard. Les valeurs de limite d'élasticité prédites sont en très bonne adéquation avec les résultats expérimentaux pour les deux températures étudiées. Les points de mesures de dureté pour les deux temps les plus longs à 760°C sont relativement éloignés de la simulation. Cependant, la conversion des mesures de dureté Vickers en limite d'élasticité n'est pas parfaite (il est possible d'observer les écarts entre les valeurs de  $\sigma_{y 0,2\%}$  expérimentales et celles obtenues avec la conversion  $Hv-\sigma_{y 0,2\%}$  sur la Figure 3.31). Il faut donc accorder une plus grande confiance aux valeurs de  $\sigma_{y 0,2\%}$  expérimentales obtenues directement à partir des essais de traction. Les valeurs de limite d'élasticité obtenues à partir des essais de dureté peuvent tout de même permettre de donner une idée de l'allure de la courbe réelle. La limite

d'élasticité maximale mesurée correspond très bien au rayon de transition, donc l'emplacement du maximum de la courbe de durcissement à 760°C est confirmé par ces mesures de dureté.

Sur la Figure 4.13, chaque contribution au durcissement structural de l'équation (4.1) est représentée. La contribution du niobium décroît rapidement de 215 MPa à 105 MPa pour une température de 720°C, et jusqu'à 126 MPa pour 760°C. Cela est dû à l'absorption du niobium par la phase  $\gamma''$ .

Les contributions des précipités  $\gamma''$  au durcissement structural  $\Delta\sigma_p^{bp}$  et  $\Delta\sigma_p^{sh}$  dépendent de la distribution de taille de cette phase. En effet, la contribution des précipités contournés reste nulle jusqu'à ce que la première classe de précipités dépasse la taille critique ( $r_c$ ). A ce moment,  $\Delta\sigma_p^{sh}$  atteint son maximum puis décroît jusqu'à ce que la plupart des classes de précipités dépassent  $r_c$ ;  $\Delta\sigma_p^{sh}$  devient alors négligeable. La limite d'élasticité maximale est atteinte quand le rayon moyen global des précipités  $\gamma'$  est de  $r_c$ , comme il est habituellement observé dans les alliages à durcissement structural par précipitation dans lesquels les deux phénomènes de cisaillement et contournement ont lieu.

Le durcissement structural est plus rapide pour une température de 760°C que celui à 720°C. En effet, comme montré sur le diagramme TTT simulé sur la Figure 2.19, la précipitation a lieu plus tôt à 720°C qu'à 760°C, cependant la croissance des précipités à 760°C est plus rapide (voir Figure 2.9). Pour un même temps de traitement, les précipités seront donc plus gros à 760°C qu'à 720°C, et présenteront donc une plus grande résistance à la propagation des dislocations.

Cette approche couplée entre un modèle multi-classes de précipitation et un modèle de durcissement structural permet une très bonne prédiction de la limite d'élasticité. Il faut noter que les données de sorties du modèle de précipitation (la distribution de taille de la phase  $\gamma''$ ) ont été validées indépendamment du modèle mécanique par des observations MET et de DNPA. Les données d'entrée du modèle mécanique sont donc considérées comme fiables.

L'ensemble de la distribution de taille doit être prise en compte car elle contribue au durcissement structural. En effet, la distance moyenne entre les particules dépend directement de cette distribution (voir les équations (4.16) et (4.22)), qui elle-même n'est pas décrite de manière satisfaisante par des modèles de rayon moyen (Perez, Dumont, & Acevedo-Reyes, 2008) (Perez, Dumont, & Acevedo-Reyes, 2009).

La connaissance de cette distribution de taille est aussi nécessaire pour simuler des traitements non-isothermes, comme montré dans les travaux de Perez *et al.* (Perez, Dumont, & Acevedo-

Reyes, 2008), (Perez, Dumont, & Acevedo-Reyes, 2009) et de Deschamps *et al.* (Deschamps & Perez, 2010). Par conséquent, l'approche couplée présentée dans cette étude peut être utilisée afin de prédire l'évolution de la limite d'élasticité pour des transitoires thermiques rencontrés lors de certains procédés industriels, comme par exemple le soudage ou la fabrication additive.

Le diagramme 'TTT' simulé dans le Chapitre 2, ainsi que les valeurs de limite d'élasticité en tout point de ce diagramme, sont tracés sur la Figure 4.14.

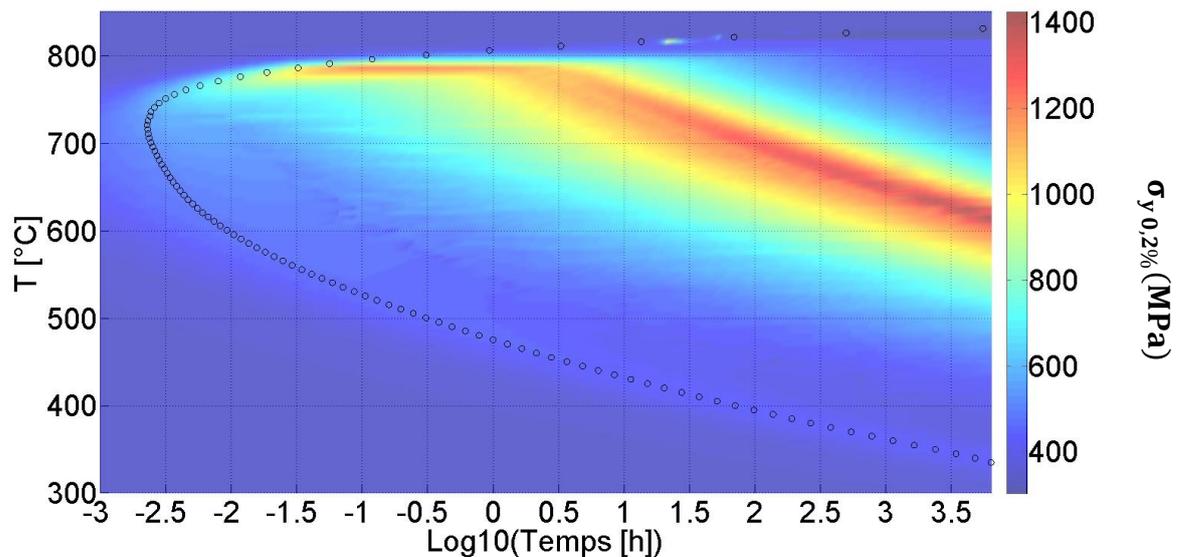


Figure 4.14 - Diagramme TTT avec les valeurs de limite d'élasticité à 0,2 % de déformation en tout point

L'Inconel 718<sup>®</sup> est connu pour être un alliage durcissant relativement lentement, comparé aux autres superalliages base nickel durcis uniquement par  $\gamma'$  (Lingenfelter, 1989). En regardant seulement le diagramme TTT, il semble que la précipitation soit très rapide, ce qui contredirait les observations mentionnées précédemment. Cependant, en ajoutant la limite d'élasticité en chaque point de ce diagramme, il peut être observé que le durcissement maximal est atteint bien après que la fraction volumique précipitée soit à l'équilibre (à part pour des températures proches de 780°C pour lesquelles le durcissement maximal est rapidement atteint). Pour la plupart des températures, la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation atteint sa valeur maximale pour des temps de traitement isothermes entre 3h et 3000h. La modélisation de la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation est donc bien en accord avec les observations de durcissement lent de cet alliage.

Les nombreux petits précipités apparaissant rapidement sont de très faibles obstacles au déplacement des dislocations, ce qui explique ce faible durcissement malgré une précipitation rapide et importante. Il faut attendre une croissance importante de ces petites particules, afin

qu'elles offrent une résistance suffisante aux dislocations, conduisant à un durcissement important.

Les données expérimentales concernant le début de la précipitation de la phase  $\gamma''$  sont insuffisantes pour infirmer ou confirmer le diagramme TTT simulé. Par contre, le durcissement modélisé à partir de la précipitation simulée permet une bonne estimation des valeurs expérimentales (voir Figure 4.13).

Il peut être remarqué, en observant attentivement les équations de durcissement proposées dans les équations (4.24) et (4.25), que la valeur du durcissement calculée pour une seule classe de précipités au rayon de transition  $r_c$  n'est pas la même pour les deux équations. En effet, le  $k$  de l'équation de  $F^{sh}$  est généralement calculé en posant  $F^{sh}(r_c) = F^{bp}(r_c)$  (Bardel, et al., 2014) (Deschamps & Brechet, 1999), ce qui permet une continuité de la courbe de durcissement pour une classe de précipités. Dans le cadre de cette étude, le choix a été fait d'un  $k$  indépendant du rayon de transition mais calculé à partir de mesures expérimentales de (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) : en effet, un  $k$  calculé à partir du rayon de transition fixé à 20 nm ne permet pas de retrouver le durcissement important dû au cisaillement de précipités  $\gamma''$ , contrairement au  $k$  calculé à partir des mesures expérimentales de la littérature. Diminuer le rayon de transition permet d'augmenter artificiellement le  $k$  calculé à partir de ce dernier, cependant, des observations MET ont montré des précipités cisailés jusqu'à un rayon de 20 nm (voir Figure 4.11). Avec un  $k$  indépendant de  $r_c$ , les deux types de durcissement, par cisaillement pur ainsi que par contournement, sont bien reproduits (voir Figure 4.13), ce qui donne une certaine confiance dans cette approche.

Avec ces paramètres,  $F^{sh}(r_c) < F^{bp}(r_c)$ , ce qui paraît à première vue illogique, puisque les dislocations choisissent le mécanisme de franchissement requérant le moins d'énergie. Cependant, lorsque  $r_p$  approche de  $r_c$ , nous pensons que le durcissement dû au contournement est sous-estimé, cela pour deux raisons potentielles :

- Premièrement, avec une telle fraction volumique précipitée, l'hypothèse de précipités régulièrement répartis (présente dans ce modèle) ne tient probablement plus, du fait du seuil de percolation pour des précipités élanés (environ 20 % pour un facteur de forme proche de 4) qui peut être atteint pour les fractions volumiques précipitées considérées ici.

- Deuxièmement, le durcissement de cohérence mentionné par Oblak *et al.* (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) (Oblak, Duvall, & Paulonis, 1974), peut réduire significativement  $L_{sh}$ .

Ces deux raisons tendent à augmenter  $F^{bp}$  pour des rayons proches de  $r_c$ . Néanmoins, la largeur de la distribution de taille des précipités est suffisamment importante pour rendre négligeable la conséquence de ses effets sur la limite d'élasticité globale.

Le modèle de durcissement présenté dans ce chapitre est une simplification des phénomènes physiques en jeu dans le cas de l'alliage 718. En effet, Oblak *et al.* (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) (Oblak, Duvall, & Paulonis, 1974) discutent des phénomènes physiques mis en jeu lors du durcissement structural de l'alliage 718 par cisaillement des particules  $\gamma''$ . Ils tentent de les mettre en équation en exprimant les différences de la contrainte dans le plan de glissement nécessaires à la propagation des dislocations dues à la précipitation de la phase  $\gamma''$  ( $\Delta\tau$ ), cela pour chaque mécanisme étudié : le durcissement d'ordre et de cohérence.

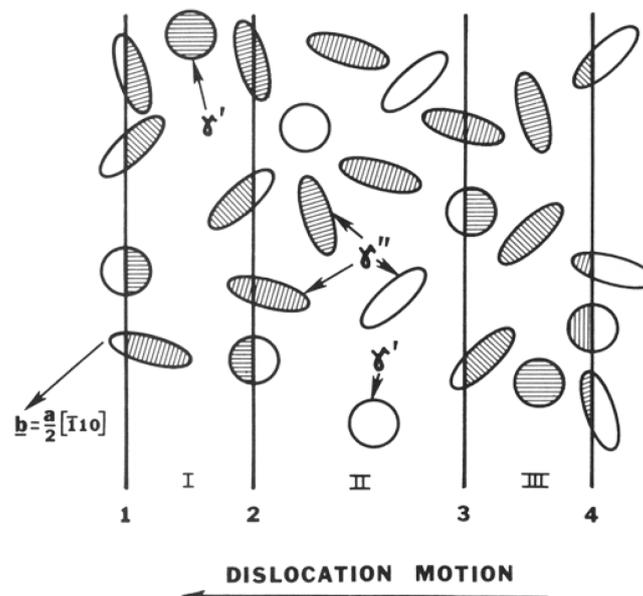


Figure 4.15 - Représentation idéalisée du processus de cisaillement de particules  $\gamma'$  et  $\gamma''$  par un quadruplet de dislocations dans l'alliage 718 (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) : durcissement d'ordre

Tout d'abord, le durcissement d'ordre : afin de franchir les précipités tout en rétablissant l'ordre cristallographique, quatre dislocations sont nécessaires, comme illustré sur la Figure 4.15. Pour la mise en équation, ils effectuent le bilan des forces s'exerçant sur chaque dislocation (force de cisaillement, résistance du précipité et force inter-dislocation) puis additionnent les quatre équations afin d'arriver à une expression de  $\Delta\tau$ . La première dislocation, qui doit désordonner toutes les particules (ce qui requiert beaucoup d'énergie), est aidée par les trois suivantes (qui lui

donnent de l'énergie). La deuxième dislocation rétablit l'ordre dans un des variants de la phase  $\gamma''$  qui est désordonné à nouveau par la troisième dislocation. Enfin, la quatrième et dernière dislocation rétablit l'ordre dans tous les variants de la phase  $\gamma''$ , ce qui est énergétiquement favorable pour les franchir (contrairement à la première dislocation). En revanche, les trois premières dislocations la repoussent, ce qui augmente l'énergie nécessaire à son avancement. La mise en équation proposée pour des quadruplets de dislocations est ensuite comparée au cas d'une paire de dislocations partielles et à celui d'une dislocation parfaite. La contrainte de franchissement pour 4 dislocations est quasiment quatre fois inférieure à celle pour une seule dislocation dans leur étude.

Après comparaison de leur modèle aux données expérimentales, Oblak *et al.* concluent que le principal mécanisme mis en jeu est le durcissement de cohérence par des paires de dislocations. En effet, les résultats de leur modèle pour ce mécanisme sont plus en accord avec les données expérimentales. Afin de mettre en équation ce phénomène dans (Oblak, Duvall, & Paulonis, 1974), une approche semblable à celle de cette étude, basée sur les travaux de Friedel (Friedel, 1964) est utilisée. Cependant, l'équation utilisée pour la force de franchissement des précipités pour un durcissement par cohérence est la suivante (Oblak, Duvall, & Paulonis, 1974) (avec les notations de ce rapport) :

$$F_i^{sh} = \frac{2\pi G b \epsilon T_p}{3\lambda} \quad (4.27)$$

Avec  $\epsilon$  le désaccord paramétrique et  $\lambda$  une constante qui est de 2,2 pour une dislocation coin. Avec cette équation, il peut être observé que le durcissement est dû uniquement à l'épaisseur des précipités. Le rayon de la phase  $\gamma''$  croît beaucoup plus rapidement que son épaisseur (voir Figure 1.10). Un durcissement par cohérence ne permet donc pas d'avoir un durcissement important pour un précipité d'épaisseur variant peu. Or, l'Inconel 718<sup>®</sup> est connu pour être un alliage dont la fine précipitation, avec une fraction volumique faible comparée à celle des alliages durcis par  $\gamma'$ , permet un fort durcissement. Afin d'expliquer ce fort durcissement, l'hypothèse d'un durcissement d'ordre par des quadruplets de dislocation est à privilégier.

Par la suite, le modèle de durcissement d'ordre par un quadruplet de dislocations a été repris par Sundararaman *et al.* (Sundararaman & Singh, 1993). Dans ces travaux, ils expliquent pourquoi le durcissement exprimé par Oblak *et al.* est trop faible par rapport aux observations expérimentales : Oblak *et al.* ont négligé plusieurs termes dans leur bilan de forces ce qui équivaut à ne prendre en compte que le durcissement dû à un seul variant de la phase  $\gamma''$ . Or, d'après Sundararaman, le durcissement important dû au cisaillement dans l'alliage 718 provient de la

présence de trois variants de  $\gamma''$  dans la matrice. Il propose alors une équation plus complète prenant en compte ces trois variants et compare le durcissement en fonction du rayon calculé avec cette équation à celle proposée par Oblak. L'équation de Sundararaman prévoit un durcissement environ 1,8 fois supérieur à celle de Oblak. Cependant, ce durcissement est encore bien inférieur à celui calculé pour une seule dislocation (environ deux fois) et ne permet toujours pas de rendre compte de l'important durcissement observé expérimentalement pour l'alliage 718.

Comme aujourd'hui aucun modèle de ce type de durcissement dans l'Inconel 718<sup>®</sup> n'est au point, il a été fait le choix dans cette étude d'un modèle simplifié à une dislocation parfaite, permettant de retrouver ce durcissement important dû au cisaillement des particules  $\gamma''$ .

Afin d'améliorer le modèle de durcissement structural et de se rapprocher des mécanismes physique réels, une étude plus approfondie de équations proposées par Oblak *et al.* (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) (Oblak, Duvall, & Paulonis, 1974) et de Sundararaman *et al.* (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988) (Sundararaman & Singh, 1993) est à envisager dans de futurs travaux sur le sujet. Pour des raisons de temps, les calculs nécessaires à la mise en équation du durcissement d'ordre n'ont pu être accomplis.

### 4.3. *Bilan du chapitre 4*

Lors de ce chapitre, un modèle de prévision de la limite d'élasticité à base physique a été présenté. Ce modèle prend en compte l'ensemble de la distribution de taille de précipités, calculée par PreciSo au Chapitre 2.

Le modèle mécanique est notamment basé sur les travaux de (Friedel, 1964) (Kocks, Argon, & Ashby, 1975) (Ardell, 1985) et (Deschamps & Brechet, 1999).

Ce modèle prend en compte la contribution du niobium en solution solide dans le durcissement structural. Cette contribution est phénoménologique, basée sur des essais expérimentaux pris dans la littérature.

La contribution des précipités au durcissement est la partie physique du modèle. Cette contribution différencie les deux mécanismes de franchissement des particules par les dislocations : le cisaillement et le contournement.

Pour chaque mécanisme, les forces des obstacles ainsi que les distances entre particules ont été exprimées en fonction des données de sortie du modèle de précipitation. La forme de disque des précipités a été prise en compte ainsi que leur disposition par rapport à la matrice.

Les données d'entrée du modèle provenant du modèle de précipitation ont été validées expérimentalement. Les autres données d'entrée ont été extraites de la littérature. Ce modèle ne contient aucun paramètre ajustable.

Ce type d'approche, prenant en compte une distribution de taille complète, peut être utilisé dans le cas de traitements thermiques non isothermes.

Le diagramme 'TTT' couplé à la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation permet de retrouver le durcissement relativement lent de cet alliage observé expérimentalement. Ce modèle, bien que très simple, permet donc une bonne approche des propriétés réelles de ce matériau.

Des voies d'amélioration de ce modèle, notamment en ce qui concerne les mécanismes de cisaillement des précipités  $\gamma''$ , sont proposées, en s'appuyant sur les travaux de Oblak *et al.* (Oblak, Duvall, & Paulonis, 1974) (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) et de Sundararaman *et al.* (Sundararaman & Singh, 1993) (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988).

La prochaine partie sera consacrée à la prédiction de la précipitation et de la limite d'élasticité dans le cas de transitoires thermiques typiquement rencontrés dans le cas des opérations de soudage TIG et plasma.

# **Chapitre 5.**

## **Application du modèle de prévision de limite d'élasticité au cas de transitoires thermiques typiques du soudage**



Les procédés de soudage par fusion et de fabrication additive sont des techniques complexes, durant lesquels le matériau est sujet à des chargements thermiques sévères. Ceci entraîne des évolutions microstructurales, telles la croissance des grains, la précipitation ou dissolution des phases durcissantes de l'alliage. En vue d'optimiser les propriétés mécaniques finales du matériau, il est essentiel de pouvoir prédire l'évolution de ces propriétés dans la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) par ces procédés. Il est donc nécessaire d'étudier la précipitation de la phase  $\gamma''$  lors de transitoires thermiques rencontrés dans le cas de l'Inconel 718<sup>®</sup> soudé ou déposé.

La précipitation autour des joints de soudure et les propriétés mécaniques en découlant a été étudiée expérimentalement par divers auteurs (Vicent, 1985) (Huang, Wang, Lee, & Han, 2005) (Hong, Park, Eom, Kim, & Kang, 2008) (Janaki Ram, Venugopal Reddy, Prasad Rao, Reddy, & Sarin Sundar, 2005). Cependant, à la connaissance de l'auteur, la modélisation prédictive de la précipitation durcissante dans la ZAT, et ses effets sur les propriétés mécaniques post-soudage, n'a pas encore été menée dans le cas de l'Inconel 718<sup>®</sup>. Dans ce chapitre, l'approche couplée de précipitation et de prévision de la limite d'élasticité présentée précédemment sera testée dans le cas de transitoires thermiques représentatifs des soudages TIG et plasma. Ce chapitre constitue le test de cette approche couplée dans un cas proche des conditions industrielles.

Tout d'abord, le principe du soudage, au travers de l'exemple du soudage TIG, ainsi que les problèmes pouvant être rencontrés lors de ces procédés seront décrits.

Ensuite, les effets des procédés de soudage sur les propriétés mécaniques post-soudage seront expérimentalement observés. Pour cela, plusieurs essais de traction seront menés, sur des éprouvettes ayant subi un transitoire thermique représentatif d'un soudage TIG.

Enfin, une maquette de soudage a été effectuée, de pair avec des simulations thermiques correspondant au soudage subi par ces plaques par Safran Aircraft Engines. Il s'agit de deux plaques d'Inconel 78<sup>®</sup> sur lesquelles a été tracée une ligne de fusion par les techniques TIG et plasma, dans les conditions industrielles de soudage. Des essais d'indentation seront menés afin d'établir une cartographie de dureté autour des lignes de soudage. Une simulation de la précipitation et de prévision de la limite d'élasticité sera ensuite effectuée en chaque point de mesure de dureté sur les maquettes de soudage. Ces essais constituent la validation des modèles proposés dans ces travaux de thèse dans un cas industriel.

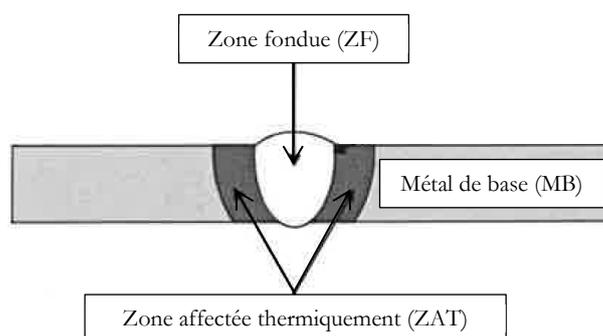
## 5.1. *Description du procédé de soudage TIG*

### 5.1.i. *Généralités sur les procédés de soudage*

Le soudage fait partie des procédés d'assemblage. Un procédé d'assemblage est une opération consistant à réunir deux ou plusieurs parties consécutives d'un montage de manière à assurer une continuité entre les parties à assembler. Les assemblages sont : soit démontables (vissage, boulonnage, rivetage, ...), soit indémontables (soudage, collage, malaxage, ...). Les modes d'assemblage doivent assurer la continuité mécanique de la structure et satisfaire les fonctions suivantes :

- transmettre les sollicitations mécaniques
- maintenir l'intégrité de l'assemblage vis-à-vis de la corrosion
- assurer l'étanchéité selon les fonctions de la structure comme en zone carburant
- permettre, si possible, la maintenance et les réparations éventuelles

Le soudage peut être défini de la manière suivante : une opération d'assemblage soit par chauffage, soit par application de pression, soit par l'un et l'autre, avec ou sans emploi d'un produit d'apport dont la température de fusion est du même ordre de grandeur que celle du matériau de base. Le soudage induit la disparition de l'interface entre les deux pièces assemblées. Il remplace le rivetage, ce qui permet d'obtenir un gain de poids, une réduction des coûts ainsi que d'assurer l'intégrité des structures par une liaison continue. La Figure 5.1 schématise la morphologie d'un joint soudé.



**Figure 5.1 - Morphologie d'un joint soudé**

Le joint soudé se compose de deux parties en plus du métal de base (MB) : la zone fondue (ZF) correspondant à la zone étant entrée en fusion lors du passage du point chaud et la zone affectée thermiquement (ZAT), correspondant à une zone non fondue mais ayant subi des cycles thermiques pouvant avoir des répercussions notamment au niveau de la microstructure et donc

des propriétés mécaniques du joint. Une rapide étude expérimentale des effets d'un soudage TIG sur les propriétés mécaniques de la ZAT est présentée dans l'Annexe T. Dans cette étude expérimentale, des transitoires thermiques, mesurés par des thermocouples lors d'une opération de soudage instrumentée, sont reproduits, grâce à une machine thermique Gleeble, sur des éprouvettes de traction. Ces transitoires correspondent à des points situés à différentes distances de la ligne de soudage. Une diminution de la limite d'élasticité est observée pour le point le plus proche de la ligne de soudage, correspondant soit à une dissolution partielle de la phase durcissante  $\gamma''$ , soit à une dissolution totale de cette phase suivie d'une précipitation lors du refroidissement.

### *5.1.ii. Présentation du procédé de soudage TIG (Cazes, 1995)*

Le soudage TIG (Tungstène Inert Gas) fait partie des procédés de soudage avec fusion. Ces procédés permettent l'élimination des atomes étrangers de l'interface et l'établissement de la continuité entre les deux pièces à assembler. Les impuretés présentes initialement à l'interface des pièces se retrouvent dispersées dans le bain de fusion puis évacuées. C'est la solidification du bain de métal en fusion qui produit la liaison. Cette solidification a lieu selon un phénomène d'épitaixie (les grains issus de la solidification du bain liquide croissent à partir des grains de la ZAT en reprenant leur orientation cristalline, ils vont alors prolonger les grains métalliques restés solides). La croissance des grains a lieu au niveau de l'interface solide/liquide vers le centre du bain de fusion. Il est possible de distinguer, parmi les procédés de soudage faisant appel à la fusion, les procédés à haute densité énergétique (chauffage localisé grâce à un laser ou un faisceau d'électron, entraînant une vaporisation du métal) et ceux à faible densité d'énergie (soudage à l'arc électrique, chauffage du métal jusqu'à fusion sans vaporisation notable de celui-ci). Le soudage TIG fait partie des soudages à l'arc électrique.

Il s'agit d'un procédé très utilisé aujourd'hui dans les industries faisant appel au soudage, la chaleur de fusion pouvant être produite, concentrée et contrôlée facilement. Il est le procédé à arc le plus souple, en effet, il ne nécessite pas forcément de métal d'apport.

La chaleur est produite grâce à un courant électrique. Un arc électrique est créé, quand la distance entre l'électrode et la pièce est suffisamment petite et la différence de potentiel suffisamment grande, dans une veine d'argon entre une électrode infusible de tungstène et la pièce à souder de polarité opposée.

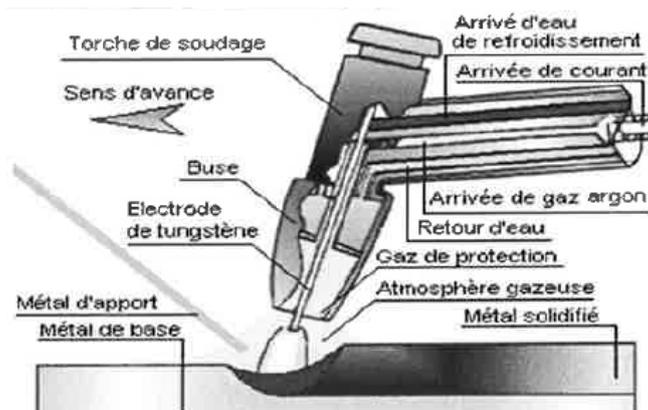


Figure 5.2 - Schéma de principe du procédé de soudage TIG d'après <http://ats-france.e-monsite.com/pages/soudage-tig/principe-du-soudage-tig.html> (Principe du soudage TIG)

L'arc électrique peut être créé avec un courant continu (avec une électrode positive ou négative) ou alternatif (voir Figure 5.3).

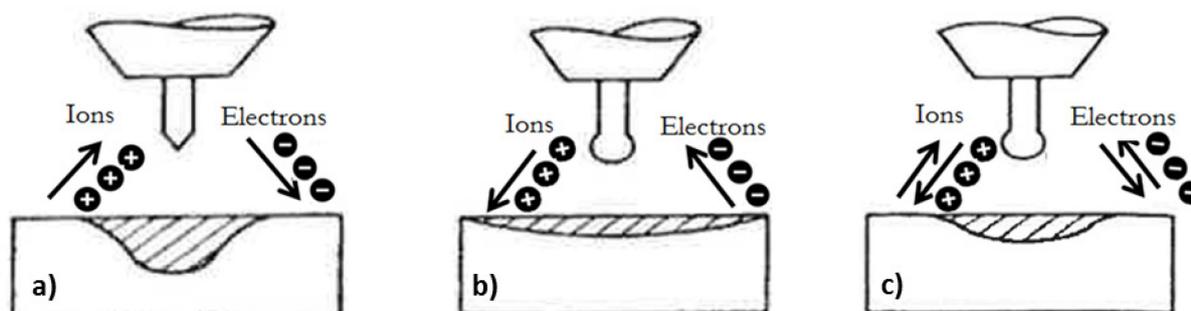


Figure 5.3 - a) Courant continu - électrode négative    b) Courant continu - électrode positive    c) Courant alternatif

En courant continu, lorsque l'électrode est connectée à la borne négative, les électrons sont donc émis de l'électrode de tungstène vers la pièce de travail de polarité opposée. Les électrons hautement énergétiques entrent en collision avec la pièce, l'échauffement est créé par l'énergie cinétique des électrons donnée à la pièce percutée. Ce réglage permet une pénétration importante de la pièce ainsi qu'un cordon de soudure étroit avec un apport de chaleur considérable. Cela induit des contraintes résiduelles importantes. Lorsque l'électrode est polarisée positivement, les électrons sont attirés par l'électrode, la chaleur se concentre alors sur cette dernière et non pas sur la pièce. Il en résulte un cordon de soudure large, moins pénétrant avec un échauffement de la pièce moindre. Le courant continu en mode pulsé peut être utilisé (succession de temps chauds et froids), ce qui permet une meilleure maîtrise de l'énergie apportée à la pièce. Le courant alternatif permet d'alterner les avantages des deux précédant réglages avec une bonne pénétration et une action de nettoyage des surfaces oxydées.

Les paramètres opératoires principaux du soudage TIG sont les suivants : l'intensité, la vitesse de soudage ainsi que la tension d'arc ou la hauteur d'arc. Ils ont une influence directe sur la profondeur de pénétration, la largeur du bain de fusion et la qualité du joint soudé :

- L'augmentation de l'intensité augmente la pénétration et diminue en général la largeur du cordon de soudure. Cependant, quand l'augmentation de l'intensité est importante (de l'ordre de 50 %), le cordon sera plus large, tout comme la pénétration.
- L'augmentation de la vitesse de soudage diminuera la pénétration et augmentera la largeur du cordon.
- La tension d'arc ou hauteur d'arc : elle va modifier l'allure de la répartition de la chaleur lors du soudage.

D'autres paramètres ont également une influence, tels que la nature de l'électrode, la forme de la pointe, le choix de la torche de la buse et du gaz de soudage.

Les avantages de ce procédé sont les suivants :

- C'est un procédé permettant une grande flexibilité d'application. Selon les contraintes de mise en œuvre, le soudage peut être manuel ou automatique.
- Les dispositifs de soudage TIG sont peu encombrants et nécessitent peu d'investissements.
- C'est un procédé facilement adaptable à une grande variété de configurations d'assemblages.
- La simplicité technologique du dispositif et l'absence de projection au soudage en font un procédé de soudage de haute qualité, facilement automatisable pour des joints de petites dimensions et faciles d'accès.
- Des soudures de bonne qualité sont facilement obtenues si une protection sous gaz inertes, pour des températures au-dessus de 420°C, est utilisée et si la propreté des matériaux est assurée.
- Le préchauffage n'est pas requis et les fissurations sont souvent en relation avec une contamination du cordon de soudure.

Les principaux inconvénients de cette technique sont :

- Le procédé conduit à de fortes distorsions géométriques.
- Elle nécessite souvent des reprises mécaniques post soudage (calibrage) ou des traitements thermiques de détensionnement (relaxation) des contraintes résiduelles.

### ***5.1.iii. Phénomènes physiques activés lors du soudage***

Lors d'une opération de soudage, l'apport localisé de chaleur provoque la fusion du métal dans le bain de fusion. Ce bain de fusion est le siège de phénomènes thermiques complexes mettant en jeu des aspects thermiques, convectifs et électromagnétiques.

Cependant, ce n'est pas la seule zone affectée par le soudage, en effet, la matière située autour de ce cordon de soudure, bien que n'étant pas entrée en fusion, a subi un véritable traitement thermique (différent en fonction de la distance par rapport au cordon de soudure). Cette zone appelée ZAT verra sa microstructure évoluer, notamment en ce qui concerne la présence de précipités intermétalliques de type  $\delta$ ,  $\gamma'$  et  $\gamma''$  dans le cas de l'Inconel 718<sup>®</sup>. En effet, les températures atteintes dans cette zone lors du soudage sont propices à la précipitation ou à la dissolution de ces phases. Une première interaction apparaît ici entre la distribution des températures dans la ZAT et les transformations de phases dans cette même zone. Cette interaction peut aller également dans l'autre sens, puisque la précipitation ou la dissolution des phases peut être exothermique ou endothermique, donc avec une chauffe ou un refroidissement (de faible intensité) dans le matériau.

Lors d'un soudage, la ZAT subit un autre type de phénomène physique : l'apparition de contraintes résiduelles. Elles affectent le comportement des assemblages soudés. Leur origine est liée à la localisation de la source de chaleur et aux variations de propriétés mécaniques des matériaux en fonction de la température. Elles peuvent être de deux types :

- Des contraintes purement thermiques (dues au coefficient linéaire de dilatation du matériau avec un auto-bridage des parties froides avoisinantes, donc certaines zones seront en traction et d'autres en compression). Une interaction est présente ici entre la distribution des températures et les contraintes dans le matériau.
- Elles peuvent provenir également de la précipitation de phase cohérente au sein d'une matrice ayant une maille cristallographique plus petite que celle de la phase précipitée (ce qui est le cas des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ ). C'est une interaction entre les transformations de phases et les contraintes.

Un autre couplage entre les contraintes/déformations et la transformation de phases peut être observé : les déformations induites par le procédé de soudage peuvent conduire à une précipitation induite par la plasticité (ou PRIP : PRecipitation Induced Plasticity). Au vu des faibles déformations en jeu lors des opérations de soudage, cette interaction est faible.

La Figure 5.4 permet de résumer de manière schématique les interactions évoquées précédemment :

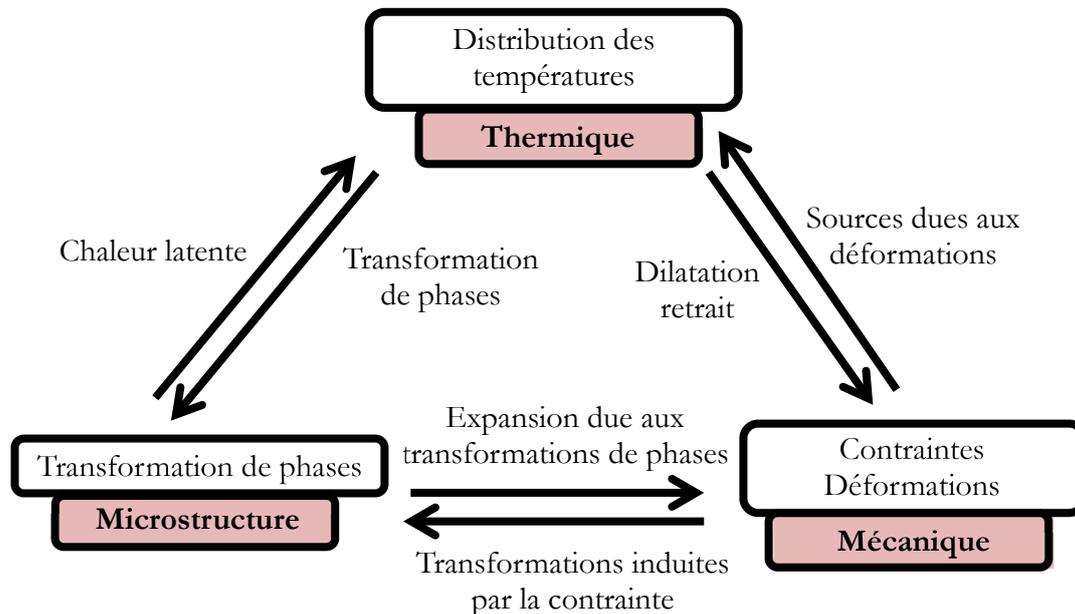


Figure 5.4 - Interactions solides entre Thermique-Mécanique-Métallurgie lors d'une opération de soudage

#### 5.1.iv. Les défauts internes dus aux opérations de soudage

Il existe un très grand nombre de défauts après une opération de soudage, pouvant être classés en deux grandes catégories : les défauts d'origine opératoire et ceux d'origine interne (dus aux propriétés intrinsèques au matériau soudé).

Dans cette revue bibliographique, seuls les défauts internes, les plus difficiles à éviter dans le cas des superalliages base nickel, seront traités. Quatre types de défauts internes seront explicités ci-dessous : la fissuration à chaud (faisant intervenir une phase liquide), la fissuration à froid, la fissuration au réchauffage, les porosités.

##### a. Notion de soudabilité

Une des notions importantes des procédés de soudage est celle de soudabilité qui est l'interaction de trois facteurs : le matériau, le procédé de soudage et la construction (propriété d'usage). Un matériau métallique est considéré comme soudable à un degré donné, par un procédé et pour un type d'application donnés, lorsqu'il se prête, moyennant les précautions correspondant à ce degré, à la réalisation d'une construction entre les éléments de laquelle il est possible d'assurer la continuité métallique par la constitution de joints soudés qui, par leur caractéristiques locales et les conséquences globales de leur présence, satisfait aux propriétés requises et choisies comme

base de jugement. Donc, plus un matériau est soudable, plus il sera facile de souder le matériau en question tout en ayant les propriétés recherchées.

Différents types de soudabilité peuvent être définis :

- Soudabilité opératoire : caractérise les possibilités d'utilisation d'un procédé pour réaliser un assemblage en un métal donné dans des conditions données.
- Soudabilité métallurgique : caractérise l'aptitude du métal (ou alliage) à subir, sans dommage, toutes les conséquences des phénomènes métallurgiques engendrés par l'opération de soudage
- Soudabilité globale : caractérise l'aptitude d'une construction soudée à résister, sans dommage, aux sollicitations d'épreuves et de services.

Concernant plus particulièrement la soudabilité métallurgique, le matériau peut être sensible à de nombreux phénomènes : la fissuration à chaud (lors de la solidification ou du réchauffage dans le cas du soudage multipasse), la fissuration à froid (du raccordement ou sous cordon), l'arrachement lamellaire, affaiblissement de la résistance à la fatigue, fragilisation du métal de la soudure, fragilisation du métal de la zone affectée thermiquement, adoucissement dû au soudage, fragilisation consécutive au recuit de détente, fissuration au réchauffage ainsi que la corrosion de la ZAT.

### *b. Fissuration à chaud*

Ce type de fissuration apparaît à de hautes températures lors de la solidification ou lors d'une réaffectation thermique. Ces fissurations peuvent être classées en trois types :

- fissuration de solidification
- fissuration de liquation
- fissuration par chute de ductilité à chaud

Ces fissurations sont situées soit dans la soudure (fissuration de solidification), soit dans la ZAT (fissuration de liquation et fissuration par chute de ductilité). Afin de diminuer la probabilité d'apparition de ce type de fissuration, il convient de limiter la teneur en interstitiels (Plomb, Silicium, Soufre, Bore, *etc.*) ainsi que de diminuer la largeur de la zone fondue et donc de privilégier les procédés à haute énergie.

### **Fissuration de solidification :**

Elles proviennent des très fortes tensions internes naissant pendant la solidification qui s'accroissent au cours du refroidissement, lors du passage dans l'intervalle de fragilité (dépendant du matériau considéré). Le risque d'apparition de ces fissures (ou criques) est lié à la présence d'impuretés et à la teneur en carbone de la zone fondue. Il sera d'autant plus grand que les phénomènes de ségrégation sont étendus. De plus, tout élément accroissant l'intervalle de solidification favorise la fissuration à chaud. Elle peut être interne ou déboucher en surface, mais est toujours localisée dans les espaces interdendritiques et suit les directions de solidification (perpendiculaires aux isothermes).

Cette fissuration a lieu lors de la solidification dendritique avec un liquide enrichi en élément à bas point de fusion : les compositions de la phase liquide et de la phase solide ne sont plus les mêmes. Le liquide peut alors persister même pour des températures inférieures à celle de solidus de l'alliage : si le liquide ne circule plus dans l'espace interdendritique et que les ponts de matière entre les dendrites ne sont pas assez forts pour adapter les contraintes, il y a un risque de fissuration à chaud.

L'Inconel 718<sup>®</sup> a une assez bonne résistance aux fissurations de solidification qui peut être améliorée par l'ajout de columbium dans sa composition. (Kilgren & Lacey, 1946) (Pease, 1957). Cependant, la présence de soufre, de phosphore et de bore cause des problèmes de fissuration à chaud s'il y a plus de 0,008 %pds de soufre, 0,025 %pds de phosphore ou 0,01 %pds de bore. Même si le magnésium n'entre pas dans la composition de l'Inconel 718<sup>®</sup>, il est par contre utilisé comme désoxydant et afin d'améliorer la malléabilité. Il peut alors rester quelques traces de magnésium pouvant favoriser la fissuration à chaud s'il est présent à plus de 0,03 %pds. Le silicium a également un effet néfaste sur la résistance à la fissuration à chaud de l'alliage.

### **Fissuration de liquation :**

La liquation est une refusion locale de la ZAT proche du cordon de soudure lors du soudage. Ce type de fissuration apparaît pour des températures comprises dans l'intervalle de solidification du matériau (donc des composés à bas point de fusion augmentent le risque de fissuration par liquation).

Cette fissuration est liée à la présence aux joints de grains d'un film liquide. Les mécanismes à l'origine de ce type de fissuration sont basés sur la fusion des composés à bas point de fusion ségrégés aux joints de grains ainsi que sur une migration des joints de grains balayant les phases

sujettes à la liquation. Ce film liquide, plus ou moins épais entre les grains, rend impossible la cohésion intergranulaire dans tout le domaine où sera présent ce film.

Les différences entre la fissuration de liquation et celle de solidification résident dans l'origine et la localisation du liquide interdendritique : pour la fissuration de solidification, les poches liquides proviennent de la solidification dans la zone fondue. Dans le cas de la fissuration de liquation, le liquide résiduel provient d'une fusion locale due à la ségrégation d'élément à bas point de fusion dans une zone chauffée mais solide (ZAT).

Ce type de fissuration peut se produire dans deux conditions : à une température inférieure au solidus de l'alliage (liquation liée à la ségrégation de fonderie), ou à une température supérieure au solidus de l'alliage (liquation à partir de précipités) :

- Liquation liée à la ségrégation de fonderie : les ségrégations apparaissent lors du refroidissement pendant l'étape de fonderie. Au fur et à mesure que l'alliage se solidifie, certains éléments peu solubles dans le solide seront rejetés vers le front de solidification. Au contraire, si ces éléments sont peu solubles dans le liquide, ce dernier sera alors appauvri en ces éléments. Il en résultera des hétérogénéités chimiques entre le cœur des dendrites et les espaces interdendritiques. Lors de l'opération de soudage (chauffage rapide), l'homogénéisation chimique n'a pas le temps de s'effectuer et une fusion partielle des joints de grains peut alors se produire à la température eutectique de l'alliage, puisque le système est hors équilibre thermodynamique. Cela peut se produire pour des températures inférieures de plusieurs centaines de degrés à la température de solidus de l'alliage.
- Liquation à partir de précipités : lors d'un chauffage rapide, l'état d'équilibre n'est pas atteint. Dans le cas d'un soudage, des températures supérieures à la température eutectique de l'alliage sont atteintes et la dissolution des phases n'a pas toujours le temps de s'effectuer avant l'apparition du liquide, ce qui créera un film liquide entre les précipités et la matrice qui sera à l'origine de cette fissuration de liquation.

Cependant, s'il y a fissuration, cela est dû à la superposition des phénomènes expliqués ci-dessus ainsi que des contraintes liées au retrait au cours de refroidissement de la soudure qui s'exercent sur cette zone grandement fragilisée. Il suffit alors de très petites charges afin qu'il y ait rupture. Il est donc important de bien maîtriser l'aspect de dissolution des phases d'un alliage afin d'éviter ce type de fissures.

Dans le cas de l'alliage 718, les phases sujettes à la liquation sont les phases de Laves ainsi que les carbures et carbonitrides, dont l'apparition est favorisée par l'ajout de columbium et de molybdène. Cette tendance à former des phases de Laves peut être réduite par l'ajout de nickel ou en réduisant la fraction de fer (Kilgren & Lacey, 1946), (Pease, 1957). De même, le silicium dans l'Inconel 718<sup>®</sup> a été identifié comme ayant une action favorisant l'augmentation de la fraction volumique et de la vitesse d'apparition des phases de Laves.

D'autres moyens de réduction du phénomène de fissuration de liquation résident dans la diminution de la taille de grain du métal de base, dans le fait d'effectuer l'opération de soudage sur un matériau mis en solution puis trempé et non pas mis en solution, trempé puis revenu. Diminuer la vitesse de soudage est un autre moyen.

### **Fissuration par chute de ductilité à chaud :**

Ce type de fissuration est dû à l'existence d'un domaine de température dans lequel les capacités de déformation de l'alliage sont plus faibles. Cette baisse de ductilité se situe au voisinage de la température de recristallisation de l'alliage. Les mécanismes à l'origine de cette fissuration sont l'augmentation de dureté des grains ainsi que l'affaiblissement de la cohésion intergranulaire (précipitation de carbure). Ce phénomène peut être observé sur des alliages base nickel (Inconel 690<sup>®</sup> par exemple pour des températures comprises entre 800 et 900°C).

#### *c. Fissuration à froid*

La fissuration à froid apparaît pour des températures inférieures à 200°C. Elle peut apparaître des heures après le soudage. Ce sont de fines fissures non-oxydées, situées majoritairement dans la ZAT de manière intergranulaire. Elles n'ont pas d'orientation préférentielle par rapport à la microstructure. Elles apparaissent majoritairement pour des aciers de construction et des aciers inoxydables martensitiques. Le phénomène à l'origine de ces fissures est la fragilisation de l'acier par l'hydrogène combiné avec le fort gradient de contraintes d'origine thermique.

Ces problèmes ne concernent pas l'Inconel 718<sup>®</sup> puisqu'il n'est pas sujet à la formation de structure fragile comme la phase martensitique dans le cas des aciers.

### d. Fissuration au revenu

Ces fissurations sont majoritairement situées dans la ZAT à gros grains de manière intergranulaire et plus rarement dans la zone fondue. Elles résultent de la relaxation de fortes contraintes résiduelles. Ce type de fissuration est observé sur des alliages faiblement alliés à éléments carburigènes (Cr, Mo, V), certains alliages austénitiques et les alliages base Ni à durcissement structural par précipitation. Elles ont lieu généralement lors du traitement thermique postsoudage de relaxation des contraintes.

Les alliages bases nickel ont une grande sensibilité à ce type de fissuration. Un des principaux avantages de l'Inconel 718<sup>®</sup> par rapport aux autres superalliages base nickel est sa faible sensibilité aux fissurations au revenu. Cela peut s'expliquer par le fait que les autres superalliages de ce type sont durcis par la précipitation de la phase  $\gamma'$  ; l'Inconel 718<sup>®</sup> est lui principalement durci par la phase  $\gamma''$  (même si  $\gamma'$  joue tout de même un rôle secondaire dans le durcissement structural). Le durcissement provoqué par la précipitation de la phase  $\gamma'$  (hors Inconel 718<sup>®</sup>) est très rapide comparé à celui provoqué par la phase  $\gamma''$  (la Figure 5.5, reprise des travaux de (Lingenfelter, 1989), illustre bien ce fait). En effet, sur cette figure, la dureté de l'alliage 718 commence à augmenter tardivement par rapport à celle des autres superalliages durant le traitement de vieillissement post-postage.

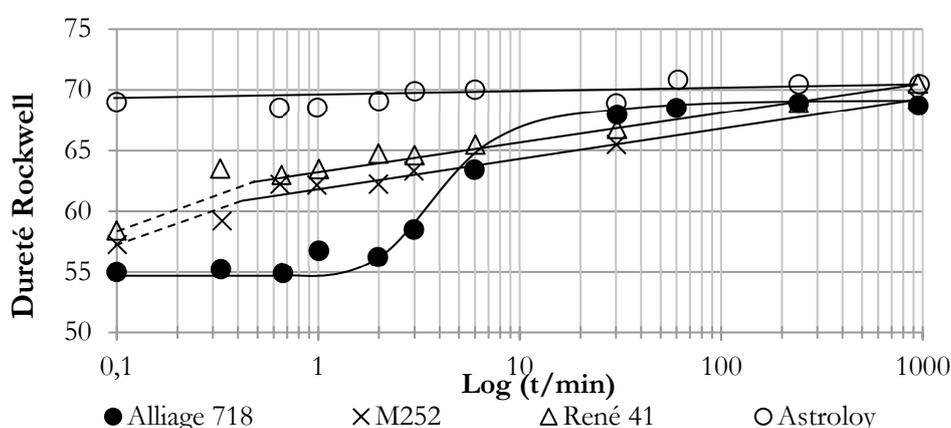


Figure 5.5 - Durcissement par précipitation en fonction du temps pendant un vieillissement après soudage (Lingenfelter, 1989)

Eiselstein (Eiselstein, 1965) suggère que la raison de cette amélioration de la résistance à la fissuration lors du revenu réside dans la capacité de l'Inconel 718<sup>®</sup> à mieux se restaurer, comparativement aux autres alliages du même type, du fait de son durcissement plus lent. Cela lui permet ainsi de mieux évacuer les contraintes résiduelles importantes dues au soudage (notamment pour le soudage TIG). (Lingenfelter, 1989)

En effet, afin de relaxer les contraintes dues au soudage, le matériau est porté à des températures supérieures aux températures de précipitation des phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . La précipitation de ces phases (au niveau des joints de grains) empêcherait la relaxation des contraintes par plastification de la matrice. Ces contraintes se concentreraient alors aux joints de grains jusqu'à provoquer une rupture. Pour des alliages à grande fraction volumique de phase durcissante précipitant très rapidement, cela peut même se produire juste après le soudage lors du refroidissement (ce n'est pas le cas de l'Inconel 718<sup>®</sup>). La précipitation de l'Inconel 718<sup>®</sup> étant plus lente que celle des autres alliages de la même famille, le temps de refroidissement après soudage ainsi que le temps de chauffage du traitement de relaxation peuvent être plus longs sans risque de fissures de ce type, facilitant de ce fait grandement ces opérations.

#### *e. Les porosités*

L'apparition de porosités dans le métal fondu peut avoir diverses origines : elle peut provenir d'une instabilité du capillaire gazeux, d'une surpression gazeuse sous la racine du cordon, d'une teneur en gaz dissous dans le métal liquide supérieure à la limite de solubilité dans le métal solide à la température de solidification ou encore d'une réaction chimique au sein du bain liquide donnant naissance à un gaz.

#### *f. En résumé*

La Figure 5.6 permet d'avoir un bon résumé de ce qui a été développé dans la partie 5.1.iv de ce chapitre. Elle représente la difficulté liée au choix des paramètres opératoires, afin de garantir l'absence de fissure, tout en ayant une pénétration suffisante. Par exemple, cela permet de voir que pour une vitesse d'avance et une puissance trop importantes, des fissurations de liquation apparaîtront. Si la vitesse d'avance est diminuée tout en gardant cette forte puissance, un risque d'avoir des fissures de solidification apparaît alors. Si la puissance est également diminuée afin d'éviter tout type de fissuration, une pénétration insuffisante et donc une soudure ratée peuvent avoir lieu.

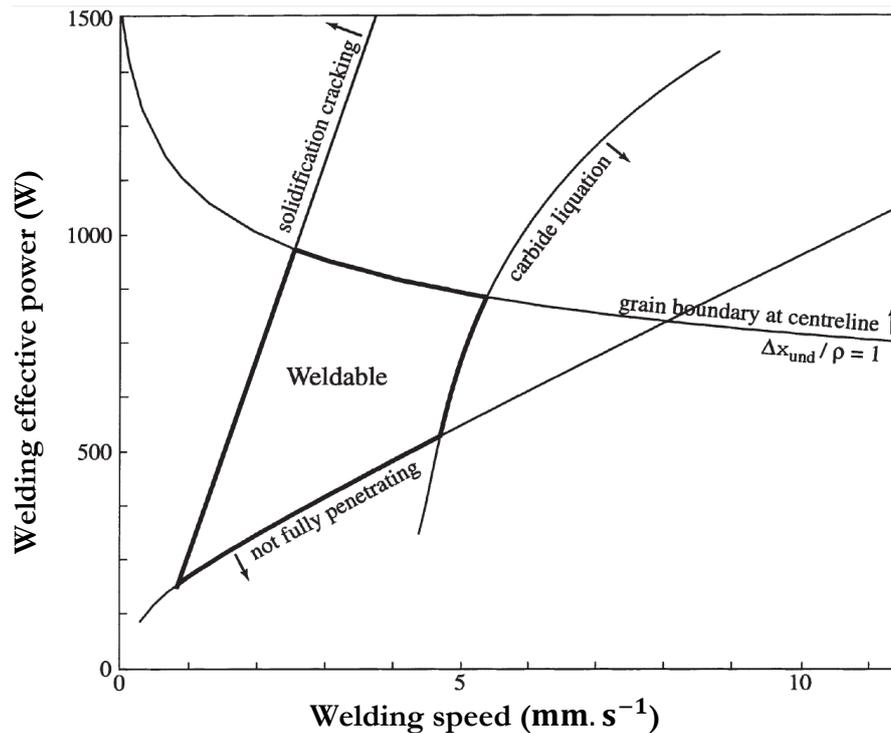


Figure 5.6 - Carte de la soudabilité de l'alliage 718 (Dye, Hunziker, & Reed, 2001)

Par chance, l'Inconel 718<sup>®</sup> a une bonne résistance à la fissuration de solidification et est peu sensible à la fissuration au cours de restauration du fait de sa précipitation durcissante relativement lente. Il est cependant important de mieux connaître l'état de précipitation des phases durcissantes dans l'Inconel 718<sup>®</sup> afin d'optimiser les paramètres de soudage (notamment en ce qui concerne les cycles thermiques). En effet, un matériau trop durci pendant le cycle de soudage peut conduire à des fissurations rendant la pièce soudée inutilisable.

## 5.2. *Validation de l'approche couplée microstructure / mécanique dans un cas industriel : maquettes de soudage*

Afin de valider le modèle de prévision microstructurale couplé au modèle mécanique, présentés au Chapitre 2 et au Chapitre 4, des maquettes de soudage ont été effectuées par Safran Aircraft Engines. Il s'agit de deux plaques d'Inconel 718<sup>®</sup>, prélevées au sein du lopin de 120 kg (voir Figure 1.1), d'une épaisseur de 2 mm pour la première et de 5 mm pour la seconde et illustrées sur la Figure 5.7. Un traitement thermique de pré-soudage classique a été réalisé sur ces deux plaques à l'état de départ correspondant à ER (voir partie 1.1.i) : il s'agit d'un traitement de remise en solution de 955°C/1h/air, suivi d'un traitement à 720°C/8h puis d'un refroidissement d'une vitesse de  $50 \pm 20^\circ\text{C/h}$  jusqu'à 620°C, puis d'un maintien à 620°C/8h, suivi d'un refroidissement à l'air libre.

Une ligne de fusion a été tracée par la technique TIG sur la plaque de 2 mm d'épaisseur et par soudage plasma sur celle de 5 mm d'épaisseur. Le montage utilisé pour effectuer la ligne de soudage est illustré sur la Figure 5.8.

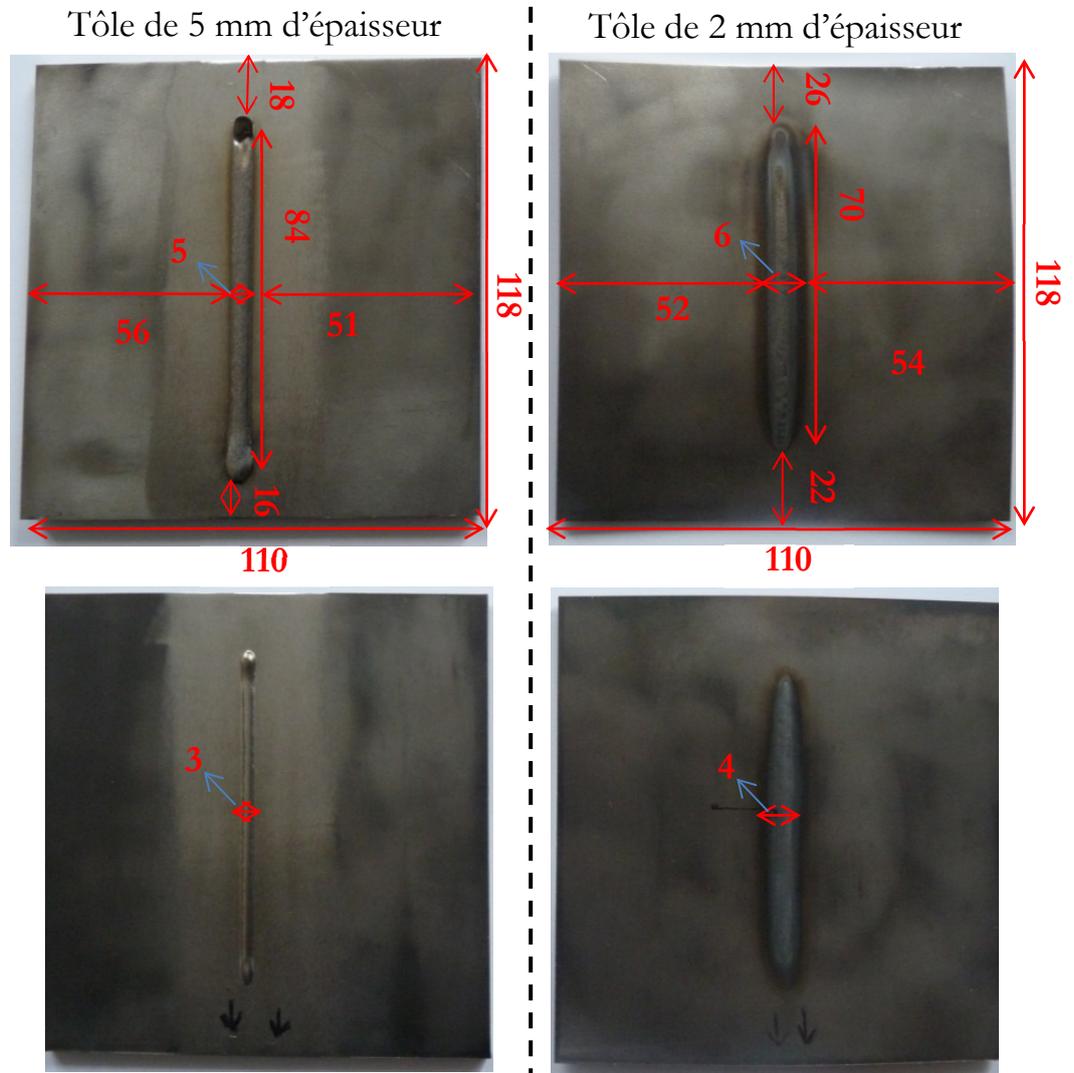


Figure 5.7 - Plaques utilisées pour l'application industrielle (mesures en millimètres)

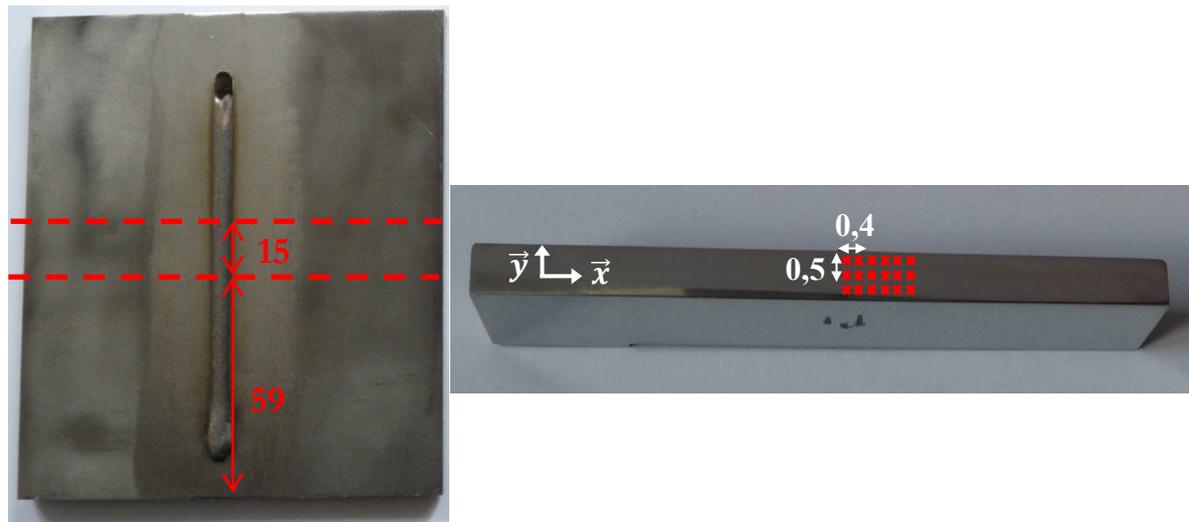


**Figure 5.8 – Montage expérimental pour la ligne de fusion par soudage TIG**

Afin de pouvoir reproduire la thermique de l'ensemble des plaques pendant l'étape de soudage, par simulation numérique, le modèle thermique a été recalé à partir des mesures de cordon de soudure. La qualité des données thermiques issues du modèle est donc dépendante de la précision de la mesure du cordon. Ces simulations thermiques ont été effectuées par Safran Aircraft Engines sur le logiciel Morfeo<sup>®</sup> et ne seront pas détaillées dans ce manuscrit.

### *5.2.i. Etude expérimentale de la limite d'élasticité des maquettes de soudage*

Une série d'essais d'indentation a été effectuée sur chacune des deux plaques sur une machine d'essais de dureté semi-automatique Buehler. Pour cela, les plaques ont été découpées comme illustré sur la Figure 5.9 : un échantillon est prélevé perpendiculairement à la ligne de fusion, de telle sorte qu'un coté de celui-ci soit situé au centre de cette ligne. La longueur de ces échantillons est de 15 mm, leur hauteur et leur largeur sont celles de la plaque correspondante.



**Figure 5.9 – Découpe des plaques pour mesure de dureté et position des points de mesure (mesures en millimètres)**

Les échantillons ainsi prélevés ont ensuite été manuellement polis miroir sur leur tranche, afin d'avoir des mesures de dureté précises.

La machine semi-automatique permet d'effectuer de manière automatique les essais d'indentation, puis les mesures des empreintes sont effectuées manuellement. Ainsi, il est possible de définir un pas de mesure en  $\vec{x}$  et en  $\vec{y}$  afin de créer une cartographie de dureté dans l'épaisseur des échantillons. Au vu de la dureté importante de ce matériau, la plus grosse masse présente sur la machine a été choisie pour l'indentation : 1 kg.

Afin de déterminer l'espacement minimal entre les points de mesures, une ligne d'essais d'indentation a été menée sur la face supérieure des deux plaques : la dureté mesurée varie entre 200 et 600 Hv. Cela correspond à des tailles de diagonale d'empreintes de dureté comprises entre 0,1 et 0,05 mm. Il est conseillé d'espacer les points de mesure d'au moins trois fois la longueur de la diagonale des empreintes: afin d'avoir une marge de sécurité, tout en ayant une cartographie de dureté précise de la zone entourant la ligne de fusion, les mesures sont espacées de 0,4 mm en  $\vec{x}$  et de 0,5 mm en  $\vec{y}$ , comme illustré sur la Figure 5.9.

Il est également important, pour la confiance dans les résultats, de comparer la taille des empreintes de dureté aux divers objets de la microstructure pouvant influencer la dureté localement, tels les précipités durcissants ou la taille de grain. En effet, il n'est pas aisé, dans le cas présent, d'effectuer plusieurs mesures de dureté de la même zone, puis de faire la moyenne de ses mesures pour s'affranchir de la variabilité de ces mesures. La précipitation de la phase  $\gamma''$  étant plutôt homogène et les précipités de taille nanométrique, les mesures locales de dureté

correspondant aux plus petites diagonales ( $50 \times 10^3$  nm) ne seront pas influencées par ces précipités. En ce qui concerne la taille de grain, elle est proche de celle de l'état ER (puisque les températures atteintes lors du traitement de pré-soudage sont inférieures à la température de dissolution de la phase  $\delta$ , ce qui garantit une faible variation de la taille de grain durant les traitements thermiques). Dans l'Annexe B, la taille de grain du lopin de 86 kg a été étudiée (la taille de grain du lopin de 120 kg peut être considérée comme étant du même ordre de grandeur) : le diamètre de ces derniers est compris entre 6 et 27  $\mu\text{m}$  (en fonction de la distance au centre du lopin). Dans le cas extrême (des plus gros grains et des plus petites empreintes), une empreinte comprend en moyenne environ quatre grains. Il peut donc être considéré que la taille de grain n'a en général pas d'effet sur les mesures de dureté.

La cartographie de dureté de l'échantillon de la plaque de 5 mm d'épaisseur est tracée sur la Figure 5.10 et celle de la plaque de 2 mm d'épaisseur sur la Figure 5.11. Les axes des abscisses correspondent à la distance du centre de la ligne de fusion en millimètres. Les axes des ordonnées correspondent à la distance au bord de l'échantillon. Les points de mesures correspondent aux sommets des rectangles de la surface tracée sur ces deux figures.

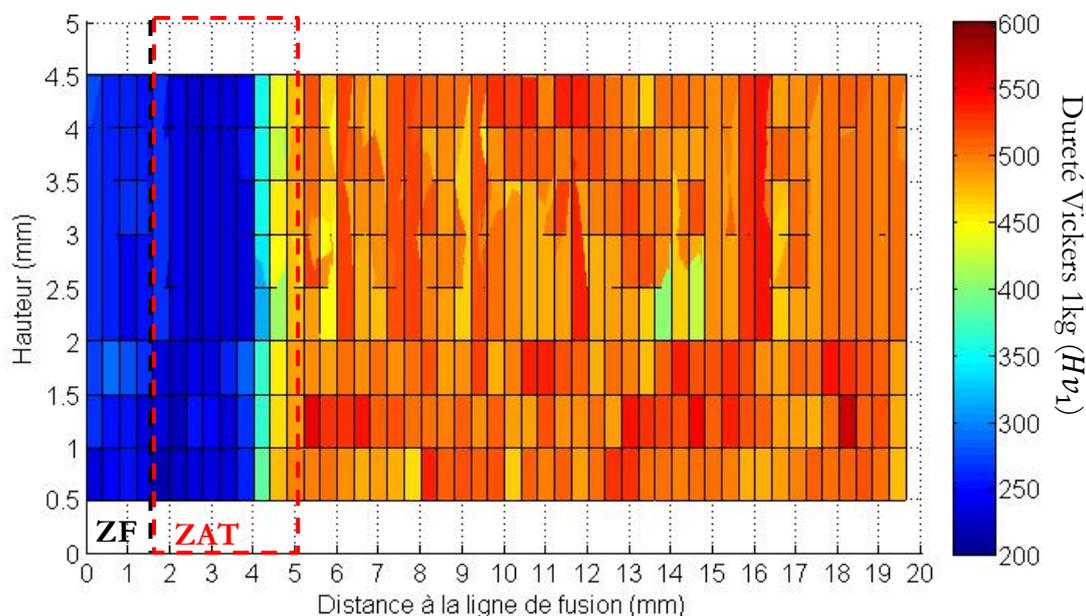


Figure 5.10 – Cartographie de dureté de la ligne de fusion de la plaque de 5 mm d'épaisseur

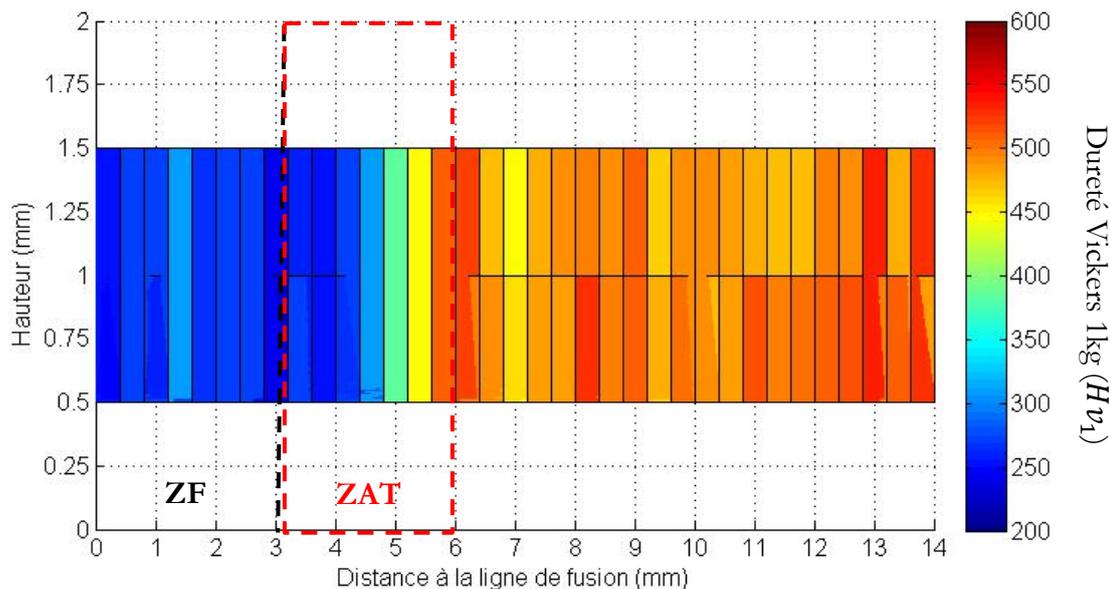


Figure 5.11 - Cartographie de dureté de la ligne de fusion de la plaque de 2 mm d'épaisseur

Tout d'abord, il peut être remarqué dans les deux cas (2 mm d'épaisseur au soudage TIG et 5 mm d'épaisseur au soudage à plasma), que le profil de dureté en fonction de la distance au centre de la ligne de fusion est indépendant de la position dans l'épaisseur de l'échantillon. La largeur de la zone fondue peut alors être considérée comme constante dans l'épaisseur. Afin de valider cette hypothèse, il est possible de tracer la cartographie de la température maximale atteinte grâce aux résultats de simulation Morfeo<sup>®</sup> : ces cartographies sont tracées sur la Figure 5.12. La température de fusion de l'alliage 718 étant d'environ 1450°C, la largeur de la zone fondue peut alors être déterminée : elle est de 3 mm pour la plaque de 5 mm d'épaisseur et de 6 mm pour la plaque de 2 mm d'épaisseur. Cette limite est tracée en pointillés noirs sur la Figure 5.10 et la Figure 5.11.

La taille de la ZAT de chaque côté de la ligne de fusion est alors de 3,5 mm pour la plaque de 5 mm d'épaisseur et de 3 mm pour celle de 2 mm d'épaisseur. Elle est représentée par un rectangle de pointillés rouges.

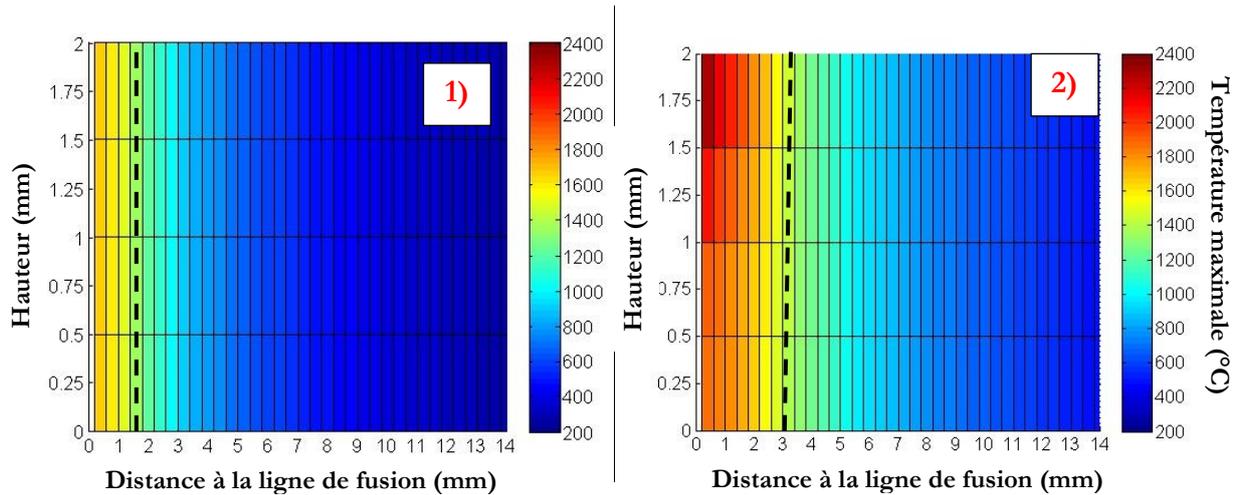


Figure 5.12 – Températures maximales atteintes pour la plaque d'épaisseur de : 1) 5 mm 2) 2 mm

Par la suite, ces valeurs de dureté seront converties en limite d'élasticité grâce à une loi de conversion différente de celle présentée dans la partie 3.4.iii, déterminée avec des mesures de dureté effectuées sur cette machine et avec la charge d'un kilogramme. Les échantillons utilisés sont les mêmes que ceux présentés dans la partie 3.3. Ces mesures, menées dans les mêmes conditions que celles sur les plaques soudées, permettront d'avoir une loi de conversion plus juste. Cette loi est illustrée sur la Figure 5.13. Ces données seront ensuite comparées aux limites d'élasticité simulées grâce à l'approche couplée microstructure / limite d'élasticité.

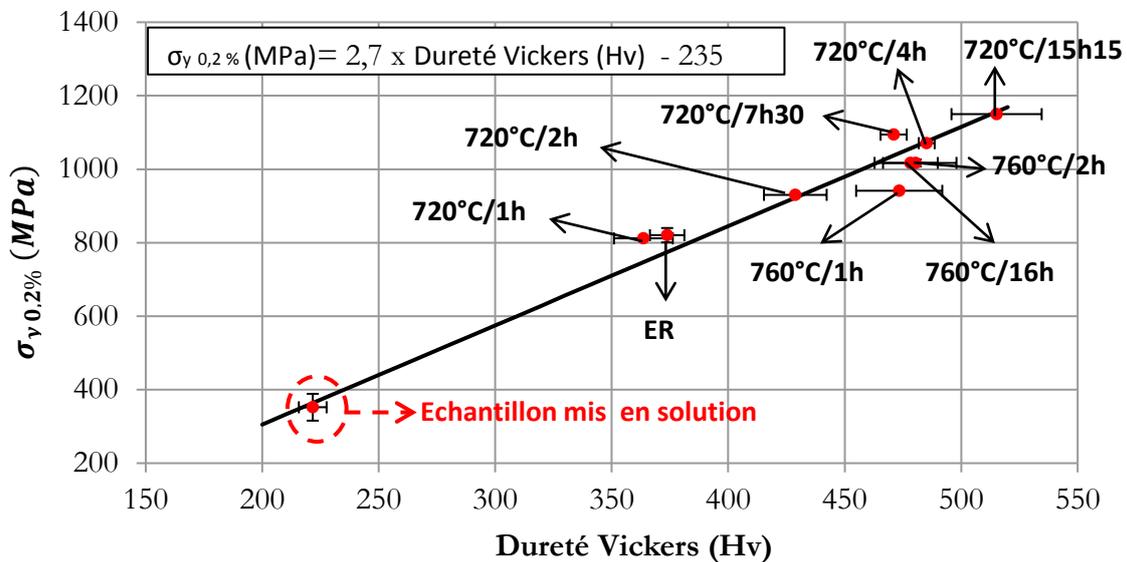
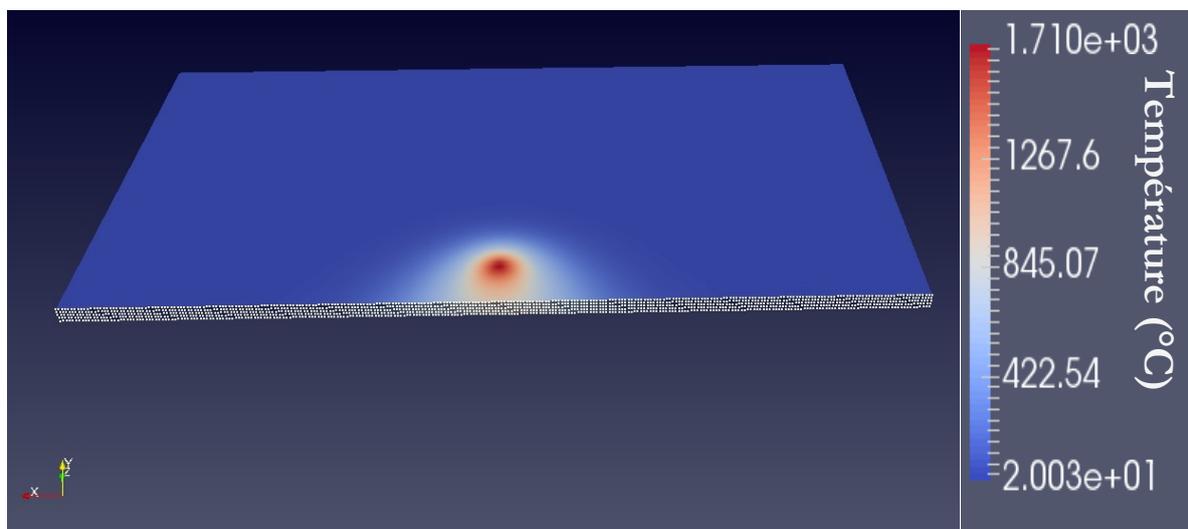


Figure 5.13 – Loi de conversion dureté Vickers / limite d'élasticité

### *5.2.ii. Modélisation de la limite d'élasticité des maquettes de soudage et confrontation aux données expérimentales*

Les résultats des simulations thermiques Morfeo<sup>®</sup> ont été utilisés en tant que données d'entrée du logiciel PreciSo afin de simuler l'évolution de la limite d'élasticité au cours du traitement de soudage dans la ZAT.

Les points sélectionnés sur la plaque modélisée sont situés sur la tranche centrale, perpendiculaire à la ligne de fusion de ces dernières. Les points ont été sélectionnés tous les 0,4 mm de la largeur de la plaque et tous les 0,5 mm en hauteur (comme illustré sur la Figure 5.14).



**Figure 5.14 – Sélection des points de simulation Morfeo pour modélisation de la limite d'élasticité par PreciSo**

Le transitoire thermique vu par chacun de ces points en fonction du temps a été exporté et adapté pour pouvoir être utilisé comme traitement thermique dans le logiciel PreciSo. La simulation couplée de microstructure et limite d'élasticité a été menée pour chacun de ces points. La limite d'élasticité ainsi simulée peut ensuite être comparée à celle mesurée dans l'épaisseur des deux plaques. La cartographie de limite d'élasticité pour chacune des deux plaques est tracée sur la Figure 5.15. Sur cette figure, est également tracée l'évolution de la limite d'élasticité expérimentale et simulée en fonction de la distance au centre de la ligne de fusion, à mi-hauteur de chacune des plaques (correspondant au trait en pointillés noirs sur les figures de gauche). La température maximale atteinte ainsi que les données expérimentales simulées correspondantes (la fraction volumique et le rayon moyen) sont également tracées sur cette figure.

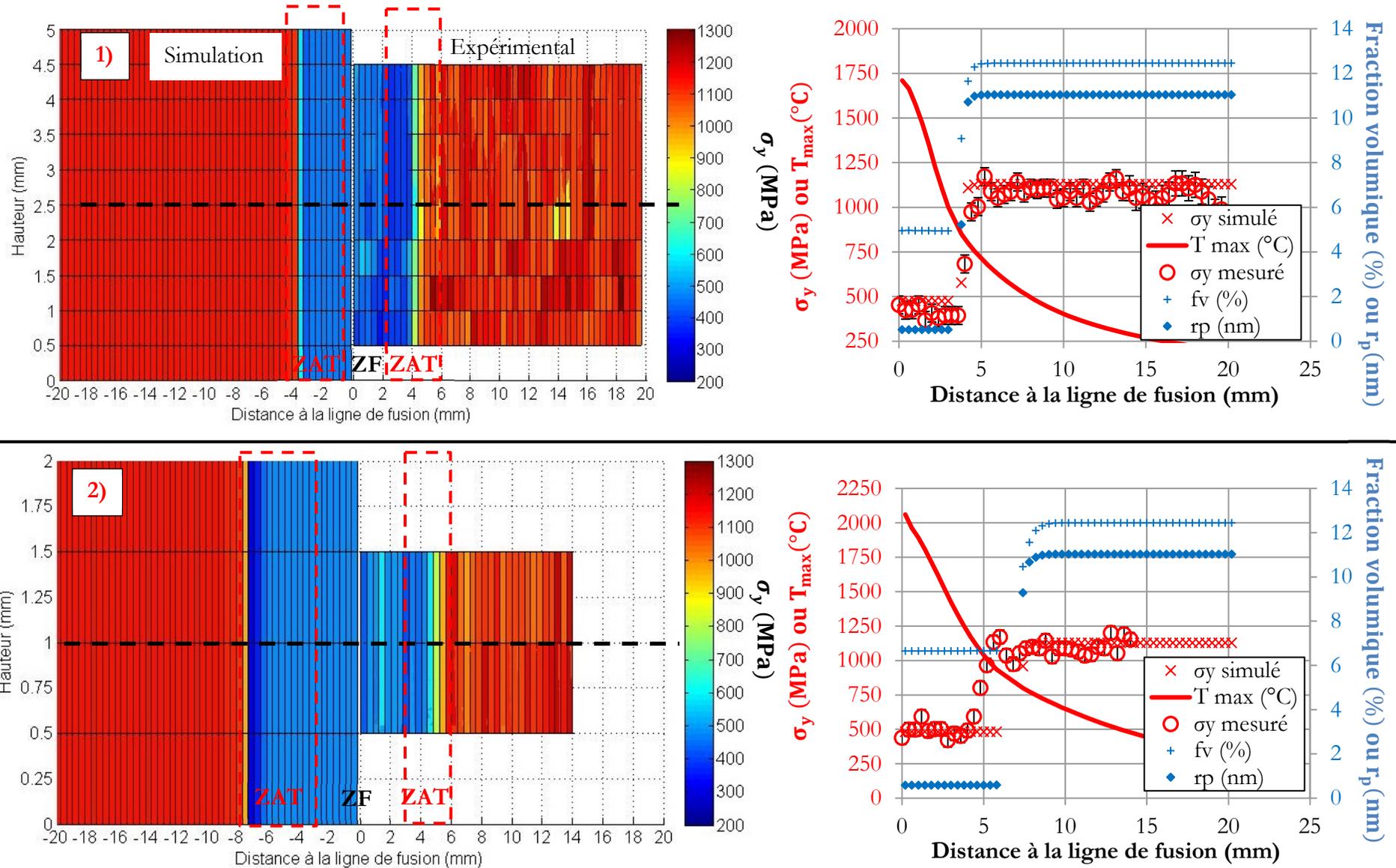


Figure 5.15 – Comparaison des cartographies de limite d'élasticité simulée / expérimentale et exemple d'une ligne située à demie hauteur pour la plaque d'épaisseur :  
1) 5 mm 2) 2 mm

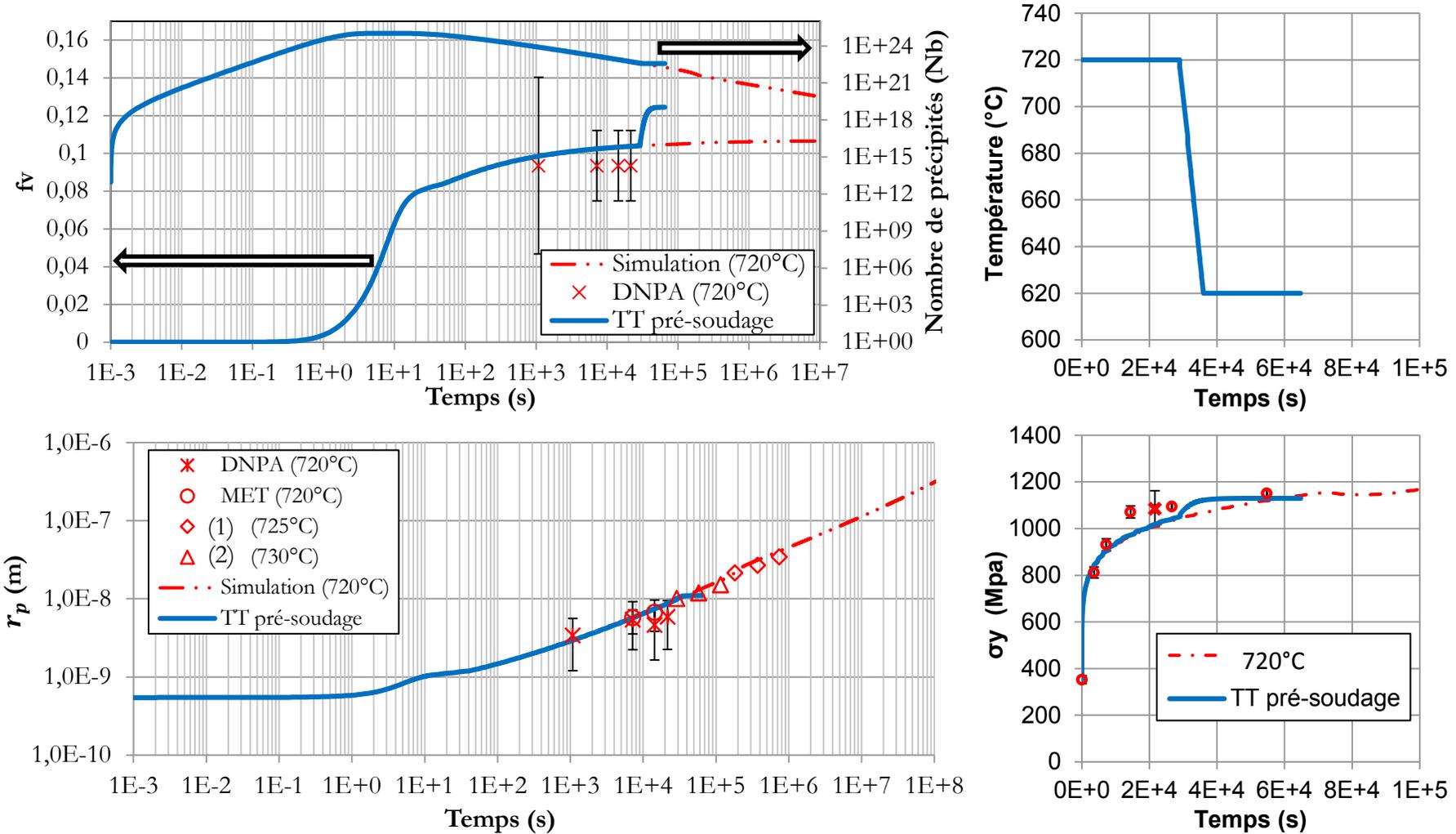


Figure 5.16 – Evolution de l'état microstructural (fraction volumique ( $f_v$ ), rayon moyen ( $r_p$ ), nombre de précipités) et de la limite d'élasticité pendant le traitement thermique de pré-soudage simulé, comparé à un traitement isotherme à 720°C. Données issues de : 1. (Han, Deb, & Chaturvedi, 1982), 2. (Devaux, et al., 2008)

Concernant la limite d'élasticité en dehors de la ZAT, elle correspond à l'état ER + 720°C/8h suivi d'un refroidissement d'une vitesse de  $50 \pm 20^\circ\text{C/h}$  jusqu'à 620°C puis un maintien à 620°C/8h, suivi d'un refroidissement à l'air libre. L'état ER (955°C/1h/air) sera considéré ici comme un état véritablement remis en solution (mis à part pour la phase  $\delta$  qui ne participe pas au durcissement structural) puisque ce traitement a été effectué sur des plaques fines. Le traitement de pré-soudage a été simulé grâce au logiciel PreciSo et les résultats tracés sur la Figure 5.16 et la Figure 5.17. Il est possible de remarquer que, malgré une fraction volumique plus importante que pour un traitement de même durée à 720°C (12,4 % au lieu de 10,4 %), la limite d'élasticité prévue par le modèle est très proche de celle à 720°C. En effet, à 620°C, la croissance est très faible et la germination a déjà eu lieu lors de l'isotherme à 720°C, donc la limite d'élasticité n'évolue que très peu malgré les huit heures restées à cette température. Comme la limite d'élasticité en fonction du temps a été validée pour des traitements isothermes, et notamment à 720°C, une confiance peut être accordée à la limite d'élasticité prévue par le modèle en dehors de la ZAT.

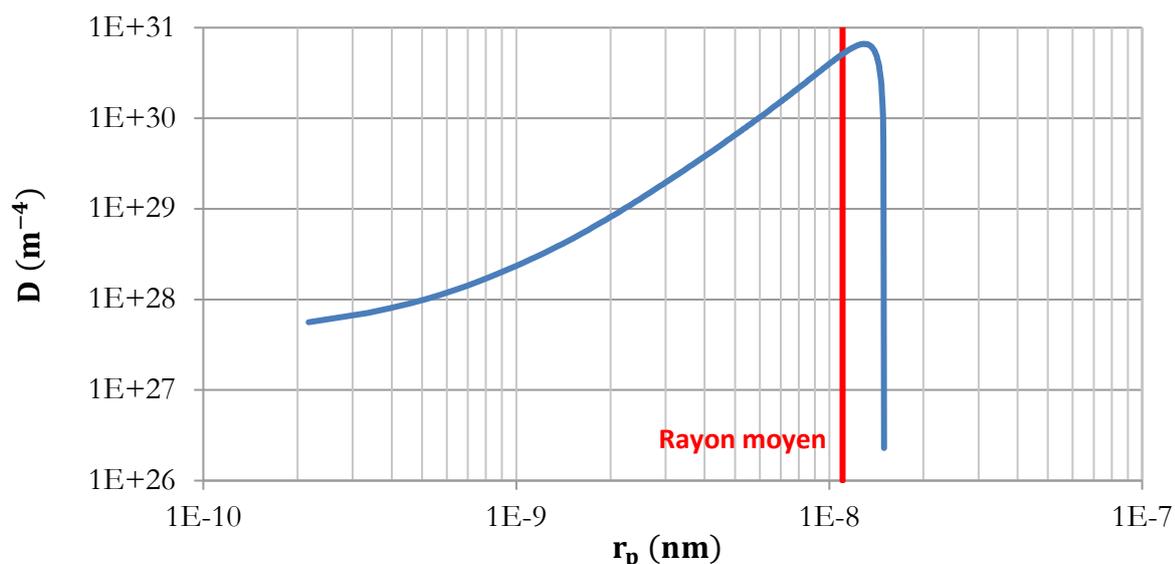


Figure 5.17 – Distribution et rayon moyen suite au traitement thermique de pré-soudage simulés

Les valeurs de limite d'élasticité prévues par le modèle mécanique couplé à la prévision microstructurale sont tout à fait en accord avec les mesures de dureté reconvertis en limite d'élasticité au niveau de la zone fondue, du début de la ZAT et du métal de base. La faible différence entre les valeurs expérimentales et simulées peut être expliquée par la dispersion des mesures dans le métal de base (visible sur les cartographies de dureté expérimentales) et par la loi de conversion de la dureté en limite d'élasticité qui est approximative. Concernant la plaque de 5 mm d'épaisseur, la transition entre la ZAT et le métal de base est très bien prévue. En revanche,

la largeur de ZAT prévue par le modèle pour la plaque de 2 mm d'épaisseur est plus large que la ZAT expérimentale (5 mm pour la simulation et 3 mm expérimentalement).

Il est possible d'observer sur la Figure 5.15 que l'augmentation de la limite d'élasticité en fin de ZAT est due à une augmentation de la fraction volumique et du rayon moyen des précipités. La fin de la ZAT simulée correspond à une température maximale atteinte d'environ 800°C. Concernant la plaque de 2 mm d'épaisseur, le rayon et la fraction volumique augmentent plus loin que n'a lieu l'augmentation de la limite d'élasticité expérimentale (car la température maximale atteinte diminue moins rapidement, en s'éloignant de la ligne de fusion, que celle de la plaque de 5 mm d'épaisseur), ce qui a pour conséquence une ZAT prévue trop large.

Plusieurs points demandent une analyse plus précise :

- La limite d'élasticité dans la zone fondue est plus importante que celle du matériau remis en solution, donc la précipitation doit avoir lieu lors du refroidissement.
- La limite d'élasticité simulée dans la zone fondue et dans une grande partie de la ZAT est constante dans le cas des deux plaques.

Afin d'analyser ces différentes observations, l'évolution en fonction du temps des paramètres microstructuraux et de la limite d'élasticité est tracée sur la Figure 5.19 (pour la plaque de 5 mm d'épaisseur) et sur la Figure 5.20 (pour celle de 2 mm d'épaisseur). Ces données sont tracées pour divers points, situés au centre de l'échantillon en hauteur et à différentes distances de la ligne de fusion (voir Table 5.1 et la Figure 5.18 pour la localisation de ces points).

**Table 5.1. Localisation des points des plaques soudées pour une analyse de la précipitation et de la limite d'élasticité en fonction du temps**

	Nom	Distance au cordon de soudure (mm)
Plaque de 5 mm d'épaisseur	pt1	0,2
	pt2	3
	pt3	4,2
Plaque de 2 mm d'épaisseur	pt4	0,2
	pt5	5
	pt6	8,2

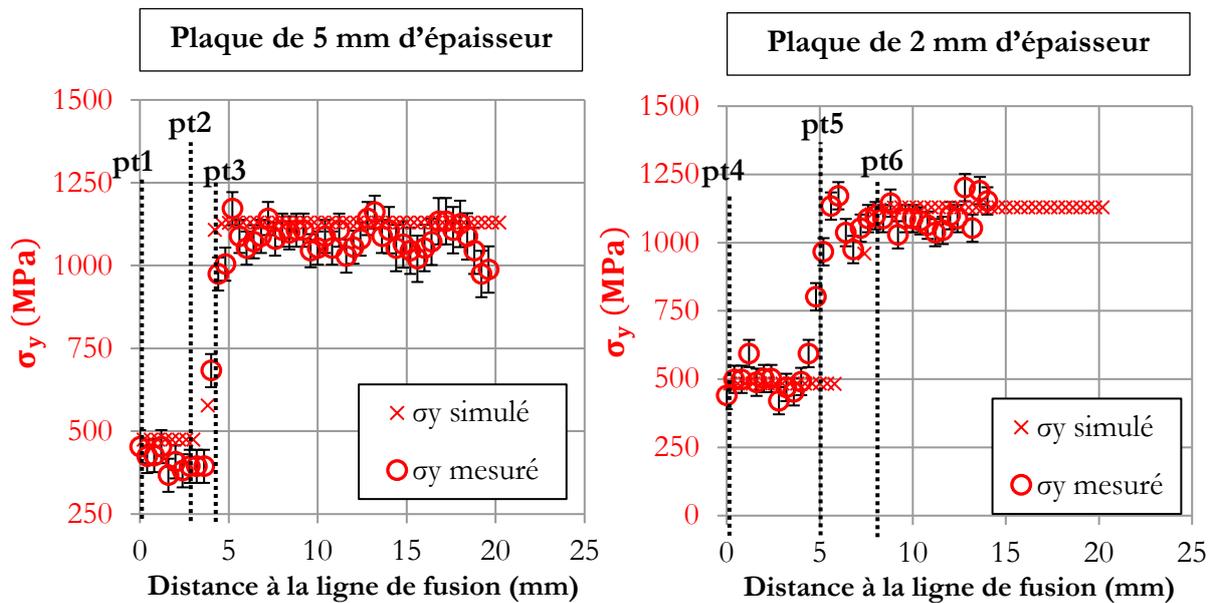


Figure 5.18 - Localisation des points des plaques soudées pour une analyse de la précipitation et de la limite d'élasticité en fonction du temps

Afin d'expliquer pourquoi la limite d'élasticité dans la zone fondue est plus importante que celle du matériau remis en solution, les points pt1 et pt2 peuvent être utilisés pour la plaque de 5 mm d'épaisseur et pt4 et pt5 pour celle de 2 mm d'épaisseur : les simulations prévoient que les températures maximales atteintes pour ces quatre points (1665°C pour pt1, 1010 °C pour pt2, 1960 °C pour pt4 et 1030°C pour pt5) sont suffisantes pour dissoudre totalement les précipités (le rayon moyen et le nombre de précipités atteignent 0). Quand la température, lors du refroidissement, descend en dessous de la température de dissolution de la phase  $\gamma''$  (qui est d'environ 900°C) et ce jusqu'à environ 630°C, la précipitation a lieu. La fraction volumique a le temps de monter jusqu'à 5 % dans le cas de la plaque de 5 mm d'épaisseur et 6,7 % pour la plaque de 2 mm. Cela correspond à une augmentation du rayon moyen et du nombre de précipités durant le refroidissement et se traduit par une légère augmentation de la limite d'élasticité, passant de 352 à 475 MPa pour la plaque de 5 mm et de 352 à 484 MPa pour celle de 2 mm.

Afin de comprendre pourquoi le modèle prévoit que la limite d'élasticité simulée dans la zone fondue et dans une grande partie de la ZAT est constante dans le cas des deux plaques, les mêmes points que précédemment peuvent être utilisés. En effet, la dissolution lors du chauffage et du début du refroidissement est complète dans le cas de ces points. De plus, sur les courbes de la Figure 5.19 et de la Figure 5.20, il peut être observé que les courbes de température des points pt1 et pt2 se rejoignent à partir de températures proches de la température de dissolution de la

phase  $\gamma''$ , température à partir de laquelle cette phase précipite de nouveau. Les vitesses de refroidissement dans la zone de re-précipitation sont donc très proches, ce qui explique que les états microstructuraux sont semblables suite aux transitoires thermiques dans cette zone (à la fois en terme de rayon moyen et de nombre de précipités et donc de fraction volumique). Il en est de même pour les points pt4 et pt5 pour la plaque de 2 mm.

Les points pt3 et pt5 correspondent aux derniers points de la ZAT, respectivement de la plaque de 5 mm et de 2 mm d'épaisseur. Il est possible d'observer que pour ces points, la température atteinte permet la précipitation de la phase  $\gamma''$ . Cependant, comme la dissolution est très faible et que l'état de base du matériau est très précipité, il y a peu de niobium en solution solide pour continuer la précipitation. Pour ces deux points, les paramètres microstructuraux, tout comme la limite d'élasticité, n'évoluent que très peu pendant le transitoire thermique. Une légère diminution de la fraction volumique, allant de pair avec une diminution du rayon moyen, est observable dans les deux cas à la fin de la chauffe et au début du refroidissement. Cela correspond à une faible dissolution des précipités  $\gamma''$ .

Le modèle utilisé reproduit bien la limite d'élasticité du matériau de base ainsi que celle de la ZAT, qui correspond à un état faiblement précipité. Le modèle prévoit une dissolution totale des précipités dans la majeure partie de la ZAT, suivie d'une précipitation faible durant le début de refroidissement, aboutissant à un état légèrement durci. Les points de la ZAT et de la zone fondue, auxquels la dissolution est totale pendant la chauffe, ont des vitesses de refroidissement semblables dans l'intervalle de températures auquel précipite la phase  $\gamma''$  durant le refroidissement. Cela explique la limite d'élasticité constante dans la majeure partie de la ZAT ainsi que dans la zone fondue, prévue par le modèle. La fin de la ZAT correspond à une zone dans laquelle la dissolution des précipités  $\gamma''$  est partielle, jusqu'à un point où les températures atteintes sont insuffisantes pour provoquer cette dissolution. Cette limite de ZAT est très bien prévue par le modèle dans le cas de la plaque de 5 mm d'épaisseur. En revanche, la ZAT prévue par le modèle pour la plaque de 2 mm d'épaisseur est 2 mm trop large. Cette imprécision de largeur de ZAT simulée peut être due à un champ thermique inexact. En effet, comme expliqué au début de la partie 5.2, le modèle thermique a été recalé à partir des mesures de cordon de soudure. Une mesure imprécise conduit à un champ thermique altéré.

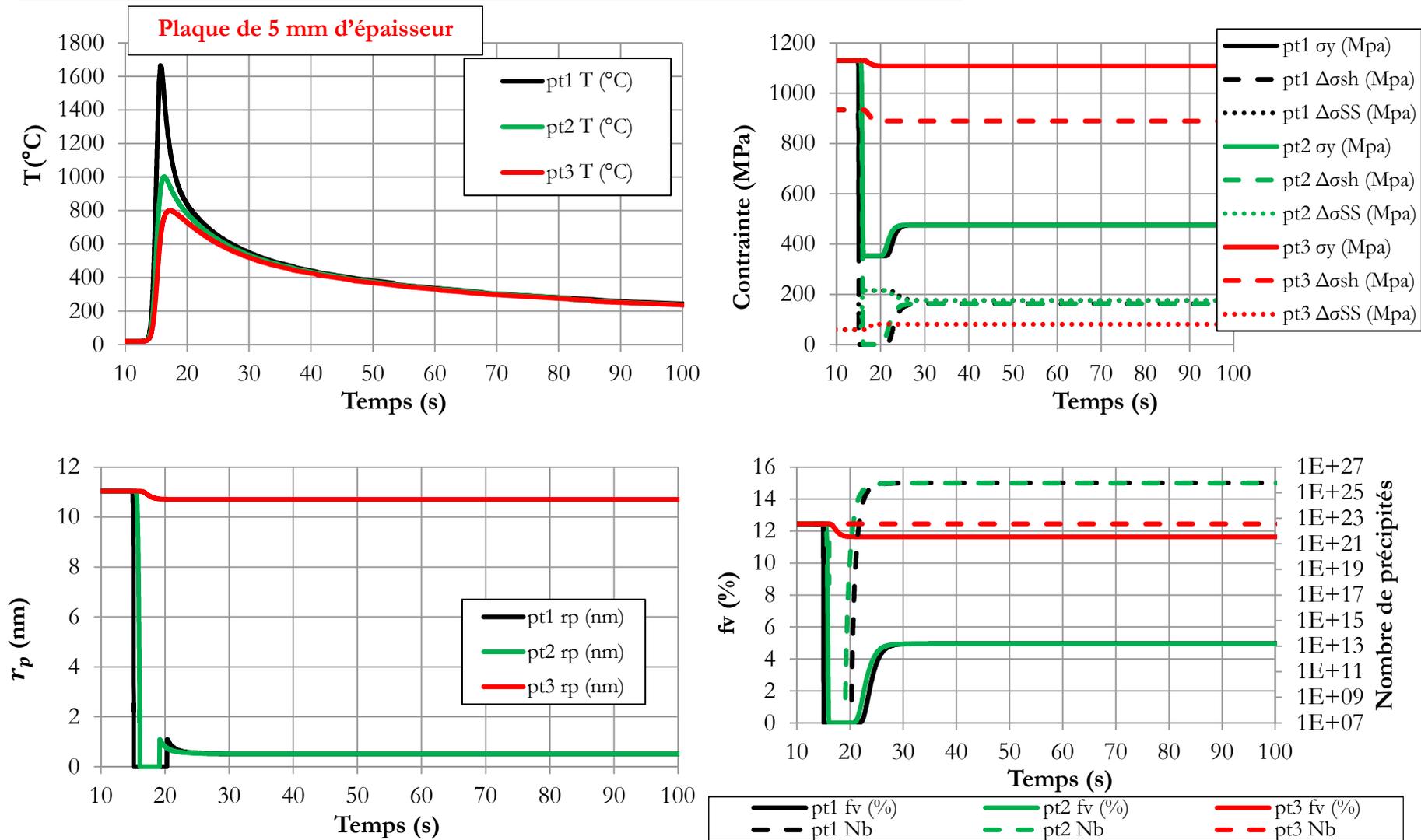


Figure 5.19 - Evolution en fonction du temps des paramètres microstructuraux et de la limite d'élasticité des points pt1, pt2 et pt3 sélectionnés sur la plaque de 5 mm d'épaisseur

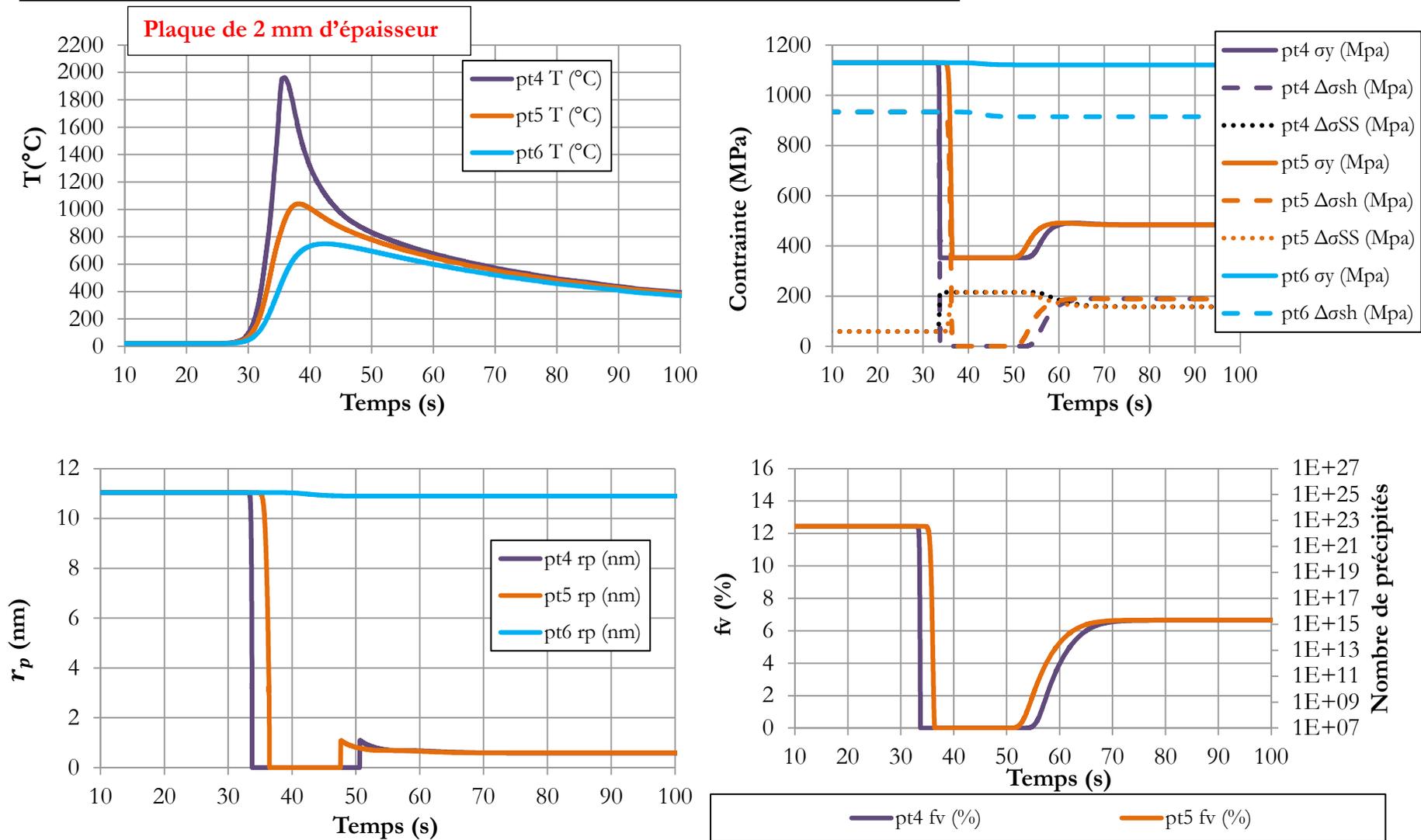


Figure 5.20 - Evolution en fonction du temps des paramètres microstructuraux et de la limite d'élasticité des points pt4, pt5 et pt6 sélectionnés sur la plaque de 2 mm d'épaisseur

### 5.3. *Bilan de chapitre 5*

L'Inconel 718® est un superalliage possédant une soudabilité plus importante que la plupart des autres superalliage, ce qui explique en partie sa grande utilisation.

Les dommages, tels que la fissuration de solidification et de liquation, sont évités en affinant la composition chimique de l'alliage. Cela évite la formation de phases fragiles telles que les phases de Laves, sensibles notamment à la fissuration de liquation.

L'alliage est protégé de la fissuration au revenu grâce à son durcissement lent, par rapport aux autres superalliage utilisables dans les mêmes conditions.

Afin de valider le modèle de précipitation ainsi que celui de prévision de la limite d'élasticité dans le cas de traitements thermiques anisothermes, une ligne de fusion a été tracée sur deux plaques de différentes épaisseurs avec deux techniques de soudage : le soudage TIG pour la plus fine des plaques et le soudage plasma pour la plus épaisse. Les lignes de fusion ont été effectuées par Safran Aircraft Engines, dans des conditions industrielles. Cela permet de tester les modèles présentés pour une application industrielle.

Le modèle permet de bien retrouver la cartographie de dureté mesurée expérimentalement (puis reconvertie en limite d'élasticité), notamment dans le cas de la plaque la plus épaisse. En ce qui concerne la plaque la plus fine, la ZAT prévue par le modèle est 2 mm plus large que celle mesurée expérimentalement. Un champ thermique simulé altéré par une mesure imprécise du cordon de soudure est une explication possible de cet écart.

# Synthèse générale de la thèse



## Rappel des objectifs

Le premier objectif de cette étude était la mise au point d'un modèle physique de précipitation de la phase  $\gamma''$ , principal acteur du durcissement structural de l'Inconel 718<sup>®</sup>. Le second objectif était le développement d'un modèle à base physique permettant de prédire la limite d'élasticité de l'Inconel 718<sup>®</sup> à partir de son état de précipitation précédemment simulé.

## Précipitation de la phase $\gamma''$

Le début de ces travaux a été consacré à l'étude des phénomènes physiques mis en jeu lors de la précipitation des phases intermétalliques de cet alliage, tout particulièrement de la phase  $\gamma''$ . L'observation expérimentale de la précipitation de la phase  $\gamma''$ , décrite dans le Chapitre 1 est une part importante de cette thèse. Pour cela, diverses techniques complémentaires ont été utilisées afin d'avoir une description complète de l'état de précipitation pour plusieurs traitements thermiques. Ces résultats sont ensuite utilisés par la suite comme données de validation des modèles de précipitation et de limite d'élasticité. Tout d'abord, la DSC a permis de déterminer les domaines de précipitation des phases intermétalliques de l'alliage étudié. Ensuite, une campagne de DNPA a fourni des informations concernant le rayon moyen ainsi que la fraction volumique précipitée de la phase  $\gamma''$  pour les divers traitements thermiques menés, données très rares dans la littérature. Les distributions de taille de la phase  $\gamma''$  pour ces mêmes traitements thermiques ont été tracées grâce à une campagne d'observation MET.

La précipitation de la phase  $\gamma''$  a ensuite été modélisée *via* un modèle classique de germination et de croissance, implémenté dans le logiciel PreciSo. Dans le Chapitre 2, une approche de modélisation multi-classe avec une gestion de type Lagrangienne est proposée. Elle est basée sur le modèle numérique de Kampmann et Wagner. Les équations du modèle, originellement développées pour des particules sphériques, ont été adaptées à une géométrie de précipités sous forme de disques. Les données d'entrées du modèle ont été décrites et déterminées expérimentalement, grâce à des données issues de la campagne expérimentales de cette étude ou de la littérature. Cette approche a été validée dans ce chapitre pour des traitements thermiques isothermes, un diagramme TTT complet simulé de la phase  $\gamma''$  est alors proposé. Cependant, ce type de modélisation permet également de simuler la précipitation dans le cas de transitoires thermiques.

## Mécanismes de durcissement

Dans le Chapitre 3, les différents mécanismes de durcissement ont été décrits et l'influence de la précipitation sur la limite d'élasticité de l'Inconel 718<sup>®</sup> mise en évidence, grâce notamment à des essais de traction uniaxiaux, menés sur des éprouvettes ayant subi divers traitements thermiques et donc possédant un état de précipitation différent. L'importance de la précipitation de la phase  $\gamma''$  sur le durcissement structural a ainsi été mise en lumière.

L'effet de cette phase sur le durcissement structural a ensuite été simulé dans le Chapitre 4. Les données de simulation de la précipitation développée dans le Chapitre 2 sont utilisées dans un modèle de prévision de la limite d'élasticité, basé sur les travaux de Friedel et Kocks. Ce modèle prend en compte la distribution complète de taille calculée par PreciSo, ainsi que le durcissement dû à la présence de niobium en solution solide (seul élément dont la quantité varie durant la précipitation de la phase  $\gamma''$ ). La contribution de la précipitation au durcissement est divisée en deux types de mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations : le cisaillement et le contournement. Le choix du mécanisme de franchissement dépend du rayon de la classe de précipités considérée. Les résultats de ce modèle ont été validés grâce aux limites d'élasticité expérimentalement déterminées dans le Chapitre 3 pour divers traitements isothermes. Le diagramme TTT précédemment simulé est complété par l'ajout d'une cartographie de limite d'élasticité en tout point.

## Application des modèles de précipitation et de limite d'élasticité au cas du soudage

Le Chapitre 5 est dédié à l'application industrielle des modèles proposés dans ces travaux de thèse. Certaines pièces en Inconel 718<sup>®</sup> sont assemblées grâce aux techniques de soudage par fusion. Une ligne de fusion a été tracée sur deux plaques d'épaisseurs différentes par soudage TIG (pour la plus fine des plaques) et par soudage plasma (pour la plus épaisse). Des échantillons ont été prélevés perpendiculairement à la ligne de fusion sur chacune des deux plaques. Ensuite, des essais d'indentation ont permis de dresser une cartographie de dureté dans toute l'épaisseur des plaques. Enfin, les résultats de dureté ont été convertis en limite d'élasticité puis comparés avec succès aux résultats du modèle de prévision de limite d'élasticité précipitation-dépendante. L'approche proposée a donc été validée dans le cas de transitoires thermiques rapides représentatifs de conditions industrielles de soudage.

# Perspectives



## Etude expérimentale de la précipitation de la phase $\gamma''$

Afin de compléter les données concernant la précipitation de la phase  $\gamma''$ , plusieurs pistes méritent d'être explorées. Tout d'abord, les essais de PTE présentés en Annexe C peuvent être approfondis afin d'obtenir, à terme, l'évolution de la fraction volumique en fonction du temps et de la température. Ces essais ne sont cependant pas calibrés pour obtenir directement la fraction volumique précipitée. De plus, pour chaque temps et température étudiés, un échantillon est nécessaire, ce qui requiert un temps important avant d'obtenir les informations désirées. D'autres campagnes de DNPA sont à envisager afin de compléter les données concernant la fraction volumique. Cette technique a déjà fourni des informations satisfaisantes, cependant le traitement des données est long et nécessite un expert du domaine afin d'être analysé convenablement. Un des inconvénients de ces techniques est qu'elles ne sont pas in-situ. En effet, la précipitation simulée étant très rapide (de l'ordre de quelques secondes ou dizaines de secondes), effectuer des traitements isothermes précis aussi courts n'est pas aisé, ce qui rend délicat la validation des simulations du début de la précipitation avec ces techniques.

Des essais de diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS) ont été menés en toute fin de thèse (voir (Deschamps & De Geuser, 2013) pour une description de cette technique). Du fait du manque de recul pour avoir une analyse juste des résultats de ces essais, ces derniers n'ont pas été inclus dans ce manuscrit. Néanmoins, ces résultats sont encourageants et de nouvelles campagnes de SAXS sont à envisager. En effet, ces essais, menés au laboratoire SIMAP à l'INP Grenoble avec Alexis Deschamps et Frédéric De Geuser, ont été menés in-situ à plusieurs températures : 620, 670 et 720°C. Cette méthode permet d'obtenir l'évolution en temps réel de la fraction volumique et du rayon moyen d'une population de précipités de petites tailles (jusqu'à environ 10 nm de rayon dans le cas du montage utilisé) pendant un traitement thermique imposé. Les limitations sont, tout d'abord, la limitation des tailles visibles liées à la distance entre l'échantillon et le détecteur. Ensuite, la résolution temporelle des mesures est liée au contraste entre la matrice et le précipité observé, qui est lui-même lié à la différence des numéros atomiques de ces derniers. En ce qui concerne les phases  $\gamma''$  et  $\gamma'$ , leur contraste par rapport à la matrice  $\gamma$  est très faible, donc le temps de comptage minimum est de plusieurs dizaines de secondes entre chaque mesure (pour la source utilisée). Cela peut être un souci dans le cas de précipitation rapide. Enfin, les résultats sont très sensibles à la précision de la composition des phases en présence. Prendre la composition générique de  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  de la phase  $\gamma''$  ou la composition mesurée par sonde atomique

(précisée sur la Figure 1.7) change sensiblement les résultats tant au niveau de rayon moyen que de la fraction volumique. Malgré ces limitations, cette technique est prometteuse et de nouvelles campagnes expérimentales au SIMAP ou au Synchrotron SOLEIL (pour plus de puissance et donc une meilleure résolution temporelle) permettraient d'avoir des données d'évolution continue de la fraction volumique, actuellement absentes de la littérature.

### **Modélisation de la précipitation de la phase $\gamma''$**

Quelques pistes d'amélioration du modèle de précipitation ont été émises à la fin du Chapitre 2 et seront rappelées ici.

Tout d'abord, les données d'entrées ainsi que de validation peuvent être affinées, notamment grâce aux perspectives expérimentales précédemment exposées.

Ensuite, la diffusion considérée dans le modèle présenté est considérée comme étant homogène. Or, la densité de joints de grains, de joints de macles ou encore la densité de dislocations vont influencer localement la diffusion qui présentera alors une distribution et non plus une valeur unique. De plus, la composition chimique de la phase  $\gamma''$  modélisée est considérée comme étant  $Ni_3Nb$ . Or, les mesures de sonde atomiques de Miller *et al.* (Miller & Babu, 2008) montrent une composition beaucoup plus complexe. Il faut alors considérer la diffusion de tous ces éléments dans le matrice et plus seulement celle du niobium.

Enfin, des travaux très récents de Holmeda *et al.* (Holmeda, Osmundsen, & Du, 2016) et Du *et al.* (Du, Holmedal, Friis, & Marioara, 2016) permettent d'adapter les équations du modèle KWN à la précipitation des particules non-sphériques. Dans cette étude, l'analyse de Ham a été utilisée (Ham, 1959) afin de déterminer des fonctions correctrices de l'équation de croissance pour des précipités sous forme de cuboïdes et d'ellipsoïdes allongées (grains de riz). Cependant, dans le cas de cette étude, les précipités modélisés sont de forme ellipsoïdale aplatie. La fonction correctrice doit donc être recalculée pour de telles particules avec une méthode similaire aux études (Holmeda, Osmundsen, & Du, 2016) et (Du, Holmedal, Friis, & Marioara, 2016). Une autre fonction correctrice est calculée analytiquement pour prendre en compte un facteur de forme non constant dans l'effet Gibbs-Thomson. Les équations de croissance considérées dans ces études sont les équations pour des précipités sphériques qui sont ensuite multipliées par ces fonctions correctrices dépendant du facteur de forme (non constant).

## Prédiction des propriétés mécaniques liées à la précipitation

Tout d'abord, certaines voies d'améliorations du modèle de prédiction de la limite d'élasticité ont été formulées en fin de Chapitre 4. La principale amélioration de ce modèle consiste à se rapprocher des phénomènes physiques réels mis en jeu lors du franchissement des précipités par les dislocations. Pour cela, les travaux de Oblak *et al.* (Oblak, Paulonis, & Duvall, 1974) (Oblak, Duvall, & Paulonis, 1974) et de Sundararaman (Sundararaman & Singh, 1993) (Sundararaman, Mukhopadhyay, & Banerjee, 1988) sont une base solide. En effet, dans le modèle proposé dans la présente étude, une seule dislocation est nécessaire au franchissement du précipité, or, d'après Oblak *et al.* et Sundararaman *et al.*, un quadruplet de dislocations est nécessaire afin de franchir un précipité tout en assurant le rétablissement de l'ordre cristallographique. Des modèles sont proposés dans leurs études qui ne sont cependant pas suffisants pour expliquer le durcissement important de l'Inconel 718<sup>®</sup> dû aux cisaillement des trois variants des précipités  $\gamma''$ . Une étude approfondie de ces phénomènes est nécessaire pour une meilleure compréhension de ce durcissement structural.

Ensuite, lors de ces travaux, seule l'évolution, suite à un traitement thermique quelconque, de la limite d'élasticité, à température ambiante, a été simulée. Dans de futurs travaux, la modélisation de la limite d'élasticité en température devrait être effectuée, en vue de se rapprocher des conditions d'utilisation de cet alliage dans les disques de turbine ( $T \approx 600^\circ\text{C}$ ), et ainsi progresser dans la prédiction la durée de vie des composants en Inconel 718<sup>®</sup>.

Toujours dans le but de se rapprocher des conditions d'utilisation des pièces en Inconel 718<sup>®</sup>, la modélisation de l'écrouissage isotrope et cinématique dans le cas de sollicitations cycliques à froid, puis à chaud, est à envisager. Les travaux de Bardel *et al.* (Bardel D. , 2014) (Bardel, Perez, Nelias, Dancette, Chaudet, & Massardier, 2015) sont une bonne base de modélisation des phénomènes physiques en jeu à adapter au cas de l'Inconel 718<sup>®</sup>. Ces travaux se basent notamment sur ceux de Sinclair *et al.* (Sinclair, Poole, & Bréchet, 2006), Estrin (Estrin, 1996), Ashby (Ashby, 1966), Brown et Stobbs (Brown & Stobbs, 1971) ainsi que de Proudhon *et al.* (Proudhon, Poole, Wang, & Bréchet, 2008).



# Bibliographie

- Ardell, A. (1985). Precipitation hardening. *Metallurgical Transactions*, 16A, 2131-2165.
- Ashby, M. (1966). Work hardening of dispersion-hardened crystals. *Philosophical Magazine*, 14, 1157-1178.
- Azadian, S., Wei, L.-Y., & Warren, R. (2004). Delta phase precipitation in Inconel 718. *Materials Characterization*, 53, 7-16.
- Bardel, D. (2014). *Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après transitoire thermique*. Thèse de Doctorat, INSA de Lyon.
- Bardel, D., Perez, M., Nelias, D., Dancette, S., Chaudet, P., & Massardier, V. (2015). Cyclic behaviour of a 6061 aluminium alloy: Coupling precipitation and elastoplastic modelling. *Acta Materialia*, 83, 256-268.
- Bardel, D., Perez, M., Nelias, D., Deschamps, A., Hutchinson, C., Maisonnette, D., et al. (2014). Coupled precipitation and yield strength modelling for non-isothermal treatments of a 6061 aluminium alloy. *Acta Materialia*, 62, 129-140.
- Beltran, A. M., Sims, C. T., & Hagel, W. C. (1987). *Superalloy II—High Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*.
- Boesch, W., & Canada, H. (1968). Precipitation Reactions and Stability of Ni<sub>3</sub>Cb in Inconel 718 Alloy. *Seven Springs International Symposium*.
- Boesch, W., & Canada, H. (1969). Precipitation Reactions and Stability of Ni<sub>3</sub>Nb in Inconel Alloy 718. *Journal of Metals*, 22, 34-38.
- Borrelly, R., Pelletier, J., & Gobin, P. (1978). Study of precipitation kinetics in Copper-Iron alloys by thermoelectric power measurements. *Acta Metallurgica*, 26(12), 1863-1875.
- Boyd, J., & Nicholson, R. (1971). The coarsening behaviour of  $\theta''$  and  $\theta'$  precipitates in two Al-Cu alloys. *Acta Metallurgica*, 19, 1379-1391.

- Brown, L., & Stobbs, W. (1971). Work-hardening of copper silicia. I. A Model Based on Internal Stresses, with no Plastic Relaxation. *Philosophical magazine*, 23(185), 1185-1199.
- Camus, G. (1986). *Traitements thermomécaniques de l'alliage NC19FeNb (Inconel 718) pour différentes applications sur turbomachines industrielles et aéronautiques*. Thèse de doctorat, Toulouse INP.
- Cazes, R. (1995). Soudage à l'arc. *Techniques de l'ingénieur*.
- Chaturvedi, M., & Han, Y. (1987). Effect of particle size on the creep rate of superalloy Inconel 718. *Material Science and Engineering*, 89, L7-L10.
- Chaturvedy, M., & Han, Y. (1983). Strengthening mechanisms in Inconel 718 superalloy. *Metal Science*, 17, 145-149.
- Chaudhury, P., Zhao, D., Valencia, J., & Holt, G. (1992). High temperature deformation processing of Inconel 718 and waspaloy at high strain rates. *Concurrent engineering approach to materials processing*, 81-92.
- Chen, W., & Chaturvedi, M. (1997). Dependence of creep fracture of Inconel 718 on grain boundary precipitates. *Acta Materialia*, 45, 2735-2746.
- Chokshi, A. H., Rosen, A., Karch, J., & Gleiter, H. (1989). On the validity of the Hall-Petch relationship in nanocrystalline materials. *Scripta Metallurgica*, 23, 1679-1684.
- Chomel, P. (2012). *Technique de l'ingénieur, traité de Génie mécanique*.
- CMP, G. (s.d.). *Machine d'essai de dureté*. Récupéré sur Groupe CMP: [http://www.cmp-calibre.com/index.php/fiche-produit/items/machines\\_essai\\_durete.html](http://www.cmp-calibre.com/index.php/fiche-produit/items/machines_essai_durete.html)
- Coste, S. (2003). *Détermination des lois d'évolution microstructurale de l'alliage 718 lors du matriçage*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse.
- Cozar, R., & Pineau, A. (1973). Influence of coherency strains on precipitate shape in a Fe-Ni-Ta alloy. *Scripta Metallurgica*, 7, 851-854.
- Cozar, R., & Pineau, A. (1973). Morphology of  $\gamma'$  and  $\gamma''$  Precipitates and Thermal Stability of Inconel 718 Type Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions*, 4, 47-59.
- Cuéllar, E., Morin, M., Reyes Melo, E., Ortiz Méndez, U., Guarajo Martínez, H., & Yerena Cortéz, J. (2009). In situ strained Inconel 718 superalloy studied by thermoelectric power technique. *Journal of Alloys and Compounds*, 572-577.

- Decker, R. F., & Sims, C. T. (1972). *The Metallurgy of Nickel-base Superalloys*.
- Dehmas, M., Lacaze, J., Niang, A., & Viguiier, B. (2011). TEM Study of High-Temperature Precipitation of Delta Phase in Inconel 718 Alloy. *Advances in Materials Science and Engineering*.
- Dehmas, M., Lacaze, J., Niang, A., & Viguiier, B. (2011). TEM Study of High-Temperature Precipitation of Delta Phase in Inconel 718 Alloy. *Advances in Materials Science and Engineering*.
- Deschamps, A., & Brechet, Y. (1999). Influence of predeformation and ageing of an Al-Zn-Mg Alloy-II. Modeling of precipitation kinetics and yield stress. *Acta Metallurgica*, 47(1), 293-305.
- Deschamps, A., & De Geuser, F. (2013). Quantitative Characterization of Precipitate Microstructures in Metallic Alloys Using Small-Angle Scattering. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44A, 77-86.
- Deschamps, A., & Perez, M. (2010). Mesoscopic modelling of precipitation: A tool for extracting physical parameters of phase transformations in metallic alloys. *Computational Metallurgy and Scale Transitions*, 11, 236-244.
- Devaux, A. (2007). *Etude de l'influence des traitements thermomécaniques et thermiques sur la microstructure et la tenue en fluage de l'alliage 718*. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- Devaux, A., Nazé, L., Molins, R., Pineau, A., Organista, A., Guédou, J., et al. (2008). Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718. *Materials Science and Engineering, A* 486, 117-122.
- Doherty, R. (1996). *Physical Metallurgy*. North-Holland.
- Donnadieu, P., Roux-Michollet, M., & Chastagnier, V. (1999). A quantitative study by transmission electron microscopy of nanoscale precipitates in Al-Mg-Si alloys. *Philosophical Magazine A*, 79, 1347-1366.
- Du, Q., Holmedal, B., Friis, J., & Marioara, C. D. (2016). Precipitation of Non-spherical Particles in Aluminum Alloys Part II: Numerical Simulation and Experimental Characterization During Aging Treatment of an Al-Mg-Si Alloy. *Metallurgical and Materials Transaction A*, 47A, 589-599.

- Dye, D., Hunziker, O., & Reed, R. C. (2001). Numerical analysis of the weldability of superalloys. *Acta Materialia*, 49, 683-697.
- Eiselstein, H. (1965). Metallurgy of a columbium-hardened nickel-chromium-iron alloy. *Advances in The Technology of Stainless Steels and Related Alloys, ASTM-STP*, 369, 62-79.
- Esmacili, S., Lloyd, D., & Poole, W. (2003). A yield strength model for the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Acta Materialia*, 51, 2243-2257.
- Estrin, Y. (1996). *Unified Constitutive Laws of Plastic Deformation*. (A. Krausz, & K. Krausz, Éd.) Academic Press.
- Fayman, Y. (1987). Microstructural characterization and elemental partitioning in a Direct Aged superalloy (DA 718). *Materials Science and Engineering*, 92, 159-171.
- Fisk, M., Ion, J., & Lindgren, L.-E. (2014). Flow stress model for IN718 accounting for evolution of strengthening precipitates during thermal treatment. *Computational Materials Science*, 82, 531-539.
- Friedel, J. (1964). *Dislocations*. Oxford: Pergamon Press.
- Fukuhara, M., & Sanpei, A. (1993). Elastic moduli and internal frictions of Inconel 718 and Ti-6Al-4V as a function of temperature. *Journal of Materials Science Letters*, 12, 1122-1124.
- Gallais, C., Denquin, A., Bréchet, Y., & Lapasset, G. (2008). Precipitation microstructures in an AA6056 aluminium alloy after friction stir welding: Characterisation and modelling. *Materials Science and Engineering A*, 496, 77-89.
- Ganbaja, J. (2008). *Microscope électronique à transmission et ses techniques d'analyses*. Nancy: Faculté des sciences.
- Gao, M., & Wei, R. (1995). Grain boundary  $\gamma''$  precipitation and niobium segregation in Inconel 718. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 32(7), 987-990.
- Gao, M., Chen, S., & Harlow, D. (1996). Preferential Coarsening of  $\gamma''$  Precipitates in INCONEL 718 During Creep. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27A, 3391-3398.
- Ham, F. (1959). Shape-preserving solutions of the time-dependant diffusion equation. *Quarterly of Applied Mathematics*, 17(2), 137-145.

- Han, Y., Deb, P., & Chaturvedi, M. (1982). Coarsening behaviour of  $\gamma''$  and  $\gamma'$  particles in Inconel alloy 718. *Metal Science*, 16, 555-561.
- Han, Y., Deb, P., & Chaturvedi, M. (1982). Coarsening behaviour of  $\gamma''$ - and  $\gamma'$ -particles in Inconel alloy 718. *Metal Science*, 16, 555-562.
- He, J., Fukuyama, S., & Yokogawa, K. (1994).  $\gamma''$  Precipitate in Inconel 718. *Journal of materials science & technology*, 293-303.
- Hillert, M. (1957). The Role of Interfacial Energy during Solid State Phase Transformation. *Jernkont. Ann*, 141(11), 757-789.
- Holmeda, B., Osmundsen, E., & Du, Q. (2016). Precipitation of Non-Spherical Particles in Aluminum Alloys Part I: Generalization of the Kampmann–Wagner Numerical Model. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47A, 581-588.
- Hong, J., Park, N., Eom, I., Kim, M., & Kang, C. (2008). Microstructures and mechanical properties of Inconel 718 welds by CO<sub>2</sub> laser welding. *Journal of Materials Processing Technology*, 201, 515-520.
- Huang, C., Wang, T., Lee, C., & Han, W. (2005). A study of the heat-affected zone (HAZ) of an Inconel 718 sheet welded with electron-beam welding (ENW). *Materials Science and Engineering A*, 398, 275-281.
- Huebener, R. (1972). Thermoelectricity in metals and alloys. *Solid State Physics*, 27, 63-134.
- Janaki Ram, G., Venugopal Reddy, A., Prasad Rao, K., Reddy, G., & Sarin Sundar, J. (2005). Microstructure and tensile properties of Inconel 718 pulsed Nd-YAG laser welds. *Journal of Materials Processing Technology*, 167, 73-82.
- Jianxin, D., Xishan, X., & Shouhua, Z. (1995). Coarsening behavior of  $\gamma''$  precipitates in modified Inconel 718 superalloy. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 33(12), 1933-1940.
- Kampmann, R., & Wagner, R. (1984). Kinetics of precipitation in metastable binary alloys - theory and application to Cu-1.9 at% Ti and Ni-14 at%. (O. P. Press, Éd.) *Decomposition of alloys: the early stages*, 91-103.
- Karunuratne, M., & Reed, R. (2005). Interdiffusion of Niobium and Molybdenum in Nickel between 900 -1300 °C. *Defect and Diffusion Forum*, 420-425.

- Keiser, D., & Broun, H. (1976). *Review of the physical metallurgy of Alloy 718*. Idaho National Engineering Laboratory. ANCR-1292.
- Kilgren, T. E., & Lacey, C. E. (1946). The Control of Weld Hot Cracking in Nickel Chromium Iron Alloys. *Welding Journal*.
- Kocks, U., & Mecking, H. (2003). Physics and phenomenology of strain hardening : the. *Progress in Materials science*, 48, 171-273.
- Kocks, U., Argon, A., & Ashby, M. (1975). Thermodynamics and kinetics of slip. *Progress in Materials Science*, 19(1).
- Kozar, R., Suzuki, A., Milligan, W., Schirra, J., Savage, M., & Pollock, T. (2009). Strengthening Mechanisms in Polycrystalline Multimodal Nickel-Base Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40A, 1588-1603.
- Kumar, K. S., Van Swygenhoven, H., & Suresh, S. (2003). Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys. *Acta Materialia*, 51, 5743-5774.
- Lingenfelter, A. (1989). Welding of Inconel alloy 718: A historical overview. *Superalloy 718 - Metallurgy and Applications* (pp. 673-683). E.A. Loria The Minerals, Metals & Materials Society.
- Liu, W., Chen, Z., & Yao, M. (1999). Effect of cold rolling on precipitation behavior of delta phase in Inconel 718. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30A, 31-40.
- Maisonnette, D. (2010). *Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6*. Thèse de Doctorat, INSA de Lyon.
- Mathon, M.-H. (s.d.). Small Angle Neutron Scattering. *Fan du LLB 2013*.
- Maugis, P., Soisson, F., & Lae, L. (2005). Kinetics of precipitation: comparison between Monte Carlo simulations, cluster dynamics and the classical theories. *Defect and Diffusion Forum*, 237-240, 671-676.
- Miller, M., & Babu, S. (2008). *Phase compositions in alloy 718: A comparison between APT/APFIM measurements and thermodynamic prediction*. Oak Ridge National Laboratory, Metals and Ceramics Division.

- Mishima, Y., Ochiai, S., Hamao, N., Yodogawa, M., & Suzuki, T. (1986). Solid Solution Hardening of Nickel - Role of Transition Metal and B-subgroup Solutes -. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 27(9), 656-664.
- Mons, C. (1996). Traitements thermiques des superalliages. *Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques*.
- Myhr, O., Grong, O., & Andersen, S. (2001). Modelling of the age hardening behaviour of Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia*, 49, 65-75.
- Myhr, O., Grong, O., Fjær, H., & Marioara, C. (2004). Modelling of the microstructure and strength evolution in Al–Mg–Si alloys during multistage thermal processing. *Acta Materialia*, 52, 4997-5008.
- Nembach, E. (2006). The high temperature peak of the yield strength of  $\gamma'$ -strengthened superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 429, 277-286.
- Nembach, E., Schänzer, S., Schröer, W., & Trinckauf, K. (1988). Hardening of nickel-base superalloys by high volume fractions of  $\gamma'$ -precipitates. *Acta Metallurgica*, 36, 1471-1479.
- Nembach, E., & Neite, G. (1985). Precipitation hardening of superalloys by ordered  $\gamma'$ -particles. *Progress in Materials Science*, 29, 177-319.
- NF EN ISO 643. (2013).
- Niang, A. (2010). *Contribution à l'étude de la précipitation des phases intermétalliques dans l'alliage 718*. Thèse de doctorat, Université de Toulouse.
- Niang, A., Viguiier, B., & Lacaze, J. (2010). Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718. *Materials Characterization*, 61(5), 525-534.
- Nie, J., Muddle, B., & Polmear, I. (1996). The effect of precipitate shape and orientation on dispersion strengthening in high strength aluminium alloys. *Materials Science Forum*, 217-222, 1257-1262.
- Nordheim, L., & Gorter, C. (1935). *Bemerkungen über Thermokraft und Widerstand*. *Physica* (Vol. 2).
- Norme EN ISO 6507-1-Matériaux métalliques - Essai de dureté Vickers - Partie 1 : méthode d'essai. (2006).

- Norme EN ISO 6507-2-Matériaux métalliques - Essai de dureté Vickers - Partie 2: Vérification et étalonnage des machines d'essai. (2006).
- Norme EN ISO 6507-3-Matériaux métalliques - Essai de dureté Vickers - Partie 3: Étalonnage des blocs de référence. (s.d.).
- Oblak, J., Duvall, D., & Paulonis, D. (1974). An Estimate of the Strengthening Arising from Coherent, Tetragonally-distorted Particles. *Materials Science and Engineering*, 51-56.
- Oblak, J., Paulonis, D., & Duvall, D. (1974). Coherency Strengthening in Ni Base Alloys Hardened by D022  $\gamma''$  Precipitates. *Metallurgical Transactions*, 5, 143-153.
- Ordei-Basile, A., & Radavich, J. (1991). A current TTT diagram for wrought alloy 718. Dans E. Loria (Éd.), *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*. The Minerals, Metals and Materials Society.
- Pang, X. J., Dwyer, M., Valerio, P., & Wei, R. P. (1994). Surface enrichment and grain boundary segregation of niobium in Inconel 718 single- and poly-crystals. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 31(3), 345-350.
- Patil, R., & Kale, G. (1996). Chemical diffusion of niobium in nickel. *Journal of Nuclear Material*, 230, 57-60.
- Paulonis, D., Oblak, J., & Duval, D. (1969). Precipitation in nickel-base alloy 718. *Trans. ASM*, 62, 611-622.
- Pease, G. R. (1957). The Practical Welding Metallurgy of Nickel and High Nickel Alloys. *Welding Journal*.
- Perez, M. (2005). Gibbs–Thomson effects in phase transformations. *Scripta Materialia*, 52, 709-712.
- Perez, M. (2007). *Approche multi-échelle de la précipitation*. Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches.
- Perez, M., Dumont, M., & Acedo-Reyes, D. (2008). Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation. *Acta Materialia*, 56, 2119-2132.

- Perez, M., Dumont, M., & Acevedo-Reyes, D. (2009). Corrigendum to “Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation” [Acta Materialia 56 (2008) 2119–2132]. *Acta Materialia*, 57, 1318.
- Perez, M., Massardier, V., & Klerber, X. (2009). Thermoelectric power applied to metallurgy: principle and recent applications. *International Journal of Materials Research*, 100, 1461-1465.
- Porter, D., & Easterling, K. (1992). *Phase transformation in metals and alloys*. London : Chapman and Hall.
- Principe du soudage TIG*. (s.d.). Récupéré sur site Web ATS Poligny: <http://ats-france.e-monsite.com/pages/soudage-tig/principe-du-soudage-tig.html>
- Proudhon, H., Poole, W., Wang, X., & Bréchet, Y. (2008). The role of internal stresses on the plastic deformation of the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Philosophical Magazine*, 88, 621-640.
- Reed, R. (2006). *The superalloys: fundamentals and applications*. Cambridge: Cambridge University Press.
- Roth, H., Davis, C., & Thomson, R. (1997). Modeling Solid Solution Strengthening in Nickel Alloys. *Metallurgical and Materials Transaction A*, 28A, 1329-1335.
- Rouget, J.-L. (2008). <https://www.maths-france.fr/MathSpe/GrandsClassiquesDeConcours/Integration/IntegraleDeGauss.pdf>.
- Russell, K. (1968). *Phase transformations*. American society for metals.
- Simar, A., Bréchet, Y., de Meester, B., Denquin, A., & Pardoën, T. (2007). Sequential modeling of local precipitation, strength and strain hardening in friction stir welds of an aluminum alloy 6005A-T6. *Acta Materialia*, 55, 6133-6143.
- Simar, A., Bréchet, Y., de Meester, B., Denquin, A., Gallais, C., & Pardoën, T. (2012). Integrated modelling of friction stir welding of 6xxx series Al alloys: Process, microstructure and properties. *Progress in Material Science*, 57, 95-183.
- Simonet, L. (2006). *Effet des hétérogénéités sur le Pouvoir Thermoélectrique de l'acier de cuve*. Thèse de doctorat, INSA de Lyon.
- Sinclair, C., Poole, W., & Bréchet, Y. (2006). A model for the grain size dependent work hardening of copper. *Scripta Materialia*, 55, 739-742.

- Slama, C., & Adbellaoui, M. (2000). Structural characterization of aged Inconel 718. *Journal of Alloys and Compounds*, 306, 277-284.
- Slama, C., & Cizeron, G. (1997). Etude du comportement structural de l'alliage NC 19 Fe Nb (Inconel 718). *Journal de Physique III*, 665-688.
- Slama, C., Servant, C., & Cizeron, G. (1997). Aging of the Inconel 718 alloy between 500 and 700°C. *Journal of Materials Research*, 12, 2298-2316.
- Stockinger, M., Kozeschnik, E., Buchmayr, B., & Horvath, W. (2001). Modelling of delta phase dissolution during preheating of Inconel 718 turbine disks. *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives* (pp. 141-148). E.A. Loria The Minerals, Metals & Materials Society.
- Sundararaman, M., & Singh, J. M. (1993). Estimation of order strengthening in Inconel 718 type alloys containing all  $\gamma''$  precipitate variants. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 29, 557-562.
- Sundararaman, M., Mukhopadhyay, P., & Banerjee, S. (1988). Deformation behaviour of  $\gamma''$  strengthened Inconel 718. *Acta Metallurgica*, 36(4), 847-864.
- Sundararaman, M., Mukhopadhyay, P., & Banerjee, S. (1988). Precipitation of the Delta - Ni<sub>3</sub>Nb Phase in Two Nickel Base Superalloys. *Metallurgical Transactions A*, 19A, 453-465.
- Sundararaman, M., Mukhopadhyay, P., & Banerjee, S. (1992). Some Aspects of the Precipitation of Metastable Intermetallic Phases in Inconel 718. *Metallurgical Transactions A*, 23A, 2015-2028.
- Thomas, B., & Schmitt, J.-H. (2002, mars 10). Durcissement des aciers - Mécanismes.
- Thompson, R., & Boutwell, B. (1994). Microstructure analysis of fine grain alloy 718 casting. *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*.
- Vicent, R. (1985). Precipitation around welds in the nickel-base Superalloy, Inconel 718. *Acta Metallurgica*, 33(7), 1205-1216.
- Villars, P. (1997). *Crystallographic data for intermetallic phases* (Vol. 2). ASM international Pearson Handbook, The Materials Information Society.
- Wagner, H., & Hall, A. (1965). *Physical Metallurgy of Alloy 718*. Columbus, OH: Battelle Memorial Institute, Report No. 217.

Wagner, R., & Kampmann, R. (1991). *Materials science and technology: a comprehensive treatment* (Vol. 5). John Wiley & Sons Inc.

Wlodek, S., & Fiedl, R. (1994). The effects of long time exposure on alloy 718. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives* (pp. 659-670). E.A. Loria, The Minerals, Metals & Materials Society.

Yang, L., Chang, K.-M., Mannan, S., & deBarbadillo, J. (1997). A new DTA approach for verifying precipitate solvus in Inconel alloy 718. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives* (pp. 353-365). E.A Loria, The Minerals, Metals and Materials Society.



# Annexes

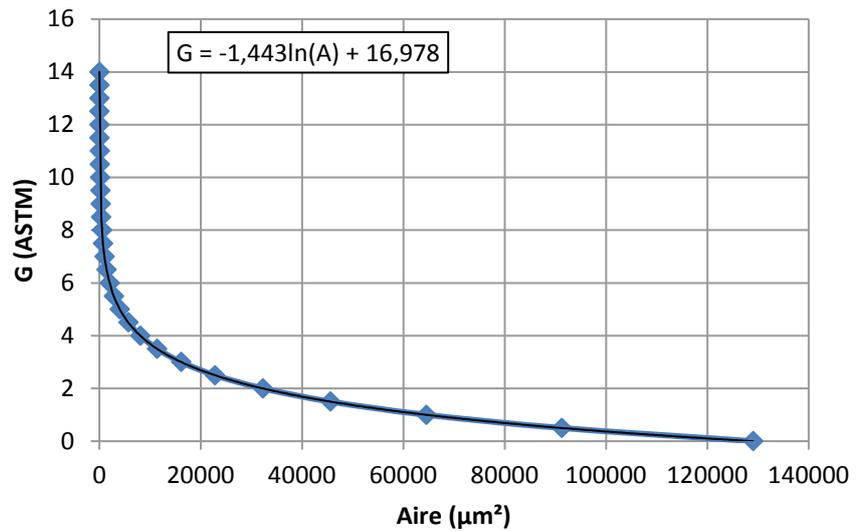
Annexe A.	Relation entre aire moyenne des grains et $G$ .....	215
Annexe B.	Etude de l'homogénéité du lopin de base de 86 kg fourni par Safran Aircraft Engines	216
Annexe C.	Pouvoir Thermoélectrique (PTE) .....	220
Annexe D.	Principe de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) .....	229
Annexe E.	Traitement de mesures brutes de Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA)	231
Annexe F.	Principe de la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) .....	235
Annexe G.	Principe de la Microscopie Electronique en Transmission (MET).....	239
Annexe H.	Calcul de l'enthalpie libre de la solution solide puis de $\Delta g$ .....	242
Annexe J.	Calcul du flux de germination stationnaire $J_s$ .....	250
Annexe K.	Calcul du facteur de Zeldovich $Z$ pour des précipités sphériques .....	253
Annexe L.	Détermination de l'équation illustrant l'effet Gibbs-Thomson .....	255
Annexe M.	Adaptation des équations de germination et de croissance.....	258
Annexe N.	Effet d'un facteur de forme non constant sur la variation de l'enthalpie libre du système	262
Annexe O.	Etude paramétrique du modèle de précipitation .....	264
Annexe P.	Modélisation de la précipitation de la phase $\delta$ dans l'Inconel 718®.....	275
Annexe Q.	Principe de la mesure de dureté .....	285
Annexe R.	Principe des essais de traction uniaxiaux .....	287
Annexe S.	Calcul pour l'expression de la distance inter-particules des précipités cisailés $L_{sh}$	288
Annexe T.	Observation expérimentale des effets des procédés de soudage sur les propriétés mécaniques post-soudage.....	291



## Annexe A. Relation entre aire moyenne des grains et G

G(ASTM)	A(μm <sup>2</sup> )	d(μm)
0	129032	405,3254
0,5	91239	340,8359
1	64516	286,6083
1,5	45620	241,0087
2	32258	202,6627
2,5	22810	170,4189
3	16129	143,3042
3,5	11405	120,5043
4	8065	101,3345
4,5	5703	85,21317
5	4032	71,64986
5,5	2851	60,24953
6	2016	50,6641
6,5	1426	42,61032
7	1008	35,82493
7,5	713	30,13005
8	504	25,33205
8,5	356	21,29022
9	252	17,91246
9,5	178	15,05446
10	126	12,66602
10,5	89,1	10,65109
11	63	8,956232
11,5	44,6	7,535681
12	31,5	6,333012
12,5	22,3	5,328531
13	15,8	4,485218
13,5	11,1	3,759383
14	7,9	3,171528

Les données ci-dessous sont issues de (NF EN ISO 643, 2013).



Avec A l'aire moyen des grains (en μm<sup>2</sup>) et G l'indice conventionnel de taille de grain.

ASTM : American Society for Testing Material. Standards élaborés par l'American Society for Testing Material relatifs aux matériaux, à leurs propriétés et aux tests dont ils doivent faire l'objet. Ces standards sont très généralement pris en compte par le fabricant de matériaux dans leur test et l'établissement de leurs certificats matière, y compris dans le cas où des normes nationales autres sont applicables ou contractuellement imposées par les acheteurs industriels. (issu du site <http://www.enclair.net/Energie/astm.htm>).

## Annexe B. Etude de l'homogénéité du lopin de base de 86 kg fourni par Safran Aircraft Engines

### Microscopie optique pour la mesure de taille de grain du lopin de base

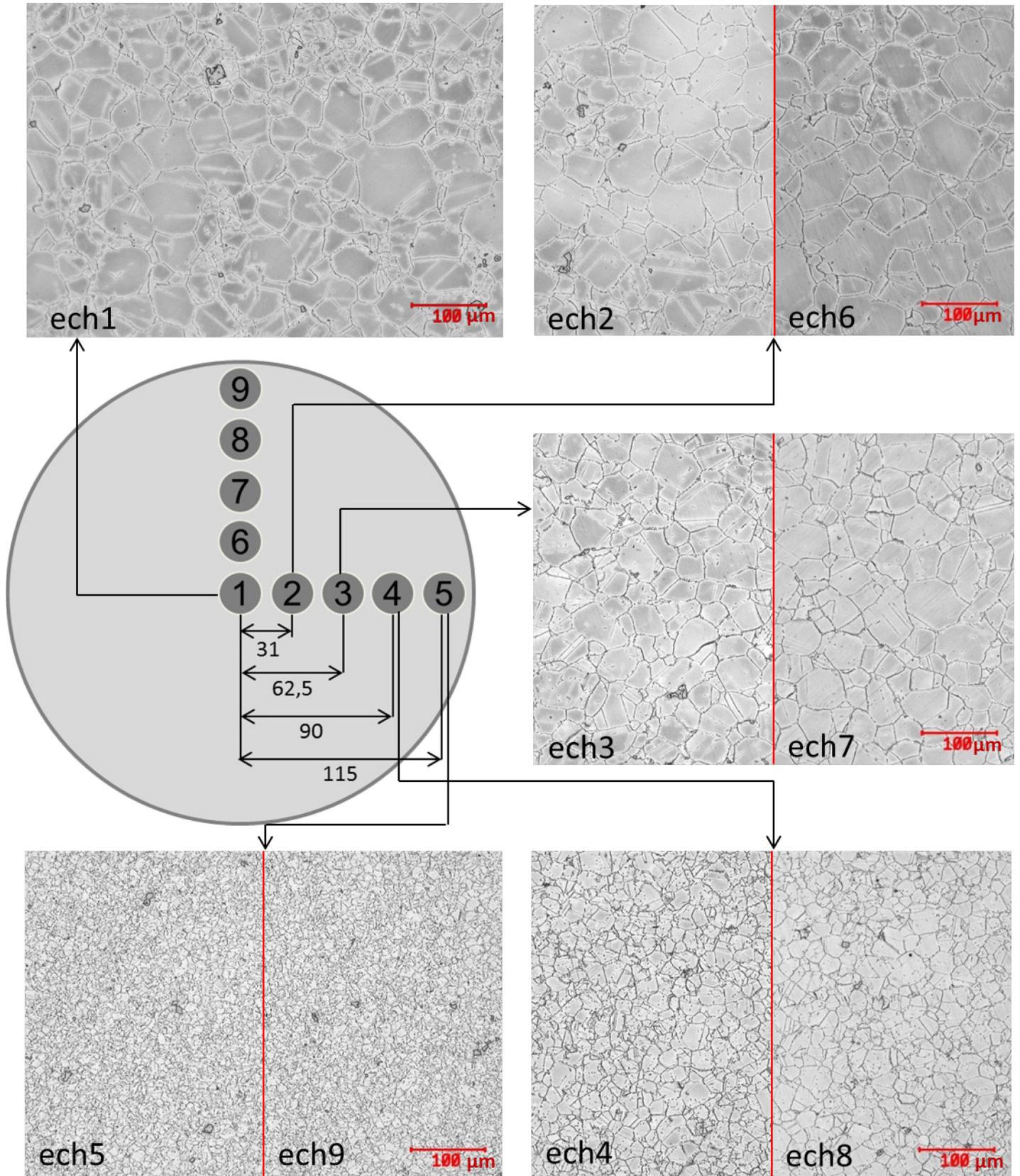


Figure A. 1 - Prélèvement des échantillons et micrographies pour l'étude du lopin de base

Les échantillons ont été prélevés à différentes distances du centre du lopin, comme illustré sur la Figure A. 1 et comme décrit dans la partie 1.3.i.

Le tableau ci-dessous regroupe les résultats de la mesure des tailles de grains dans le lopin de 86 kg fourni par Safran Aircraft Engines. Les tailles de grains sont exprimées en  $\mu\text{m}^2$  puis en ASTM :

**Table A. 1. Taille de grains en fonction de la distance au centre du lopin**

<b>Distance au centre (mm)</b>	<b>Surface moyenne des grains (<math>\mu\text{m}^2</math>)</b>	<b>Diagonale moyenne des grains (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Taille de grains (ASTM)</b>
0	2185,2	26,4	5,5
31	2026,5	25,4	5,6
62,5	1536,8	22,1	6,0
90	417,3	11,5	7,9
115	104,7	5,8	9,9

### **Etude de l'homogénéité du lopin de base**

Ces essais font également partie des essais préliminaires en vue de caractériser l'hétérogénéité du matériau de base (lopin converti). Sur les images au microscope optique après attaque chimique, il est possible d'avoir une idée de la dispersion de la taille de grains moyenne en fonction de la distance au centre du lopin de 86 kg. La Figure A. 2 présente la variation de la taille de grains (ASTM) ainsi que de la dureté Vickers en fonction de la distance au centre du lopin de 86 kg. L'aire moyenne des grains en  $\mu\text{m}^2/100$  est également tracée sur cette courbe. Le centre du lopin correspond à l'abscisse 0 et le bord à l'abscisse 125.

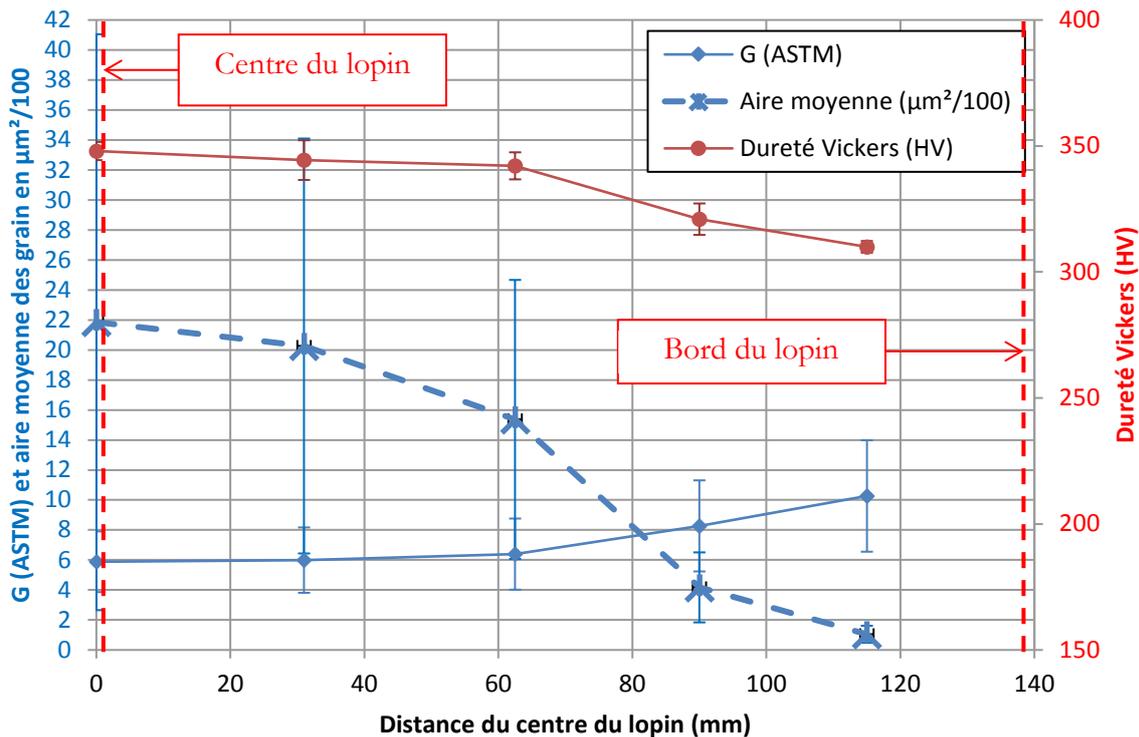


Figure A. 2 - Dureté Vickers et taille de grains en fonction de la distance du centre du lopin de 86 kg

Les mesures de taille de grains ont été décrites dans la partie 1.3.i et les mesures de dureté décrites dans la partie 3.3.ii. Pour les mesures de dureté, les barres d'erreurs correspondent à plus ou moins l'écart type (12 mesures / point). Pour la taille de grains, les barres correspondent également à l'écart type pour plusieurs centaines de mesures de tailles de grains.

L'évolution de la taille de grains (en  $\mu\text{m}^2/100$ ) en fonction de la distance au centre du lopin prend l'allure d'une sigmoïde décroissante. Un palier est observable près du centre (de 0 à un peu moins de 30 cm du centre), ensuite il y a une chute brutale de la taille des grains jusqu'à un palier inférieur proche du bord du lopin (entre 110 et 120 cm du centre du lopin).

Cela peut s'expliquer par la méthode de mise en forme de cette pièce par conversion à chaud : en effet, la taille des grains après mise en forme dépend de la taille des grains avant la mise en forme ainsi que de la température de déformation. Cette croissance des grains au centre du lopin peut probablement s'expliquer par le fait qu'il y a un échauffement adiabatique au centre du lopin pendant la mise en forme (conséquence des fortes déformations qui se concentrent au centre du lopin). Si la température de mise en forme est autour de  $1000^\circ\text{C}$  (température proche de la température de dissolution de la phase  $\delta$ ), l'échauffement adiabatique peut faire monter la température du centre du lopin au-dessus du solvus de la phase  $\delta$ , qui n'ancre alors plus les joints

de grains. Ainsi les grains privés d'entraves à leur croissance vont croître d'avantage au centre et pas en périphérie où la phase  $\delta$  reste présente tout au long du processus de mise en forme.

La dureté du matériau d'étude à l'état de réception est maximale au centre (348 HV), elle diminue légèrement de manière quasi-linéaire jusqu'à mi-rayon. La pente s'accroît grandement à partir de ce point de manière quasi-linéaire également pour arriver à une valeur de 310 HV à 10 mm du bord du lopin.

L'aspect de la courbe de dureté au regard de la variation de la taille de grains est plus problématique. En effet, dans un lopin remis en solution (donc exempt de tous précipités durcissants), les joints de grains ainsi que les éléments en solution solide constituent les principales sources de durcissement structural de l'alliage 718. La part des joints de grains dans le durcissement structural peut être estimée grâce à l'équation de Hall-Petch ( $\sigma_y = \sigma_{pur} + Kd^{-1/2}$ ), avec  $\sigma_{pur}$  la limite d'élasticité du matériau pur,  $K$  une constante et  $d$  le diamètre moyen des grains. Avec cette équation, il est possible d'affirmer que lorsque la taille de grains augmente, le durcissement par la taille de grains diminue. Or, sur la Figure A. 2, il peut être observé que lorsque la taille de grains augmente (du bord vers le centre du lopin), la dureté augmente également. C'est donc plutôt du côté de la précipitation qu'il faut aller chercher une explication. En effet, le centre du lopin a subi un refroidissement plus lent après la mise en forme, donc en plus des grains plus gros au centre, il y a également une plus grande fraction volumique de phase  $\gamma'$  et  $\gamma''$  qui a eu davantage le temps de précipiter au centre qu'en périphérie.

La conclusion de ces essais préliminaires est que le matériau de base n'est pas homogène, il faut donc porter une attention particulière sur la provenance des échantillons au sein du lopin. De même, la mise en solution industrielle effectuée sur le lopin ne permet pas d'avoir une absence totale de précipités durcissants. Il convient donc d'effectuer une remise en solution avec une trempe efficace des échantillons utilisés afin de partir d'une solution solide sursaturée, dépourvue de tout précipité.

## Annexe C. Pouvoir Thermoélectrique (PTE)

### Principe de la technique

Les effets thermoélectriques, à savoir les effets Seebeck, Thomson et Pelletier, ont été découverts au début du *XIX<sup>ème</sup>* siècle. Cependant, l'utilisation du pouvoir thermoélectrique en tant que méthode de caractérisation microstructurale ne commença qu'un siècle et demi après, avec le travail pionnier de Charles Crussard à la fin des années 1940. Avec son coéquipier Francis Aubertin, il a étudié les effets de la contrainte élastique, plastique et de la température sur le PTE (Perez, Massardier, & Klerber, 2009).

La mesure du PTE trouve son origine dans l'effet thermoélectrique appelé effet Seebeck. Cet effet se traduit par le fait qu'un métal placé entre deux conducteurs de même nature (cuivre dans le cas présent) et dont les jonctions sont maintenues à des températures différentes, est le lieu d'une force électromotrice qui engendre une différence de potentiel à ses extrémités. Le PTE est alors défini par le rapport de la différence de potentiel sur le gradient de température imposé aux conducteurs.

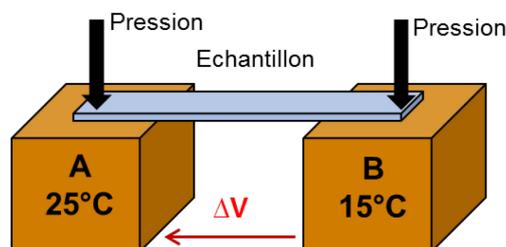


Figure A. 3 - Montage expérimental pour une mesure de PTE

Ainsi, comme défini précédemment :

$$S_{AB} = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (\text{A-1})$$

Avec  $S_{AB}$  le PTE de l'échantillon en  $\text{nV} \cdot \text{K}^{-1}$ ,  $\Delta V$  en Volts et la différence de potentiel mesuré dans l'expérience,  $\Delta T$  est la différence de température des deux conducteurs (ici 10 K).

La variation du PTE de la plupart des métaux en fonction de la température peut se décomposer en 2 composantes, une composante de réseau et une composante diffusionnelle (voir Figure A. 4 et l'équation (A-2)).

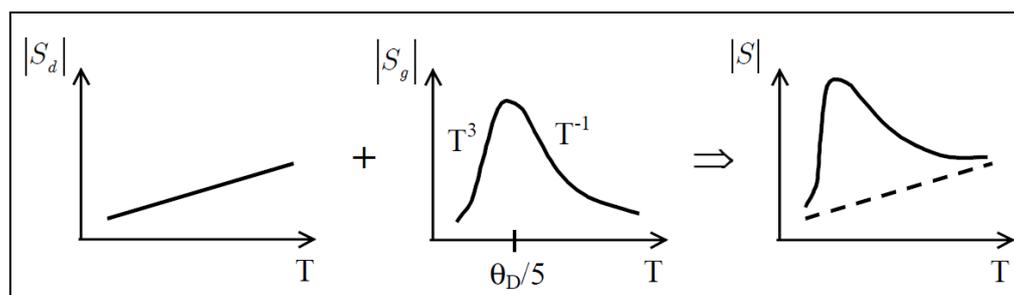


Figure A. 4 - Les différentes composantes du PTE tiré de (Simonet, 2006)

Les 2 composantes du PTE se nomment  $S_d$  pour la composante diffusionnelle et  $S_g$  pour celle de réseau. Le PTE  $S_{AB}$  peut alors être écrit :

$$S_{AB} = S_d + S_g \quad (\text{A-2})$$

La composante diffusionnelle est l'effet de la température sur les électrons de conduction. La variation de cette composante en fonction de la température peut être considérée comme linéaire pour des températures supérieures à la température de Debye  $\theta_D$  (lorsque la température s'élève au-dessus du zéro absolu, tous les atomes d'un solide entrent progressivement en vibration avec une amplitude et une fréquence croissante jusqu'à une température-seuil appelée température de Debye). Pour le nickel, elle est de 477 K, 476 K pour le fer et 606 K pour le chrome.

La composante de réseau représente l'influence des ondes de réseau sur le PTE (interaction phonon-électron donc transfert d'énergie cinétique aux électrons). Cette composante dépend de la probabilité de collision des phonons avec les centres de diffusion comme les électrons, phonons, impuretés ou encore les joints de grains. La température va affecter la nature des collisions :

- Pour les basses températures,  $S_g$  présente une forte croissance (proportionnelle au cube de la température) correspondant aux interactions phonon-électrons majoritaires.
- Pour les températures supérieures à  $\theta_D$ , les interactions majoritaires sont de type phonon-phonon et le PTE varie selon l'inverse de la température (le PTE n'est presque plus affecté par cette composante qui peut être négligée).
- Pour des températures intermédiaires,  $S_D$  passe par un maximum à la température  $\frac{\theta_D}{5}$  (Huebener, 1972).

Dans le cas présenté ici, des études pour des températures de minimum 600°C seront effectuées, donc nettement supérieures à la température de Debye pour l'alliage 718 (température située

autour de celle du nickel, fer et chrome, principaux constituants de l'alliage), la composante de réseau  $S_g$  peut être négligée, seule la composante diffusionnelle influencera la PTE.

L'équation (A-1) peut alors être réécrite sous la forme suivante:

$$S_{AB} = \frac{\Delta V}{\Delta T} = S_d + S_g \approx S_d \quad (\text{A-3})$$

Le PTE d'un matériau métallique est influencé à divers niveaux par tous les défauts de réseau cristallin tels que les atomes de solutés, les précipités, les dislocations... Parmi ces différents paramètres microstructuraux ayant une influence sur le PTE, seuls les 3 cités ci-dessus ont une influence non négligeable, donc :

$$S = S_0 + \Delta S_{SS} + \Delta S_d + \Delta S_p \quad (\text{A-4})$$

Avec  $S_0$  le PTE du métal pur (sans défauts),  $\Delta S_{SS}$  la variation du PTE due aux éléments d'addition en solution solide,  $\Delta S_d$  la variation due aux dislocations et  $\Delta S_p$  celle due aux précipités.

L'élément intéressant dans le cadre de cette étude est l'influence des atomes de soluté en solution solide. En effet, quand les précipités n'ont pas d'influence propre, il est possible d'observer la précipitation grâce à l'évolution du PTE. La précipitation se traduit par un appauvrissement de la solution solide en éléments d'alliage, c'est cet appauvrissement qui est mesuré. L'influence propre des précipités sur le PTE n'a pas été beaucoup étudiée. Cette influence dépend notamment de leur taille, leur forme et leur orientation vis-à-vis du gradient thermique. Borrelly *et al.* (Borrelly, Pelletier, & Gobin, 1978) disent que l'influence des précipités peut être négligée quand ils ont une forme grossière, avec une fraction volumique faible (typiquement  $< 10\%$ ) et quand ils ne créent pas de contraintes locales importantes. Dans le cas des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ , il faudra faire attention à la sensibilité du PTE vis-à-vis des précipités qui peuvent atteindre une fraction volumique importante ainsi qu'une petite taille.

Gorter-Nordheim *et al.* ont formulé une loi (Nordheim & Gorter, 1935) qui peut s'écrire :

$$\rho S = \rho(S - S_0) = \sum_i \rho_i S_i = \sum_i \alpha_i C_i S_i \quad (\text{A-5})$$

Avec  $\rho = \rho_0 + \sum_i \rho_i$  la résistivité du matériau considéré,  $\rho_0$  est la résistivité du métal pur,  $\rho_i$  est la contribution à la résistivité des atomes du soluté  $i$ ,  $C_i$  est la concentration en élément  $i$ ,  $\alpha_i$  est la résistivité spécifique de l'élément  $i$ ,  $S_i$  le PTE spécifique de l'élément  $i$ . Quand la concentration

d'éléments d'alliage est faible ( $<0,1$  %at) ou quand les variations d'éléments en solution sont faibles, la résistivité  $\rho$  peut être considérée comme constante, la loi de Gorter-Nordheim peut alors être réécrite:

$$S = \sum_i p_i C_i = \sum_i \frac{\alpha_i S_i}{\rho} \quad (\text{A-6})$$

Avec  $p_i$  le coefficient reflétant l'influence de l'élément de soluté  $i$  sur le PTE.

Différentes études de caractérisation ont déjà été menées grâce au PTE (voir (Perez, Massardier, & Klerber, 2009)), ces résultats montrent que le PTE évoluant de manière sigmoïdale donne des informations intéressantes concernant la cinétique de précipitation (son évolution en fonction de la température de maintien). La valeur finale du PTE est directement liée à la fraction volumique finale précipitée (pour des précipités de type carbure et lorsqu'il y a une seule famille de précipités).

Le type de montage expérimental utilisé est celui illustré par la Figure A. 3. Les échantillons sont placés entre deux blocs de cuivres maintenus à une température de  $15^\circ\text{C}$  (bloc froid) et  $25^\circ\text{C}$  (bloc chaud). Les échantillons sont plaqués dessus grâce à des vis (isolées thermiquement avec des patins en téflon) afin d'assurer un bon contact thermique et électrique. L'appareillage utilisé est d'une importance capitale. En effet, pour que la mesure du PTE soit juste, il faut imposer avec une grande précision la température qui a une influence importante sur le PTE (le  $\Delta T$  entre les deux conducteurs ainsi que la température de la pièce qui doit rester constante). La mesure de la température se fait par des thermocouples situés dans chacun des deux blocs de cuivre, reliés à des amplificateurs. Le  $\Delta V$  est mesuré directement sur les blocs de cuivre par des fils du même métal reliés également à un amplificateur. Ce type de mesures réclame une résolution de l'ordre de  $5$  nV, un faible bruit de fond et une excellente stabilité en température.

### Description des essais menés

Le but ici est de corrélérer la valeur du PTE mesurée avec la fraction volumique de phase précipitée. La précipitation étant importante (il peut y avoir jusqu'à  $f_v = 20$  % de phase intermétallique dans l'échantillon), son effet sur le PTE sera visible et sera le principal facteur d'évolution du PTE des échantillons étudiés. La principale difficulté sera de décorrélérer les effets des différentes phases simultanément présentes dans un même échantillon sur la variation du PTE ainsi que de distinguer  $\Delta S_{SS}$  et  $\Delta S_p$ .

Afin de s'affranchir au maximum de ce problème, les traitements thermiques étudiés ont été choisis de telle sorte à ne faire précipiter qu'une phase à la fois. Ces traitements thermiques (Figure A. 5) ont été définis en utilisant les diagrammes TTT de la Figure 1.2.

Les échantillons sont des parallélépipèdes rectangles de dimensions 80 x 10 x 0,5 mm, provenant du lopin de 86 kg et tous prélevés à une même distance du centre du lopin afin de s'affranchir de l'effet de la taille de grain. Tous ces échantillons ont subi un traitement de remise en solution préalablement aux traitements thermiques de la Figure A. 5 : 1050°C/1h/ trempe à l'eau.

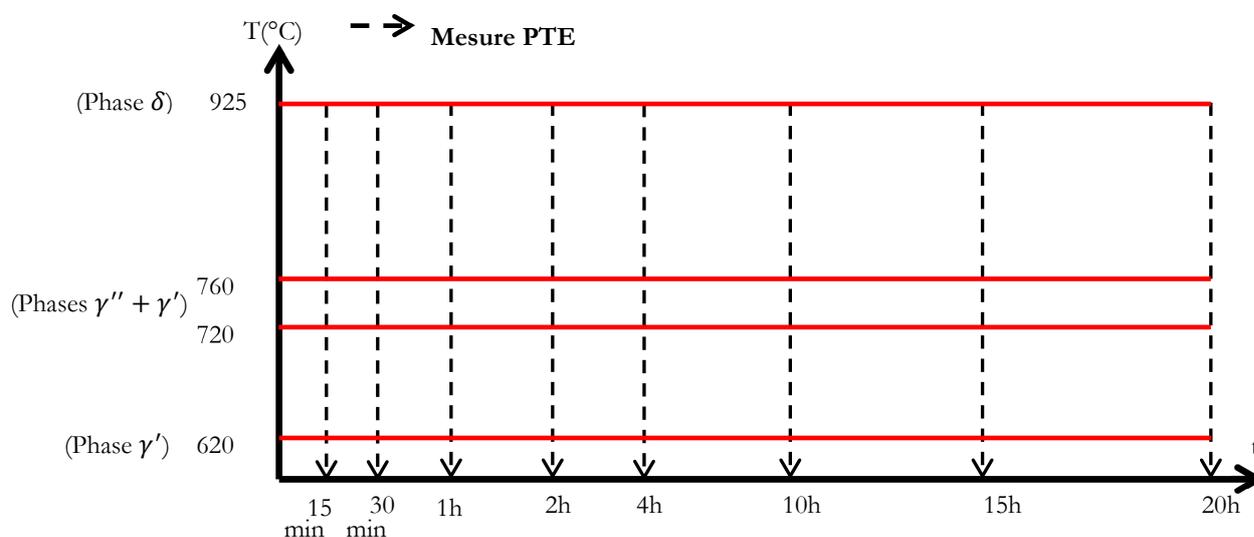


Figure A. 5 - Résumé des traitements thermiques pour mesures PTE

La Figure A. 5 permet d'illustrer tous les traitements thermiques effectués avant les mesures de PTE. 4 températures auxquelles ont lieu différentes précipitations ont été choisies. Les phases attendues sont notées entre parenthèses ainsi que les temps auxquels seront effectuées les mesures.

Pour chaque température étudiée, les échantillons seront traités pendant 15 min puis trempés à l'eau, après la mesure du PTE, ils seront remis au four pendant 15 minutes puis trempés à l'eau, *etc.* Les temps de traitement observés sont ceux présents en abscisse de la Figure A. 5.

## Résultats

Pour chaque échantillon, une mesure du PTE après mise en solution et avant le traitement de précipitation a été effectuée afin d'avoir la valeur du PTE de l'état de départ (solution solide

sursaturée) qui sera appelée  $S_0$ . Ensuite, les échantillons ont subi les traitements thermiques de précipitation avant d'effectuer de nouveau les mesures du PTE.

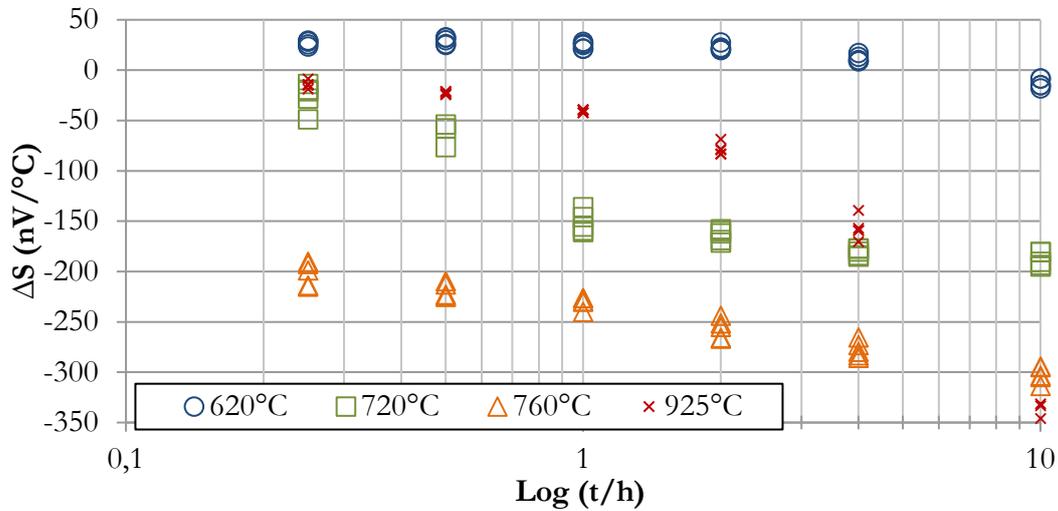


Figure A. 6 - Résultats PTE

Chaque couple  $(t, T)$  de la Figure A. 6 est composé de trois points représentant 3 échantillons différents ayant subi la même histoire thermique. Chacun de ces points est déterminé par la moyenne de 4 mesures de  $S$  à laquelle est retranchée la moyenne de 4 mesures de  $S_0$  sur ce même échantillon. Donc, chaque point correspond à :

$$\Delta S = S - S_0 \quad (\text{A-7})$$

Regarder l'évolution de  $\Delta S$  permet d'observer l'effet du phénomène physique prédominant lors de ces traitements, à savoir la précipitation de phases intermétalliques, tout en s'affranchissant de la différence de l'état initial des différents échantillons entrant dans cette étude. Tout d'abord, la répétabilité des mesures peut être remarquée.

D'après les études effectuées sur la précipitation de ces phases, les courbes correspondant aux traitements isothermes à 620, 720 et 760°C correspondent au même phénomène (précipitation de  $\gamma' + \gamma''$ ) (voir Figure 1.2). Le traitement à 925°C correspond à l'unique précipitation de la phase  $\delta$ . Un moyen de vérifier si les phénomènes en jeu aux trois premières températures sont effectivement les mêmes est d'effectuer une équivalence temps-température : le principe de cette équivalence est de montrer que ce qui se passe à une température  $T_1$  à un temps  $t_1$ , se passe également pour une température  $T_2$  mais pour un temps différent de  $t_1$ . Dans le cas des résultats de cette étude, il faut illustrer que les phénomènes qui ont lieu à 720°C entre 15 min et 10 h ont

lieu à 620°C pour des temps plus longs. De même, pour les phénomènes à 760°C qui ont lieu à 620°C mais pour des temps encore plus longs que ceux équivalents à 720°C.

Pour se faire un temps équivalent à 620°C noté  $t_{620}$  sera calculé. La formule d'équivalence temps-température utilisée à la forme suivante :

$$t_T = t_0 \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{A-8})$$

Avec  $Q$  l'énergie d'activation du phénomène en question,  $t_0$  le terme pré-exponentiel homogène à un temps,  $R$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température considérée (en K). Afin d'obtenir  $t_{620}$  en fonction de  $t_T$  (correspondant au temps réel des essais à 720 et 760°C) :

$$t_{620} = t'_0 \exp\left(\frac{Q}{T_{620}R}\right) \quad (\text{A-9})$$

Avec  $T_{620} = 893$  K. Après avoir effectué  $\frac{t_{620}}{t_T}$ , l'expression suivante est obtenue :

$$t_{620} = t_T \exp\left(\frac{Q}{R}\left(\frac{1}{T_{620}} - \frac{1}{T}\right)\right) \quad (\text{A-10})$$

Ensuite, les temps équivalents sont calculés pour les mesures à 720 et 760°C si elles avaient eu lieu à 620°C.  $Q$  est alors un paramètre ajustable afin de faire correspondre les courbes de la Figure A. 6 :  $Q$  doit être le même pour 720 et 760°C s'il s'agit des mêmes phénomènes. Après avoir effectué l'équivalence temps-température, la Figure A. 7 est obtenue.

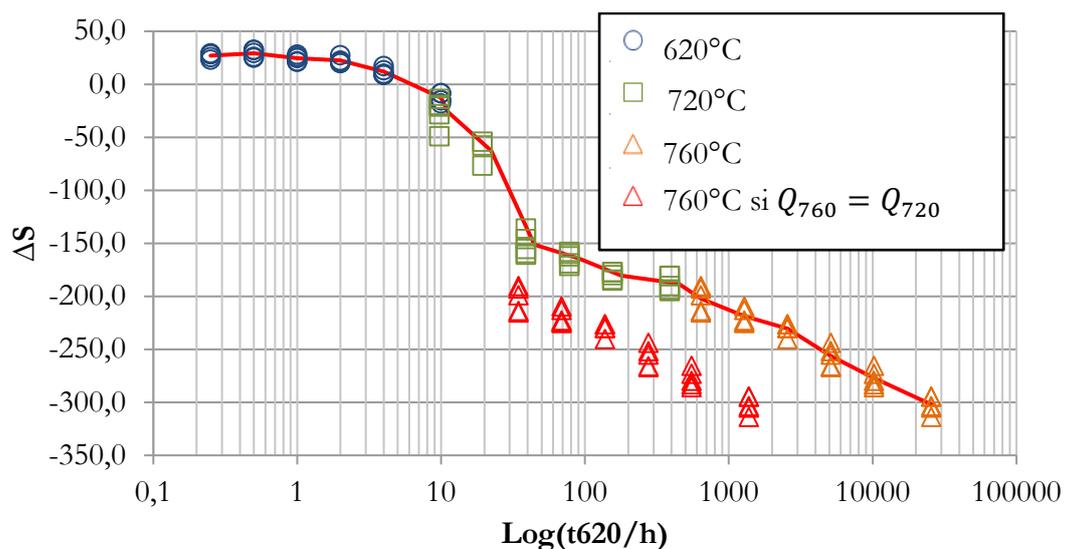


Figure A. 7 - Résultats PTE après équivalence t-T

Cette courbe présente donc l'évolution de  $\Delta S$  pour une température de maintien de 620°C. Cependant, deux énergies d'activation différentes ont été déterminées :  $Q_{720} = 2,7 \times 10^5 \text{ J.mol}^{-1}$  et  $Q_{760} = 4,5 \times 10^5 \text{ J.mol}^{-1}$ . Cette différence peut être expliquée de manière intuitive avec l'aide du diagramme TTT de la Figure A. 8 :

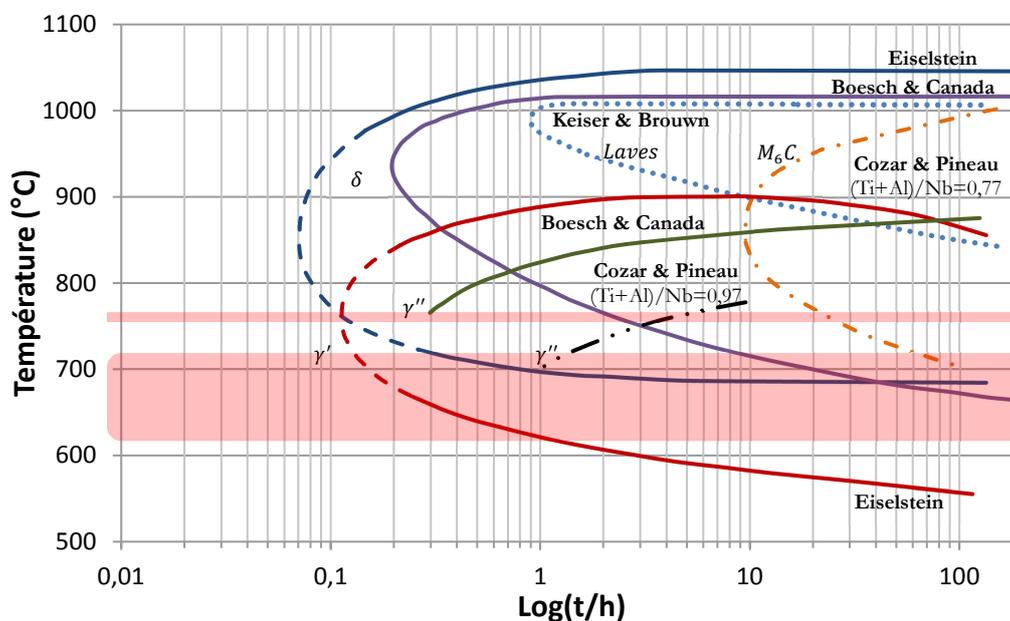


Figure A. 8 - Explication de la différence entre  $Q_{720}$  et  $Q_{760}$  (Mons, 1996)

Il peut être remarqué qu'en utilisant la formule d'équivalence temps-température (équation (A-10)), il est implicitement admis que lorsque la température  $T$  augmente,  $t_{620}$  augmente. Cela signifie qu'à plus haute température les mêmes phénomènes qu'à plus basse température ont lieu, mais de manière plus rapide. Sur la Figure A. 8, le domaine de température entre 620 et 720°C ainsi que des températures autour de 760°C ont été mis en valeur par un cadre rouge. Il peut être alors remarqué que, d'après ce diagramme, l'intervalle de température [620 ; 720] °C est un domaine dans lequel plus la température augmente, plus la précipitation de  $\gamma'$  et de  $\gamma''$  (selon l'étude de Boesch et Canada) est rapide, c'est donc un domaine où l'équivalence temps-température choisie a un sens. Par contre, les températures voisines de 760°C sont situées au niveau du nez de précipitation voir plus haut que le nez de précipitation de  $\gamma'$  et  $\gamma''$ , donc il s'agit d'un domaine dans lequel lorsque la température augmente, la précipitation de ces mêmes phases est plus lente. Ainsi, pour des températures autour ou supérieures à 760°C l'équivalence temps-température utilisée n'est plus valide, la valeur de  $Q$  nécessaire pour faire correspondre de telles températures à la courbe de 620°C va augmenter de manière significative et tendre rapidement vers l'infini.

Cette technique de caractérisation a donc pour l'instant permis de déterminer l'énergie d'activation correspondant à la précipitation des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  :  $Q_{\gamma'+\gamma''} = 270 \text{ kJ.mol}^{-1}$ .

Pour valider cette valeur, il faudrait effectuer une étude PTE à des températures situées dans l'intervalle [620 ; 720] °C. Il est également possible de déterminer facilement l'énergie d'activation correspondant à la précipitation de la phase  $\delta$  en étudiant des températures autour de 900°C pour être certain de n'avoir que la phase  $\delta$ . Cependant, la valeur d'énergie d'activation mesurée ici est cohérente avec celles de la diffusion du niobium dans la matrice  $\gamma$  disponibles dans la littérature : ces énergies d'activation sont comprises entre  $298 \text{ kJ.mol}^{-1}$  (Devaux, et al., 2008) et  $203 \text{ kJ.mol}^{-1}$  (Patil & Kale, 1996). Elle n'a cependant pas été utilisée dans le cadre de la modélisation de la précipitation de la phase  $\gamma''$  de cette étude, car cette valeur ne permettait pas une bonne adéquation entre les simulations et les données expérimentales.

Des campagnes expérimentales utilisant cette technique sont envisageables dans de futurs travaux de thèses ou de stages pour déterminer facilement des énergies d'activation. De plus, cette technique, comme décrit au début de cette annexe, peut être utilisée afin de relier le PTE à la fraction volumique précipitée des phases  $\gamma' + \gamma''$  et ainsi pouvoir enrichir la littérature de ces données rares sur ce matériau, avec le matériel déjà présent au laboratoire MATEIS. Une fois le PTE relié à la fraction volumique, il sera plus aisé d'utiliser cette technique plutôt que la DNPA ou la MET pour déterminer cette donnée expérimentale.

## Annexe D. Principe de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Les machines d'essais se composent généralement d'un four et d'un détecteur différentiel intégré avec des emplacements définis pour deux creusets en alumine : un creuset dans lequel viendra se placer l'échantillon, un autre qui restera vide et servira de référence. Ces emplacements sont des chambres en céramique disposées verticalement côte à côte reliées par 2 plaquettes portant 20 thermocouples. Le détecteur différentiel ainsi constitué enveloppe complètement l'enceinte expérimentale. Les thermocouples permettent la mesure des températures absolues de l'échantillon  $T_{ech}$  (creuset + échantillon) et de la référence  $T_{ref}$  (creuset vide). Un schéma simplifié du montage est présent en Figure A. 9.

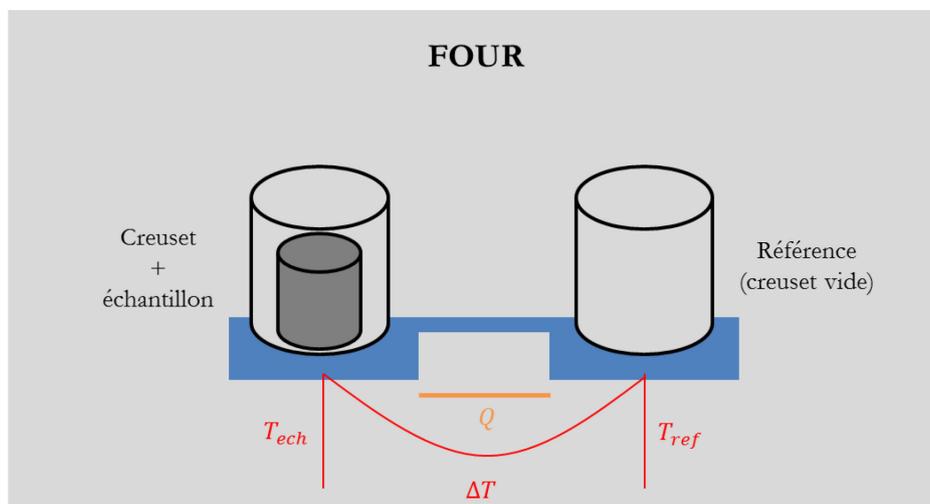


Figure A. 9 - Schéma de principe de la DSC

Le principe de la mesure est de déterminer la variation du flux de chaleur émis (réaction exothermique) ou reçu (réaction endothermique) par l'échantillon lors d'un traitement thermique imposé par l'utilisateur. L'échantillon et la référence sont sous une atmosphère contrôlée (sous vide dans le cas présent). Pendant la chauffe et le refroidissement, toute transformation microstructurale va entraîner un échange de chaleur entre l'échantillon et le four. La DSC permet de déterminer les températures auxquelles ont lieu ces transformations ainsi que les quantités de chaleur mises en jeu.

Classiquement, les traitements thermiques programmés sont des rampes de températures à différentes vitesses de chauffe et de refroidissement afin de faire un balayage en température. La quantité de chaleur fournie par le four à l'échantillon ainsi qu'au creuset vide est mesurée tout au long de l'essai. Les résultats obtenus correspondent à la différence de quantité de chaleur fournie à l'échantillon et à la référence pour qu'ils suivent la rampe programmée par l'utilisateur.

Ainsi, lorsqu'est atteinte une température à laquelle a lieu un changement microstructural (par exemple une précipitation), la quantité de chaleur que devra fournir le four à l'échantillon pour le maintenir à cette température sera différente de celle nécessaire à la référence. En effet, si la réaction au sein de l'échantillon correspond à un phénomène exothermique/endothermique, l'échantillon aura besoin de moins/plus de chaleur pour être maintenu à la température désirée contrairement à la référence. Cette différence de quantité de chaleur fournie à cette température par le four se traduira par l'apparition d'un pic sur le graphique obtenu représentant la différence de quantité de chaleur en fonction de la température. La Figure A. 10 illustre ce phénomène.

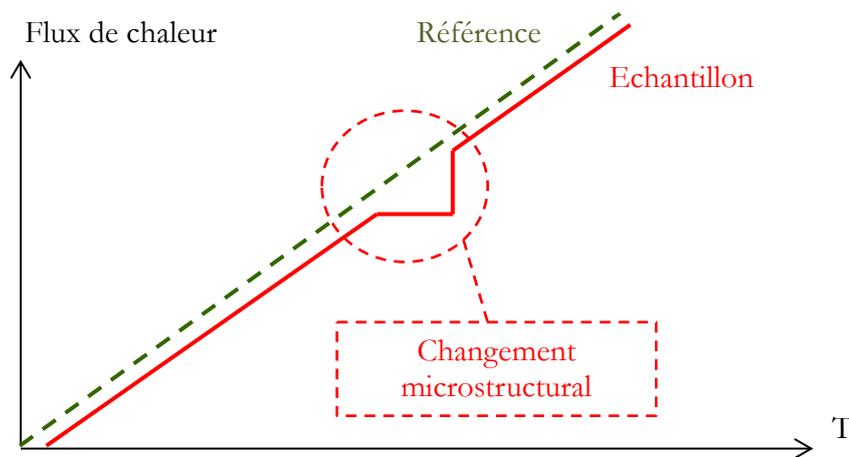


Figure A. 10 -  $Q=f(T)$

L'analyse des différents pics obtenus suite à ses essais permettront de déterminer les domaines de précipitation et de dissolution des différentes phases apparaissant aux températures atteintes pendant la rampe.

## Annexe E. Traitement de mesures brutes de Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA)

Pour chaque configuration et échantillon, un spectre de diffusion est obtenu. L'intensité est ensuite intégrée sur  $2\pi$ . L'intensité totale intégrée de neutrons mesurée peut être exprimée de la manière suivante :

$$I_{mes} = \phi_0 \times A \times e_{ech} \times T_{r_{ech}} \times \epsilon_{ff} \times \Omega \times \left[ \left( \frac{d\Sigma}{d\Omega} \right)_{ech} + \left( \frac{d\Sigma}{d\Omega} \right)_{env} \right] + I_{bn} \quad (A.11)$$

$\phi_0 \times A$  est l'intensité incidente de neutron,  $e_{ech}$  est l'épaisseur de l'échantillon,  $T_{r_{ech}}$  le facteur de transmission de l'échantillon,  $\left( \frac{d\Sigma}{d\Omega} \right)_{ech}$  la diffusion due à l'échantillon,  $\left( \frac{d\Sigma}{d\Omega} \right)_{env}$  la diffusion due à l'environnement,  $\epsilon_{ff} = \frac{I_{plexi}}{\langle I_{plexi} \rangle}$  l'efficacité de la cellule de détection (avec  $I_{plexi}$  la mesure de l'intensité avec un morceau de plexiglass, équivalent à celui entre l'échantillon et le détecteur, à la place de l'échantillon et  $\langle I_{plexi} \rangle$  l'intensité dûe au plexiglass entre l'échantillon et le détecteur),  $I_{bn}$  le bruit environnant et  $\Omega = (\text{surface de la cellule} / \text{distance entre les cellules})^2$ .

Cette intensité regroupe les contributions de l'échantillon, du porte-échantillon et le signal de bruit dû à l'environnement. Il est donc nécessaire d'effectuer une mesure du porte-échantillon à vide ( $I_{porte\_ech}$ ) afin de retrancher les contributions inutiles (porte-échantillon et le bruit). Une fois les autres contributions retranchées, les données sont multipliées par un facteur correctif calculé précisément pour chaque échantillon. Ce facteur de normalisation ( $FN$ ) permet de regrouper les données issues des mesures dans les deux configurations en une seule courbe :

$$FN \times \frac{I_{mes}}{e_{ech} \times T_{r_{ech}}} \times \frac{1}{I_{plexi}} = \left[ \left( \frac{d\Sigma}{d\Omega} \right)_{ech} + \left( \frac{d\Sigma}{d\Omega} \right)_{env} \right] \quad (A.12)$$

Avec  $FN = \frac{\langle I_{plexi} \rangle}{\phi_0 \times A \times \Omega}$ . Afin de déterminer le terme  $I_{plexi}$ , une mesure de diffusion avec le morceau de plexiglass est faite ( $I_{mes\_plexi}$ ) et l'effet du porte échantillon doit lui être retiré également. Il peut alors être écrit :

$$\left( \frac{d\Sigma}{d\Omega} \right)_{ech} = FN \times \frac{\frac{I_{mes}}{e_{ech} \times T_{r_{ech}}} - \frac{I_{porte\_ech}}{e_{ech}}}{\frac{I_{mes\_plexi}}{e_{plexi} \times T_{r_{plexi}}} - \frac{I_{porte\_ech}}{e_{plexi}}} \quad (A.13)$$

Avec  $e_{plexi}$  l'épaisseur du plexiglass et  $T_{r_{plexi}}$  le facteur de transmission du plexiglass.

Après cette étape,  $\left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)_{ech}$  est indépendant de la configuration, du porte échantillon ainsi que de l'instrument de mesure utilisé. Cela permet donc de regrouper les résultats des deux configurations des échantillons ayant subi le même traitement thermique sur une même courbe.

Le terme  $\left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)_{ech}$ , peut aussi être exprimé comme suit :

$$\left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)_{ech} = \left(\frac{d\Sigma_{coh}}{d\Omega}\right)_{ech} + \left(\frac{d\Sigma_{incoh}}{d\Omega}\right)_{ech} \quad (\text{A.14})$$

$\left(\frac{d\Sigma_{coh}}{d\Omega}\right)_{ech}$  est la diffusion cohérente (due à la microstructure) et  $\left(\frac{d\Sigma_{incoh}}{d\Omega}\right)_{ech}$  est la diffusion incohérente.

La diffusion cohérente peut être exprimée par un modèle de sphère dure (Mathon) :

$$\left(\frac{d\Sigma_{coh}}{d\Omega}\right)_{ech}(q) = \Delta\rho^2 \times N_p \times V_p^2 \times S \times P \quad (\text{A.15})$$

Avec  $\Delta\rho$  le contraste,  $N_p$  le nombre de particules,  $V_p$  le volume moyen d'une particule,  $S$  le facteur de structure résultant de l'interaction entre particules et  $P(q)$  le facteur de forme.

$S$  dépend du facteur de Sphère Dure  $SD = \frac{r_p}{d}$  avec  $d$  la distance entre le centre des deux plus proches particules et  $r_p$  le rayon des particules.  $P(q)$  dépend de la géométrie des particules (dans le cas présent une forme ellipsoïdale a été choisie,  $P(q)$  dépend donc de  $r_p$  et du facteur de forme  $q = \frac{T_p}{r_p}$ , où  $T_p$  est l'épaisseur moyenne des particules).  $\Delta\rho$  permet de connaître la fraction volumique (voir eq.(A-26)) et peut être écrit sous la forme suivante :

$$\Delta\rho = \frac{b^{\gamma''}}{V_{at}^{\gamma''}} - \frac{b^{\gamma}}{V_{at}^{\gamma}} \quad (\text{A.16})$$

Où  $V_{at}^{\gamma''}$  et  $V_{at}^{\gamma}$  sont les volumes atomiques respectivement de la phase  $\gamma''$  et de la matrice  $\gamma$ .  $b(\gamma'', \gamma) = \sum_i c_i b_i$  avec  $c_i$  la concentration de l'espèce chimique  $i$  dans la phase considérée et  $b_i$  la longueur de diffusion associée.

Les valeurs expérimentales et de la simulation recalée (fit) (avec le modèle de sphères dures) de

$\left(\frac{d\Sigma_{coh}}{d\Omega}\right)_{sam}(q)$  sont tracées sur la Figure A. 11.

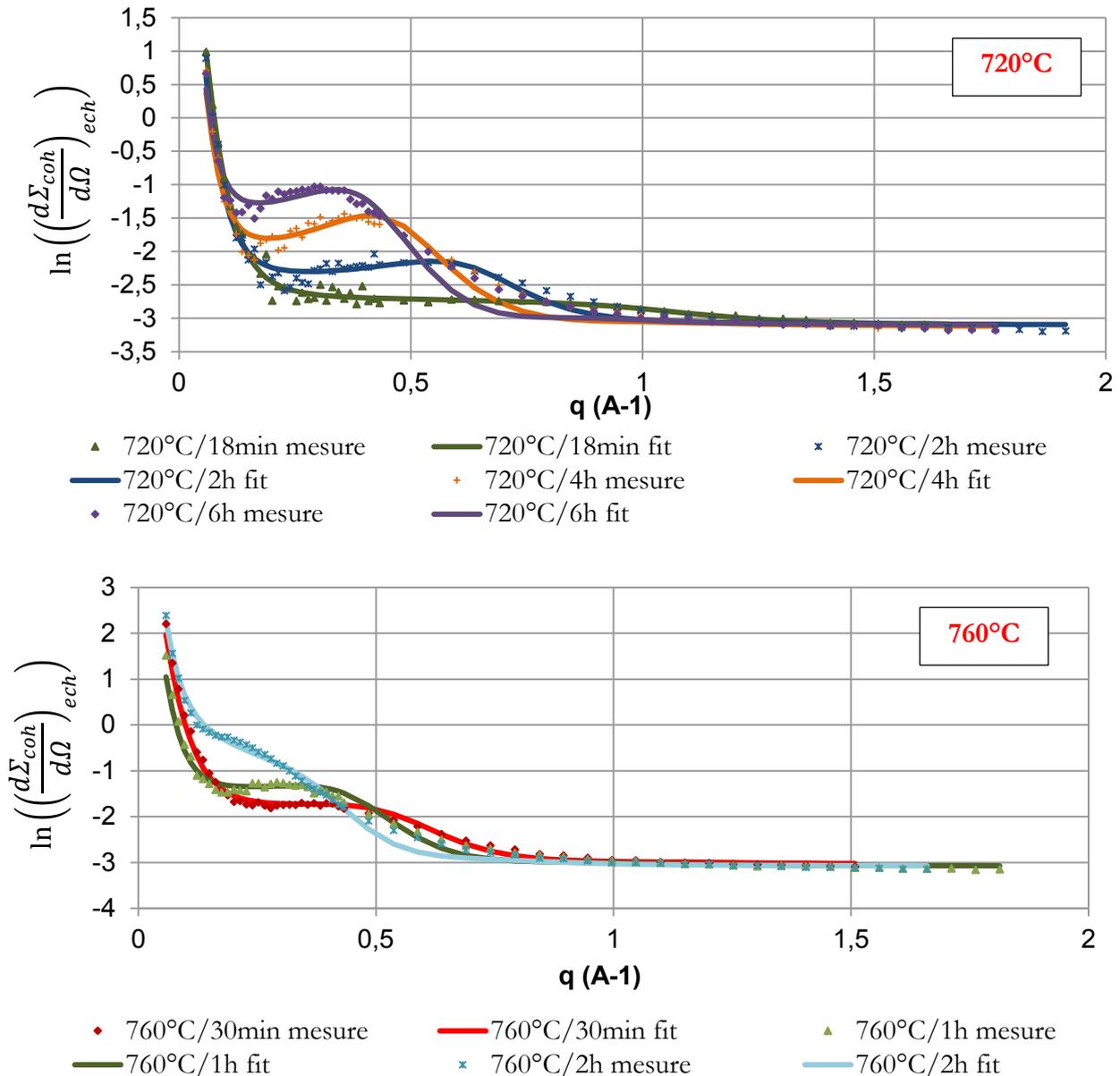


Figure A. 11 - Résultats de la DNPA expérimentaux vs simulés pour les traitements thermiques testés

Cette technique a été utilisée afin de mesurer le rayon moyen des précipités  $r_p$ , le facteur de forme moyen  $q$  et la fraction volumique précipitée  $f_v$ .  $r_p$  et  $q$  sont des données d'entrée du modèle de sphères dures.  $f_v$  est obtenu grâce à l'équation eq.(A.17).

$$f_v = 0,1 \frac{\exp(A)}{\Delta\rho^2} \quad (\text{A.17})$$

Avec  $A$  une donnée d'entrée du modèle de sphères dures, différente pour chaque échantillon. L'ensemble des données d'entrée du modèle de sphère dure (équation (A.16)) sont regroupées dans la Table A. 2.

**Table A. 2. Données d'entrée du modèle de sphères dures**

Donnée d'entrée du modèle	valeur	
Modèle de fit		Gaussienne de sphères / ellipses, ...
C	0,075	Pour un échantillon sans précipité: $\left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)_{ech}(q) = \frac{c}{1000q^4} + Bdf$ Déterminés avec l'échantillon remis en solution
Bruit de fond	0,045	
A	Fit (échantillon- dépendant)	
$\Delta\rho^2$	$9,75 \times 10^{-6}$ pour la phase $\gamma''$	tables de diffusion des neutrons dans les éléments chimiques
$r_p$ (nm)	Fit (échantillon- dépendant)	
$d/r_p$	Fit (échantillon- dépendant)	
Fact ellipse	Fit ou résultats MET	grand axe / petit axe

## Annexe F. Principe de la Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le principe général du MEB est l'utilisation d'un faisceau très fin d'électrons, monocinétique, balayant la surface d'un échantillon où se produisent des interactions détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un oscilloscope cathodique dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau d'électrons. La détection de signaux provenant des matériaux permet de remonter à des données microstructurales

Les électrons incidents pénètrent les matériaux d'étude à une certaine profondeur : le volume analysé à la forme d'une poire, appelée poire d'interaction. La taille de cette poire dépend du numéro atomique moyen du matériau analysé ainsi que de l'énergie des électrons incidents. Les électrons du faisceau perdent une partie de leur énergie par de multiples collisions avec les atomes du matériau d'étude. Cela génère de nombreux effets secondaires :

- Réémission d'électrons
- Absorption d'électron
- Courants induits
- Potentiels électriques
- Elévation de température locale
- Vibration du réseau

La Figure A. 12 illustre les différentes interactions entre les électrons du faisceau incident et le matériau bombardé par ce faisceau.

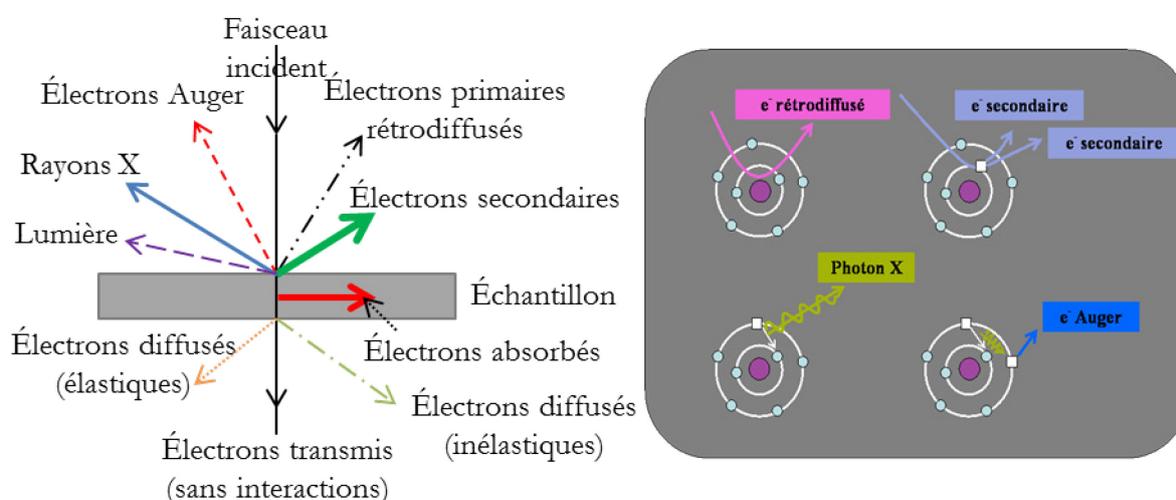


Figure A. 12 - Interaction entre les électrons incidents et le matériau  
([www.mssmat.ecp.fr/home/moyens/microscopie/principes/microscope\\_electronique\\_a\\_balayage](http://www.mssmat.ecp.fr/home/moyens/microscopie/principes/microscope_electronique_a_balayage))

Les MEB possèdent en général trois détecteurs : un détecteur d'électrons secondaires, un des électrons rétrodiffusés et un détecteur de photons X (ou rayons X). Les émissions non utilisées se dissipent sous forme de chaleur.

- **Les électrons secondaires** sont créés par le passage d'un électron incident près d'un atome. L'électron incident peut transmettre une partie de son énergie à un électron peu lié de la bande de conduction provoquant ainsi une ionisation par éjection de ce dernier électron. L'énergie cinétique de ce dernier ne peut excéder 50 eV. Chaque électron incident peut créer plusieurs électrons secondaires. De par leurs faibles énergies, seuls les électrons secondaires émis à proximité de la surface (< 10 nm) peuvent s'échapper de l'échantillon et être recueillis par le détecteur. La moindre variation topographique va modifier la quantité d'électrons secondaires collectés.
- **Les électrons rétro-diffusés** sont causés par la collision entre un électron incident et un atome de l'échantillon. Ce sont des électrons primaires qui ont réagi de façon élastique avec des noyaux d'atomes de l'échantillon. Ils sont dispersés dans toutes les directions avec une faible perte d'énergie. Du fait de leur forte énergie, les électrons rétro-diffusés récupérés peuvent provenir d'une plus grande profondeur que celle des électrons secondaires. Ils ont donc une sensibilité topographique nettement inférieure. Du fait de leur origine, la quantité d'électrons rétro-diffusés croît avec le numéro atomique des atomes constitutifs de la cible.
- L'émission d'un **photon X** permet à un atome ionisé sous l'impact du faisceau d'électrons, de revenir à l'état fondamental. Quand un électron d'une couche interne d'un atome a été éjecté, un électron d'une couche plus externe va combler la lacune. La différence d'énergies entre ces deux couches va provoquer l'émission d'un photon X. Ils possèdent une énergie caractéristique propre à chaque élément qui les a émis. Ces photons sont recueillis et classés suivant leurs énergies (EDS) ou leurs longueurs d'onde (WDS) pour donner des informations sur la composition de l'échantillon. Ils sont très pénétrants et sont émis d'une poire d'interaction de l'ordre du  $\mu\text{m}^3$ .

Les autres types d'interactions peuvent également être utilisés, la Table A. 3 résume ces utilisations possibles.

**Table A. 3. Applications des différents types d'interactions électrons primaires - échantillon**

Type de collision	Effet	Applications
Elastique	Electrons rétrodiffusés "backscattered electrons"	Contraste atomique Effets de diffraction
	" Bremsstrahlung " ou rayonnement de freinage entraînant l'émission de rayons X caractéristiques	Microanalyse X
Inélastique	Electrons Auger	Analyse de surface
	Effets radiatifs	Cathodoluminescence
	Emission d'électrons secondaires	Topographie
	Génération de paires électron-trou	Contraste de potentiel Courant induit (EBIC)
	Electrons transmis	Etat cristallin – Composition
	Electrons absorbés	Topographie - Composition

La Figure A. 13 illustre les différents composants d'un MEB.

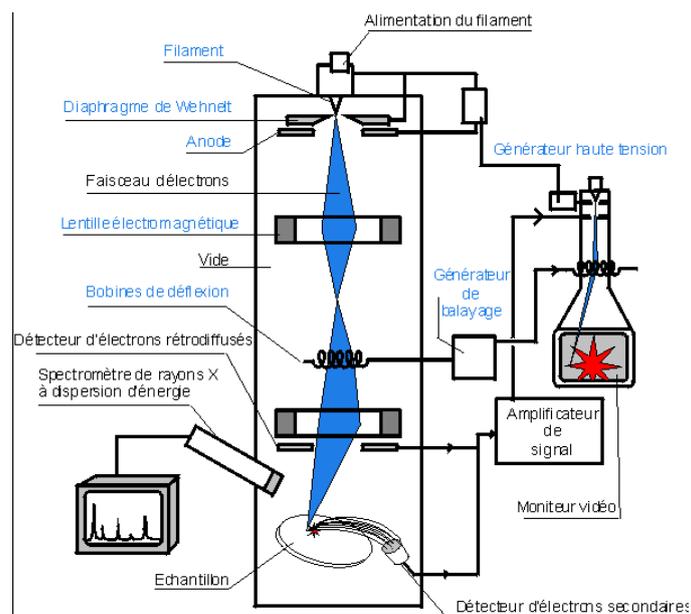


Figure A. 13 - Schéma simplifié d'un MEB (<http://materiaux.ecam.fr/savoirplus/meb/principes.html>)

**Le canon à électrons** est composé d'une cathode qui est un filament de tungstène en forme de V. Cette cathode est chauffée à une température d'environ 2700 K et à une durée de vie allant de 40 à 120 h. En dessous, se trouve l'anode qui est à la masse. Les électrons créés sont conduits dans une colonne constituée de plusieurs lentilles électromagnétiques. Ces lentilles servent à focaliser le faisceau primaire en un spot ponctuel. La brillance du faisceau et les propriétés optiques de la dernière lentille focalisante sont des paramètres clés.

**Le détecteur d'électrons secondaires** fonctionne grâce à un système d'amplification de courant (photomultiplicateur). Les électrons secondaires sont attirés par le collecteur (300 V) et sont accélérés vers le scintillateur (10 KV) absorbant les électrons et émettant des photons. Ces photons sont dirigés dans un guide de lumière jusqu'au photomultiplicateur, dans lequel ils sont convertis en électrons qui vont se multiplier très vite grâce à une succession de Dynodes.

**Le détecteur d'électrons rétro-diffusés** est constitué de diodes silicium. Il possède deux modes de fonctionnement : un mode composition permettant de mettre en évidence les phases constituant l'échantillon ; un mode topographique.

**Le détecteur de rayons X (EDS)** est un détecteur en énergie. Il est composé d'une diode silicium dopée au lithium. Chaque photon X arrivant sur la diode va provoquer une impulsion de tension proportionnelle à l'énergie de ce photon. Le spectre obtenu en sortie est un histogramme du nombre d'impulsions de tension proportionnelles à l'énergie de ce photon.

**L'image MEB est obtenue** séquentiellement point par point en déplaçant le faisceau d'électrons primaires sur la surface de l'échantillon. L'image est construite en utilisant le signal généré par les différents détecteurs décrits précédemment pour moduler la brillance d'un tube cathodique.

## Annexe G. Principe de la Microscopie Electronique en Transmission (MET)

Le principe général du MET est le suivant : un faisceau d'électrons condensé est envoyé sur une partie de l'échantillon amincie (quelques dizaines ou centaines de nm). Une lentille magnétique permet de former une image de l'objet avec les électrons interagissant avec l'échantillon en le traversant. Ces électrons sont repris par un jeu de lentilles formant une image agrandie de l'objet.

Le faisceau d'électrons est extrait d'un filament chauffé, puis est accéléré par une forte tension (de l'ordre de 50 à 3000 kV) au niveau du canon. Ce faisceau est ensuite focalisé par des champs magnétiques de l'ordre du tesla.

Les électrons incidents, traités comme des particules, sont en interaction coulombienne avec les particules chargées qu'ils approchent lors de leur traversée de l'échantillon. Ces particules sont naturellement celles qui composent les atomes :

- *les protons du noyau* : étant donnée la masse du noyau dans lequel sont fondus les protons, il y a très peu de transfert d'énergie dans ce cas. Les électrons incidents conservent leur énergie initiale, mais pas leur direction d'incidence : l'interaction est dite **élastique**
- *les électrons liés au noyau* : dans ce cas-ci, les électrons incidents ont une certaine probabilité d'arracher l'électron-cible de son niveau énergétique, lui cédant ainsi une quantité d'énergie caractéristique de la transition de l'électron-cible. Ces interactions sont dites **inélastiques**.

Si le faisceau est maintenant considéré sous son aspect ondulatoire, l'onde électronique incidente est diffractée par la matière. Dans un objet périodique, toutes les directions de propagation ne sont pas possibles pour les électrons défléchis par les interactions avec la matière : il n'y aura interférence constructive que pour les faisceaux dont le chemin optique diffère par un nombre entier de longueurs d'onde  $\lambda$ . C'est la loi de Bragg, qu'exprime l'équation suivante :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{A.18})$$

Dans le cas d'une maille cristalline de paramètre  $d$ , il y a un ensemble discret de directions pour lesquelles l'interférence des ondes diffractées par la matière est constructive.

Lorsque le plan focal de la lentille objectif est imagé, des taches brillantes régulièrement espacées se forment. Ces taches, dites de Bragg, correspondent aux différentes directions d'interférence constructive. Il est important de noter que la position de ces taches est directement liée aux distances interatomiques ( $d$  dans la formule de Bragg).

La figure de diffraction ne souffre pas des défauts de la lentille objectif, puisqu'il n'y a pas de grandissement à proprement parler. Aussi, l'information qu'elle donne n'est pas limitée par les défauts optiques du microscope. C'est pourquoi elle est depuis longtemps utilisée en cristallographie des défauts.

La Figure A. 14 est une illustration schématique des divers composants d'un MET.

Les électrons sont produits par trois sources :  $W$ ,  $LaB_6$  et FEG.

Une cathode chaude à effet thermoïonique produit les électrons lors du chauffage d'un filament de tungstène ( $W$ ) à environ 2700 K, ou lors du chauffage d'un cristal d'hexaborure de lanthane ( $LaB_6$ ) à environ 1800 K. Ces électrons ainsi créés sont accélérés par la forte tension d'une anode positive (jusqu'à 200 kV dans le cas du JEOL 2010F utilisé dans cette étude).

Les électrons peuvent également être créés par une cathode froide à émission de champ. Ils sont arrachés d'une pointe en  $W$  très fine par effet tunnel, sous une tension d'environ 1 kV. Cette source s'appelle canon à émission de champ (canon FEG, Field Emission Gun).

Le Wehnelt est un cylindre autour de la pointe à potentiel légèrement négatif (quelques 10 kV) pour focaliser les électrons produits.

Le faisceau d'électron est déplacé par des lentilles magnétiques formées par un enroulement de spires parcourues par un courant. Les lentilles condenseur 1 et 2 (voir Figure A. 14) changent la densité du courant d'électrons et l'ouverture du faisceau ; elles permettent de condenser le faisceau sur quelques nm jusqu'à 0,1 nm de la surface de l'objet. Plus la tache électronique est réduite et plus l'analyse est précise et le grandissement du microscope élevé.

Un jeu de lentilles en aval de l'échantillon forme l'image agrandie de l'objet. Enfin, la lentille objectif, la plus proche de l'échantillon, a une distance focale de l'ordre du mm (la résolution du microscope dépend de cette distance). Dans le plan focal de la lentille se forme la figure de diffraction, permettant d'étudier la cristallographie de l'objet observé.

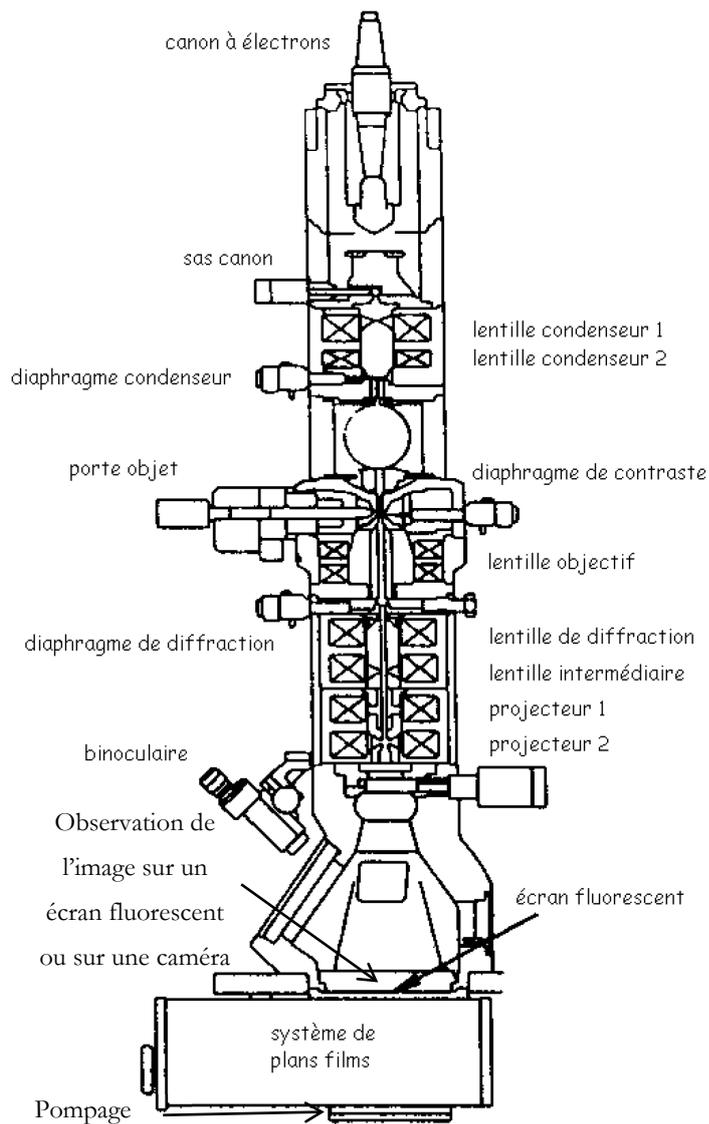


Figure A. 14 - Illustration schématique d'un MET (Ganbaja, 2008)

Les images obtenues avec cette technique sont :

- Soit dans le plan focal de la lentille objectif : mode diffraction
- Soit dans le plan image de la lentille objectif : mode image

Afin d'observer les précipités  $\gamma'$  dans le matériau d'étude, la méthode de Haadf est utilisée. Il s'agit, en mode MET par filtrage en énergie, de récolter les électrons qui ont été diffusés inélastiquement à grands angles.

## Annexe H. Calcul de l'enthalpie libre de la solution solide puis de $\Delta g$

Dans cette annexe, sera calculée l'enthalpie libre d'une solution solide parfaitement mélangée appelée matrice  $m$ .

Pour cela, l'enthalpie libre d'une solution avec deux types d'atomes (A et B) parfaitement rangés sera analytiquement calculée. Elle sera comparée avec l'enthalpie libre de cette même solution solide mais cette fois-ci parfaitement mélangée. Cela permet de déterminer s'il est intéressant énergétiquement parlant de déplacer des atomes au sein d'une solution solide  $m$  pour les ranger.

Les systèmes considérés sont les suivants :

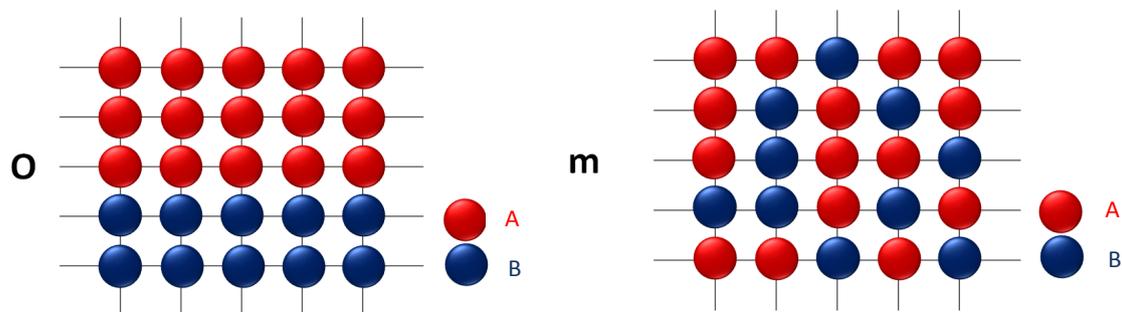


Figure A. 15 - Représentation schématique des systèmes considérés: a) système o (ordonné) ; b) système m (mélangé)

Les hypothèses suivantes sont posées :

- Les solutions solides considérées sont régulières.
- Le système considéré est composé de deux types d'atomes (atomes A et B).
- Il n'y a pas de lacunes : Il y a  $N$  places et donc  $N$  atomes :  $x_B = \frac{n_B}{n_A+n_B}$ ,  $x_A = 1 - x_B$  et  $N = n_A + n_B$ .
- Les systèmes possèdent  $n_A$  atomes A et  $n_B$  atomes B.
- L'énergie d'interface entre les phases A et B du système ordonné n'est pas prise en compte.

L'équation régissant l'équilibre d'un système sous une pression et température imposées est :

$$G = H - TS \quad (\text{A-19})$$

Avec  $G$  l'enthalpie libre du système,  $H$  l'enthalpie (terme associé à énergie potentiel),  $T$  la température (terme associé à l'énergie cinétique) et  $S$  l'entropie (le nombre de manières d'arranger

les différentes particules d'un système). Avec l'équation (A-19), l'enthalpie libre des systèmes  $O$  et  $m$  peut être déterminée :

$$G^o = H^o - T^o S^o = n_A \underline{G}_A + n_B \underline{G}_B \quad (\text{A-20})$$

$$\begin{aligned} G^m &= H^m - T^m S^m \\ &= G^o + \Delta G^m \end{aligned} \quad (\text{A-21})$$

$$\boxed{G^m = (H^o - T^o S^o) + (\Delta H^m - T \Delta S^m)}$$

Avec  $\underline{G}_A$  et  $\underline{G}_B$  les enthalpies libres atomiques des corps purs A et B.  $G^o$  est connu. Afin de connaître  $G^m$ , il faut donc déterminer  $\Delta H^m$  et  $\Delta S^m$ .

### Détermination de $\Delta H^m$ :

Pour calculer  $\Delta H^m$ , il faut calculer analytiquement  $H^m$  et  $H^o$  :

Pour  $H^m$ , il faut sommer l'énergie de toutes les liaisons A-A, B-B et A-B. Pour ce faire, il faut utiliser les expressions de l'énergie de chaque type de liaison:  $H_{AA}$  pour les liaisons A-A,...

Il faut ensuite compter ces différentes liaisons en raisonnant de la façon suivante : pour compter le nombre de liaisons A-A par exemple, il faut tout d'abord un atome A puis que son voisin soit un atome A. Il y a  $x_A$  chance de tomber sur un atome A, cet atome a  $Z$  voisins les plus proches avec qui il va former des liaisons (coordination qui est ici de 4), et chacun de ses  $Z$  voisins aura  $x_A$  chances d'être un atome A. Il faut faire cette vérification sur l'ensemble des  $N$  atomes du système.

Il faudra ensuite diviser par deux afin de ne pas compter la même liaison 2 fois. Il y a alors  $\frac{Zx_A^2N}{2}$  liaisons A-A. La même expression apparaît pour les liaisons B-B. Pour les liaisons A-B, il faut tout d'abord chercher un atome A (donc avec  $x_A$  chances d'en trouver) et vérifier si un de ses  $Z$  voisins est un atome B, tout cela pour les  $N$  atomes du système ce qui donne l'ensemble de ces liaisons. *In fine*:

$$\begin{aligned} H^m &= \frac{Zx_A^2N}{2} H_{AA} + \frac{Zx_B^2N}{2} H_{BB} + Zx_Ax_BNH_{AB} \\ &= \frac{ZN}{2} [x_A^2H_{AA} + x_B^2H_{BB} + 2x_Ax_BH_{AB}] \end{aligned} \quad (\text{A-22})$$

Pour le calcul de  $H^o$ , il suffit de compter le nombre d'atomes A ( $n_A = x_A N$ ) et tous ces voisins ( $Z$ ) seront des atomes A (sauf pour les atomes se situant sur l'interface entre les 2 phases mais ce

nombre de liaisons A-B est négligeable devant le nombre de liaisons A-A et B-B). Il ne faut pas oublier de diviser par 2 pour ne compter qu'une fois chaque liaison. Même chose pour les liaisons B-B :

$$H^o = \frac{n_A Z}{2} H_{AA} + \frac{n_B Z}{2} H_{BB} \quad (\text{A-23})$$

L'expression analytique de  $\Delta H^m$  est alors :

$$\begin{aligned} \Delta H^m &= H^m - H^o \\ &= \frac{ZN}{2} [x_A^2 H_{AA} + x_B^2 H_{BB} + 2x_A x_B H_{AB} - x_A H_{AA} - x_B H_{BB}] \\ &= \frac{ZN}{2} [x_A H_{AA} (x_A - 1) + x_B H_{BB} (x_B - 1) + 2x_A x_B H_{AB}] \\ &= \frac{ZN}{2} [-x_A x_B H_{AA} - x_A x_B H_{BB} + 2x_A x_B H_{AB}] \\ &= -ZN x_A x_B \left[ \frac{H_{AA}}{2} + \frac{H_{BB}}{2} - H_{AB} \right] \end{aligned} \quad (\text{A-24})$$

Donc :

$$\boxed{\Delta H^m = N x_A x_B \Omega_{AB}} \quad (\text{A-25})$$

Avec :

$$\Omega_{AB} = -Z \left[ \frac{H_{AA}}{2} + \frac{H_{BB}}{2} - H_{AB} \right] \quad (\text{A-26})$$

Remarque : si  $\Omega_{AB} < 0$  il y a démixtion (le système est plus stable s'il reste mélangé). Cependant en général ce n'est pas le cas, des précipités vont alors se développer dans la solution solide sursaturée. Dans le cas d'une solution solide idéale  $\Omega_{AB} = 0$ .

### Détermination de $\Delta S^m$ :

Pour déterminer  $\Delta S^m$  il faut faire appel au second principe fondamental de la thermodynamique et donc à la formule de Boltzmann :

$$S = k_B \ln(\Omega) \quad (\text{A-27})$$

Avec  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $\Omega$  le nombre de façons de ranger les atomes A et B.

En ce qui concerne le système ordonné ( $O$ ), il n'y a qu'une seule manière d'arranger les atomes A et B donc :  $S^o = 0$ .

Pour le système  $m$ , il y a  $C_{n_A+n_B}^{n_A}$  façons de ranger les atomes A et B (rappel :  $C_n^k = \frac{N!}{k!(N-k)!}$ ) :

$$\begin{aligned} S^m &= k_B \ln(\Omega^m) \\ &= k_B \ln(C_{n_A+n_B}^{n_A}) \\ &= k_B \ln\left(\frac{(n_A + n_B)!}{n_A! n_B!}\right) \end{aligned} \quad (\text{A-28})$$

L'expression analytique de  $\Delta S^m$  peut alors être donnée :

$$\begin{aligned} \Delta S^m &= S^m - S^o \\ &= k_B [\ln((n_A + n_B)!) - \ln(n_A!) - \ln(n_B!)] \\ &= k_B [(n_A + n_B) \ln(n_A + n_B) - (n_A + n_B) - n_A \ln(n_A) + n_A - n_B \ln(n_B) \\ &\quad + n_B] \\ &= -k_B \left[ n_A \ln\left(\frac{n_A}{n_A + n_B}\right) + n_B \ln\left(\frac{n_B}{n_A + n_B}\right) \right] \end{aligned} \quad (\text{A-29})$$

Rappel :  $\ln(x!) \xrightarrow{x \rightarrow \infty} x \ln(x) - x$  (dans le cas présent, un très grand nombre d'atomes est considéré d'où la validité de ce développement limité)

Il peut alors être écrit :

$$\boxed{\Delta S^m = -k_B [n_A \ln(x_A) + n_B \ln(x_B)]} \quad (\text{A-30})$$

### Expression de l'enthalpie libre de la solution solide $m$ :

L'expression de  $G^m$  est alors obtenue en injectant les équations (A-20), (A-25) et (A-30) dans l'équation (A-21) :

$$\boxed{G^m = (n_A \underline{G}_A + n_B \underline{G}_B) + (N x_A x_B \Omega_{AB} + k_B T [n_A \ln(x_A) + n_B \ln(x_B)])} \quad (\text{A-31})$$

### Détermination de $\Delta g$ :

L'expression de  $\Delta g$  (équations (2.6) et (2.7)) définie dans la partie 2.2.i.a est :

$$\Delta g = \frac{x}{V_{at}^{\gamma''}} \left( \frac{\partial G^m}{\partial n_A} \Big|_{X^e} - \frac{\partial G^m}{\partial n_A} \Big|_{X^\gamma} \right) + \frac{y}{V_{at}^{\gamma''}} \left( \frac{\partial G^m}{\partial n_B} \Big|_{X^e} - \frac{\partial G^m}{\partial n_B} \Big|_{X^\gamma} \right) \quad (\text{A-32})$$

L'expression de  $G^m$  en fonction de  $n_A$  et  $n_B$  (en partant de l'équation (A-31)) est :

$$G^m = \left( n_A \underline{G}_A + n_B \underline{G}_B \right) + \left( \Omega_{AB} \frac{n_A n_B}{n_A + n_B} + k_B T \left[ n_A \ln \left( \frac{n_A}{n_A + n_B} \right) + n_B \ln \left( \frac{n_B}{n_A + n_B} \right) \right] \right) \quad (\text{A-33})$$

Il faut déterminer tout d'abord  $\frac{\partial G^m}{\partial n_A}$  et  $\frac{\partial G^m}{\partial n_B}$  :

$$\begin{aligned} \frac{\partial G^m}{\partial n_A} &= \underline{G}_A + \left( N \Omega_{AB} \frac{n_B^2 - n_A n_B}{(n_A + n_B)^3} + k_B T \left[ \ln \left( \frac{n_A}{n_A + n_B} \right) + \frac{n_B}{n_A + n_B} - \frac{n_B}{n_A + n_B} \right] \right) \\ &= \underline{G}_A + \Omega_{AB} \left( \frac{n_B}{n_A + n_B} - \frac{n_A n_B}{(n_A + n_B)^2} \right) + k_B T \ln \left( \frac{n_A}{n_A + n_B} \right) \\ &= \underline{G}_A + \Omega_{AB} (X_B - X_A X_B) + k_B T \ln(X_A) \\ &= \underline{G}_A + \Omega_{AB} X_B^2 + k_B T \ln(X_A) \end{aligned} \quad (\text{A-34})$$

Et de la même manière :

$$\frac{\partial G^m}{\partial n_B} = \underline{G}_B + \Omega_{AB} X_A^2 + k_B T \ln(X_B) \quad (\text{A-35})$$

$\Delta g$  est obtenu en injectant les équations (A-34) et (A-35) dans l'équation (A-32):

$$\begin{aligned} \Delta g &= \frac{x}{V_{at}^{\gamma''}} \left( \Omega_{AB} X_B^{e2} + k_B T \ln(X_A^e) - \Omega_{AB} X_B^{\gamma2} - k_B T \ln(X_A^\gamma) \right) \\ &\quad + \frac{y}{V_{at}^{\gamma''}} \left( \Omega_{AB} X_A^{e2} + k_B T \ln(X_B^e) - \Omega_{AB} X_A^{\gamma2} - k_B T \ln(X_B^\gamma) \right) \\ \Delta g &= - \frac{k_B T}{V_{at}^{\gamma''}} \left[ -x \ln(X_A^e) + x \ln(X_A^\gamma) - y \ln(X_B^e) + y \ln(X_B^\gamma) \right] \\ &\quad + \frac{\Omega_{AB}}{V_{at}^{\gamma''}} \left[ x \left( X_B^{e2} - X_B^{\gamma2} \right) + y \left( X_A^{e2} - X_A^{\gamma2} \right) \right] \end{aligned} \quad (\text{A-36})$$

Dans le cas d'une solution solide idéale (donc  $\Omega_{AB} = 0$ ) :

$$\Delta g = - \frac{k_B T}{V_{at}^{\gamma''}} \ln \left[ \frac{X_A^{\gamma x} \cdot X_B^{\gamma y}}{X_A^{e x} \cdot X_B^{e y}} \right] = - \frac{k_B T}{V_{at}^{\gamma''}} S \quad (\text{A-37})$$

L'équation (2.8) de la partie 2.2.i.a a été retrouvée, avec  $s = \ln \left[ \frac{X_A^{Y^x} \cdot X_B^{Y^y}}{K_S} \right]$ .

## Annexe I. Calcul de $\log(K_s)$

Afin de déterminer une expression analytique de  $\log(K_s)$ , la situation de la Figure 2.3 (partie 2.2.i.a) (voir Figure A. 16) est considérée : soit un précipité  $\gamma''$  (composé de molécules  $A_xB_y$ ) en équilibre avec une solution solide  $m$  (composé d'atomes A et B avec des limites de solubilité à l'équilibre  $X_A^e$  et  $X_B^e$ ).

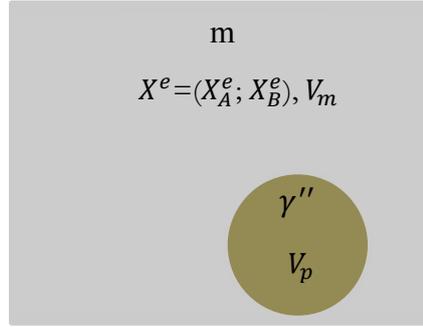


Figure A. 16 - Schéma du système considéré pour déterminer  $\log(K_s)$

Pour dissoudre  $dn$  molécules  $A_xB_y$  de  $\gamma''$  dans  $m$ , la matrice  $m$  gagne  $dn \cdot x$  atomes A et  $dn \cdot y$  atomes B. A l'équilibre, la variation d'enthalpie libre est nulle ( $dG = 0$ ). De plus, le précipité sera considéré comme parfaitement ordonné, ce qui permet d'écrire son enthalpie libre sous la forme :

$$G^p = n^p \underline{G}^p \quad (\text{A-38})$$

Avec  $n^p$  le nombre d'atomes A + B dans le précipité et  $\underline{G}^p$  l'enthalpie libre atomique du précipité considéré.

Donc :

$$dG = -dn(x + y) \frac{\partial G^p}{\partial n_p} + \frac{\partial G^m}{\partial n_A} \Big|_{X^e} dn \cdot x + \frac{\partial G^m}{\partial n_B} \Big|_{X^e} dn \cdot y \quad (\text{A-39})$$

$$\underline{G}^p = \frac{\partial G^m}{\partial n_A} \Big|_{X^e} \frac{x}{x + y} + \frac{\partial G^m}{\partial n_B} \Big|_{X^e} \frac{y}{x + y}$$

$\frac{\partial G^m}{\partial n_A}$  et  $\frac{\partial G^m}{\partial n_B}$  ont déjà été calculés dans l'Annexe H, équations (A-34) et (A-35) :

$$\underline{G}^p = \frac{x}{x + y} \left[ \underline{G}_A + \Omega_{AB} X_B^{e2} + k_B T \ln(X_A^e) \right] + \frac{y}{x + y} \left[ \underline{G}_B + \Omega_{AB} X_A^{e2} + k_B T \ln(X_B^e) \right] \quad (\text{A-40})$$

$$\Leftrightarrow k_B T \ln(X_A^{ex} X_B^{ey}) = \underline{G}^p(x + y) - x \underline{G}_A - y \underline{G}_B - \Omega_{AB}(x X_B^{e2} + y X_A^{e2})$$

$$\leftrightarrow \log(X_A^{e^x} X_B^{e^y}) = \log(K_S) = -\frac{1}{T} \left[ -\frac{G^p(x+y) + x\underline{G}_A + y\underline{G}_B + \Omega_{AB}(xX_B^{e^2} + yX_A^{e^2})}{k_B} \right]$$

L'expression de  $\log(K_S) = -\frac{A}{T} + B$  de l'équation (2.10) est bien retrouvé

## Annexe J. Calcul du flux de germination stationnaire $J^s$

Dans cette Annexe, le flux de germination stationnaire  $J^s$  de l'équation (2.13) (partie 2.2.i.b) sera déterminé. Pour cela, l'équation de départ est la numéro (2.11) :

$$J_n = \beta_n \cdot N_n - \alpha_n \cdot N_{n+1} \quad (\text{A-41})$$

Avec :  $\beta_n$  : condensation d'un monomère sur les n-mères,  $\alpha_n$  : évaporation d'un monomère sur les n-mères,  $N_n$  et  $N_{n+1}$  : nombre de n-mères et nombre de (n+1)-mères

### Etat d'équilibre :

A l'état d'équilibre, le flux  $J_n = 0 \forall n$  (tout est figé). Alors :

$$\alpha_n = \beta_n \cdot \frac{\widetilde{N}_n}{\widetilde{N}_{n+1}} \quad (\text{A-42})$$

Avec  $\widetilde{N}_n$  et  $\widetilde{N}_{n+1}$  qui représentent le nombre de n et n+1-mères à l'état d'équilibre.

En utilisant la formule de Boltzmann à l'état d'équilibre :

$$\widetilde{N}_n = N_0 \exp \left[ -\frac{\Delta G(n)}{k_B T} \right] \quad (\text{A-43})$$

Le  $\Delta G(r_p)$  de l'équation (2.2) peut être exprimé en fonction du nombre d'atomes n avec la relation  $V_p^{at} n = \frac{4}{3} \pi r_p^3$ . L'équation (A-41) peut être réprimée :

$$J_n = \beta_n \cdot N_n - \beta_n \cdot \frac{\widetilde{N}_n}{\widetilde{N}_{n+1}} \cdot N_{n+1} \quad (\text{A-44})$$

Il faut à présent déterminer l'expression  $\frac{N_{n+1}}{\widetilde{N}_{n+1}}$ , pour cela, il faut poser la fonction  $f(n) = \frac{N_n}{\widetilde{N}_n}$  puis faire un développement limité d'ordre 1 :  $f(n+1) = f(n) + \frac{\partial f(n)}{\partial n} \Delta n$  avec  $\Delta n = 1$  :

$$f(n+1) \approx \frac{N_{n+1}}{\widetilde{N}_{n+1}} = \frac{N_n}{\widetilde{N}_n} + \frac{\partial}{\partial n} \left( \frac{N_n}{\widetilde{N}_n} \right) \quad (\text{A-45})$$

Ce résultat est réinjecté dans l'équation (A-44) :

$$J_n = \beta_n \cdot N_n - \beta_n \cdot \widetilde{N}_n \left( \frac{N_n}{\widetilde{N}_n} + \frac{\partial}{\partial n} \left( \frac{N_n}{\widetilde{N}_n} \right) \right) \quad (\text{A-46})$$

$$\boxed{J_n = -\beta_n \cdot \widetilde{N}_n \frac{\partial}{\partial n} \left( \frac{N_n}{\widetilde{N}_n} \right)}$$

L'équation (2.12) est bien retrouvée.

### Etat stationnaire :

Un état stationnaire est maintenant considéré. Dans un tel état, le flux  $J_n$  est constant et donc indépendant de  $n$ , il sera l'appelé le flux stationnaire  $J^s$ .

$$-J_n^s = -J^s = cst = \beta_n \cdot \widetilde{N}_n \frac{\partial}{\partial n} \left( \frac{N_n}{\widetilde{N}_n} \right) \quad (\text{A-47})$$

$$-\frac{J^s}{\beta_n \cdot \widetilde{N}_n} = \frac{\partial}{\partial n} \left( \frac{N_n}{\widetilde{N}_n} \right)$$

L'intégration sur  $n$  est faite pour les deux termes de l'équation de 1 à  $\infty$ . Les 3 hypothèses suivantes seront alors utilisées afin de simplifier l'équation :

- $\frac{N_1}{\widetilde{N}_1} = 1$
- $\frac{N_n}{\widetilde{N}_n} \xrightarrow{n \rightarrow \infty} 0$  : il peut être déduit intuitivement en regardant l'allure de  $\Delta G(n)$  (même allure que  $\Delta G(r_p)$ , voir Figure 2.2). En effet, à l'équilibre, tous les  $n$ -mères plus grands que le rayon de germination deviennent très grands (ils ont tout le temps de croître à l'équilibre), donc  $\widetilde{N}_n \xrightarrow{n \rightarrow \infty} \infty$
- $\beta_n$  dépend très peu de  $n$  et peut donc être sorti de l'intégrale en devenant  $\beta^*$ .

Le développement limité de  $\Delta G(n)$  autour de  $n^*$  est ensuite utilisé :

$$\Delta G(n) = \Delta G(n^*) + (n - n^*) \frac{\partial G(n)}{\partial n} \Big|_{n=n^*} \quad (\text{A-48})$$

$$+ \frac{(n - n^*)^2}{2} \frac{\partial^2 G(n)}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*}$$

$$= \Delta G(n^*) + \frac{(n - n^*)^2}{2} \frac{\partial^2 G(n)}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*}$$

Il faudra aussi utiliser la relation (intégrale de Gauss) (Rouget, 2008) :

$$\int_{-\infty}^{\infty} \exp(-ax^2) dx = \sqrt{\frac{\pi}{a}} \quad (\text{A-49})$$

L'équation (A-47) peut être alors exprimée comme suit :

$$\begin{aligned} & -\frac{J^s}{\beta^*} \int_1^{\infty} \frac{1}{\bar{N}_n} dn = \int_1^{\infty} \frac{\partial}{\partial n} \left( \frac{N_n}{\bar{N}_n} \right) dn \\ \Leftrightarrow & -\frac{J^s}{N_0 \beta^*} \int_1^{\infty} \exp \left[ \frac{\Delta G(n)}{k_B T} \right] dn = \left[ \frac{N_n}{\bar{N}_n} \right]_1^{\infty} \\ \Leftrightarrow & \frac{J^s}{N_0 \beta^*} \int_1^{\infty} \exp \left[ \frac{\Delta G(n^*)}{k_B T} + \frac{(n - n^*)^2}{2k_B T} \frac{\partial^2 G(n)}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*} \right] dn = 1 \\ \Leftrightarrow & \frac{J^s}{N_0 \beta^*} \exp \left( \frac{\Delta G(n^*)}{k_B T} \right) \int_{1-n^*}^{\infty} \exp(-ax^2) dx = 1 \quad \text{avec } a \\ & = -\frac{1}{2k_B T} \frac{\partial^2 G(n)}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*} \\ \Leftrightarrow & \frac{J^s}{N_0 \beta^*} \exp \left( \frac{\Delta G(n^*)}{k_B T} \right) \sqrt{-2\pi k_B T \left( \frac{\partial^2 G(n)}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*} \right)^{-1}} = 1 \\ \boxed{\Leftrightarrow J^s = N_0 \beta^* \sqrt{-\frac{1}{2\pi k_B T} \frac{\partial^2 G(n)}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*}} \exp \left( -\frac{\Delta G(n^*)}{k_B T} \right) = \beta^* N_0 Z \exp \left( -\frac{\Delta G(n^*)}{k_B T} \right)} \end{aligned} \quad (\text{A-50})$$

Les équations (2.13) et (2.14) ont été retrouvées.

## Annexe K. Calcul du facteur de Zeldovich $Z$ pour des précipités sphériques

Tout d'abord, l'expression de  $Z$  est rappelée ci-dessous (équation (2.14)) :

$$Z = \sqrt{-\frac{1}{2\pi k_B T} \frac{\partial^2 G}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*}} \quad (\text{A-51})$$

Ensuite, il faut exprimer  $\Delta G$  en fonction de  $n$  puis le dériver deux fois en fonction de  $n$ , pour cela, l'équation de  $\Delta G(r_p)$  (2.2) est utilisée, suivie de la relation  $V_{at}^{\gamma''} n = \frac{4}{3} \pi r_p^3$ .

$$\begin{aligned} \Delta G &= \frac{4}{3} \pi r_p^3 \Delta g + 4\pi r_p^2 \Gamma \\ &= V_{at}^{\gamma''} n \Delta g + 4\pi \Gamma \left( \frac{3}{4\pi} n V_{at}^{\gamma''} \right)^{\frac{2}{3}} \end{aligned} \quad (\text{A-52})$$

Donc :

$$\frac{\partial G}{\partial n} = V_{at}^{\gamma''} \Delta g + 2\Gamma V_{at}^{\gamma''} \left( \frac{3}{4\pi} n V_{at}^{\gamma''} \right)^{-\frac{1}{3}} = V_{at}^{\gamma''} \Delta g + \frac{2\Gamma V_{at}^{\gamma''}}{r_p} \quad (\text{A-53})$$

Et :

$$\frac{\partial^2 G}{\partial n^2} = -\frac{\Gamma V_{at}^{\gamma'' 2}}{2\pi} \left( \frac{3}{4\pi} n V_{at}^{\gamma''} \right)^{-\frac{4}{3}} \quad (\text{A-54})$$

Il faut maintenant déterminer  $n^*$  : pour cela, il faut annuler la dérivée de  $\Delta G(n)$  (équation(A-53)) :

$$\begin{aligned} \frac{\partial G}{\partial n} = 0 &= V_{at}^{\gamma''} \Delta g + 2\Gamma V_{at}^{\gamma''} \left( \frac{3}{4\pi} n^* V_{at}^{\gamma''} \right)^{-\frac{1}{3}} \\ \Leftrightarrow n^* &= -\frac{32\pi \Gamma^3}{3V_{at}^{\gamma''} \Delta g^3} = \frac{4\pi}{3V_{at}^{\gamma''}} r_p^{*3} \end{aligned} \quad (\text{A-55})$$

A présent, une expression de  $Z$  peut être déterminée en utilisant les équations (A-54) et (A-55) dans (A-51) :

$$\begin{aligned}
 Z &= \sqrt{-\frac{1}{2\pi k_B T} \frac{\partial^2 G}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*}} \\
 &= \sqrt{\frac{1}{2\pi k_B T} \frac{\Gamma V_{at}^{\gamma''^2}}{2\pi} \left(\frac{3}{4\pi} n^* V_{at}^{\gamma''}\right)^{-\frac{4}{3}}} \\
 &= \sqrt{\frac{\Gamma V_{at}^{\gamma''^2}}{4\pi^2 k_B T} r_p^{*-4}} \\
 &= \frac{V_{at}^{\gamma''}}{2\pi r_p^{*2}} \sqrt{\frac{\Gamma}{k_B T}}
 \end{aligned} \tag{A-56}$$

L'expression de  $Z$  de l'équation (2.14).

## Annexe L. Détermination de l'équation illustrant l'effet Gibbs-Thomson

Afin de déterminer l'équation de l'effet Gibbs-Thomson, la situation suivante est considérée : un précipité  $\gamma''$  (stœchiométrique de composition  $A_xB_y$ ), en équilibre thermodynamique dans une matrice  $m$ . La limite de solubilité à l'équilibre (ou concentration d'équilibre) des éléments A et B à l'interface  $m/\gamma''$  (précipité de rayon  $r_p$ , surface d'interface  $S_p$  et volume  $V_p$ ) sera notée :  $X^i(r_p) = (X_A^i(r_p); X_B^i(r_p))$ .

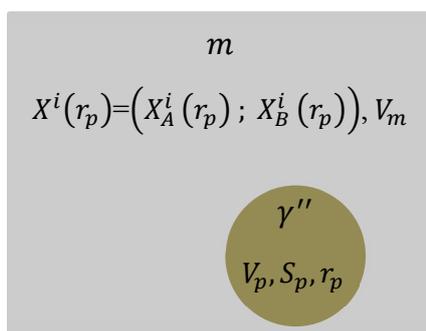


Figure A. 17 - Système considéré afin d'illustrer l'effet Gibbs-Thomson

Tout d'abord, le cas où le rôle de l'interface est négligeable est considéré (interface plane ou rayon de courbure infini). Dans cette situation d'équilibre,  $dn$  molécules  $A_xB_y$  du précipité  $\gamma''$  se dissolvent dans la matrice  $m$ . La situation est alors la même que dans l'Annexe I. Le précipité sera de nouveau considéré comme parfaitement ordonné donc son enthalpie libre peut s'écrire sous la forme :  $G^p = n^p \underline{G}^p$ . De plus, afin de pouvoir simplifier les équations, l'hypothèse que la matrice  $m$  est une solution diluée est faite ( $n_A \gg n_B$  donc  $X_B^i(\infty) \ll 1$  et  $X_A^i(\infty) \approx 1$ , de même pour  $X_A^i(r_p)$  et  $X_B^i(r_p)$ ), avec  $X^i(\infty)$  correspondant à la limite de solubilité des éléments A et B à l'interface  $m/\gamma''$  avec un précipité de rayon de courbure infini.

L'équation (A-39) illustrant la situation d'équilibre ( $dG = 0$ ) est reprise, ainsi que les résultats des équations (A-34) et (A-35) (pour cela l'hypothèse d'une solution régulière est faite), pour écrire:

$$dG = 0 = -dn(x+y) \left. \frac{\partial G^p}{\partial n_p} \right|_{X^i(\infty)} + \left. \frac{\partial G^m}{\partial n_A} \right|_{X^i(\infty)} dn.x + \left. \frac{\partial G^m}{\partial n_B} \right|_{X^i(\infty)} dn.y \quad (\text{A-57})$$

$$\underline{G}^p = \left. \frac{\partial G^m}{\partial n_A} \right|_{X^i(\infty)} \frac{x}{x+y} + \left. \frac{\partial G^m}{\partial n_B} \right|_{X^i(\infty)} \frac{y}{x+y}$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{x}{x+y} \left[ \underline{G}_A + \Omega_{AB} X_B^i(\infty)^2 + k_B T \ln \left( X_A^i(\infty) \right) \right] \\
 &\quad + \frac{y}{x+y} \left[ \underline{G}_B + \Omega_{AB} X_A^i(\infty)^2 + k_B T \ln \left( X_B^i(\infty) \right) \right] \\
 &= \frac{x}{x+y} \left[ \underline{G}_A + k_B T \ln \left( X_A^i(\infty) \right) \right] + \frac{y}{x+y} \left[ \underline{G}_B + \Omega_{AB} + k_B T \ln \left( X_B^i(\infty) \right) \right]
 \end{aligned}$$

**Maintenant, soit le cas où l'énergie de l'interface précipité/matrice est considérée.**

L'enthalpie libre du précipité s'en trouvera alors modifiée, avec l'ajout d'un terme surfacique :

$$G^p = n^p \underline{G}^p + \Gamma S_p \quad (\text{A-58})$$

Avec  $\Gamma$  l'énergie d'interface précipité/matrice et  $S_p$  la surface du précipité.

Maintenant, la condition d'équilibre avec ce nouveau système est de nouveau exprimée (matrice de composition  $X^i(r_p) = (X_A^i(r_p); X_B^i(r_p))$ ).

$$dG = 0 = -dn(x+y) \frac{\partial G^p}{\partial n_p} + \frac{\partial G^m}{\partial n_A} \Big|_{X^i(r_p)} dn.x + \frac{\partial G^m}{\partial n_B} \Big|_{X^i(r_p)} dn.y \quad (\text{A-59})$$

Il faut déterminer  $\frac{\partial G^p}{\partial n_p}$ . Les relations de surface et de volume des précipités sont :  $S_p = 4 \pi r_p^2$ ,

$$V_p = \frac{4}{3} \pi r_p^3 \text{ et } V_p = n_p V_{at}^{\gamma''} :$$

$$\frac{\partial G^p}{\partial n_p} = \underline{G}^p + \Gamma \frac{dS_p}{dr_p} \frac{dr_p}{dV_p} \frac{dV_p}{dn_p} = \underline{G}^p + \Gamma 8\pi r_p \cdot \frac{1}{4\pi r_p^2} \cdot V_{at}^{\gamma''} = \underline{G}^p + \frac{2\Gamma V_{at}^{\gamma''}}{r_p} \quad (\text{A-60})$$

Donc :

$$\begin{aligned}
 \underline{G}^p + \frac{2\Gamma V_{at}^{\gamma''}}{r_p} &= \frac{x}{x+y} \left[ \underline{G}_A + k_B T \ln \left( X_A^i(r_p) \right) \right] \\
 &\quad + \frac{y}{x+y} \left[ \underline{G}_B + \Omega_{AB} + k_B T \ln \left( X_B^i(r_p) \right) \right]
 \end{aligned} \quad (\text{A-61})$$

Afin de relier les deux limites de solubilité entre elles, il suffit de soustraire les deux équations :

(A-61)-(A-57) :

$$\begin{aligned}
 \frac{2\Gamma V_{at}^{\gamma''}(x+y)}{r_p} &= x k_B T \ln \left( \frac{X_A^i(r_p)}{X_A^i(\infty)} \right) + y k_B T \ln \left( \frac{X_B^i(r_p)}{X_B^i(\infty)} \right) \\
 \Leftrightarrow \exp \left( \frac{2\Gamma V_{at}^{\gamma''}(x+y)}{r_p k_B T} \right) &= \left( \frac{X_A^i(r_p)}{X_A^i(\infty)} \right)^x \left( \frac{X_B^i(r_p)}{X_B^i(\infty)} \right)^y \quad (\text{A-62}) \\
 \Leftrightarrow \boxed{X_A^i(r_p)^x X_B^i(r_p)^y} &= \boxed{X_A^i(\infty)^x X_B^i(\infty)^y \exp \left( \frac{2\Gamma V_{at}^{\gamma''}(x+y)}{r_p k_B T} \right)}
 \end{aligned}$$

En reprenant l'expression du produit de solubilité  $K_s = X_A^{e^x} \cdot X_B^{e^y}$  (équation (2.9)), cette équation peut être écrite sous la forme :

$$\boxed{K_s(r_p) = K_s(\infty) \exp \left( \frac{(x+y)r_{p0}}{r_p} \right)} \quad (\text{A-63})$$

Avec  $r_{p0} = \frac{2\Gamma V_{at}^{\gamma''}}{k_B T}$

## Annexe M. Adaptation des équations de germination et de croissance

Détermination des équations pour la germination

- $\Delta G$
- $r_p^*$
- $\Delta G^*$
- $Z$
- l'effet de la géométrie sur Gibbs-Thomson

Géométrie des précipités : disques

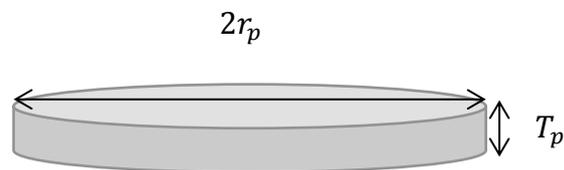


Figure A. 18 - Géométrie des précipités modélisés

Le facteur de forme est  $q = \frac{2r_p}{T_p}$ . Dans cette partie, lors des dérivations partielles en  $r_p$ ,  $q$  est considéré comme une constante.

### Détermination de $\Delta G$ :

La surface du précipité est :  $S_p = 2\pi r_p h_p + 2\pi r_p^2 = 2\pi r_p^2 \left(1 + \frac{2}{q}\right)$

Son volume :  $V_p = \pi r_p^2 T_p = \frac{2\pi}{q} r_p^3$

L'expression de  $\Delta G$  est alors :

$$\Delta G = V_p \Delta g + S_p \Gamma \tag{A-64}$$

$$\Delta G = \frac{2\pi \Delta g}{q} r_p^3 + 2\pi \Gamma r_p^2 \left(1 + \frac{2}{q}\right)$$

### Détermination de $r_p^*$ :

$r_p = r_p^*$  quand  $\frac{\partial \Delta G}{\partial r_p} = 0$  :

$$\frac{\partial \Delta G}{\partial r_p} = \frac{6\pi \Delta g}{q} r_p^2 + 4\pi \Gamma r_p \left(1 + \frac{2}{q}\right) = 0 \quad (\text{A-65})$$

$$\Leftrightarrow \boxed{r_p^* = -\frac{2\Gamma(q+2)}{3\Delta g}}$$

### Détermination de $\Delta G^*$ :

$$\Delta G^* = \Delta G(r_p^*) :$$

$$\begin{aligned} \Delta G^* &= \frac{2\pi \Delta g}{q} r_p^{*3} + 2\pi \Gamma r_p^{*2} \left(1 + \frac{2}{q}\right) \\ &= -\frac{2\pi \Delta g}{q} \left(\frac{2\Gamma(q+2)}{3\Delta g}\right)^3 + 2\pi \Gamma \left(\frac{2\Gamma(q+2)}{3\Delta g}\right)^2 \frac{1}{q} (q+2) \\ &= -\frac{16\Gamma^3 \pi (q+2)^3}{27 q \Delta g^2} + \frac{8\Gamma^3 \pi (q+2)^3}{9 q \Delta g^2} \end{aligned} \quad (\text{A-66})$$

$$\boxed{\Delta G^* = \frac{16}{3} \pi \frac{\Gamma^3}{\Delta g^2} \frac{(q+2)^3}{18q}}$$

### Détermination de $Z$ :

$$Z = \sqrt{-\frac{1}{2\pi k_B T} \frac{\partial^2 \Delta G}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*}} \quad (\text{A-67})$$

Tout d'abord,  $V_{at}^{\gamma''} = \frac{\pi r_p^2 T_p}{n} = \frac{2\pi r_p^3}{qn}$  donc  $r_p = \left(\frac{V_{at}^{\gamma''} qn}{2\pi}\right)^{\frac{1}{3}}$

Et  $\frac{\partial G}{\partial n} = \frac{\partial \Delta G}{\partial r_p} \frac{\partial r_p}{\partial n}$ , alors :

$$\frac{\partial r_p}{\partial n} = \frac{1}{3} \left(\frac{V_{at}^{\gamma''} qn}{2\pi}\right)^{-\frac{2}{3}} \frac{V_{at}^{\gamma''} q}{2\pi} = \frac{V_{at}^{\gamma''} q}{6\pi r_p^2} \quad (\text{A-68})$$

Donc :

$$\frac{\partial \Delta G}{\partial n} = \frac{3V_{at}^{\gamma''} q}{6\pi r_p^2} \frac{2\pi \Delta g}{q} r_p^2 + \frac{2V_{at}^{\gamma''} q}{6\pi r_p^2} 2\pi \Gamma r_p \left(1 + \frac{2}{q}\right) \quad (\text{A-69})$$

$$= V_{at}^{\gamma''} \Delta g + \frac{1}{r_p} \frac{2V_{at}^{\gamma''} \Gamma}{3} (q + 2)$$

Et :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 \Delta G}{\partial n^2} &= \frac{\partial}{\partial r_p} \left( \frac{\partial \Delta G}{\partial n} \right) \frac{\partial r_p}{\partial n} \\ &= -\frac{V_{at}^{\gamma''} q}{6\pi r_p^2} \frac{1}{r_p^2} \frac{2V_{at}^{\gamma''} \Gamma}{3} (q + 2) \\ &= -\frac{1}{r_p^4} \frac{V_{at}^{\gamma'' 2} q \Gamma}{9\pi} (q + 2) \end{aligned} \quad (\text{A-70})$$

Le facteur de Zeldovitch peut être alors exprimé :

$$Z = \sqrt{\frac{1}{2\pi k_B T} \frac{1}{r_p^{*4}} \frac{V_{at}^{\gamma'' 2} q \Gamma}{9\pi} (q + 2)} \quad (\text{A-71})$$

$$Z = \frac{V_{at}^{\gamma''}}{3\pi r_p^{*2}} \sqrt{\frac{\Gamma q (q + 2)}{2k_B T}}$$

### L'effet de la géométrie sur Gibbs-Thomson :

$$\begin{aligned} G^p &= n^p \underline{G}^p + \Gamma S_p \\ &= \frac{2\pi r_p^3}{q V_{at}^{\gamma''}} \underline{G}^p + \Gamma 2\pi r_p^2 \frac{(q + 2)}{q} \end{aligned} \quad (\text{A-72})$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial G^p}{\partial n} &= \frac{\partial G^p}{\partial r_p} \frac{\partial r_p}{\partial n^p} \\ &= \frac{V_{at}^{\gamma''} q}{6\pi r_p^2} \frac{6\pi r_p^2}{q V_{at}^{\gamma''}} \underline{G}^p + \Gamma 4\pi r_p \frac{V_{at}^{\gamma''} q (q + 2)}{6\pi r_p^2} \frac{1}{q} \\ &= \underline{G}^p + \frac{2V_{at}^{\gamma''} \Gamma (q + 2)}{r_p} \end{aligned} \quad (\text{A-73})$$

Alors, comme dans Annexe L :

$$\begin{aligned} \underline{G^p} + \frac{2V_{at}^{\gamma''} \Gamma(q+2)}{r_p \cdot 3} \\ = \frac{x}{x+y} \left[ \underline{G_A} + k_B T \ln \left( X_A^i(r_p) \right) \right] + \frac{y}{x+y} \left[ \underline{G_B} + \Omega_{AB} + k_B T \ln \left( X_B^i(r_p) \right) \right] \end{aligned} \quad (\text{A-74})$$

Donc, comme cela a été fait pour l'équation (A-62) :

$$\begin{aligned} \frac{2V_{at}^{\gamma''} \gamma(q+2)}{r_p \cdot 3} (x+y) &= x k_B T \ln \left( \frac{X_A^i(r_p)}{X_A^i(\infty)} \right) + y k_B T \ln \left( \frac{X_B^i(r_p)}{X_B^i(\infty)} \right) \\ \exp \left( \frac{2V_{at}^{\gamma''} \gamma(q+2)}{r_p k_B T \cdot 3} (x+y) \right) &= \left( \frac{X_A^i(r_p)}{X_A^i(\infty)} \right)^x \left( \frac{X_B^i(r_p)}{X_B^i(\infty)} \right)^y \\ \Leftrightarrow X_A^{i,x}(r_p) X_B^{i,y}(r_p) &= X_A^{i,x}(\infty) X_B^{i,y}(\infty) \exp \left( \frac{2V_{at}^{\gamma''} \gamma(x+y)(q+2)}{r_p k_B T \cdot 3} \right) \end{aligned} \quad (\text{A-75})$$

Donc :

$$\boxed{K_s(\infty) = K_s(r_p) \exp \left( \frac{r_{p_0}}{r_p} \right) \text{ avec } r_{p_0} = \frac{2V_{at}^{\gamma''} \gamma(x+y)(q+2)}{r_p k_B T \cdot 3}} \quad (\text{A-76})$$

## Annexe N. Effet d'un facteur de forme non constant sur la variation de l'enthalpie libre du système

La variation de l'enthalpie libre d'un système est la base de la théorie classique de germination. Sa dérivée partielle par rapport au rayon est utilisée pour démontrer de nombreuses équations du modèle (voir Annexe H à Annexe M). Dans cette annexe, il sera déterminé si un facteur de forme  $q$  considéré non constant a un effet qui peut être négligé.

### Détermination de $\Delta G$ :

L'expression de  $\Delta G$  est rappelée ci-dessous :

$$\Delta G = \frac{2\pi\Delta g}{q}r_p^3 + 2\pi\Gamma r_p^2 \left(1 + \frac{2}{q}\right) \quad (\text{A-77})$$

A présent  $\frac{\partial\Delta G}{\partial r_p}$ ,  $\frac{\partial\Delta G}{\partial n}$  et  $\frac{\partial^2\Delta G}{\partial n^2}$  seront déterminés, avec  $q$  de la forme  $q = A \times r_p + B$ , avec  $A = 1,54 \times 10^8$  pour les plus petits rayons (voir équation (2.43)). Donc :

$$\frac{\partial\Delta G}{\partial r_p} = \frac{6\pi\Delta g}{q}r_p^2 - 2\pi\Delta g r_p^3 \frac{A}{q^2} + 4\pi\Gamma r_p \left(1 + \frac{2}{q}\right) - 4\pi\Gamma r_p^2 \frac{A}{q^2} \quad (\text{A-78})$$

Les termes originaux (avec  $q$  constant) sont en rouge. Les ordres de grandeurs sont les suivants :  $\Gamma \approx 0,11 \text{ J.m}^{-2}$ ,  $q$  est entre 1 et 4 (donc choix de 2,5), le  $r_p$  correspondant est de  $9,75 \times 10^{-9} \text{ m}$ , donc :

Les termes volumiques :

$$\frac{6\pi\Delta g}{q}r_p^2 \approx 7,17 \times 10^{-16}\Delta g$$

$$2\pi\Delta g r_p^3 \frac{A}{q^2} \approx 1,43 \times 10^{-16}\Delta g$$

Les termes surfaciques :

$$4\pi\Gamma r_p \left(1 + \frac{2}{q}\right) \approx 2,43 \times 10^{-8}$$

$$4\pi\Gamma r_p^2 \frac{A}{q^2} \approx 3,24 \times 10^{-9}$$

Les termes qui apparaissent en considérant  $q$  non constant dans la dérivation de la variation de l'enthalpie libre du système sont de 5 à 7,5 fois inférieurs aux termes originaux (en considérant ces données d'entrée). Pour des raisons de simplification des calculs des équations de germination et de croissance, ces termes ont été négligés dans la partie 2.2.ii.

## Annexe O. Etude paramétrique du modèle de précipitation

Dans cette annexe, une étude paramétrique des données d'entrée du modèle de précipitation est présentée. Les données d'entrée étudiées sont les suivantes :

- L'énergie de surface  $\gamma$  (interface matrice/précipité)
- Pré-facteur de la diffusion du niobium dans la matrice  $D_0$
- Energie d'activation de la diffusion du niobium dans la matrice  $Q^{Nb}$
- Les facteurs A et B du produit de solubilité Ks

L'effet de ces paramètres sur les données de sortie est étudié. Les données de sortie d'intérêt de PreciSo sont :

- Le nombre de précipités
- La fraction volumique précipitée
- La distribution de taille des précipités
- Le rayon moyen des précipités

Afin d'avoir une idée de la sensibilité des données de sortie à ces paramètres, des simulations ont été menées avec les valeurs réelles (utilisées dans le partie 2.3), puis avec des valeurs à plus et moins 10 % de cette valeur optimale. Concernant les paramètres du produit de solubilité (A et B), des valeurs à plus et moins 5 % ont été choisies au vu de leur grande sensibilité.

L'état initial est un état dépourvu de tout précipité. Le traitement thermique simulé est le même pour toute l'étude paramétrique :  $760^\circ\text{C}/10^6\text{s}$ .

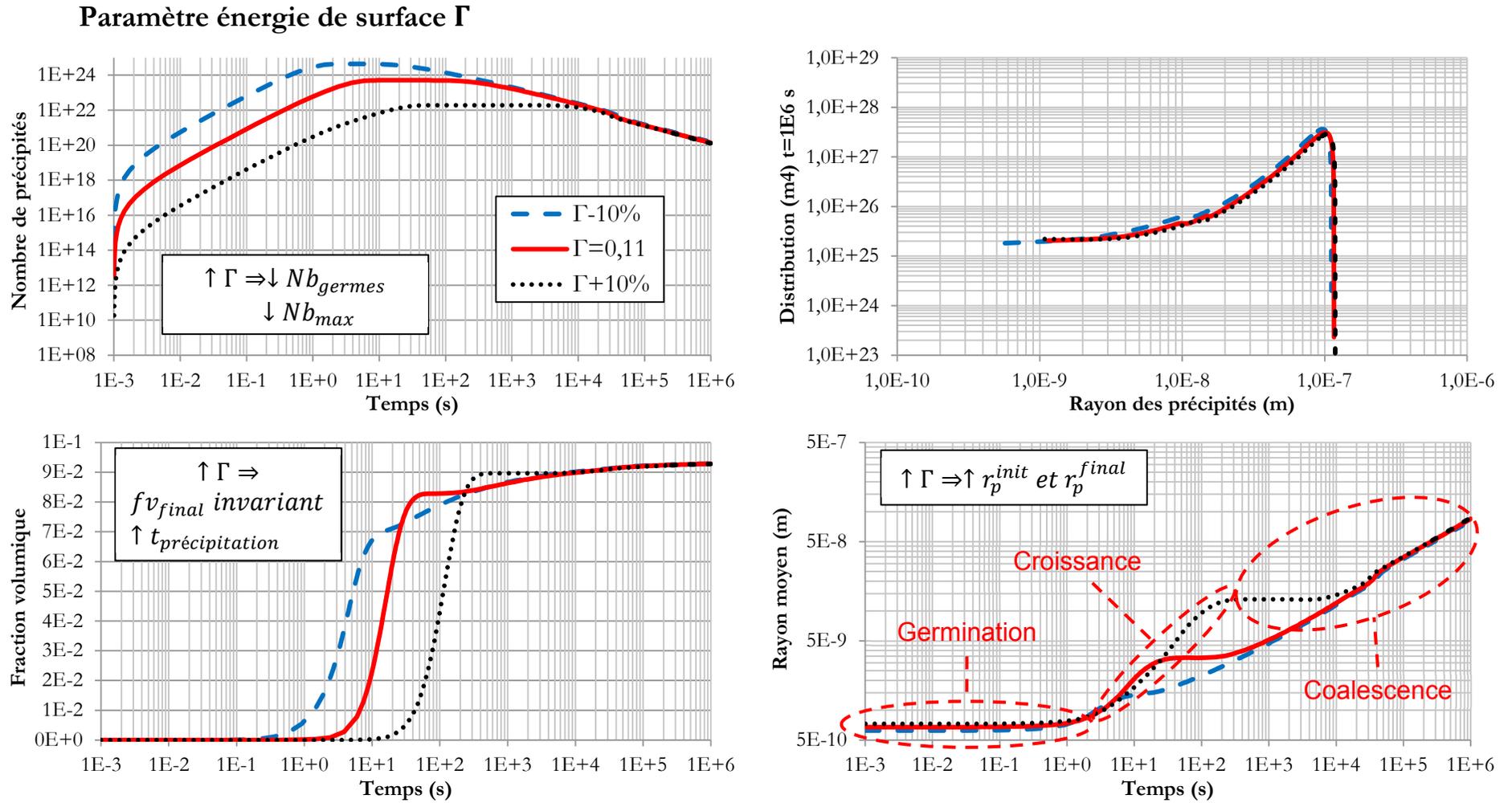


Figure A. 19 - Sensibilité des données de sortie de PreciSo à l'énergie de surface  $\Gamma$

La tension de surface à l'interface précipité/matrice a un effet sur des nombreuses équations de germination et de croissance.

Une augmentation de  $\Gamma$  a pour conséquences :

- Une diminution du nombre de germes ainsi que du nombre maximal et final de précipités.
- Une fraction volumique à l'équilibre inchangée. Par contre, un retardement dans la précipitation apparaît et l'atteinte du palier de la fraction volumique maximale est plus longue.
- Un étalement de la distribution vers les plus grands rayons avec l'augmentation de la tension de surface.
- Une augmentation des rayons moyens initiaux et finaux. De plus, la croissance est beaucoup plus longue.

Une variation de 10 % de ce paramètre a des conséquences non négligeables sur l'ensemble des données de sortie considérées. Ce paramètre étant difficilement mesurable expérimentalement, il est donc le paramètre clé le plus sensible du modèle.

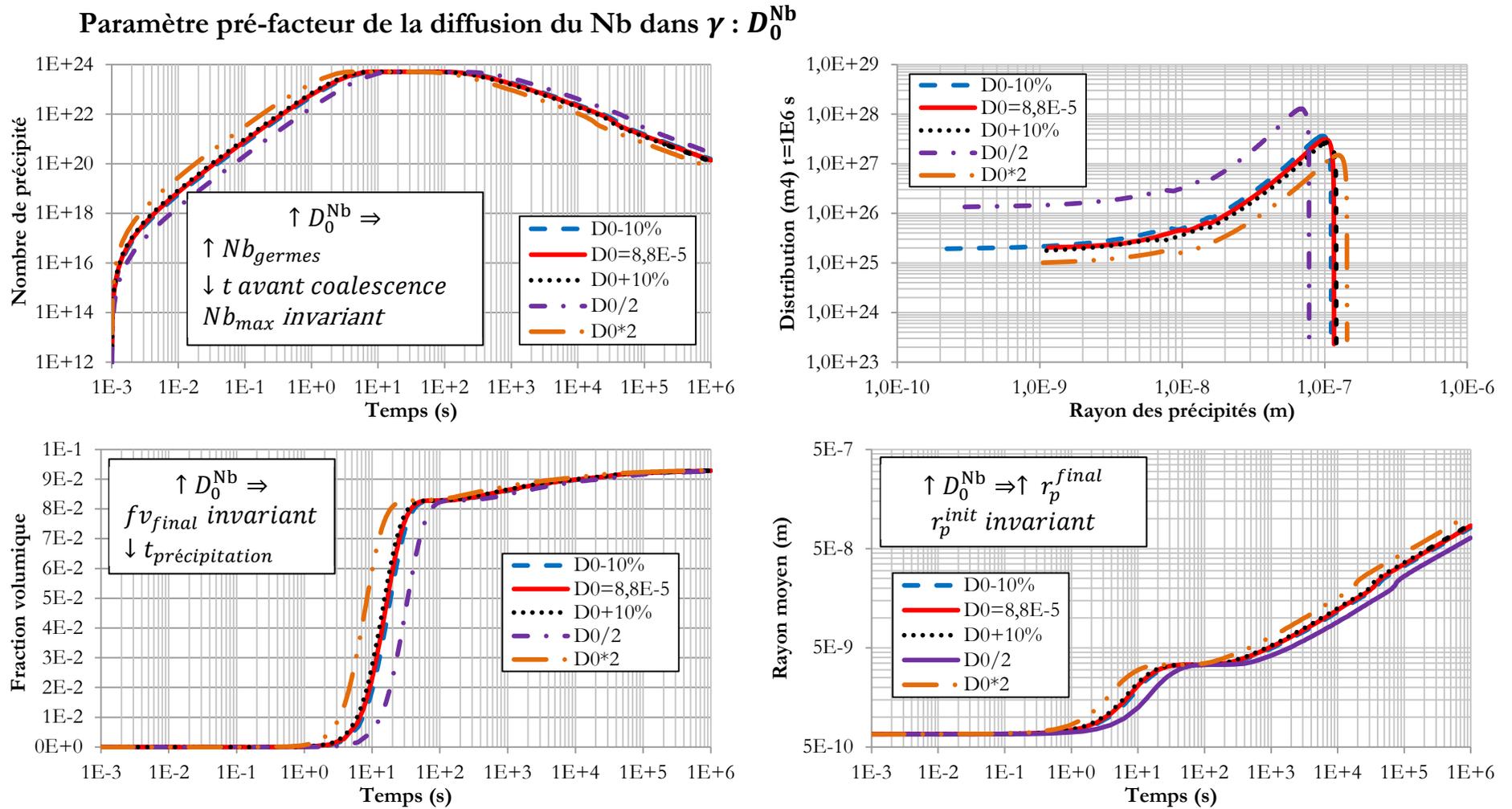


Figure A. 20 - Sensibilité des données de sortie de PreciSo au pré-facteur de la diffusion du Nb dans  $\gamma$  :  $D_0^{Nb}$

Paramètre énergie d'activation de la diffusion du Nb dans  $\gamma$  :  $Q^{Nb}$

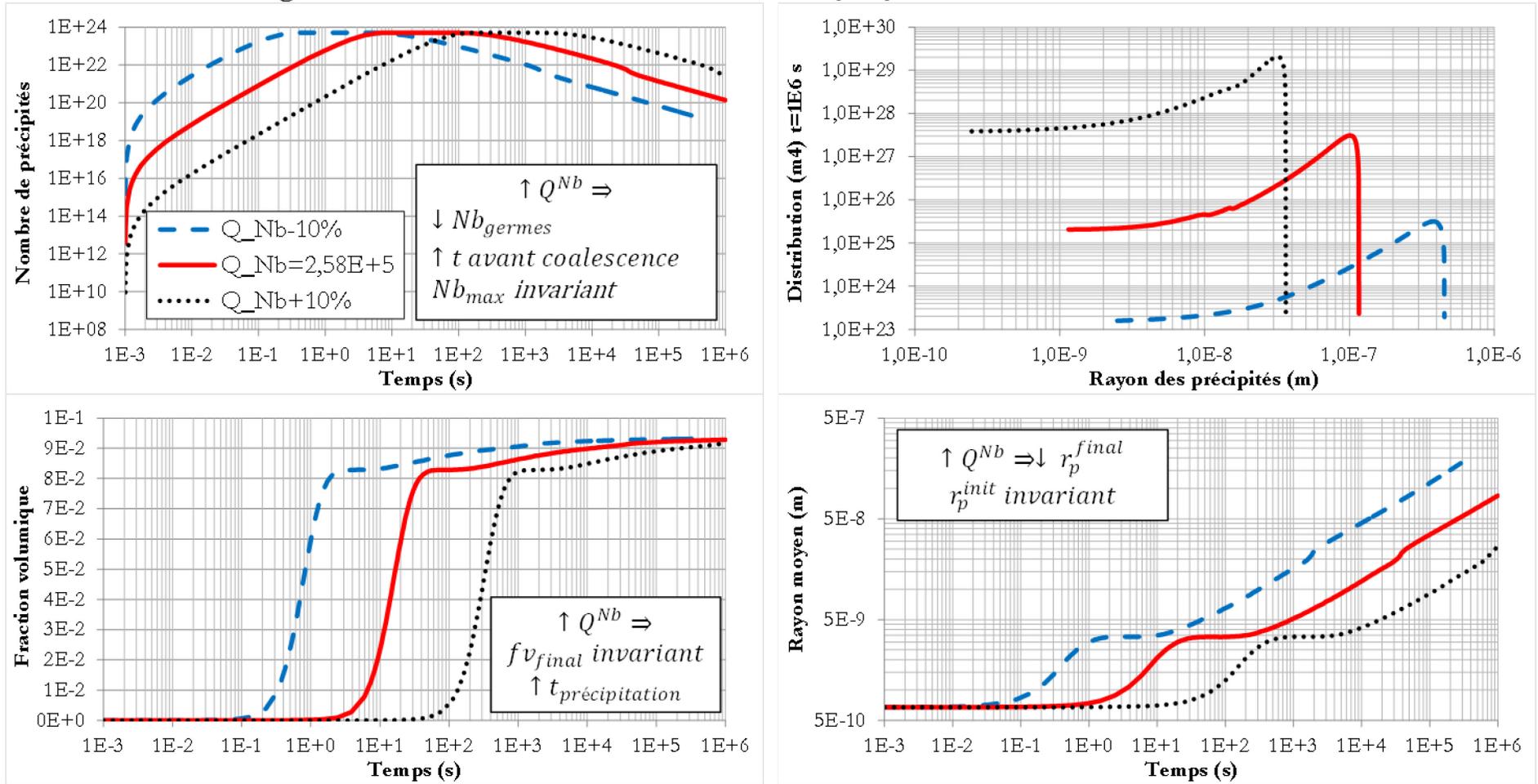


Figure A. 21 - Sensibilité des données de sortie de PreciSo à l'énergie d'activation de la diffusion du Nb dans  $\gamma$ ,  $Q^{Nb}$

Les paramètres de la diffusion du niobium dans la matrice  $\gamma$ ,  $D_0$  et  $Q^{Nb}$  ont des effets opposés sur les résultats du modèle. L'équation de la diffusion utilisée dans ce modèle est rappelée ci-dessous :

$$D_{Nb} = D_0^{Nb} \cdot \exp\left(-\frac{Q^{Nb}}{RT}\right) \quad (\text{A-79})$$

En ce qui concerne l'énergie d'activation  $Q^{Nb}$ , une augmentation de ce paramètre va avoir les conséquences suivantes :

- Une diminution de nombre de germes, avec en revanche un nombre maximal de précipités inchangé.
- La fraction volumique à l'équilibre reste inchangée, mais le temps avant précipitation est grandement augmenté et la précipitation beaucoup plus lente.
- Une augmentation de l'énergie d'activation va engendrer un étalement très important de la distribution vers les grands rayons.
- En ce qui concerne l'évolution du rayon moyen des précipités  $\gamma''$ , une augmentation de  $Q^{Nb}$  ne va avoir aucun impact sur le rayon moyen initial. Cependant, sur la courbe des rayons moyens, il peut être remarqué que la précipitation est beaucoup plus longue et a lieu plus tardivement. La croissance est également beaucoup plus lente. Le rayon final sera alors bien plus petit.

Les effets de  $D_0^{Nb}$  sur les données de sortie du modèle de précipitation sont opposés à ceux de  $Q^{Nb}$  et beaucoup moins importants. En effet, en regardant l'équation (A-87), il est possible d'observer que l'énergie d'activation, contrairement au terme  $D_0^{Nb}$ , est dans une exponentielle décroissante. Cela explique à la fois les effets opposés des deux paramètres d'entrée, ainsi que la sensibilité du modèle bien plus importante au paramètre  $Q^{Nb}$  pour une même variation relative ( $\pm 10\%$ ).

### Paramètre facteur A du produit de solubilité Ks : Ks\_A

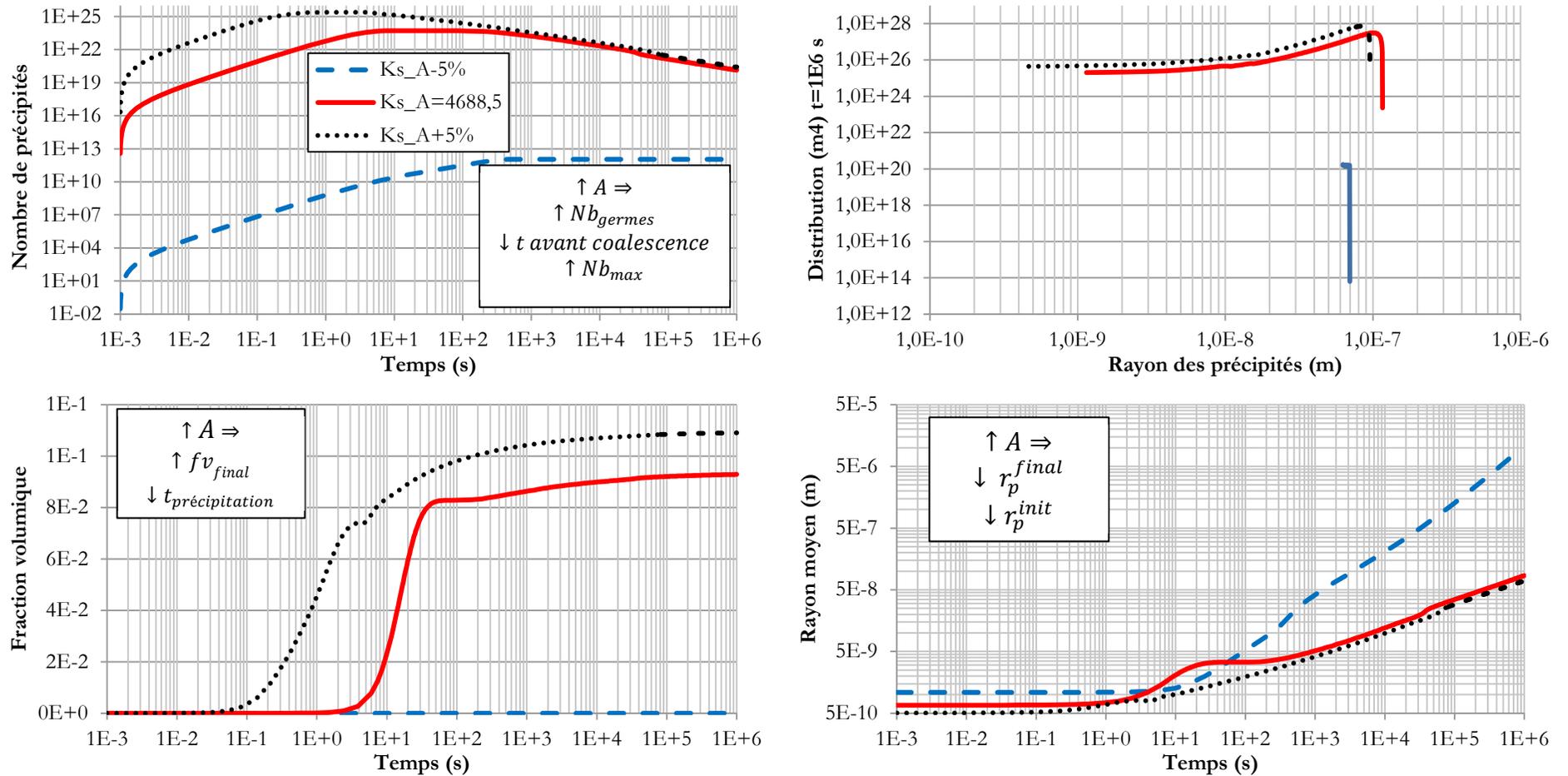


Figure A. 22 - Sensibilité des données de sortie de PreciSo au facteur A du produit de solubilité Ks, Ks\_A

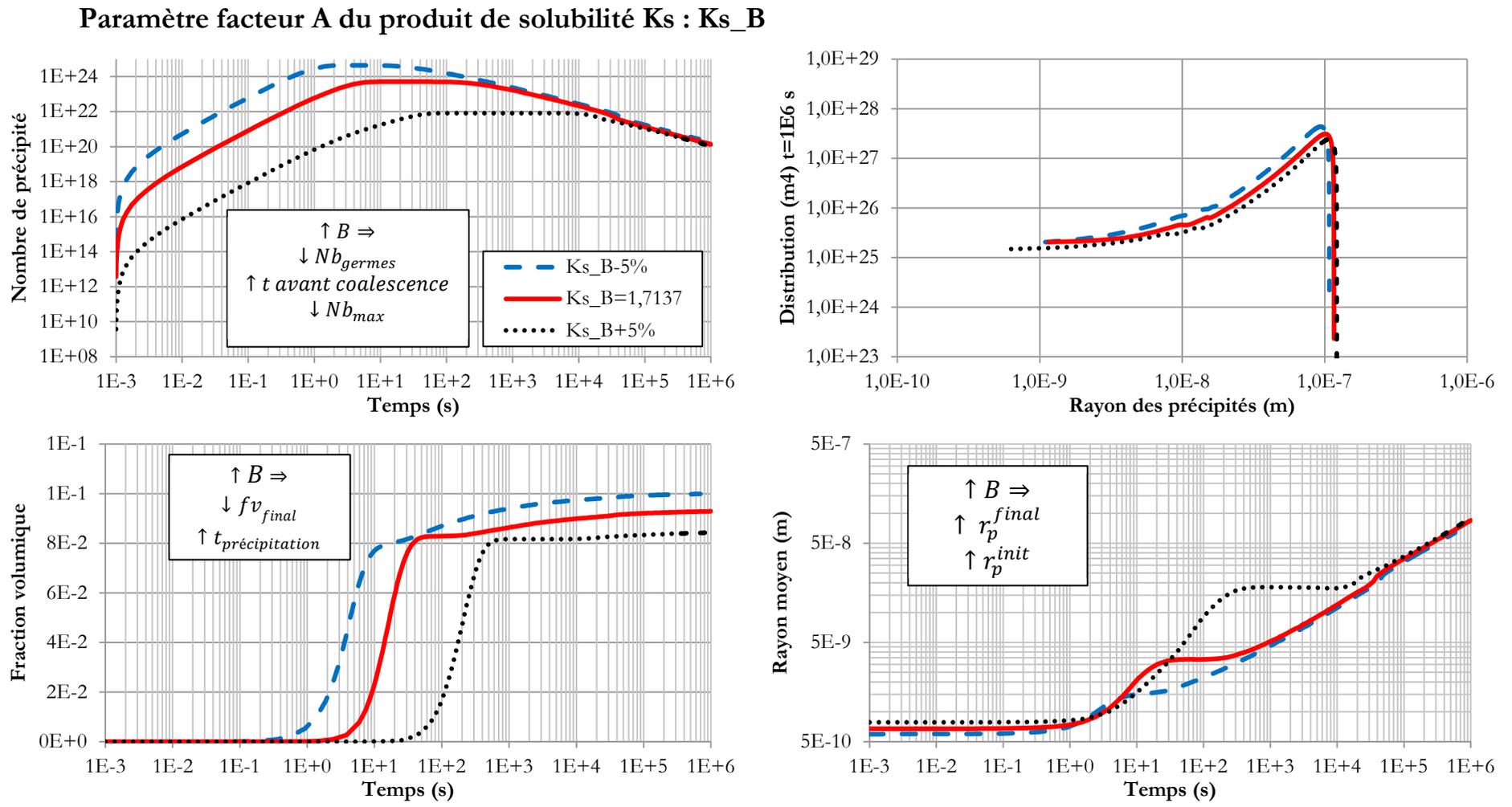


Figure A. 23 - Sensibilité des données de sortie de PreciSo au facteur B du produit de solubilité  $K_s$ ,  $K_{s\_B}$

L'équation du produit de solubilité est tout d'abord rappelée :

$$K_S = X_{Ni}^\gamma \cdot X_{Nb}^\gamma \text{ et } \text{Log}(K_S) = -\frac{A}{T} + B \quad (\text{A-80})$$

Il est possible d'expliquer, grâce à cette équation, que les effets des paramètres A et B sur les résultats du modèle de précipitation sont opposés. Une augmentation du paramètre A a pour conséquences :

- Une augmentation du nombre de germes ainsi que du nombre maximal de précipités.
- Une augmentation importante de la fraction volumique précipitée à l'équilibre ainsi qu'une précipitation ayant lieu beaucoup plus tôt et plus vite.
- La distribution sera plus étroite et centrée vers les plus petits rayons.
- Les rayons moyens initial et final seront plus petits. La croissance des précipités sera beaucoup plus lente.

Comme il est possible d'observer sur la Figure A. 22 et la Figure A. 23, la sensibilité du modèle au paramètre A est bien plus grande qu'au paramètre B pour 5% de variation. Cependant, ces deux paramètres sont très sensibles et doivent donc être déterminés avec le plus de précision possible. Le peu de données expérimentales concernant la fraction volumique à l'équilibre, ainsi que la difficulté de sa mesure, rend cette détermination délicate.

En résumé, les paramètres les plus délicats du modèle, au vu de la difficulté de leur mesure et de la sensibilité du modèle de précipitation à leur égard, sont la tension de surface  $\Gamma$ , ainsi que les paramètres du produit de solubilité  $K_S$  : A et B.

### Influence des paramètres d'entrée étudiés sur le diagramme TTT de la phase $\gamma''$

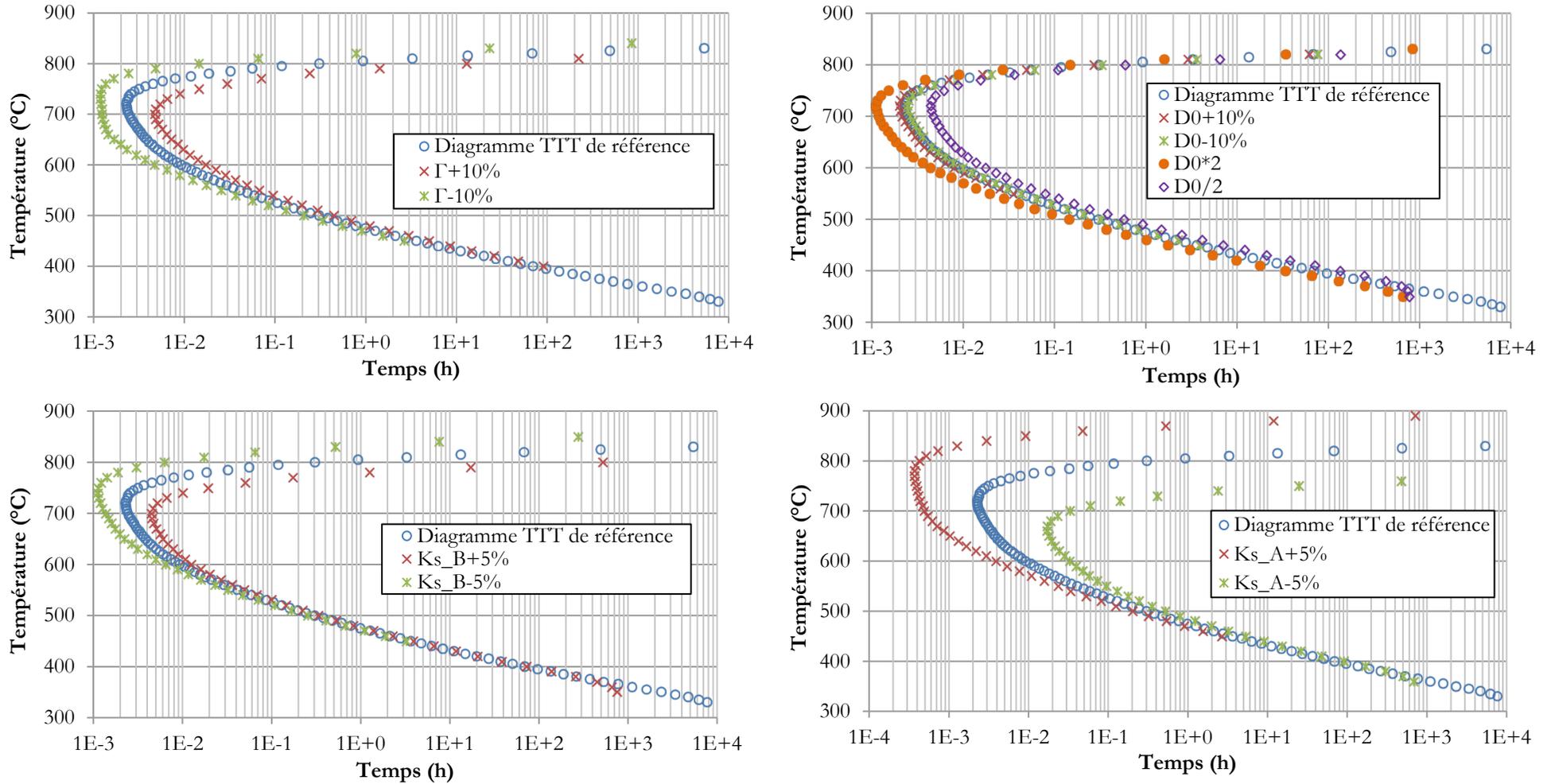


Figure A. 24 - Sensibilité des données de sortie de PreciSo aux données d'entrée étudiées

La Figure A. 24 illustre les effets d'une variation des paramètres d'entrée du modèle de précipitation sur le diagramme TTT de la phase  $\gamma''$ . Les paramètres étudiés sont les suivants :

- la tension de surface à l'interface précipité/matrice  $\Gamma$
- le terme pré-exponentiel  $D_0^{Nb}$  du coefficient de diffusion du niobium dans la matrice  $\gamma$
- les paramètres A et B intervenant dans le calcul du produit de solubilité Ks en fonction de la température : Ks\_A et Ks\_B

Une augmentation de  $\Gamma$  retarde la précipitation, ce qui a pour effet de déplacer le diagramme TTT vers les temps plus longs, sans le décaler aux niveaux des températures.

Une augmentation du coefficient de diffusion  $D_0^{Nb}$  favorise la précipitation : le diagramme TTT est déplacé vers les temps plus courts, sans modifier les températures de précipitation (une augmentation de  $Q^{Nb}$  aura l'effet contraire : un décalage du diagramme vers les temps longs).

Une augmentation de Ks\_B va retarder la précipitation pour des températures proches et supérieures au nez de précipitation. Cela va également diminuer la température de dissolution de la phase  $\gamma''$  et décaler le nez de précipitation vers des températures plus basses. Cependant, cela ne modifie pas les températures les plus basses de précipitation.

Une augmentation de Ks\_A aura des conséquences contraires : un décalage du nez de précipitation vers les temps plus courts et températures plus hautes sans modifier le diagramme pour les plus basses températures. La température de dissolution de la phase  $\gamma''$  sera plus élevée.

## Annexe P. Modélisation de la précipitation de la phase $\delta$ dans l'Inconel 718®

Un des buts majeurs de ces travaux de thèse est de modéliser la précipitation des phases intermétalliques dans l'alliage 718 ( $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ ). Dans le Chapitre 2, la précipitation de la phase  $\gamma''$  a été simulée. Dans cette annexe, sera étudiée la précipitation de la phase  $\delta$ , considérée ici comme sphérique (ce qui est vrai concernant les précipités globulaires mais pas concernant les précipités aciculaires).

La phase  $\delta$  est la première phase dont la précipitation a été simulée dans cette étude, pour laquelle de nombreuses données expérimentales sur sa précipitation sont disponibles dans la littérature (Azadian, Wei, & Warren, 2004) (Stockinger, Kozeschnik, Buchmayr, & Horvath, 2001) (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994) (Eiselstein, 1965) (Boesch & Canada, 1968), ...

Tout d'abord, il faut déterminer les données d'entrée du modèle.

### Mise en donnée

Pour effectuer une simulation, certaines données doivent être connues concernant : la matrice  $\gamma$ , les éléments d'addition ainsi que le(s) précipité(s). Ces données sont regroupées dans les tableaux suivants :

#### Matrice :

**Table A. 4. Données d'entrée de PreciSo pour la matrice**

Paramètre	valeur	Références
Paramètre de maille		
(m)	$3,6 \times 10^{-10}$	(Niang, 2010)
$V_{at}$ (m <sup>3</sup> )	$1,1664 \times 10^{-29}$	(Niang, 2010)
M (kg. mol <sup>-1</sup> )	$58,7 \times 10^3$	Tableau de classification des éléments (Tab class)

### Éléments d'addition :

**Table A. 5. Données d'entrée de PreciSo pour les éléments d'addition**

	Nb	Cr	Fe	Ti	Al	C	Références
C (wt%)	5,25	19	18,51	0,9	0,5	0,08	(Devaux A. , 2007)
M (kg. mol <sup>-1</sup> )	92,9 × 10 <sup>-3</sup>	52 × 10 <sup>-3</sup>	55,8 × 10 <sup>-3</sup>	47,9 × 10 <sup>-3</sup>	27 × 10 <sup>-3</sup>	12 × 10 <sup>-3</sup>	Tab class
D <sub>0</sub> (m <sup>2</sup> . s <sup>-1</sup> )	1 × 10 <sup>-8</sup> (Fit)	0	0	0	0	0	Cette étude
Q (J. mol <sup>-1</sup> )	2,9 × 10 <sup>5</sup> (Fit)	1	1	1	1	1	Cette étude

### La phase δ :

**Table A. 6. Données d'entrée de PreciSo pour la phase δ**

Paramètre	Valeur	Références
V <sub>at</sub> (m <sup>3</sup> )	1,23 × 10 <sup>-29</sup>	(Devaux A. , 2007)
E <sub>surface</sub> (J. m <sup>-2</sup> )	0,09 (fit)	Cette étude
Produit de solubilité A	3793	Cette étude
Produit de solubilité B	0,54	Cette étude
Forme	Sphérique	Hypothèse
Nucléation	Homogène	Hypothèse
Composition	<i>Ni<sub>3</sub>Nb</i>	

Cette première série de simulations fait appel à des simplifications dans la mise en donnée : tout d'abord concernant la matrice. La matrice  $\gamma$  est considérée comme une matrice cubique de nickel pure (avec toutefois un paramètre de maille et un volume atomique correspondant à la solution solide de substitution  $\gamma$  puisque celui du nickel pur est de 0,3523 nm (Villars, 1997)).

Ensuite, concernant les éléments d'addition, seuls les principaux ont été pris en compte (ceux présents sous forme de traces comme le Cu, P, Zr... n'interviennent pas dans ces simulations). Concernant leur concentration, des valeurs moyennes de la fourchette de composition donnée par A. Devaux dans sa thèse (Devaux A. , 2007) ont été choisies. Seule la diffusion du niobium dans la matrice de nickel pur est prise en compte. Cette hypothèse n'est sûrement pas exacte, en effet, dans la phase  $\delta$  la concentration atomique de nickel est de 75 at % alors que dans la phase  $\gamma$  elle n'est que de 55 at%. Le nickel doit donc diffuser au sein de la matrice  $\gamma$  tout comme le niobium pour former la phase  $\delta$ . L'énergie d'activation et le terme pré-exponentiel de la diffusion

du niobium dans la matrice sont considérés comme des termes permettant de recalibrer les résultats sur les données expérimentales, la détermination de leur valeur sera développée par la suite.

Les hypothèses formulées pour la phase  $\delta$  sont les suivantes : les précipités sont de forme sphérique et précipitent uniformément dans la matrice. En réalité, la phase  $\delta$  peut présenter 2 formes : une forme globulaire précipitant de manière plutôt homogène et une forme en plaquettes précipitant de manière privilégiée aux joints de grains. Dans le cadre de cette simulation, seule la phase  $\delta$  globulaire est considérée. L'énergie d'interface entre la phase  $\delta$  et  $\gamma$  est un terme permettant de recalibrer les résultats sur les données expérimentales. Les produits de solubilité A et B sont déterminés à partir de données expérimentales.

### Calcul du produit de solubilité $K_S$

Le produit de solubilité peut s'exprimer, dans le cas de la précipitation de la phase  $\delta$  de composition ( $Ni_3Nb$ ), par :

$$K_S = X_{Ni}^{SS3} \cdot X_{Nb}^{SS} \text{ et } \text{Log}(K_S) = -\frac{A}{T} + B \quad (\text{A-81})$$

Avec  $X_{Ni}^{SS}$  la fraction atomique de nickel présent dans la solution solide,  $X_{Nb}^{SS}$  celle de niobium.

Pour tracer  $K_S$ , et donc, déterminer les coefficients A et B, les données de type  $F_v \text{ équilibre} = f(T)$  de la littérature sont utilisées. Pour cette simulation, des données ont été recueillies dans les articles suivants : (Stockinger, Kozeschnik, Buchmayr, & Horvath, 2001), (Azadian, Wei, & Warren, 2004), (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994) et ThermoCalc®.

Ensuite, un bilan de masse est effectué afin de déterminer  $X_{Ni}^{SS}$  et  $X_{Nb}^{SS}$  grâce à la formule :

$$X_i^{SS} = \frac{X_i^0 - \alpha f_v X_i^p}{1 - \alpha f_v} \quad (\text{A-82})$$

Avec  $X_i^{SS}$  la fraction atomique de l'élément i restant en solution solide,  $X_i^0$  est la fraction atomique totale de l'élément i (déterminé grâce à la composition de l'alliage),  $X_i^p$  est la fraction atomique de l'élément i dans les précipités (déterminé avec la stœchiométrie du précipité, ici  $\delta = Ni_3Nb$ ),  $\alpha$  est le rapport entre le volume atomique de la matrice et celle du précipité considéré  $\left(\frac{V_{at}^\gamma}{V_{at}^\delta}\right)$  et  $f_v$  la fraction volumique précipitée (données issues de la littérature).

Ensuite, la courbe  $\text{Log}(K_S) = f\left(\frac{1}{T}\right)$  a été tracée et une régression linéaire effectuée afin de déterminer les valeurs de A et B (voir Figure A. 25).

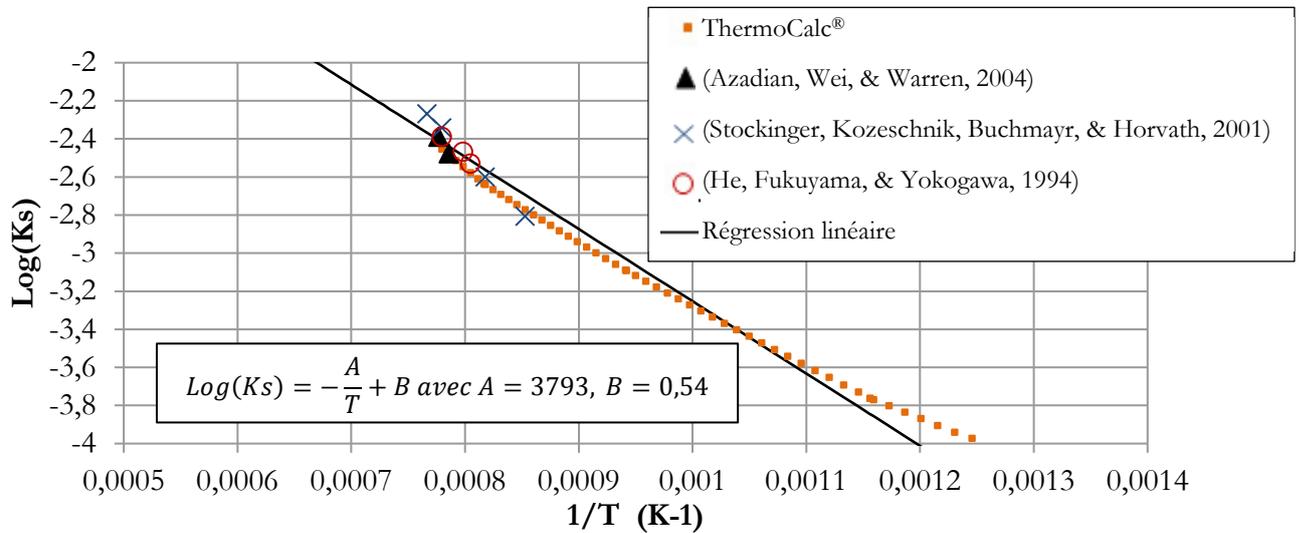
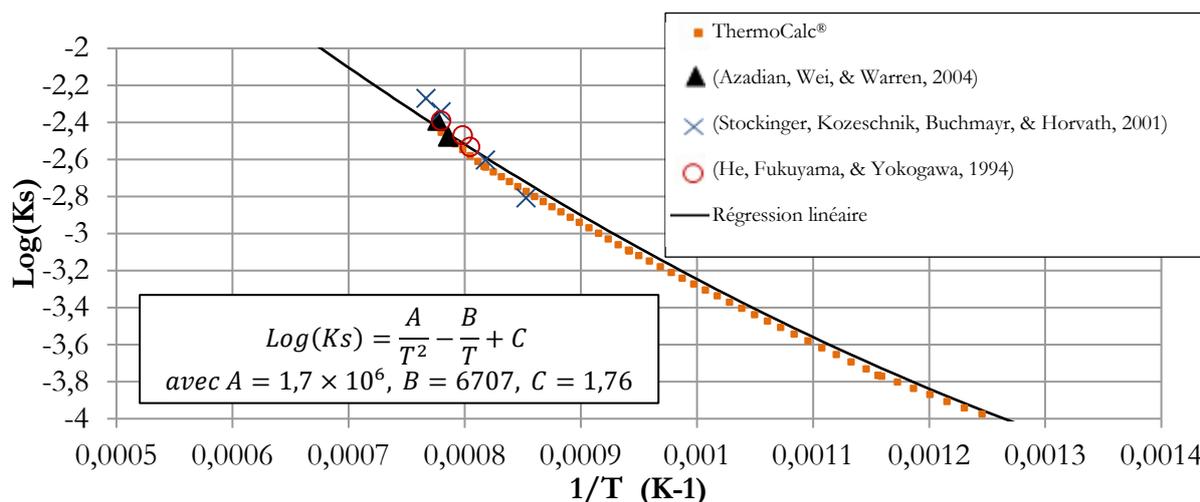


Figure A. 25 - Détermination de A et B (produit de solubilité) par régression linéaire

Les résultats des études utilisées pour déterminer ces coefficients sont tout à fait en accord les unes avec les autres. Il s'agit souvent d'études concernant la dissolution de la phase  $\delta$ , ce qui explique que la plupart des mesures expérimentales ont été faites pour des hautes températures. Les simulations ThermoCalc® effectuées durant cette étude ont permis d'avoir des valeurs pour des températures plus faibles et ainsi des valeurs de A et B plus précises. Il peut être remarqué que la régression linéaire coïncide bien avec les résultats expérimentaux et ThermoCalc®.

Cependant, la courbe  $\text{Log}(K_S) = f\left(\frac{1}{T}\right)$  a davantage l'allure d'un polynôme que d'une droite, c'est pourquoi le choix a été fait de tester une autre expression de  $K_S$  dans une seconde série de simulations de précipitation, cette fois le produit de solubilité s'exprimait :

$$\text{Log}(K_S) = (K_S) = \frac{A}{T^2} - \frac{B}{T} + C \quad (\text{A-83})$$



## Résultats et discussion des simulations sur PreciSo

Dans cette partie, seront exposés les résultats des simulations menées sur PreciSo avec les deux méthodes de calcul du produit de solubilité.

Maintenant que les coefficients A, B et C ont été calculés, l'énergie d'activation, le coefficient pré-exponentiel et l'énergie d'interface entre  $\delta$  et  $\gamma$  peuvent être déterminés. Dans la littérature, des données concernant la diffusion du niobium dans le nickel peuvent être trouvées :

- $Q_{Nb \rightarrow Ni} = 2,0259 \times 10^5 \text{ J. mol}^{-1}$  et  $D_0 = 1,04 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  (Patil & Kale, 1996)
- $Q_{Nb \rightarrow Ni} = 2,57 \times 10^5 \text{ J. mol}^{-1}$  (Karunuratne & Reed, 2005)

Ces valeurs ont été par la suite modifiées, afin d'avoir une meilleure correspondance simulation/données expérimentales. Pour ce faire, une représentation des résultats sous forme de diagramme TTT a été choisie. En effet, PreciSo permet de choisir une température de maintien et fournit, entre autres, pour cette température les valeurs du rayon moyen et la fraction volumique de phase  $\delta$  à chaque pas de temps. Le temps qu'il faut pour que la fraction volumique de phase  $\delta$  soit égale à 50 % de la fraction volumique de phase  $\delta$  à l'équilibre a été tracé en fonction de la

température de maintien. Les résultats pour les deux méthodes de calcul du produit de solubilité sont présentés en Figure A. 27. Après avoir déterminé les données concernant la diffusion du niobium dans la matrice  $\gamma$ , l'énergie d'interface a également été réglée.

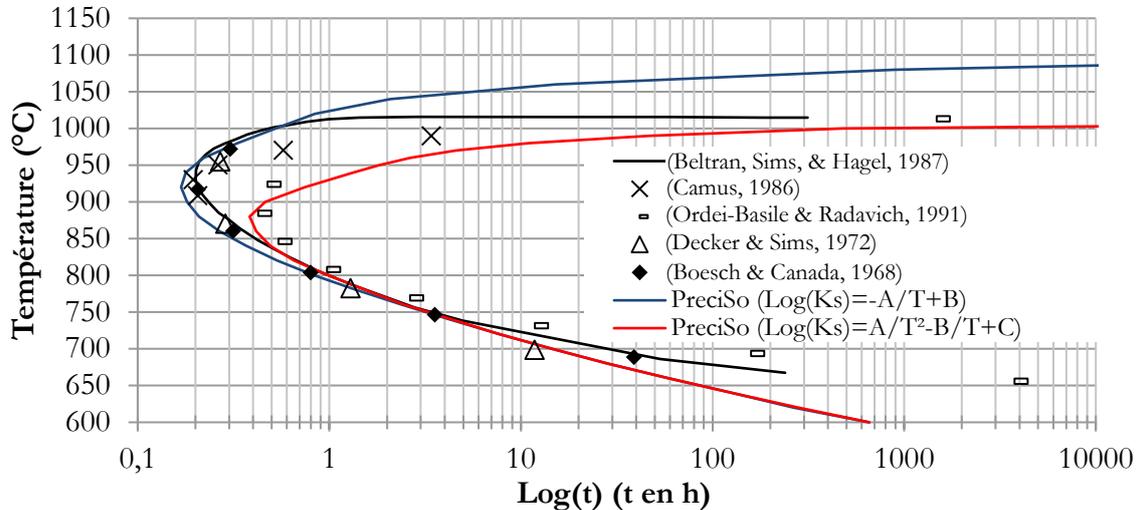


Figure A. 27 - Confrontation résultats PreciSo / donnée expérimentales (diagramme TTT)

Les valeurs optimales de  $D_0$ ,  $Q$  et  $E_{surface}$  ont été déterminées pour la courbe correspondant au  $K_S = -\frac{A}{T} + B$ . Ces valeurs ont été gardées pour tracer la deuxième courbe. La méthode de calcul de  $K_S$  est donc la seule différence entre les deux graphes provenant des résultats PreciSo. Cette méthode a une grande influence sur la précipitation de la phase  $\delta$ . Pour un  $K_S$  déterminé par régression polynomiale du second degré, la précipitation a lieu à plus basse température et pour des temps de maintien plus longs.

La courbe correspondant au  $K_S = -\frac{A}{T} + B$  est en bon accord avec les données issues de la bibliographie, notamment en ce qui concerne les basses températures. Pour les hautes températures, le diagramme TTT présente un brusque plateau aux alentours de 1030°C correspondant à la température de dissolution de la phase  $\delta$ , cependant ce palier n'est pas prédit par la simulation.

Ensuite, l'énergie d'activation ( $Q$ ) et l'énergie d'interface ( $\gamma$ ) de la courbe correspondant au  $K_S = \frac{A}{T^2} - \frac{B}{T} + C$  ont été légèrement modifiées afin de la faire correspondre aux données expérimentales, les Figure A. 28 et Figure A. 29 présentent ces modifications et leurs effets sur les résultats de la simulation.

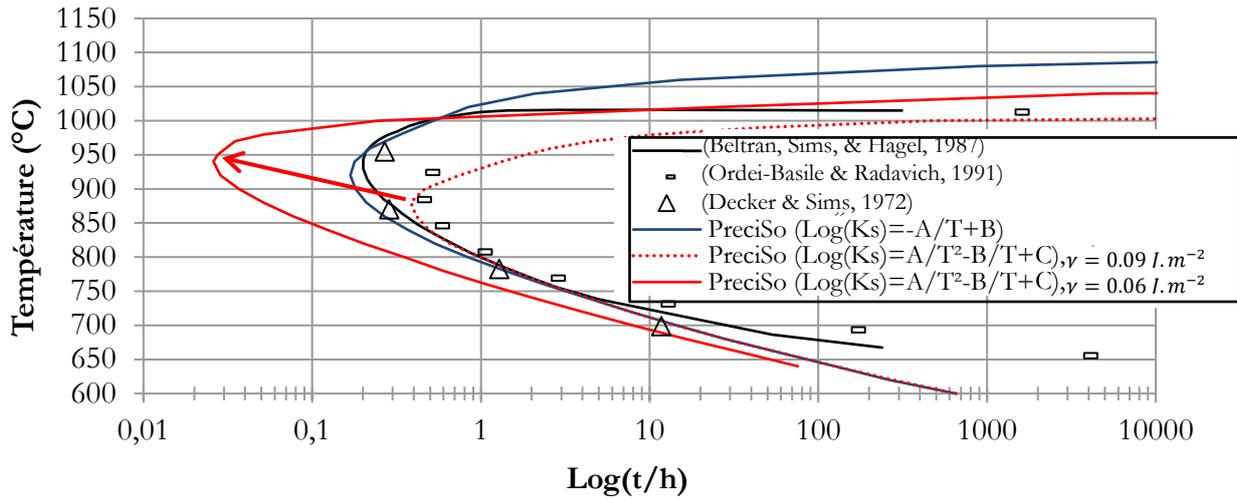


Figure A. 28 - Confrontation résultats PreciSo / donnée expérimentales : diagramme TTT-modification de  $\gamma$  (en  $J \cdot m^{-2}$ )

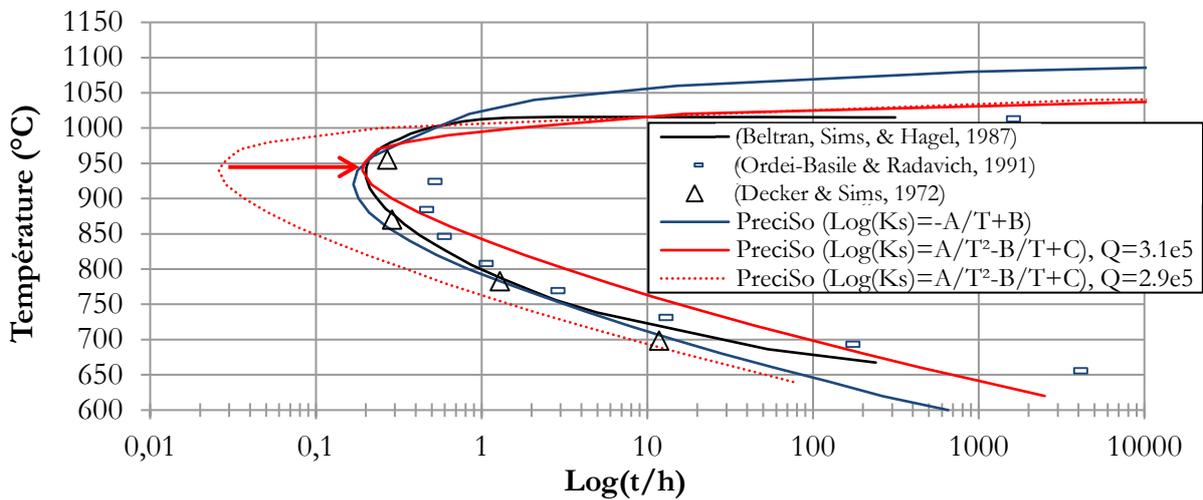


Figure A. 29 - Confrontation résultats PreciSo / donnée expérimentales : diagramme TTT-modification de  $Q$  (en  $J \cdot mol^{-1}$ )

Sur la Figure A. 28, l'effet de l'énergie d'interface sur la précipitation de la phase  $\delta$  peut être observé. Diminuer cette énergie décale le diagramme TTT vers les hautes températures et les temps courts. En modifiant légèrement cette énergie de 0,09 à 0,06, la précipitation d'après la simulation a lieu aux bonnes températures, mais beaucoup trop vite.

Sur la Figure A. 29, l'effet de l'énergie d'activation  $Q$  (de la diffusion de niobium dans la matrice) est cette fois observé : ce terme intervient dans la diffusion du niobium dans la matrice qui va piloter la précipitation. L'équation donnant cette diffusion est :

$$D_{Nb \rightarrow \gamma} = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{K_b T}\right) \quad (\text{A-84})$$

Lorsque  $Q$  augmente, la diffusion diminue (les atomes de niobium vont bouger moins vite et donc tarderont plus à se regrouper avec le nickel pour former des précipités  $\delta$ ), la précipitation sera alors plus lente.  $Q$  a donc été augmentée (de  $2,9 \times 10^5$  à  $3,1 \times 10^5$  J. mol<sup>-1</sup>). Une meilleure concordance de la simulation avec un  $K_S = \frac{A}{T^2} - \frac{B}{T} + C$  qu'avec la simulation utilisant  $K_S = -\frac{A}{T} + B$  peut être observée en ce qui concerne les hautes températures (le plateau de dissolution est plus présent). Cependant, pour les basses températures, la première simulation est plus proche de la réalité expérimentale.

En vue de vérifier le réalisme de la simulation, la fraction volumique à l'équilibre de la phase  $\delta$  en fonction de la température de maintien peut maintenant être observée (Figure A. 30).

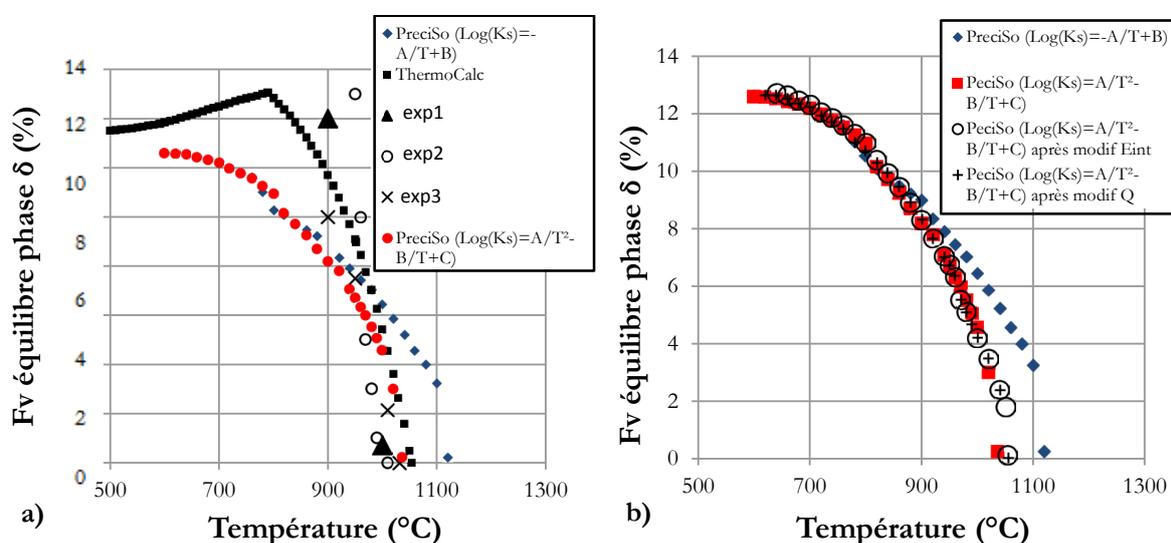


Figure A. 30 - a) Confrontation simulation / expérimentale de  $f_{v\delta} = f(T)$  ; b) Impact de la modification des énergies d'activation et d'interface sur  $f_{v\delta} = f(T)$ , avec : exp1 (Azadian, Wei, & Warren, 2004), exp2 (He, Fukuyama, & Yokogawa, 1994), exp3 (Stockinger, Kozeschnik, Buchmayr, & Horvath, 2001)

Sur la Figure A. 30.a) il peut être remarqué que les résultats expérimentaux sont tous en accord avec la simulation ThermoCalc<sup>®</sup> pour les températures entre 900 et 1000°C, ThermoCalc<sup>®</sup> fournit de nouvelles informations pour de plus basses températures de maintien. La courbe bleue correspond à la simulation pour le calcul de  $K_S = -\frac{A}{T} + B$  après réglage des paramètres ( $E_{int}$  et  $Q$ ), la rouge correspond à la simulation pour  $K_S = \frac{A}{T^2} - \frac{B}{T} + C$  pour les mêmes paramètres que la courbe bleue (les simulations de la courbe a) correspondent à ceux de la Figure A. 27). Il peut être remarqué que le palier à haute température sur les diagrammes 'TTT' (Figure A. 27) s'illustre ici par une brusque chute de  $f_{v\delta}$  entre 1000 et 1050°C (domaine de température dans lequel se situe la température de solvus de la phase  $\delta$ ). Ce palier est plus présent sur la simulation correspondant à  $K_S = \frac{A}{T^2} - \frac{B}{T} + C$ , comme il a été observé sur les diagrammes 'TTT'. La principale différence

avec les observations des diagrammes de la Figure A. 27 est la correspondance entre les simulations et les données de la littérature pour les plus basses températures : c'est aux basses températures que la meilleure correspondance pour les diagrammes 'TTT' peut être observée, cependant, ici, il y a au contraire un net écart pour les températures situées entre 600 et 900°C. ThermoCalc® prédit un pic de précipitation autour de 800°C qui n'est pas reproduit par les simulations PreciSo.

A présent, l'effet de l'ajustement de  $Q$  et  $E_{int}$  pour la simulation avec  $K_S = \frac{A}{T^2} - \frac{B}{T} + C$  est observé (Figure A. 30.b). Ce graphique illustre clairement le fait que, contrairement à la méthode de calcul de  $K_S$ , une modification fiable de  $Q$  et  $E_{int}$  a très peu d'effet sur la fraction volumique de phase  $\delta$  à l'équilibre. L'énergie d'interface a une légère influence sur la température de solvus, une diminution de  $E_{int}$  s'accompagne d'une légère augmentation de la température de solvus. Cette méthode de calcul de  $K_S$  semble donner de meilleurs résultats tant au niveau de la cinétique de précipitation, que de la fraction volumique finale des phases précipitées en fonction de la température de maintien.

Malgré les avancées sur le sujet de la modélisation de précipitation de la phase  $\delta$ , des écarts entre la simulation et les données issues de la littérature persistent. Diverses hypothèses peuvent être avancées afin d'en expliquer la cause et ainsi parvenir à réduire ces écarts, ces hypothèses sont présentées ci-dessous par ordre croissant d'importance :

- La composition de la phase  $\delta$  : une composition simple ( $Ni_3Nb$ ) a été choisie. Les simulations ThermoCalc® prédisent une composition plus complexe de cette phase avec du titane :  $Ni_3Nb_{0.45}Ti_{0.26}$ . Cette hypothèse est celle faite par la plupart des études sur le sujet et ne doit pas voir une grande influence sur les résultats.
- La germination homogène : en effet, les sites de germinations préférentiels de la phase  $\delta$  tels les joints de grains ou de macles n'ont pas été pris en compte dans les simulations. Des sites favorisant la germination peuvent avoir une influence importante sur la cinétique et la fraction volumique finale de précipitation.
- La diffusion unique du niobium dans la phase  $\gamma$  : en effet, le nickel étant défini comme étant la matrice dans la simulation, il ne va pas diffuser. Dans la réalité, le nickel diffuse dans la matrice composée qu'à 55 %at de nickel (le précipité étant composé de 75 %at de nickel). De même, cet alliage étant fortement allié, les autres espèces chimiques en

solution solide doivent également diffuser afin de permettre au niobium et au nickel de former des amas qui formeront ensuite des précipités. Tous ces mécanismes d'interdiffusion non pris en compte dans la simulation auront des impacts sur les résultats finaux.

- Les précipités de forme sphérique : seuls les précipités de forme sphérique ont été pris en compte pour des raisons de simplicité de simulation, cependant la phase  $\delta$  précipite majoritairement sous forme de plaquettes pour des températures inférieures à 960°C (voir Figure 1.14). Les équations de germination et de croissance pour des précipités en forme de plaquettes ne sont pas les mêmes que pour des précipités sphériques, ce qui aura une influence certaine sur tous les résultats de simulation de précipitation.
  
- La détermination des coefficients A, B (et C) pour le calcul du produit de solubilité  $K_S$  : dans cette partie, l'importance de ces coefficients a été remarquée. Un faible changement de valeur de ces paramètres aura une grande influence sur tous les résultats de la simulation. Il est important de vérifier les données avec lesquelles ils ont été déterminés. De plus, une valeur fautive de A, B et C induira en erreur lorsque les paramètres ajustables seront réglés (notamment en ce qui concerne la valeur de  $D_0$  pour la diffusion du niobium dans  $\gamma$  qui est de  $1 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  dans les simulations, alors que, pour la diffusion du niobium dans le nickel pur, Patil & Kale donnent  $D_0 = 1,04 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  (Patil & Kale, 1996)). Certes, le nickel n'est présent qu'à 55 %at dans l'alliage 718 mais un coefficient cent fois moins grand n'est peut-être pas très réaliste. Afin de rendre la simulation plus juste, des recherches seront effectuées dans la littérature afin de trouver des valeurs de  $Q$  et  $D_0$  correspondant à la diffusion du niobium dans la phase  $\gamma$ .

## Annexe Q. Principe de la mesure de dureté

La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose sa surface à la pénétration d'un poinçon : Une bille en acier trempée pour un essai de dureté Brinell ou une pyramide en diamant pour la dureté Vickers ou encore un cône. Plus le matériau résistera à la pénétration, plus il sera considéré comme dur. Des essais de rebondissement ou de pénétration sont généralement utilisés, cependant dans le cadre de cette étude, seuls les essais de pénétration seront utilisés et décrits.



La dureté Vickers se mesure grâce à une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet de  $136^\circ$ . La pointe est appliquée progressivement sous l'action d'une force  $F$  sur la surface du matériau à tester et est maintenue pendant un temps précis. Si le matériau est plastiquement déformable, une empreinte de surface latérale  $S$  et de profondeur  $e$  reste suite au retrait de la charge. La dureté est exprimée de la manière suivante :

$$H = \frac{F}{S} \quad (\text{A-85})$$

Figure A. 31 - Machine d'essai de dureté Vickers d'après (CMP)

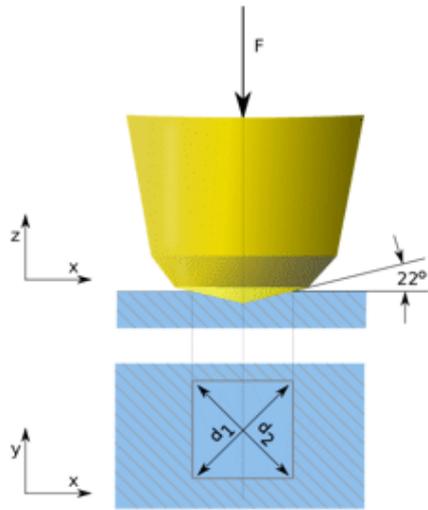
La dureté est homogène à une contrainte de résistance à la pénétration, cependant la dureté s'exprime comme un nombre sans dimension selon les normes en vigueur.

Normes Européennes pour mener des essais de dureté : (Norme EN ISO 6507-1-Matériaux métalliques - Essai de dureté Vickers - Partie 1 : méthode d'essai, 2006), (Norme EN ISO 6507-2-Matériaux métalliques - Essai de dureté Vickers - Partie 2: Vérification et étalonnage des machines d'essai, 2006), (Norme EN ISO 6507-3-Matériaux métalliques - Essai de dureté Vickers - Partie 3: Étalonnage des blocs de référence)

Dans le cas de la dureté Vickers, la longueur  $d$  moyenne des 2 diagonales de l'empreinte à partir de  $d1$  et  $d2$  est mesurée (voir Figure A. 32) à l'aide d'un système optique.

La dureté Vickers peut être exprimée de la manière suivante :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2} \quad (\text{A-86})$$



Avec :

$HV = \text{Dureté Vickers}$

$F = \text{Force appliquée (N)}$

$d = \text{Moyenne des diagonales de l'empreinte (mm)}$

$g = \text{Gravité terrestre (m. s}^{-2}\text{)} = 9,80665$

Figure A. 32 - Principe de la dureté Vickers

## Annexe R. Principe des essais de traction uniaxiaux

Les essais de traction uniaxiaux consistent à solliciter de façon unidirectionnelle des éprouvettes (de section initiale  $S_0$  et de longueur initiale  $L_0$ ) avec une force  $F$  croissante tout en enregistrant l'allongement résultant  $\Delta L$ , avec une vitesse d'allongement constante  $\dot{\epsilon}$ .

Les principaux paramètres qu'il est possible de déterminer sur une courbe de traction sont (voir Figure A. 33) :

- La limite d'élasticité conventionnelle  $R_e$  (qui n'est pas la même que la limite d'élasticité théorique, mais une approximation).
- La résistance mécanique conventionnelle  $R_m$ , correspondant à la contrainte conventionnelle à laquelle apparaissent des phénomènes de striction. Ces phénomènes hétérogènes vont aboutir, pour des efforts de traction de même niveau ou décroissant, à la rupture.  $R_m$  est donc un indicateur important, correspondant au niveau de contrainte nominale à ne pas atteindre lors de l'utilisation de pièces faites dans cet alliage.  $R_m$  n'est cependant pas la contrainte de rupture du matériau, cette dernière étant définie par l'état de contrainte à l'endroit de la rupture.
- L'allongement relatif à la rupture  $A = \Delta L_{rupture}/L_0$  est une mesure de l'amplitude moyenne de la déformation plastique de l'éprouvette rompue.  $A$  n'est pas une mesure de la déformation plastique maximale du matériau. En effet, l'existence d'une striction entraîne une non-uniformité de la contrainte ainsi que de la déformation plastique.
- Le coefficient d'écrouissage  $n = d \left( \frac{\log(\sigma)}{\log(\epsilon)} \right)$ , mesuré dans le domaine de déformation plastique homogène (avant l'apparition d'un phénomène de striction). Il est un indicateur de la consolidation. Plus il est élevé, plus il faudra augmenter la contrainte pour pouvoir augmenter la déformation plastique.

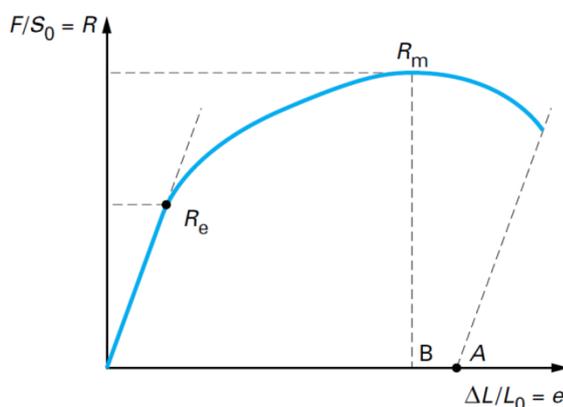


Figure A. 33 - Courbe de traction conventionnelle (Chomel, 2012)

## Annexe S. Calcul pour l'expression de la distance inter-particules des précipités cisailés $L_{sh}$

Expression de  $A$  de l'équation (4.20) :

Afin de calculer  $L_{sh}$ , la Figure A. 34 peut être utilisée :

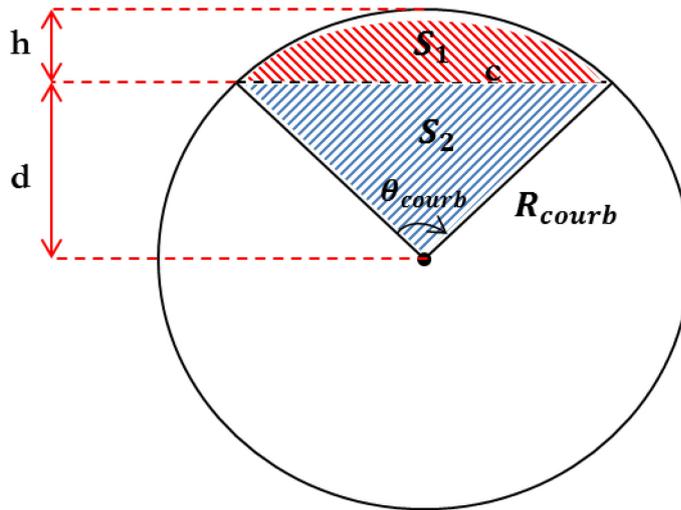


Figure A. 34 - Détermination de  $A$  en fonction de  $R_{courb}$  et de  $\theta_{courb}$

L'aire  $A + B$  peut être exprimée :

$$S_1 + S_2 = \frac{\theta_{courb}}{2} R_{courb}^2 \quad (\text{A-87})$$

De plus, il peut être écrit :

$$\begin{aligned} \sin\left(\frac{\theta_{courb}}{2}\right) &= \frac{c}{2R_{courb}} \\ \cos\left(\frac{\theta_{courb}}{2}\right) &= \frac{d}{R_{courb}} \end{aligned} \quad (\text{A-88})$$

Donc :

$$\begin{aligned} S_2 &= \frac{c \cdot d}{2} = R_{courb}^2 \sin\left(\frac{\theta_{courb}}{2}\right) \cos\left(\frac{\theta_{courb}}{2}\right) \\ &= \frac{R_{courb}^2}{2} \sin(\theta_{courb}) \end{aligned} \quad (\text{A-89})$$

$A$  peut alors être exprimée, sous condition de  $\theta_{courb}$  petit :

$$\begin{aligned}
 S_1 &= \frac{R_{courb}^2}{2} (\theta_{courb} - \sin(\theta_{courb})) \\
 &= \frac{R_{courb}^2 \theta_{courb}^3}{12}
 \end{aligned}
 \tag{A-90}$$

Remarque : pour  $\theta_{courb}$  petit,  $\sin(\theta_{courb}) = \theta_{courb} - \frac{\theta_{courb}^3}{3!}$

Ensuite la Figure A. 35 est considérée. En effet, pour pouvoir estimer  $L_{sh}$ , il faut exprimer  $A$  :

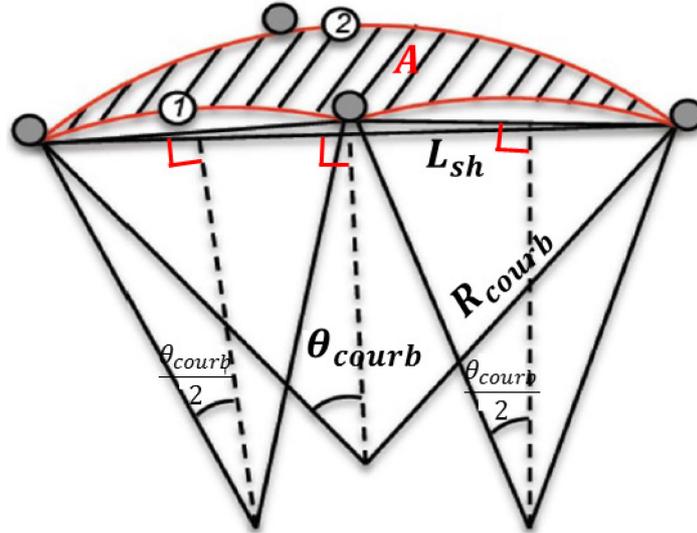


Figure A. 35 - Détermination de  $L_{sh}$  (Bardel D. , 2014)

A partir de l'équation (A-90), il peut être écrit :

$$\begin{aligned}
 A &= \frac{R_{courb}^2}{2} (2\theta_{courb} - \sin(2\theta_{courb})) - 2 \frac{R_{courb}^2}{2} (\theta_{courb} - \sin(\theta_{courb})) \\
 &= \frac{R_{courb}^2 \theta_{courb}^3}{2}
 \end{aligned}
 \tag{A-91}$$

**Expression de  $\theta_{courb}$  en fonction de  $\Gamma_1$  et  $F_{sh}$**

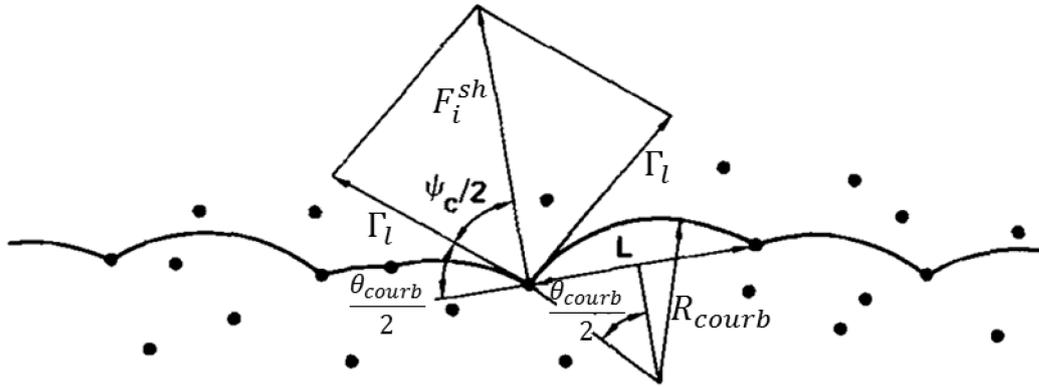


Figure A. 36 - Illustration schématique de la pénétration d'une dislocation dans un nuage d'obstacles ponctuels répartis aléatoirement (Ardell, 1985)

Il peut être écrit :

$$\cos\left(\frac{\psi_c}{2}\right) = \frac{F_{sh}}{2\Gamma_l} \quad (\text{A-92})$$

et

$$\psi_c = \pi - \theta_{courb} \quad (\text{A-93})$$

donc :

$$\sin\left(\frac{\theta_{courb}}{2}\right) = \frac{F_{sh}}{2\Gamma_l} \quad (\text{A-94})$$

Comme  $\theta_{courb}$  est petit :

$$\theta_{courb} = \frac{F_{sh}}{\Gamma_l} \quad (\text{A-95})$$

## Annexe T. Observation expérimentale des effets des procédés de soudage sur les propriétés mécaniques post-soudage

Afin d'observer l'effet des procédés de soudage sur la précipitation et les propriétés mécaniques, des essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes ayant subi un transitoire thermique représentatif d'un soudage TIG.

### Description des essais de traction menés

Les éprouvettes de traction utilisées sont les mêmes que celles illustrées sur la Figure 3.19. Elles ont été prélevées dans le lopin de 86 kg (voir Figure 1.1) et sont à l'Etat de Réception (ER). Elles ont subi ensuite directement un traitement thermique correspondant à un transitoire rencontré lors d'une opération de soudage TIG (sans Traitement de Remise en Solution (TRS) préalable).

Ces transitoires sont déterminés comme suit : les mesures de température de Safran Aircraft Engines ont été effectuées par des thermocouples placés à différentes distances d'une ligne de fusion tracée avec la technique TIG. Le montage est illustré sur la Figure A. 37 : les thermocouples TC1 et TC6 sont placés à 14 mm de la ligne de fusion, TC2 et TC4 à 10 mm et TC5 et TC3 à 6 mm.

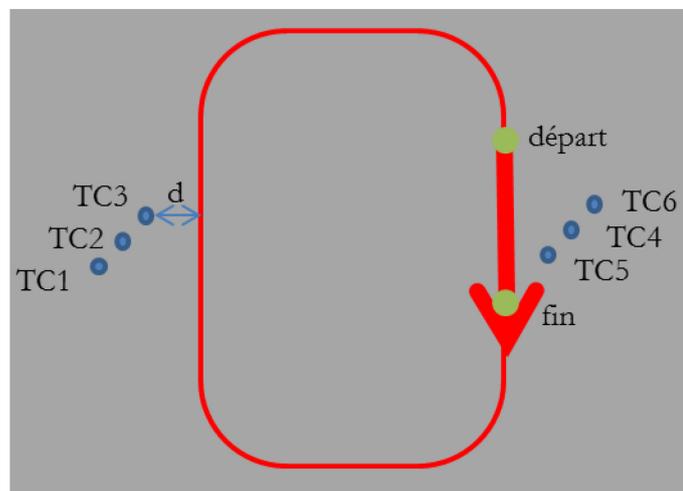
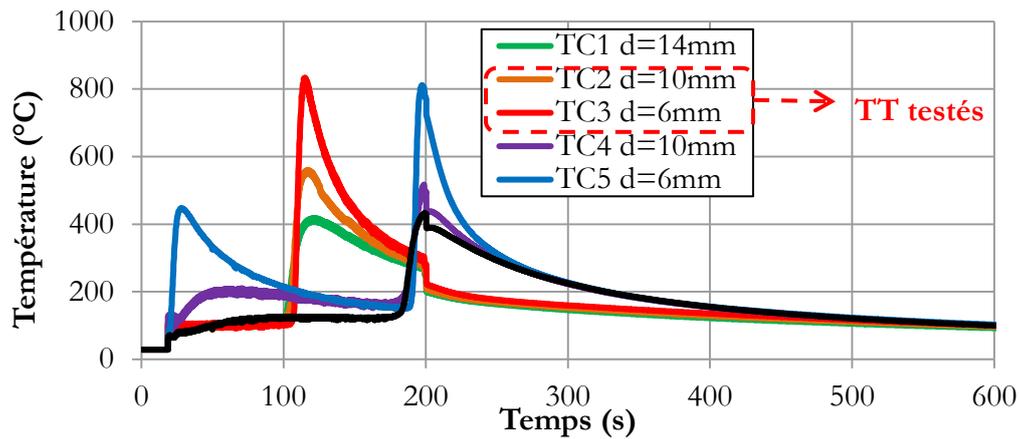


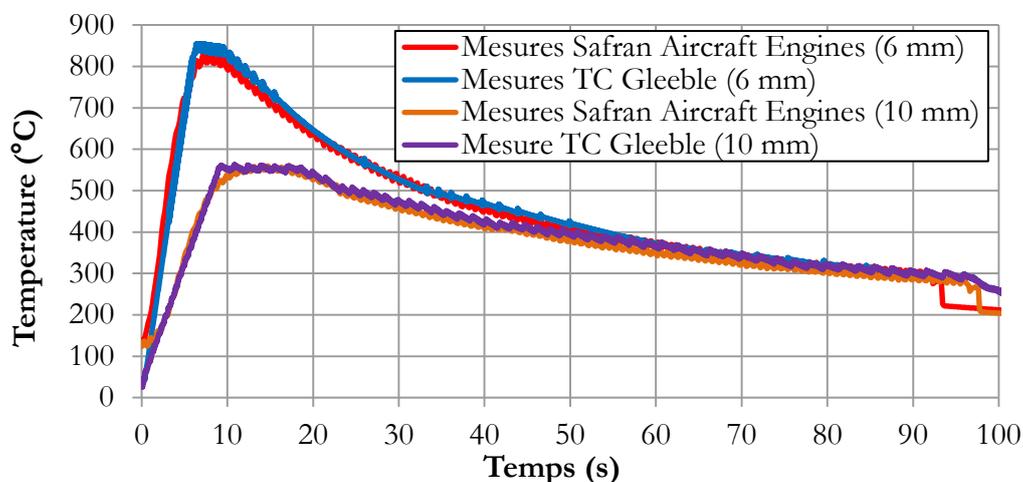
Figure A. 37 - Placement des thermocouples lors de l'opération de soudage TIG

Les histoires thermiques vues par les différents points de la Figure A. 37 sont tracées sur la Figure A. 38. Pour cette étude, les distances retenues sont celles pour lesquelles la température atteint des valeurs suffisantes pour que la précipitation ou la dissolution des phases puisse avoir lieu. Les traitements thermiques choisis sont ceux correspondant aux thermocouples TC2 (température maximale atteinte de 555°C) et TC3 (température maximale atteinte de 815°C).



**Figure A. 38 - Histoires thermiques vues par des points situés à différentes distances d'une ligne de fusion**

Ces traitements thermiques ont été menés sur une machine Gleeble, sur les éprouvettes de tractions à l'état ER. Cette machine permet d'effectuer, entre autres, des traitements thermiques complexes avec une grande précision via un chauffage par effet joule (vitesses de chauffe précises de plusieurs centaines de  $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  et des trempes à l'air comprimé permettant de maîtriser les vitesses de refroidissement). Des thermocouples ont été soudés à différents endroits de la partie utile afin de mesurer la température au cours du traitement thermique. Le chauffage par effet joule va chauffer de manière non homogène l'échantillon puisque la température va être concentrée au centre (le thermocouple soudé au centre de l'échantillon pilote le chauffage et est appelé par la suite « TC Gleeble »). La température est homogène à  $\pm 1$  cm du centre de l'échantillon. Les transitoires thermiques subis par les échantillons dans la Gleeble ainsi que les mesures de Safran Aircraft Engines sont tracés sur la Figure A. 39. Le traitement thermique correspondant à l'histoire thermique d'un point situé à 6 mm de la ligne de fusion sera noté par la suite ER + TT 6 mm. Celui du point situé à 10 mm sera noté ER + TT 10 mm.



**Figure A. 39 - Traitements thermiques effectués sur la Gleeble**

Ensuite, des essais de traction ont été effectués sur ces éprouvettes ainsi traitées. La machine et le protocole utilisé sont les mêmes que ceux exposés dans la partie 3.3.iii.b du Chapitre 3.

### Résultats des essais de traction après transitoires thermiques

Les courbes de traction rationnelles résultant des essais de traction sur les échantillons ayant subi les traitements thermiques ER + TT 6 mm et ER + TT 10 mm sont tracées sur la Figure A. 40. Sur cette figure, est également tracée la courbe de traction rationnelle de l'échantillon à l'état de réception, correspondant à l'état précédant les traitements thermiques des deux autres échantillons, ainsi que celui remis en solution (afin d'avoir le cas limite où tous les précipités sont dissous).

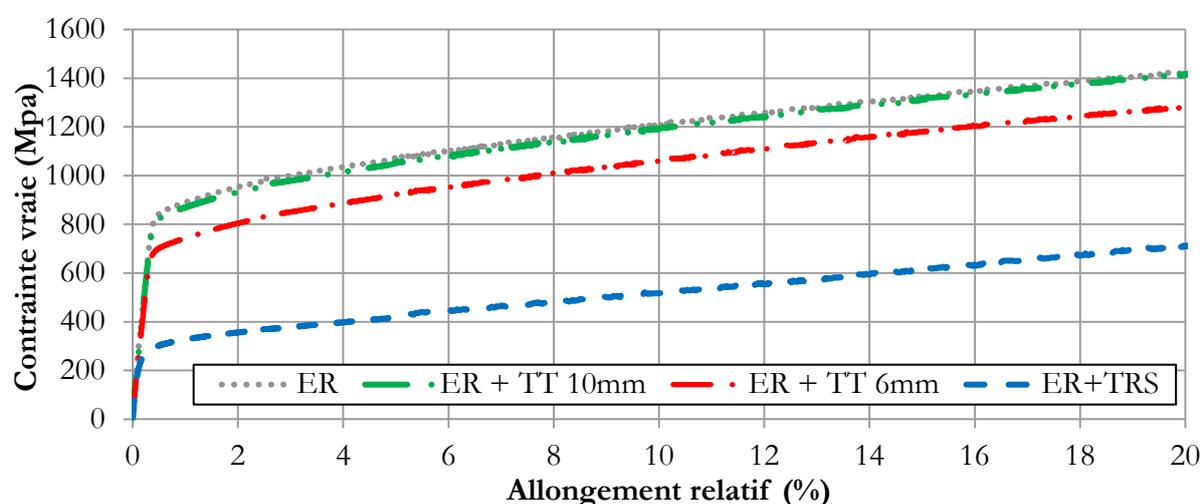


Figure A. 40 - Courbe de traction rationnelle pour différents transitoires thermiques à partir de l'état de réception

Les échantillons pour ces essais de traction ont bien été prélevés à la même distance au centre du lopin de sorte que leur état microstructural initial (et donc leurs propriétés mécaniques) soit identique. Les limites d'élasticité à 0,2 % de déformation correspondantes sont indiquées sur la Figure A. 41.

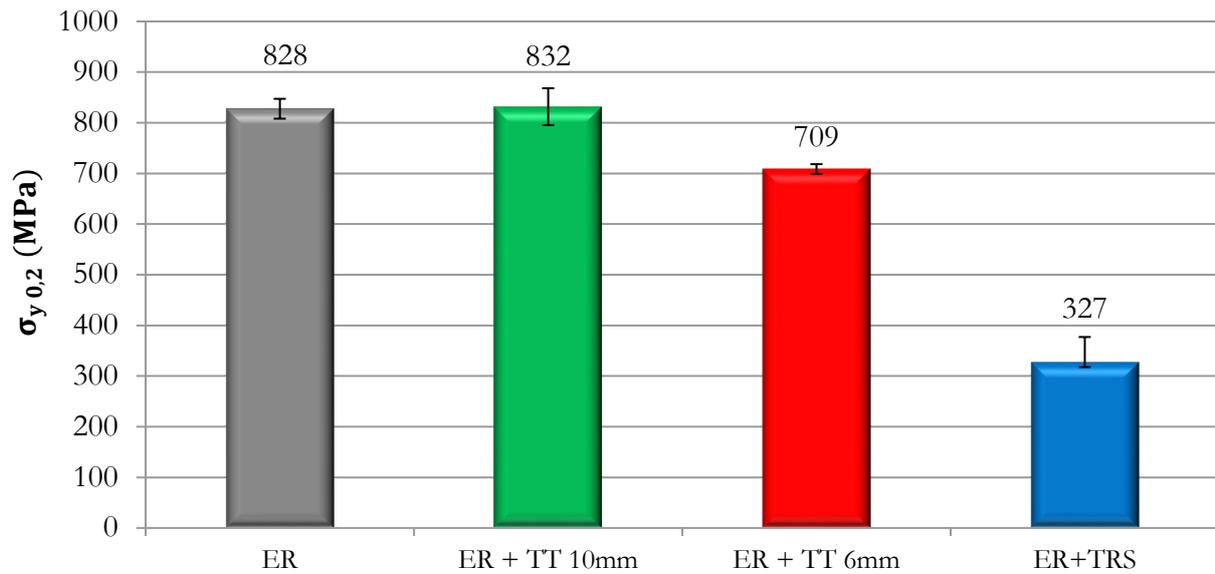


Figure A. 41 – Limite d'élasticité à 0,2 % de déformation en fonction du traitement thermique

Les barres d'erreurs correspondent à l'écart type entre les différentes reproductions des essais (entre 2 et 3 reproductions pour chaque essai). Tout d'abord, le transitoire thermique correspondant à un point situé à 10 mm du cordon de soudure n'a pas d'effet significatif sur les propriétés mécaniques, les courbes de traction des échantillons ER et ER + TT 10 mm sont quasiment identiques. En revanche, l'échantillon situé à 6 mm du cordon de soudure, ayant une température ayant atteint 815°C, voit sa limite d'élasticité baisser de près de 120 MPa par rapport à son état pré-soudage (ER) et se rapproche de la courbe de l'échantillon remis en solution. Le phénomène microstructural pouvant expliquer cette baisse de la limite d'élasticité est une dissolution partielle de la phase durcissante  $\gamma''$ . En effet, l'état initial est un état microstructural inconnu (refroidissement du lopin massif à l'air libre à partir de 955°C) mais, comme étudié dans Annexe B, il n'est pas vierge de précipités durcissants.

La Zone Affectée Thermiquement est donc d'une taille située entre 6 mm et 10 mm de la ligne de fusion dans le cas de ces mesures.

