

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

RAPPORT DE MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE
À L'OBTENTION DE LA
MAÎTRISE
EN GÉNIE MÉCANIQUE

PAR
Mathias LIEUTAUD

INFLUENCE DES PARAMÈTRES DES TRAITEMENTS THERMOMÉCANIQUES SUR
L'ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE DU SUPERALLIAGE AD730

MONTREAL, LE 30 AOÛT 2016



Mathias Lieutaud, 2016



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Mohammad Jahazi, directeur de mémoire
Génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Henri Champlaud, président du jury
Génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Vincent Demers, membre du jury
Génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 23 AOÛT 2016

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier grandement le Professeur Mohammad Jahazi, qui m'a permis de travailler sur ce projet et qui m'a accompagné aussi bien dans les moments de réussite que dans les moments plus compliqués.

Je ne peux aussi qu'accorder mes plus sincères remerciements à Mathieu Bitterlin, sans qui les essais mécaniques auraient eu pris sans doute une autre tournure et qui a toujours porté de l'intérêt et de la curiosité à travail que j'effectuais. D'ailleurs je lui en dois toujours une il me semble.

J'aimerais aussi remercier Heithem Touazine et Abdelhalim Loucif qui furent d'un grand soutien pour ma formation sur les protocoles expérimentaux et qui m'ont transmis une partie de leur connaissance sur la métallographie.

Enfin j'aimerais remercier l'équipe recherche et développement d'Aubert et Duval (Alexandre Devaux, Christian Dumont et Coraline Crozet) qui m'ont, le temps d'une journée, accueilli dans leur usine et échangé autour des enjeux et des problématiques de ce travail.

Enfin que dire pour remercier Daddy et Mam, qui bien qu'à plus de 6000 km de moi m'ont suivi, conseillé, motivé, encouragé comme s'ils étaient en permanence à mes côtés. Il est toujours difficile de remercier ses parents alors une petite phrase au début d'un mémoire est toujours l'occasion de leur dire mon éternelle reconnaissance.

INFLUENCE DES PARAMÈTRES DES TRAITEMENTS THERMOMÉCANIQUES SUR L'ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE DU SUPERALLIAGE AD730

Mathias LIEUTAUD

RÉSUMÉ

L'alliage AD730 a été développé par l'entreprise Aubert et Duval afin de remplacer l'Inconel 718 qui constitue actuellement les disques de turbine des moteurs d'avion. Ce changement doit permettre d'augmenter la température des gaz à la sortie de la chambre de combustion et ainsi le rendement du moteur. L'alliage AD730 est relativement récent et son procédé de fabrication (forgeage à haute température) n'a pas encore été étudié dans un environnement académique.

L'objectif de ce travail est donc d'améliorer les connaissances des mécanismes impliqués lors de la déformation à chaud de cet alliage c'est à dire essentiellement le mécanisme de recristallisation dynamique.

Des essais mécaniques ont été réalisés à différentes déformations (0,08 ; 0,12 ; 0,24 ; 0,40 ; 0,63) et différentes vitesses de déformation ($0,1$; $0,01$; $0,001 \text{ s}^{-1}$) afin d'étudier la cinétique de la recristallisation. Les paramètres d'essai furent une température de déformation de 1120°C et un temps de maintien de 5 min. Ces essais furent réalisés sur une presse hydraulique MTS. Une attention particulière fut portée à la lubrification et son influence sur la courbe contrainte/déformation. D'autres essais furent ensuite effectués à différentes températures (1060 ; 1090 ; 1120 ; 1150°C) et différentes vitesses de déformation (1 ; $0,1$; $0,01$; $0,001 \text{ s}^{-1}$) afin de développer un modèle permettant de prédire le comportement du matériau.

Le phénomène de Yield Drop fut étudié attentivement. La recherche des causes de ce phénomène fut approfondie et l'explication expérimentale fut finalement retenue. La méthode de la double différentiation a révélé des déformations critiques à $\varepsilon = 0,08$ et $\varepsilon = 0,12$ qui correspondraient à l'initiation des mécanismes énergétiques impliqués lors de la déformation de cet alliage, tels que la recristallisation dynamique. L'observation des microstructures a permis de montrer qu'il y avait une apparition de nouveaux grains entre les déformations $\varepsilon = 0,08$ et $\varepsilon = 0,12$. Le point critique à $\varepsilon = 0,08$ correspondrait donc à l'initiation de la recristallisation dynamique. Le modèle d'Arrhenius mis en place a permis de prédire le comportement du matériau avec une erreur de 7%. Cette valeur d'erreur atteste d'une modélisation adaptée à ce matériau bien qu'il soit moins performant aux vitesses de déformations faibles ($\dot{\varepsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$) qu'aux vitesses de déformation supérieures.

Mots clés : Superalloys, compression à chaud, recristallisation, lois de comportement, Yield Drop.

INFLUENCE OF THERMOMECHANICAL HEAT TREATMENTS DURING HOT FORGING OF AD730 SUPERALLOY

Mathias LIEUTAUD

ABSTRACT

The AD730 superalloy was developed by Aubert et Duval in sight of replacing Inconel718 which is currently the principal material used in the fabrication of turbine disks. A successful change of material in this domain could lead to an increase of temperature in the combustion chamber and therefore an increase of the efficiency of the turbojet engine. The AD730 superalloy is relatively recent and its fabrication process (hot forging) has never been studied in an academic environment.

The purpose of this work is to increase the knowledge of the hardening mechanism which takes place during hot forging, found to be principally a mechanism of recrystallization. Hot compression tests were accomplished with a series of increased deformations (0,08; 0,12; 0,24; 0,40; 0,63) and different strain rates (0,1; 0,01; 0,001 s⁻¹) in order to study the evolution of recrystallization. A deformation temperature of 1120°C and a holding time of 5 minutes were chosen as optimal compression parameters. The tests were completed on a servo-hydraulic MTS press. Special attention was given in understanding the impact of lubrication on the stress/strain curve. More tests were done at different temperatures (1060; 1090; 1120; 1150 °C) and different strain rates (0,001; 0,01; 0,1; 1 s⁻¹) with the aim to develop a model which can predict the material behaviour.

The Yield Drop phenomenon was observed and analysed. Theoretical research and experimental validation were used to support a potential explanation of the phenomenon. The double differentiation method revealed two critical strains at $\varepsilon = 0,08$ and $\varepsilon = 0,12$, which could be associated with the initiation of a mechanism involved specifically in hot forging, such as dynamic recrystallization. Microstructural observation showed an increasing number of small grains between a strain level of strain 0,08 and 0,12. This confirms that dynamic recrystallization starts at for a strain of 0,08. The Arrhenius type model, which was built to predict material behaviour, has an error of 7% with our experimental data. This error confirmed the model to be appropriate for our material even if results at high strain rates are close to experimental data resulting from a low strain rate ($\dot{\varepsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$).

Keywords: Superalloy, Hot Forging, Yield Drop, Arrhenius type equation.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTERATURE	5
1.1 Alliage AD730	5
1.1.1 Caractéristiques mécaniques	5
1.1.1.1 Température d'utilisation	5
1.1.1.2 Forgeabilité du matériau	6
1.1.1.3 Résistance en fatigue	7
1.1.2 Caractéristiques microscopiques	8
1.1.2.1 Composition chimique	8
1.1.2.2 Précipités γ'	9
1.1.2.3 Les carbures	10
1.1.2.4 Températures particulières	11
1.1.3 Autres caractéristiques	11
1.1.3.1 Coût	11
1.2 Procédé de fabrication	12
1.2.1 Fonderie	12
1.2.2 Forgeage	13
1.3 Mécanismes activés lors de la déformation à chaud	14
1.3.1 L'écrouissage	14
1.3.2 Restauration dynamique	14
1.3.3 Recristallisation dynamique	15
1.3.4 État stationnaire	19
1.3.5 Restauration statique et recristallisation statique	19
1.3.6 Recristallisation métadynamique	21
1.4 La déformation à chaud des superalliages	21
1.5 Lois de comportement	25
1.5.1 Lois de comportement empiriques	26
1.5.2 Lois de comportement physiques	27
CHAPITRE 2 PROTOCOLES EXPERIMENTAUX ET MATERIAUX	29
2.1 Plan d'expérience	29
2.1.1 Variables :	30
2.1.2 Les paramètres	30
2.1.2.1 Température de déformation : 1120°C.	31
2.1.2.2 Temps de maintien : 5 min	31
2.1.2.3 Vitesse de chauffage : 20°C/min.	32
2.1.2.4 Technique de trempe : eau.	32
2.1.2.5 La lubrification :	32
2.1.3 Cycle thermomécanique	33
2.2 Protocole expérimental	33

2.2.1	Échantillons.....	33
2.2.2	Presse MTS.....	35
2.2.3	Calcul des grandeurs.....	37
2.2.4	Métallographie.....	38
CHAPITRE 3	RÉSULTATS ET ANALYSE.....	41
3.1	Résultats.....	41
3.1.1	Vitesse 0,001 s ⁻¹	42
3.1.2	Vitesse 0,01 s ⁻¹	43
3.1.3	Vitesse 0,1 s ⁻¹	44
3.2	Analyse.....	46
3.2.1	Bruits de mesure.....	46
3.2.2	Yield Drop.....	49
	3.2.2.1 Yield Drop : phénomène physique :.....	50
	3.2.2.2 Yield Drop : phénomène expérimental :.....	52
3.2.3	Plateau.....	56
3.2.4	Écart.....	57
	3.2.4.1 Écart intra-catégories :.....	57
	3.2.4.2 Écart extra-catégories :.....	58
CHAPITRE 4	DISCUSSION.....	61
4.1	Double différentiation.....	61
4.2	Microstructure.....	66
4.3	Lois de comportement.....	76
4.3.1	Sensibilité de l'AD730 à la vitesse de déformation.....	77
4.3.2	Équations constitutives d'Arrhenius.....	80
	4.3.2.1 Calcul des paramètres (A, α , n , Q).....	81
	4.3.2.2 Modélisation polynomiale (A, α , n , Q).....	85
	4.3.2.3 Résultats du modèle.....	88
CONCLUSION.....		93
RECOMMANDATIONS.....		95
ANNEXE I	Inventaire des échantillons.....	97
ANNEXE II	Notice de calcul : Contrainte et déformation :.....	101
ANNEXE III	Courbe contrainte/déformation.....	105
ANNEXE IV	Observation microscopique Argus.....	111
BIBLIOGRAPHIE.....		115

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1-1: Composition chimique (wt%) de différents superalliages coulés/forgés (Devaux, 2012)	8
Tableau 1-3: forme et localisation des précipités γ' dans l'alliage AD730 (Masoumi, 2014)	10
Tableau 1-4: Conditions d'apparition CDRX/DDRX (Lacomme, 2014)	16
Tableau 1-5: Caractéristiques principales de la CDRX et de la DDRX (Montheillet, 2004)	19
Tableau 2-1: Cycle de polissage	39
Tableau 4-1 : Amplitude du bruit	47
Tableau-A I-1: Inventaire des échantillons Pauline Lacomme (Lacomme, 2014)	97
Tableau-A I-2: Inventaire des échantillons Lieutaud Mathias	98
Tableau-A I-3: Inventaires de échantillons Mathias Lieutaud (échantillons Lacomme)	99

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 0-1: Différentes parties d'un turbomoteur (Giraud, 1992).....	1
Figure 0-2: Assemblage des aubes de turbines sur le disque (Giraud, 1992).....	2
Figure 0-3: Diagramme d'optimisation d'un turbomoteur (Giraud, 1992).....	3
Figure 1-1: Résistance à la traction de plusieurs superalliages coulés/forgés (Devaux, 2012)	6
Figure 1-2: Réduction de surface mesurée lors d'essai de traction pour différents superalliages (Devaux, 2012).....	7
Figure 1-3: Caractéristiques de fatigue pour différents superalliages (Devaux, 2012)	7
Figure 1-4: Stabilité de la phase η en fonction de ratio $Ti + NbAl$, pour les alliages du Tableau 1-1, selon le logiciel Thermo-Calc. (Devaux, 2012)	9
Figure 1-5: Coûts de fabrication de divers alliages coulés et forgés (Devaux, 2012)	12
Figure 1-6: Schéma des procédés de refusions (Ter-O Vanessian, 2011)	13
Figure 1-7: Courbe contrainte/déformation avec de la restauration dynamique (Humphreys, 2004)	15
Figure 1-8: Le développement de la microstructure lors de la recristallisation dynamique discontinue (Humphreys, 2004)	17
Figure 1-9: Différentes phases de la recristallisation dynamique (Montheillet, 2009)	18
Figure 1-10: Différentes étapes de la restauration statique (Montheillet, 2009)	20
Figure 1-11: Courbes contrainte/déformation du Waspaloy pour des températures de 950°C (a), 980°C (b), 1020°C (c), 1060°C (d), 1100 °C (e), 1140 °C (f) (Chamanfar, 2014)	22
Figure 1-12: Mécanismes de relaxation en fonction des conditions de déformation	24

Figure 1-13:	Courbe contrainte déformation de l'Inconel 718 pour des températures de 950 °C (1), 1000°C (2), 1050°C (3), 1100°C (4), 1150°C (5) et des vitesses de déformation de 0,001 s ⁻¹ (a), 0,01 s ⁻¹ (b), 0,1 s ⁻¹ (c), 1 s ⁻¹ (d) 10s ⁻¹ (e), 100 s ⁻¹ (f) (Sui, 2010).....	25
Figure 2-1:	Schéma du plan d'expérience	29
Figure 2-2:	Schématisation des déformations choisies.....	30
Figure 2-3:	Cycle thermomécanique lors des essai de compression	33
Figure 2-4:	Extraction des échantillons	34
Figure 2-5:	Hauteurs initiales des échantillons (2 ^{ème} série)	35
Figure 2-6:	Photographies de la presse MTS (Lacomme, 2014)	36
Figure 2-7:	Schéma de la presse hydraulique	37
Figure 2-8:	Schéma Entrées/Sorties/Variables	38
Figure 3-1:	Description des légendes.....	41
Figure 3-2:	Courbes contrainte/déformation à vitesse 0,001s ⁻¹	42
Figure 3-3:	Mise en évidence du plateau	43
Figure 3-4:	Courbes contrainte/déformation à vitesse 0,01 s ⁻¹	44
Figure 3-5:	Courbes contrainte/déformation à vitesse 0,1 s ⁻¹	45
Figure 3-6:	Bruit de mesure	46
Figure 3-7:	Lissage des courbes contrainte/déformation.....	48
Figure 3-8:	Définition du Yield Drop	49
Figure 3-9:	Amplitude du Yield Drop en N et en MPa	50
Figure 3-10:	Explication physique du Yield Drop (Z.L. Zhao, 2015).....	51
Figure 3-11:	Carte de l'amplitude du Yield Drop	52
Figure 3-12:	Yield Drop et vitesse de déformation	53
Figure 3-13:	Calibration presse MTS	54

Figure 3-14:	Yield Drop et force (avec calibration)	54
Figure 3-15:	Yield Drop et Lubrifiant	55
Figure 3-16:	Plateau et lubrification	56
Figure 3-17:	Écart intra catégorie (10M et 16M)	58
Figure 3-18:	Écart extra-catégories.....	59
Figure 4-1:	Influence du lissage lors de la double différentiation	62
Figure 4-2:	Modélisation polynomiale de différents degré	63
Figure 4-3:	Courbe $\theta\sigma$	64
Figure 4-4:	Courbe $-\delta\theta\delta\sigma(\sigma)$: global (a) : zoom (b)	64
Figure 4-5:	Déformations critiques.....	65
Figure 4-6:	Carte des déformations locales	66
Figure 4-7:	Carte des ε (s^{-1}) locales	67
Figure 4-8:	Zones d'observation des microstructures	68
Figure 4-9:	AD730 x200 (microscopie optique).....	69
Figure 4-10:	AD730 x500 (microscopie optique).....	69
Figure 4-11:	AD730 x200 MEB	70
Figure 4-12:	AD730 x500 MEB	70
Figure 4-13:	Image Argus de la microstructure.....	71
Figure 4-14:	Traitement de l'image.....	73
Figure 4-15:	Méthodes des interceptions de lignes	74
Figure 4-16:	Évolution de la taille de grain en fonction de la déformation.....	75
Figure 4-17:	Pourcentage de grain en fonction de leur taille et de la déformation subit par l'échantillon.....	76
Figure 4-18:	Contrainte pour $\varepsilon = 0,6$	77
Figure 4-19:	Contrainte en fonction de ε	78

Figure 4-20:	Modélisation exponentielle.....	79
Figure 4-21:	Variation de m en fonction de la vitesse de déformation (J. Tu, 2010).....	80
Figure 4-22:	Tracer de n_1	81
Figure 4-23:	Tracer de β	82
Figure 4-24:	Tracer de n	83
Figure 4-25:	Tracer de Q	84
Figure 4-26:	Modélisation polynomiale de α	85
Figure 4-27:	Modélisation polynomiale de n	86
Figure 4-28:	Modélisation polynomiale de Q	86
Figure 4-29:	Modélisation polynomiale de $\ln A$	87
Figure 4-30:	Comparaison des données à température constante.....	88
Figure 4-31:	Comparaison des données à vitesse de déformation constante.....	89
Figure 4-32:	Évolution de l'erreur relative en fonction de la température	90
Figure 4-33:	Évolution de l'erreur relative en fonction de la température	91

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

VIM: Vacuum Induction Melting.

VAR: Vacuum Arc Remelting.

ESR: Electro Slag Remelting.

GP ou γ' : précipités gamma primes.

DRX : Discontinuous Recrystallization (Recristallisation dynamique discontinue)

DT : Dynamic Transformation (Restauration dynamique)

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

ε : Déformation

$\dot{\varepsilon}$: Vitesse de déformation (s^{-1})

σ : Contrainte (MPa)

θ : Taux de durcissement (strain hardening rate)

MPa : Méga-Pascal

N : Newton

T : Température ($^{\circ}\text{C}$ ou $^{\circ}\text{K}$)

t : Temps (s)

w_t : pourcentage massique (%)

m : sensibilité à la vitesse de déformation

Q : Énergie d'activation ($\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$)

Z : paramètre de Zener-Hollomon

RE : Erreur relative (%)

AARE : Erreur moyenne absolue (%)

INTRODUCTION

0.1 Turboréacteurs

0.1.1 Rôle, Importance

Par définition, les turboréacteurs sont des turbomachines de la catégorie des turbines à gaz, qui fournissent une énergie cinétique nécessaire à la propulsion (Giraud, 1992). Cette fonction de propulsion lui donne donc un rôle primordial de la constitution d'un appareil aéronautique. Le principe de fonctionnement du turbomoteur est l'accélération (différence de vitesse) d'une quantité d'air entre l'entrée et la sortie du turboréacteur. Cette accélération entraîne, selon la 3^{ème} loi de Newton, la poussée de l'avion. Afin de réaliser cette accélération, le turboréacteur est composé de différentes parties : l'entrée d'air, le compresseur, la chambre de combustion, la turbine génératrice et la tuyère. La Figure 1-1 représente les différentes parties d'un turbomoteur.

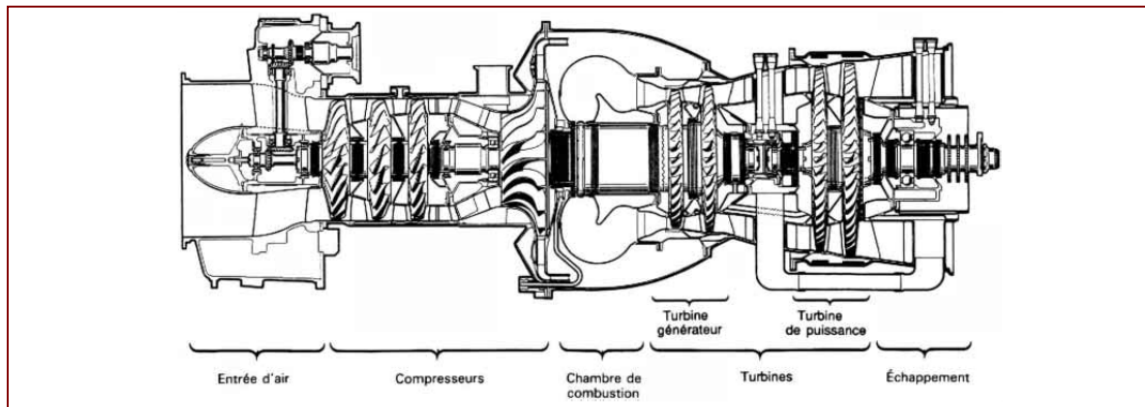


Figure 1-1: Différentes parties d'un turbomoteur (Giraud, 1992)

Chaque partie a son rôle dédié et ses spécifications appropriées, nous nous concentrons particulièrement, au cours de ce travail, sur la turbine génératrice que nous appellerons simplement turbine pour un souci de simplicité. Comme vu sur la Figure 1-1, la turbine se situe après la chambre de combustion. Son rôle est d'accélérer le flux de gaz chauds

(mélange d'air et de carburant) issus de la chambre de compression afin de fournir l'énergie de poussée à l'avion. Elle entraîne aussi en rotation le compresseur qui se situe en amont. Afin de réaliser cela, une turbine est composée de deux parties, le disque et les aubes. Les aubes de turbines grâce à leurs formes complexes, transforment le mouvement axial de l'écoulement de gaz en un mouvement radial. Le disque de turbine, sur lequel sont fixées les aubes, est entraîné en rotation et transmet ce mouvement à l'arbre du compresseur. La Figure 1-2 représente l'assemblage des aubes sur le disque. Ce projet de recherche porte sur l'étude du disque et des matériaux le composant.

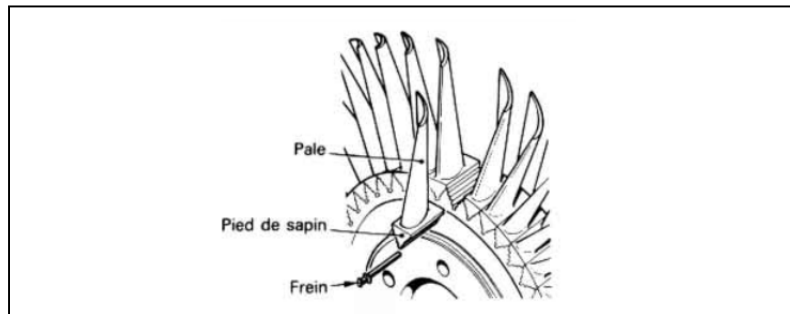


Figure 1-2: Assemblage des aubes de turbines sur le disque
(Giraud, 1992)

0.1.2 Contraintes de fonctionnement

De par sa position et sa fonction, le disque de turbines est soumis à de multiples types de sollicitations : mécaniques, de corrosion, ou thermiques. Dû à la rotation à très haute vitesse des aubes, de l'ordre de 500m/s (Giraud, 1992), le disque est soumis à de très forts chargements mécaniques. Ces sollicitations peuvent être séparées en diverses formes : sollicitation en fatigue, en fluage et en traction/compression monotone. La position de la turbine à la sortie de la chambre de combustion implique que les matériaux constituant la turbine doivent avoir une haute résistance à la corrosion. En effet, la composition chimique du mélange air + rejet de combustion couplé aux températures élevées entraîne une corrosion et une oxydation importante des matériaux constituant la turbine. La sortie de la chambre de combustion, et donc l'entrée de la turbine, est le point le plus chaud à l'intérieur d'un

turboréacteur. Cette température fait partie des limitations constructives des turbines et leur élévation est sujette à de nombreuses recherches, car l'augmentation de la température dans la chambre de combustion améliore le rendement thermique du turbomoteur. La Figure 1-3 montre un diagramme d'optimisation d'un turbopropulseur. On identifie que pour un rapport de pression donnée ($\frac{P_2}{P_1}$), la consommation (C_s) et la puissance (W_m) du turbopropulseur augmente avec l'augmentation de la température d'entrée de la turbine (T_3).

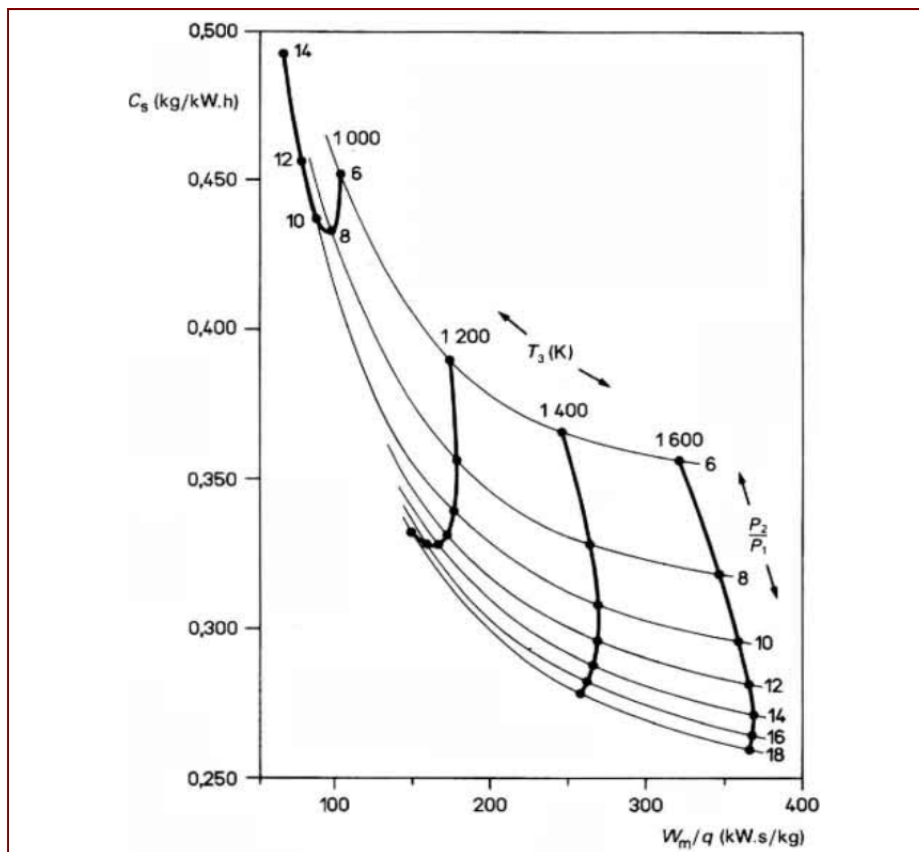


Figure 1-3: Diagramme d'optimisation d'un turbomoteur (Giraud, 1992)

0.1.3 Matériaux utilisés

Les matériaux utilisés pour les disques de turbines sont des alliages métalliques avec du cobalt (Cr), de l'Aluminium (Al) et du nickel (Ni) qui permettent la tenue en température et

la résistance à la corrosion. Ces alliages se divisent en 2 parties suivant leur procédé de fabrication :

- Les matériaux coulés et forgés (C&W pour Cast & Wrought en anglais) dans lesquels se trouvent l'Inconel 718, l'Udimet 720 ou le Waspaloy. Ce procédé de fabrication est le plus économique et permet la fabrication de disques de turbines avec le meilleur rapport caractéristiques/coût de fabrication.
- Les matériaux obtenus par métallurgie des poudres tels que l'alliage Rene88DT (J. Tu, 2010). Ces matériaux ont de meilleures caractéristiques que les matériaux coulés et forgés, mais leur coût de fabrication est bien plus élevé dû à ce procédé de fabrication plus long.

C'est dans ce contexte technologique et industriel que l'alliage AD730, sur lequel porte ce projet de recherche, a été développé. L'objectif de ce travail est d'analyser le comportement de ce matériau lors de son procédé de forgeage afin de pouvoir ultérieurement l'optimiser et le simuler.

0.2 Énoncé du plan de mémoire

Dans le cadre de la revue bibliographique, nous effectuerons l'état des connaissances sur l'alliage AD730 puis nous étudierons les procédés de fabrication et leur influence sur les superalliages. La deuxième partie vise à présenter les choix retenus au niveau des techniques expérimentales et mathématiques mises en œuvre pour l'obtention des résultats. La troisième partie consiste en une présentation et une analyse des résultats. La dernière partie est une discussion sur des études spécifiques menées sur les résultats obtenus.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1 Alliage AD730

Dans le but d'obtenir un alliage avec de meilleures caractéristiques tout en restant sur un procédé de fabrication par forgeage, l'entreprise Aubert et Duval a développé l'alliage AD730. Cette partie vise à présenter les différentes caractéristiques de cet alliage et les comparer avec les autres alliages présents dans l'industrie.

1.1.1 Caractéristiques mécaniques

Lors de son élaboration, les objectifs de l'alliage AD730 sont multiples :

- Avoir des propriétés mécaniques proches de l'alliage Udimet 720, c'est-à-dire supérieures aux alliages Inconel 718, Inconel 718+ et le Waspaloy. (Devaux, 2012)
- Avoir une température maximale d'utilisation supérieure à celle de l'inconel 718 (c.-à-d. $> 650^{\circ}\text{C}$)
- Avoir un prix de revient proche de l'Inconel 718 plus c'est à dire inférieur à celui de Udimet 720 (Devaux, 2012)
- Pouvoir être forgé suivant les procédés de forge conventionnels (Devaux, 2012)

Il est à noter que les alliages, Udimet 720, Inconel 718, Inconel 718+ sont des alliages déjà présents dans l'industrie aérospatiale et dont la composition chimique se rapproche le plus de l'alliage AD730.

1.1.1.1 Température d'utilisation

Comme annoncé ci-dessus, l'alliage AD730 doit avoir une température d'utilisation allant jusqu'à 700°C , contre 650°C pour l'Inconel 718 (Devaux, 2012). On peut observer sur la

Figure 1-1 que la résistance mécanique de l'alliage AD730 à 700°C est supérieure à celle de l'inconel à 650 °C.

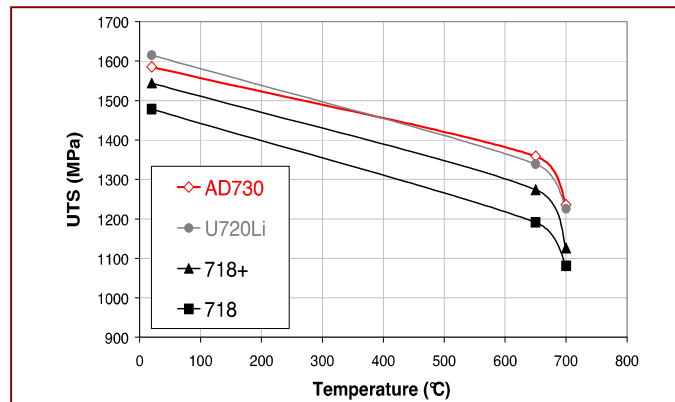


Figure 1-1: Résistance à la traction de plusieurs superalliages coulés/forgés (Devaux, 2012)

1.1.1.2 Forgeabilité du matériau

Afin de maîtriser les coûts de fabrication, une attention particulière a été portée à la forgeabilité de l'alliage AD730. La forgeabilité d'un matériau peut être assimilée à la réduction de surface. Plus la réduction de surface est grande plus l'aptitude du matériau à être forgé sera grande. Ainsi comme on peut le voir sur la Figure 1-2, la forgeabilité de l'alliage AD730 est meilleure que celle du Waspaloy, de l'Udimet720 (U720Li) et de l'Inconel 718 pour des températures allant de 1000 à 1200 °C. En dessous de 1000 °C (930°C), des fissures apparaissent lors du procédé de forgeage ce qui explique la chute de la forgeabilité de l'AD730 dans ces plages de température (Devaux, 2012). La température de fusion de l'AD730 est de 1200°C ce qui explique la chute de la forgeabilité au-dessus de cette température. Il est important de noter que l'alliage AD730 est forgeable en dessous et au-dessus de 1100 °C qui correspond à la température de solvus des précipités γ' (Devaux, 2012). La Figure 1-2 montre que ce n'est pas le cas pour tous les alliages de nickel : l'alliage Udimet 720 n'est pas forgeable au-dessus de 1150°C.

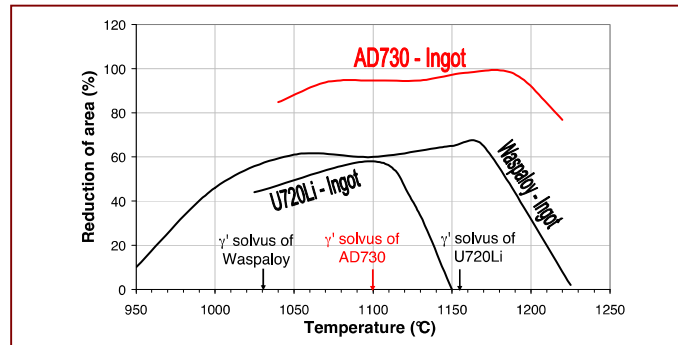


Figure 1-2: Réduction de surface mesurée lors d'essai de traction pour différents superalliages (Devaux, 2012)

On peut donc conclure que l'alliage AD730, dans une gamme de température donnée (1050 – 1200°C), possède donc une excellente aptitude à être mis en forme par les procédés de forge conventionnels.

1.1.1.3 Résistance en fatigue

Comme on peut le voir sur la Figure 1-3, la résistance à la fatigue de l'alliage AD730 est supérieure à celles des autres alliages. Cette résistance en fatigue a été calculée pour des températures allant de 650°C à 760°C (Devaux, 2012).

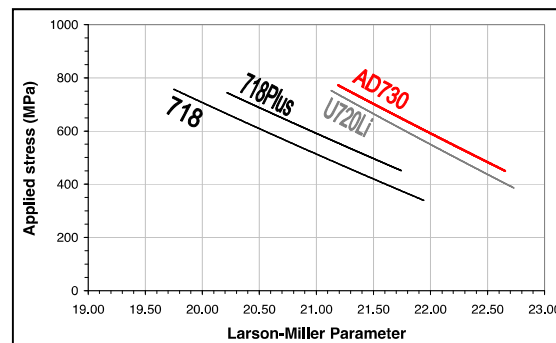


Figure 1-3: Caractéristiques de fatigue pour différents superalliages (Devaux, 2012)

1.1.2 Caractéristiques microscopiques

1.1.2.1 Composition chimique

La composition chimique de l'alliage AD730 a été mise au point à partir de deux autres alliages de Aubert et Duval : les alliages Ni30 et Ni33. (Devaux, 2012). Les tableaux ci-dessous (Tableau 1-1) montrent les pourcentages massiques de chaque élément dans l'alliage et comparent ceux-ci avec les autres alliages de Nickel.

Tableau 1-1: Composition chimique (wt%) de différents superalliages coulés/forgés (Devaux, 2012)

	Ni	C	Cr	Co	Fe	Ti	Mo	Al	Nb	B	W	Zr
AD 730	base	0.015	15.7	8,5	4	3.4	3.1	2.25	1.1	0.01	2.7	
U720 Li	base	0.015	16	15		5	3	2.5		0.015	1.25	
Waspalloy	base	0.07	19.5	13.5	1.1	3	4.3	1.4		0.006		0.09
Inc 718	base	0.03	18		18	1	3	0.5	5.4	0.004		
Ni30	base	0,015	15,2	9	5	3,5	3	2	1	0,01	2,5	0,03
Ni33	base	0,015	14,8	9,2	3,2	4	2,9	2,3	1,3	0,01	2,3	0,03

Il est important de mettre en valeur certains éléments de ce tableau.

- La présence du Fer dans l'alliage AD730 est due à un choix financier (Devaux, 2012). Celui-ci permet de diminuer le coût de revient du matériau et explique donc les différences de coût entre l'AD730 et l'Udimet 720 (Figure 1-5).
- le rapport $\frac{Ti+Nb}{Al}$ est d'une importance capitale. En effet ces éléments ont un impact fort sur les caractéristiques mécaniques du matériau, mais influent aussi sur l'apparition de la phase η qui nuit à ces caractéristiques (Devaux, 2012). Le graphique ci-contre (Figure 1-4) montre l'influence du ratio sur les domaines de stabilité des phases dans l'alliage AD730.

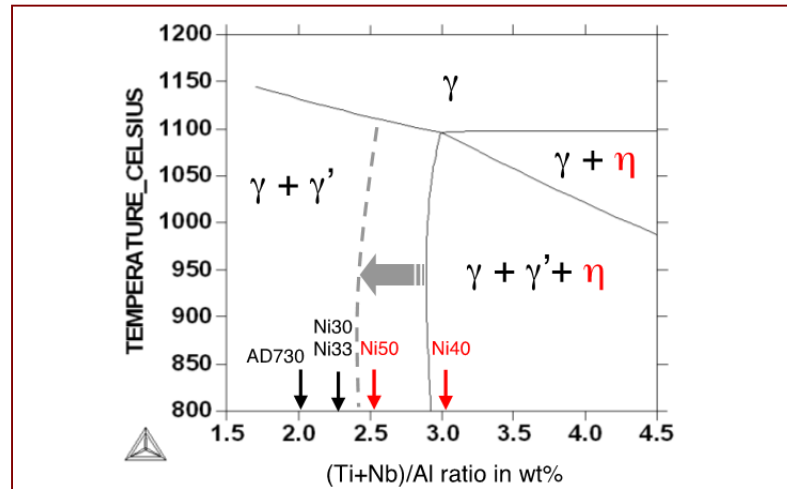


Figure 1-4: Stabilité de la phase η en fonction de ratio $Ti + Nb/Al$, pour les alliages du Tableau 1-1, selon le logiciel Thermo-Calc. (Devaux, 2012)

Finalement le choix d'un ratio égal à 2 est un compromis entre caractéristiques mécaniques et chances d'apparition de la phase η (Devaux, 2012).

- le pourcentage de tungstène (W) supérieur aux autres alliages permet de compenser la diminution du rapport $\frac{Ti+Nb}{Al}$ au niveau des caractéristiques mécaniques (Devaux, 2012).

La composition chimique de l'alliage AD730 étant maintenant étudiée, nous allons présenter la matrice cristalline de cet alliage et ses caractéristiques. L'alliage AD730 est un alliage de nickel. Il possède donc un réseau cubique faces centrées (C.F.C.), appelé matrice γ , principalement constituée de Nickel, Cobalt et de Chrome auquel viennent s'ajouter des traces de Molybdène et de Tungstène (Lacomme, 2014).

1.1.2.2 Précipités γ'

Les précipités γ' sont d'une importance capitale dans les superalliages de nickel. Ils sont responsables du durcissement de l'alliage et de la haute résistance de ces alliages aux hautes températures. Cependant ces précipités impliquent une mauvaise forgeabilité des alliages

dans lesquels ils sont présents. Le pourcentage de γ' dans un superalliage est donc une recherche du meilleur compromis entre caractéristiques mécaniques et forgeabilité. En plus de la composition chimique du matériau, le pourcentage de γ' dépend aussi très fortement du traitement thermique effectué. Pour l'alliage AD730, le pourcentage de γ' dans la matrice est de 37% à 700°C (Devaux, 2012). Ce pourcentage permet d'obtenir des caractéristiques mécaniques supérieures à l'Inconel 718 tout en permettant des trempes à l'huile et un cycle de forgeage conventionnel (partie 1.1.1.2).

Il y a différents types de γ' dans l'alliage : il y a les γ' primaires, secondaires et tertiaires. Le Tableau 1-2 récapitule les différences de taille et de localisation entre ces différentes formes. Les précipités γ' sont des précipités de type Ni_3X avec X étant de l'Aluminium, du Titane ou du Niobium, suivant le type de précipités.

Tableau 1-2: forme et localisation des précipités γ' dans l'alliage AD730 (Masoumi, 2014)

Types	Primaire	Secondaire	Tertiaire
Taille	1-2 μm	100 – 500 (nm)	≤ 50 nm
Localisation	Joint de grain	Intra-granulaire	Intra-granulaire

Le pourcentage, de chaque type de précipité γ' , dépend de la vitesse de refroidissement de l'alliage au cours du processus de fabrication.

1.1.2.3 Les carbures

Comme les précipités γ' , les carbures ont un rôle primordial au sein de la microstructure. En effet, en fixant les joints de grains les carbures augmentent la résistance mécanique de l'alliage. D'autre part les carbures sont souvent des sites de germination des grains lors de la recristallisation dynamique. Cependant en contrepartie, les carbures sont aussi des sites d'initiation de fissures lors des sollicitations en fatigue. Pour toutes ces raisons, le pourcentage de carbures dans la matrice ainsi que leur forme et leur composition chimique doivent être contrôlés avec précaution lors de la fabrication. Deux types de carbures sont observables dans l'alliage AD730: les carbures de type MC (TiC, NbC) et les carbures de

types $M_{23}C_6$ (Masoumi, 2014). La présence de carbures TiN a aussi été observée dans l'alliage. Ces carbures sont particulièrement importants puisqu'ils nuisent à la tenue en fatigue du matériau (Lacomme, 2014).

Il est important de noter que ce travail de recherche se concentre particulièrement sur la taille des grains et son évolution lors de la déformation à chaud. Les précipités γ' ainsi que des carbures, bien qu'ayant un rôle essentiel dans le comportement des superalliages, ne seront pas analysés au cours de cette étude.

1.1.2.4 Températures particulières

Dans l'alliage AD730, il y a 3 températures particulières :

- 700°C qui correspond à la température d'utilisation de l'alliage AD730.
- 1100°C est la température de solvus des γ' . Au-dessus de cette température les précipités γ' sont dissous dans la matrice γ et forment ainsi une solution solide. Cette température de solvus est importante puisque plus elle est haute, plus le matériau aura une température d'utilisation élevée, mais aussi plus il sera difficile de le forger (Devaux, 2012). En réalité la dissolution des γ' ne se fait pas à une température, mais durant une gamme de température (Masoumi, 2014). Cependant, il a été prouvé qu'au bout de 1h à 1100°C les γ' sont presque entièrement dissous (0,3% de γ' résiduel) (Masoumi, 2014)
- 1200°C : température de fusion de l'alliage.

1.1.3 Autres caractéristiques

1.1.3.1 Coût

Comme énoncé dans l'introduction, le coût de production du matériau a été étudié avec soin lors de l'élaboration de l'alliage. La Figure 1-5 montre le coût de production des différents alliages de nickel sur une période de 4 ans. L'alliage AD730 a donc un prix de fabrication, certes plus élevé que l'inconel 718, mais qui reste plus faible que tous les autres alliages de nickel.

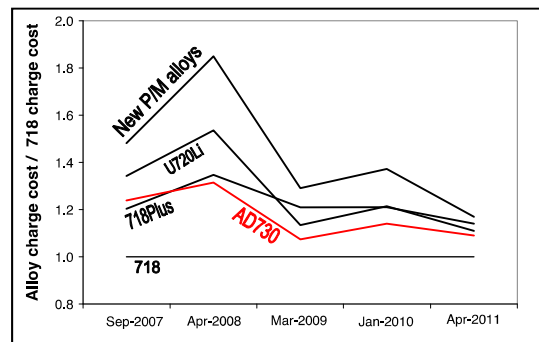


Figure 1-5: couts de fabrication de divers alliages coulés et forgés (Devaux, 2012)

Maintenant que l'état de l'art sur l'alliage AD730 est terminé, nous allons étudier les procédés de fabrication conventionnels et leur influence sur la microstructure du matériau.

1.2 Procédé de fabrication

1.2.1 Fonderie

À la suite des étapes d'extraction et d'élaboration des lingots (Eramet, 1996), les lingots de superalliages sont coulés puis forgés. Afin de supprimer au maximum les défauts liés aux phénomènes de ségrégation ou les autres défauts liés à la solidification, les lingots sont ensuite sujets à 2 étapes, voir 3 étapes de refusions (Ter-O Vanessian, 2011). Ces étapes sont schématisées dans la Figure 1-6, la figure (a) représentant le procédé Vacuum Induction Melting (VIM), la figure (b) le procédé Electro Slag Remelting (ESR) et la figure (c) le procédé Vacuum Arc Remelting (VAR).

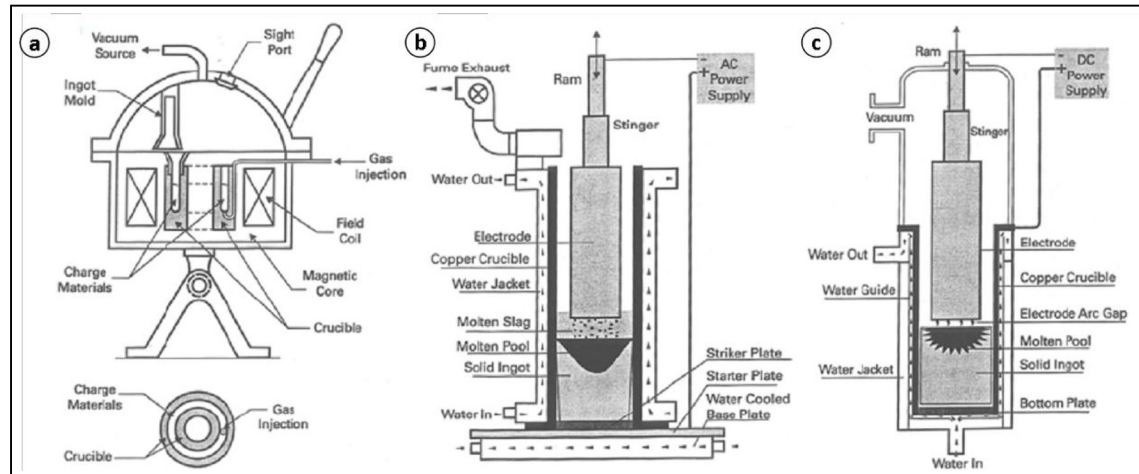


Figure 1-6: Schéma des procédés de refusions (Ter-O Vanessian, 2011)

Le procédé VIM (fusions sous vide) permet de transformer le matériau sous forme d'électrodes, qui sera ensuite refondu par le procédé ESR sous laitier électroconducteur, ou procédé VAR à l'arc de fusion, ou les deux. Le contrôle du lit de fusion lors du procédé VIM permet d'ajuster la composition chimique de l'alliage et de supprimer certains éléments chimiques non désirables comme le Plomb ou le Magnésium (Ter-O Vanessian, 2011). Le procédé ESR permet la suppression des grosses inclusions et des ségrégations ainsi que l'affinage de la composition de l'alliage (Mitchel, 1989). Le procédé VAR est quant à lui utilisé afin de réduire la teneur en oxygène, hydrogène et azote dans le lingot (Ter-O Vanessian, 2011).

1.2.2 Forgeage

Afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques de l'alliage, le lingot subit, à la suite des étapes des refusions, un forgeage sur une presse hydraulique. Cette presse munie de 4 marteaux permet d'avoir un forgeage le plus homogène possible. Le lingot est ensuite découpé en disques, puis ces disques sont forgés dans une matrice afin d'obtenir la forme finale du disque de turbines. Des traitements thermiques seront aussi appliqués afin d'obtenir les meilleures caractéristiques possibles.

Le but de ce travail est d'étudier l'effet du forgeage sur l'alliage AD730 afin de contrôler et d'optimiser ce procédé. Comme indiqué dans la Figure 1-2, le forgeage de l'alliage AD730 s'effectue à très haute température (entre 1060°C et 1190°C). Nous allons donc maintenant étudier les mécanismes microstructuraux mis en œuvre lors de la déformation à chaud des superalliages.

1.3 Mécanismes activés lors de la déformation à chaud

1.3.1 L'écrouissage

Au début de la déformation, la quantité de dislocations augmente et ces dernières se mettent en mouvement (Humphreys, 2004). Cette augmentation de la densité de la dislocation entraîne une augmentation rapide de la contrainte. C'est la phase d'écrouissage.

1.3.2 Restauration dynamique

Lorsque la déformation continue d'augmenter, la mise en mouvement des dislocations est enclenchée. Ce phénomène est dû aux différences de gradient de dislocations dans le matériau et il est sensible à la vitesse de déformation (Souai, 2011). La mise en mouvement des dislocations entraîne avec elle un mécanisme de relaxation de contrainte appelé la restauration dynamique. En effet dû à leur mouvement, une partie des dislocations sont supprimées, dues à leur combinaison avec une autre dislocation, ou dues à leur intégration dans un joint de grains. Simultanément à cela, une autre partie des dislocations se réarrangent et forment des sous-grains à l'intérieur des grains initiaux (Montheillet, 2009). La combinaison de ces 2 mécanismes microstructuraux est appelée restauration dynamique et permet donc de modérer l'augmentation de dislocations liées à l'écrouissage et ainsi de maîtriser la quantité d'énergie stockée dans le matériau (Humphreys, 2004). Il peut entraîner des hétérogénéités à l'échelle de la microstructure (différences de taille de grains) à cause de l'orientation initiale des grains et des différences de densité locale de précipités γ' (Souai, 2011). Les matériaux où la restauration est importante possèdent une courbe contrainte/déformation particulière qui se décompose en 2 parties : l'augmentation de la

contrainte, due à l'écrouissage, et un plateau, dû à la restauration qui compense l'augmentation de la densité de dislocations (Figure 1-7).

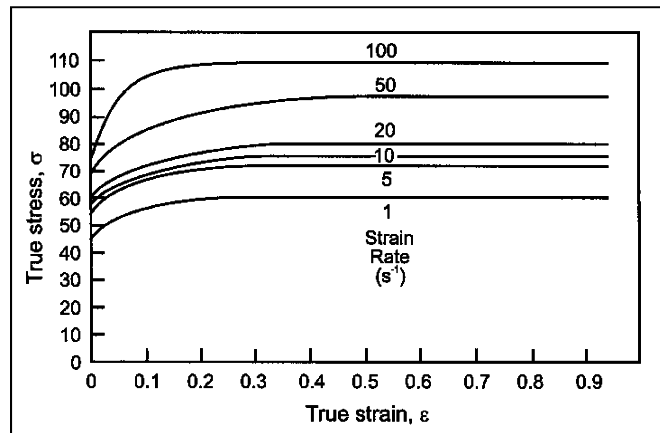


Figure 1-7: Courbe contrainte/déformation avec de la restauration dynamique (Humphreys, 2004)

Cependant pour les alliages de nickel, qui disposent d'une faible énergie de faute d'empilement, la cinétique de restauration est lente et la densité de dislocation augmente suffisamment pour permettre à la recristallisation dynamique de se déclencher (Humphreys, 2004).

1.3.3 Recristallisation dynamique

La recristallisation dynamique consiste en la germination de nouveaux grains, aux frontières ou à l'intérieur des grains initiaux. La recristallisation dynamique est dite continue lorsque les sous-grains issus de la restauration se transforment, sous l'influence de la déformation, en grains indépendants. Cependant, lorsque sous l'effet de la déformation, de nouveaux grains germent aux joints de grains initiaux, la recristallisation dynamique est alors dite discontinue. Le type de recristallisation dynamique, continue (CDRX) ou discontinue (DDRX), s'effectuant lors de la déformation à chaud dépend de l'énergie de faute d'empilement du matériau (SFE : *Stacking Fault Energy*) (Humphreys, 2004). Le Tableau 1-3 récapitule les conditions d'apparition des différents types de recristallisation.

Tableau 1-3: Conditions d'apparition CDRX/DDRX (Lacomme, 2014)

	SFE faible	SFE élevé
$T > 0,5 T_f$	DDRX	CDRX
$T < 0,5 T_f$	CDRX	CDRX

Comme vu dans la partie 1.1.1.2, la gamme de forgeabilité de l'alliage AD730 est comprise entre la température de fusion (T_f) et $0,5 \times T_f$. Les alliages de nickel étant considérés comme des matériaux ayant une énergie de faute d'empilement faible ou moyenne, la déformation à chaud de l'alliage AD730 est donc régie par la recristallisation dynamique discontinue (Souai, 2011). Ce mécanisme composé d'une phase de nucléation puis d'une phase de croissance de grains est appelé recristallisation dynamique discontinue (Humphreys, 2004). La nucléation des grains s'effectue principalement sur les joints de grains, mais elle peut aussi s'effectuer au niveau des macles. Après leur germination, les grains grandissent et se développent à la place des grains initiaux. Lorsque les grains initiaux ont complètement disparu, la recristallisation est complète. La Figure 1-8 schématise ce mécanisme et met en évidence la structure en « collier de perles » qui le caractérise. On peut aussi identifier sur cette figure que la taille des grains recristallisés reste constante, quelle que soit l'avancée de la recristallisation. Les microstructures issues de la recristallisation dynamique sont donc caractérisées par une taille de grains homogène et indépendante de la taille de grains initiale (Montheillet, 2009).

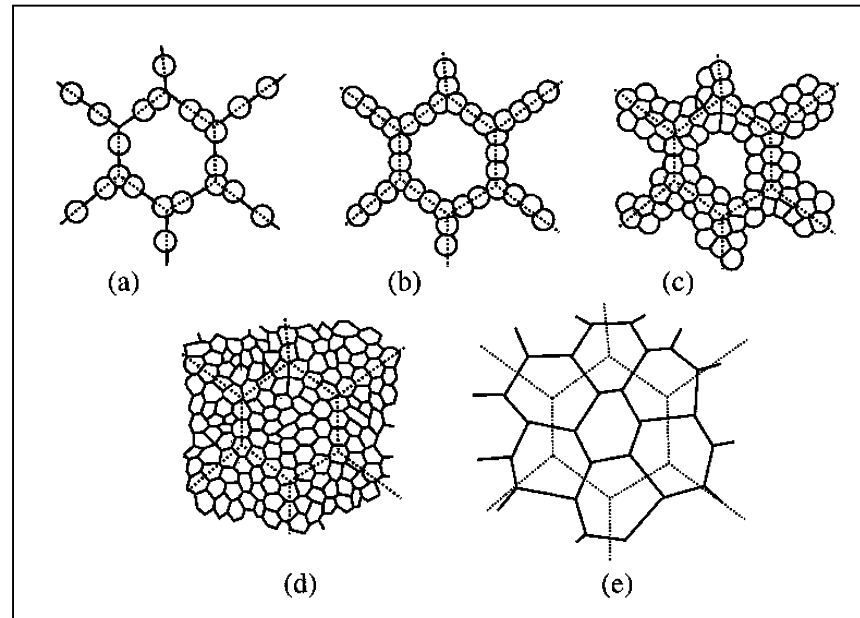


Figure 1-8: Le développement de la microstructure lors de la recristallisation dynamique discontinue (Humphreys, 2004) pour:

- d_0 grande (a – d).
- d_0 petite (e).

Sur une courbe contrainte/déformation, la recristallisation dynamique discontinue est caractérisée par un pic de contrainte comme présenté sur la Figure 1-9. Ce pic de contrainte est ensuite suivi d'un adoucissement pour atteindre l'état stationnaire. Suivant les conditions de déformation ($\dot{\epsilon}, T$), la courbe contrainte déformation peut présenter des oscillations correspondant à des adoucissements et durcissements successifs au sein de la microstructure. La Figure 1-9, associe les différentes parties de la courbe contrainte déformation aux différents stades de la recristallisation dynamique présentée dans la Figure 1-8.

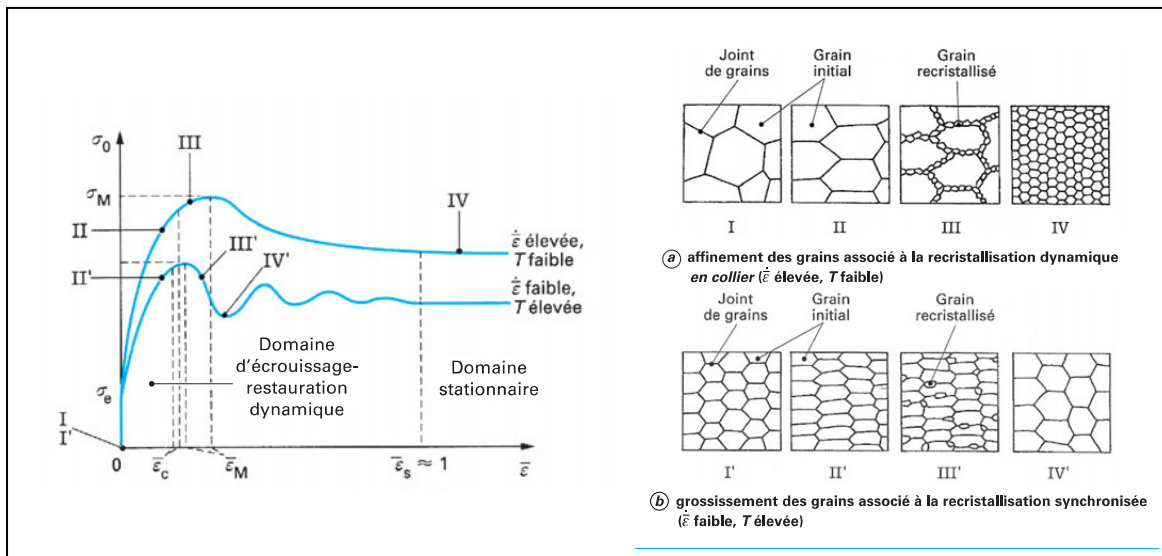


Figure 1-9: Différentes phases de la recristallisation dynamique (Montheillet, 2009)

Contrairement à la restauration dynamique, la recristallisation dynamique nécessite une certaine énergie afin d'être initiée. Cette énergie, appelée énergie d'initiation, est fournie par la déformation et dépend de la vitesse de celle-ci. Dans la littérature ce seuil critique de la recristallisation dynamique (seuil de déclenchement) se trouverait entre les déformations 0,12 et 0,24 et en amont du pic de contrainte (Souai, 2011). Il est important de noter que la restauration et la recristallisation sont deux mécanismes de relaxation de contrainte en concurrence et que la frontière entre les deux est difficile à identifier, car la restauration permet la création de sites d'initiation de la recristallisation (Humphreys, 2004)

Dans le cadre des alliages à forte énergie de faute d'empilement et d'autres conditions de déformation (par exemple, $T < 0,5 T_f$), un autre mécanisme de relaxation de contrainte peut apparaître. Ce mécanisme appelé recristallisation dynamique continue, consiste en la formation de grains issus des sous-grains de la restauration dynamique. En effet sous l'effet de la déformation, la désorientation des sous-grains, formés lors de la restauration, augmente pour former des grains à part entière (Humphreys, 2004). Le Tableau 1-4, résume les caractéristiques des 2 types de recristallisation dynamique.

Tableau 1-4: Caractéristiques principales de la CDRX et de la DDRX (Montheillet, 2004)

CDRX	DDRX
Les sous joints de grains formés lors de la restauration statique se transforment en grains indépendants	Cycles rapides de durcissement → nucléation → croissance de grains
Restauration dynamique forte	Restauration dynamique faible
Homogénéité des densités de dislocations	Hétérogénéité des densités de dislocations
Le taux de migration des dislocations est faible	Le taux de migration des dislocations est élevé.

1.3.4 État stationnaire

L'état, stationnaire, présenté dans la Figure 1-9, est le domaine au cours duquel la contrainte d'écoulement ne varie plus en fonction de la déformation. Ceci est dû au fait que la recristallisation compense tout apport d'énergie dû à la déformation (Humphreys, 2004). Au niveau de la microstructure chaque grain passe par différentes phases : germination puis croissance jusqu'à atteindre un maximum avant de disparaître au profit d'un nouveau grain (Montheillet, 2009). L'état stationnaire est caractérisé par un conglomerat de grains étant chacun à leur propre phase de ce cycle. Les caractéristiques globales (taille de grains, contrainte d'écoulement) du matériau, qui sont issues de la moyenne des caractéristiques de chaque grain, sont donc constantes dans ce domaine (Humphreys, 2004). Ceci explique le plateau de contrainte observé sur la Figure 1-9.

1.3.5 Restauration statique et recristallisation statique

À l'issue de la déformation à chaud d'autres mécanismes peuvent être enclenchés. Ces mécanismes apparaissent au cours des refroidissements et des recuits opérés au cours des procédés de forgeage multipasses. Du à l'absence de déformation, ces mécanismes n'ont pas de vitesse de déformation imposée. En effet l'énergie stockée dans le matériau durant la

déformation associée à une température élevée entraîne l'enclenchement de mécanismes microstructuraux qui sont au nombre de trois : la restauration statique, la recristallisation statique et recristallisation métadynamique (Montheillet, 2009). La restauration statique et la recristallisation statique sont régies par les mêmes mécanismes microstructuraux qu'en présence de déformation (Montheillet, 2009). La Figure 1-10 met en évidence les différentes phases de la restauration statique avec l'enchevêtrement des dislocations (a), la formation de cellules (b), l'annihilation de certaines dislocations (c), la formation de sous grains (d) et la croissance des sous-grains (e).

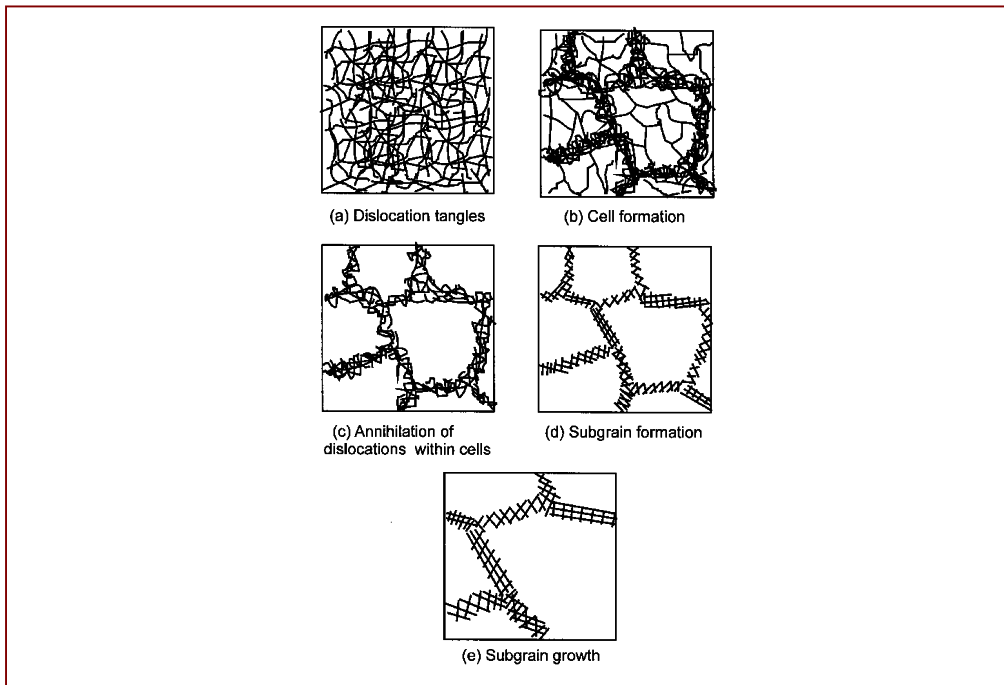


Figure 1-10: Différentes étapes de la restauration statique (Montheillet, 2009)

Cependant, du fait que la recristallisation dynamique a été enclenchée, la restauration statique est très faible (Humphreys, 2004). Les différents stades de la recristallisation statique sont semblables à ceux décrits dans la Figure 1-8. Cependant l'absence de déformation pendant ce mécanisme, entraîne une formation de grains recristallisés, caractérisés par une densité de dislocation très faible, contrairement à ceux formés pendant la recristallisation dynamique.

1.3.6 Recristallisation métadynamique

Lorsque le point d'initiation de la recristallisation dynamique a été dépassé, des germes sont présents dans le matériau. Dans le cas où la déformation est arrêtée, mais que le matériau reste à température élevée (recuit), ces germes vont continuer de se développer grâce à l'effet de la déformation préalable et de la température (Humphreys, 2004). Ce mécanisme est appelé recristallisation métadynamique. Il entraîne une microstructure hétérogène à l'intérieur du matériau constitué de petits germes avec peu de dislocation à l'intérieur, de gros grains recristallisés avec une densité de dislocations moyenne et de grains non recristallisés avec une densité de dislocations élevée (Humphreys, 2004). L'hétérogénéité de cette microstructure rend difficile la modélisation du comportement du matériau. L'étude et la maîtrise de ces mécanismes d'adoucissement (restauration statique, recristallisation statique et recristallisation post-dynamique) sont aussi importantes que de ceux activés pendant la déformation, car ils modifient grandement la microstructure et les caractéristiques du matériau final (Montheillet, 2009).

Nous avons donc vu les mécanismes d'adoucissement activés lors des traitements mécaniques à chaud pour les superalliages. Les mécanismes de durcissement liés aux précipités γ' ont une part importante dans le comportement à chaud de l'alliage AD730 mais ne seront pas étudiés au cours de ce travail. Nous allons maintenant étudier leur application sur les matériaux qui ont servi de références lors de l'élaboration de l'alliage AD730 tels que l'Inconel 718, l'Udimet 720 et le Waspaloy (voir partie 1.1.1).

1.4 La déformation à chaud des superalliages

Dans son travail sur l'étude du Waspaloy, Chamanfar a analysé le comportement de ce matériau lors de la déformation à chaud. Les résultats des essais de compression à chaud du Waspaloy, effectués à différentes vitesses de déformation et à différentes températures, sont présentés dans la Figure 1-11.

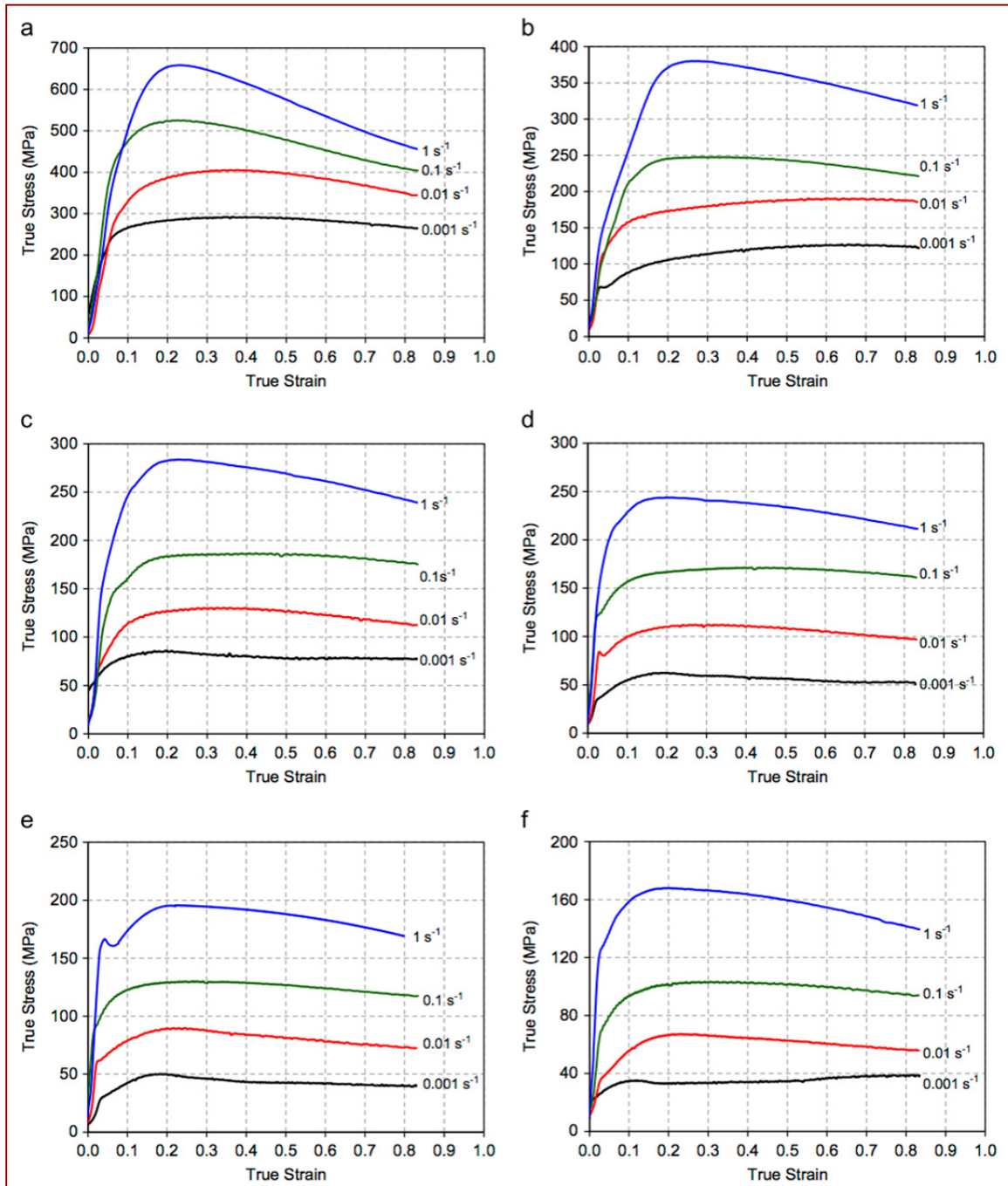


Figure 1-11: Courbes contrainte/déformation du Waspaloy pour des températures de 950°C (a), 980°C (b), 1020°C (c), 1060°C (d), 1100 °C (e), 1140 °C (f) (Chamanfar, 2014)

Grâce à ces courbes et à l'analyse des microstructures obtenues, Chamanfar a pu mettre en évidence les différents mécanismes vus dans la partie précédente.

- La phase d'écrouissage, caractérisée par une augmentation rapide de la contrainte d'écoulement est visible sur toutes les courbes et pour toutes les conditions. Comme énoncé dans la partie 1.3.1, cette phase correspond à l'augmentation rapide de la densité de dislocations à l'intérieur du matériau.
- Les mécanismes de relaxation de contrainte sont bien la restauration dynamique et la recristallisation dynamique.
- La restauration dynamique est le mécanisme principal pour la température de 950°C. L'adoucissement observé spécialement aux vitesses de déformation élevées ($0,1 \text{ s}^{-1}$ et 1 s^{-1}) est dû au chauffage adiabatique (Chamanfar, 2014). En effet au cours de la déformation à chaud, 90% de l'énergie fournie est transformée en chaleur. Une vitesse de déformation élevée combinée aux effets de la friction peut induire une forte augmentation de la température du matériau comparé à la température de déformation (62°C pour le cas de la vitesse 1 s^{-1} à 950°C). Cette augmentation de la température entraîne une meilleure mobilité des dislocations et favorise la croissance des grains ce qui adoucit le matériau.
- Pour les températures allant de 980°C à 1140°C, le mécanisme principal de relaxation de contrainte est la recristallisation dynamique. La présence de pic de contrainte ainsi que l'observation de structures en collier de perles permettent d'affirmer cela (Chamanfar, 2014).
- La présence d'un plateau de contrainte sur certaines courbes (par exemple : $0,001 \text{ s}^{-1}$ à 1140°C) indique que la recristallisation est complète, c'est l'état stationnaire (voir partie 1.3.4). Inversement, lors des autres cas, l'absence de plateau indique que la recristallisation est partiellement complétée (Chamanfar, 2014).

La Figure 1-12 résume les mécanismes en fonctions des conditions de déformations dans le cas du matériau Waspaloy.

Temperature, °C	Flow stress observations				Microstructure observations			
	Strain rate, s ⁻¹				Strain rate, s ⁻¹			
	0.001	0.01	0.1	1	0.001	0.01	0.1	1
950	(i)	(i)	(i)	(i)	DRV	DRV	DRV	DRV + adiabatic heating
980	(ii)	(ii)	(i)	(i)	DRV	DRV + partial DRX	DRV + partial DRX	DRV + partial DRX
1020	(iii)	(i)	(i)	(i)	Full DRX	DRV + partial DRX	DRV + partial DRX	DRV + partial DRX
1060	(iii)	(i)	(i)	(i)	Full DRX	Considerable DRX	DRV + partial DRX	Moderate DRX
1100	(iii)	(iii)	(i)	(i)	Full DRX	Full DRX	Moderate DRX	Moderate to considerable DRX
1140	(iv)	(iii)	(i)	(i)	Full DRX + grain growth	Full DRX	Considerable DRX	Almost full DRX

(i) Continuous flow softening without steady state flow stress.
(ii) Continuous work hardening followed by a plateau at $\epsilon > 0.6$.
(iii) Slight softening up to a steady state flow stress at $\epsilon > 0.7$.
(iv) Flow softening to a steady state flow stress at $\epsilon = 0.2$ followed by a slight secondary work hardening.

Figure 1-12: Mécanismes de relaxation en fonction des conditions de déformation
(Chamanfar, 2014)

Dans les travaux de Sui sur l'Inconel 718 (Figure 1-13), on retrouve des courbes similaires. Une augmentation de la contrainte rapide, liée à l'écrouissage puis une diminution de la pente liée à la restauration dynamique. La présence d'un pic de contrainte est caractéristique de la recristallisation dynamique. Enfin le plateau de contrainte, représentant l'état stationnaire est synonyme d'une recristallisation complétée.

Ces différentes courbes (Sui, 2010 et Chamanfar, 2014) sont caractéristiques du comportement à chaud des superalliages et permettent de résoudre les équations constitutives propres au matériau. Ces équations constitutives permettent de prédire la réaction du matériau en fonction des paramètres de déformation et sont ensuite implémentées dans les logiciels de simulation numériques afin de simuler les procédés de fabrication.

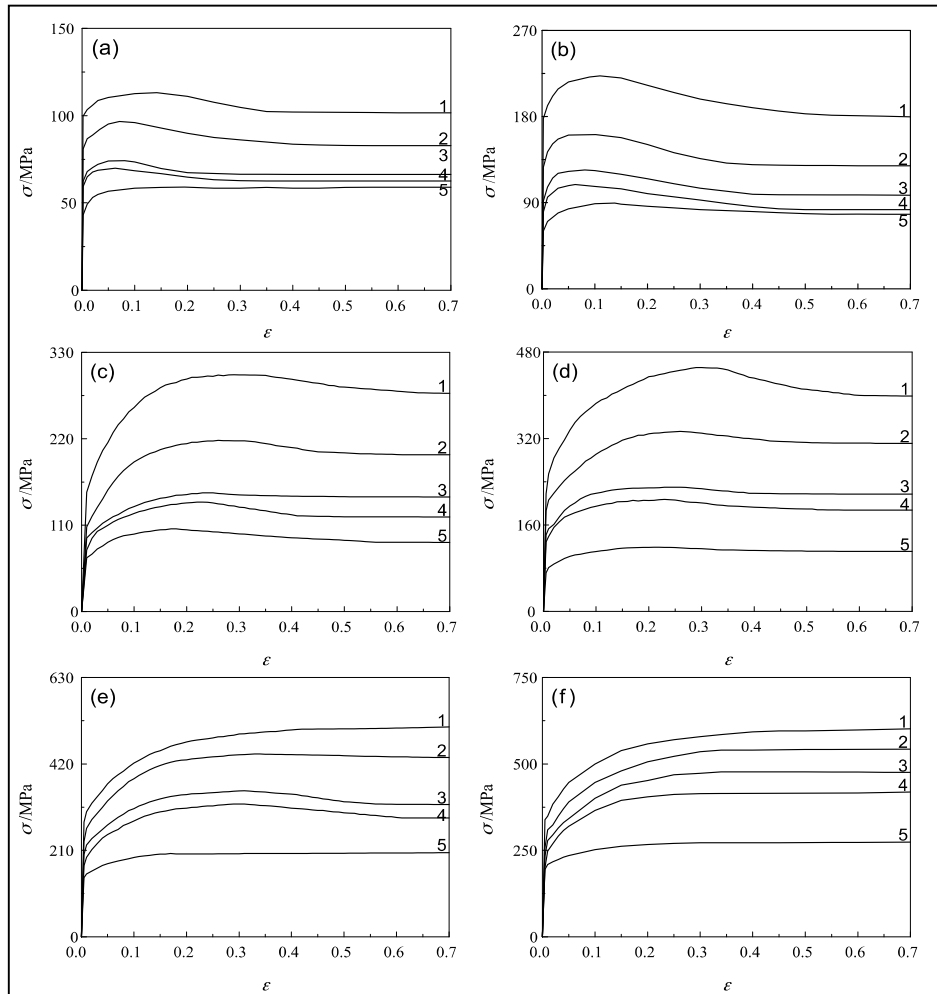


Figure 1-13: Courbe contrainte déformation de l'Inconel 718 pour des températures de 950 °C (1), 1000°C (2), 1050°C (3), 1100°C (4), 1150°C (5) et des vitesses de déformation de $0,001 \text{ s}^{-1}$ (a), $0,01 \text{ s}^{-1}$ (b), $0,1 \text{ s}^{-1}$ (c), 1 s^{-1} (d), 10 s^{-1} (e), 100 s^{-1} (f) (Sui, 2010)

1.5 Lois de comportement.

Ces équations constitutives caractéristiques d'un matériau sont issues des lois de comportement. Les lois de comportement sont séparées en 2 types : les lois de comportement physiques et les lois de comportement empiriques.

1.5.1 Lois de comportement empiriques

Les lois de comportement empiriques sont calculées à partir des courbes contraintes/déformation d'un matériau. La loi de Sellars et Tegart est très fréquemment utilisée s'écrit :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_1 \times \left(\sinh \left(\frac{\sigma}{\sigma_1} \right) \right)^p \times \exp \left(\frac{-Q}{RT} \right) \text{ (Montheillet, 2009)}$$

avec :

- R : constante molaire des gaz parfaits ($8,32 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$) ;
- Q : énergie d'activation apparente de la déformation (J.mol^{-1}) ;
- p : constante sans dimension (>1) ;
- $\dot{\varepsilon}_1$ et σ_1 : caractéristiques du matériau, constantes de normalisation ;
- $\dot{\varepsilon}$ et σ : Vitesse de déformation (s^{-1}) et contrainte d'écoulement (MPa) ;
- T : Température (K).

Cette loi peut prendre des formes simplifiées suivant la valeur de la contrainte d'écoulement et du rapport σ_0/σ_1 . Ces lois nécessitent aussi le calcul de différents paramètres, appelé paramètres rhéologiques, car ils dépendent de la déformation.

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, calculé pour une déformation et une température fixées :

$$m = \frac{1}{p} = \left[\frac{\partial \ln \sigma_0}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} \right]$$

m : Ce coefficient permet de caractériser le type de comportement que le matériau prend lors de la déformation. Il prend généralement des valeurs comprises entre 0,1 (comportement en loi de puissance) et 0,4 (comportement superplastique) et diminue lorsque la température augmente (Montheillet, 2009).

L'énergie d'activation apparente Q (J/mol), calculée à déformation constante et vitesse de déformation constante :

$$Q = - \frac{R}{m} \frac{\partial \ln \dot{\sigma}_0}{\partial (1/T)}$$

Q : La valeur de Q permet d'avoir une idée des mécanismes de relaxation de contraintes impliqués lors de la déformation à chaud (recristallisation dynamique, restauration, etc) (Montheillet, 2009). Dans le cas des superalliages la valeur de Q est comprise entre 400 et 800 kJ.mol⁻¹ dépendamment la contrainte appliquée et du matériau.

Enfin le paramètre de Zener-Hollomon qui permet de mesurer la sensibilité à la vitesse de déformation et à la température du matériau :

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$

Pour une déformation et une température données, ce paramètre Z ne dépend que de l'énergie d'activation Q et est donc une constante du matériau. Il peut donc être utilisé afin de comparer différents matériaux entre eux.

1.5.2 Lois de comportement physiques

Contrairement aux lois de comportement empiriques, les lois de comportements physiques sont calculées à partir de l'analyse de la microstructure et de la densité de dislocations.

La contrainte d'écoulement (σ_0) est liée à la densité de dislocations (ρ) par la relation :

$$\sigma_0 = \alpha \mu b \sqrt{\rho}$$

Avec :

- α : Constante sans dimension comprise entre 0,7 et 1.
- μ (Pa) : module de cisaillement élastique.
- b (m) : module du vecteur de burger.

Plusieurs modèles relient la densité de dislocations à la déformation (ϵ). Les 3 équations suivantes sont les modèles les plus utilisés et utilisent des relations microscopiques légèrement différentes (Montheillet, 2009):

$$\frac{d\rho}{d\epsilon} = h\sqrt{\rho} - r\rho \text{ (modèle de Kocks et Mecking)}$$

$$\frac{d\rho}{d\epsilon} = h - r\rho \text{ (modèle de Laasraoui et Jonas)}$$

$$\frac{d\rho}{d\epsilon} = h - r\rho^2 \text{ (modèle de Stuwe et Hertel)}$$

Avec :

- h (m^{-2}) : paramètre caractérisant l'écrouissage
- r (sans dimension) : paramètre caractérisant la cinétique de restauration

Ces lois de comportement empiriques modélisent la restauration dynamique, mais ne prennent pas en compte la recristallisation dynamique (Montheillet, 2009).

Dans le cas de l'alliage AD730 aucune courbe contrainte/déformation ni lois de comportement ne sont présente dans la littérature. Dans cette recherche, les mécanismes de déformation à chaud sur l'alliage AD730 sont étudiés, spécialement la recristallisation dynamique, pour ensuite développer les lois de comportements.

CHAPITRE 2

PROTOCOLES EXPERIMENTAUX ET MATERIAUX

2.1 Plan d'expérience

Dans le but d'étudier la recristallisation dynamique et les autres mécanismes de relaxation, un plan d'expérience a été mis en place. Ce plan consiste à déformer les échantillons à plusieurs niveaux de déformation (0,08/0,12/0,24/0,40/0,63), avec plusieurs vitesses de déformation (0,001/0,01/0,1 s^{-1}). Un schéma a été mis en place pour représenter le plan d'expériences dans sa globalité.

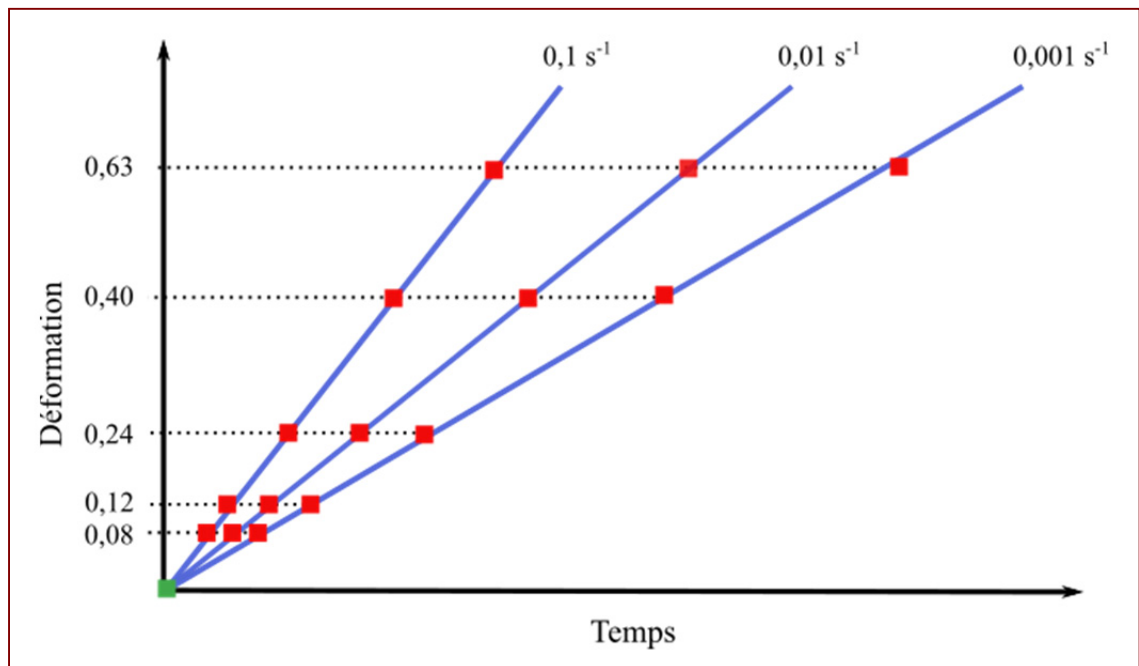


Figure 2-1: Schéma du plan d'expérience

2.1.1 Variables :

Les échantillons seront donc testés suivant 2 variables, la déformation et la vitesse de déformation. Les différentes déformations choisies sont : 0,08/0,12/0,24/0,40/0,63. Inspirés de la littérature (Souai, 2011) ces différents niveaux, permettent d'encadrer toute la courbe contrainte/déformation et les mécanismes microscopiques qui l'expliquent (recristallisation, restauration ...). La Figure 2-2 schématise la courbe contrainte/déformation et indique la position des déformations choisies dans le plan d'expérience.

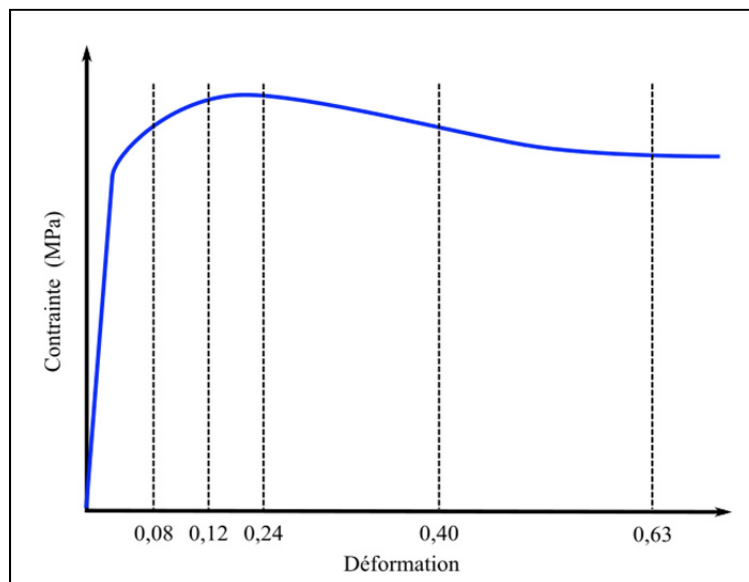


Figure 2-2: Schématisation des déformations choisies

Les différentes vitesses de déformation choisies sont : 0,001/0,01/0,1 s^{-1} . Là aussi, inspirer par la littérature (J. Tu, 2010), le choix de ces vitesses permet d'analyser le comportement du matériau suivant différents modes (comportement superplastique, loi de puissance).

2.1.2 Les paramètres

Ces paramètres ne changeront pas d'un essai sur l'autre. Nous allons les détailler et expliquer la raison de leur choix dans cette partie.

Les différents paramètres sont :

- Température de déformation ;
- Temps de maintien ;
- La vitesse de chauffage ;
- La technique de trempe ;
- La lubrification.

2.1.2.1 Température de déformation : 1120°C.

La température de déformation : 1120°C. Cette température de déformation choisie en collaboration avec l'industriel correspond à la température de forgeage dans l'industrie. Elle est comprise dans la gamme de température où la forgeabilité de l'AD730 est la meilleure (voir partie 1.1.1.2) et correspond à une température super-solvus (Figure 1-2). Cette température fut aussi la température utilisée par Pauline Lacomme lors de son travail (Lacomme, 2014).

2.1.2.2 Temps de maintien : 5 min

Comme présenté dans une étude précédente (Lacomme, 2014), le temps de maintien à haute température n'a qu'une influence réduite sur la courbe contrainte déformation de l'essai. Le temps de maintien permet juste de s'assurer que le matériau est à température homogène bien que la microstructure ne soit pas complètement stable. En effet lors de leurs études sur la dissolution des précipités gamma primes (G.P.) (Masoumi, 2014), Masoumi a prouvé que la dissolution des précipités G.P. dans la matrice γ à 1110°C était complète au bout de 60 minutes. Par analogie avec la littérature (Souai, 2011) et au vu de la géométrie de nos échantillons, nous avons donc choisi un temps de maintien de 5 min qui devrait permettre au matériau d'avoir une température homogène égale à 1120°C au début de la compression.

2.1.2.3 Vitesse de chauffage : 20°C/min.

Cette vitesse de chauffage a été choisie afin de permettre une montée en température à vitesse lente. En effet, le passage de 20°C (température ambiante) à 1120°C (température de déformation) s'effectue donc en environ 50min et combinée au temps de maintien de 5 min, il permet de s'assurer d'une température homogène dans le matériau au début de la déformation.

2.1.2.4 Technique de trempe : eau.

L'objectif de ce plan d'étude est d'étudier la microstructure du matériau à différents taux de déformation. Afin de figer la microstructure après la déformation, l'eau a été choisie comme fluide de trempe. Du aux manipulations expérimentales (voir partie Presse MTS) le temps de trempe est estimé à 2s.

2.1.2.5 La lubrification :

La lubrification est d'une importance primordiale lors des essais de compression à chaud. Elle permet une déformation la plus homogène possible en diminuant les effets de la friction entre les mors et l'échantillon, mais elle a son influence sur la courbe contrainte déformation. Au cours de notre travail, nous avons utilisé 3 types de lubrifications différentes :

- Feuille de graphite + Feuille de mica + Poudre de graphite ;
- Feuille de graphite + Feuille de mica + Nitrure de Bore ;
- Feuille de graphite.

Ces lubrifications sont listées en partant de l'élément en contact avec le mors et en finissant par l'élément en contact avec l'échantillon. Nous analyserons ensuite l'impact de ces 2 lubrifications sur la réaction du matériau à la compression (Partie Plateau, partie Yield Drop).

2.1.3 Cycle thermomécanique

Avec le choix de tous ces paramètres, le cycle thermomécanique subi par un échantillon lors d'un essai correspond au schéma ci-dessous :

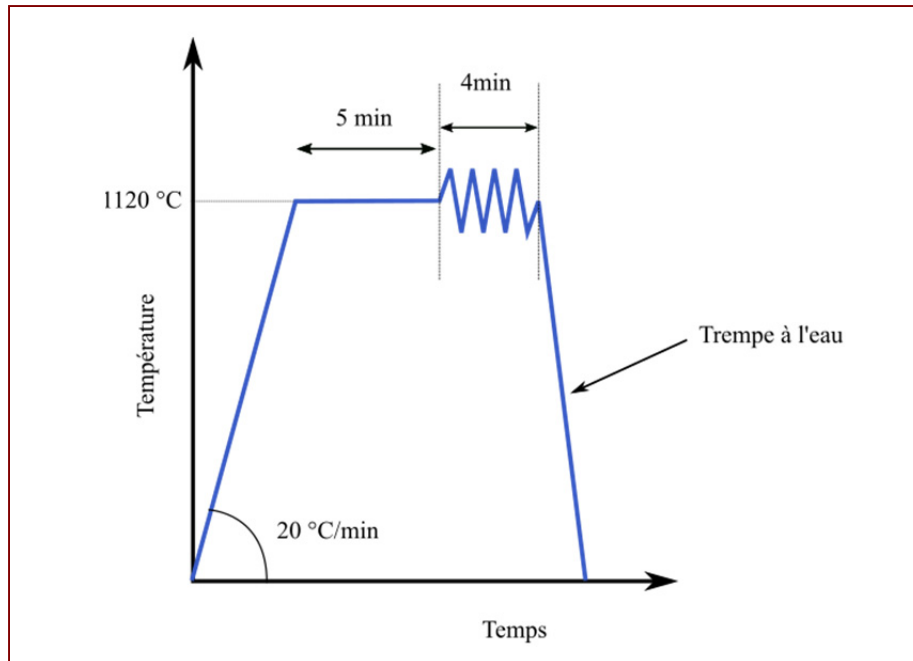


Figure 2-3: Cycle thermomécanique lors des essai de compression

Cet exemple correspond à un échantillon déformé à 0,24, avec une vitesse de déformation de $0,001 \text{ s}^{-1}$. Ceci explique le temps de déformation de 4 min ($0,24/0,001 = 240\text{s} = 4\text{min}$).

2.2 Protocole expérimental

2.2.1 Échantillons

Les échantillons ont été extraits d'un disque d'AD730. Ce disque avait été précédemment coulé puis forgé (partie 1.2.2). Les échantillons ont été extraits sur le même diamètre afin d'avoir la microstructure la plus homogène possible.

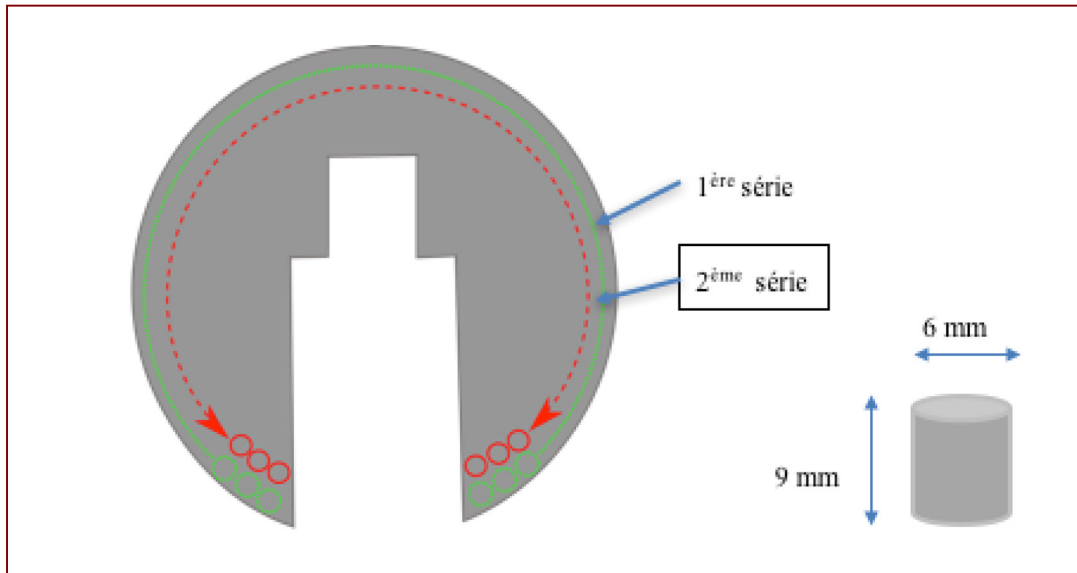


Figure 2-4: Extraction des échantillons

Comme présenté dans la Figure 2-4, 2 séries d'échantillons ont été extraites du disque forgé. Alors que la première série (série 'P') a servi à une étude précédente (Lacomme, 2014), l'étude présente s'appuie majoritairement sur les échantillons de la deuxième série (série 'M'). Certains échantillons de la première série serviront afin d'analyser spécifiquement certains phénomènes : lubrification, réponse dynamique de la presse, etc. Les échantillons de la deuxième série (série 'M') ont une géométrie cylindrique avec un diamètre de 6mm et une hauteur d'environ 9mm, tandis que les échantillons de la première série (série 'P') ont la même hauteur, mais un diamètre différent (7mm). La Figure 2-5 montre la dispersion des hauteurs initiales des échantillons de la série 'M'. Il peut y avoir jusqu'à 1mm d'écart entre la hauteur initiale de 2 échantillons. La mesure de cette grandeur est importante, car elle est entrée comme variable d'entrée dans le programme de commande de la presse.

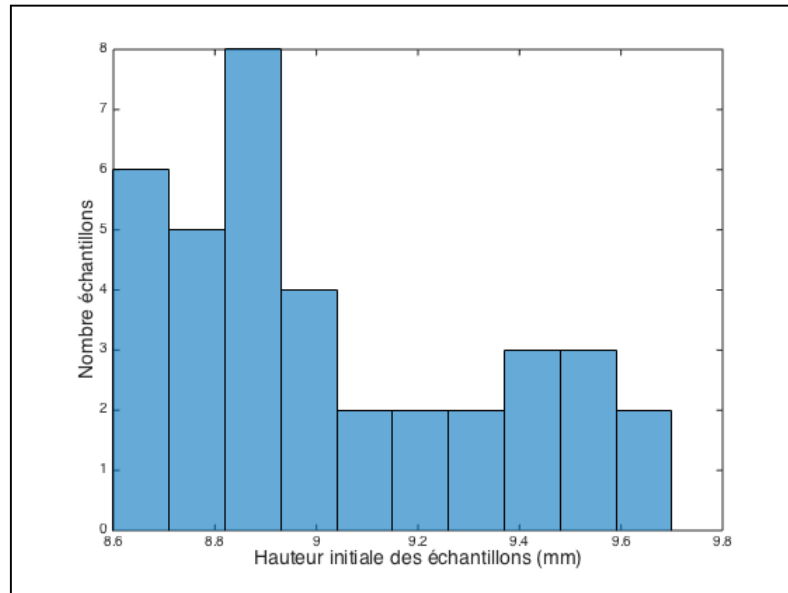


Figure 2-5: hauteurs initiales des échantillons (2^{ème} série)

2.2.2 Presse MTS

La machine utilisée pour les essais de compression est une presse hydraulique MTS 810 test system. Cette presse hydraulique d'une capacité de 100 kN dispose de 2 mors en compression en matériau SADS à très haute résistance mécanique. Le four permettant le chauffage est un four à rayonnement avec des filaments en tungstène. L'échantillon est maintenu dans une atmosphère d'argon afin d'éviter l'oxydation lors de la montée en température. Une photo et un schéma de la presse sont présentés aux Figure 2-6 et Figure 2-7 (les échelles ne sont pas respectées sur cette dernière).

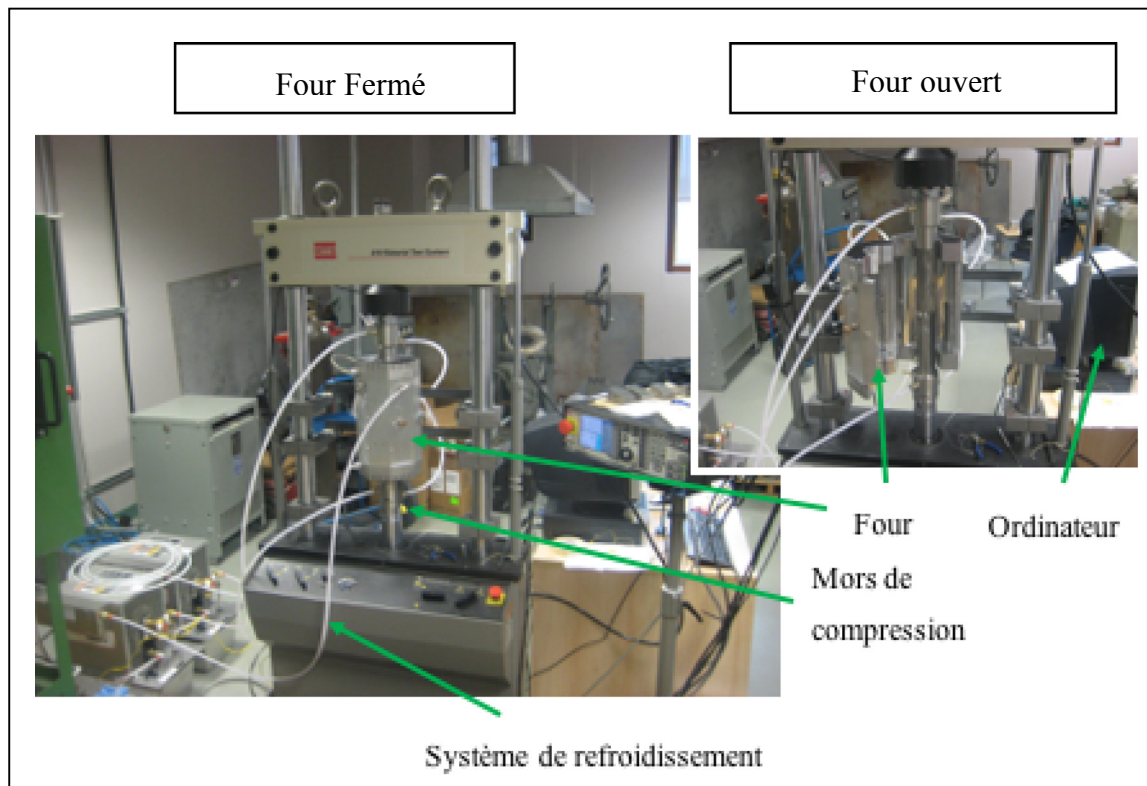


Figure 2-6: Photographies de la presse MTS (Lacomme, 2014)

La trempe de l'échantillon se fait à l'aide d'un levier, actionné manuellement à la fin du cycle de déformation. La rotation de ce levier déplace l'échantillon déformé dans l'ornière qui le guide jusqu'au bac de trempe. La mise en mouvement manuelle du levier, couplée au temps de chute, explique le temps de trempe de l'ordre de 2s (voir partie 2.1.2.4). Ce levier n'est pas représenté sur la Figure 2-7 par souci de clarté.

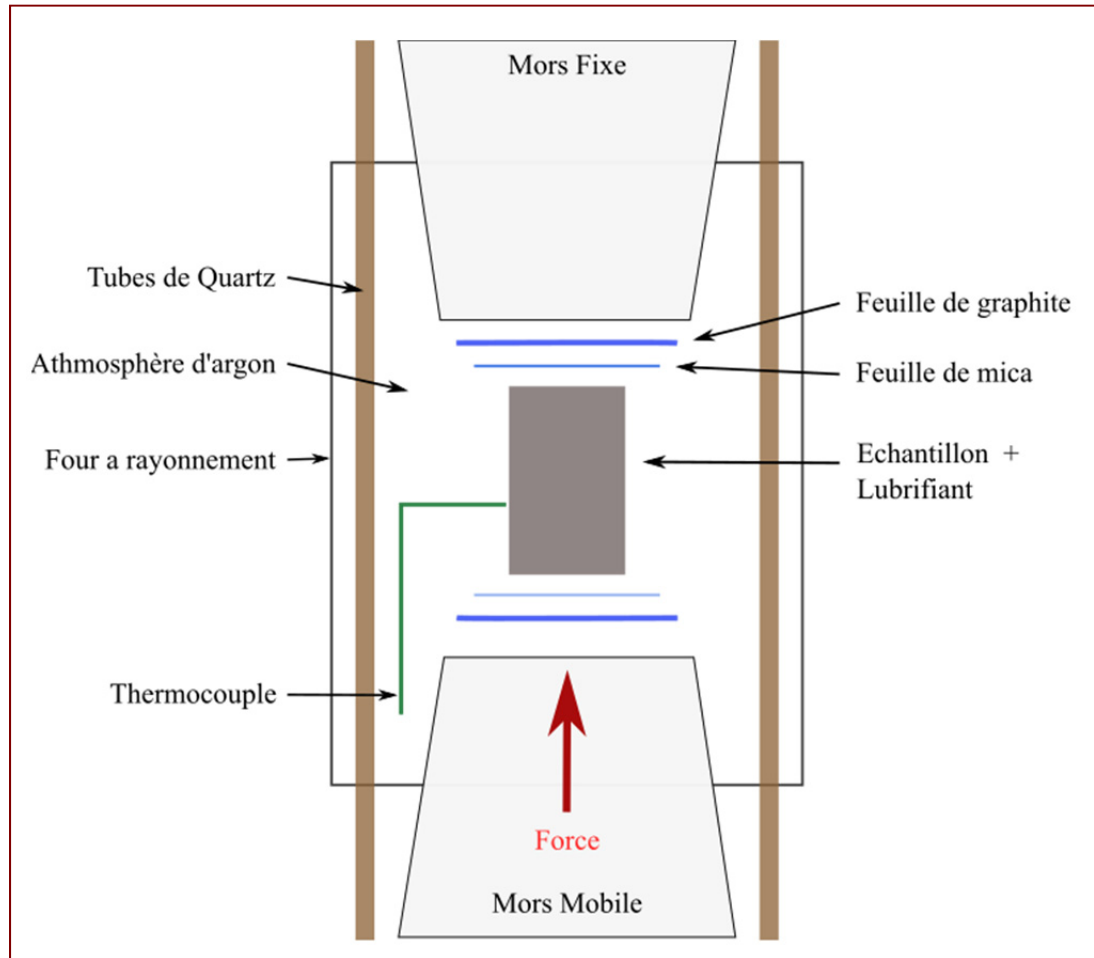


Figure 2-7: Schéma de la presse hydraulique

2.2.3 Calcul des grandeurs

Les différentes variables (telles que la déformation, la contrainte, la vitesse de déformation, etc) sont calculées à partir des données de sorties de la presse MTS. La Figure 2-1 représente les différentes entrées, sorties et variables utilisées au cours de ce travail. Le détail du calcul de chacune des variables est fourni en annexe (ANNEXE II).

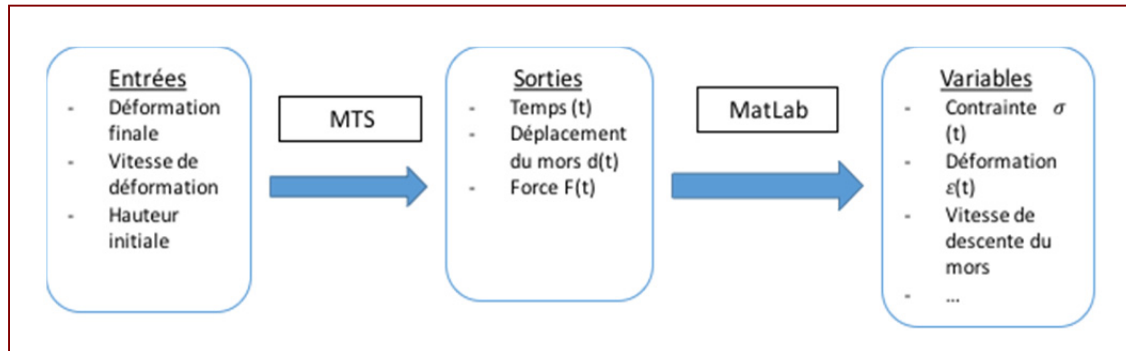


Figure 2-8: Schéma Entrées/Sorties/Variables

Cependant il est important de préciser que:

- Nous appellerons, déformation, la déformation véritable ou déformation réelle (True strain).
- Nous appellerons, contrainte, la contrainte véritable ou contrainte réelle (True stress).

2.2.4 Métallographie.

À la suite de l'essai de compression, les échantillons sont découpés, à l'aide d'une lame en diamant, dans le plan parallèle à l'axe de compression passant par le centre de l'échantillon. Les échantillons sont ensuite enrobés, puis polis à la polisseuse automatique suivant la gamme de polissage présenté dans le Tableau 2-1.

Tableau 2-1: Cycle de polissage

Grain de polissage	80	120	240	320	400	600	800	3 μm	1 μm
Durée	3min	3min	3min	3min	3min	3min	3min	6min	6min
Lubrification	Eau	Eau	Eau	Eau	Eau	Eau	Eau	Lubrifiant + solution diamanté (3 μ)	Lubrifiant + solution diamanté (1 μ)

La force appliquée par la polisseuse automatique est de 15N et la rotation du disque de polissage se fait en sens inverse par rapport à la rotation des échantillons. Les échantillons ont ensuite été attaqués chimiquement et électro-chimiquement, à l'aide de différentes solutions, puis leur microstructure a été observée au microscope optique, et au microscope confocal laser (Olympus LEXT 4100) et/ou au microscope électronique à balayage (Hitachi SU-8230 (FE-STEM)). Les attaquants chimiques utilisés sont :

- Le Kalling's n°2 : 5gr de CuCl_2 , 100ml de HCl et 100 ml de CH_3OH (Méthanol) ;
- La solution (H) : 15 ml H_2O_2 (30%) + 30 ml HCl.

Les temps d'attaque varient de 2 min à 4 min.

Les protocoles expérimentaux sont maintenant détaillés, nous allons maintenant présenter les résultats des tests de compression et les analyser.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS ET ANALYSE

3.1 Résultats

Cette partie rassemble les résultats obtenus au cours de cette étude. Ils sont présentés sous forme de courbe. Pour identifier chaque échantillon, un numéro lui a été affecté. Ce numéro le rattache à ses caractéristiques intrinsèques (hauteur initiale, diamètre) ainsi qu'aux caractéristiques de l'essai de compression que l'échantillon a subi (vitesse de déformation, déformation, temps de maintien, température de déformation).

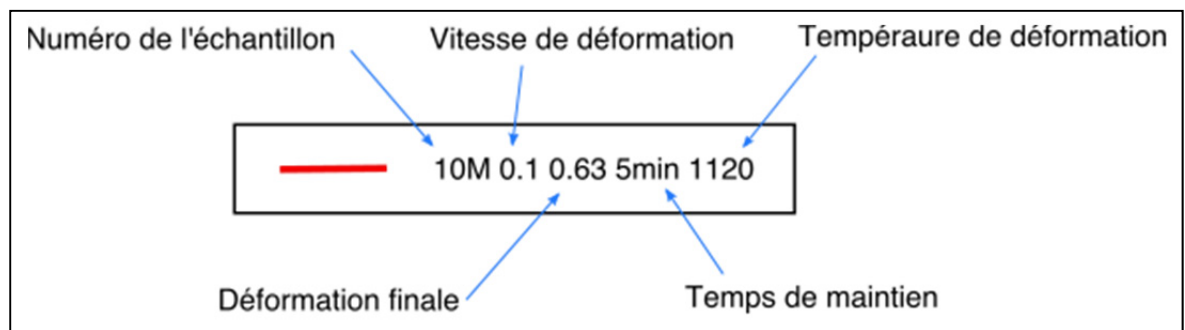


Figure 3-1: Description des légendes

Ces informations sont parfois rappelées dans la légende de la figure. La Figure 3-1 explicite les informations présentes dans la légende. Pour des soucis de clarté, toutes les informations ne sont pas rappelées à chaque fois. Par défaut les valeurs sont :

- $0,1 \text{ s}^{-1}$ pour la vitesse de déformation ;
- $0,63 \text{ s}^{-1}$ pour la déformation finale ;
- 5 min pour le temps de maintien ;
- 1120°C pour la température de déformation.

3.1.1 Vitesse $0,001 \text{ s}^{-1}$

La vitesse de $0,001 \text{ s}^{-1}$ est la vitesse de déformation la plus faible avec laquelle nous avons testé des échantillons à chaque déformation (0,08/0,12/0,24/0,40/0,60).

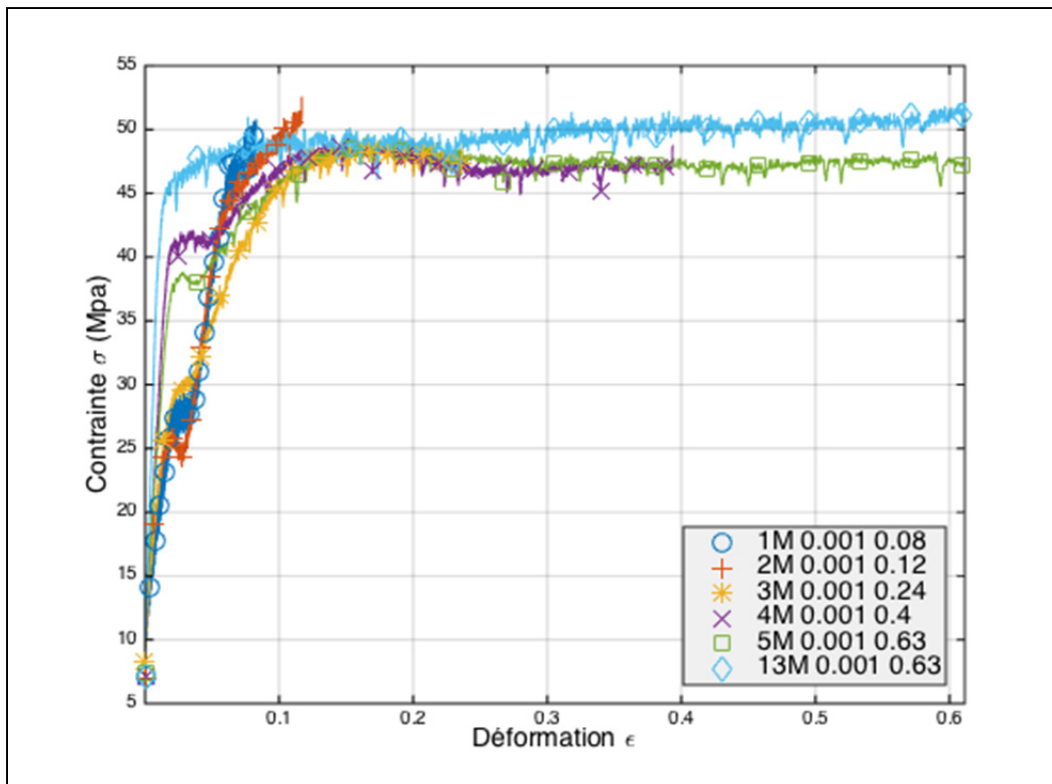


Figure 3-2: Courbes contrainte/déformation à vitesse $0,001 \text{ s}^{-1}$

On identifie aisément l'augmentation rapide de la contrainte correspondant à la phase d'écrouissage puis la contrainte d'écoulement stagne pour former un plateau de contrainte. Cette allure de courbe est caractéristique d'une recristallisation dynamique avec une cinétique lente. Les autres alliages (ex : Inconel 718) présentent des allures de courbes similaires pour des températures correspondantes (Figure 1-13). Pour l'échantillon 4M, on peut même apercevoir un léger pic de contrainte, qui est caractéristique de la recristallisation dynamique. On note aussi une contrainte maximum de 50 MPa sous ces conditions d'essais avec un bruit de mesure d'une amplitude moyenne de 3 MPa. Par ailleurs, on peut identifier

que l'allure des courbes, aux déformations faibles, n'est pas exactement la même entre les échantillons. En effet les échantillons ont une sorte de plateau lors de leur durcissement alors que l'échantillon 13 n'en possède pas. Cette différence d'allure est mise en évidence dans la Figure 3-3, où l'on peut voir le changement d'allure entre la courbe 5M et la courbe 13M. Les raisons de cette différence seront traitées dans la section 3.2.3).

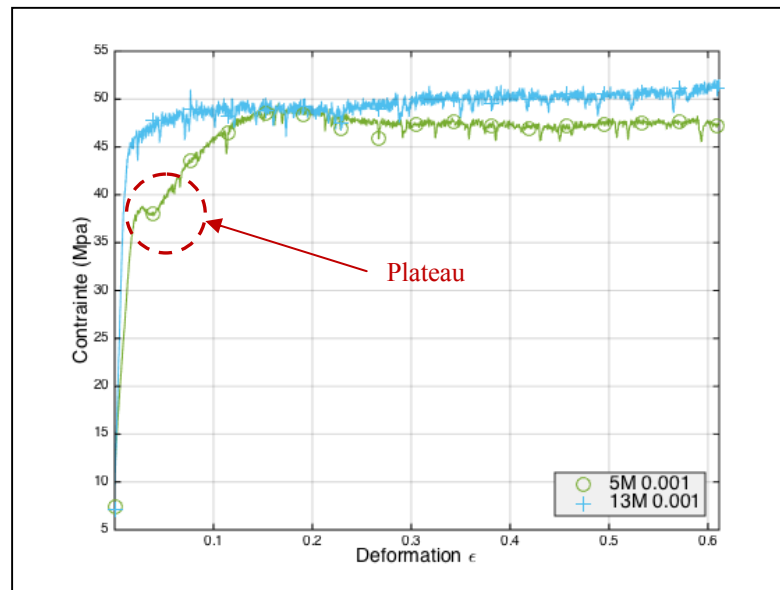


Figure 3-3: Mise en évidence du plateau

Pour finir on peut observer que l'écart entre la contrainte finale des différentes courbes est d'environ 3MPa. Pour une contrainte de 50MPa, cet écart est quasiment négligeable (6% d'erreur) et est induit par les manipulations expérimentales.

3.1.2 Vitesse 0,01 s⁻¹

La vitesse 0,01 s⁻¹ est la vitesse de déformation intermédiaire de notre plan d'expérience.

L'allure de la courbe est ici différente de celle à vitesse plus faible. La phase d'écrouissage est toujours très clairement identifiable, cependant suite à cette augmentation rapide, la contrainte continue d'augmenter pour atteindre un pic ($\epsilon_{pic} \approx 0,15$). La contrainte

d'écoulement chute ensuite pour atteindre un plateau ($\epsilon_{plateau} \approx 0,5$). Cette allure de courbe est caractéristique de la recristallisation dynamique discontinue (voir partie 1.3.3). La contrainte finale est d'environ 80 MPa tandis que la contrainte maximale est de 113 MPa. Les échantillons 17M, 18M et 20M ont un comportement très similaire entre eux. Il en est de même pour les échantillons 19M et 20M. Cependant un écart d'environ 10 MPa est observable entre ces 2 séries d'échantillons. Comme sur les échantillons à vitesse 0,001 s⁻¹ on peut identifier un bruit de mesure. Ce bruit a aussi une amplitude moyenne de 3MPa avec des pics à 5 MPa.

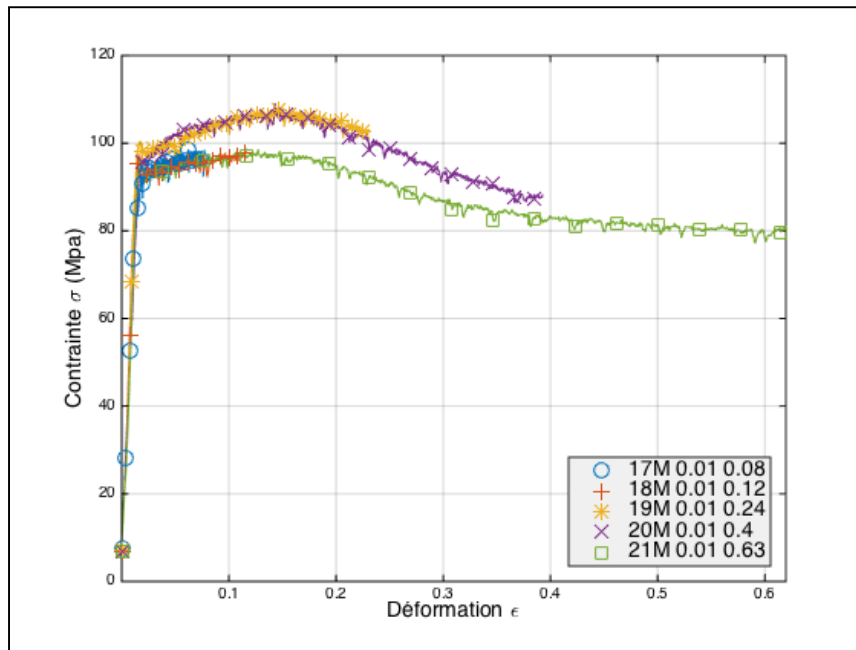


Figure 3-4: Courbes contrainte/déformation à vitesse 0,01 s⁻¹

3.1.3 Vitesse 0,1 s⁻¹

La vitesse 0,1 s⁻¹ est la vitesse de déformation la plus élevée avec laquelle nous avons testé les échantillons sur toutes les déformations. Sur les courbes de la Figure 1-9, on identifie un pic de contrainte qui apparaît à des déformations très faibles ($\epsilon < 0,05$). La chute brusque de la contrainte qui suit ce pic, appelé le Yield Drop, fera l'objet d'une étude distincte et

formera une partie ultérieure (partie 3.2.2). Suite à cette chute, la contrainte augmente pour atteindre un second maximum ($\varepsilon_{pic} \approx 0,15$). La contrainte diminue ensuite pour atteindre un niveau stationnaire à partir de la déformation $\varepsilon = 0,4$. Comme présenté dans la partie 1.3.3, cette forme de courbe (excepté le Yield Drop) est caractéristique de la présence de recristallisation dynamique discontinue. La contrainte finale, sous ces conditions d'essai, est d'environ 130 MPa. On quantifie aussi l'écart maximal entre les courbes à une même déformation d'environ 10 MPa. On peut aussi voir que certaines courbes (15M, 16M) présentent des bruits de mesures alors que les autres sont plus lisses. Afin de s'assurer de la fiabilité de nos résultats, nous avons recommencé le même essai ($0,1 \text{ s}^{-1}$ / $0,63 / 5\text{min} / 1120^\circ\text{C}$) sur deux échantillons (10M et 16M) et les résultats sont présentés sur la Figure 3-5.

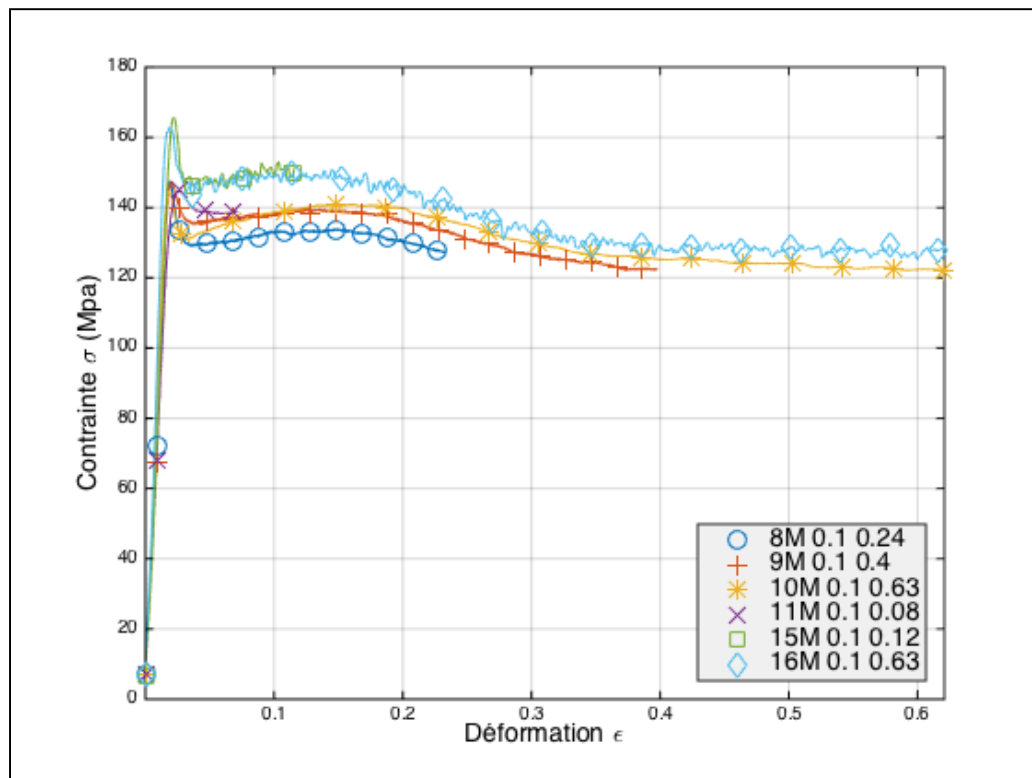


Figure 3-5: Courbes Contrainte/déformation à vitesse $0,1 \text{ s}^{-1}$

3.2 Analyse

Nous allons maintenant analyser précisément les résultats exposés dans la partie précédente.

3.2.1 Bruits de mesure

Nous avons pu voir que la plupart de nos courbes présentaient des bruits de mesures. L'analyse et le traitement de ces bruits sont nécessaires pour notre étude, car ils sont obligatoires pour les calculs que nous effectuerons ultérieurement (ex : calcul de dérivées, recherche des maximums, isolation de certains secteurs de courbes). Après analyse des grandeurs de sorties de la presse hydraulique, il apparaît que le bruit est imputable à la mesure de force. La Figure 3-6 met en évidence la différence entre une courbe avec du bruit de mesure (16M) et une courbe sans bruit de mesure (échantillon 10M).

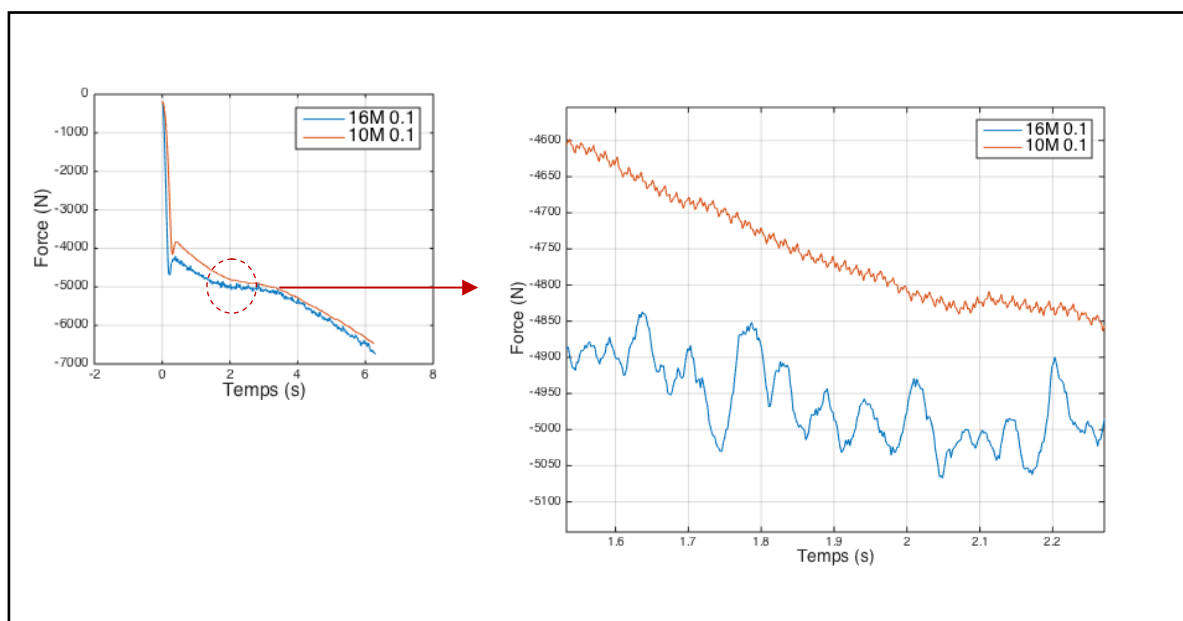


Figure 3-6: Bruit de mesure

Le Tableau 3-1 récapitule l'amplitude moyenne et l'amplitude maximale des bruits de mesure en fonction des conditions d'essais.

Tableau 3-1 : Amplitude du bruit

Vitesse de déformation	0,001 s ⁻¹	0,01 s ⁻¹	0,1 s ⁻¹	
Échantillon	13M	21M	16M	10M
Amplitude du bruit moyenne	50 N	50 N	60 N	20 N
Amplitude du bruit max	90 N	100 N	150 N	20 N

On voit que pour les échantillons où le bruit de mesure est présent (tous sauf 10M) l'amplitude du bruit moyenne est quasiment identique. Le bruit est donc indépendant de la vitesse de déformation. C'est donc lié à une condition extérieure de nos essais. Le rapport de calibration de la presse MTS (effectué en avril 2015) indique que la variation intrinsèque de la cellule de force est $\pm 10\text{N}$. L'amplitude du bruit de 20N sur l'échantillon 10M est donc expliquée par cela, mais cela n'explique pas le bruit de 50N sur les autres essais. Les causes envisagées pour l'explication cette amplitude de bruit sont un réglage du système hydraulique. Afin de nous séparer de ce bruit de mesure dans l'optique d'obtenir des courbes plus précises, nous avons lissé ces courbes à l'aide d'un lissage par splines sur Matlab. Dans la suite du projet, nous utiliserons principalement les courbes lissées pour les observations et les calculs. La Figure 3-7 montre la différence entre les courbes initiales et les courbes lissées.

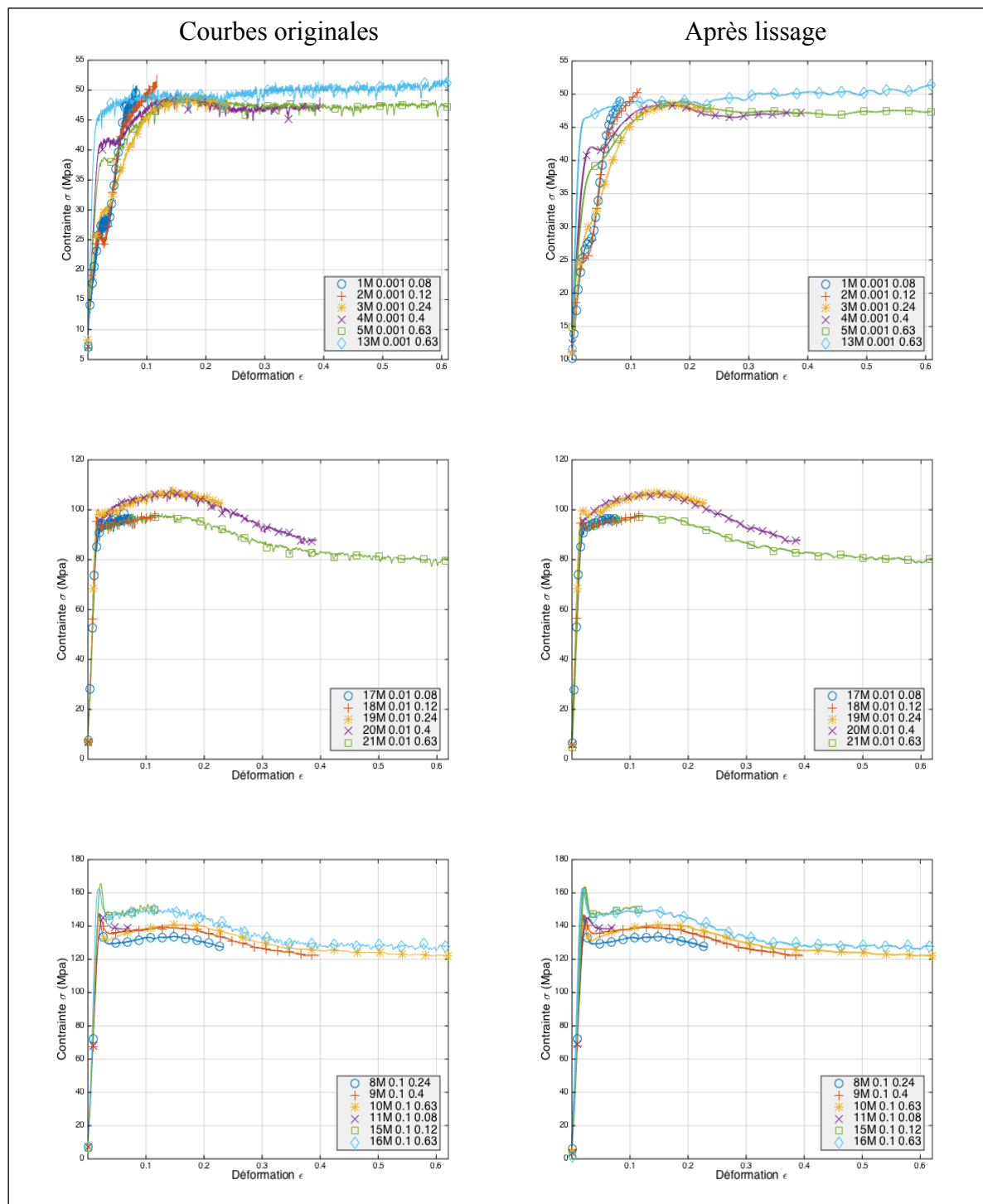


Figure 3-7: Lissage des courbes contrainte/déformation

3.2.2 Yield Drop

Comme présenté dans la partie 3.1.3, le Yield Drop est la chute de contrainte qui apparaît à des déformations très faibles ($\varepsilon < 0,05$). Cette chute est liée à un pic de force durant l'essai de compression à un temps très court après le début de l'essai ($t < 0,3$ s). L'objectif de cette partie est d'identifier les causes et les raisons possibles de l'apparition de ce pic ainsi que son impact sur les résultats. Afin de quantifier cette chute, nous avons calculé son amplitude en fonction de la vitesse de déformation. La Figure 3-8 met en évidence le pic de force et la mesure de l'amplitude du Yield Drop, tandis que la Figure 3-9 montre l'amplitude du Yield Drop en MPa et en Newton pour l'échantillon pris comme exemple. La courbe contrainte/déformation de l'échantillon choisi est présente en annexe.

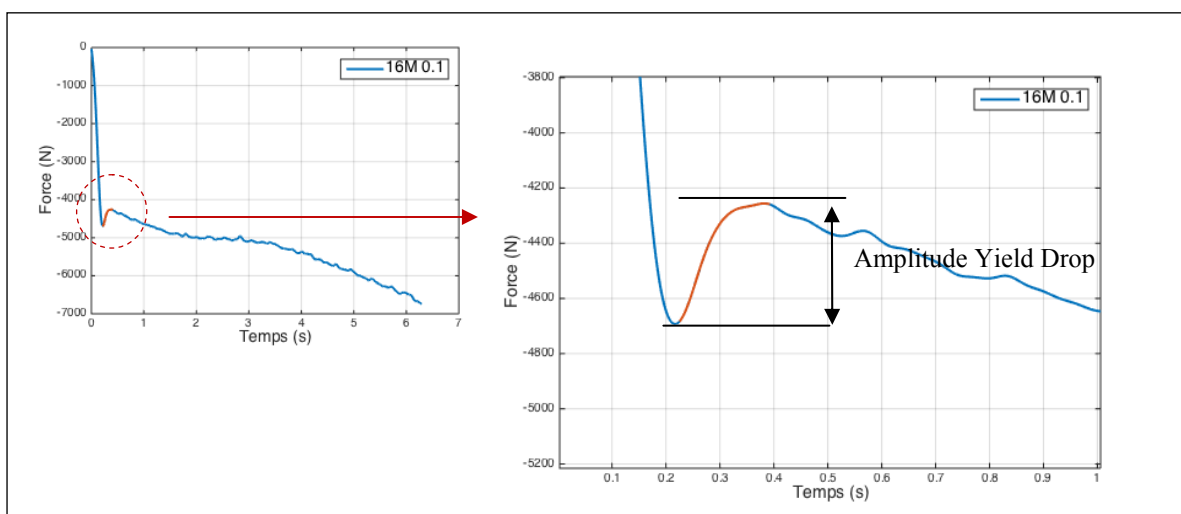


Figure 3-8: Définition du Yield Drop

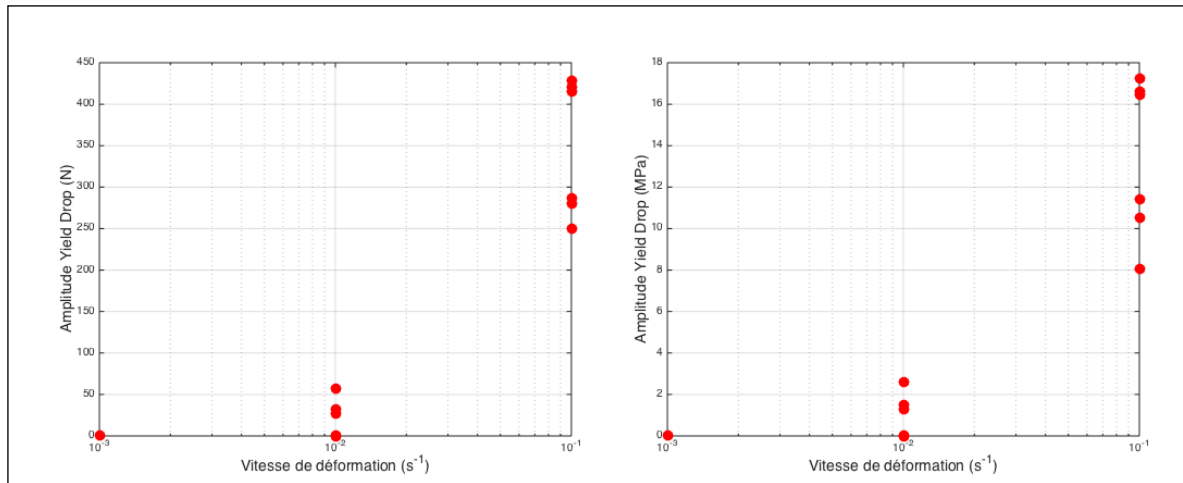


Figure 3-9: Amplitude du Yield Drop en N et en MPa

On voit que l'amplitude du Yield Drop dépend fortement de la vitesse de déformation. En effet, alors qu'elle est nulle pour une vitesse de $0,001 \text{ s}^{-1}$, l'amplitude maximum du Yield Drop est multipliée par 6 entre le passage d'une vitesse de déformation $0,01 \text{ s}^{-1}$ à $0,1 \text{ s}^{-1}$ (elle passe de 3 MPa à 18 MPa). Cependant pour une vitesse de déformation donnée, l'amplitude du Yield Drop peut varier du simple au double (pour une vitesse de $0,1 \text{ s}^{-1}$, minimum : 250N, maximum 450N). Il existe 2 grandes familles d'explication de ce phénomène : l'explication dite physique qui tend à penser que le Yield drop correspond à une réaction du matériau et une explication expérimentale qui lie le Yield Drop à des procédures expérimentales.

3.2.2.1 Yield Drop : phénomène physique :

On peut trouver dans la littérature des explications physiques du Yield Drop. En 2015, Zhao et al (Z.L. Zhao, 2015), publie un article expliquant que le Yield Drop serait lié à une première recristallisation dynamique (Figure 3-10). Cette première recristallisation dynamique serait suivie d'un processus de durcissement avant une seconde recristallisation dynamique. Ces 2 recristallisations dynamiques forment, une double recristallisation discontinue et ce phénomène apparaîtrait suivant une gamme de température et de vitesse de

déformation donnée. Cependant, il est important de noter que l'apparition de ce phénomène a des déformations très faibles, rend impossible la preuve par observations microstructurales.

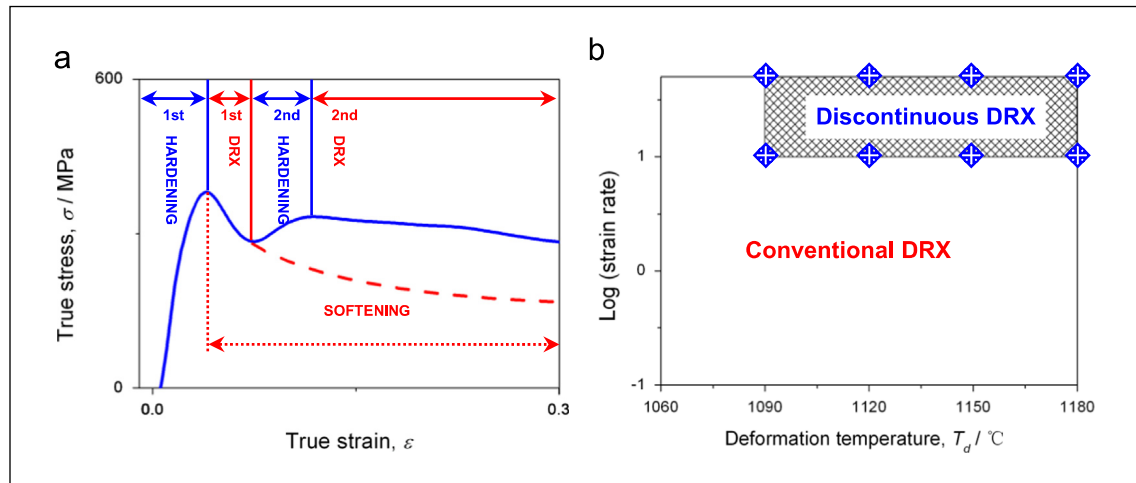


Figure 3-10: Explication physique du Yield Drop (Z.L. Zhao, 2015)

La deuxième explication physique du Yield Drop serait que les dislocations auraient besoin d'une énergie suffisante pour se mettre en mouvement. Lorsque cette énergie est atteinte, le mouvement des dislocations se fait plus aisément ce qui expliquerait la chute de contrainte. Ce mécanisme de verrouillage des dislocations est dû à un phénomène de durcissement particulier appelé « short range ordering » qui consiste en réarrangement local des dislocations lors de la phase d'écrouissage. Ce mécanisme est l'explication fournie par une étude (Guimaraes, 1981) et n'apparaîtrait que selon une plage de vitesses de déformation et de températures données. Cette plage d'apparition serait caractéristique du matériau en lui-même. Dans le cas de l'alliage AD730, la Figure 3-11 représente l'amplitude du Yield Drop en fonction de la vitesse de déformation et de la température. Bien qu'on retrouve une dépendance à la vitesse de déformation de l'amplitude du Yield Drop, l'identification d'une plage d'apparition du Yield Drop caractéristique de l'alliage est impossible. L'explication physique du Yield Drop n'est donc pas évidente, nous allons nous pencher sur l'explication expérimentale.

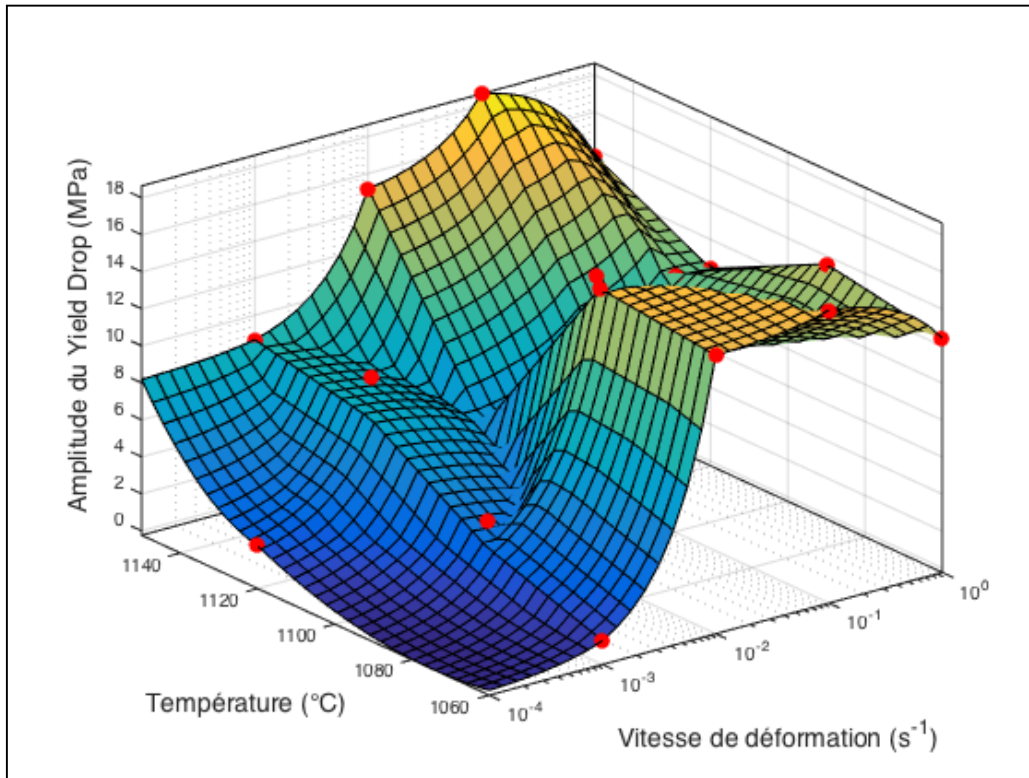


Figure 3-11: Carte de l'amplitude du Yield Drop

3.2.2.2 Yield Drop : phénomène expérimental :

Elle consiste à penser que ce phénomène n'apparaîtrait qu'à cause de paramètres expérimentaux (lubrification, comportement dynamique de la presse, interface mors/échantillon) et ne serait pas lié à un phénomène physique dans le matériau. La première cause expérimentale pouvant être responsable de ce Yield Drop est le comportement dynamique de la presse. En effet le Yield Drop apparaissant à des temps très courts et à des vitesses de déformation élevées, on pourrait envisager que le Yield drop soit lié à l'accélération de la presse pour atteindre la vitesse de déformation voulue.

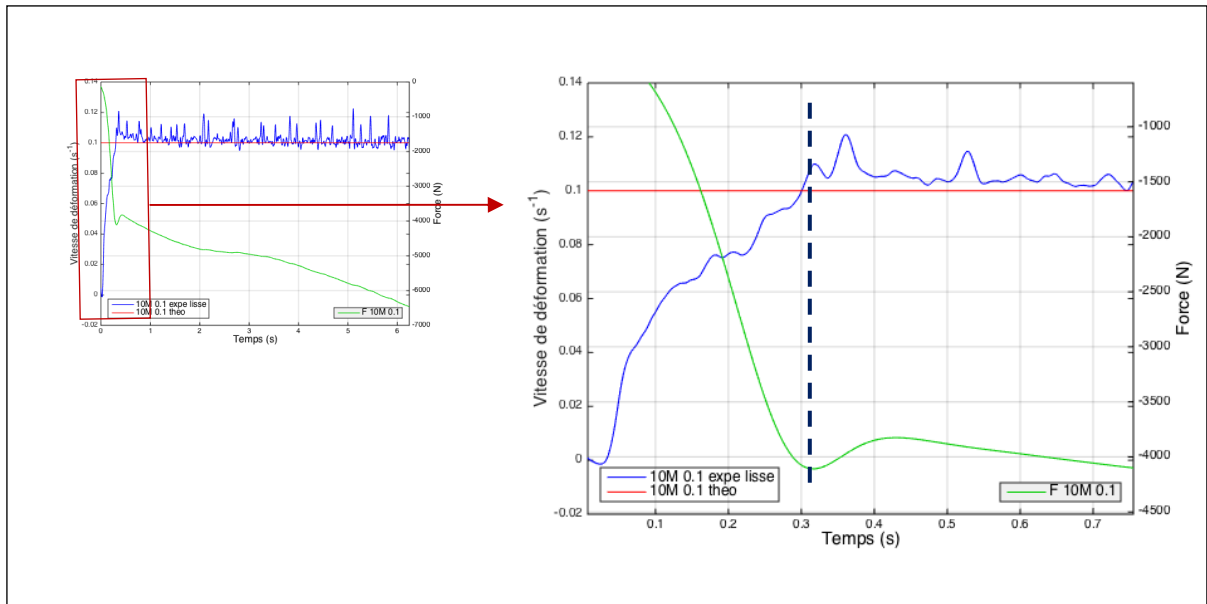


Figure 3-12: Yield Drop et vitesse de déformation

Sur la Figure 3-12, on voit la vitesse de déformation expérimentale (préalablement lissée) et théorique ainsi que la force en fonction du temps. On identifie que le Yield Drop apparaît au moment où la vitesse de déformation théorique atteint la consigne. Ce phénomène pourrait donc être lié au comportement dynamique de la presse. Afin de tenter de diminuer le temps de réponse de la machine, nous avons effectué une calibration dynamique du PID de la presse. La Figure 3-13 montre les différences de vitesse de déformation entre les essais avec ou sans calibration. On voit que le temps de réponse (temps que la vitesse de déformation atteigne la consigne, soit $0,1 \text{ s}^{-1}$ dans notre cas) passe de $0,3\text{s}$ à $0,005\text{s}$, grâce à la calibration préalable de la presse.

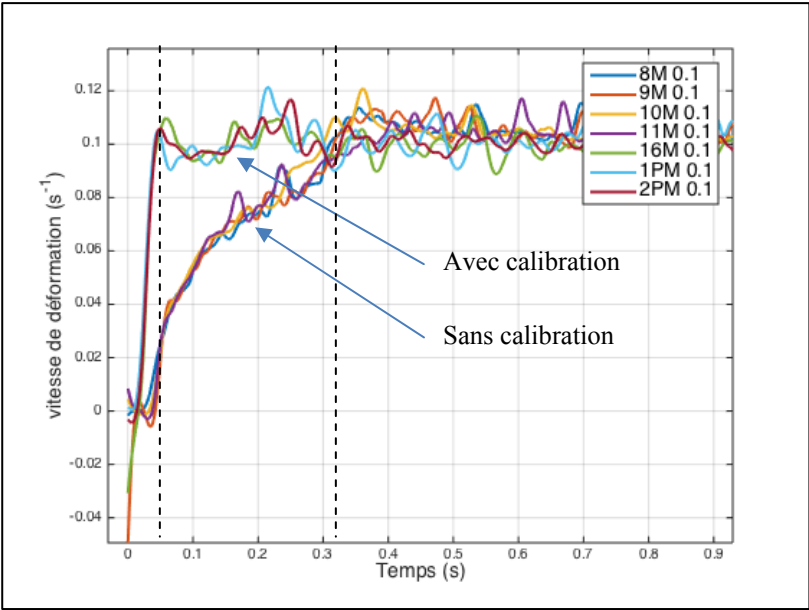


Figure 3-13: Calibration presse MTS

La Figure 3-14 montre la vitesse de descente théorique et expérimentale ainsi que la force pour un échantillon avec une calibration préalable.

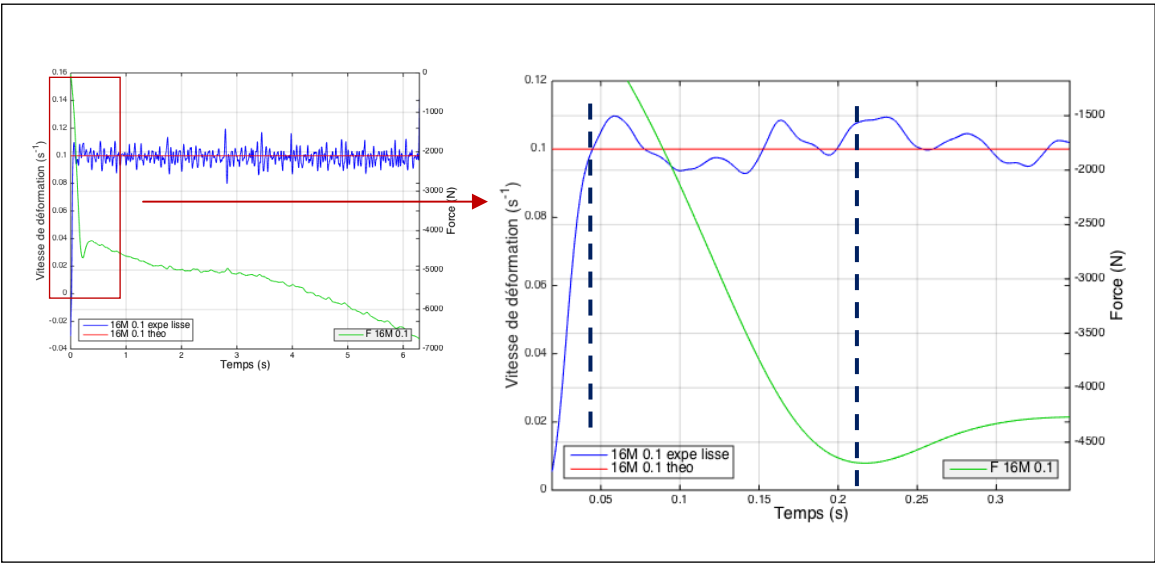


Figure 3-14: Yield Drop et force (avec calibration)

On peut constater que le Yield Drop est toujours présent bien que la vitesse de déformation est déjà atteinte la consigne. Le Yield Drop n'est donc pas lié au comportement dynamique de la presse. La deuxième explication expérimentale du Yield Drop serait l'interface entre le mors et l'échantillon. Deux paramètres régissent cette interface : la lubrification et l'état de surface de l'échantillon. La Figure 3-15 compare l'amplitude du Yield Drop en fonction de la lubrification. Les données pour la lubrification 'poudre de graphite + feuille de graphite + feuille de mica' ont été extraites d'après les résultats de Pauline Lacomme (Lacomme, 2014).

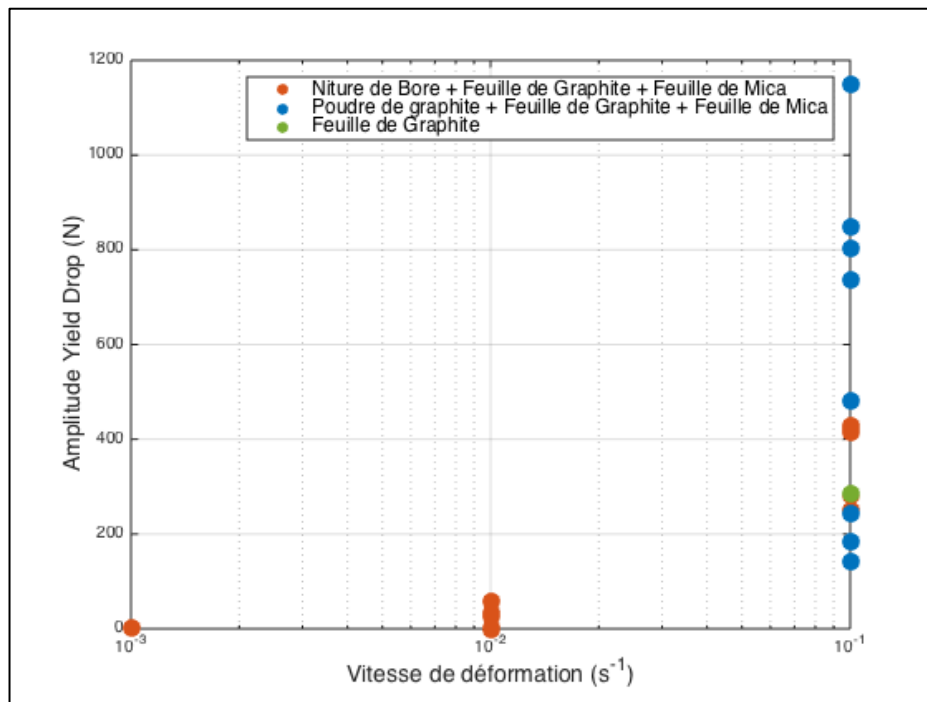


Figure 3-15: Yield Drop et Lubrifiant

On voit que l'amplitude du Yield Drop n'est pas liée à la lubrification même si la dispersion de cette amplitude est plus grande pour la lubrification 'Poudre de graphite + Feuille de graphite + feuille de mica'. La dernière hypothèse expérimentale viendrait donc de l'état de surface de l'échantillon et du mors qui entraînera une sorte de rupture lorsque la force est maximum. Cette analyse de l'état de surface n'a pas été effectuée au cours de ce projet.

Les causes du Yield Drop n'ont donc pu être clairement identifiées. Les explications physiques ne correspondent pas aux résultats obtenus et les causes expérimentales envisagées

n'ont pas réussi à expliquer ce phénomène. La réalisation d'essais de compression sur une presse différente de la presse MTS pourrait permettre de lever le voile sur ce phénomène.

3.2.3 Plateau

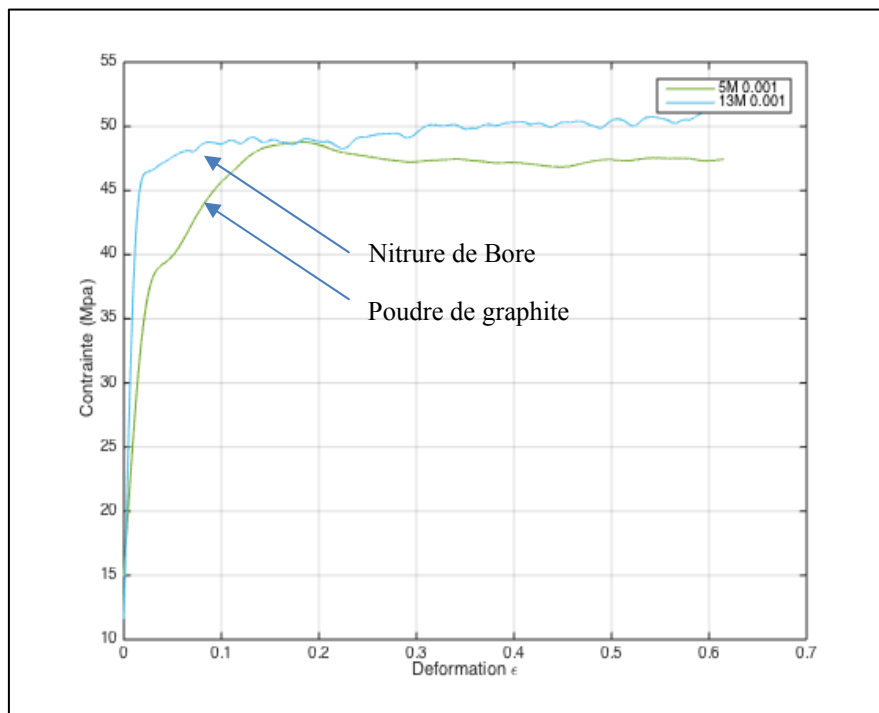


Figure 3-16: Plateau et lubrification

Comme vu au cours de la partie 3.1.1, ce que nous appelons le plateau correspond à une inflexion de la courbe contrainte déformation lors du durcissement. Nous allons tenter de trouver les causes d'apparition de ce phénomène. Comme présenté sur la Figure 3-16, un plateau est identifiable sur la courbe 5M et pas sur la courbe de l'échantillon 13M. La différence entre ces 2 échantillons vient de la lubrification utilisée : sur l'échantillon 5M une lubrification de type, poudre de graphite, feuille de mica et feuille de graphite a été appliquée alors que pour l'échantillon 13M la lubrification fut, nitrure de bore, feuille de mica et feuille de graphite. L'apparition du plateau serait donc liée à l'utilisation de la poudre de graphite comme lubrification. Cette observation fut confirmée sur l'ensemble des résultats obtenus au

cours de ce travail de recherche. La qualité de la lubrification étant la même pour les deux lubrifications et du fait que la courbe obtenue avec le nitrure de bore soit plus en accord avec les résultats présents dans la littérature (voir partie 1.4), ce dernier fut utilisé comme lubrifiant pour le reste des essais.

3.2.4 Écart

Cette partie a pour but de quantifier et d'analyser l'écart obtenu entre les tests. Pour cela nous allons séparer les tests en plusieurs catégories :

- Les essais réalisés lors de l'étude précédente, sur les échantillons de la première série (échantillons 'P', exemple : 5P) ;
- Les essais réalisés lors de cette étude, sur les échantillons de la deuxième série (échantillons 'M', exemple : 16M) ;
- Les essais réalisés lors de cette étude, sur les échantillons de la première série (échantillons 'PM', exemple 1PM).

Nous analyserons l'écart entre les échantillons d'une même catégorie (écart intra-catégories) et l'écart entre des échantillons de plusieurs catégories différentes (écart extra-catégories).

3.2.4.1 Écart intra-catégories :

Afin de comparer l'écart entre 2 échantillons nous avons comparé les échantillons ayant les mêmes conditions d'essai : même vitesse de déformation, même lubrification, etc. Nous utiliserons les échantillons 10M et 16M, car ce sont les seuls échantillons qui respectent toutes ces conditions. La Figure 3-17 montre les courbes contrainte/déformation de ces 2 échantillons. On identifie un écart entre les 2 courbes spécialement dans la zone des déformations faibles ($\epsilon < 0,2$). L'écart maximum est inférieur à 10 MPa, ce qui représente un écart inférieur à 6%. Cet écart est imputable aux manipulations expérimentales : la planéité pas complètement parfaite des 2 mors de compression peut induire une légère désorientation entre l'axe du cylindre et l'axe de compression. De plus, bien que le procédé de forgeage tente d'homogénéiser la microstructure à l'intérieur du lingot, l'état initial de chaque échantillon n'est jamais exactement identique à un autre échantillon. Cependant on peut

constater que l'allure de la courbe est quasiment identique pour les 2 échantillons : le Yield-Drop et le pic de contrainte apparaissent à la même déformation quel que soit l'échantillon et, de plus, la contrainte finale est quasiment identique. Il est important de noter que ces observations sont valables pour les échantillons testés avec d'autres déformations et vitesse de déformations.

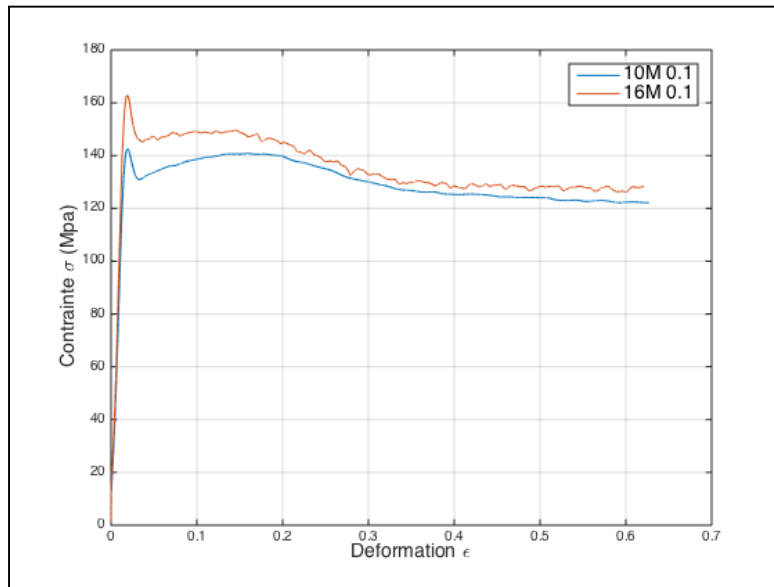


Figure 3-17: Écart intra catégorie (10M et 16M)

3.2.4.2 Écart extra-catégories :

Cette partie vise à détailler et expliquer les raisons des écarts entre les courbes contraintes/déformation entre des échantillons de catégorie différente (catégories 'M', 'PM' et 'P'). La Figure 3-18 montre les différentes courbes avec une couleur différente pour chaque catégorie.

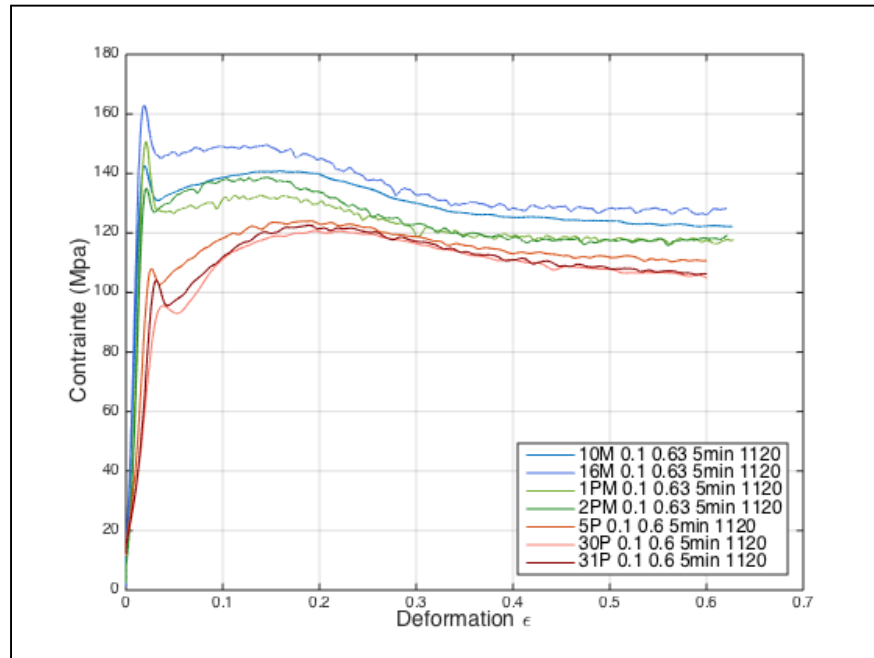


Figure 3-18: Écart extra-catégories

La lubrification utilisée lors de ces essais peut-être différente d'un échantillon à l'autre (voir Tableau-A I-2, Tableau-A I-1, Tableau-A I-3), mais les vitesses de déformation, température et temps de maintien sont identiques. On identifie sur la figure que les essais sont assez regroupés par catégorie. L'allure de la courbe entre les catégories 'M' et 'PM' est semblable contrairement à la série 'P'. Ceci s'explique par l'utilisation de poudre de graphite lors de la série 'P' (Lacomme, 2014) et est lié au phénomène du plateau expliqué dans la partie 3.2.3. L'écart entre la série 'P' et les autres séries peut s'expliquer par une calibration de la cellule de force entre la série 'P' et les séries 'PM' et 'M'. L'écart maximum, entre la série 'PM' et la série 'M', vaut environ 20 MPa (13% d'erreur) et s'explique par les phénomènes expliqués dans la partie précédente (état initial différent et décalage angulaire entre l'axe de l'échantillon et l'axe de compression) ainsi que par la différence de géométrie entre les échantillons des 2 séries (partie 2.2.1).

L'écart entre les différents résultats et les différentes études est donc maîtrisé et raisonnable (< 13%). Les résultats obtenus sont donc valides et cohérents et nous allons maintenant procéder à l'étude plus fine de plusieurs mécanismes.

CHAPITRE 4

DISCUSSION

4.1 Double différentiation

La double différentiation est une méthode mathématique pour trouver la déformation critique de la recristallisation (ϵ_c) c'est-à-dire le point où la recristallisation commence. Dans le cadre d'un superalliage de nickel et de la recristallisation dynamique discontinue, la déformation critique apparaît en amont du pic de contrainte (Humphreys, 2004). Nous allons donc étudier spécifiquement, la partie de la courbe contrainte/déformation comprise entre le Yield Drop et le pic de contrainte (Figure 4-1 (a)). D'un point de vue énergétique, le début de la recristallisation correspond à l'instant où la quantité d'énergie stockée dans le matériau est maximum ainsi qu'au moment où les processus de relaxation liés à la déformation sont au niveau minimum (I. Poliak, 1995). Dans le cadre d'une compression, à vitesse de déformation constante et isotherme la recristallisation dynamique s'initie lorsque :

$$\boxed{\frac{\delta}{\delta\sigma} \left(-\frac{\delta\theta_c}{\delta\sigma} \right) = 0 \text{ avec } \theta = \frac{\delta\sigma}{\delta\epsilon}} \quad (\text{I. Poliak, 1995}) \quad (4.1)$$

Le processus d'obtention de cette condition est détaillé par I. Poliak dans son article (I. Poliak, 1995). L'hypothèse d'une compression isotherme revient à considérer que le temps d'homogénéisation de la température est négligeable par rapport au temps de déformation et la variable θ est appelée taux de durcissement.

La recherche de ces points critiques θ_c implique donc de réaliser une triple dérivation de la courbe contrainte déformation : la première dérivation sera effectuée selon la déformation et les deux suivantes seront effectuées selon la contrainte. Ces multiples dérivations rendent primordiale la question du lissage, car les dérivations sont très sensibles au bruit. La Figure 4-1 met en évidence ces dérivations successives et l'importance du lissage sur l'allure de la courbe finale. Le paramètre p caractérise la précision du lissage. Plus sa valeur est faible et le plus le lissage sera précis. Inversement plus la valeur de p est grande et plus le lissage sera grossier.

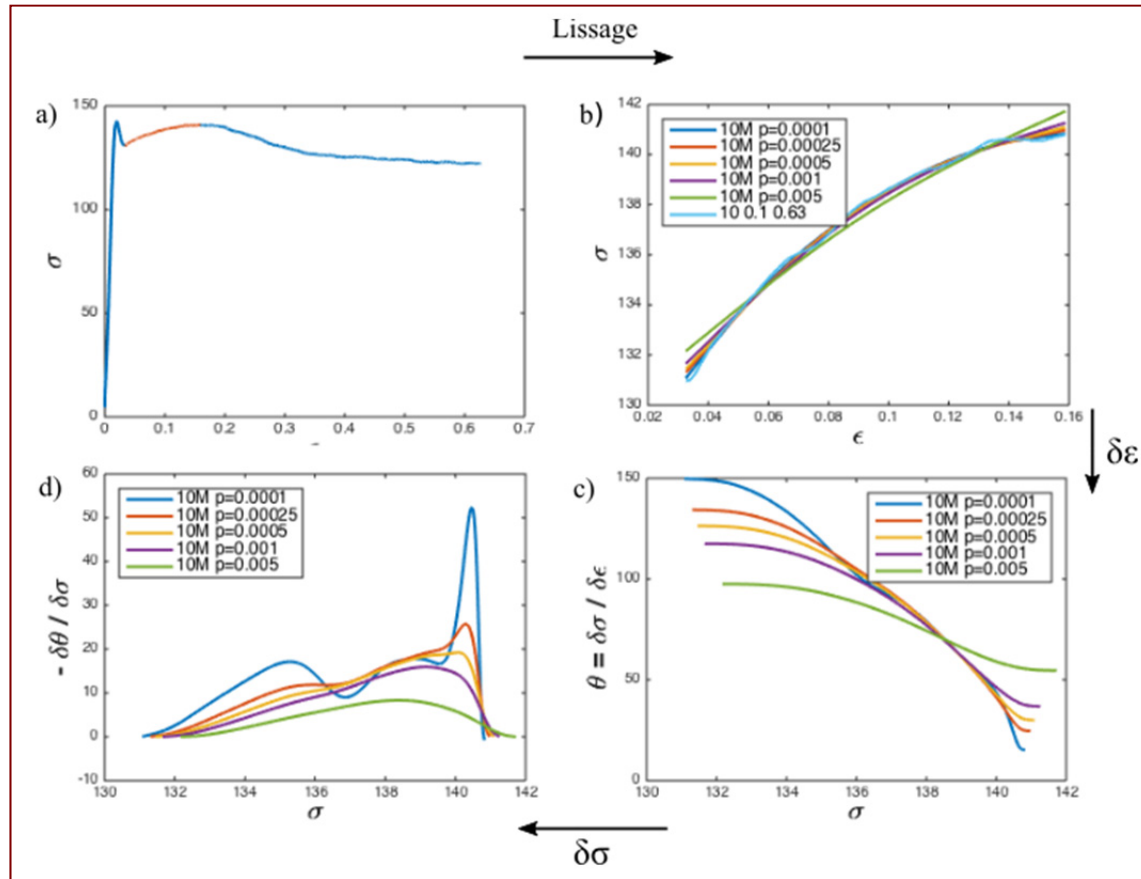


Figure 4-1: Influence du lissage lors de la double différentiation

- (a) : Partie analysée de la courbe contrainte déformation ;
- (b) : Courbe contrainte/déformation avec différents lissages ;
- (c) : Courbe $\theta(\sigma)$;
- (d) : $-\frac{\delta \theta}{\delta \sigma}(\sigma)$.

On identifie aisément que la courbe finale (d) a une allure très différente suivant la précision du lissage effectué entre les étapes (a) et (b). C'est sur cette courbe finale que nous allons chercher les minimums afin de trouver les contraintes et déformations critiques des phénomènes énergétiques impliqués lors de la déformation à chaud. Afin d'obtenir une méthode répétable sur tous les essais, nous avons lissé la courbe contrainte/déformation par

un polynôme de degré variable (allant de 5 jusqu'à 9). La Figure 4-2 met en évidence cette modélisation sur l'échantillon 16M.

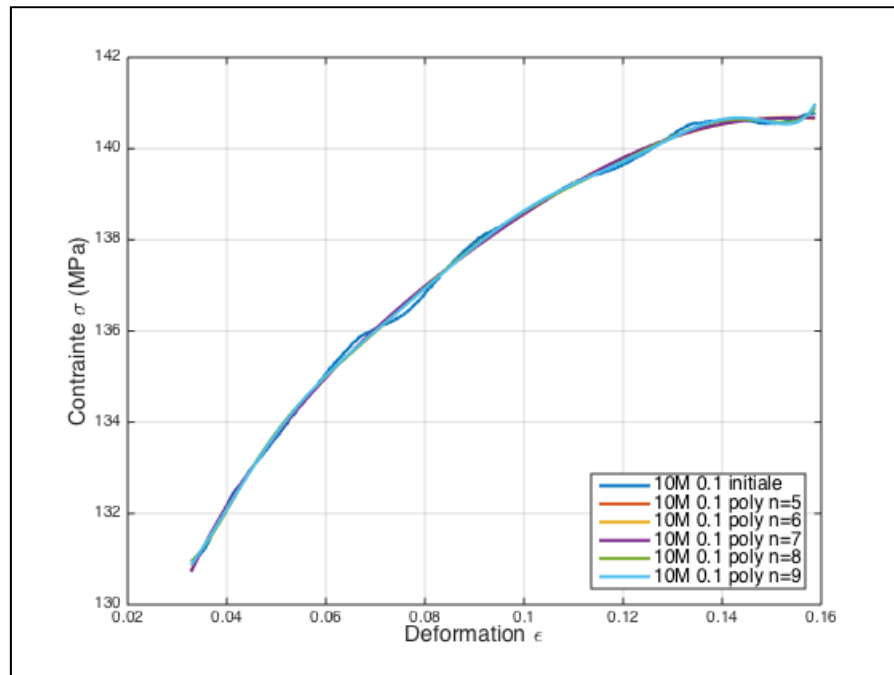
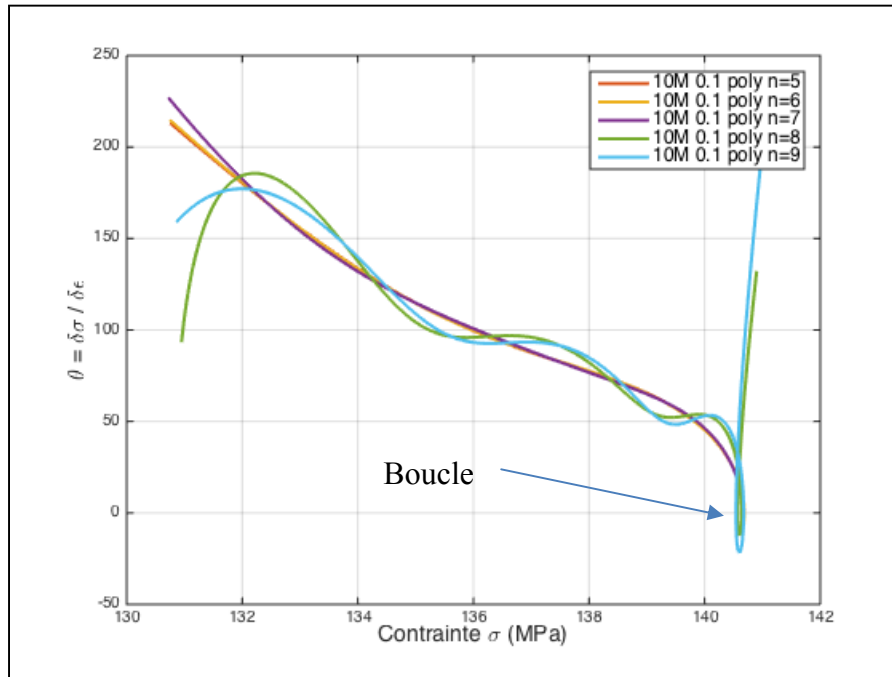
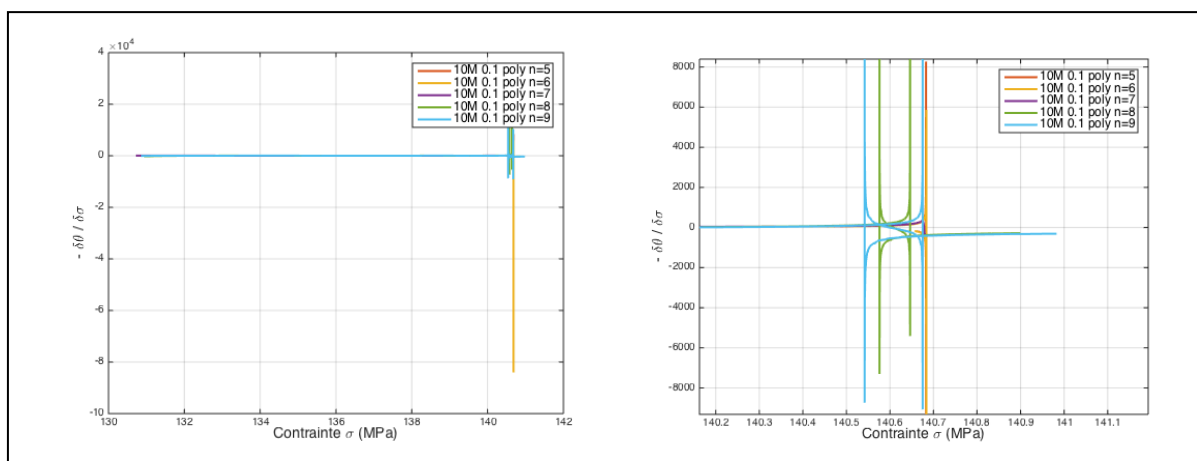


Figure 4-2: Modélisation polynomiale de différents degré

La Figure 4-3 montre le taux de durcissement en fonction de la contrainte.

Figure 4-3: courbe $\theta(\sigma)$

Il est important de noter que la présence de boucle sur cette courbe rend difficile la visualisation de la dérivée suivante.

Figure 4-4: Courbe $-\frac{\delta\theta}{\delta\sigma}(\sigma)$: global (a) : zoom (b)

La Figure 4-4 montre cette dernière dérivation et, après suppression des doublons (dû aux boucles de la Figure 4-3), la recherche des minimums permet d'obtenir la contrainte critique. On reporte ensuite cette contrainte critique sur la courbe contrainte déformation initiale, afin de trouver la déformation critique associée. La Figure 4-5 montre les déformations critiques en fonction du degré du polynôme de la modélisation. Les données de cette figure correspondent à la moyenne et à l'écart type, des résultats de 6 échantillons (10M, 16M, 1PM, 2PM, 27M, 28M) ayant subi la même déformation, à la même vitesse de déformation et à la même température lors de leur essai.

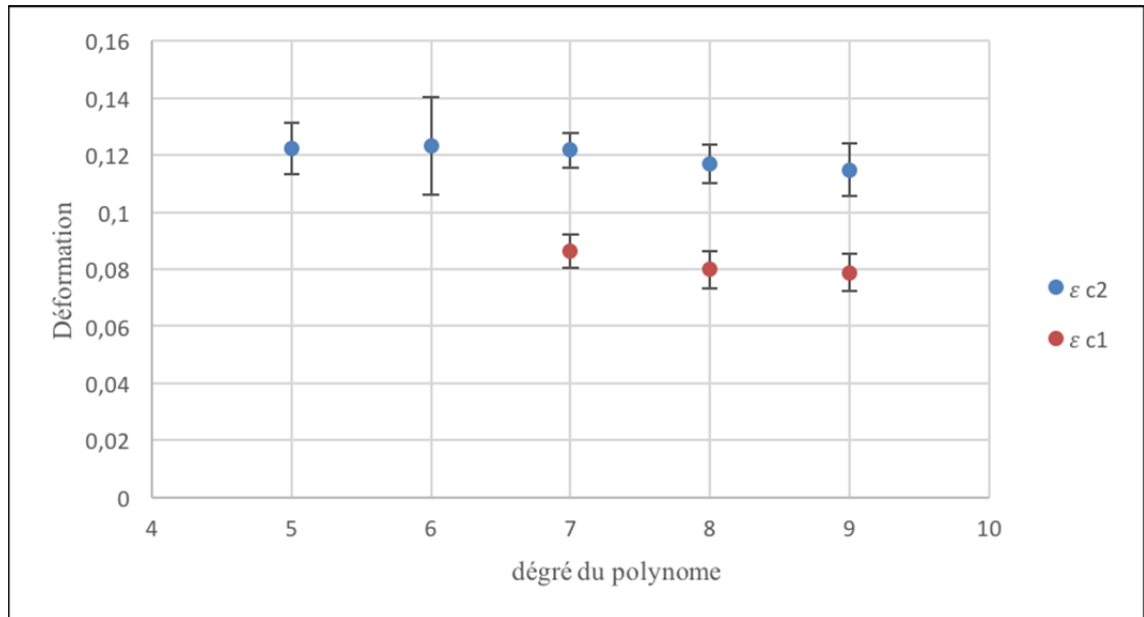


Figure 4-5: Déformations critiques

On identifie sur ce graphique la présence d'une déformation critique à $\epsilon \approx 0,12$. Pour les modélisations avec un polynôme degré 7 ou plus, on voit apparaître une deuxième déformation critique à $\epsilon \approx 0,08$. Dans son article (J. Jonas, 2012), J.J. Jonas associe ces déformations critiques aux déformations critiques d'initiation de la restauration dynamique (ϵ_{c1}) et de la recristallisation dynamique (ϵ_{c2}). Ces deux déformations font partie des déformations choisies dans notre plan d'expérience et nous allons tenter de corrélérer ces résultats mathématiques aux analyses de microstructures.

4.2 Microstructure

En effet comme expliqué lors de la description du plan d'expérience (partie 2.1) des échantillons ont été trempés à différentes déformations afin de visualiser la progression de la recristallisation. Le protocole de métallographie est détaillé dans la partie 2.2.4. Cependant il est important de noter que la déformation véritable appliquée à l'échantillon lors de l'essai ne correspond pas à l'état de déformation locale dans l'échantillon. En effet des simulations numériques de compression à chaud ont été réalisées sur le logiciel Forge[®]. Les Figure 4-6 et Figure 4-7 montrent la carte de déformations locales et la carte des vitesses de déformation locales pour un alliage d'Inconel 910 soumis à un essai de compression à chaud à vitesse de déformation $0,1 \text{ s}^{-1}$, déformation 0,63 et température 1120°C .

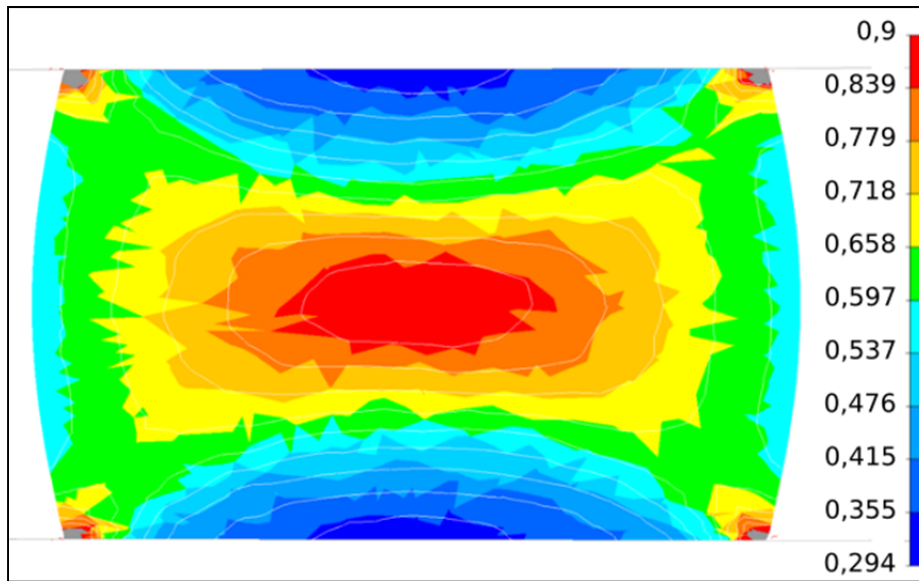


Figure 4-6: Carte des déformations locales

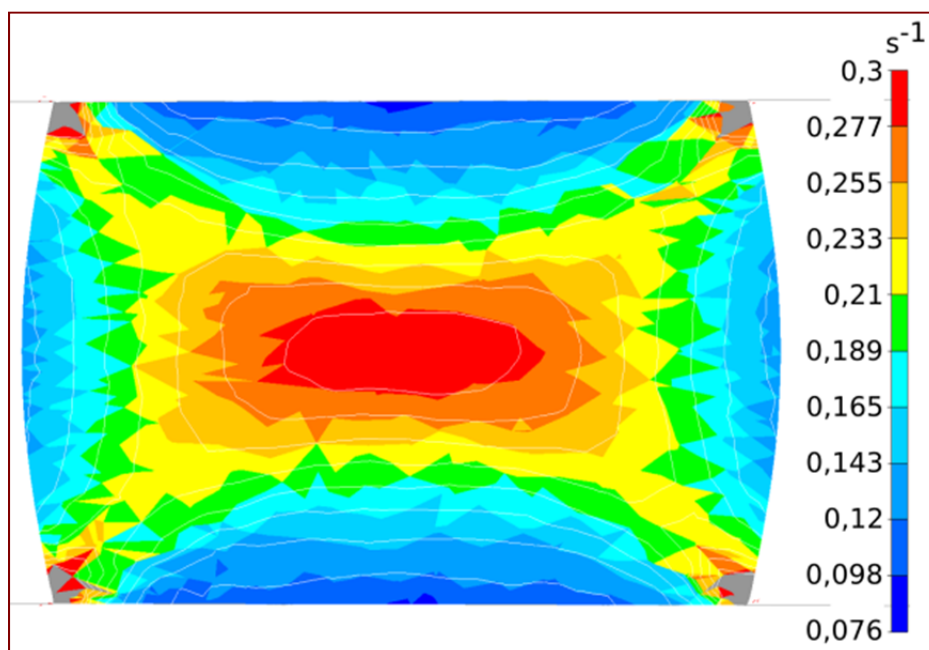


Figure 4-7: Carte des $\dot{\epsilon}$ (s^{-1}) locales

Ces simulations permettent d'identifier les zones qui sont déformées avec des conditions proches des déformations nominales. Ces zones, représentées schématiquement dans la Figure 4-8, seront les zones où la microstructure sera étudiée en priorité.

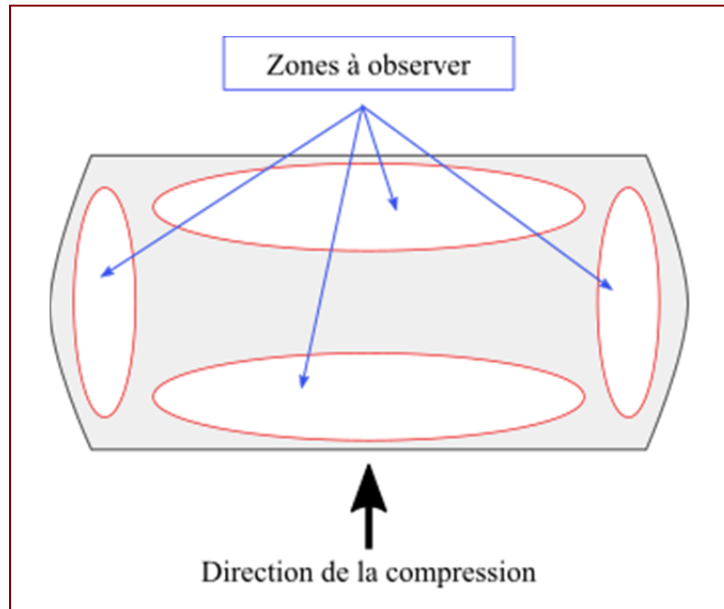


Figure 4-8: Zones d'observation des microstructures

La Figure 4-9 et la Figure 4-10 montrent la microstructure de la même zone d'un échantillon avec 2 grossissements différents. Ces images ont été prises avec le microscope LEXT OLS4100 qui est un microscope Confocal Laser. On identifie rapidement la présence de carbures comme avait montré des études effectuées par d'autres chercheurs (Lacomme, 2014), (Masoumi, 2014). Cependant les joints de grains sont difficilement identifiables sur ces images. On peut les deviner ils ne sont pas suffisamment nets pour pouvoir mener une étude correcte sur la taille de grains.

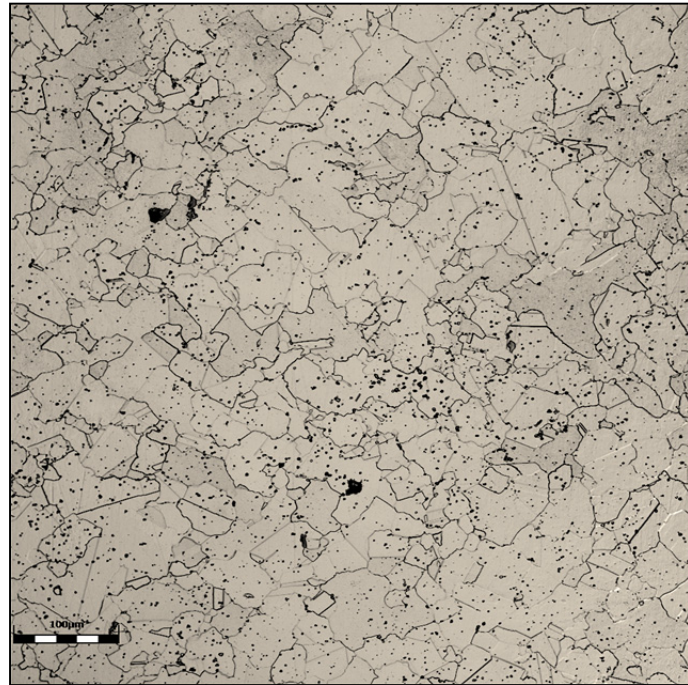


Figure 4-9: AD730 x200 (microscopie optique)

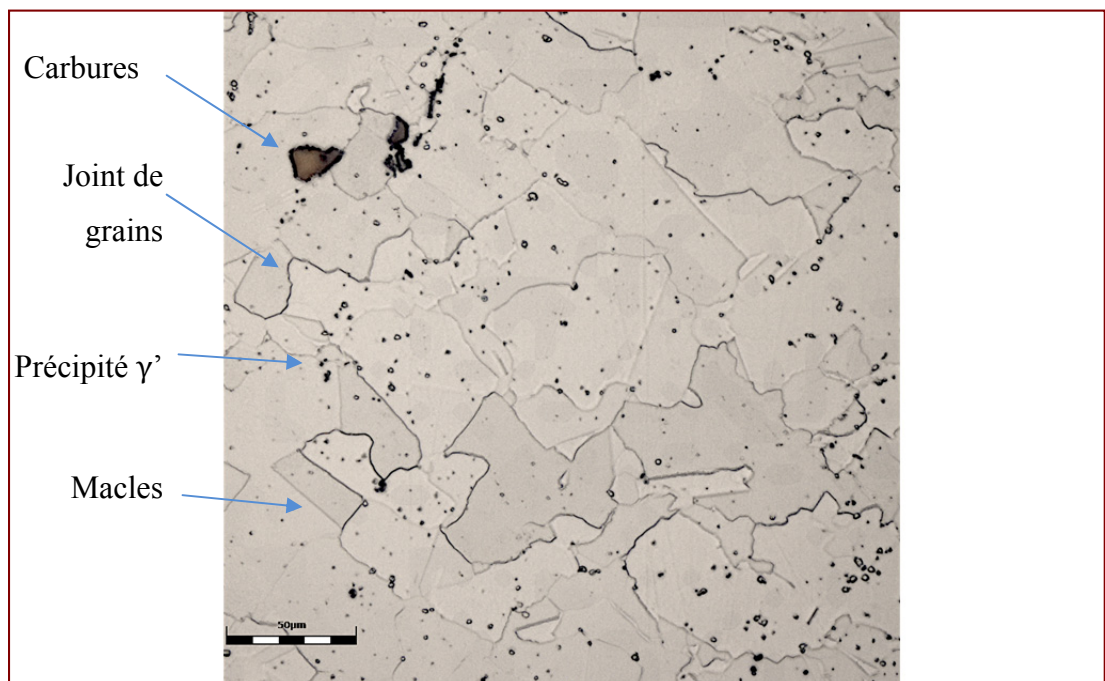


Figure 4-10: AD730 x500 (microscopie optique)

Des images ont été prises avec un microscope électronique à balayage (MEB SU8200) afin de tenter de mieux visualiser ces joints de grains (Figure 4-11, Figure 4-12).

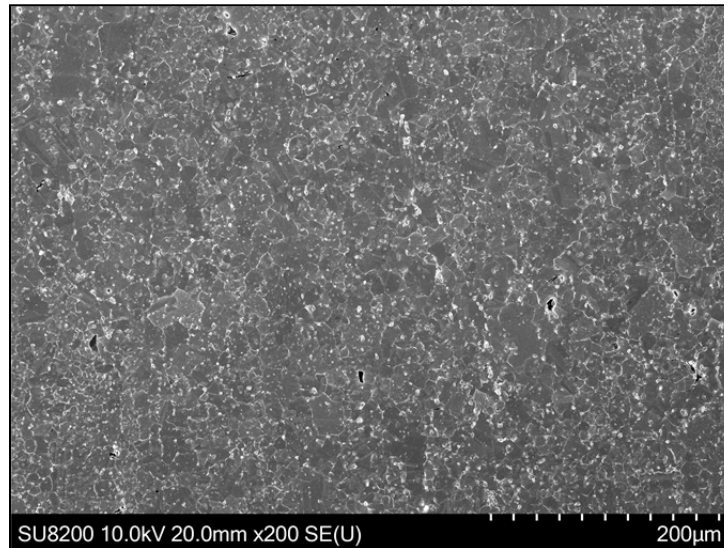


Figure 4-11: AD730 x200 MEB

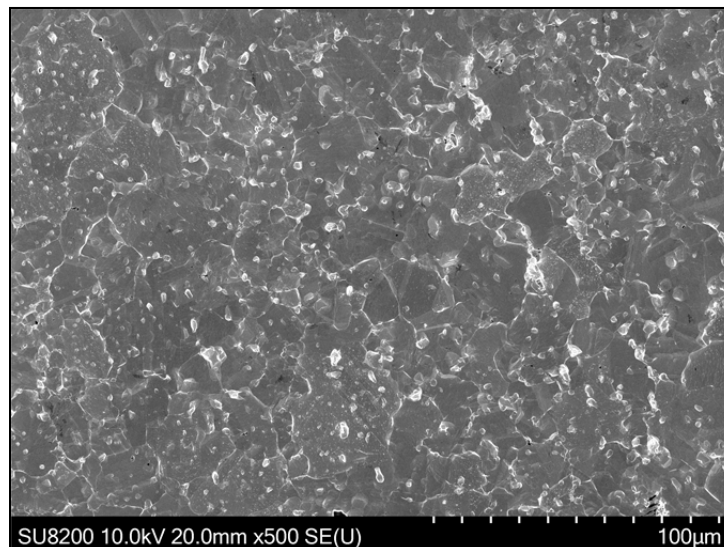


Figure 4-12: AD730 x500 MEB

On retrouve là encore des joints de grains difficilement identifiables. Des changements de protocole expérimentaux (nettoyage au coton-tige, attaque électrochimique, utilisation d'une bande de cuivre, augmentation du temps d'attaque, etc) ont été mis en place afin de tenter d'améliorer le visionnage des joints de grains pour cette étude. Finalement des grains ont pu être visionnés grâce à un polissage très fin et une observation sous électrons rétrodiffusés via le microscope électronique à balayage SU8230. La Figure 4-13 est un exemple des images obtenues via ce protocole.

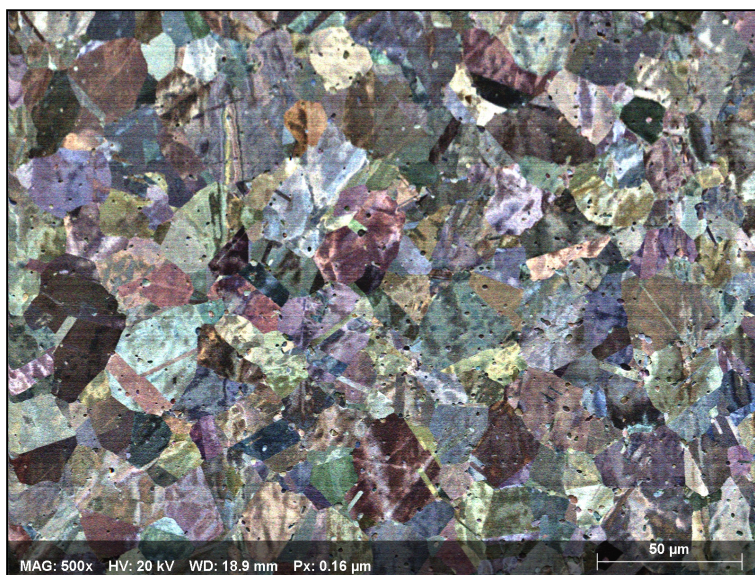


Figure 4-13: Image Argus de la microstructure

Afin d'analyser la taille des grains, les joints de grains furent ensuite tracés manuellement. Les différentes étapes du traitement de l'image sont montrées sur la Figure 4-14. La première étape (passage de (a) à (b)) fut effectuée via le logiciel Inkscape tandis que les étapes suivantes furent effectuées à l'aide du logiciel ImageJ. L'image finale (d) fut ensuite analysée à l'aide du logiciel MatLab afin de déterminer la taille des grains. Le code développé par Letho et al. est basé sur la méthode des interceptions de lignes (Lehto, 2014). Cette méthode consiste à tracer des lignes suivant une direction donnée et un pas fixé, puis de noter l'intersection de ces lignes avec les joints de grains. La ligne initiale est ensuite sectionnée à chaque fois qu'elle rencontre un joint de grains créant ainsi une multitude de lignes

secondaires. La taille des grains finale est la moyenne de la longueur de ces lignes secondaires obtenues suivant les 4 directions : horizontale, verticale, 45° et -45° . La Figure 4-15 montre l'application de ce code et de cette méthode dans le cadre de notre observation.

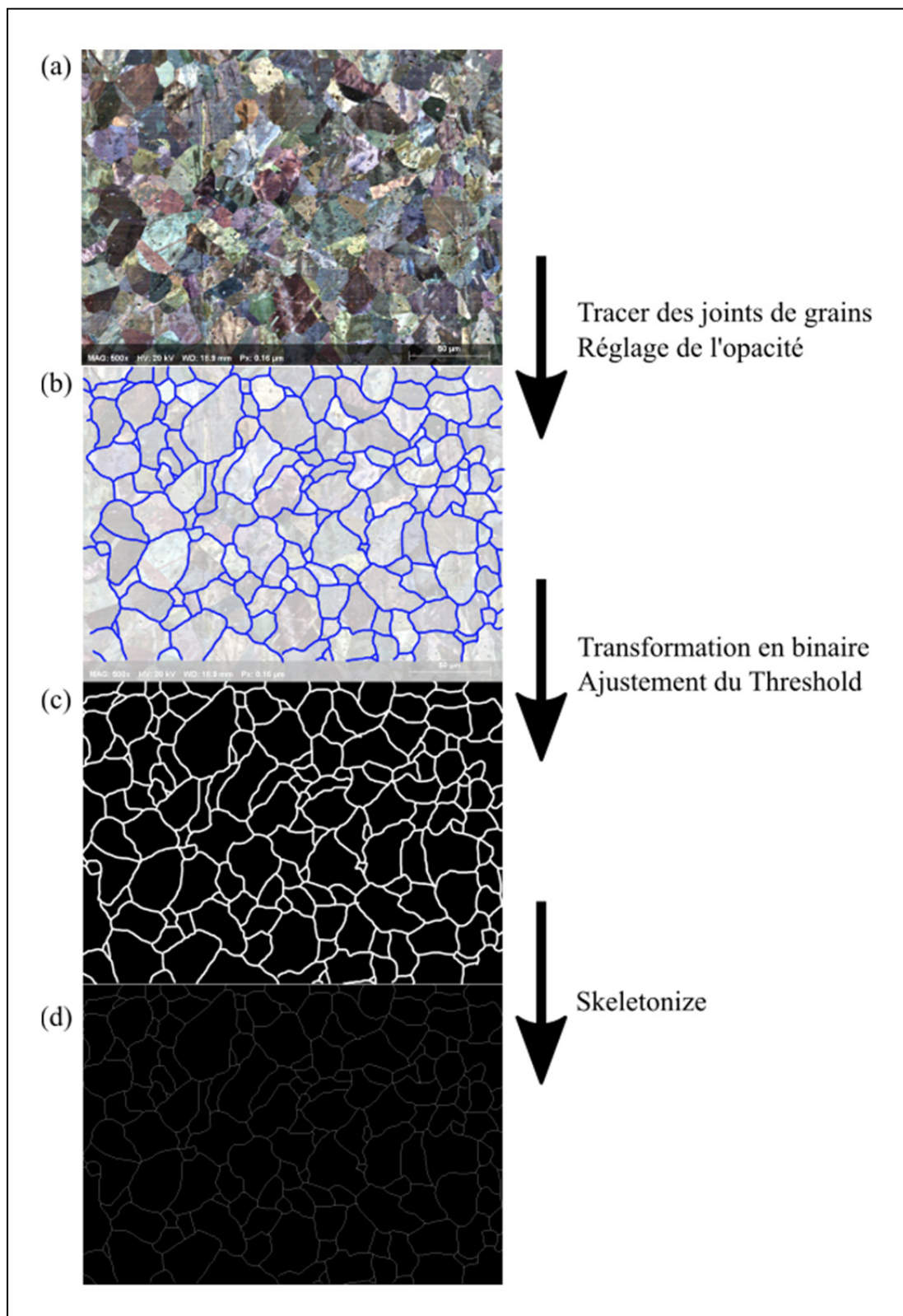


Figure 4-14: Traitement de l'image

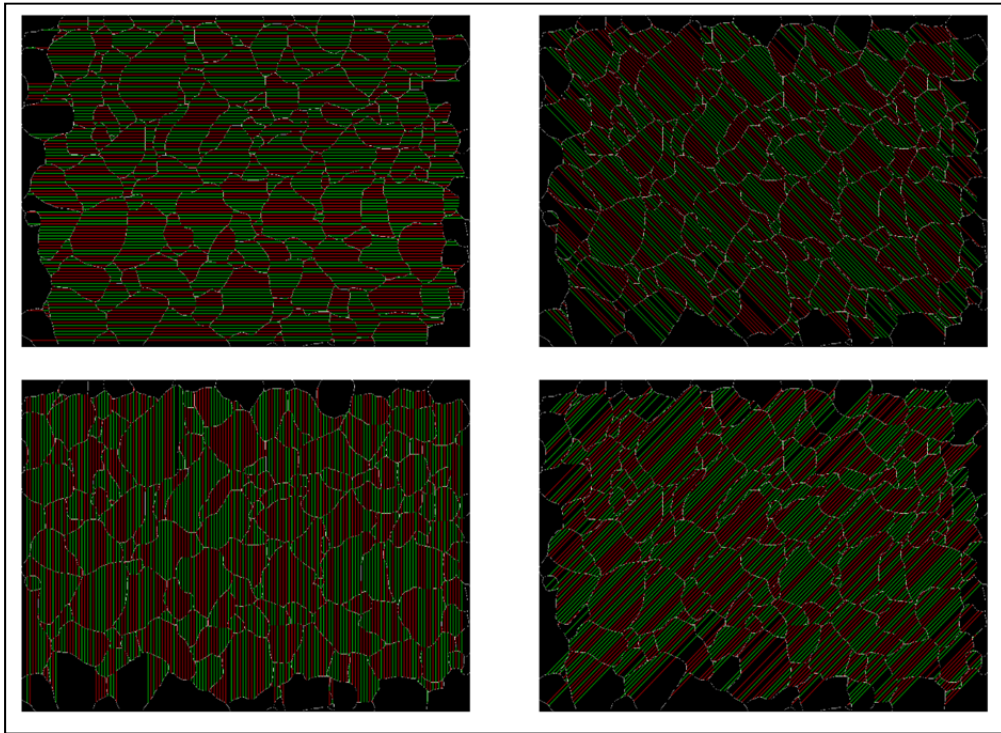


Figure 4-15: Méthodes des interceptions de lignes

Ce protocole a été appliqué à 5 échantillons (12M, 11M, 15M, 8M et 16M) qui permet la couverture de toute la courbe contrainte/déformation. Chacune des images Argus initiales de ces échantillons sont présentes en annexe. Rappelons que la zone d'observation est identique pour tous les échantillons et correspond à la zone qui aurait subi les déformations nominales à la déformation nominale. La Figure 4-16 montre l'évolution de la taille des grains en fonction de la déformation. Cette taille de grains moyenne a été effectuée à partir de la taille de 250 grains en moyenne pour chaque déformation. Tout d'abord on voit que la taille des grains évolue très peu entre l'état initial ($\varepsilon = 0$) et la déformation ($\varepsilon = 0,08$). C'est la phase d'écrouissage/restauration qui n'a pas d'influence sur la taille des grains. Ensuite on observe une diminution de la taille des grains entre les déformations 0,08 et 0,12 (passage de la taille de grains moyenne de $6\ \mu\text{m}$ à $4,8\ \mu\text{m}$). Cet affinement de la taille des grains est lié à l'apparition de nouveaux grains liés à l'enclenchement de la recristallisation dynamique. L'augmentation de la taille des grains (passage de $4,8\ \mu\text{m}$ à $15,2\ \mu\text{m}$) qui suit entre les déformations 0,12 et 0,24 correspond à la croissance des grains recristallisés en lieu et place

des grains initiaux. La diminution de la taille de grain entre les déformations 0,24 et 0,63 (passage de 15,2 μm à 10 μm) est la preuve de l'enclenchement d'un nouveau cycle de recristallisation et de la germination de nouveaux petits grains.

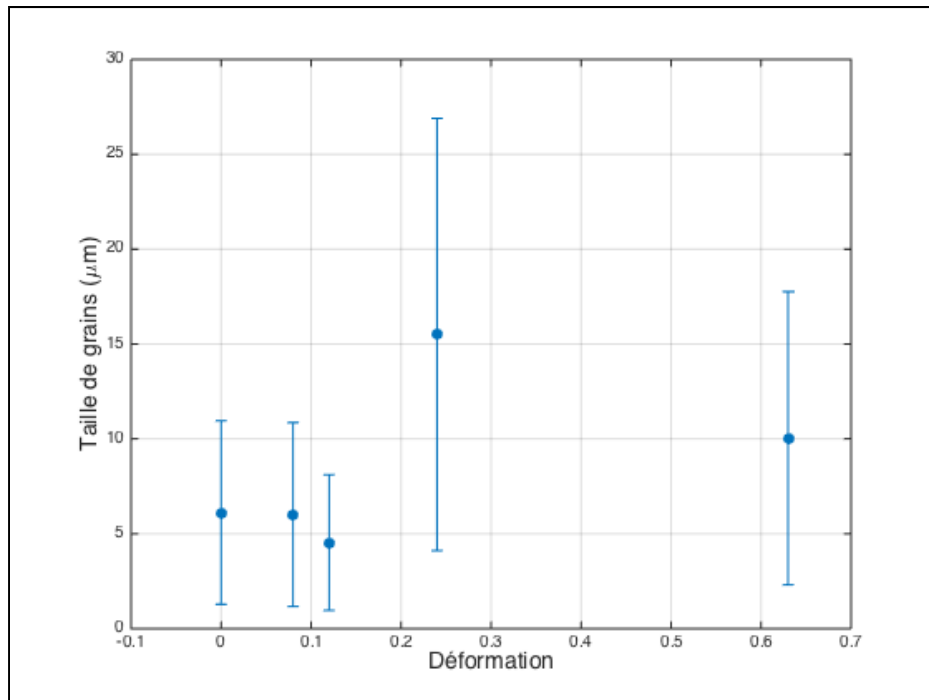


Figure 4-16: Évolution de la taille de grain en fonction de la déformation

Ces observations sont confirmées par l'analyse de l'histogramme représentant le pourcentage de grain en fonction de leur taille (Figure 4-17). La fréquence correspond au nombre de grains observé dans la microstructure, rapportée à une base de 100 et selon une taille donnée. Le nombre de grains observé pour chaque déformation est d'environ 300. On voit que le pourcentage de grains ayant une taille comprise entre 0 et 10 μm , a augmenté entre la déformation 0,08 et la déformation 0,12. Cette observation confirme les résultats de la partie précédente (partie 4.1) qui suggéraient qu'il y avait une initiation d'un phénomène énergétique à la déformation 0,08. Au vu de ces dernières observations, ce phénomène pourrait être la recristallisation dynamique discontinue.

Nous allons maintenant passer à la résolution des lois de comportement et des équations constitutives.

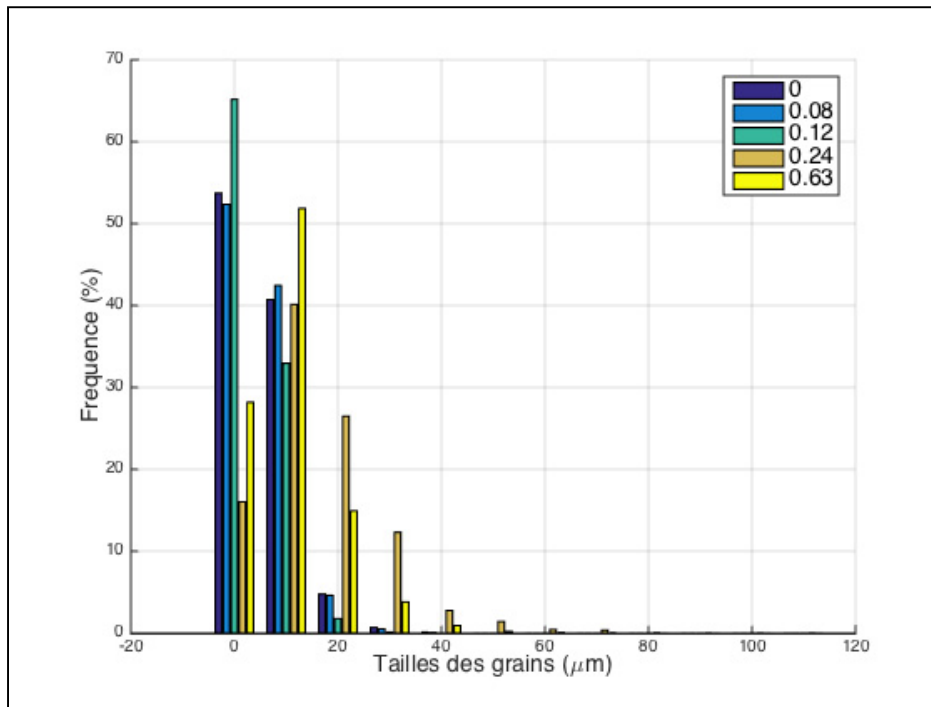


Figure 4-17: Pourcentage de grain en fonction de leur taille et de la déformation subit par l'échantillon

4.3 Lois de comportement

Afin de développer les lois de comportement, il nous fallait connaître la réaction du matériau en fonction de la température. C'est dans ce but que nous avons effectué des essais de compression aux températures de 1060°C, 1090°C et 1150°. Ces 4 températures permettent de couvrir toute la plage de forgeabilité de l'alliage AD730 (Figure 1-2). Pour chaque température, 4 vitesses de déformations furent choisies : $0,001 \text{ s}^{-1}$, $0,01 \text{ s}^{-1}$, $0,1 \text{ s}^{-1}$ et 1 s^{-1} . Les résultats des essais de compression à chaud pour ces températures en ces vitesses de déformation sont présents en annexe. Une première étude fut menée dans le but d'étudier la sensibilité de l'alliage à la vitesse de déformation. Ensuite la mise en place du modèle

d'Arrhenius et la résolution de ces équations seront explicitées. Puis les résultats seront détaillés afin de conclure sur la validité du modèle pour notre alliage.

4.3.1 Sensibilité de l'AD730 à la vitesse de déformation.

La loi de comportement consiste à prédire, grâce à des modèles mathématiques, la réaction du matériau, lors d'une déformation donnée. Pour cela nous allons analyser la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation. En choisissant une déformation donnée, par exemple la déformation finale ($\epsilon = 0,6$), on extrait la contrainte associée (Figure 4-18).

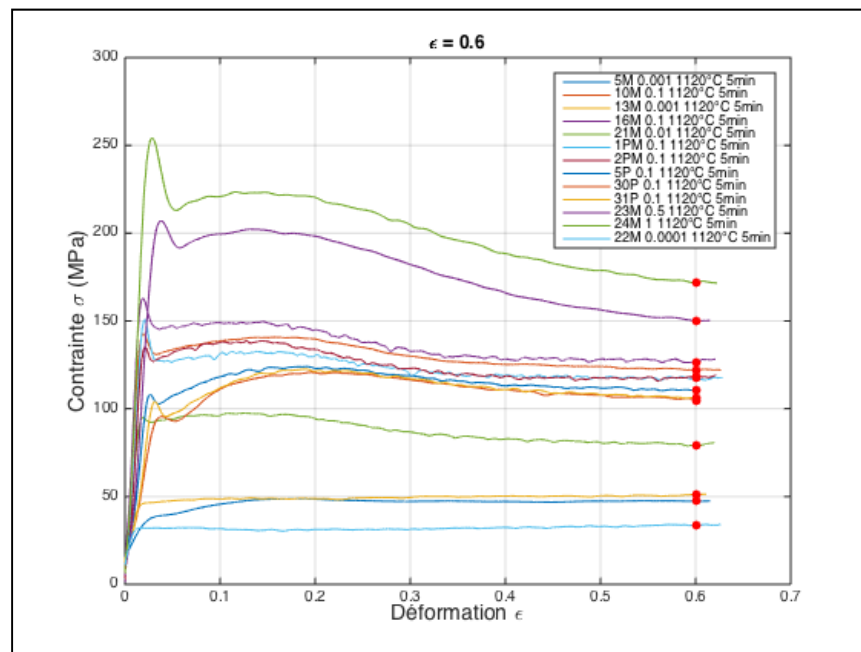


Figure 4-18: Contrainte pour $\epsilon = 0,6$

On vient ensuite rapporter sur une courbe toutes les contraintes extraites en fonction de la vitesse de déformation (Figure 4-19).

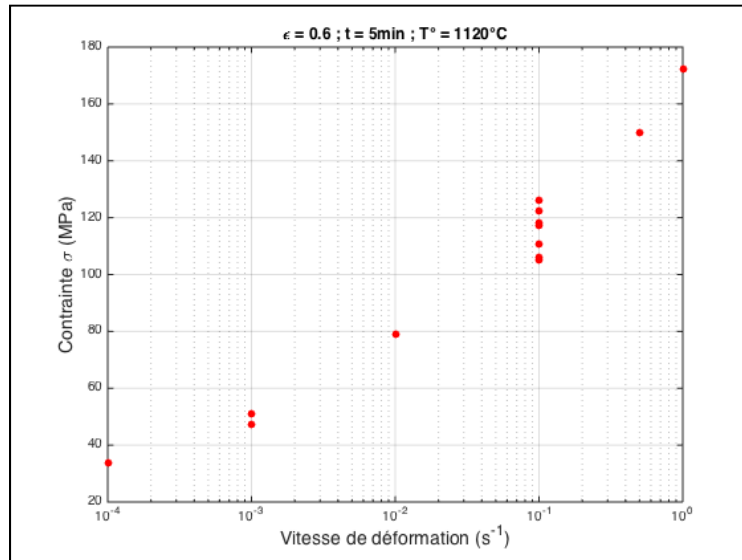


Figure 4-19: Contrainte en fonction de $\dot{\epsilon}$

La modélisation suivant un polynôme exponentiel, nous donne la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation et le type de comportement que le matériau a lors d'une déformation (Figure 4-20).

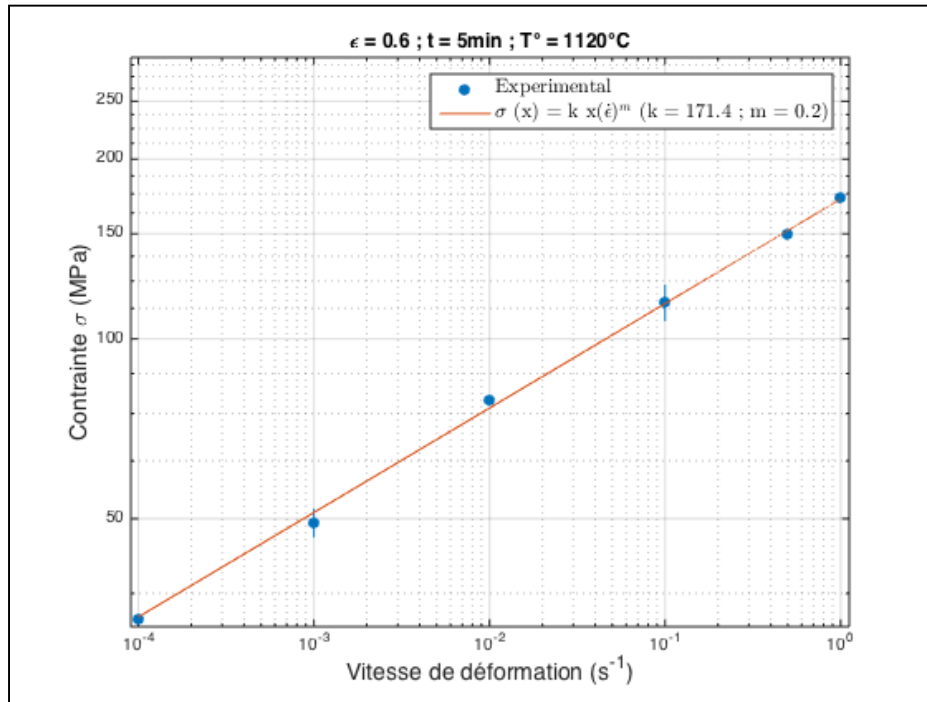


Figure 4-20: Modélisation exponentielle

Comme indiqué dans la légende, la modélisation est du type : $\sigma(x) = k \times (\dot{\epsilon})^m$ avec k une constante matériau et m le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation.

Le cas du matériau AD730, le coefficient $m = 0,2$ est constant suivant toute la gamme de vitesse de déformation de $(0,0001 \text{ à } 1 \text{ s}^{-1})$. Cette valeur de m est caractéristique d'une déformation en loi de puissance, contrairement à une déformation superplastique pour laquelle m prend une valeur de $0,4$ (J. Tu, 2010). Contrairement à la Figure 4-21, la constance de la pente sur la Figure 4-21 caractérise aussi ce matériau et le définit comme un matériau pseudoplastique (Montheillet, 2009).

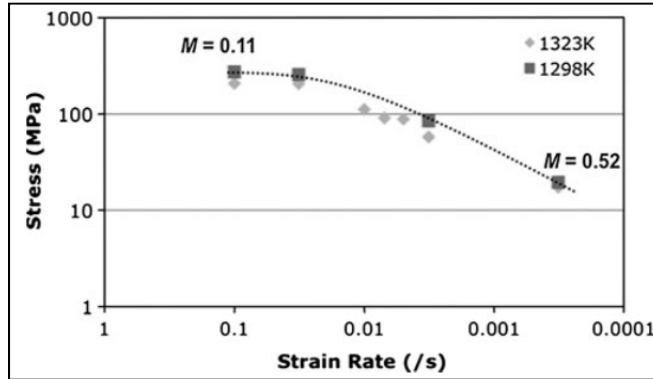


Figure 4-21: Variation de m en fonction de la vitesse de déformation (J. Tu, 2010)

4.3.2 Équations constitutives d'Arrhenius.

Les lois de comportement mis en place lors de ce travail sont basées sur le modèle mis en place par X. Xiao en 2012 (Xiao, 2012). Ce modèle est fondé sur 2 équations :

L'équation de Zener-Hollomon qui caractérise la sensibilité du matériau aux variations de température et de vitesse de déformation.

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.2)$$

Les équations constitutives d'Arrhenius (Xiao, 2012), qui modélisent l'influence de la contrainte et de la température sur la vitesse de déformation, à une déformation donnée :

$$\dot{\epsilon} = AF(\sigma)\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.3)$$

La fonction $F(\sigma)$ s'écrit sous différentes formes suivants le niveau de contrainte subit par le matériau :

$$F(\sigma) = \begin{cases} \sigma^{n_1}, & \alpha\sigma < 0,8 \\ \exp(\beta\sigma), & \alpha\sigma > 1,2 \\ [\sinh(\alpha\sigma)]^n, & \text{pour tous les } \sigma \end{cases} \quad \text{avec } A, n_1, \alpha, \beta, n, \text{ constante du matériau}$$

La constante α est défini en fonction de β et n_1 , soit $\alpha = \beta/n_1$. Le niveau de contrainte est caractérisé par la variable $\alpha\sigma$ et il est faible lorsque que $\alpha\sigma < 0,8$ et il est élevé lorsque $\alpha\sigma > 1,2$.

4.3.2.1 Calcul des paramètres (A, α , n , Q)

Pour un niveau de contrainte faible, l'équation (4.3), devient :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^{n_1}\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.4)$$

Pour une température et une déformation donnée,

$$\dot{\epsilon} = B\sigma^{n_1} \quad (4.5)$$

En prenant le logarithme de cette équation, on trouve l'équation :

$$\ln(\sigma) = \frac{1}{n_1}\ln(\dot{\epsilon}) + \frac{1}{n_1}\ln(B) \quad (4.6)$$

$1/n_1$ est donc le coefficient directeur de la pente $\ln(\sigma) = f(\ln(\dot{\epsilon}))$ à température fixée. La Figure 4-22 montre les différentes droites pour les différentes températures.

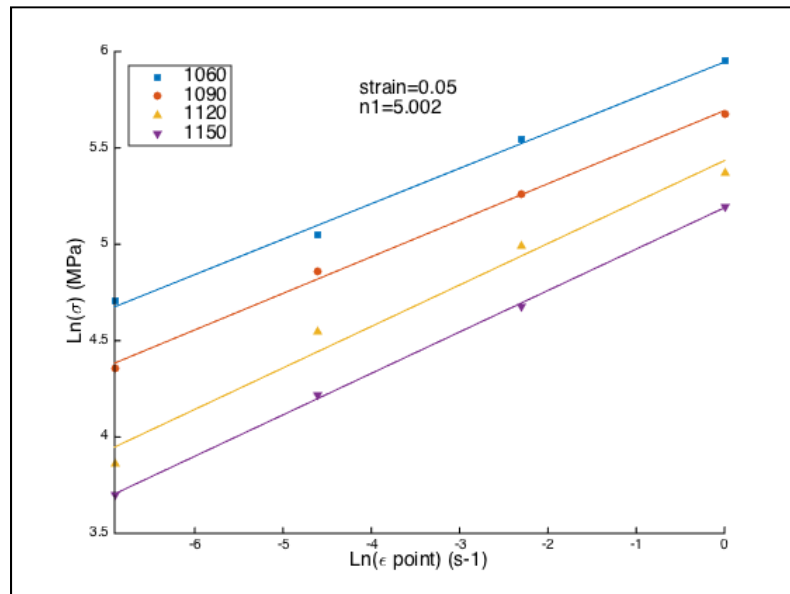


Figure 4-22: Tracer de n_1

La valeur de n_1 montré sur la Figure 4-22, est la moyenne des différentes valeurs de n_1 obtenus aux 4 températures (1060°C, 1090°C, 1120°C, 1150°C) pour une déformation

donnée (dans notre cas, $\varepsilon = 0,005, n_1 = 5,002$). De la même manière que pour les niveaux de contrainte bas, pour les niveaux de contraintes élevés, pour une température et une déformation données, l'équation (2) peut s'écrire :

$$\sigma = \frac{1}{\beta} \ln(\dot{\varepsilon}) + \frac{1}{\beta} \ln(B') \text{ avec } B' \text{ constante.} \quad (4.7)$$

$1/\beta$ est donc le coefficient directeur de la pente $\sigma = f(\ln(\dot{\varepsilon}))$ à température fixée. La Figure 4-23 montre les différentes droites pour chacune des 4 températures, à une déformation donnée.

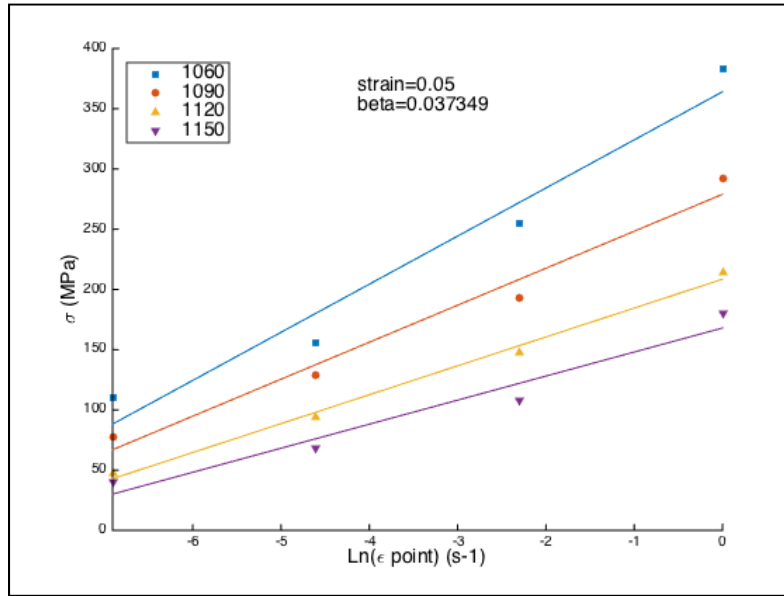


Figure 4-23: Tracer de β

De la même façon que n_1 , la valeur de β montrée sur la Figure 4-23, représente la moyenne des valeurs de β obtenues aux 4 différentes températures pour une déformation donnée.

Pour une déformation donnée, les valeurs moyennes de n_1 et β sont donc connues, le paramètre α peut être calculé ($\alpha = \beta/n_1$).

Afin de calculer le paramètre n , nous allons utiliser la troisième forme de $F(\sigma)$ valable pour tous les niveaux de contraintes. L'équation (4.3), peut donc être réécrite :

$$\dot{\epsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.8)$$

En passant au logarithme, cette équation s'écrit :

$$\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = \frac{1}{n} \ln(\dot{\epsilon}) + \frac{Q}{nRT} - \frac{1}{n} \ln(A) \quad (4.9)$$

Pour une température et une déformation donnée :

$$\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = \frac{1}{n} \ln(\dot{\epsilon}) + C_1 \text{ avec } C_1 \text{ constante} \quad (4.10)$$

$1/n$ est donc le coefficient directeur de la pente $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = f(\ln(\dot{\epsilon}))$ à température et déformation fixées. La Figure 4-24 montre les différentes droites pour chacune des 4 températures, à une déformation donnée.

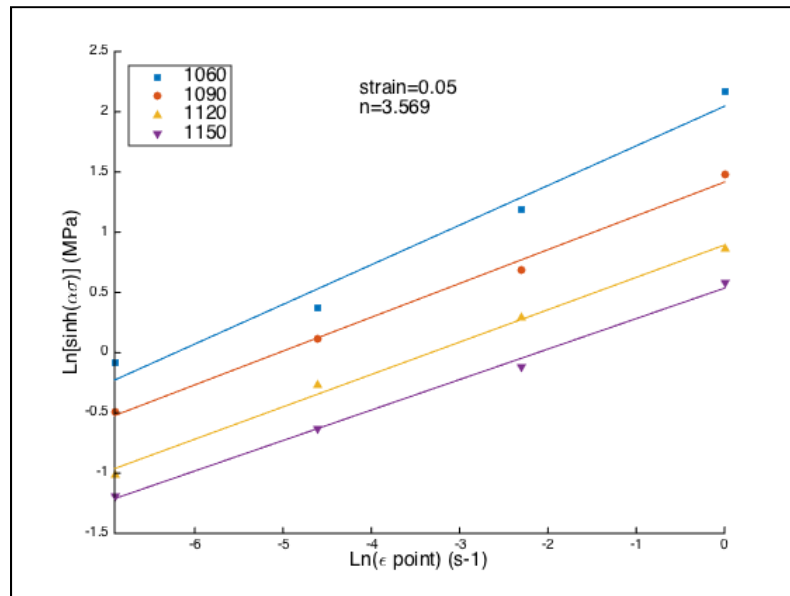


Figure 4-24: Tracer de n

Là aussi, la valeur de n affichée sur la Figure 4-24 correspond à la moyenne des 4 valeurs obtenues pour chacune des températures.

L'énergie d'activation Q , s'obtient de la même façon que le paramètre n , sauf qu'on fixe la déformation et la vitesse de déformation. L'équation (4.9) devient donc

$$\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = \frac{Q}{nRT} + C_2 \text{ avec } C_2 \text{ constante} \quad (4.11)$$

Ainsi le coefficient Q/nR est le coefficient directeur de la pente $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = f(1/T)$ à déformation et vitesse de déformation fixées. La Figure 4-25 présente les différentes droites, pour les 4 différentes vitesses de déformations, avec une déformation fixée.

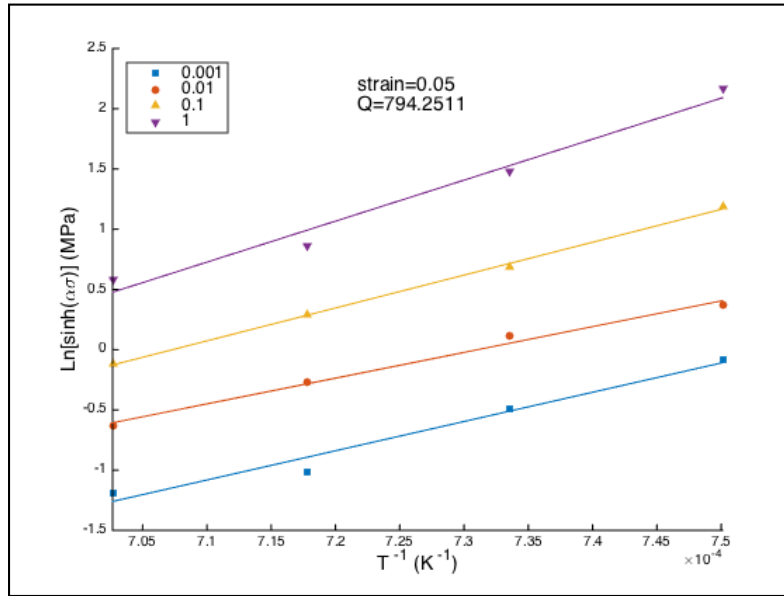


Figure 4-25: Tracer de Q

Le dernier calcul est le calcul de la constante A présente dans l'équation (4.3). En repartant de l'équation (4.9):

$$\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = \frac{1}{n} \ln(\dot{\epsilon}) + \frac{Q}{nRT} - \frac{1}{n} \ln(A) \quad (4.12)$$

$$\frac{1}{n} \ln(A) = \frac{Q}{nRT} - (\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - \frac{1}{n} \ln(\dot{\epsilon})) \quad (5) \quad (4.13)$$

Or, d'après l'équation (4.10), $C_1 = \ln[\sinh(\alpha\sigma)] - \frac{1}{n} \ln(\dot{\epsilon})$

C_1 est donc l'ordonnée à l'origine de la pente $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = f(\ln(\dot{\epsilon}))$.

En remplaçant dans l'équation (4.13), on obtient :

$$\ln(A) = n \left(\frac{Q}{nRT} - C_1 \right) \quad (4.14)$$

La constante A est donc obtenue en faisant la moyenne des 4 valeurs obtenues pour chaque température donnée à une déformation fixée.

4.3.2.2 Modélisation polynomiale (A , α , n , Q)

Les valeurs moyennes des paramètres (A , α , n , Q) sont donc connues pour une déformation donnée. Afin de résoudre ce modèle, nous avons choisi 12 déformations comprises entre 0,05 et 0,6 et donc espacées d'un pas de 0,005. Nous avons calculé les valeurs des 4 paramètres pour chacune des déformations puis modélisé celle-ci à partir d'un polynôme de degré 6. Les Figure 4-26 à Figure 4-29 montrent les modélisations polynomiales de chacun de ces paramètres en fonction de la déformation.

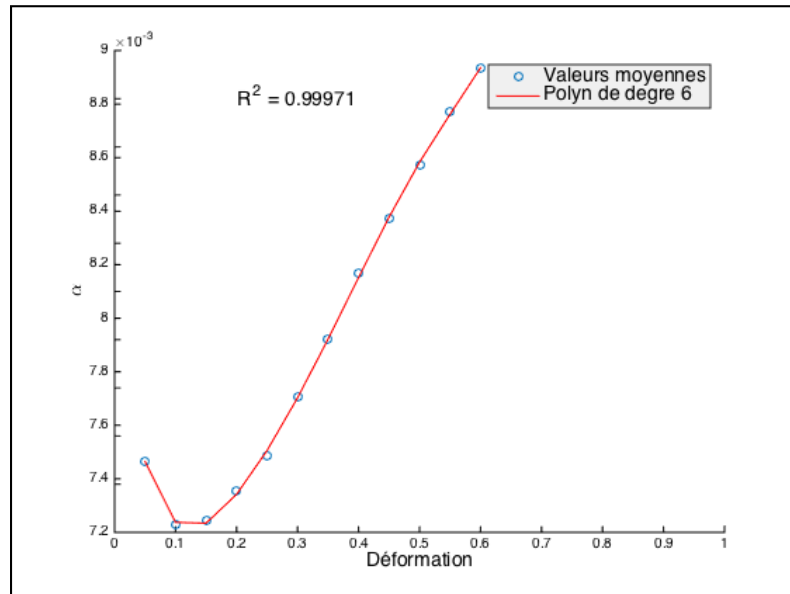


Figure 4-26: Modélisation polynomiale de α

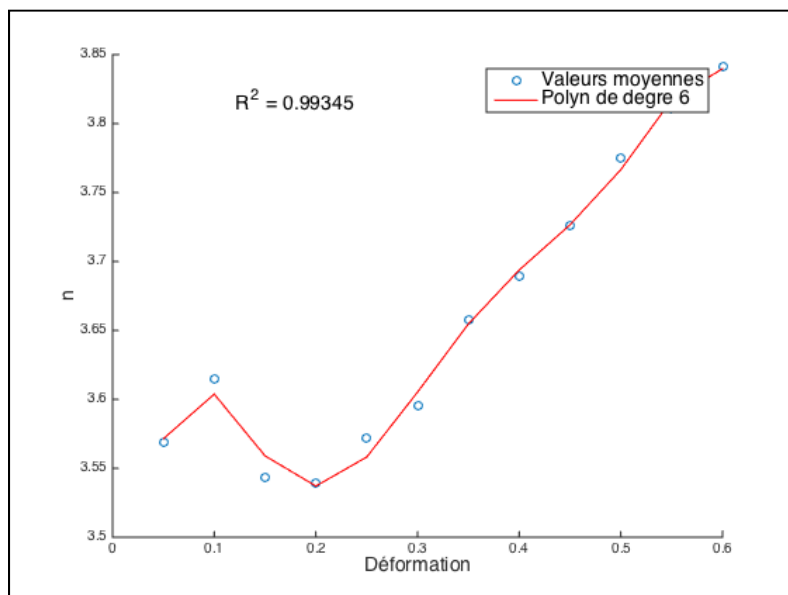


Figure 4-27: Modélisation polynomiale de n

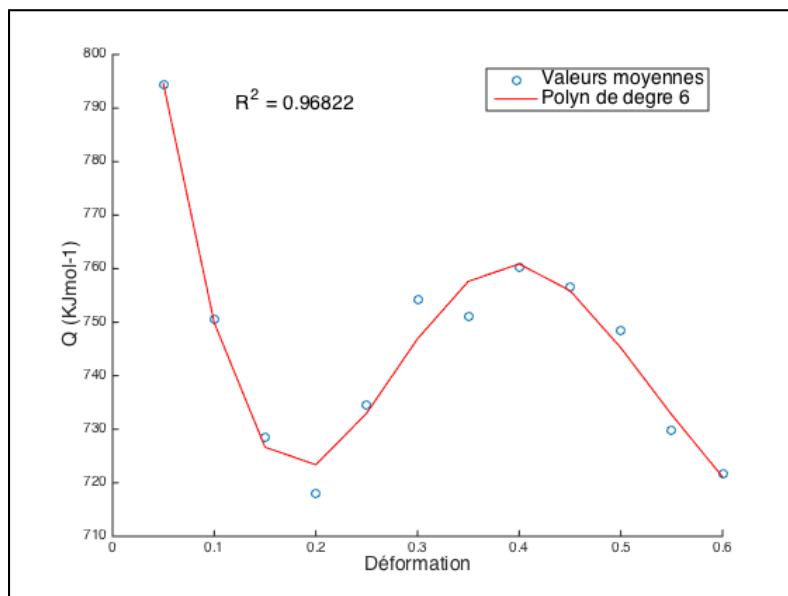


Figure 4-28: Modélisation polynomiale de Q

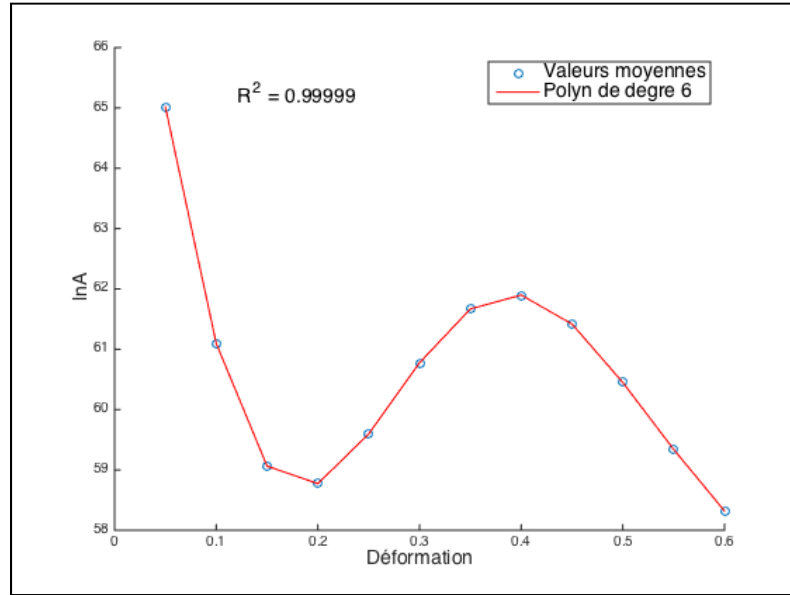


Figure 4-29: Modélisation polynomiale de lnA

En sortant les valeurs des 4 constantes issues de ces modélisations polynomiales, nous pouvons maintenant résoudre l'équation (4.3) en utilisant la 3^{ème} forme de $F(\sigma)$ ($F(\sigma) = [\sinh(\alpha\sigma)]^n$).

L'équation (4.3) est donc :

$$\dot{\varepsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.15)$$

En définissant le paramètre de Zener-Hollomon : $Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$, l'équation devient

$$\dot{\varepsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \frac{\dot{\varepsilon}}{Z} \quad (4.16)$$

Soit,

$$\left(\frac{Z}{A}\right)^{1/n} = \sinh(\alpha\sigma) \quad (4.17)$$

La fonction réciproque du sinus hyperbolique, arcsinh a comme propriété :

$$\operatorname{arcsinh}(p) = \ln(p + \sqrt{1 + p^2}) \quad (4.18)$$

L'équation (4.3) peut donc être mise sous la forme :

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \times \ln\left(\left(\frac{Z}{A}\right)^{1/n} + \sqrt{1 + \left(\frac{Z}{A}\right)^{2/n}}\right) \quad (4.19)$$

Cette équation nous permet de calculer les contraintes issues du modèle pour chacune des déformations choisies.

4.3.2.3 Résultats du modèle

Les Figure 4-30 et Figure 4-31, montrent les résultats de la modélisation pour chacune des 4 températures. Les données expérimentales sont représentées afin de visualiser l'erreur de la modélisation.

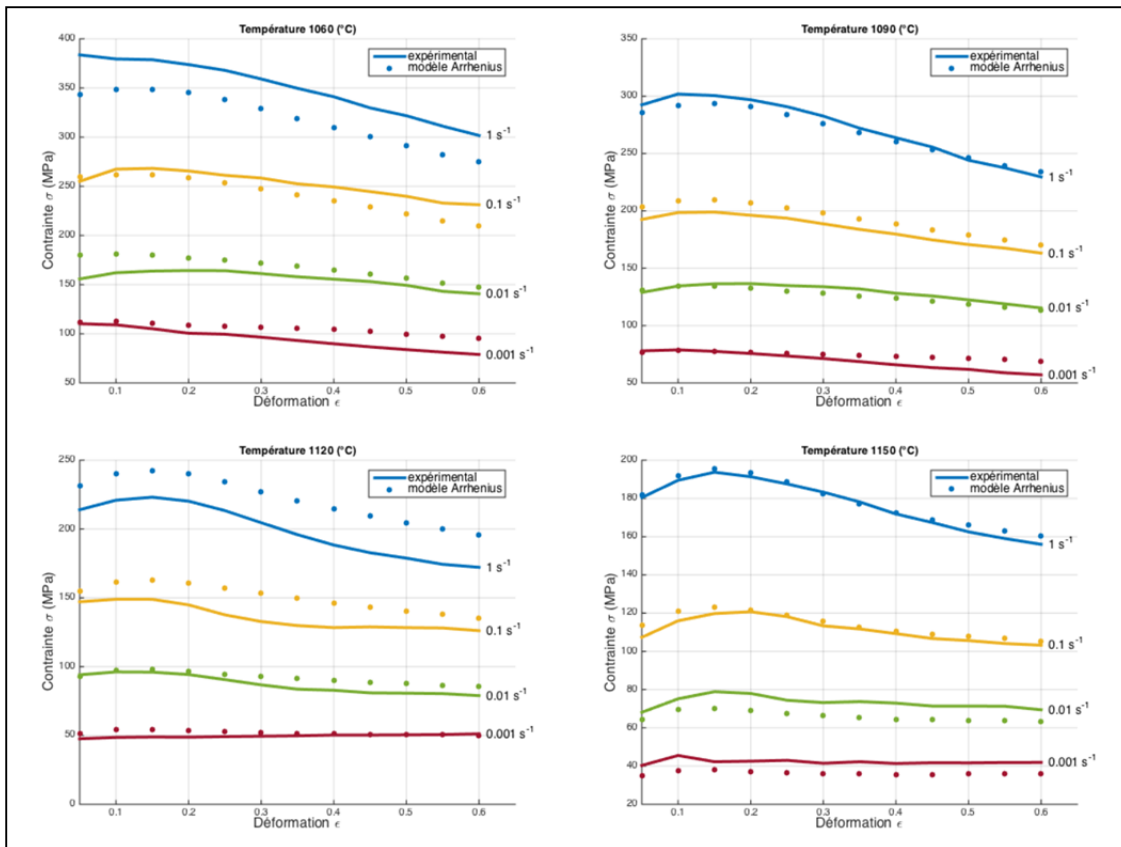


Figure 4-30: Comparaison des données à température constante

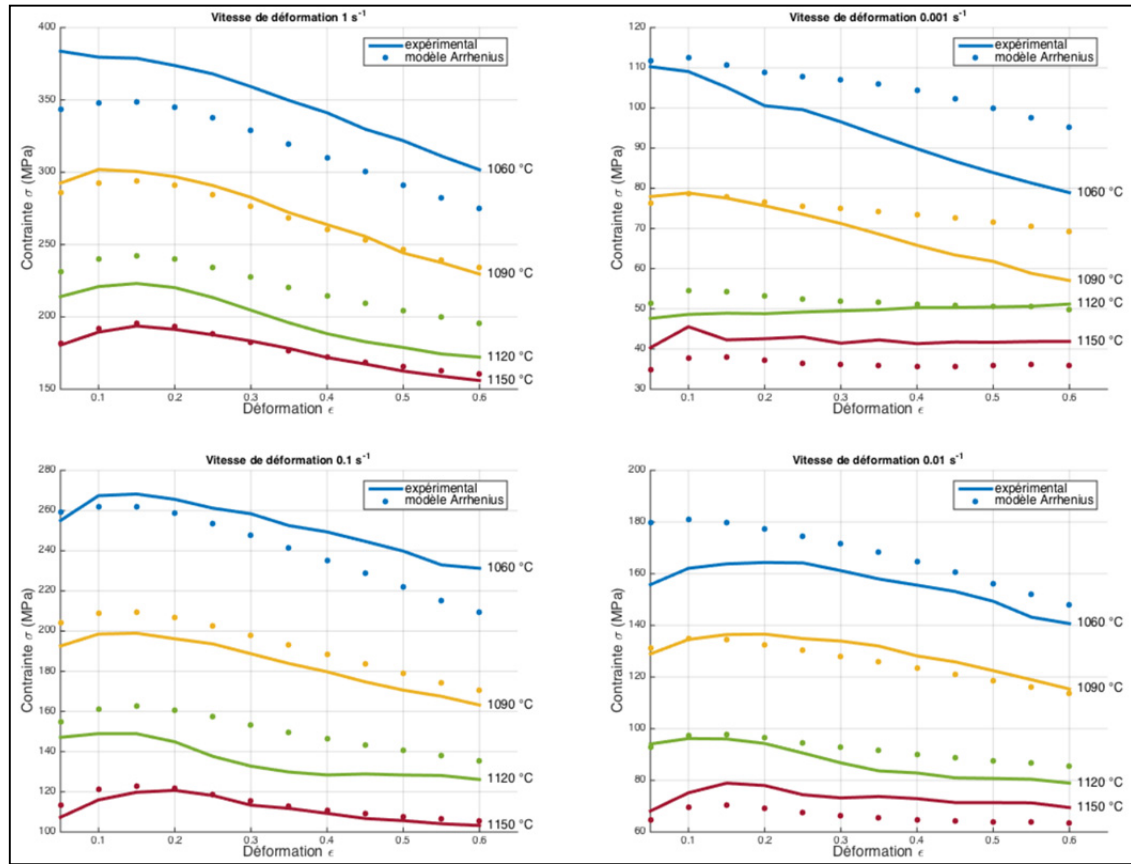


Figure 4-31: Comparaison des données à vitesse de déformation constante

Afin de mesurer la validité du modèle, on définit l'erreur relative $RE(\%) = \left| \frac{\sigma_e - \sigma_c}{\sigma_e} \right| \times 100$ avec σ_e , contrainte expérimentale et σ_c la contrainte calculée à partir du modèle. Pour chaque température et chaque vitesse de déformation, une erreur relative moyenne REM est calculée, à partir de l'erreur relative à chaque déformation. Enfin, une erreur relative moyenne à vitesse de déformation constante et une erreur relative moyenne à température constante sont finalement obtenues. La Figure 4-32 montre l'évolution de l'erreur relative en fonction de la température.

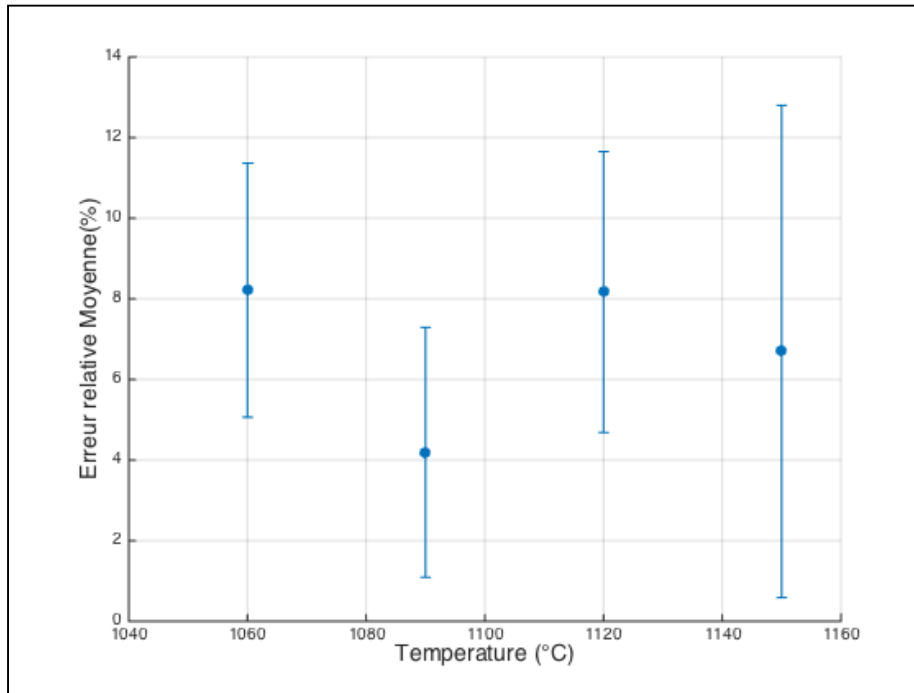


Figure 4-32: Évolution de l'erreur relative en fonction de la température

L'erreur relative fluctue entre 8% et 4% suivant les températures. Le modèle semble donc valide pour toutes les températures testées. La Figure 4-33 montre l'évolution de l'erreur relative en fonction de la vitesse de déformation. L'erreur est maximale pour les vitesses de déformations faibles ($0,001\text{s}^{-1}$). Le modèle d'Arrhenius ne semble donc pas adapté à ces vitesses de déformations. Cette conclusion est cohérente avec les résultats présents dans la littérature, ou aucun chercheur n'a calculé l'erreur pour des déformations inférieures à $0,01\text{ s}^{-1}$ (Xiao, 2012).

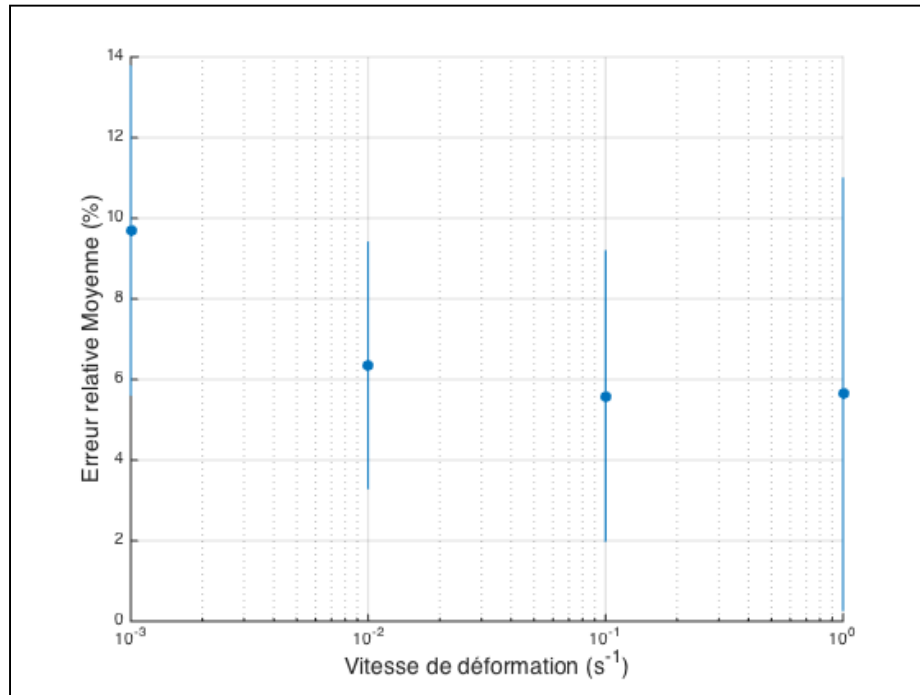


Figure 4-33: Évolution de l'erreur relative en fonction de la température

On définit l'erreur moyenne absolue $AARE$, comme la moyenne des erreurs relatives pour toutes les conditions testées (déformation, vitesse de déformation et températures).

$$AARE(\%) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{\sigma_e - \sigma_c}{\sigma_e} \right| \times 100$$

Dans notre étude en considérant toutes les vitesses de déformations et toutes les températures $AARE = 6,97\%$. Si l'on ne considère pas la vitesse de déformation de $0,001 \text{ s}^{-1}$, la valeur de $AARE$ tombe à 6% . Au vu des résultats présents dans la littérature (Xiao, 2012), le modèle d'Arrhenius est adapté à notre alliage et notre erreur absolue est convenable.

CONCLUSION

L'étude sur la recristallisation de l'alliage AD730 a donc pu être menée. Après avoir analysé les bruits de mesure, le phénomène du plateau et les écarts entre les résultats, plusieurs conclusions peuvent être formulées :

- Le Yield Drop est soit un phénomène physique, soit un phénomène expérimental. Son apparition aux très faibles déformations rend difficile la croyance au phénomène physique et impossible la preuve par analyse de la microstructure. De plus, la plage d'apparition du Yield Drop en fonction de la température et de la déformation n'est pas nettement délimitée ce qui renforce la conclusion d'un phénomène expérimental. Ce phénomène serait alors lié à l'interface entre le mors et le matériau. En tout cas, il n'est pas lié au comportement dynamique de la presse hydraulique.
- La méthode de double différentiation révèle 2 points critiques aux déformations : 0,12 et 0,08. Ces points observés sur 6 échantillons pourraient être les seuils de déclenchement de la recristallisation dynamique et de la restauration dynamique pour l'alliage AD730.
- L'étude de la microstructure révèle un affinement de la taille des grains entre les déformations 0,08 et 0,12. Le seuil critique à la déformation 0,08 pourrait correspondre au seuil d'initiation de la recristallisation dynamique.
- La loi de comportement du matériau est une loi de puissance. La sensibilité à la vitesse de déformation vaut 0,2 et elle est constante sur toute la gamme des vitesses étudiée ($0,0001 \text{ s}^{-1}$ jusqu'à 1 s^{-1}).
- Les équations constitutives d'Arrhenius sont valides pour ce matériau dans la plage des vitesses de déformations et des températures testées. Bien que moins adaptée aux vitesses de déformations faibles, l'erreur absolue moyenne vaut environ 6% et est similaire aux autres études présentes dans la littérature.

RECOMMANDATIONS

Dans le but de continuer cette étude sur l'alliage AD730, plusieurs pistes pourront être explorées :

- Préciser l'analyse de la microstructure. Confirmer la taille des grains obtenus par une analyse EBSD et analyser l'impact du changement de localisation sur la taille des grains.
- Mise en place d'autres modèles de prédiction des lois de comportement (par exemple le modèle d'Hansel et Spittel) afin de trouver le modèle le plus adapté à ce matériau.
- Implémentation du modèle obtenu dans un logiciel de simulation numérique afin de simuler le forgeage de l'AD730.
- Étude des précipités γ' et les carbures de leur comportement lors de la déformation à chaud.

ANNEXE I

Inventaire des échantillons

Tableau-A I-1: Inventaire des échantillons Pauline Lacomme (Lacomme, 2014)

Numéro	ξ	ϵ	t	T°	Lubrifiant
0-1			6min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
0-2				1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
1-P			5min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
2-P			15min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
3-P			25min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
4-P	0,1	0,6	15min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
5-P	0,1	0,6	5min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
6-P	0,1	0,6	15min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
7-P	0,1	0,6	25min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
					Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
20-P					Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
21-P					Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
22-P					Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
23-P	0,001	0,6	15min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
24-P					Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
25-P	0,0001	0,6	15min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
26-P					Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
27-P					Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
28-P	0,0001			1120°C puis 1080°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
29-P					Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
30-P	0,1	0,6	5min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
31-P	0,1	0,6	5min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
32-P	0,1	0,6	15min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
33-P	0,01	0,6	15min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
34-P	0,1	0,6	25min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
35-P			15min+ 5min	1120+ 1080	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
36-P	0,1	0,6	25min	1120°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite
37-P			15min+ 5min	1120°C + 1080°C	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite

Tableau-A I-2: Inventaire des échantillons Lieutaud Mathias

Numero	ε	ε	t	T°	Lubrifiant	Date
1-M	0,001	0,08	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite	08/07/2015
2-M	0,001	0,12	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite	08/07/2015
3-M	0,001	0,24	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite	08/07/2015
4-M	0,001	0,4	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite	09/07/2015
5-M	0,001	0,63	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite	09/07/2015
6-M	0,1	0,08	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite	13/07/2015
7-M	0,1	0,12	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Poudre de graphite	13/07/2015
8-M	0,1	0,24	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	14/07/2015
9-M	0,1	0,4	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	14/07/2015
10-M	0,1	0,63	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	14/07/2015
11-M	0,1	0,08	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	16/07/2015
12-M						
13-M	0,001	0,63	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	22/09/2015
14-M	0,001	0,4	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	23/09/2015
15-M	0,1	0,12	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	23/09/2015
16-M	0,1	0,63	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	24/09/2015
17-M	0,01	0,08	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	24/09/2015
18-M	0,01	0,12	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	25/09/2015
19-M	0,01	0,24	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	26/09/2015
20-M	0,01	0,4	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	26/09/2015
21-M	0,01	0,63	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	26/09/2015
22-M	0,0001	0,63	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	18/04/2016
23-M	0,5	0,63	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	13/04/2016
24-M	1	0,63	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	13/04/2016
25-M	0	0	5min	1120	Rien	07/03/2016
26-M	0	0	5min	1120	Feuille de graphite	11/03/2016
27-M	0,1	0,63	30min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	15/04/2016
28-M	0,1	0,63	60min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	15/04/2016
29-M	1	0,63	5min	1150	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	13/04/2016
30-M	0,1	0,63	5min	1150	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	14/04/2016
31-M	0,01	0,63	5min	1150	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	19/04/2016
32-M	1	0,63	5min	1090	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	13/04/2016
33-M	0,1	0,63	5min	1090	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	14/04/2016
34-M	0,01	0,63	5min	1090	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	19/04/2016
35-M	0,001	0,63	5min	1090	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	18/04/2016
36-M	0,001	0,63	5min	1150	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	20/04/2016
37-M	0,001	0,63	5min	1090	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	22/04/2014

Tableau-A I-3: Inventaires de échantillons Mathias Lieutaud (échantillons Lacomme)

Numéro	$\dot{\epsilon}$	ϵ	t	T°	Lubrifiant	Date
1-PM	0,1	0,63	5min	1120	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	10/03/2016
2-PM	0,1	0,63	5min	1120	Feuille de graphite	14/03/2016
3-PM	1	0,63	5min	1060	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	14/04/2016
4-PM	0,1	0,63	5min	1060	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	15/04/2016
5-PM	0,01	0,63	5min	1060	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	19/04/2016
6-PM	0,001	0,63	5min	1060	Feuille de mica + feuille de graphite + Nitrure de Bore	20/04/2016
7-PM						
8-PM						
9-PM						
10-PM						
11-PM						

ANNEXE II

Notice de calcul : Contrainte et déformation :

Hypothèse :

- Pas de frottement (le cylindre garde une forme cylindrique tout au long de la déformation)
- Conservation du volume

Variables d'entrées :

- Hauteur initiale (mm): h_0
- Diamètre initial (mm) : D_0
- Temps : t
- Déplacement du mors (mm) : $d(t)$ (< 0 , car essai de compression)
- Force exercée sur la cellule de Force : $F(t)$ (< 0 , car essai de compression)

Variables de sorties :

- Déformation : $\varepsilon(t)$
- Contrainte : $\sigma(t)$
- Vitesse de déformation : $\dot{\varepsilon}(t)$

Variables intermédiaires :

- Hauteur de l'échantillon : $h(t)$
- Aire de l'échantillon : $A(t)$

Notice :

Par définition de l'aire de l'échantillon :

$$A_0 = \pi \times \left(\frac{D_0}{2}\right)^2$$

Par définition du déplacement :

$$h(t) = h_0 + d(t)$$

Par conservation du volume et en l'absence de frottements :

$$A(t) = \frac{A_0 \times h_0}{h(t)}$$

Par définition de la déformation (déformation véritable) lors d'un essai de compression :

$$\varepsilon(t) = \left| \ln\left(\frac{h(t)}{h_0}\right) \right|$$

et par définition de la contrainte (contrainte véritable), lors d'un essai de compression :

$$\sigma(t) = \left| \frac{F(t)}{A(t)} \right|$$

Déplacement et vitesse de descente théorique :

Hypothèse :

- Pas de frottement (le cylindre garde une forme cylindrique tout au long de la déformation)
- Conservation du volume

Variables indépendantes :

- Temps (s) : t
- Hauteur initiale (mm) : h_0
- Vitesse de déformation (s^{-1}) : $\dot{\varepsilon}$

Variables dépendantes :

- Déplacement du mors (mm) : $d(t) < 0$, car essai de compression
- Hauteur de l'échantillon (mm) : $h(t)$
- Vitesse de descente du mors (mm/s^{-1}) : $\dot{d}(t)$

Notice :

Par définition de la déformation véritable lors d'un essai de compression :

$$\varepsilon(t) = \left| \ln\left(\frac{h(t)}{h_0}\right) \right|$$

or par définition : $h(t) = h_0 + d(t)$ et $0 < h(t) < h_0$ ($d(t) < 0$) :

$$0 < \frac{h(t)}{h_0} < 1$$

$$-\infty < \ln\left(\frac{h(t)}{h_0}\right) < 0$$

D'où

$$\varepsilon(t) = -\ln\left(\frac{h(t)}{h_0}\right)$$

or $h(t) = h_0 + d(t)$

$$\varepsilon(t) = -\ln\left(1 + \frac{d(t)}{h_0}\right)$$

Et

$$\dot{\varepsilon}(t) = \frac{\delta \varepsilon(t)}{\delta t} = \frac{\delta \left(-\ln\left(1 + \frac{d(t)}{h_0}\right)\right)}{\delta t}$$

Donc :

$$\dot{\varepsilon}(t) = -\frac{\dot{d}(t)}{h_0} \times \frac{1}{1 + \frac{d(t)}{h_0}}$$

or $\dot{\varepsilon}(t) = \dot{\varepsilon}$ (vitesse de déformation constante pendant l'essai), d'où :

$$\dot{\varepsilon} = -\frac{\dot{d}(t)}{h_0} \times \frac{1}{1 + \frac{d(t)}{h_0}}$$

$$\dot{\varepsilon} \times (h_0 + d(t)) = -\dot{d}(t)$$

$$\dot{d}(t) = -\dot{\varepsilon} \times d(t) - \dot{\varepsilon} h_0$$

C'est une équation linéaire du premier ordre à coefficients constant avec second membre du type : $y' = my + p$

L'ensemble des solutions sont les fonctions f :

$$f(t) = A \times \exp(m \times t) - \frac{p}{m}$$

D'où :

$$d(t) = A \times \exp(-\dot{\varepsilon} \times t) - \frac{\dot{\varepsilon} h_0}{\dot{\varepsilon}}$$

$$d(t) = A \times \exp(-\dot{\varepsilon} \times t) - h_0$$

On détermine A grâce aux conditions initiales : $t=0, d(t) = d(0) = 0$

D'où $A = h_0$, et :

$$d(t) = h_0 \times \exp(-\dot{\varepsilon} \times t) - h_0$$

$$d(t) = h_0 \times (\exp(-\varepsilon \times t) - 1)$$

et

$$d'(t) = -h_0 \varepsilon \times (\exp(-\varepsilon \times t))$$

ANNEXE III

Courbe contrainte/déformation

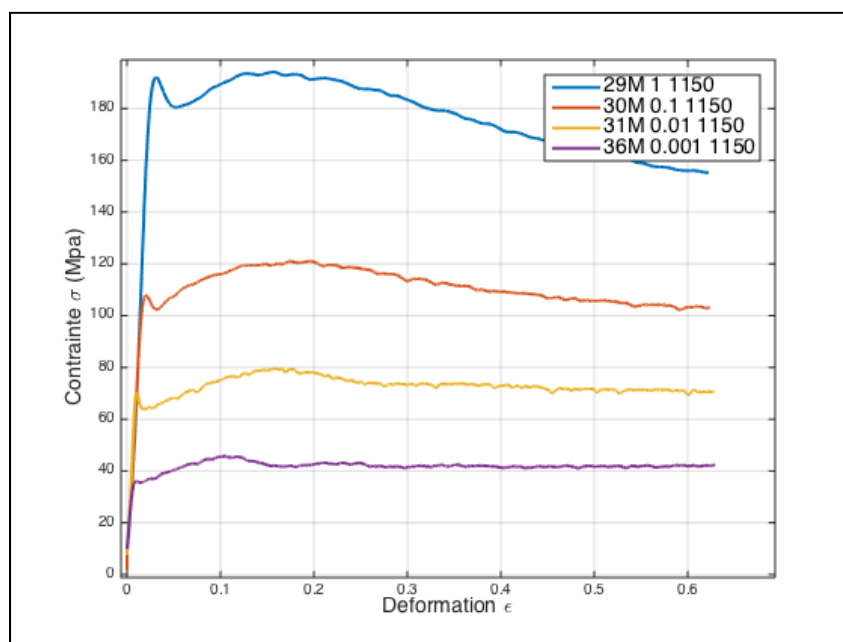


Figure-A III-1 : Courbe contrainte/déformation à T =1150°C

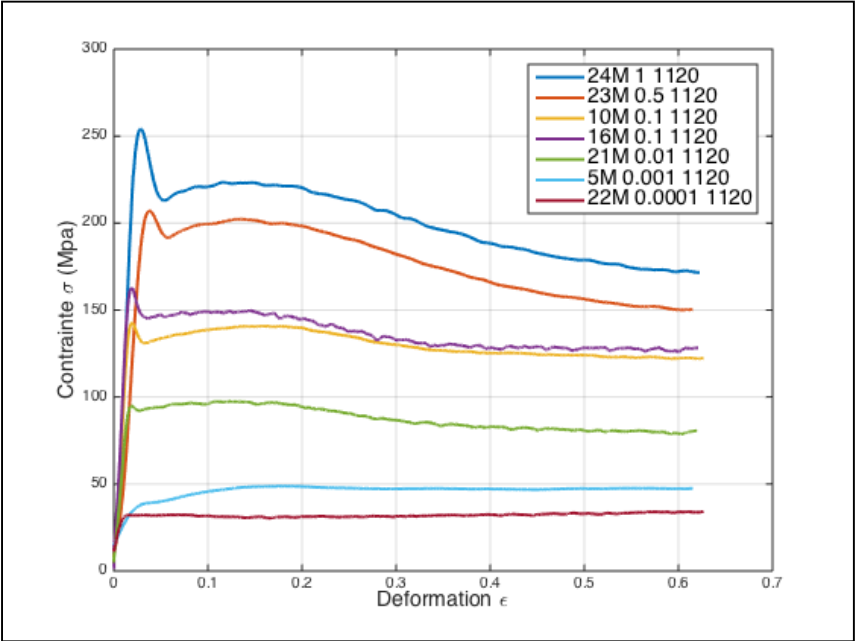


Figure-A III-2 : Courbe contrainte/déformation à $T = 1120^{\circ}\text{C}$

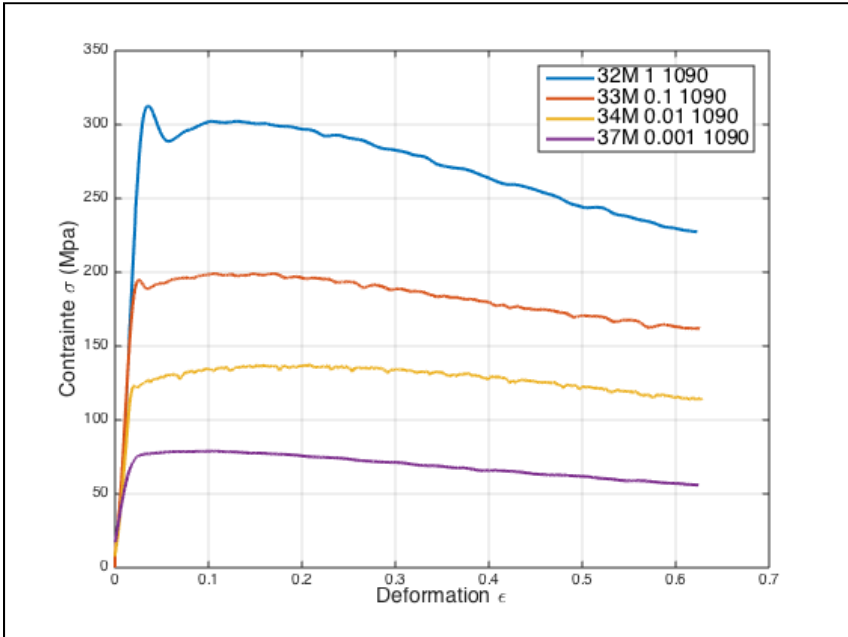


Figure-A III-3 : Courbe contrainte/déformation à $T = 1090^{\circ}\text{C}$

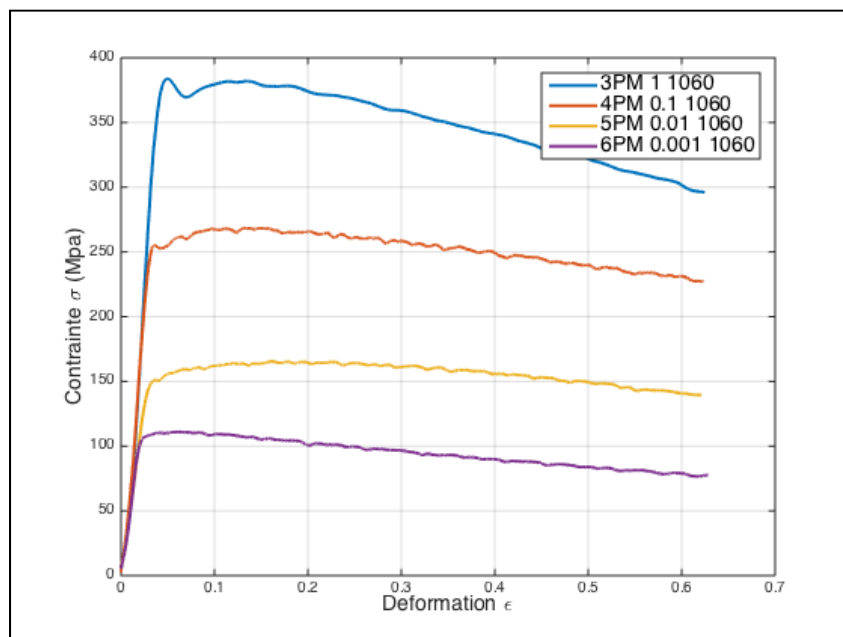


Figure-A III-4 : Courbe contrainte/déformation à $T = 1060^{\circ}\text{C}$

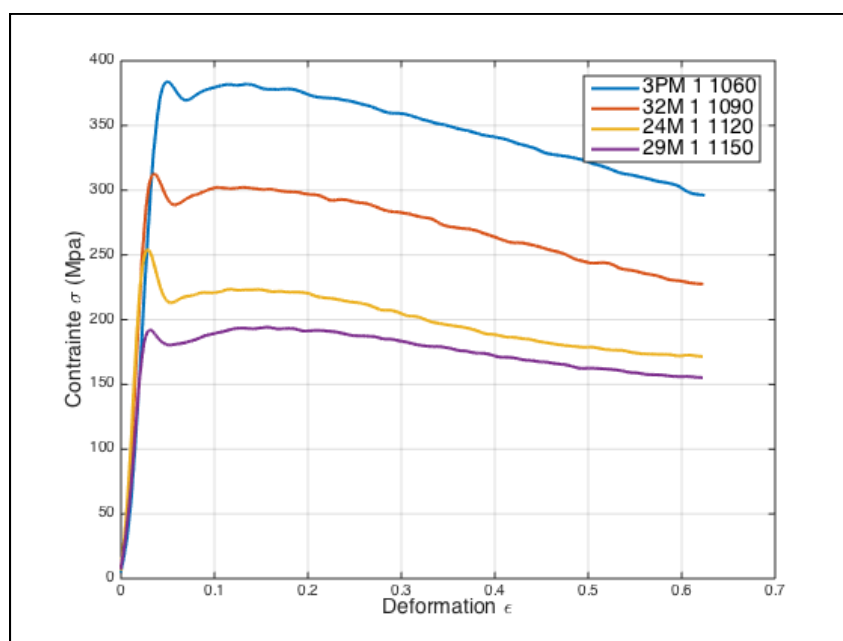


Figure-A III-5 : Courbe contrainte/déformation à $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$

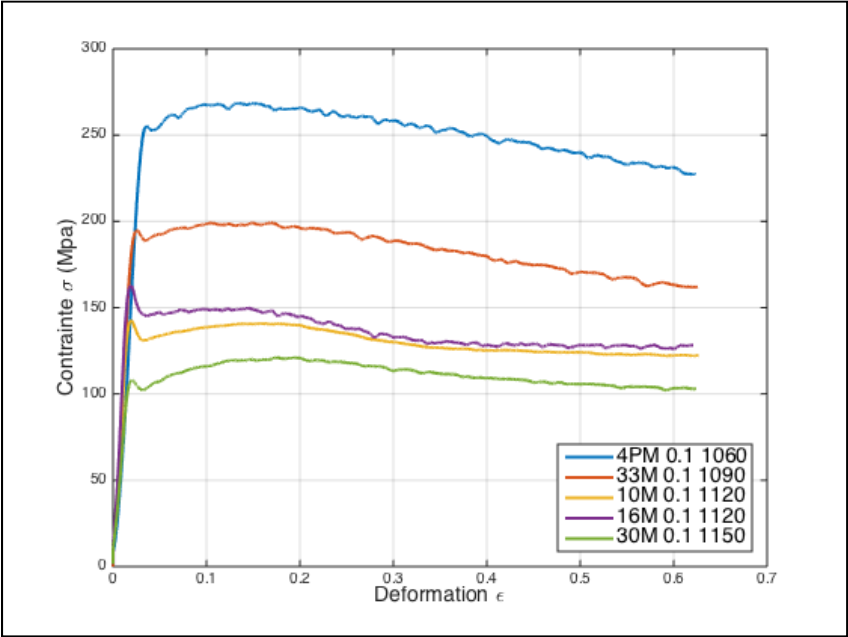


Figure-A III-6 : Courbe contrainte/déformation à $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

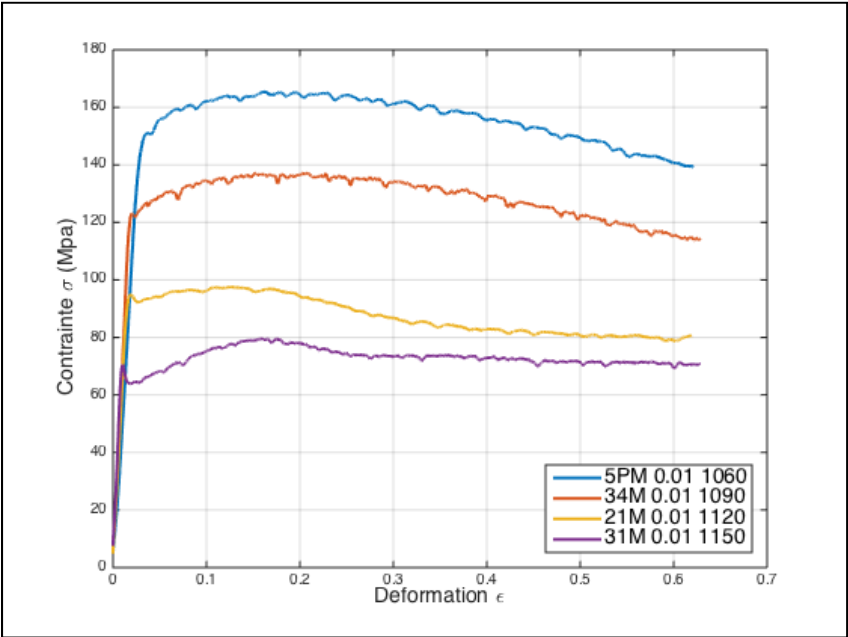


Figure-A III-7 : Courbe contrainte/déformation à $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$

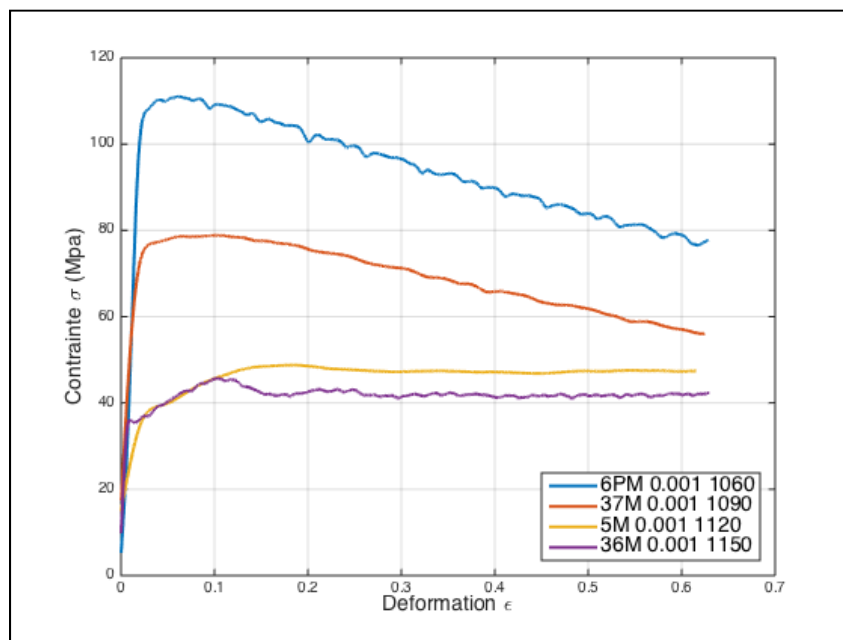


Figure-A III-8 : Courbe contrainte/déformation à $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$

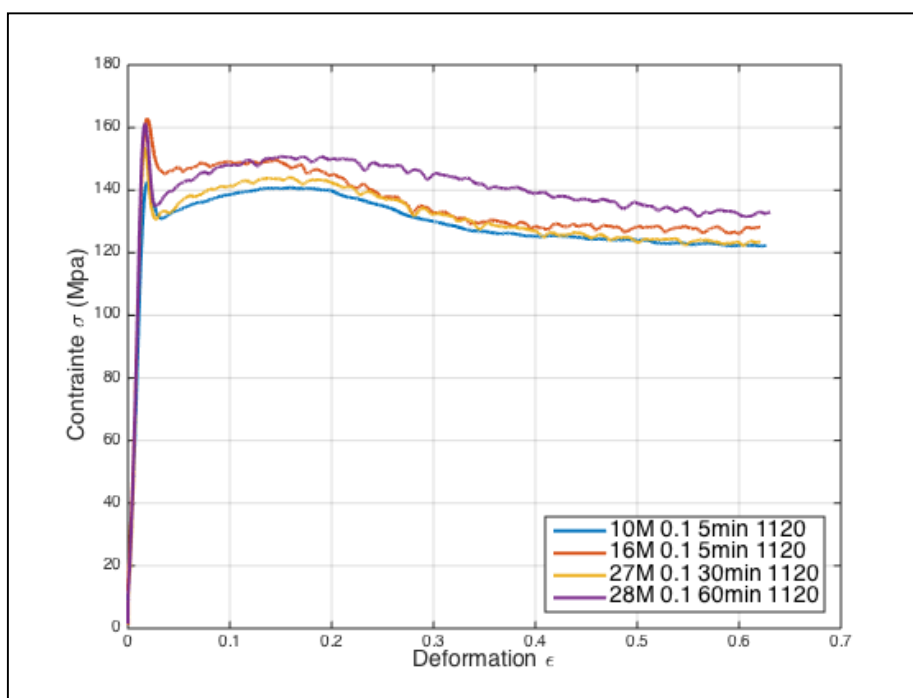


Figure-A III-9 : Courbe contrainte/déformation, temps de maintien variables

ANNEXE IV

Observation microscopique Argus

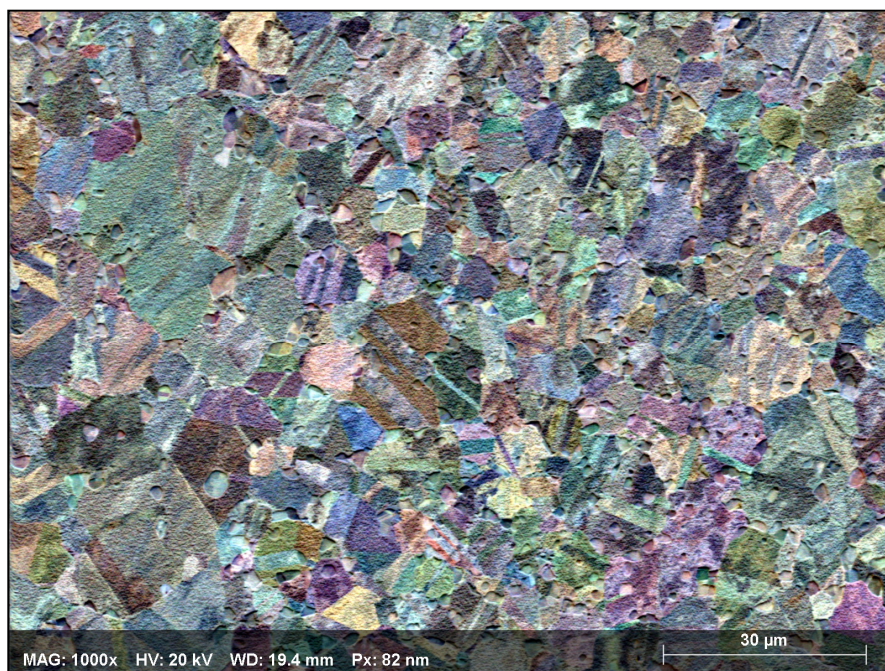


Figure-A IV-1 : Échantillon 12M ($\varepsilon = 0$).

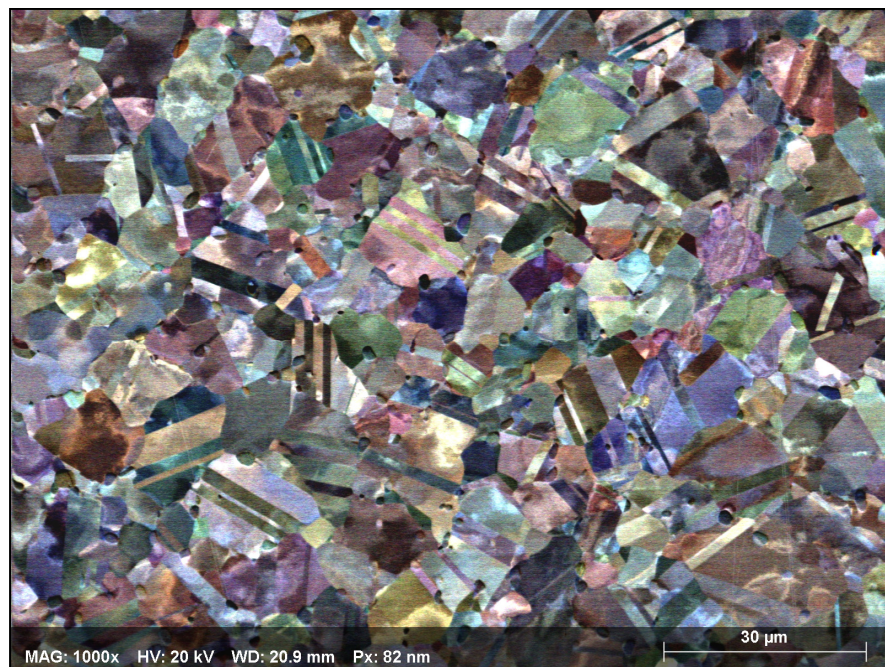


Figure-A IV-2 : Échantillon 11M ($\varepsilon = 0,08$).

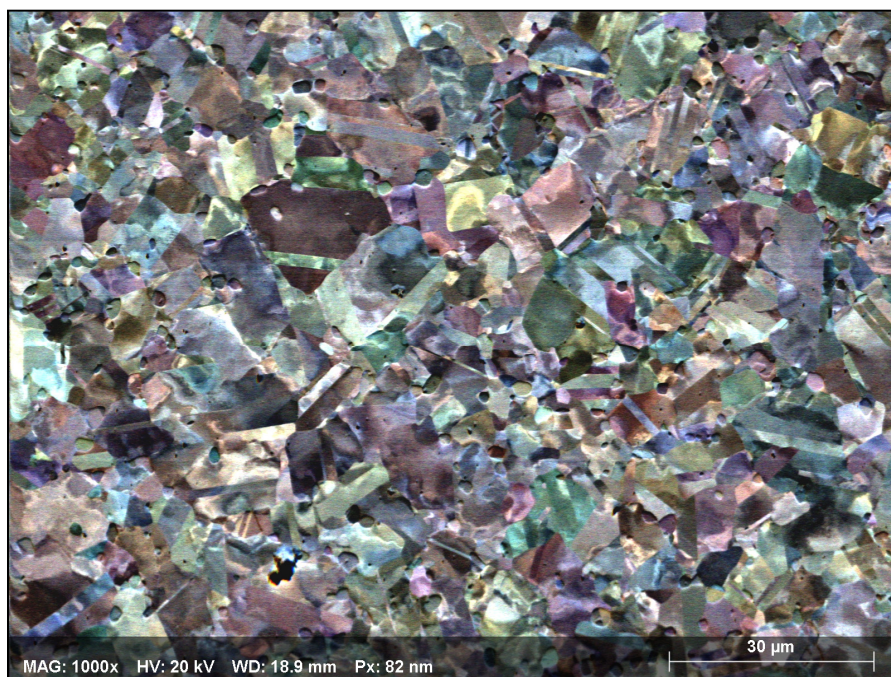


Figure-A IV-3 : Échantillon 15M ($\varepsilon = 0,12$).

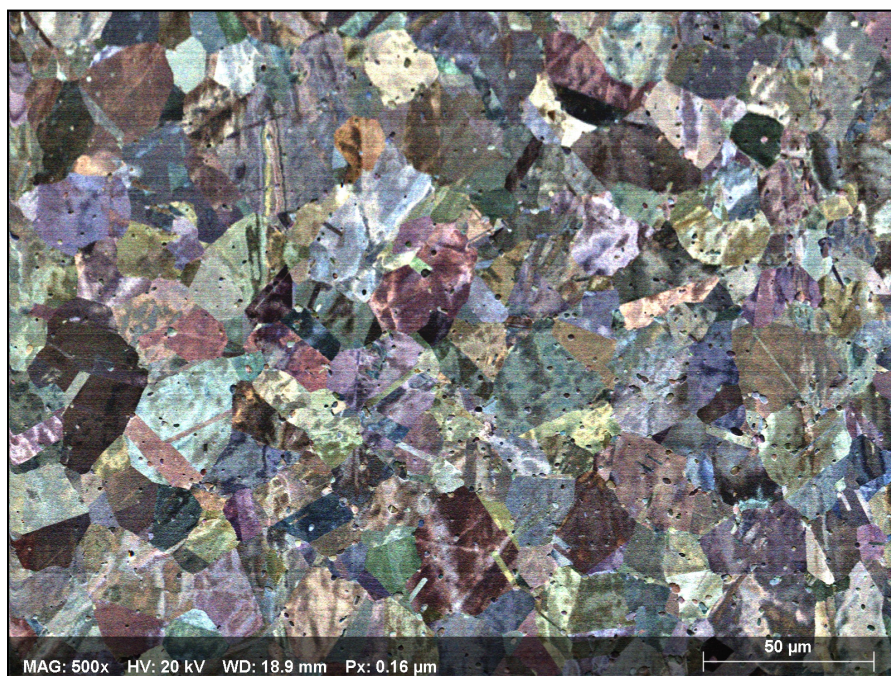


Figure-A IV-4 : Échantillon 8M ($\varepsilon = 0,24$).

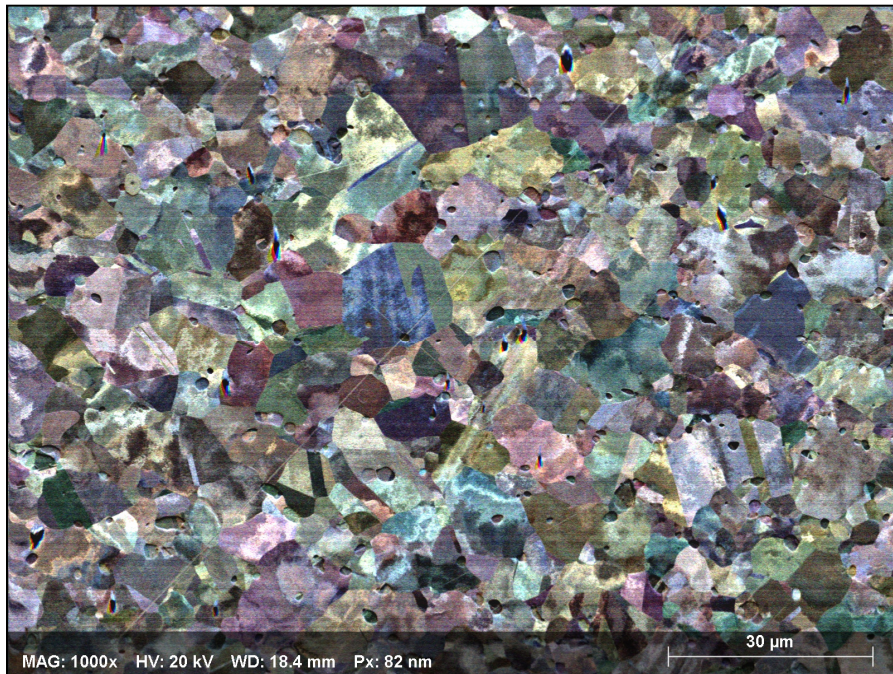


Figure-A IV-5 : Échantillon 9M ($\varepsilon = 0,40$).

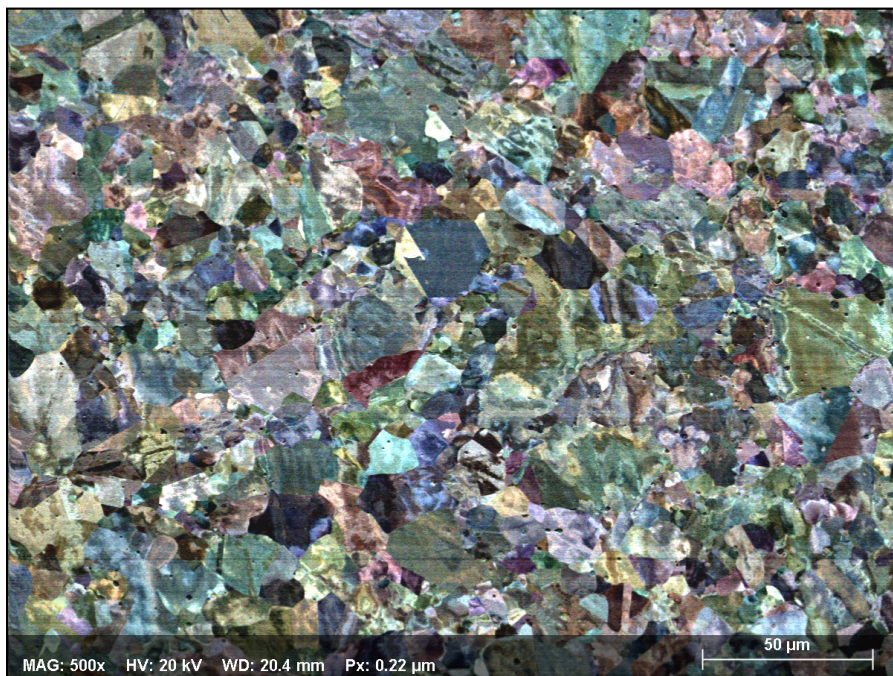


Figure-A IV-6 : Échantillon 10M ($\varepsilon = 0,63$).

BIBLIOGRAPHIE

- Chamanfar, Ahmad, M. Jahazi, J. Gholipour, P. Wanjara, S. Yue. 2014. « Evolution of flow stress and microstructure during isothermal compression of Waspaloy ». *Materials Science & Engineering* vol. A 615, p. 497-510.
- Devaux, Alexandre, B. Picqué, M.F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, P. Héritier. 2012. « AD730 - A new Nickel-based superalloy for high temperature engine rotative parts ». *Superalloys 2012: 12th International Symposium on Superalloys*.
- Eramet, Société. 1996. « Métallurgie du nickel ». *Techniques de l'Ingénieur*, vol. Matériaux | Élaboration et recyclage des métaux, p. 37.
- Giraud, Max, Joël Silet. 1992. « Turbines à gaz aéronautiques et terrestres ». *Techniques de l'ingénieur*, vol. Machines hydrauliques, aérodynamiques et thermiques, p. 42.
- Guimaraes, A. A., J. J. Jonas. 1981. « Recrystallization and Aging Effects Associated with the High Temperature Deformation of Waspaloy and Inconel 718 ». *Metallurgical Transactions*, vol. 12A, p. 12.
- Humphreys, F.J., Hatherly, M. 2004. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2. Elsevier, 605 p.
- I. Poliak, Evgueni, John J. Jonas. 1995. « A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallisation ». *Acta mater*, vol. 44, p. 127-136.
- J. Jonas, John, Chiradeep Ghosh, Xavier Quenec'h, Vladimir V. Basabe. 2012. « The Critical Strain for Dynamic Transformation in Hot Deformed Austenite ». *ISIJ International*, vol. 53, p. 7.
- J. Tu, Wen, Tresa M. Pollock. 2010. « Deformation and Strain Storage Mechanisms during High-Temperature Compression of a Powder Metallurgy Nickel-Base Superalloy ». *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. VOLUME 41A, p. 2002 - 2009.
- Lacomme, Pauline. 2014. *Etude de l'évolution de la microstructure lors des traitements thermomécaniques sur le superalliage AD730*. Rapport de projet. Ecole de Technologie Supérieure: ETS, 71 p.
- Lehto, Pauli, Heikki Remes, Tapio Saukkonen, Hannu Hänninen, Jani Romanoff. 2014. « Influence of grain size distribution on the Hall–Petch relationship of welded structural steel ». *Materials Science & Engineering*, vol. A 592, p. 28-39.

- Masoumi, Fatemeh, M. Jahazi, J. Cormier, D. Shahriari. 2014. « Dissolution kinetics and morphological changes of γ' in AD730TM superalloy ». *MATEC Web of Conferences*, vol. 14.
- Mitchel, A. 1989. « The present status of melting technology for alloy 718 ». *Superalloys 718 - Metallurgy and Applications*, vol. The Minerals, Metals & Materials Society, p. 15.
- Montheillet, Frank. 2004. « Moving Grain Boundaries During Hot Deformation of Metals: Dynamic Recrystallization ». *Moving Interfaces in Solids, CSIM courses and Lectures*, n° 453, p. 203-256.
- Montheillet, Frank. 2009. « Métallurgie en mise en forme à chaud ». *Techniques de l'ingénieur*, vol. 1, p. 20.
- Souai, Nadia. 2011. « Contrôle du maclage thermique et de la taille de grains par traitements thermomécaniques dans deux superalliages base de Ni ». Paris, École nationale supérieure des mines de Paris, 201 p.
- Sui, Feng-Li, Li-Xia Xua, Li-Qing Chenb, Xiang-Hua Liub. 2010. « Processing map for hot working of Inconel 718 alloy ». *Journal of Materials Processing Technology*, p. 8.
- Ter-O Vanessian, Benoît. 2011. « Etude comparative de différents superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien ». Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), 179 p.
- Xiao, X., Liu, G.Q., Hu, B.F., Zheng, X., Wang, L.N., Chen, S.J., Ullah, A. 2012. « A comparative study on Arrhenius-type constitutive equations and artificial neural network model to predict high-temperature deformation behaviour in 12Cr3WV steel ». *Computational Materials Science*, vol. 62, p. 227-234.
- Z.L. Zhao, Y.Q. Ning, H.Z. Guo, Z.K. Yao, M.W. Fu. 2015. « Discontinuous yielding in Ni-base superalloys during high-speed deformation ». *Materials Science & Engineering A*, vol. 620, p. 383–389.

