

# وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

BADJI MOKHTAR- ANNABA UNIVERSITY  
UNIVERSITE BADJI MOKHTAR –ANNABA



جامعة باجي مختار عنابة

Faculté des sciences de l'Ingénieur

Année 2013-2014

Département de Métallurgie et Génie des Matériaux

## THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de **DOCTORAT**

### **Maîtrise et optimisation des microstructures des superalliages à base de nickel**

Option

**Mise en Forme des Matériaux**

Par

**Nedjoua MATOUGUI**

**DIRECTEUR DE THESE:** M.L. FARES Professeur U. Annaba

**CO-DIRECTEUR DE THESE:** F. MONTHEILLET Directeur de recherche/CNRS ENSM-SE

#### **DEVANT LE JURY**

**PRESIDENT** M. LABAIZ Professeur U. Annaba

**EXAMINATEURS** S. LEBAILI Professeur USTHB

O. KHALFALLAH Professeur U. Constantine

A. ATI Professeur U. Bejaia

**MEMBRE INVITE** D. PIOT Chargé de recherche/CNRS ENSM-SE

## - REMERCIEMENTS -

Je souhaite tout d'abord remercier vivement mon directeur de thèse le Professeur Mohamed Lamine FARES pour m'avoir permis l'ouverture de cet horizon de recherche dont j'ai toujours rêvé. Je lui suis ainsi très reconnaissante pour sa contribution et sa constance dans le suivi de la préparation de mon doctorat, tant par sa rigueur scientifique que par son soutien moral.

J'exprime également mes sincères remerciements envers mon co-directeur de thèse Frank MONTHEILLET, Directeur de Recherche au CNRS, pour avoir consenti à m'accueillir au centre SMS de l'Ecole des Mines de Saint-Étienne, me permettant ainsi d'intégrer un domaine de recherche qui est devenu pour moi un début de découverte fort utile pour ma carrière scientifique. A cet égard, je voudrais lui témoigner toute ma gratitude pour sa disponibilité, ses riches conseils et de m'avoir aussi laissé une grande autonomie dans l'entreprise de ce passionnant travail.

J'ai eu également la chance de côtoyer scientifiquement le Docteur David PIOT, un grand métallurgiste à qui j'adresse mes vifs remerciements. Aussi, je lui exprime toute ma profonde gratitude pour soutien, son entière disponibilité et ses qualités humaines qui ont fortement contribué à la réussite de mon travail de thèse.

Je n'oublie pas aussi de remercier le Dr. Christophe DESRAYAUD, chef de Département RMT de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, pour ses multiples interventions et son attention particulière à mon travail expérimental. Au cours de mon modeste séjour dans cette illustre Ecole, je n'ai cessé d'apprécier l'ensemble du personnel, avec lequel j'ai pu travailler de manière conviviale. Une spéciale dédicace à Gilles BLANC, responsable de la « Métallographie » qui a réussi à m'inculquer sa rigueur de travail. Je n'oublie pas aussi Prisca LEVEQUE, Séverine Girard-Insardi, Claude VARILLON, Sergio Sao JOAO, Marilyne MONDON et Paul JOUFFREY ainsi que toute l'équipe de chimie pour leurs continues et précieuses aides. Mes remerciements vont aussi à Michel DARRIEULAT, Olivier BREUIL, Thierry LOUVANCOURT et Pierrette CHOULAS pour leur gentillesse et leur soutien administratif.

Enfin et surtout mes pensées vont à tous mes collègues thésards de l'Ecole qui m'ont aussi aidé à surmonter toutes les difficultés rencontrées, avec une pensée spéciale à mes deux frères Anouar HALLOUMI et Oualid CHEHAOUI ainsi qu'à Adeline ALBOU, Christophe CASTAN et tout le groupe de travail "Transformations des phases".

## REMERCIEMENTS

---

Je suis très honorée que le Professeur Mohamed LABAIZ ait accepté de présider le jury de soutenance de ma thèse, c'est pourquoi je le remercie profondément ainsi que les professeurs Soltane LEBAILI, Abdelaziz ATI et Omar KHALFALLAH qui ont bien voulu faire partie du jury de soutenance ; leurs éventuelles remarques et critiques seraient d'un riche apport en contribuant à l'amélioration de ce travail.

Enfin, je remercie mes proches : mes chers parents, sœurs et frères, neveux et nièces, oncles et tantes et toute ma grande famille qui n'ont jamais cessé de m'encourager tout au long de cette longue aventure de science...et de bonheur.

*Heureux celui qui a pu pénétrer aux causes secrètes des choses.....*

## SOMMAIRE

Liste des figures

Liste des tableaux

Annotations

Introduction Générale 01

**CHAPITRE I – SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE**

Introduction 04

**I.1. Thermomécanique des milieux continus 04**

I.1.1. Equations et hypothèses simplificatrices 04

I.1.2. Lois de comportement à chaud 07

I.1.3. Types de lois de comportement 08

I.1.3.1. Modèle de Kocks & Mecking (*KM*) 08

I.1.3.2. Modèle de Bergström-Yoshie-Laasraoui-Jonas 09

I.1.3.3. Modèle de Gottstein *et al.* 12

**I.2. Notions fondamentales sur l'évolution microstructurale en déformation à chaud 12**

I.2.1. Sous-structures de déformation à chaud 14

I.2.2. Mécanismes d'évolution microstructurale en mise en forme à chaud 17

I.2.2.1. Restauration dynamique 17

I.2.2.2. Recristallisation dynamique 18

**I.3. Exemples d'évolutions microstructurales d'alliages de nickel en déformation à chaud 21**

Conclusions 29

**CHAPITRE II – MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

Introduction 31

**II.1. Matériaux 31**

II.1.1. Elaboration des matériaux modèles 31

II.1.2. Préparation des éprouvettes de torsion 33

**II.2. Comportement mécanique à chaud 33**

II.2.1. Essais de torsion 33

II.2.2. Dépouillement des essais 38

**II.3. Caractérisation des microstructures 39**

II.3.1. Métallographie 39

<b>II.3.2. Microscopie électronique à balayage et EBSD</b>	40
<b>II.3.2.1. Principe de mesure</b>	41
<b>II.3.2.2. Indexation des diagrammes EBSD</b>	41
<b>II.3.2.3. Dispositif expérimental et acquisition EBSD</b>	45
<b>II.3.2.4. Paramètres d'entrée statistiques de traitement des cartes EBSD</b>	47
<b>II.3.2.5. Présentation des résultats microstructuraux et choix des indicateurs</b>	49
<b>II.3.3. Etude de l'effet de la déformation sur les microstructures et microtextures</b>	50
<b>Conclusions</b>	52
<b>CHAPITRE III – RHEOLOGIE</b>	
<b>Introduction</b>	53
<b>III.1. Courbes contrainte-déformation</b>	53
<b>III.2. Effet durcissant du niobium en solution solide</b>	57
<b>III.3. Calcul des paramètres rhéologiques</b>	57
<b>III.3.1. Paramètres de la loi pseudo plastique</b>	57
<b>III.3.1.1. Sensibilité à la vitesse de déformation</b>	57
<b>III.3.1.2. Sensibilité à la température-énergie d'activation apparente <math>Q</math></b>	58
<b>III.3.1.3. Equivalence température-vitesse de déformation</b>	61
<b>III.4. Modélisation empirique du comportement mécanique des alliages Ni-Nb</b>	65
<b>III.4.1. Mécanismes d'écrouissage et de restauration dynamique</b>	65
<b>III.4.2. Influence du soluté, vitesse de déformation et la température sur les paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique</b>	71
<b>III.4.3. Equations de base et relation entre les deux modèles YLJ et PW</b>	72
<b>III.4.4. Exemples d'ajustement direct et indirect de la loi PW de l'alliage Ni-1%Nb</b>	75
<b>Conclusions</b>	77
<b>CHAPITRE IV – MICROSTRUCTURES ET MICROTERTURES</b>	
<b>Introduction</b>	78
<b>IV. Etats structuraux initiaux des alliages d'étude</b>	78
<b>IV.1. Comparaison des évolutions microstructurales des alliages Ni-Nb déformés à chaud</b>	78
<b>IV.1.1. Recristallisation dynamique discontinue (DDRX)</b>	72
<b>IV.1.2. Recristallisation dynamique continue (CDRX)</b>	85
<b>IV.1.3. Convergence discontinue-continue-Géométrique (DDRX-CDRX-GDRX)</b>	86

<b>IV.2. Comparaison des évolutions microtexturales des alliages Ni–Nb déformés dans les conditions <math>\varepsilon = 5-900^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}</math></b>	90
IV.2.1. Effet du niobium sur la texture	91
IV.2.2. Effet de la température et de la vitesse de déformation sur les microtextures	92
IV.2.3. Effet de la déformation sur les microstructures et les microtextures	92
<b>IV.3. Estimation de la taille des grains</b>	101
IV.3.1. Effet de la température et la vitesse de déformation sur la taille de la structure déformée au régime stationnaire	101
IV.3.2. Comparaison des deux méthodes utilisées pour la quantification de la taille des grains	104
<b>IV.4. Dépendance rhéologie-microstructures "Relation Derby"</b>	104
<b>Conclusions</b>	109

## CHAPITRE V – MODELISATION DE LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE DISCONTINUE – EXPLOITATION ET VALIDATION –

<b>Introduction</b>	110
<b>V.1. Equations constitutives du modèle DDRX</b>	111
V.1.1. Equation de migration des joints de grains	111
V.1.2. Equation d'évolution de la densité de dislocations	113
V.1.3. Equation de germination	114
V.1.4. Dépendances des paramètres en fonction de la température et la vitesse de déformation	115
<b>V.2. Généralités sur le modèle et l'évolution des grains</b>	116
V.2.1. Différentes approches du modèle	116
V.2.2. Allure qualitative de la densité de dislocations et de la taille des grains	117
<b>V.3. Régime stationnaire</b>	117
V.3.1. Caractéristiques spécifiques du régime stationnaire	117
V.3.1.1. Postulat d'ergodicité	117
V.3.1.2. Densité moyenne de dislocations	119
V.3.1.3. Equation de germination	119
V.3.2. Formulation analytique du modèle utilisant la loi puissance (PW)	119
V.3.3. Prédications relatives au régime transitoire DDRX	121

<b>V.4. Application au cas des alliages modèles Ni–Nb</b>	122
<b>Conclusions</b>	127
<b>CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES</b>	129
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b>	133
ANNEXE A	142
ANNEXE B	143
ANNEXE C	144
ANNEXE D	146
ANNEXE E	147

## LISTE DES FIGURES

## Chapitre I

- Figure I.1** : Gammes de vitesses de déformation imposées en mise en forme et gammes accessibles par les méthodes d'essais conventionnels 05
- Figure I.2** : Transferts et familles de dislocations du modèle de Kocks & Mecking 11
- Figure I.3** : Valeurs expérimentales et théoriques du paramètre " $r$ " en fonction de la température pour l'aluminium pur, le cuivre pur, l'acier austénitique 18-8, et le fer- $\alpha$  11
- Figure I.4** : Dépendance des paramètres rhéologiques  $h$  et  $r$  en fonction de la température et de la vitesse de déformation. (a)  $h$  ; (b)  $r$  13
- Figure I.5** : Représentation de familles de dislocations et des mécanismes de transfert associés selon le modèle de Gottstein *et al* 13
- Figure I.6** : Schéma de l'arrangement des trois types de dislocations se rapportant au modèle de Gottstein *et al* 15
- Figure I.7**: Observation au MET d'une microstructure d'un alliage Al-1%Mn, déformé par compression plane (*Channel-die*) dans les conditions :  $450^{\circ}\text{C}/1\text{s}^{-1}/79\%$  15
- Figure I.8** : Représentation schématique de la restauration dynamique au cours de la déformation à chaud 16
- Figure I.9** : Représentation schématique des différentes étapes de la recristallisation : (a) état entièrement recuit d'un métal polycristallin ; (b) état amorphe d'un échantillon déformé à froid (boite noire) ; (c) interprétation récente de l'état précédent (contrôle de la microstructure) ; (d) microstructure recristallisée ; (e) état recristallisé (en post-dynamique) 16
- Figure I.10** : Représentations schématiques de la recristallisation statique et dynamique en fonction du type de la déformation: (a) recristallisation statique (*SRX*) après une déformation plastique à froid (*CW*) ; (b) recristallisation dynamique au cours de grandes déformations à chaud (*HW*) induisant une microstructure stationnaire (*SS*) 22
- Figure I.11** : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation dans un métal ou alliage à faible *EDE* 22
- Figure I.12** : Représentation schématique des évolutions microstructurales associées à des courbes présentant un seul et plusieurs maxima 23
- Figure I.13** : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation dans un métal ou alliage à forte *EDE* 23
- Figure I.14** : Représentation schématique d'un pincement des joints de grains initiaux : (a) quand l'épaisseur du grain se rapproche d'environ deux fois la taille des sous-grains ; (b) détachement de protubérances formant de petits grains 24



- Figure I.15** : Représentation schématique des microstructures à différents états : (a) état initial; (b) état faiblement déformé ; (c) état fortement déformé 24
- Figure I.16** : Elongation et ondulation des joints de grains initiaux avec la déformation 24
- Figure I.17** : Micrographie d'un alliage Al-5%Mg montrant différents degrés d'ondulations en (a et b) et jusqu'au détachement du grain initial en (c) 25
- Figure I.18** : Microstructures de l'alliage *Nimonic* 80a<sup>®</sup> déformé à  $\dot{\epsilon} = 0,1 s^{-1}$  montrant le mécanisme de *bulging* des joints de grains initiaux (flèches) : (a)  $\epsilon=0,37$  ; (b)  $\epsilon=0,73$  c (c)  $\epsilon=1,13$  25
- Figure I.19** : Evolution des microstructures de l'*Inconel* 625<sup>®</sup> déformé à  $\dot{\epsilon} = 0,1 s^{-1}$  et  $\epsilon = 0,7$  et à différentes températures : (a) T=900°C ; (b) T=950°C ; (c) T=1000°C ; (d) T=1050°C ; (e) T=1100°C ; (f) T=1150°C ; (g) T=1200°C 26
- Figure I.20** : Effet de la vitesse de déformation sur les courbes contrainte déformation : (a) nickel pur, T=934°C ; (b) Ni-20%Fe , T=1107°C 27
- Figure I.21** : Prédiction de la recristallisation synchronisée et assynchronisée à partir des courbes contrainte-déformation (modèle de *Luton* et *Sellars* [41]) : (a)  $\epsilon_c > \epsilon_x$  ; (b)  $\epsilon_c < \epsilon_x$  28
- ## Chapitre II
- Figure II.1** : Diagramme partiel de phases Ni-Nb 34
- Figure II.2** : Eprouvettes de torsion : (a) dimensions normalisées ; (b) vue de coupe 34
- Figure II.3** : Four de chauffage intégré à la machine de torsion utilisé pour la déformation des échantillons (Laboratoire SMS, Ecole des Mines de Saint-Etienne) 35
- Figure II.4** : Représentation cinématique de l'essai de torsion 37
- Figure II.5** : Schématisation des différentes zones de l'échantillon (partie centrale de l'éprouvette de torsion) analysées au moyen de microscope optique et du MEB-EBSD 37
- Figure II.6** : Vue par caméra infrarouge de l'intérieur de la chambre du microscope électronique de type MEB-FEG JEOL6500F 42
- Figure II.7** : Procédure d'indexation des diagrammes EBSD : (a) définition des paramètres  $(\rho, \theta)$  ; (b) construction schématique de la transformée de *Hough* 42
- Figure II.8** : Différentes étapes relatives à l'indexation des diagrammes : (a) diagramme de diffraction ; (b) transformée de *Hough* correspondante ; (c) détection des points lumineux ; (d) diagramme de diffraction avec coloration des lignes correspondant aux points lumineux ; (e) diagramme indexé 43
- Figure II.9** : Principe de la technique de l'EBSD (*Electron Back Scattering Diffraction*) 43
- Figure II.10** : Schéma de la diffraction des électrons rétrodiffusés par un plan  $(hkl)$  et de la formation d'une bande de *Kikuchi* lors d'une analyse par EBSD 46

**Figure II.11** : Codes couleur de représentation des orientations cristallographiques dans les cartographies : (a) composantes en torsion ; (b) parois de sous-joints, joints de grains et joints de macles 48

**Figure II.12** : Choix des taux de déformation pour la caractérisation des microstructures et microtextures en profondeur de deux alliages Ni–2%Nb et Ni–10%Nb déformés aux conditions :  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,3 s^{-1} - 900-1000 \text{ } ^\circ\text{C}$  51

### Chapitre III

**Figure III.1** : Courbes contrainte déformation des alliages Ni–Nb déformés en torsion à différentes températures et à  $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ : (a) Ni pur, (b) Ni–0,01%Nb, (c) Ni–0,1%Nb, (d) Ni–1%Nb, (e) Ni–2%Nb, (f) Ni–5 %Nb, (g) Ni–10%Nb 54

**Figure III.2** : Effet durcissant du niobium en solution solide dans les conditions  $\varepsilon = 5 - 800 - 900 - 1000^\circ\text{C} - \dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$  : (a) au maximum de la contrainte d'écoulement (b) au régime stationnaire de la contrainte d'écoulement ; les pentes des ajustements linéaires sont 0,42, 0,41 et 0,40 respectivement 55

**Figure III.3** : Exemples des diagrammes à l'échelle logarithmique ( $\sigma - \dot{\varepsilon}$ ), utilisés pour le calcul du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation pour les alliages Ni–Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - 800 - 900 - 1000^\circ\text{C}$ . (a) Ni–1%Nb; (b) Ni–2%Nb et (c) Ni–5%Nb 55

**Figure III.4** : Influence de la teneur en niobium sur les valeurs moyennes du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation ( $T=800-900-1000^\circ\text{C}$ ) au maximum  $m_M$  et au régime stationnaire de la contrainte d'écoulement  $m_S$ , l'ajustement des courbes a été établi selon l'Eq. 3 59

**Figure III.5** : Exemples des diagrammes  $\ln(\sigma - (1/T))$  utilisés pour le calcul de l'énergie d'activation thermique apparente des alliages Ni–1%Nb; Ni–2%Nb et Ni–5%Nb déformés dans les conditions :  $\varepsilon = 5$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$  59

**Figure III.6** : Evolution de l'énergie d'activation au maximum et au régime stationnaire en fonction de la teneur en Nb pour les alliages déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - 800 - 900 - 1000^\circ\text{C} - \dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ . Les chiffres indiquent les intervalles de confiance de 95% calculées à partir des données de  $Q$  obtenues en faisant varier la vitesse de déformation 62

**Figure III.7** : Relation entre le paramètre de *Zener Hollomon* ( $Q_M$  est pris égal à  $200 \text{ kJ mol}^{-1}$  dans le but de comparer les alliages) et la contrainte d'écoulement (normalisée par le module de cisaillement du Ni pur) pour la série d'alliage Ni–Nb à  $\varepsilon = 5 - 800 - 900 - 1000^\circ\text{C} - \dot{\varepsilon} = 0,03 - 0,1 - 0,3 s^{-1}$ : (a) au maximum ; (b) au régime stationnaire 63

**Figure III.8** : Comparaison des résultats expérimentaux pour l'exemple de l'alliage Ni–2%Nb déformé à la température  $1000^\circ\text{C}$  et à différentes vitesses de déformation avec les prédictions données par les modèles d'YLJ et PW : (a)  $\dot{\varepsilon} = 0,03 s^{-1}$ ; (b)  $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ ; (c)  $\dot{\varepsilon} = 0,3 s^{-1}$ . 67

**Figure III.9** : Evolution du coefficient de restauration dynamique  $r$  en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages Ni–1%Nb, Ni–2%Nb et Ni–5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - 800 - 900 - 1000^\circ\text{C}$  : (a) Ni–1%Nb ;(b) Ni–2%Nb ;(c) Ni–5%Nb 67

**Figure III.10 :** Evolution du coefficient de restauration dynamique  $r$  en fonction de la température pour les alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,03 - 0,1 - 0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb 67

**Figure III.11 :** Evolution du coefficient d'écrouissage  $h$  en fonction de la température pour les alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,03 - 0,1 - 0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb 70

**Figure III.12 :** Evolution du coefficient d'écrouissage  $h$  en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - 800 - 900 - 1000^\circ\text{C}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb 70

**Figure III.13 :** Evolution de  $\sigma_{\infty}$  en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - 800 - 900 - 1000^\circ\text{C}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb 70

**Figure III.14 :** Evolution de  $\sigma_{\infty}$  en fonction de la température pour les alliages Ni-1%, Ni-2% et 5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,03 - 0,1 - 0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb 73

**Figure III.15 :** Dépendance des paramètres rhéologiques en fonction de la teneur en niobium pour les alliages déformés à différentes températures (800, 900, 1000°C) et vitesses de déformation (0,03 ; 0,1 ; 0,3  $\text{s}^{-1}$ ) : (a)  $h$  (écrouissage expérimental et modèle selon l'Eq III.25) ; (b)  $r$  (restauration dynamique expérimentale et modèle selon l'Eq III.26) 73

**Figure III.16 :** Comparaison des résultats expérimentaux de l'alliage Ni-1%Nb déformé à 1000 °C et à différentes vitesses de déformation avec ceux prédit par le modèle PW. PW1 : Méthode d'ajustement direct, PW2 : Méthode d'ajustement indirect (calculé) : (a)  $\dot{\varepsilon} = 0,03 \text{ s}^{-1}$  ; (b)  $\dot{\varepsilon} = 0,3 \text{ s}^{-1}$  76

**Figure III.17 :** Comparaison des résultats expérimentaux de l'alliage Ni-1%Nb déformé à 1000 °C pour différentes vitesses de déformation avec ceux prédits par les modèles PW-YLJ : (a)  $\dot{\varepsilon} = 0,03 \text{ s}^{-1}$  ; (b)  $\dot{\varepsilon} = 0,3 \text{ s}^{-1}$  76

## Chapitre IV

**Figure IV.1 :** Microstructures optiques des 7 alliages d'étude à l'état initial: (a) Ni pur ( $D_m=892 \mu\text{m}$ ) ; (b) Ni-0,01%Nb ( $D_m=168 \mu\text{m}$ ) ; (c) Ni-0,1%Nb ( $D_m=119 \mu\text{m}$ ) ; (d) Ni-1%Nb ( $D_m=89 \mu\text{m}$ ) ; (e) Ni-2%Nb ( $D_m=76 \mu\text{m}$ ) ; (f) Ni-5%Nb ( $D_m=40 \mu\text{m}$ ) ; (g) Ni-10%Nb ( $D_m=41 \mu\text{m}$ ) 80

**Figure IV.2 :** Microstructures des alliages Ni-Nb à l'état initial obtenues par l'EBS : (a) Ni-0,1%Nb ( $D_m=41 \mu\text{m}$ ) ; (b) Ni-1%Nb ( $D_m=32 \mu\text{m}$ ) ; (c) Ni-2%Nb ( $D_m=19 \mu\text{m}$ ) ; (d) Ni-5%Nb ( $D_m=17 \mu\text{m}$ ) ; (e) Ni-10%Nb ( $D_m=24 \mu\text{m}$ ) 81

**Figure IV.3 :** Cartographies EBSD et diagrammes de désorientations des différentes zones de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5 - 800^\circ\text{C} - 0,1 \text{ s}^{-1}$  : (a) *Bord* (1), (b) *Centre* ; (c) *Périphérie* (cartographie de répartition des parois ( $LAB, HAB$ )) ; (d) *Périphérie* (cartographie d'orientation) 83

**Figure IV.4 :** Evolution de la microstructure sur le *Bord 2* de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois ; (b) détail issu du rectangle; (c) diagramme de désorientations des parois 87

**Figure IV.5 :** Cartographie (EBSD) et diagrammes de désorientation de l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions :  $1000^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois (*LAB, HAB*) ; (b) histogramme de désorientation des parois 88

**Figure IV.6 :** Histogrammes de distribution de la taille de grains (cartographies EBSD) sur les différentes zones de l'échantillon de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  selon la méthode de mesure ECD : (a) *Bord (1)* ; (b) *Centre* ; (c) *Périphérie* ; (d) *Bord (2)* 89

**Figure IV.7 :** Histogrammes de distribution de la taille de grains (cartographies EBSD) de l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions  $\varepsilon = 5-1000^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  selon la méthode de mesure ECD 89

**Figure IV.8 :** Evolution de la microstructure de la *Zone (1)* de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois ; (b) cartographie d'orientation ; (c) histogramme de désorientation des parois 93

**Figure IV.9 :** Evolution de la microstructure dans la *Zone (2)* de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois ; (b) cartographie d'orientation 93

**Figure IV.10 :** Evolution de la microstructure dans la *Zone (3)* de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois ; (b) cartographie d'orientations ; (c) histogramme de désorientation des parois 94

**Figure IV.11 :** Evolution de la taille de grain dans les différentes zones de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) *Zone (1)* ; (b) *Zone (2)* ; (c) *Zone (3)* 94

**Figure IV.12 :** Comparaison des évolutions de la fraction volumique pour chaque composante de texture en fonction de la teneur en Nb des alliages Ni-Nb déformés dans les conditions :  $\varepsilon = 5-900^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  : (a) état initial ; (b) état déformé. \*données obtenues par l'EBSD et recalculées à l'aide du programme Volfrac 95

**Figure IV.13 :** Evolution de la microstructure et la microtexture (Figure de pôles  $\langle 111 \rangle, \langle 100 \rangle, \langle 110 \rangle$ ) en fonction de la teneur en niobium des alliages Ni-Nb déformés dans les conditions :  $\varepsilon = 5-900^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  : (a) Ni pur ( $D_{\text{equi}} = 34 \mu\text{m}, I_{\text{cpt}_m} = 70,6 \mu\text{m}$ ) ; (b) Ni-0,01%Nb ( $D_{\text{equi}} = 24 \mu\text{m}$ ) ; (c) Ni-0,1%Nb ( $D_{\text{equi}} = 6,5 \mu\text{m}, I_{\text{cpt}_m} = 12 \mu\text{m}$ ) ; (d) Ni-1%Nb ( $D_{\text{equi}} = 1,75 \mu\text{m}, I_{\text{cpt}_m} = 2,5 \mu\text{m}$ ) ; (e) Ni-2%Nb ( $D_{\text{equi}} = 1,25 \mu\text{m}, I_{\text{cpt}_m} = 3,74 \mu\text{m}$ ), (f) Ni-5%Nb ( $D_{\text{equi}} = 1,3 \mu\text{m}, I_{\text{cpt}_m} = 1,43 \mu\text{m}$ ) ; (f) Ni-10%Nb ( $D_{\text{equi}} = 0,63 \mu\text{m}, I_{\text{cpt}_m} = 0,65 \mu\text{m}$ ) 98

**Figure IV.14 :** Evolutions des microtextures pour le cas de 2 types d'alliages (Ni-2%Nb et Ni-1%Nb) en fonction de la température et de la vitesse de déformation : (a) – (c) : Ni-2%Nb :  $\varepsilon = 5-800-900-1000^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  ; (d) – (f) : Ni-1%Nb :  $\varepsilon = 5-900^{\circ}\text{C}-0,03-0,1-0,3 \text{ s}^{-1}$  100

**Figure IV.15 :** Cartographies des parois et histogrammes des désorientations en fonction de la déformation de l'alliage Ni-2%Nb testé dans les conditions de déformation  $900^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$ . (a)

Etat initial, (b) $\varepsilon = 0.5$ , (c) $\varepsilon = 1,67$ , (d) $\varepsilon = 2,5$	102
<b>Figure IV.16</b> : Comparaison de deux cartographies de désorientation de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions : $1000^{\circ}\text{C}-0.3 \text{ s}^{-1}$ : (a) $\varepsilon = 5$ ; (b) $\varepsilon = 1$	103
<b>Figure IV.17</b> : Evolution de la microtexture de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions : $900^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$ dans les domaines de consolidation, transitoire et stationnaire : (a) $\varepsilon = 0,5$ ; (b) $\varepsilon = 1$ ; (c) $\varepsilon = 1,67$	105
<b>Figure IV.18</b> : Evolution de la microtexture de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions : $1000^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$ dans les domaines de consolidation, transitoire et stationnaire : (a) $\varepsilon = 1$ ; (b) $\varepsilon = 1,67$ ; (c) $\varepsilon = 2,5$	106
<b>Figure IV.19</b> : Evolution de la microtexture de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions : $1000^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$ dans les domaines de consolidation, transitoire et stationnaire : (a) $\varepsilon = 0,5$ ; (b) $\varepsilon = 1$ ; (c) $\varepsilon = 1,67$ ; (d) $\varepsilon = 2,5$	107
<b>Figure IV.20</b> Evolution de la taille des grains ( $ECD$ ) à l'état initial et déformé en fonction de la teneur en Nb des matériaux testés dans les conditions $800, 900$ et $1000^{\circ}\text{C}-0,03$ et $0,1 \text{ s}^{-1}$ (régime stationnaire)	108
<b>Figure IV.21</b> : Evolution de la contrainte au régime stationnaire en fonction de la taille des grains pour toute la gamme des alliages Ni-Nb - Relation de <i>Derby</i>	108
<b>Chapitre V</b>	
<b>Figure V.1</b> : Représentation schématique d'un grain dans un agrégat	112
<b>Figure V.2</b> : Schématisation de l'évolution d'un grain : (a) en croissance quand $\rho_i \leq \bar{\rho}$ et (b) en décroissance quand $\rho_i > \bar{\rho}$	112
<b>Figure V.3</b> : Schématisation du mécanisme de l'adoucissement induit par la migration des joints de grains ( <i>BMIS</i> ) associé à la croissance du grain au cours de la <i>DDRX</i>	112
<b>Figure V.4</b> : Densité de dislocations (lignes pointillées) et taille des grains (lignes pleines) normalisées en fonction de la déformation au cours du régime stationnaire. Exemple des paramètres de l'acier <i>304L</i> déformé à $1050^{\circ}\text{C}$ et à deux vitesses de déformations $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	118
<b>Figure V.5</b> : Schématisation d'une courbe de restauration dynamique et de recristallisation	118
<b>Figure V.6</b> : Représentations schématiques de la taille du grain, de l'adoucissement et la fraction recristallisée du nickel pur déformé à $800^{\circ}\text{C}-0.1 \text{ s}^{-1}$ après validation par le modèle <i>DDRX</i>	124
<b>Figure V.7</b> : Evolution des paramètres du modèle <i>DDRX</i> en fonction de la teneur en niobium dans les conditions $\varepsilon = 5-800-900-1000^{\circ}\text{C}-\dot{\varepsilon} = 0,03-0,1-0,3 \text{ s}^{-1}$ : (a) mobilité des joints de grains ; (b) coefficient de germination	125

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau II.1</b> : Analyse chimique du Ni pur utilisé comme alliage de base (ppm, balance $\approx$ Ni)	31
<b>Tableau II.2</b> : Analyses chimiques des alliages étudiés	32
<b>Tableau II.3</b> : Méthodes d'analyse chimique des deux alliages Ni-0.1 Nb et Ni-1Nb	32
<b>Tableau III.1</b> : Valeurs moyennes de $m$ en fonction de la teneur en niobium selon la loi puissance au maximum et au régime stationnaire	58
<b>Tableau III.2</b> : Valeurs de $Q_{(\mu)}$ en fonction de la teneur en niobium dans différents alliages déformés à différentes vitesses de déformations	60
<b>Tableau III.3</b> : Valeurs de $m_r$ et $m_h$ en fonction de la teneur en niobium dans différents alliages déformés à différentes températures	69
<b>Tableau III.4</b> : Valeurs de $m_{r_{moy}}$ et $m_{h_{moy}}$ en fonction de la teneur en niobium	71
<b>Tableau III.5</b> : Valeurs de $r_0$ et $c_0$ en fonction de la température	72
<b>Tableau IV.1</b> : Quantification de la taille de la sous-structure dans les différentes zones de l'alliage Ni 2%Nb déformé dans les conditions : $\varepsilon = 5 - 800^\circ\text{C} - 0,1 \text{ s}^{-1}$ (Fig. IV.3)	84
<b>Tableau IV.2</b> : Quantification de la fraction des sous joints et des joints de grains à forte désorientation (régime stationnaire) dans les différentes zones de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions : $\varepsilon = 5 - 800^\circ\text{C} - 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (Fig. IV.3)	84
<b>Tableau IV.3</b> : Quantification de la taille de la sous structure sur le Bord 2 de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions $\varepsilon = 5 - 800^\circ\text{C} - 0,1 \text{ s}^{-1}$ ; (méthode de mesure ECD) (Fig. IV.4)	85
<b>Tableau IV.4</b> : Quantification de la taille de la sous-structure par les 2 méthodes de mesure de l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions $\varepsilon = 5 - 1000^\circ\text{C} - 0,3 \text{ s}^{-1}$ (Fig. IV.5)	86
<b>Tableau IV.5</b> : Quantification de la fraction des sous-joints et de joints de grain à forte désorientation (régime stationnaire) de l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions $\varepsilon = 5 - 1000^\circ\text{C} - 0,3 \text{ s}^{-1}$ (Fig. IV.5)	86
<b>Tableau IV.6</b> : Quantification de la taille des sous-structures dans les Zones (1) (2) et (3) de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions : $\varepsilon = 5 - 800^\circ\text{C} - 0,3 \text{ s}^{-1}$ (Fig. IV.8-10)	90
<b>Tableau IV.7</b> : Quantification de la fraction des sous-joints et joints de grain à forte désorientation (régime stationnaire) dans les Zones (1), (2) et (3) de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions : $\varepsilon = 5 - 800^\circ\text{C} - 0,3 \text{ s}^{-1}$ (Fig. IV.8-10)	91
<b>Tableau IV.8</b> : Comparaison des 2 méthodes de quantification de la taille des grains (intercept moyen et ECD) pour l'alliage Ni-2%Nb à l'état initial et déformé. à différentes conditions de température et de vitesse de déformation.	104

**Tableau V.1** : Différentes équations d'évolution de la densité de dislocations selon le modèle *DDRX*

## LISTE DES ANNEXES

- Figure A.1 :** Calcul de Fields et Backofen avec lissage préalable des données expérimentales Courbe brute couple-Nombre de tours, (b) courbe contrainte-déformation calculée (exemple de l'essai de torsion de l'alliage Ni-5%Nb déformé à  $900-0,03 s^{-1}$ ) 142
- Figure A.2:** Phénomènes issus de l'essai de torsion à chaud dans les conditions de déformation  $1000^{\circ}C-0,03s^{-1}$  : (a) effet d'hérissou sur une éprouvette de l'alliage Ni-5%Nb ; (b) micrographie optique de l'alliage Ni-2%Nb montrant des bandes de déformation 142
- Figure B.1:** Exemple de quantification de la taille du grain de l'échantillon Ni-2%Nb déformé dans les conditions :  $800^{\circ}C-0,1 s^{-1}$ : (a) micrographie optique (Olympus BX60 M) ; (b)-(c)-(d) analyses d'images à l'aide du logiciel "Analyse SYS" 143
- Figure C.1:** Exemple de prises des images par le Microscope électronique "ZEISS3" : (a) micrographie de l'alliage Ni-10%Nb déformé à  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,03 s^{-1}-1000^{\circ}C$  ; (b) même image l'entrée de la caméra indiquant les repères des projections de la surface de l'échantillon traitée ainsi que l'écran phosphore 144
- Figure C.2:** Exemples de cartographies de l'alliage Ni-10%Nb déformé à  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1} - 1000^{\circ}C$ : (a) contraste de bandes; (b) désorientations; (c) joints de macles; (d) texture des grains 144
- Figure C.3:** Exemple de reconstruction de grains d'une carte *EBSD* dans un alliage Ni-1%Nb déformé à  $800^{\circ}C-0,1s^{-1}$  145
- Figure C.4:** Exemple de détermination d'une taille d'intercepts horizontaux (alliage Ni-10%Nb déformé en torsion  $900^{\circ}C-0,1 s^{-1}$ ). Seuls les segments en bleu ou en jaune sont pris en compte ; en rouge apparaissent les segments non contenus entièrement dans un grain (généralement le cas en bordure de scan) 145
- Figure C.5:** Exemple de Carte *EBSD* présentant les joints de grains  $>15^{\circ}$  (noir) et les sous-joints (entre  $3^{\circ}$  et  $15^{\circ}$  en gris) - Alliage Ni-2%Nb déformé en torsion  $800^{\circ}C-0,1s^{-1}$  145
- Tableau D.1 :** Calcul de l'angle entre les orientations idéales moyennant le programme *DESO98.FOR* (définis par leurs angles d'Euler selon la convention de Bunge  $(\varphi_1, \varphi, \varphi_2)$ ) 146
- Figure E.1:** Courbes contrainte- déformation des alliages Ni-Nb à différentes températures et à une vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon} = 0,03s^{-1}$  : (a) Pure Ni ; (b) Ni-0,01%Nb ; (c) Ni-0,1%Nb ; (d) Ni-1%Nb ; (e) Ni-2%Nb ; (f) Ni-5%Nb ; (g) Ni-10%Nb 147
- Figure E.2:** Courbes contrainte-déformation des alliages Ni-Nb à différentes températures et à  $\dot{\varepsilon} = 0,3s^{-1}$  : (a) Pure Ni ; (b) Ni-0,01%Nb ; (c) Ni-0,1%Nb ; (d) Ni-1%Nb ; (e) Ni-2%Nb ; (f) Ni-5-%Nb ; (g) Ni-10%Nb 148



## Annotations

$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$	Tenseur des vitesses de déformation
$\underline{\underline{\sigma}}$	Tenseur des contraintes de Cauchy
$m_v(\underline{x}, t)$	Champs de masse volumique
$\underline{v}(\underline{x}, t)$	Champs de vitesse
$\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}, t)$	Champs de contrainte
$T(\underline{x}, t)$	Champs de température
$\Phi(\underline{x}, t)$	Champs de flux de chaleur
$E(\underline{x}, t)$	Champs d'énergie interne
$\underline{F}(\underline{x}, t)$	Champs de forces des actions extérieures
$r(\underline{x}, t)$	Champs de sources de chaleurs extérieures
$\underline{\underline{\lambda}}$	Tenseur des conductivités thermiques du matériau
$E_{el}$	Energie liée à la déformation élastique du réseau cristallin
$E_{pl}$	Energie liée à la déformation plastique, et à la densité de dislocations
$E_{th}$	Energie liée à l'agitation thermique du matériau
$\dot{E}_{th}$	Partie thermique de l'énergie interne
$C_p$	Capacité calorifique volumique ou massique du matériau
$\beta$	Coefficient de <i>Taylor–Quinney</i>
$\partial t$	Temps caractéristique de la sollicitation étudiée
$\sigma_0$	Limite d'élasticité
$T_m$	Température de fusion du matériau
$T_0$	Température de référence
$\sigma_i$	Contrainte au début de la recristallisation
$n$	Coefficient d'écrouissage (exposant de la <i>loi puissance Hollomon</i> ).
$m$	Sensibilité à la vitesse de déformation
$Q$	Energie d'activation apparente de la déformation du matériau
$Z$	Paramètre de <i>Zener-Hollomon</i>
$k$	Constante de Boltzmann
$b$	Vecteur de Burgers

---

$M$	Facteur d'orientation
$\mu(T)$	Module de cisaillement dépendant de la température
$h$	Paramètre de création de dislocations
$r$	Paramètre d'annihilation de dislocations
$D$	Taille moyenne des grains
$\alpha$	Constante proche de l'unité
$h(\varepsilon)$	Taux d'immobilisation de dislocations mobiles
$L$	Libre parcours moyen des dislocations
$D$	Coefficient de la diffusion des lacunes
$\xi$	Direction de ligne des dislocations
$\dot{\gamma}$	Vitesse de cisaillement
$\tau$	Contrainte résolue
$\tau_0$	Contrainte initiale de glissement du cristal
$(\varphi_1, \varphi, \varphi_2)$	Angles d'Euler
$\bar{\varepsilon}$	Déformation équivalente de von Mises
$(\varepsilon_c)$	Déformation de von Mises pour le déclenchement de la DRX
$(\varepsilon_x)$	Déformation additionnelle de von Mises nécessaire pour atteindre le régime stationnaire
$(\varepsilon_{\max})$	Déformation de von Mises au pic ou déformation correspondant au premier maximum
$X$	Fraction volumique des grains recristallisés
$CW$	Déformation plastique à froid
$HW$	Déformation plastique à chaud
$EDE$	Energie de défaut d'empilement
$BMIS$	Boundary migration induced softening
$EBSP$	Electron back scatter pattern
$DCE$	Méthode du diamètre du cercle équivalent
$D_i$	Diamètre du grain sphérique
$\rho_i$	Densité de dislocations à l'intérieur du grain sphérique
$H$	Paramètre de la loi puissance
$\nu$	Exposant de la loi puissance
$\xi$	Constante d'ajustement de la loi d'écroutissage
$h'$	Caractérise l'effet de l'écroutissage statique
$r'$	Caractérise l'effet de restauration statique
$dV$	Incrément de volume
$dt$	Incrément de temps

---

$p$	Constante positive de la loi de germination
$\dot{n}$	Taux classique de germination par unité de surface de joint
$\sigma_p$	Constante décrivant l'effet des solutés et des précipités
$Q_n$	Energie d'activation apparente du paramètre $n$
$Q_M$	Energie d'activation apparente du paramètre $M$
$m_h$	Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation du paramètre $h$
$Q_h$	Energie d'activation apparente du paramètre $h$
$m_r$	Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation du paramètre $r$
$Q_r$	Energie d'activation apparente du paramètre $r$
$m_v$	Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation du paramètre $V$
$Q_v$	Energie d'activation apparente du paramètre $V$
$\mathcal{E}_{end}$	Déformation correspondant à la fin de durée de vie du grain
$\rho_{end}$	Densité de dislocations correspondant à la fin de durée de vie du grain
$D^*$	Diamètre du grain normalisé
$f_{rex}$	Fraction recristallisée
$X$	Adoucissement fractionnel
$\sigma_{recov}$	Contrainte d'écoulement associée au premier stade d'écrouissage et de restauration dynamique, obtenue à partir de l'ajustement numérique à l'aide de l'équation de YLJ.
$\sigma_\infty$	Contrainte correspondant au régime stationnaire sur la courbe ajustée.

**INTRODUCTION  
GENERALE**

Les alliages à base de nickel sont connus pour leur capacité à maintenir de très bonnes propriétés (résistance mécanique et résistance à la corrosion) même à des températures élevées.

Parmi cette famille d'alliages, on compte l'*Inconel 718* qui représente à lui seul plus de la moitié de la production de ce type. Selon sa composition chimique, il se définit généralement par une forte teneur en chrome avec une addition de niobium (~5%) qui lui confèrent une bonne tenue au fluage lors de déformations ultérieures (forgeage). Il trouve son application dans divers domaines, tels que l'énergétique (turbines terrestres), la chimie et l'aéronautique (disques de turbines) etc. La mise en forme d'un disque de turbine consiste en une *mise en propriétés* à partir d'une *mise en structure* caractérisée par l'obtention d'une microstructure entièrement recristallisée et homogène à l'issue des traitements thermomécaniques, lui assurant de très hautes performances en service.

Dans ce contexte, de nombreux programmes de recherches ont été mis en œuvre en vue d'établir des relations entre les microstructures de ces alliages et les paramètres aussi bien qu'intrinsèques au matériau que ceux relatifs aux procédés de mise en forme à chaud.

Devant la complexité des phénomènes inhérents aux multiples évolutions microstructurales de ces matériaux en relation avec les paramètres technologiques (température, taux de déformation et vitesse de déformation) et la composition chimique, il en ressort qu'une étude menée sur des matériaux plus simples (composition chimique) dits *alliages modèles*, est à même de fournir des éléments de réponse assez suffisants sur leur comportement lors de la mise en forme à chaud. Ainsi, une meilleure compréhension des principaux mécanismes susceptibles d'y intervenir (phénomènes de recristallisation *dynamique* voire même *post-dynamique*) permettrait de mieux cerner et contrôler la genèse de ces microstructures. C'est dans ce but que dans une première approche, il est intéressant de se proposer d'étudier l'influence du niobium en tant que soluté sur les mécanismes de la recristallisation du nickel pour ce type d'alliage. D'autre part et en perspective, il serait aussi utile de fournir une base de connaissances aux industriels pour pouvoir optimiser de façon fiable et adéquate les processus de mise en forme à travers une étude sur l'influence d'autres types d'éléments chimiques en solution solide, interstitiels (carbone) ou substitutionnels (chrome, molybdène...), voire même sous forme de précipités ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ). Les résultats, tant quantitatifs que qualitatifs, qui en découleraient, permettraient alors une meilleure maîtrise du comportement rhéologique des matériaux déformés à chaud.

L'étude menée dans ce présent travail, intitulée "***maîtrise et optimisation des microstructures des superalliages à base de nickel***", constitue une partie non moins importante d'un vaste programme de recherche déjà entamé au niveau du laboratoire SMS de l'École des Mines de Saint-Étienne et ce depuis plusieurs années.

De par son importance, ce projet a pu évoluer à travers des financements et de multiples supports :

- de l'Office Européen Aérospatial Recherche & Développement (EOARD) sous Contrats n°: FA8655-03-M-4061 et FA8655-06-M-4001.

- de l'Air Force Office of Scientific Research.

- du CNRS/DPGRF, l'Accord Programme : Projet n° SPI 21388.

- du Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique (MESRS) : Programme PNE.

Le contenu et la méthodologie de cette thèse sont articulés sur quatre cinq chapitres principaux:

- Le **Chapitre I** est consacré à une vaste étude bibliographique portant sur des généralités sur plusieurs catégories des modèles et de lois rhéologiques selon leur signification empirique et/ou physique. Les connaissances actuelles sur les mécanismes de la recristallisation dynamique (DRX) y sont exposées, incluant les modèles mésoscopiques de déformation à chaud issus de la littérature ou bien ceux antérieurement développés (centre SMS (Ecole des Mines de Saint-Étienne). Les notions fondamentales sur les mécanismes microstructuraux induits lors de la déformation à chaud (types de recristallisation dynamique, germination/croissance de grains, densité de dislocations, taille des grains et sous grains et désorientations des parois ainsi que l'influence de la température-vitesse de déformation), sont revues.

- Le **Chapitre II** se rapporte à la procédure d'élaboration des alliages modèles nickel niobium et aux techniques expérimentales utilisées lors du déroulement de cette étude. Les essais de torsion à chaud et les caractérisations microstructurales des matériaux d'étude utilisant différentes techniques (microscopie optique et électronique (MEB-EBSD) etc.) sont également exposés.

- Le **Chapitre III** correspond aux résultats expérimentaux sur la rhéologie qui sera abordée par l'introduction de quelques aspects rhéologiques relatifs aux alliages nickel-niobium ainsi que par l'étude de l'influence de quelques paramètres sur leur comportement mécanique. Ensuite, une analyse comparative des résultats expérimentaux issus de la littérature et ceux obtenus au laboratoire sera menée par le biais de l'introduction de deux lois de comportement semi empiriques : (i) loi de *Yoshie-Laasraoui-Jonas (YLJ)*, et (ii) *la loi puissance (PW)*. Cette partie sera enfin complétée par l'établissement d'une nouvelle formulation simple décrivant la correspondance entre ces deux types de modèles qui servira de support pour la prédiction directe

des paramètres de restauration dynamique et d'écrouissage sans pour autant passer par un ajustement des courbes obtenues.

- Le **Chapitre IV** se rapporte à l'évolution des *Microstructures et Microtextures* des alliages Ni-Nb déformés en torsion. Les divers résultats seront exposés selon différentes représentations en concordance avec les mécanismes induits par la déformation à chaud (recristallisation dynamique discontinue (*DDRX*), continue (*CDRX*) et géométrique (*GDRX*) ou bien à la combinaison de ces trois modes). Une description qualitative et quantitative sera donnée sur la recristallisation dynamique : densité des microstructures (désorientation des sous joints), taille des grains recristallisés et fraction surfacique de joints de macles. En outre, les paramètres caractéristiques de la recristallisation dynamique tels que l'effet du soluté, de la vitesse de déformation et de la température seront également pris en considération. Enfin, des résultats sur les évolutions microtexturales des alliages binaires Ni-Nb seront exposés qualitativement par le biais des figures de pôles et quantitativement par le calcul des fractions volumiques des principales composantes de texture susceptibles de se former.

- Dans le dernier **Chapitre V**, afin de bien concrétiser la réalité physique des phénomènes observés expérimentalement, une partie modélisation est introduite. L'utilisation du modèle relatif à la recristallisation dynamique discontinue (*DDRX*), exploité au laboratoire SMS, trouve ici son application de par sa performance en intégrant les phénomènes d'écrouissage-restauration, de nucléation et de migration de joints de grains. Les grandeurs caractéristiques du régime stationnaire et de la microstructure (taille moyenne des grains, densité moyenne de dislocations) seront ainsi déterminées. En outre, une approche consistant à évaluer à la fois la mobilité des joints de grains, le coefficient de germination ainsi que la contrainte au régime stationnaire, sera aussi proposée. En final, afin de valider les prédictions ainsi établies sur l'évolution de la taille de grain, de la fraction recristallisée et du taux d'adoucissement, une comparaison avec les résultats expérimentaux portant sur quelques alliages modèles sera effectuée.

Enfin, l'ensemble des résultats et conclusions seront synthétisés en vue des perspectives qui seront envisagées pour la continuité de cette étude dans le cadre du programme déjà initié.

**SYNTHESE**  
**BIBLIOGRAPHIQUE**



## Introduction

Dans une première partie de cette *synthèse bibliographique*, on commencera par présenter des rappels sur les notions fondamentales liées aux concepts de lois de comportement rhéologique pour exposer par la suite une synthèse des modèles rhéologiques existants et qui sont basés sur des formulations mathématiques à significations physiques différentes, faisant intervenir des variables internes caractéristiques d'une microstructure du matériau.

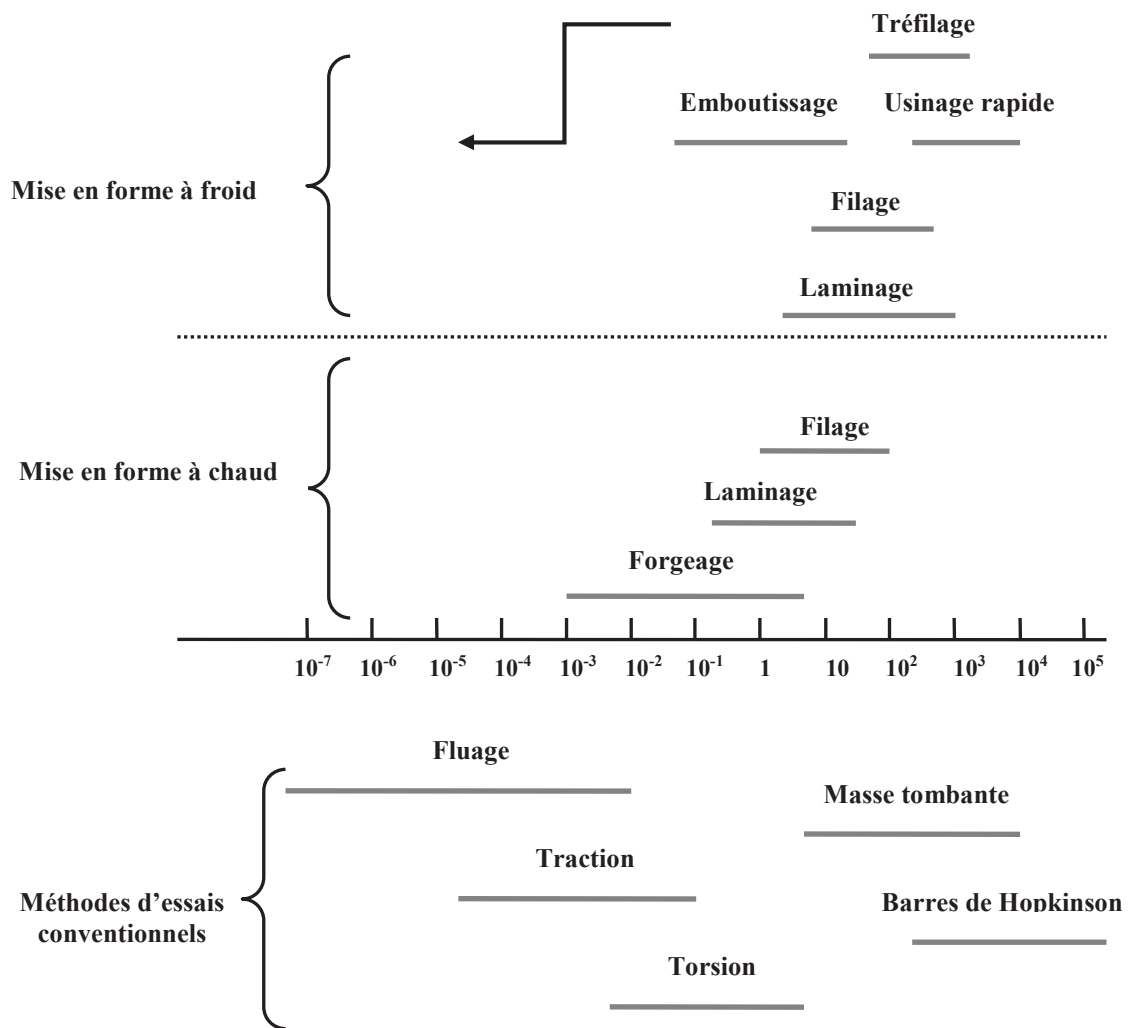
Dans une deuxième partie, tout au moins plus importante, on énoncera tout d'abord les notions fondamentales liées aux microstructures de déformation à chaud des matériaux métalliques. Cette tentative passe tout d'abord par la compréhension de la déformation plastique, du rôle et du mécanisme de la formation des dislocations et des sous structures et interfaces. Elle sera suivie par une description des mécanismes élémentaires liés à la recristallisation dynamique (discontinue, continue et géométrique) en conformité avec les relations qui leur sont associées : contrainte- déformations et paramètres microstructuraux (densité de dislocations, taille des grains et sous grains, désorientations des parois, etc.). Les résultats de travaux effectués antérieurement déterminés sur l'évolution microstructurale associée à la recristallisation dynamique de quelques alliages du nickel serviront de support de comparaison pour notre étude qui cible plus particulièrement la déformation plastique à chaud d'alliages modèles "*nickel niobium*".

## I.1. Thermomécanique des milieux continus

Les procédés de mise en forme des matériaux métalliques tels que le laminage, le forgeage, etc. font intervenir de grandes déformations plastiques au cours desquelles, une grande partie de l'énergie fournie est dissipée sous forme de chaleur. Plus la déformation est rapide, moins est l'énergie thermique dissipée. Si le matériau est supposé continu, avec un couplage entre les équations mécaniques et thermiques, on parle alors de thermomécanique des *milieux continus* [1] où la vitesse de déformation devient alors un paramètre très significatif. Les gammes de vitesses de déformation imposées dans la plupart des procédés courants de mise en forme et celles accessibles par les méthodes d'essais conventionnels sont portées en Fig. I.1 à titre indicatif.

### I.1.1. Equations et hypothèses simplificatrices

Un élément de matière  $\Omega$ , défini par sa frontière  $S$ , soumis à un chargement quelconque est supposé obéir aux quatre équations générales de la thermomécanique des milieux continus suivantes:



**Figure I.1** : Gammes de vitesses de déformation imposées en mise en forme et gammes accessibles par les méthodes d'essais conventionnels [2–3].

La conservation de la masse :

$$\int_{\Omega} m_v d\Omega = C^{te} \quad (I.1)$$

Le bilan de la quantité de mouvement :

$$\int_{\Omega} m_v \underline{F} d\Omega + \int_S \underline{\sigma} \underline{n} dS = \int_{\Omega} m_v \underline{\Gamma} d\Omega \quad (I.2)$$

Le bilan du moment cinétique :

$$\int_{\Omega} [(\underline{x} - \underline{x}_0) \wedge m_v \underline{F} - \underline{m}] d\Omega + \int_S (\underline{x} - \underline{x}_0) \wedge \underline{\sigma} \underline{n} dS = \int_{\Omega} (\underline{x} - \underline{x}_0) \wedge m_v \underline{F} - m_v \underline{\Gamma} d\Omega \quad (I.3)$$

Le bilan d'énergie :

$$\int_{\Omega} m_v \dot{E} d\Omega + \int_S \underline{\Phi} \underline{n} dS = \int_{\Omega} (m_v r + \underline{\sigma} : \dot{\underline{\epsilon}}) d\Omega \quad (I.4)$$

Ce système d'équations peut être simplifié dans le cas de la mise en forme des matériaux, au sens qu'en l'absence de champ magnétique extérieur, les sources de couple massique  $\underline{m}$  étant nulles, le tenseur des contraintes de Cauchy  $\underline{\sigma}$  est alors symétrique.

Compte tenu de ces hypothèses simplificatrices et du caractère de constance de la conservation de masse (Eq. I.1), ce système d'équations peut se réduire à 2 équations scalaires et 1 équation vectorielle pour lesquelles les inconnues sont les champs de masse volumique  $m_v(\underline{x}, t)$ , de vitesse  $\underline{v}(\underline{x}, t)$ , de contrainte  $\underline{\sigma}(\underline{x}, t)$ , de température  $T(\underline{x}, t)$ , de flux de chaleur  $\underline{\Phi}(\underline{x}, t)$  et d'énergie interne  $E(\underline{x}, t)$ . Les champs de forces des actions extérieures  $\underline{F}(\underline{x}, t)$  et de sources de chaleurs extérieures  $r(\underline{x}, t)$  sont supposés connus car ils font généralement partie des données du problème. Le système comportant ainsi 15 inconnues pour seulement 3 équations, nécessite alors 12 autres équations afin de résoudre entièrement ce système, on parle de problème de fermeture [1]. A l'inverse des bilans de la thermomécanique, ces nouvelles relations en dépendance étroite avec les caractéristiques physiques du matériau, sont appelées *lois de comportement*.

Une première loi de Fourier reliant le flux de chaleur à la température  $\underline{\Phi} = \underline{\lambda} \cdot \underline{\text{grad}}(T)$ , fournit déjà 3 équations pour le système initial.

L'énergie globale interne d'un élément de matière  $\Omega$  se décompose en 3 types d'énergie qui sont liées à la déformation élastique du réseau cristallin du métal ( $E_{el}$ ), à la déformation plastique et à la densité de dislocations du métal ( $E_{pl}$ ) et à l'agitation thermique du matériau ( $E_{th}$ ). L'énergie thermique pouvant être reliée à la température par  $\dot{E}_{th} = C_p \partial T / \partial t$ , celle élastique à l'énergie de déformation élastique par  $\underline{\sigma} : \dot{\underline{\epsilon}} = m_v \dot{E}_{el}$  et celle plastique pouvant se transformer soit en défauts cristallographiques (dislocations), soit en énergie thermique, on

obtient une relation supplémentaire qui permet de reformuler tout le système sous la forme des équations locales :

Conservation de la masse :

$$\frac{\partial m_v}{\partial t} + \text{div}(m_v \underline{v}) = 0 \quad (\text{I.5})$$

Bilan de la quantité du mouvement :

$$\text{div}(\underline{\sigma}) + m_v E = m_v \underline{\Gamma} \quad (\text{I.6})$$

Bilan d'énergie :

$$m_v C_p \frac{\partial T}{\partial t} - \lambda \Delta T = m_v r + \beta \underline{\underline{\sigma}} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_{pl} \quad (\text{I.7})$$

Où le coefficient de Taylor–Quinney  $\beta$  mesure la fraction du travail due à la déformation plastique qui se transforme en chaleur.

Il ne reste alors à déterminer que 6 relations indépendantes qui font appel à la loi de comportement qui relie la contrainte d'écoulement  $\underline{\underline{\sigma}}$  aux autres variables. L'étude et la forme de ces lois relève de la *rhéologie* qui étudie les relations entre les sollicitations mécaniques du milieu étudié (tenseur des contraintes  $\underline{\underline{\sigma}}$ ) et les déformations résultantes (tenseur des vitesses de déformation  $\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}$ ).

### **I.1.2. Lois de comportement à chaud**

La plupart des lois de comportement des matériaux (modèles tensoriels de Bodner Partom et Bammann dans la *référence* [1]) correspondent à un comportement isotrope pour lequel les tenseurs contraintes et vitesses de déformation peuvent être remplacés par les contraintes et les vitesses équivalentes de von–Mises notées  $\sigma$  et  $\dot{\epsilon}$ , respectivement. Une ou plusieurs *variables internes* (notée  $\alpha_i$ ) permettent de décrire plus explicitement l'histoire de la déformation du matériau ainsi que ses paramètres physiques associés (densité de dislocations, taille des grains, etc.). Sous ces hypothèses, une loi de comportement se réduit donc à expliciter les fonctions suivantes:

$$\sigma = \sigma(\dot{\epsilon}, T, \alpha_i) \quad (\text{I.8})$$

$$\alpha_i = \alpha_i(\sigma, \dot{\epsilon}, T, \alpha_j) \quad (\text{I.9})$$

En général, du fait que seules les lois d'évolutions des variables internes  $d\alpha_i/dt$  soient fournies, la détermination de la contrainte d'écoulement doit passer par l'intégration du système d'équations différentielles par rapport au temps. La forme de ces lois n'étant pas arbitraire, des restrictions sur les principes fondamentaux de leur formulation seront donc nécessaires [4–5].

### I.1.3. Types de lois de comportement

Les lois de comportement rhéologiques se divisent en plusieurs catégories [1] à savoir : (i) les modèles physiques qui sont appelés à simplifier au minimum les relations déduites de l'histoire de la déformation et des grandeurs caractéristiques de l'état physique du matériau, (ii) les modèles empiriques et phénoménologiques, (iii) les modèles semi physiques et (iv) les modèles incorporant des phénomènes physiques sous-jacents. Nous nous intéresserons dans cette partie qu'aux modèles physiques qui décrivent la rhéologie des métaux par l'intégration des variables internes (densité de dislocations, taille moyenne des grains, etc.) caractéristiques de la microstructure du matériau).

le calcul de la contrainte d'écoulement s'effectue par la relation :

$$\sigma = \sigma_0(\dot{\epsilon}, T) + \alpha\mu(T)b\sqrt{\rho_i} \quad (\text{I.10})$$

Dans les modèles les plus simples on distingue deux types de densités de dislocations selon que ces dernières soient mobiles  $\rho_m$  ou immobiles  $\rho_i$  contribuant respectivement à la déformation plastique du matériau et à son durcissement (forêt de dislocations). De manière générale, l'évolution de la densité des dislocations comporte un terme de création / écrouissage et un terme d'annihilation / restauration qui se trouvent en compétition et dont les mécanismes sont schématisés en Fig. I.2.

#### I.1.3.1. Modèle de KOCKS et MECKING (KM)

Kocks et Mecking [6–7] décrivaient l'évolution de la densité de dislocations mobiles (ou totale) par deux paramètres  $h$  et  $r$  associés respectivement à l'écrouissage et à la restauration dynamique du matériau selon l'expression:

$$\frac{d\rho}{d\epsilon} = h\sqrt{\rho} - r\rho \quad (\text{I.11})$$

Le terme lié à la création des dislocations correspond au stockage athermique des dislocations mobiles qui sont stoppées après avoir parcouru une distance proportionnelle à l'espacement moyen entre elles ( $\rho^{-1/2}$ ). La constante  $h$  est estimée proche de  $1/100\alpha\beta$  et le terme associé à leur annihilation est lié à la restauration dynamique du matériau qui est supposée être linéaire par rapport à  $\rho$ . Ce phénomène étant thermiquement activé (la constante  $r$  dépendante de la température et de la vitesse de déformation), les résultats expérimentaux se présenteraient sous la forme  $r = r_0(\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0)^{-1/n}$ . Le terme de restauration proposé par Kocks est de nature dynamique, c'est-à-dire lorsque la déformation cesse, le matériau ne subit plus d'adoucissement. C'est alors qu'Estrin et Kubin [9] proposèrent deux termes supplémentaires ( $r'/\dot{\epsilon}$ ) et  $h'$  qui tiennent compte à la fois de l'adoucissement du matériau (lors de son

refroidissement après la déformation à chaud) et de l'effet des précipités et particules de seconde phase ainsi que celui qui est dû aux grains de très petites tailles ( $d < 10/\sqrt{\rho}$ ), respectivement.

L'équation d'évolution globale s'écrit alors:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h' + h\sqrt{\rho} - r\rho - \frac{r'}{\dot{\varepsilon}} \quad (\text{I.12})$$

$$r' = r'_0 \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \sinh\left(\frac{C\sqrt{\rho}}{kT}\right) \quad (\text{I.13})$$

\* L'Eq. I.12 proposée par Kocks *et al.* correspond à la loi empirique de Voce (Eq. I.22, [8]) (énoncée plus bas).

Le modèle de Kocks & Mecking, utilisant une seule variable interne, a été jugé assez suffisant pour décrire un chargement monotone sans changement abrupt de vitesse de déformation [9], alors que la description de chargements discontinus, nécessitait l'introduction de deux variables internes  $\rho_i$  et  $\rho_m$  (densités de dislocations immobiles et mobiles). La première variable ( $\rho_i$ ) est de même nature que celle donnée par le modèle de Kocks tandis que la seconde ( $\rho_m$ ) est censée décrire un chargement plus complexe (discontinuités, cycles, etc.). Les équations d'évolution proposées sont de la forme:

$$\frac{d\rho_i}{d\varepsilon} = h + h'\sqrt{\rho_i} + h''\rho_m - r\rho_i \quad (\text{I.14a})$$

$$\frac{d\rho_m}{d\varepsilon} = -(h + h'\sqrt{\rho_i} + h''\rho_m) + C \frac{\rho_i}{\rho_m} \quad (\text{I.14b})$$

où  $h, h', h'', r, C$  sont des constantes.

Ces deux expressions correspondent aux différents processus de création et d'annihilation des dislocations décrits par les termes  $C \rho_i / \rho_m$  et  $r \rho_i$ , respectivement ; le transfert entre dislocations mobiles et immobiles étant  $h + h'\sqrt{\rho_i} + h''\rho_m$ .

### I.1.3.2. Modèle de BERGSTROM YOSHIE-LAASRAOUI-JONAS

Bergström *et al.* [10–13] se basant sur le constat qui stipule que dans le *Stade I* de la déformation à basse température (25–630)°C d'aciers ferritiques, l'écrouissage est supposé linéaire ( $\rho \approx \varepsilon$ ), ont proposé l'équation d'évolution suivante :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - r\rho \quad (\text{I.15})$$

où  $h(\varepsilon)$  est le taux d'immobilisation de dislocations mobiles et  $r(\dot{\varepsilon}, T)$  celui de la remobilisation de dislocations immobiles.

La constante d'écroissage  $h$  étant inversement proportionnelle au libre parcours moyen des dislocations  $L$  est exprimée par la relation:

$$h(\varepsilon) = \frac{m}{bL} \quad (\text{I.16})$$

où  $m$  est un facteur d'orientation ( $m = 2$  et  $m = 3,1$ ) pour des structures cubiques centrées et à face centrées, respectivement, et  $L$  est supposé constant dans ce cas (sous structure déjà formée).

Une expression décrivant la dépendance de  $r$  en température et vitesse de déformation a été proposée sur la base de cinq hypothèses : (1) le terme de restauration dynamique  $r$  se divise en parties thermique et athermique  $r = r_0 + r(\dot{\varepsilon}, T)$ , (2) la remobilisation de dislocations immobiles intervient surtout dans les murs de cellules d'écroissage, (3) le processus de cette remobilisation de dislocations immobiles est contrôlé par la diffusion de lacunes, (4) les lacunes diffusent vers les parois de cellules d'écroissage ou elles sont absorbées par la montée de dislocations, (5) la diffusion des lacunes est contrôlée par le mécanisme d'Einstein qui donne l'expression du coefficient de la diffusion des lacunes comme  $D = D_0 \exp(-Q/RT)$ .

Dans ce même contexte, des détails des calculs formulés par Bergström et Hallen [10] aboutissent à l'expression:

$$r = r_0 + \left( k n_0 \sqrt{2D_0} \right)^2 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) (\dot{\varepsilon})^{\frac{1}{3}} \quad (\text{I.17})$$

où  $n_0$  est la densité volumique de lacunes et  $k$  un facteur de proportionnalité.

Cette expression a été corroborée par Bergström et Roberts [11] lors d'expérimentations sur l'aluminium pur, le cuivre pur, l'acier austénitique 18–8 et du fer  $\alpha$  (Fig. I.3). Par ailleurs, Yoshie *et al.* [12], reprenant la même expression d'évolution (Eq. I.15) pour l'étude de la déformation à chaud d'aciers austénitiques, ont pu établir la dépendance des paramètres  $h$  et  $r$  selon les expressions:

$$h = h_0 \exp\left(-\frac{Q_h}{RT}\right) \quad (\text{I.18})$$

$$r = r_0 D_0^{n_r} \dot{\varepsilon}^{m_r} \exp\left(-\frac{Q_r}{RT}\right) \quad (\text{I.19})$$

où  $h_0, r_0, m_r, n_r$  sont des constantes.

Ces mêmes expressions ont été validées par des observations expérimentales sur la déformation d'un acier allié au Nb et au B (Fig. I.4, [13]).

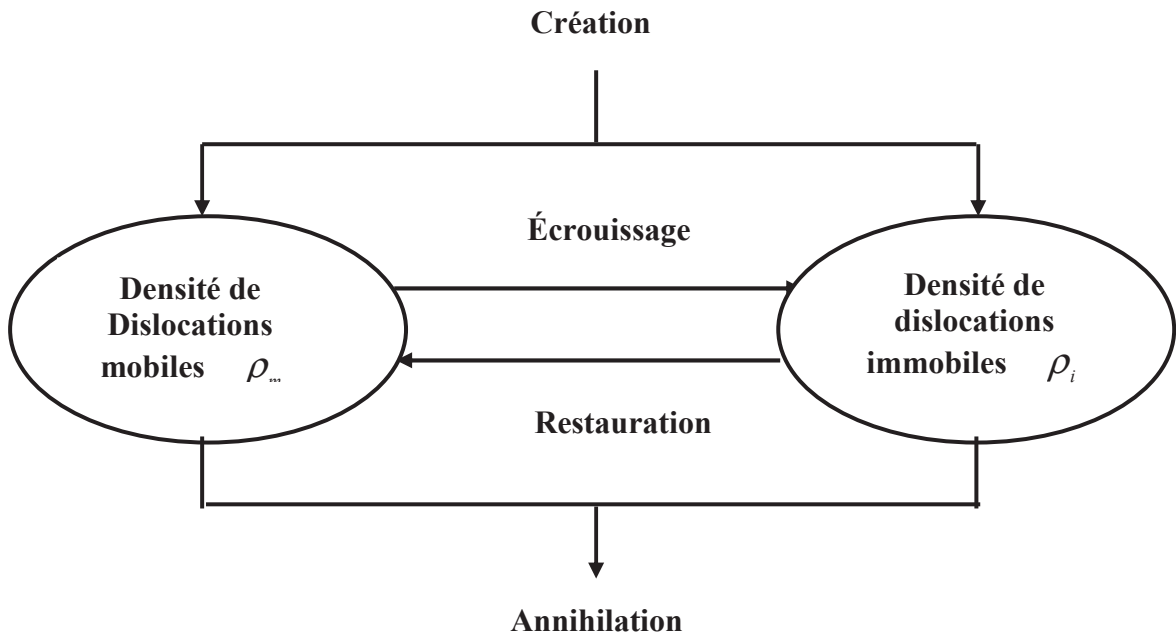


Figure I.2 : Transferts et familles de dislocations relatifs au modèle de Kocks & Mecking [6–7].

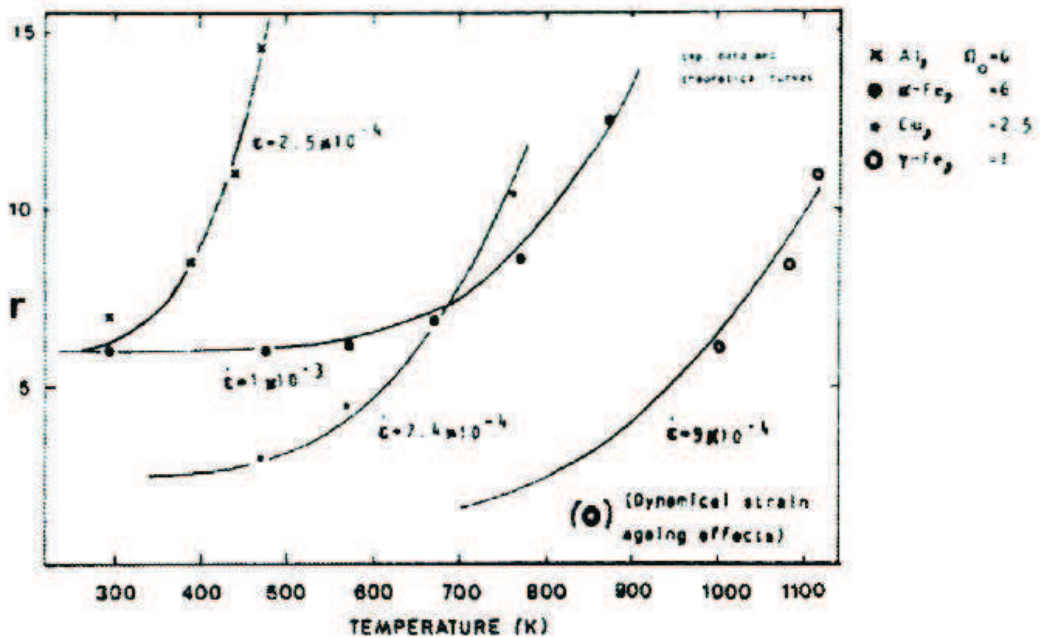


Figure I.3 : Valeurs expérimentales et théoriques du paramètre  $r$  en fonction de la température pour l'aluminium pur, le cuivre pur, l'acier austénitique 18–8, et le fer- $\alpha$  [9].



**II.1.3.3. Modèle de GOTTSTEIN *et al.***

Dans ce modèle, la microstructure de l'aluminium a été traduite par Roters *et al.* (Fig. I.5, [14,15]) par l'introduction de trois variables internes qui sont  $\rho_m$  (densité de dislocations mobiles),  $\rho_\omega$  (densité dans les joints de grains ou murs des cellules de dislocations) et  $\rho_i$  (densité de dislocations immobiles à l'intérieur des grains) pour aboutir à l'expression généralisée suivante.

$$\dot{\rho}_x = \dot{\rho}_x^+ - \dot{\rho}_x^- \quad (I.20)$$

Dans cette expression, chacune de ces variables suit une évolution en termes de création et d'annihilation de dislocations et où  $x=i, m$  ou  $\omega$ .

La contrainte d'écoulement est déterminée en fonction de la contribution des dislocations immobiles dans les grains et dans les joints de grains comme il suit:

$$\sigma_{th} = f_i \alpha \mu b \sqrt{\rho_i} + f_\omega \alpha \mu b \sqrt{\rho_\omega} \quad (I.21)$$

où  $f_i$  et  $f_\omega$  sont les fractions volumiques de dislocations immobiles dans les grains et dans les joints de grains, respectivement.

La partie athermique de la contrainte d'écoulement peut être choisie arbitrairement parmi les lois empiriques ou quasi-statiques classiques de *Ludwik*, *Hollomon*, *Swift* ou celle de *Voce* [1] qui est exprimée selon la relation :

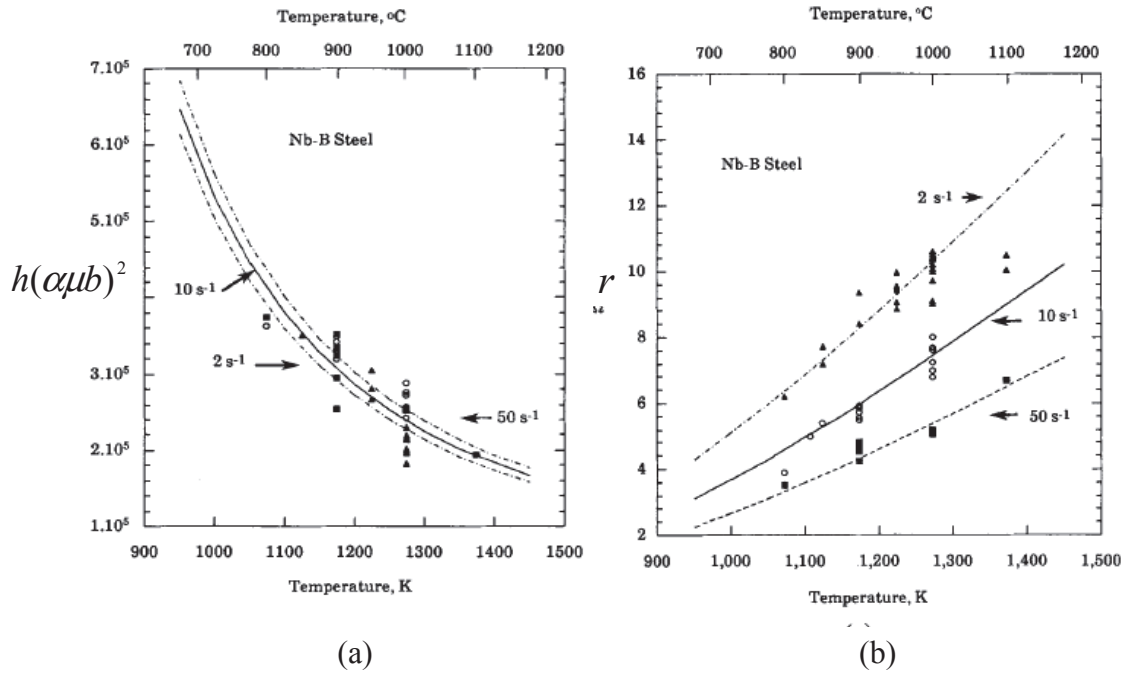
$$\sigma = \sigma_s + (\sigma_0 - \sigma_s) \exp\left(-\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}\right) \quad (I.22)$$

où  $\sigma_s = \alpha \mu b h/r$  est la contrainte à l'état stationnaire ; les paramètres  $\varepsilon_0 = 2/r$  et  $\sigma_0 = \alpha \mu b \sqrt{\rho_0}$  sont les constantes initiales du matériau.

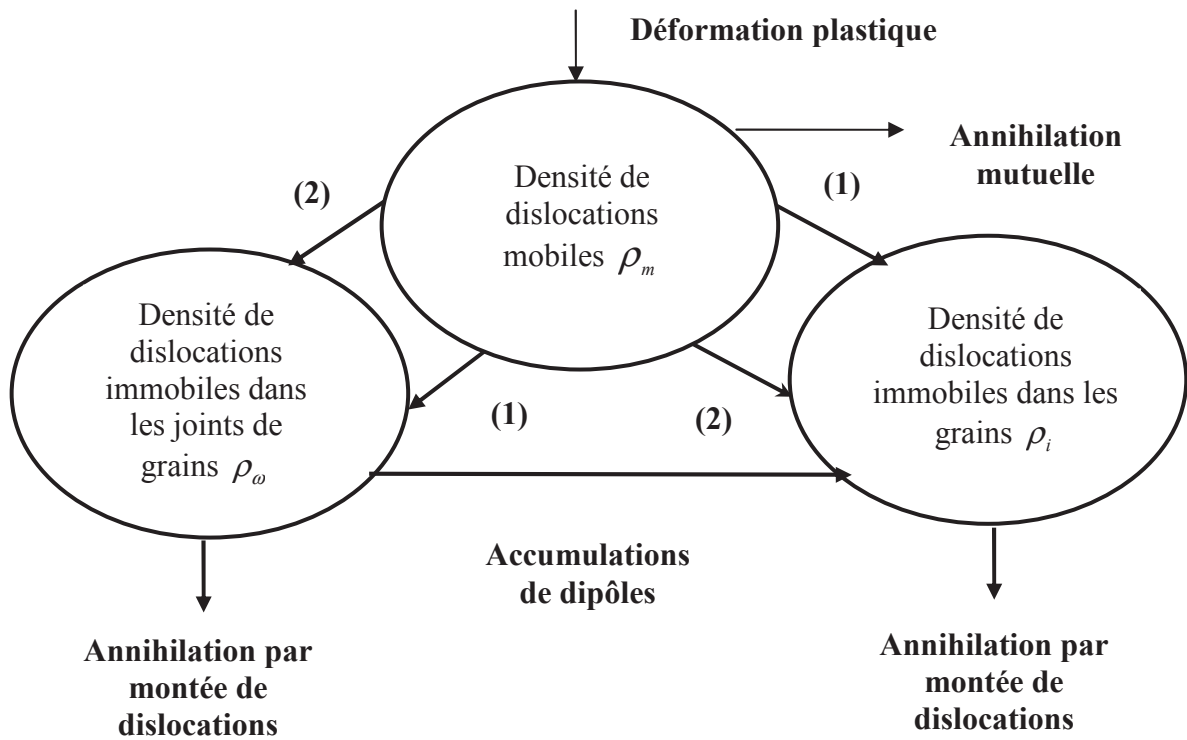
Les différentes familles de dislocations ainsi que les mécanismes qui leur sont associés sont présentés en Fig. I.6 et les différents mécanismes de transfert, de création et d'annihilation des dislocations ainsi que les équations d'évolutions sont détaillés dans la Référence [17].

**I.2. Notions fondamentales sur l'évolution microstructurale en déformation à chaud**

Au cours des traitements thermomécaniques des métaux, on distingue divers processus indépendants tels que l'écrouissage, la restauration, la recristallisation et les changements de phases. Les mécanismes de l'évolution microstructurale de la recristallisation dépendent des processus de restauration et d'écrouissage qui, à leur tour, sont fonction des conditions de déformation et de l'orientation initiale des grains [17–19].



**Figure I.4 :** Dépendance des paramètres rhéologiques  $h$  et  $r$  en fonction de la température et de la vitesse de déformation. (a)  $h$  ; (b)  $r$  [13].



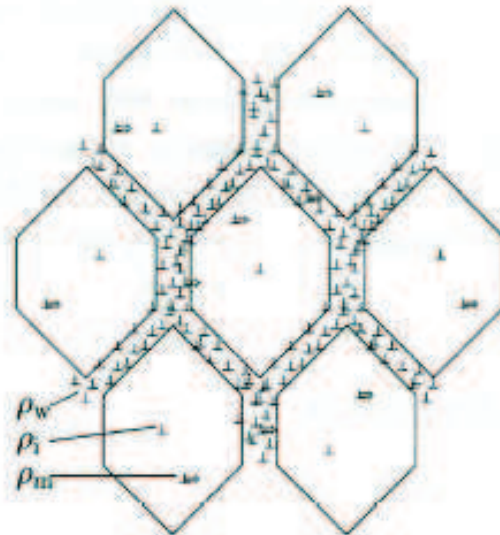
**Figure I.5 :** Représentation de familles de dislocations et des mécanismes de transfert associés selon le modèle de *Gottstein et al.* [13].

L'objectif de cette section étant de fournir des descriptions générales, tant qualitatives que quantitatives, sur l'évolution des sous structures au cours de la déformation à chaud, il devient nécessaire de prendre en compte de nombreux paramètres tels que (i) (taux-vitesse-température) de déformation, (ii) les éléments d'alliages, (iii) (l'orientation, la forme et la taille) des grains initiaux et (iv) l'énergie de défauts d'empilement (*EDE* ou *SFE* (*Stacking Fault Energy*)).

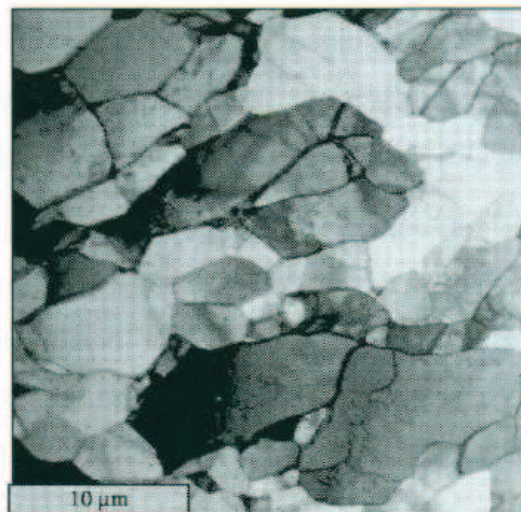
A l'échelle microscopique, la déformation imposée aux matériaux à forte *SFE* peut être accommodée par le glissement des dislocations qui s'organisent pour former des cellules aux parois bien définies alors que pour les matériaux à faible *SFE*, l'arrangement est moins structuré (réseau de Taylor). Aux hautes températures, les mécanismes susceptibles de se produire se divisent selon trois classes bien distinctes qui sont la croissance des grains, la restauration et la recristallisation [19].

### **I.2.1. Sous-structures de déformation à chaud**

Du point de vue expérimental, on distingue de nombreuses microstructures de déformation qui se différencient selon la nature du matériau (structure cristallographique, *EDE*) et les conditions de déformations locales [20–25]. A titre indicatif, les microstructures obtenues par microscopie électronique à transmission (MET) et qui sont présentées en Fig. I.7 affichent des structures dans lesquelles les dislocations sont arrangées en cellules ou en réseau de Taylor [26]. L'organisation en cellules s'effectue essentiellement lorsque les dislocations ont une mobilité suffisante, cas des métaux et alliages déformés à chaud et/ou des métaux où le glissement dévié peut être actif (*wavy glide materials*) [27]. La densité de dislocations est minimale à l'intérieur de ces cellules, comparée à celle dans les parois qui les définissent, ce qui est souvent interprété comme un effet de la minimisation de l'énergie d'interaction des dislocations (par annihilation locales et réorganisation en sous joints). Lorsque les parois des cellules sont très fines ( $<0,1\mu\text{m}$ ), les cellules sont généralement désignées par le terme *sous grain*. Pour les matériaux à très faible *EDE* (cas du nickel par exemple), la mobilité des dislocations hors de leur plan de glissement étant faible, l'arrangement en cellules ne sera pas observé. Dans ce cas, la structure cellulaire est remplacée par un arrangement des dislocations en *réseau de Taylor*, c'est à dire une organisation homogène de dipôles de dislocations. A l'échelle des grains ( $\sim 10$  microns), la fragmentation des cellules peut se traduire par une sous-structure homogène ou par la formation de microbandes, ou encore, par un arrangement en blocs. Les microbandes sont des zones de localisation de la déformation dans le grain qui sont différenciées des bandes de cisaillement (localisation de la déformation traversant plusieurs grains) [28].



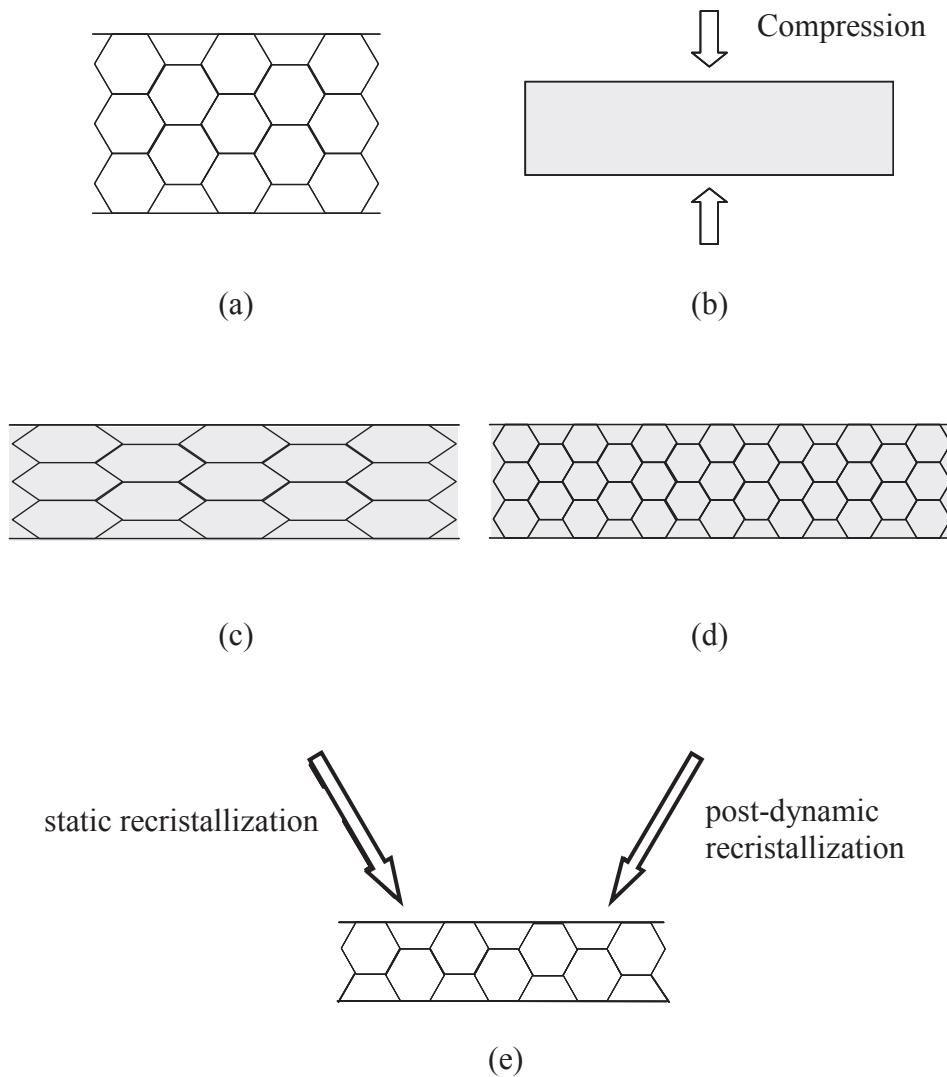
**Figure I.6:** Schéma de l'arrangement des trois types de dislocations se rapportant au modèle de *Gottstein.et al* [14].



**Figure I.7:** Observation au MET d'une microstructure d'un alliage Al-1%Mn, déformé par compression plane (*Channel-die*) dans les conditions : 450°C/1s<sup>-1</sup>/79% [26].



**Figure I.8** : Représentation schématique de la restauration dynamique au cours de la déformation à chaud [32].



**Figure I.9** : Représentation schématique des différentes étapes de la recrystallisation : (a) état entièrement recuit d'un métal polycristallin ; (b) état amorphe d'un échantillon déformé à froid (boîte noire) ; (c) interprétation récente de l'état précédent (contrôle de la microstructure) ; (d) microstructure recrystallisée ; (e) état recrystallisé (en post-dynamique) [34].

### I.2.2. Mécanismes de l'évolution microstructurale en mise en forme des métaux à chaud

Dans les procédés de mise en forme à chaud, les matériaux subissent des évolutions microstructurales importantes qui conditionnent leurs propriétés mécaniques finales [29]. A l'échelle microscopique, l'accroissement important de la densité de dislocations induit dans chacun des grains se traduit par une augmentation de la contrainte d'écoulement ainsi que de l'énergie interne qui agira en tant que force motrice pour les mécanismes de restauration et de recristallisation.

Pour les matériaux à moyenne ou faible  $EDE$  (entre 10 et 50  $\text{mJ.m}^{-2}$  : nickel, fer  $\gamma$  et aciers austénitiques), les dislocations sont peu mobiles car elles sont fortement dissociées ce qui rend la restauration dynamique peu efficace. Ici, le terme *dynamique* signifie que ce processus se déclenche et agit pendant la déformation ce qui le distingue clairement du mécanisme statique qui se produit pour exemple d'un recuit après déformation [30]. Globalement, les évolutions microstructurales au cours de la déformation à chaud peuvent se présenter comme étant la combinaison de différents mécanismes incluant à la fois l'écrouissage, la restauration dynamique et la recristallisation dynamique.

#### I.2.2.1. Restauration dynamique

Lors des premières étapes de la déformation, l'augmentation du niveau de la contrainte d'écoulement est causée par l'interaction des dislocations entre elles et leur multiplication (Fig. I.8). A l'échelle cristallographique, la déformation plastique se définit par un glissement de plan selon une direction (*système de glissement*) et par une rotation simultanée et progressive de chacun des systèmes dans chaque grain par rapport aux axes de la sollicitation mécanique, activant ainsi d'autres systèmes qui étaient moins favorablement orientés. Un adoucissement du matériau déformé (restauration) peut se superposer à ces effets se traduisant par l'annihilation mutuelle des dislocations lorsqu'elles sont de signes opposés, ou par leur regroupement en formant des cellules de faible densité délimitées par des zones de plus grande densité. C'est alors qu'une microstructure de joints de faible désorientation peut se développer [32]. A cet égard, Y. Chastel [29] explique que durant la déformation, les sous grains se démantèlent pour se reformer continuellement (re-polygonisation) avant d'atteindre un état quasi-stationnaire qui repose sur un équilibre entre la création, l'arrangement et l'annihilation de dislocations. Ces phénomènes caractérisent la restauration dynamique au cours de laquelle, la montée des dislocations est accélérée par l'augmentation de la température. McQueen [33], de son côté, suppose que le degré de la restauration est d'autant plus important que l'énergie de défaut d'empilement est plus élevée ; cependant, quand les sous grains adjacents présentent des désorientations importantes

(>15°), on parle de développement de grains nouveaux et de processus de recristallisation dynamique discontinue.

### I.2.2.2. Recristallisation dynamique

Lors des traitements thermomécaniques, les matériaux métalliques subissent différents mécanismes de recristallisation qui modifient considérablement leurs microstructures et textures cristallographiques. Ainsi, la recristallisation est appelée à conditionner, dans une large mesure, leurs propriétés mécaniques finales selon son type de configuration : statique (SRX) ou dynamique (DRX). La différence fondamentale entre ces deux types de recristallisation est schématisée en Fig. I.9 qui présente la dépendance entre l'énergie élastique emmagasinée et les dislocations.

Ainsi, la recristallisation statique se produit généralement après une déformation à température ambiante ou après un traitement thermique. La densité de dislocations du matériau étant très élevée à cause de l'écrouissage ( $\rho \approx 10^4 \mu\text{m}/\mu\text{m}^3$ , Fig. I.9b), le recuit peut la faire rabaisser à de plus faibles valeurs ( $\rho \approx 0,01 \mu\text{m}/\mu\text{m}^3$ , Fig. I.9a). La génération de nouveaux grains lors du chauffage subséquent est appelée "*recristallisation*". Les grains initiaux à l'état écroui étant toujours présents (bien qu'ils soient plus ou moins fortement déformés, Fig. I.9c), ils seront ainsi simplement remplacés par de nouveaux grains pendant la recristallisation statique (Fig. I.9e). Le terme "*statique*" désigne ici qu'aucune tension n'est imposée à la matière durant le processus de recristallisation ce qui équivaut à une transformation de phase.

Quant à la recristallisation dynamique, elle se produit lors de la déformation à chaud en combinaison avec d'autres phénomènes associés aux hautes températures (restauration dynamique, Fig. I.9d) pour favoriser la genèse de nouveaux grains. A l'état d'équilibre, la DRX est plus importante qu'à l'état recuit, mais demeure moindre après déformation plastique à froid [34]. La différence fondamentale entre la recristallisation statique et dynamique est illustrée schématiquement en Figure I.10 qui présente la dépendance entre l'énergie élastique emmagasinée et le temps. A l'état d'équilibre, la DRX est plus importante qu'à l'état recuit, mais moindre après déformation plastique à froid [33]. Trois types de DRX peuvent en effet être distingués:

- *Recristallisation dynamique discontinue (DDRX)*

Le phénomène de recristallisation dynamique discontinue a été observé initialement par Greenwood et al. (1939, [35]) sur du plomb déformé à chaud. La formation des grains par ce

mécanisme a été observée ensuite par plusieurs auteurs sur différents types d'alliages d'aluminium: Al 99,9% [36,37], Al pur + 0,4 à 5%Mg [38] et Al 99,5 à 99,999% [39].

Ce phénomène est plutôt prépondérant dans les matériaux à moyenne ou faible *EDE* tels que le fer<sub>γ</sub>, les aciers austénitiques, le cuivre et ses alliages, ainsi que sur le nickel et ses alliages mais rarement observé dans les métaux à forte *SFE* (>100 mJ.m<sup>-2</sup>) tels que l'aluminium, le fer<sub>α</sub>, les aciers ferritiques et le titane<sub>β</sub>. S'il est désigné par la simple expression "*recristallisation dynamique*" dans la littérature, il est plus plausible de le dénommer par d'autres types de recristallisation (discontinue, statique...etc. [40]). Le terme "*discontinue*" fait référence à une caractéristique fondamentale de ce phénomène qui est l'apparition de nouveaux grains exempts de dislocations et ne présentant pas de fortes hétérogénéités dans la microstructure. Il s'agit d'un processus d'adoucissement complexe qui implique différents mécanismes élémentaires tels que l'écroutissage, la restauration dynamique, la germination et la croissance des grains. Ces différents mécanismes sont en relation directe avec les courbes contrainte-déformation, comme il est montré en Fig. I.11 qui révèle une allure relativement brutale de l'adoucissement et la présence d'un régime stationnaire qui n'est atteint qu'après une déformation de 100%. Aux faibles vitesses de déformation et aux températures élevées, les matériaux se voient présenter des oscillations dans les dites courbes se traduisant d'une part par des niveaux élevés de la densité de dislocations, et d'autre part, par une hétérogénéité de déformation qui est à même de conduire à la formation de germes à densité de dislocations très faible. Celle-ci se voit augmenter par écroutissage au cours de la déformation, entraînant une nouvelle germination, et ainsi de suite [30,32].

Il a été également montré qu'un comportement cyclique peut apparaître [41] en relation avec les valeurs de la déformation imposée. Cela aura tendance à contribuer au déclenchement de la recristallisation ( $\epsilon_c$ ), et à engendrer une déformation additionnelle ( $\epsilon_x$ ) qui est nécessaire pour atteindre le régime stationnaire. La valeur ( $\epsilon_x$ ) est définie comme étant égale à ( $\epsilon_s - \epsilon_{max}$ ) où ( $\epsilon_s$ ) est la déformation de von Mises au début du palier stationnaire et ( $\epsilon_{max}$ ), la déformation de von Mises au pic ou déformation correspondant au premier maximum (Fig. I.12) [34]. L'importance des effets des tailles moyennes des grains initiaux ( $D_0$ ) et ceux relatifs au palier stationnaire ( $D_s$ ) sur l'allure des courbes contraintes déformation a été examinée par Luton et al. [41] et Sakai et al. [42] qui ont particulièrement spécifié que si la déformation à chaud se produisait avec un paramètre *Z* faible, les grains recristallisés seraient assez grossiers, autrement dit ( $D_s$ ) sera élevée.



- Dans le cas de figure où ( $D_s > D_0/2 \leftrightarrow (Z < Z_c)$ ), les grains, au cours de leur germination et leur croissance de part et d'autre d'un joint initial, vont se rencontrer avant d'atteindre la taille ( $D_s$ ) ce qui aura pour effet de retarder le régime stationnaire dès la première vague de la recristallisation. Aussi, le matériau devra s'y reprendre à plusieurs fois de manière à ce que chaque vague de germination-croissance s'approche du régime s'équilibre, d'où l'observation d'une série de maxima dans les courbes, dont l'amplitude va en diminuant : on parle alors de *recristallisation synchronisée*.

- Par contre, dans le cas où ( $2D_s < D_0 \leftrightarrow (Z > Z_c)$ ), le matériau pourra atteindre progressivement le régime stationnaire tandis que des vagues successives de la recristallisation se développent en colliers au niveau des joints des grains initiaux, formant d'emblée une structure dans laquelle tous les stades d'écroissage et de croissance des grains sont représentés. Alors ; les nouveaux grains envahissent toute la matrice pour atteindre leur taille d'équilibre au régime stationnaire (Fig. I.12).

- *Recristallisation dynamique continue (CDRX)*

La recristallisation dynamique continue [44–46] que l'on note *CDRX* (*Continuous Dynamic Recrystallization*) est fondée sur le terme "*continue*" qui fait référence à l'évolution de la densité de dislocations. Le processus de ce type de recristallisation conduit à la formation d'une microstructure cellulaire (cristallites) dans laquelle une partie des sous-joints se transforme progressivement en joints, ce qui généralement conduit à une augmentation de la désorientation entre les sous-grains adjacents. Quand celle-ci atteint une valeur critique ( $\sim 15^\circ$ ), les familles de dislocations n'étant plus suffisantes pour accommoder la désorientation, les sous-joints se transforment alors en joints [47–48]. L'apparition des sous-grains (*polygonisation*) s'opère d'abord au voisinage des joints des anciens grains pour s'étendre ensuite sur tout le matériau [44].

La Figure. I.13 montre que la contrainte peut atteindre rapidement une valeur maximale (équilibre dynamique entre écroissage et restauration) pour décroître ensuite très progressivement ; l'interprétation de ce caractère de décroissance reste cependant compliquée.

Les microstructures ainsi obtenues (Fig. I.14) sont parfois décrites comme étant l'aboutissement de la restauration dynamique. Après une déformation modérée elles se trouvent le plus souvent composées de grains allongés qui sont à leur tour subdivisés en sous-grains équiaxes (Fig. I.14b [43–44]) alors qu'aux déformations plus élevées, on ne peut plus distinguer les sous-grains des grains, car les joints ne forment plus des entités fermées (Fig. I.14c).

Ce type de recristallisation, a été observé dans un certain nombre de métaux à forte *EDE*. C'est le cas des aciers ferritiques, de l'aluminium et des alliages de titane $_{\beta}$  ( $EDE \sim 100 \text{ mJ.m}^{-2}$ )

dans lesquels les mécanismes de glissement dévié et de montée des dislocations sont facilités par leur mobilité. En tout point du matériau, la densité totale de dislocations se voit augmenter sous l'effet de l'écroutissage jusqu'à un maximum pour ensuite diminuer jusqu'à une valeur stationnaire et ce de manière continue.

La capacité de ce type de recristallisation à produire une structure à grains très fins et équiaxes a été mise à profit pour améliorer le comportement superplastique de certains alliages [44].

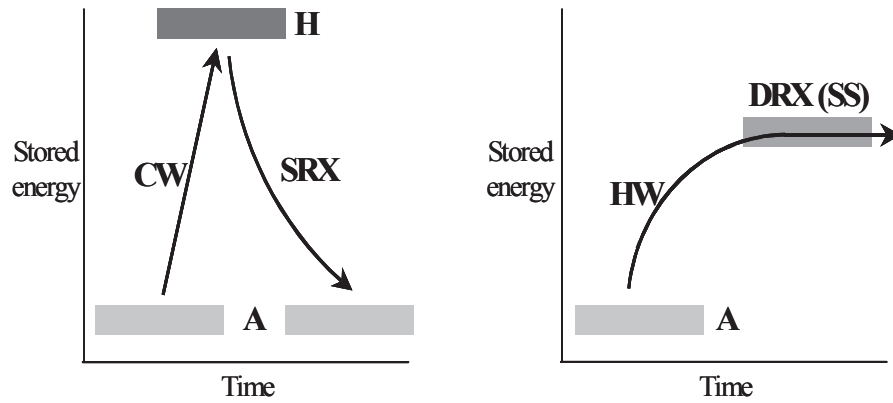
- *La recristallisation dynamique géométrique (GDRX)*

Ce mécanisme de recristallisation a été décrit pour la première fois en 1985 par McQueen *et al.* [49], lors de la déformation en torsion de l'aluminium de pureté commerciale, stipulant que sous l'effet de grandes déformations, les joints de grains initiaux s'allongent et deviennent dentelés contribuant ainsi à leurs fragmentations. Le terme "*géométrique*" fait référence à la formation des joints à partir des joints de grains initiaux. Depuis, d'autres observations similaires ont également apportées pour des alliages d'aluminium (Al-Mg [50–51], Al-Mg-Mn [52–54]) à différents états de déformation. Il a été particulièrement remarqué, qu'en fonction de l'état de déformation de ces matériaux, les grains initiaux subissent tantôt un allongement (traction, torsion), tantôt un aplatissement (compression) qui résulteraient, tous deux, en une forte augmentation de la surface de leurs joints qui aura comme effet de provoquer des ondulations (Fig. I.14–17). Par ailleurs, Montheillet et Jonas [34], ont montré que le mécanisme de la *recristallisation dynamique continue* a lieu à des faibles déformations alors que celui de la *recristallisation dynamique géométrique* se produit uniquement aux déformations élevées ( $\epsilon > 10$ ).

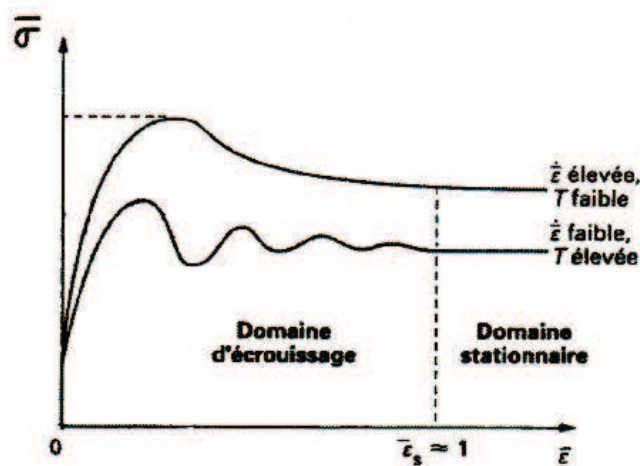
Des exemples concrets sur le développement de ces trois types de la recristallisation dynamique seront présentés ultérieurement pour des alliages Ni-Nb (*Cf. Chap. IV*).

### I.3. Exemples d'évolutions microstructurales d'alliages de nickel en déformation à chaud

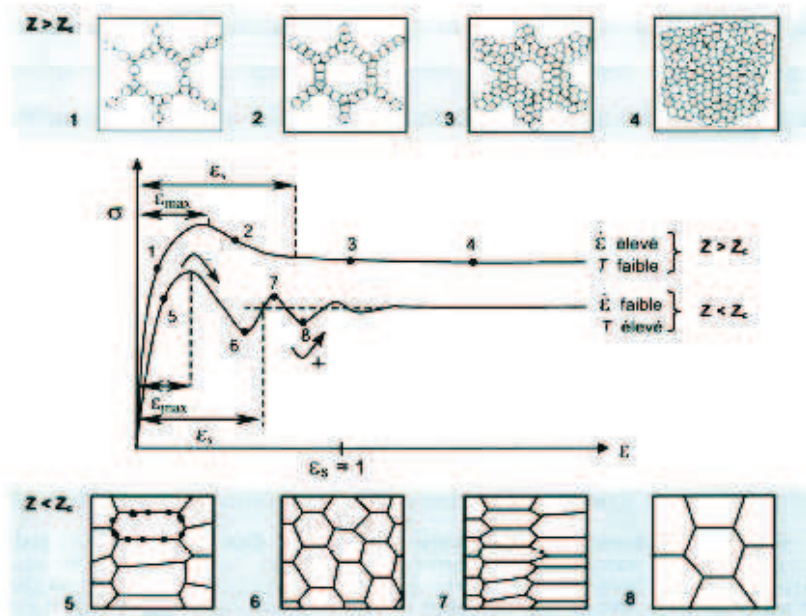
Les mécanismes de la recristallisation dynamique (plus précisément de *germination*) ont fait l'objet d'une étude sur le *Nimonic80a*<sup>®</sup> par B. Tian [56] qui suggérait que ce type d'alliage présente une germination aux alentours des joints des grains initiaux par effet de "*SIBM*" dû à la présence d'hétérogénéités locales. Ce mécanisme est bien montré sur la Fig. I.18b où le phénomène de recristallisation se voit caractérisé par une topologie de grains en collier, typique de la *DDRX*, avec apparition des nouveaux grains non écrouis tout au long des joints des anciens grains ; les fractions surfaciques recristallisées n'étant pas importantes (30% pour  $\epsilon = 1,2$ ) à cause de la compétition entre les mécanismes de restauration et de recristallisation dynamiques.



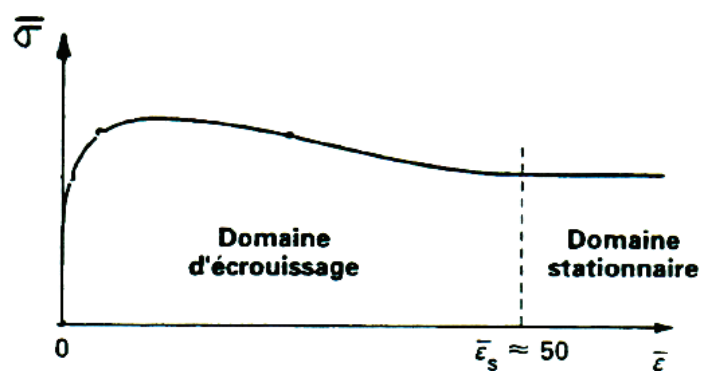
**Figure I.10 :** Représentations schématiques de la recristallisation statique et dynamique en fonction du type de la déformation: (a) recristallisation statique (*SRX*) après une déformation plastique à froid (*CW*); (b) recristallisation dynamique au cours de grandes déformations à chaud (*HW*) induisant une microstructure stationnaire (*SS*) [34].



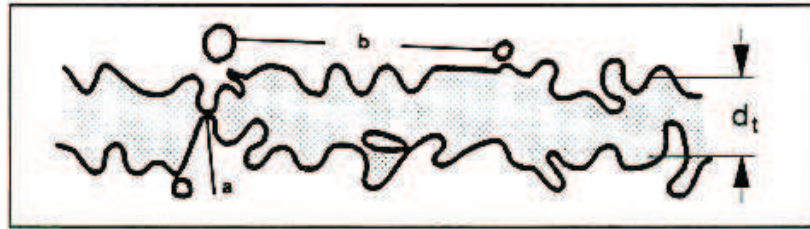
**Figure I.11 :** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation dans un métal ou alliage à faible *EDE* [34].



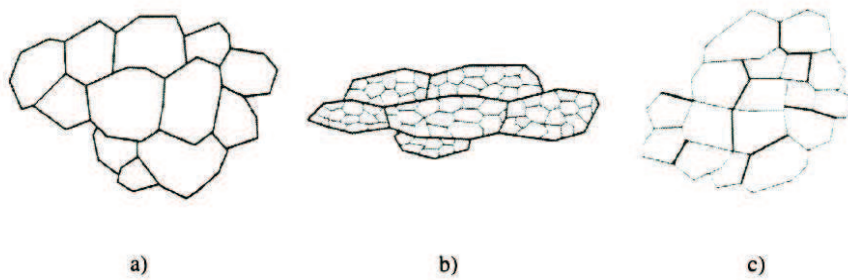
**Figure I.12** : Représentation schématique des évolutions microstructurales associées à des courbes présentant un seul et plusieurs maxima [34].



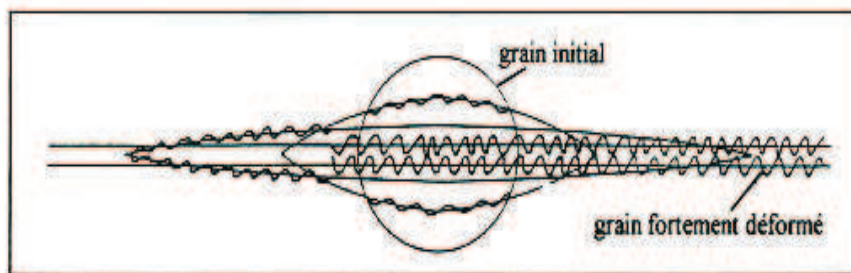
**Figure I.13** : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation équivalente dans un métal ou alliage à forte *EDE* [34].



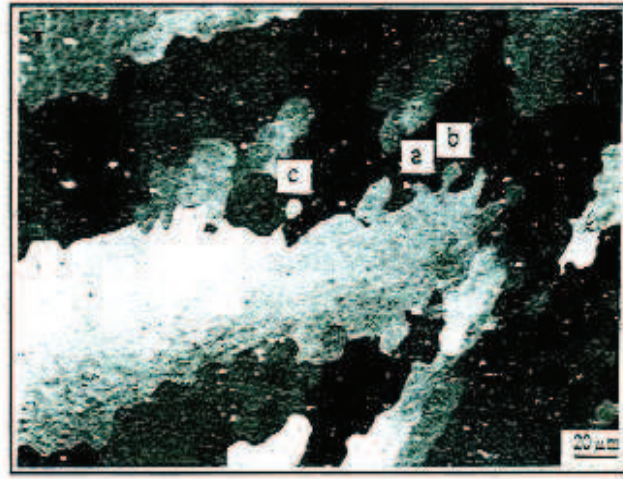
**Figure I.14** : Représentation schématique d'un pincement des joints de grains initiaux : (a) quand l'épaisseur du grain se rapproche d'environ deux fois la taille des sous-grains ; (b) détachement de protubérances formant de petits grains [52].



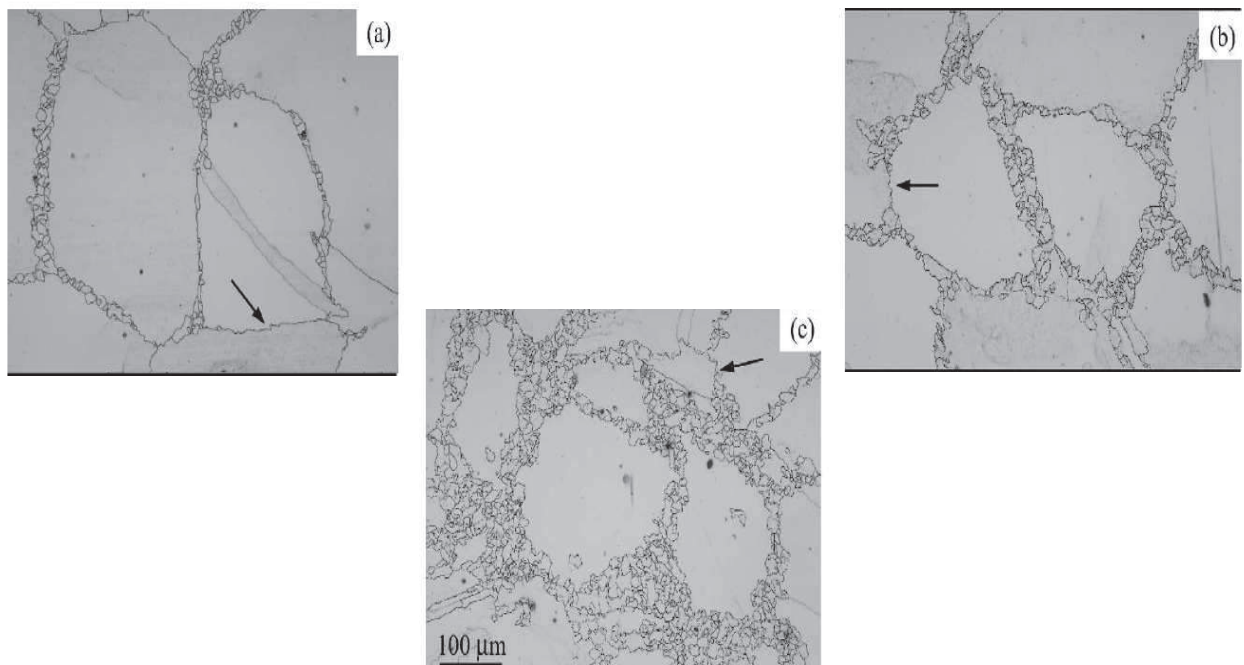
**Figure I.15** : Représentation schématique des microstructures à différents états : (a) état initial; (b) état faiblement déformé ; (c) état fortement déformé [53].



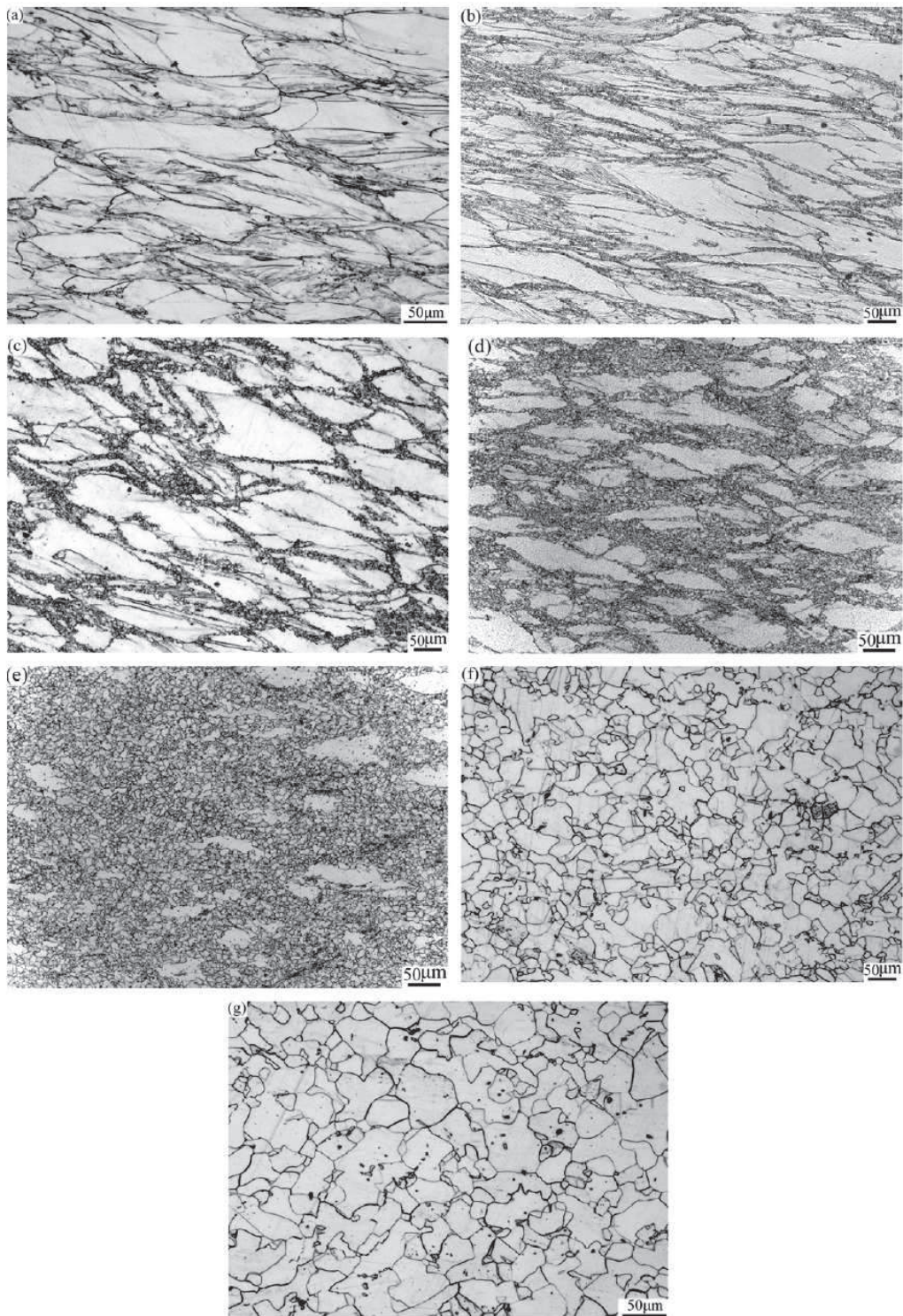
**Figure I.16** : Elongation et ondulation des joints de grains initiaux avec la déformation [54].



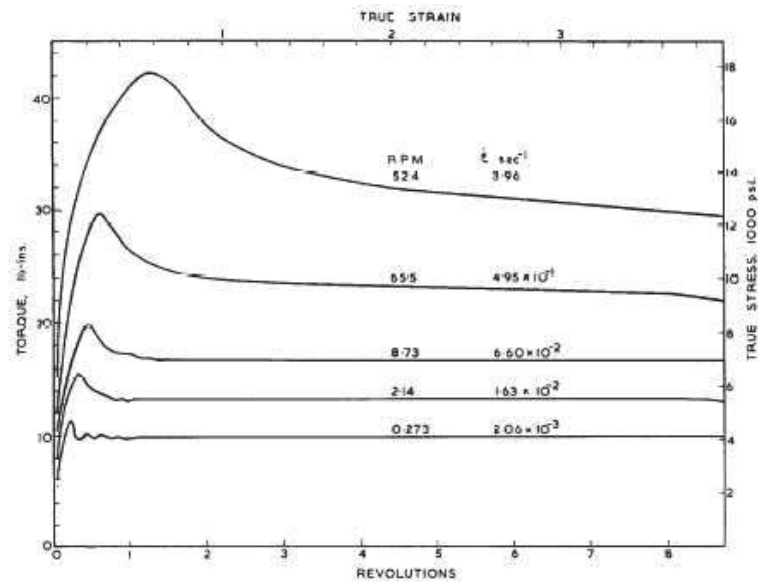
**Figure I.17** : Micrographie d'un alliage Al-5%Mg montrant différents degrés d'ondulations en (a et b) et jusqu'au détachement du grain initial en (c) [55].



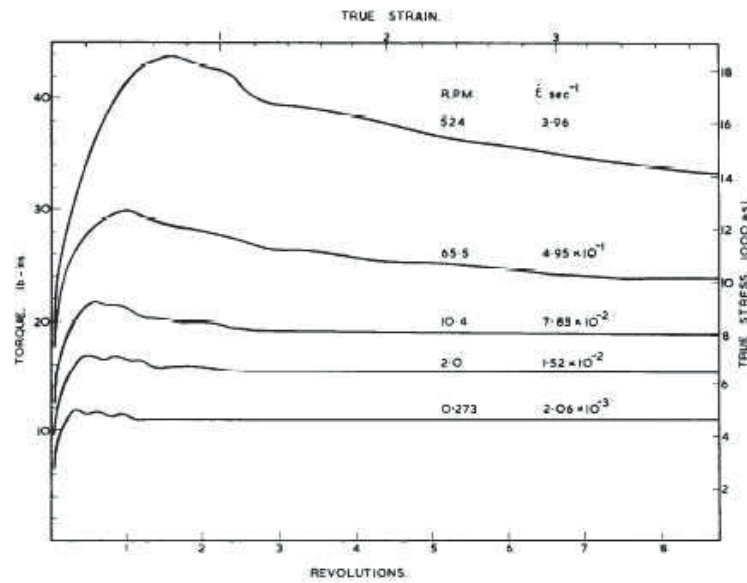
**Figure I.18** : Microstructures de l'alliage *Nimonic 80a*<sup>®</sup> déformé à  $\dot{\epsilon} = 0,1 s^{-1}$  montrant le mécanisme de *bulging* des joints de grains initiaux (flèches) : (a)  $\epsilon=0,37$  ; (b)  $\epsilon=0,73$  c (c)  $\epsilon=1,13$  [57].



**Figure I.19** : Evolution des microstructures de l'*Inconel 625*<sup>®</sup> déformé à  $\dot{\epsilon} = 0,1 s^{-1}$  et  $\epsilon = 0,7$  et à différentes températures : (a) T=900°C ; (b) T=950°C ; (c) T=1000°C ; (d) T=1050°C ; (e) T=1100°C ; (f) T=1150°C ; (g) T=1200°C [58].



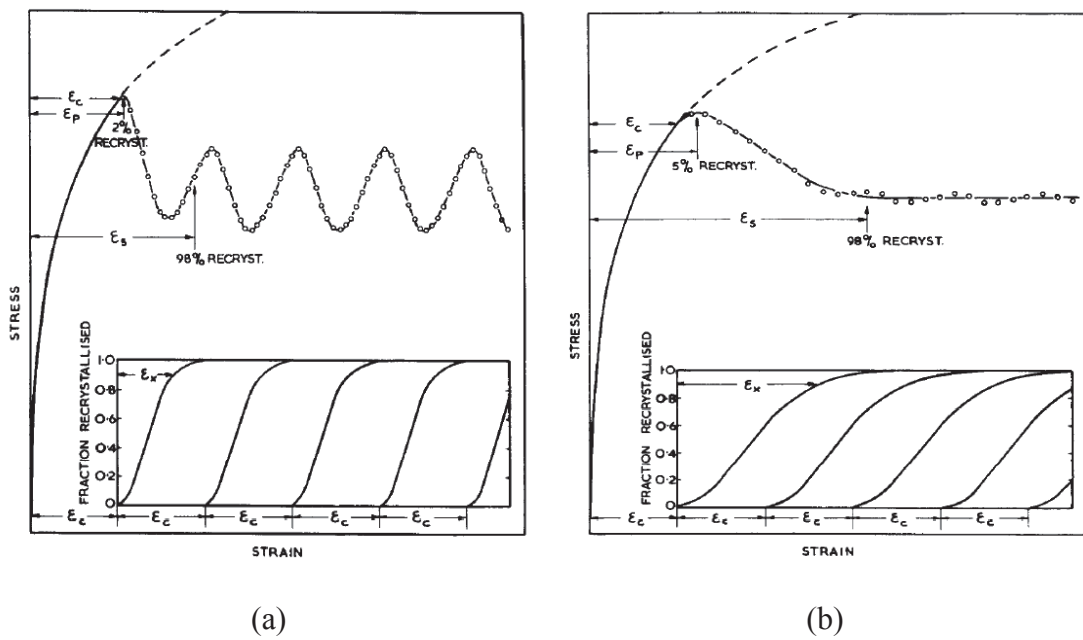
(a)



(b)

**Figure I.20** : Effet de la vitesse de déformation sur les courbes contrainte déformation : (a) nickel pur, T=934°C ; (b) Ni-20%Fe , T=1107°C [41].





**Figure I.21** : Prédiction de la recristallisation synchronisée et asynchronisée à partir des courbes contrainte-déformation (modèle de *Luton et Sellars* [41]) : (a)  $\epsilon_c > \epsilon_x$  ; (b)  $\epsilon_c < \epsilon_x$ .

On peut aussi y distinguer la présence de quelques grains recristallisés à l'intérieur de grains écrouis qui laisse supposer que malgré la faible *EDE* présentée par cet alliage, l'évolution microstructurale de la recristallisation dynamique continue (*CDRX*) présente n'est pas loin de celle d'alliages à forte *EDE*. Defu [57] a aussi montré, tout récemment, que pour de l'*Inconel 625*<sup>®</sup>, la taille des grains recristallisés ainsi que les fractions volumiques de ces grains ont tendance à augmenter avec la déformation et la température. Ici, le mode de la recristallisation dynamique est donc discontinu et se caractérise par le phénomène de "*bulging*" présentant un maillage répété comme il est montré sur la Fig. I.19. Les microstructures s'y voient étroitement dépendantes de la température et la recristallisation apparaît comme s'initier à partir de joints de grain. Ce mécanisme de "*bulging*" est nettement visible sur la Fig. I.19a à 900°C, malgré la présence de quelques grains recristallisés au niveau des joints de grains, indicative d'un déclenchement de la *DRX* localisé dans certaines régions. Cependant, avec l'augmentation de la température, le volume de la fraction recristallisée se voit augmenter le long des joints de grains en présentant une topologie en collier (Figs. I.19b-e) alors qu'à 1150°C et 1200°C (Figs. I.19f et g), les microstructures déformées sont entièrement recristallisées (Fig. I.19f).

Une étude similaire à la notre, effectuée par Luton et Sellars [41] sur du Ni pur et sur trois alliages modèles Ni-Fe, a montré qu'aux faibles vitesses de déformation, il y a apparition d'oscillations sur les courbes contrainte déformation (Fig. I.20), ce qui est une caractéristique d'une recristallisation dynamique discontinue (*DDRX*) à pics multiples. Sur les microstructures obtenues, les auteurs ont également enregistré la présence de *serrations* au niveau des joints de grains qui, en migrant, ont tendance à contribuer à la germination des nouveaux grains : phénomène de "*bulging*" fréquemment observé sur les alliages de Ni faiblement alliés. Les mêmes auteurs ont alors proposé un modèle simple qui permettait de différencier la recristallisation synchronisée de celle assynchronisée à partir des courbes obtenues (Fig. I.21).

### Conclusions

- Les approches considérées dans cette section se rapportaient à trois types de modèle :
  - les modèles *empiriques* qui permettent de décrire succinctement la *rhéologie* des métaux et alliages en fonction des conditions de déformation en utilisant des formulations mathématiques plus ou moins simples.
  - les modèles semi-physiques qui prennent en compte les mécanismes physiques de la déformation mais toujours avec une formulation mathématique simplifiée.

- Et enfin, les modèles physiques qui s'avèrent plus concluants, car ils incluent les variables internes (densité de dislocations et, taille moyenne des grains) qui sont caractéristiques des microstructures des matériaux.

- Les informations et les connaissances générales ainsi présentées et qui se rapportent aux différents mécanismes susceptibles de se produire au cours de la déformation à chaud seront d'un support non négligeable pour entreprendre des investigations en vue du contrôle des évolutions microstructurales des métaux et alliages notamment ceux des alliages modèles Ni-Nb qui font partie intégrante de cette étude.

**MATERIAUX  
ET  
TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

**Introduction**

Ce chapitre est consacré aux procédures expérimentales relatives à l'étude de l'influence de l'addition du Nb dans les superalliages à base de Ni sur leur comportement, tant rhéologiques que microstructural, en déformation par torsion à chaud. Trois parties distinctes seront considérées : (i) le choix des matériaux et leur préparation, (ii) les traitements thermomécaniques subis par les échantillons d'étude, et (iii) les différentes techniques de caractérisation incluant la métallographie classique (microscopie optique) et la technique SEM-EBSD.

**II.1. Matériaux**

**II.1.1. Elaboration des matériaux modèles**

Les alliages modèles Ni–Nb ont été élaborés à partir d'un nickel électrolytique commercial qui a été purifié par fusion [58] dans un creuset en argent et refroidi à l'eau sous atmosphère d'hydrogène ensuite d'argon afin d'éliminer l'oxygène et l'hydrogène respectivement. Les lingots du nickel ainsi purifiés ont été ensuite refondus par induction sous atmosphère d'argon auxquels on y a ajouté la quantité de Nb désirée de pureté proche de 99,9%. Par cette procédure, une série d'alliages Ni–0,01%Nb, Ni–0,1%Nb, Ni–1%Nb, Ni–2%Nb, Ni–5%Nb, Ni–10%Nb, et Ni–15%Nb en plus du Ni pur a été ainsi obtenue. Ces alliages sont des matériaux modèles qui seront destinés pour l'étude de la DRX, en ce sens qu'ils vérifient toutes les conditions posées dans cette étude, quoique qu'ils contiennent quelques impuretés qui sont susceptibles d'interférer en gênant le mouvement des joints de grains et des dislocations par exemple.

L'analyse chimique de ces matériaux a été effectuée en utilisant différentes méthodes telles que l'ICP (*Inductive Coupling Plasma*), l'absorption atomique (*Atomic Absorption*) et le SES (*Spark Emission Spectroscopy*) (Tableaux II.1, II.2 et II.3). Les différents alliages étant sélectionnés dans le but d'étudier l'effet du traînage du soluté "*solute drag*" [46,66], il était alors nécessaire de limiter le nombre de paramètre pouvant contrarier l'étude en s'affranchissant de l'effet de l'épinglage des joints par les précipités (*Zener pinning*).

<b>Tableau II.1 : Analyse chimique du Ni pur utilisé comme alliage de base (ppm, balance ≈ Ni)</b>														
Eléments	As	Bi	Co	Cu	Fe	Mn	Pb	Sb	Si	Zn	C	S	O	N
Reçu (max)	0,5	0,2	0,5	10	150	–	0,5	0,5	5	0,5	150	15	–	–
Luton et Sellars [41]	–	–	–	100	500	100	–	–	100	–	40	–	–	–
Après purification	–	–	–	–	150	–	–	–	–	–	≈5	≤5	≈6	≤5

**Tableau II.2 : Analyses chimiques des alliages étudiés**

Alliages	Nb (wt %)	C (ppm)	S (ppm)	O (ppm)	N (ppm)	Ni
Ni-0,01Nb	0,0105	5,5	5	4,5	1	Balance
Ni-0,1Nb	0,092	3,3	-	6,8	-	-
Ni-1Nb	0,79	6,2	-	4,5	-	-
Ni-2Nb	2,06	4	1	7	1	-
Ni-5Nb	5,09	3	1	7,4	1	-
Ni-10Nb	9,5	6	5	3,2	3	-
Ni-15Nb	15	4	4	9	4	-

**Tableau II.3 : Méthodes d'analyse chimique des deux alliages Ni-0,1 Nb et Ni-1 Nb**

Eléments	Nb, (wt. %)				O, mg.kg <sup>-1</sup>	C, mg.kg <sup>-1</sup>
	Alliage	ICP <sup>1</sup>	AA <sup>2</sup>	SES <sup>3</sup> 1		
Ni-0,1 Nb	0,092	-	-	a-0,070 b-0,082 c-0,091	6,8	3,9
Ni-1 Nb	0,953	0,79	a-0,66 b-0,76 c-0,79	a-0,742 b-0,797 c-0,826	4,5	6,2

Ces alliages ne contenant que du niobium en très faibles quantités, les problèmes liés à la précipitation ne devraient pas ainsi perturber les résultats de cette étude et donc les mécanismes et cinétiques de déformation à chaud devraient être analysés dans de bonnes conditions. C'est ce qui nous a mené à ne pas considérer les résultats obtenus sur l'alliage modèle Ni-15%Nb. Il est à spécifier que le choix de ces différentes teneurs en niobium a été dicté par le souhait d'étudier leur influence sur la rhéologie et la cinétique de la DRX plus particulièrement au régime stationnaire. Cette gamme assez large en proportion de niobium permet d'élargir l'étude afin d'être plus proche des mécanismes de déformation à chaud des superalliages à base de nickel rencontrés usuellement dans les applications industrielles.

Selon le diagramme de phases des alliages Ni–Nb (Fig. II.1), le niobium est supposé se trouver en solution solide de substitution au cours de la déformation à chaud pour tous les alliages à l'exception de Ni–15%Nb qui affiche une limite de solubilité à 600°C qui est de l'ordre de 10%. De nombreux auteurs ont étudié le système d'équilibre Ni–Nb et à titre d'exemple, Durden et Hume–Rothery [59], ont trouvé que la limite de solubilité maximale du Nb dans le Ni est de 12,5% et que ce système d'équilibre binaire peut contenir une phase intermédiaire Ni<sub>3</sub>Nb (appelée β) dans un intervalle variant entre 73,5–76,5 % à 1000°C. Selon le même diagramme, le niobium se trouve en solution solide homogène dans un domaine assez large de température. A 600°C, la solubilité maximale du Nb dans le Ni apparaît comme étant égale à 6% en pourcentage atomique, ce qui correspond à 9% en pourcentage massique, sachant que les masses molaires de ces deux éléments sont:  $m_{\text{Nb}}=92,2$  g et  $m_{\text{Ni}}=58,71$ g, respectivement.

Une étude menée par Genevois [60] utilisant la technique de diffraction des RX a permis de caractériser les phases en présence et de déterminer les paramètres de maille dans les alliages étudiés pour une fraction volumique supérieure à 1%. Il a été constaté que sur toutes les éprouvettes, la seule phase visible est du nickel ayant un paramètre de maille proche de 3,59 Å qui augmente avec le pourcentage de Nb. A titre indicatif, cette valeur correspond à une solution solide du Ni–Nb à 10% atomique de Nb.

### II.1.2. Préparation des éprouvettes de torsion

Huit lingots bruts d'alliages Ni–Nb de poids 1,2 kg ont été forgés au marteau pilon à 1150°C pour obtenir de grossiers barreaux cylindriques de Ø14 mm qui ont été ramenés ensuite, à 10 mm après plusieurs passes de martelage rotatif. De ces barreaux, dix éprouvettes de torsion de dimensions ( $L_{\text{utile}} \times \varnothing=27 \times 6$ ) mm ont été prélevées (Fig. II.2a).

## II.2. Comportement mécanique à chaud

### II.2.1. Essais de torsion

Les essais de torsion ont été effectués à l'aide de la machine présentée en Fig. II.3 qui permet de tester les métaux pour des températures allant de l'ambiante à 1200°C. Elle est dotée d'une motorisation électrique et d'un système de chauffage des échantillons par rayonnement infrarouge. Les échantillons sont fixés à deux mors par le biais de goupilles qui permettent le maintien des têtes quelque soit le sens de rotation. L'enceinte d'essai est équipée d'un tube en quartz par où circule de l'hélium comme gaz inerte afin d'atténuer les phénomènes d'oxydation à haute température. Le réglage de la température a été effectué par un thermocouple situé dans la tête inférieure de l'échantillon (Fig. II.2b).

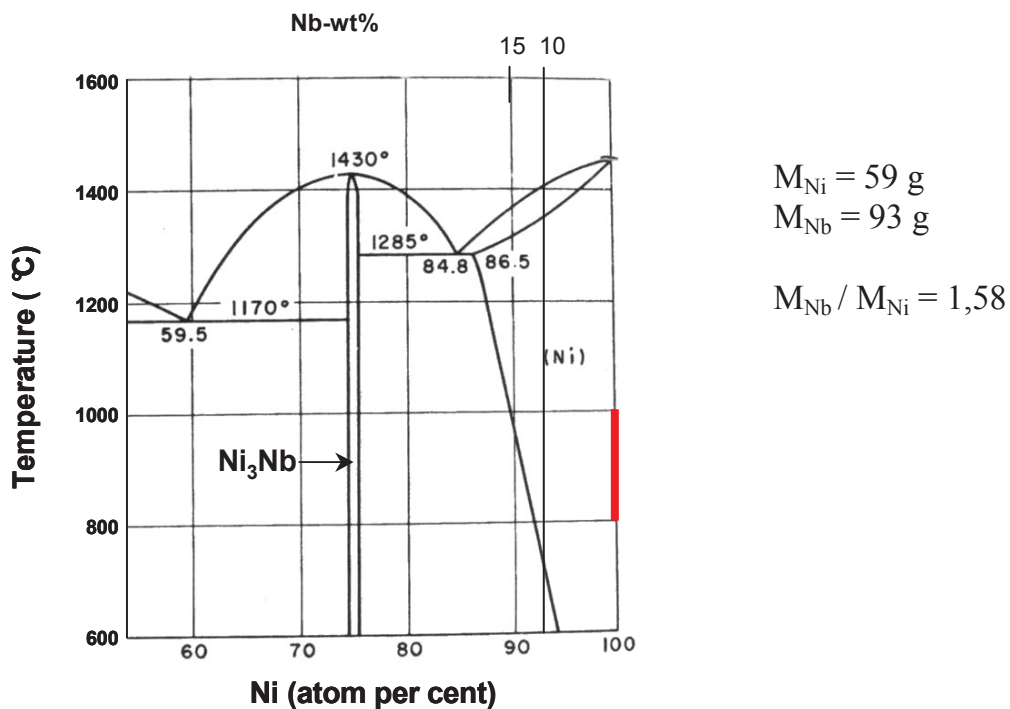


Figure II.1 : Diagramme partiel de phases Ni–Nb [60].

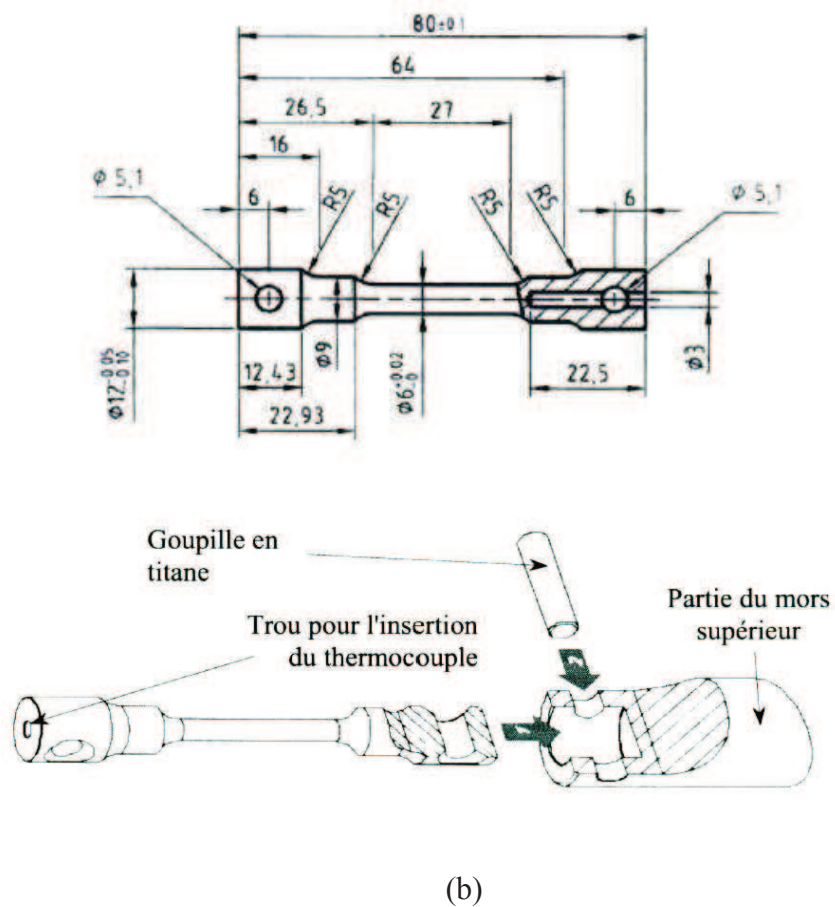


Figure II.2 : Epruvettes de torsion : (a) dimensions normalisées ; (b) vue de coupe.





**Figure II.3** : Four de chauffage intégré à la machine de torsion utilisé pour la déformation des échantillons (Laboratoire SMS, Ecole des Mines de Saint–Etienne).

Tout l'essai a été commandé par un ordinateur qui gère automatiquement les paramètres d'asservissement du moteur et le réglage de la température. Les taux de montée en température sont de 3°C/s jusqu'à la température de 50°C au dessus de 1000°C, et de 0,3°C/s jusqu'à la température de l'essai suivi d'un maintien de 10 mn. Les essais ont été effectués en imposant une rotation dans le sens des aiguilles d'une montre (cisaillement négatif) avec une vitesse de rotation constante.

La torsion étant définie comme un cisaillement simple menant à de larges déformations qui restent toutefois largement éloignées de celles rencontrées dans le domaine industriel, peut présenter certains problèmes d'auto-échauffement qui sont susceptibles d'affecter les résultats expérimentaux dès lors de leurs dépouillements.

Avant l'essai, il était important d'accommoder la dilatation thermique longitudinale des échantillons au cours du chauffage en laissant un jeu pour éviter la compression de l'ensemble éprouvette mors. Pour ce faire, un moteur auxiliaire est asservi en force exercée sur l'échantillon dans la direction axiale. A la fin de l'étape de chauffage, l'asservissement en force est arrêté pour fixer la distance entre les têtes (cas de la torsion à longueur fixe). En fin de déformation, une trempe à l'hélium a été effectuée sous une pression de 3bar (environ 100°C/s après l'arrêt du moteur) et la fixation supérieure a été desservie immédiatement pour éviter la déformation axiale de l'échantillon due à sa contraction thermique. La commande de ces systèmes se fait en temps réel par l'intermédiaire d'un calculateur (PC) utilisant un programme de type "QUICK BASIC" qui permet de coordonner les différentes opérations de gestion des paramètres d'asservissements des moteurs et de réglage des rampes thermiques. Les capteurs des couples, de la force axiale et du nombre de tours donnent les résultats qui sont enregistrés par l'ordinateur de commande sous la forme de fichiers comprenant le couple mesuré, le nombre de tours, le temps, la température et l'effort axial.

• **Cinématique de l'essai de torsion**

En notant que  $\Gamma$  est le couple appliqué (N.m) et  $\omega$  est la vitesse de rotation  $\omega = 2\pi\dot{N}$  (rad.s<sup>-1</sup>), où  $N$  est le nombre de tours et  $\dot{N}$  le nombre de tours par seconde (Fig. II.4), et en supposant que la déformation est homogène suivant l'axe  $Z$ , le tenseur de la vitesse de déformation s'écrit:

$$\dot{\epsilon}(r) = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{r\omega}{2L} \\ 0 & \frac{r\omega}{2L} & 0 \end{bmatrix} \tag{II.1}$$

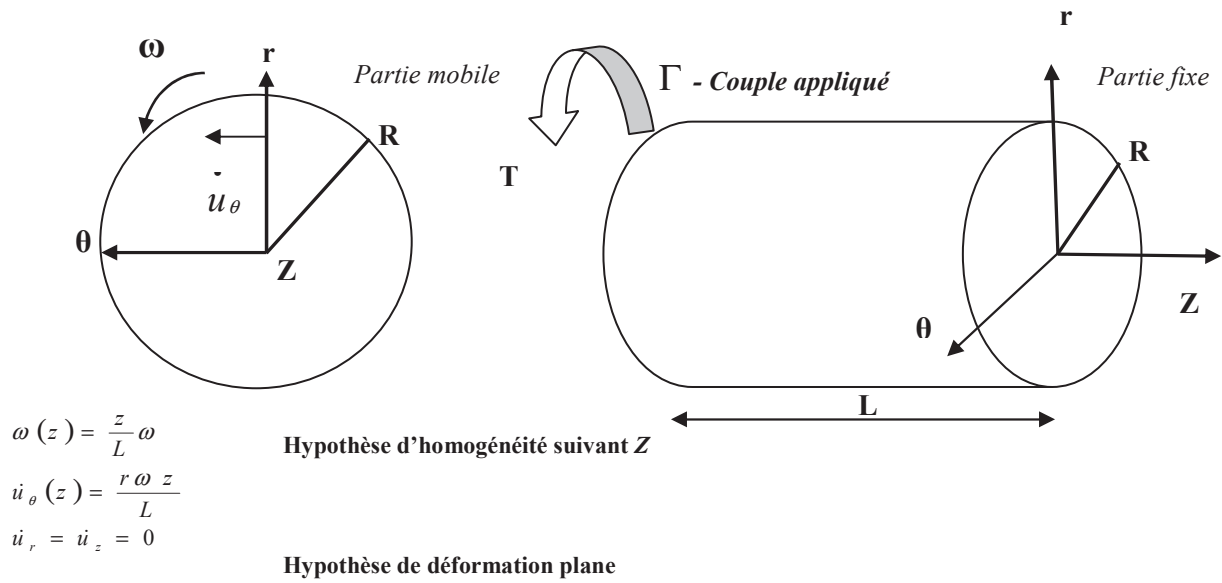


Figure II.4 : Représentation cinématique de l'essai de torsion.

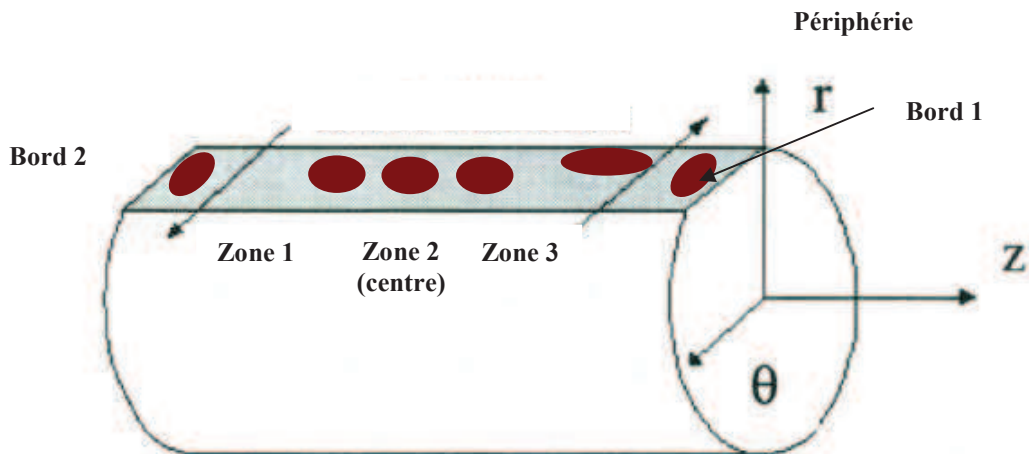


Figure II.5 : Schématisation des différentes zones de l'échantillon (partie centrale de l'éprouvette de torsion) analysées au moyen de microscope optique et du MEB-EBSD.

L'observation des échantillons étant menée à la surface de l'éprouvette cylindrique, et tangentiellement à celle-ci, les essais seront définis par rapport à la vitesse de déformation et la déformation équivalentes de von Mises atteintes en cette zone. Selon la définition de la vitesse de déformation équivalente donnée par von Mises :

$$\dot{\bar{\epsilon}} = \left( \frac{2}{3} \sum_{i,j} \dot{\epsilon}_{ij}^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.2})$$

Pour ces essais, la vitesse de déformation équivalente correspondante est:

$$\dot{\bar{\epsilon}} = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{r\omega}{2L} = \frac{2\pi r}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\dot{N}}{L} \quad (\text{II.3})$$

Un gradient de vitesse de déformation dans l'éprouvette est constaté: en  $r = 0$  (au centre), la vitesse de déformation est nulle et en  $r = R$  (à la surface), elle est maximale.

En supposant que le matériau est isotrope, la loi d'écoulement associée au critère de von Mises:  $S = 2/3(\bar{\sigma}/\dot{\bar{\epsilon}})\dot{\bar{\epsilon}}$  peut être utilisée; où  $S$  est le tenseur déviateur des contraintes et  $\bar{\sigma}$  est la contrainte d'écoulement (contrainte équivalente de von Mises).

Le tenseur des contraintes sera :

$$\sigma = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\bar{\sigma}}{\sqrt{3}} \\ 0 & \frac{\bar{\sigma}}{\sqrt{3}} & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.4})$$

### II.2.2. Dépouillement des essais

La déformation équivalente de von-Mises à la surface de l'éprouvette (Fig. II.4) est donnée par la relation:

$$\bar{\epsilon}_R = \int_0^t \dot{\bar{\epsilon}}_R dt = \int_0^t \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{R}{2L} \frac{d\theta}{dt} = \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{R\theta}{L} = \frac{2\pi r}{\sqrt{3}} \frac{N}{L} \quad (\text{II.5})$$

La contrainte d'écoulement est reliée au couple de torsion expérimental par:

$$\Gamma = 2\pi \int_0^R \frac{\bar{\sigma}}{\sqrt{3}} r^2 dr \quad (\text{II.6})$$

En général,  $\bar{\sigma}$  dépend de  $\bar{\epsilon}$  et  $\dot{\bar{\epsilon}}$  et donc de  $r$ . Cependant, on ne connaît pas *a priori* la fonction  $\bar{\sigma} = f(\bar{\epsilon}, \dot{\bar{\epsilon}})$ . Fields et Backofen [61] ont montré que, quelle que soit cette fonction, la contrainte d'écoulement en surface peut s'exprimer selon l'expression:

$$\bar{\sigma}_R = \frac{\sqrt{3}\Gamma}{2\pi R^3} \left[ 3 + \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \theta} \Big|_{\omega} + \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \omega} \Big|_{\theta} \right] \quad (\text{II.7})$$

$$\sigma = \frac{\sqrt{3}\Gamma}{2\pi R^3} (3 + \tilde{m} + \tilde{n}) \quad (\text{II.8})$$

$$\tilde{m} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{N}} \quad (\text{II.9})$$

$$\tilde{n} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln N} \quad (\text{II.10})$$

La dérivée logarithmique de l'Eq. II.10 étant sensible au bruit de mesure du couple, il devient nécessaire d'effectuer un filtrage préalable qui consiste à lisser les courbes couple-déformation avant d'effectuer le dépouillement de Fields et Backofen [61]. La courbe obtenue expérimentalement (couple-nombre de tours) est simulée par une fonction *somme d'exponentielles*, qui est ajustée en jouant sur les coefficients de façon à minimiser l'écart entre la courbe expérimentale bruitée et cette fonction. Nous avons opté pour une méthode d'optimisation numérique d'une expression suffisamment souple afin de s'approcher au mieux des courbes de couple que nous avons mesuré:

$$\Gamma_{\text{filtré}}(N) = C + \sum_{i=0}^4 X_i \exp(-y_i \cdot N^{m_i}) \quad (\text{II.11})$$

Les coefficients  $(X_i, a_i, y_i)$  sont ajustés afin de minimiser l'écart moyen entre les valeurs de couple mesurées et celles calculées selon l'Eq. II.11. Les courbes expérimentales couple-nombre de tours sont lissées par des méthodes d'itération du logiciel Excel, en utilisant les relations précédentes, pour être ensuite converties en courbes  $(\sigma - \varepsilon)$ .

Les valeurs de  $\tilde{m}$  sont obtenues à partir de plusieurs courbes réalisées à des vitesses de déformations différentes mais à la même température. Quant aux valeurs de  $\tilde{n}$ , elles sont obtenues par dérivation de la courbe couple-nombre de tours et ce après lissage (Annexe A.1).

## **II.3. Caractérisation des microstructures**

### **II.3.1. Métallographie**

Le prélèvement des échantillons pour la caractérisation microstructurale a été effectué au niveau de la zone centrale de la partie utile de l'éprouvette et la surface d'analyse se situe dans le plan orthogonal à l'axe de la torsion (Fig. II.5). Les échantillons ont été enrobés à froid dans une cuve sous vide en utilisant une résine de type polystyrène pour être ensuite placés sur un porte-échantillon pour subir les opérations successives de polissage mécanique suivantes:

- 30 s au papier 600 afin de réaliser un méplat;
- 30 à 60 s au papier 1000 afin d'éliminer les rayures formés lors de l'étape précédente, suivies de 60 s au papier 2500 et 4000;

- 5 mn sur une toile avec une suspension diamantée à 3  $\mu\text{m}$  suivie de 5 mn avec une suspension de 1  $\mu\text{m}$ .

- 10 mn sur feutre avec une suspension de  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$  finalisée par solution de silice colloïdale (69 nm) permettant l'obtention d'un très bon état de surface exempt de toutes les rayures résiduelles les plus fines.

L'attaque chimique a été réalisée à l'aide d'un réactif dit *Kalling* composé de 5g de  $\text{CuCl}_2$ , 25 mL d'Ethanol, 40 mL d'HCl et 30 mL d' $\text{H}_2\text{O}$ . Les observations ont été réalisées à l'aide d'un microscope optique *Olympus BX60 M* et les différentes mesures à l'aide du logiciel d'analyse d'image *Analyse SYS*. La détermination de la taille de grains avant et après essais a été effectuée par les méthodes du diamètre équivalent et de l'intercept moyen (Cf. [Annexe C.4](#)).

La caractérisation des échantillons par le microscope électronique à balayage et la technique EBSD jusqu'à une profondeur de 0,3 mm de la surface a nécessité un polissage prolongé (16 h) sur une machine *Buehler Vibromet*. Une solution de silice colloïdale à 69 nm légèrement basique a été utilisée afin d'éliminer toutes les rayures résiduelles et de constituer une couche de passivation particulièrement résistance. Ensuite, les entourages plastiques des spécimens ont été recouverts de laque de carbone pour augmenter la conduction des faisceaux d'électrons à l'intérieur du microscope. La [Fig. II.5](#) montre les différentes zones d'analyse qui ont été effectués sur les éprouvettes de torsion des alliages Ni-2%Nb et Ni-10%Nb moyennant le Microscope optique et la technique EBSD.

### II.3.2. Microscopie électronique à balayage et EBSD

La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés : Electron BackScattering Diffraction (EBSD) associée à la microscopie électronique à balayage classique permet de coupler des informations microstructurales et cristallographiques. Au vu des avantages qu'elle présente par rapport à la méthode conventionnelle d'analyse cristallographique qu'est la diffraction des rayons X, elle a été utilisée dans le cadre de ce travail pour étudier les microstructures et microtextures, principalement après la déformation par torsion à chaud des échantillons d'étude (Cf. [Annexe C.1](#)).

La [Fig. II.6](#) montre une vue de l'intérieur de la chambre du microscope MEB-FEG JEOL 6500F, un des trois microscopes utilisés dans le cadre de ce travail et qui est presque similaire au microscope MEB-FEG ZEISS SUPRA 55P. On peut y voir sur la partie gauche inférieure le détecteur EBSD qui est constitué principalement d'un écran fluorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés peuvent former des diagrammes et une caméra CCD numérique (*Coupled Charge Device*) à bas niveau de lumière qui prend en temps réel l'image de ces diagrammes. Sur la partie droite, on retrouve la platine motorisée sur laquelle est positionné l'échantillon qui est

incliné d'un angle de  $70^\circ$  permettant ainsi l'obtention d'un meilleur compromis entre une émission maximale des électrons rétrodiffusés et la limitation des effets néfastes de la rugosité éventuelle de l'échantillon. Enfin, on retrouve dans la partie centrale le canon à électrons et dans la partie gauche supérieure la grille du détecteur d'électrons secondaires. Le microscope électronique à balayage (MEB) utilise la diffraction des électrons permettant la détermination de l'orientation locale de l'échantillon en faisant diffracter des zones de quelques  $\mu\text{m}^3$ . L'analyse de ces mesures nous renseigne sur la microtexture mais aussi sur la désorientation des grains correspondants, leur morphologie et la présence d'hétérogénéités locales. La technique EBSD est en pleine expansion, à tel point qu'elle devient indispensable dans l'étude des matériaux. Si la technique a été développée 20 ans plus tôt, elle n'a connu un véritable essor qu'au début des années 90, lorsque l'acquisition, la numérisation et l'exploitation des diagrammes est devenue automatique, grâce notamment aux travaux de Dingley [62].

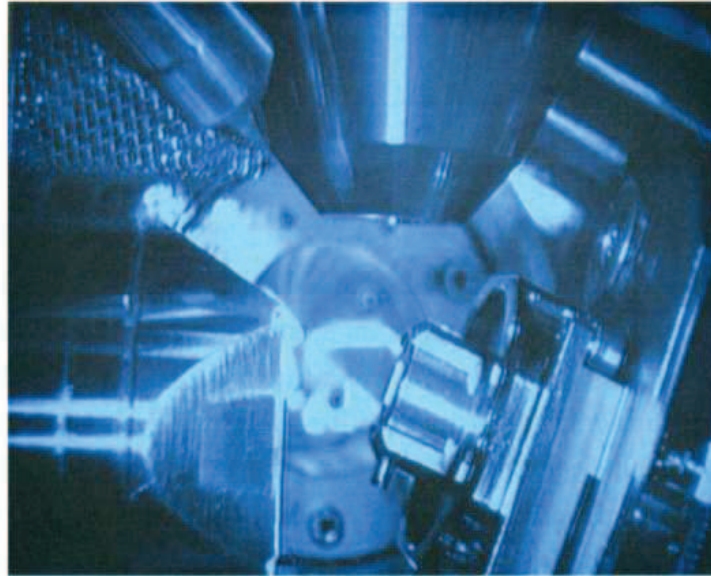
### II.3.2.1. Principe de mesure

Les électrons du faisceau incident sont diffusés inélastiquement dans un large domaine angulaire lorsqu'ils pénètrent dans le matériau et sont ensuite diffractés par les plans cristallins se trouvant en position de Bragg. L'intersection des cônes de diffraction par un écran plan produit un ensemble de lignes, appelées bandes de *Kikuchi* (La formation d'une figure de diffraction *EBSP* est constituée de paires de lignes parallèles) dont les largeurs sont inversement proportionnelles aux distances interréticulaires des familles de plan.

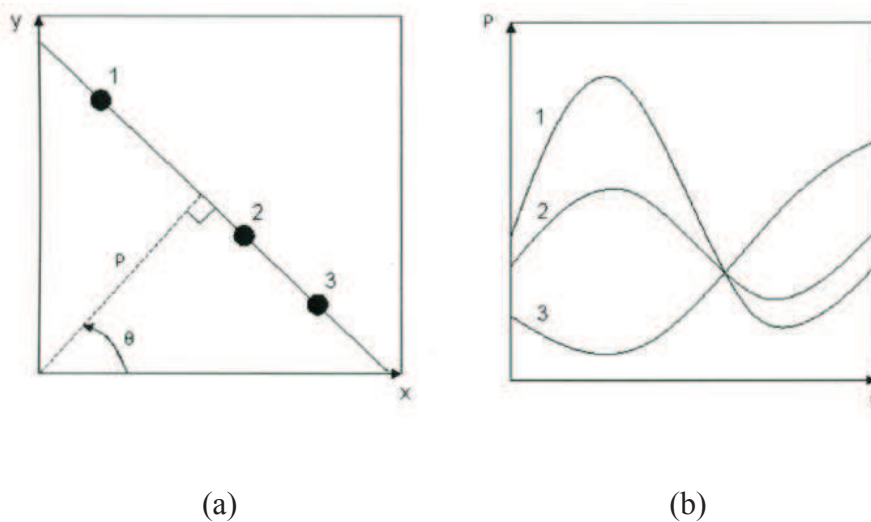
Ainsi, connaissant la structure cristalline du matériau, la distance entre les bandes permet de remonter à l'orientation cristallographique de la zone analysée, sachant que les intersections entre ces bandes correspondent à des directions cristallographiques. De part que l'orientation de l'*EBSP* est équivalente à l'orientation du cristal, l'indexation de la figure de diffraction permet alors de déterminer l'orientation locale (Fig. II.6).

### II.3.2.2. Indexation des diagrammes EBSD

Au tout début des années 90, l'indexation d'une figure de diffraction se faisait de manière semi-automatique et consiste à ce que l'opérateur définisse la trace de trois bandes de diffraction intenses et non concourantes pour indiquer la symétrie cristalline de la phase analysée. A partir de ces informations préliminaires, un logiciel déterminait l'orientation cristalline alors qu'aujourd'hui, ce travail se fait automatiquement grâce à des algorithmes de détection des bandes sur le diagramme numérisé. Outre le fait que l'intervention de l'opérateur n'est plus nécessaire, c'est surtout le gain de temps sur l'indexation qui est important ; il ne faut en effet que quelques dizaines de millisecondes (temps dépendant des réglages entrés par l'opérateur) à l'ordinateur pour indexer un diagramme.

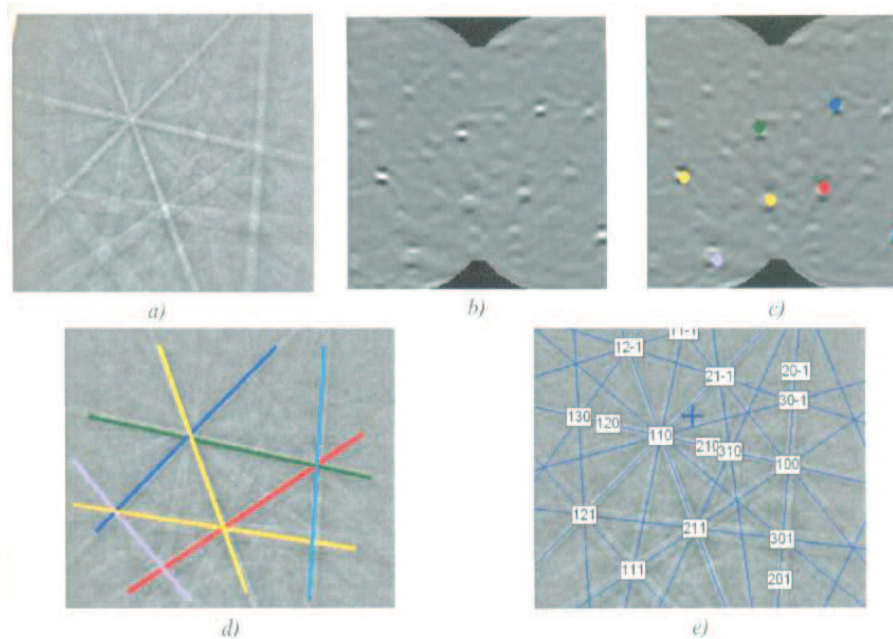


**Figure II.6 :** Vue par caméra infrarouge de l'intérieur de la chambre du microscope électronique de type MEB-FEG JEOL6500F.

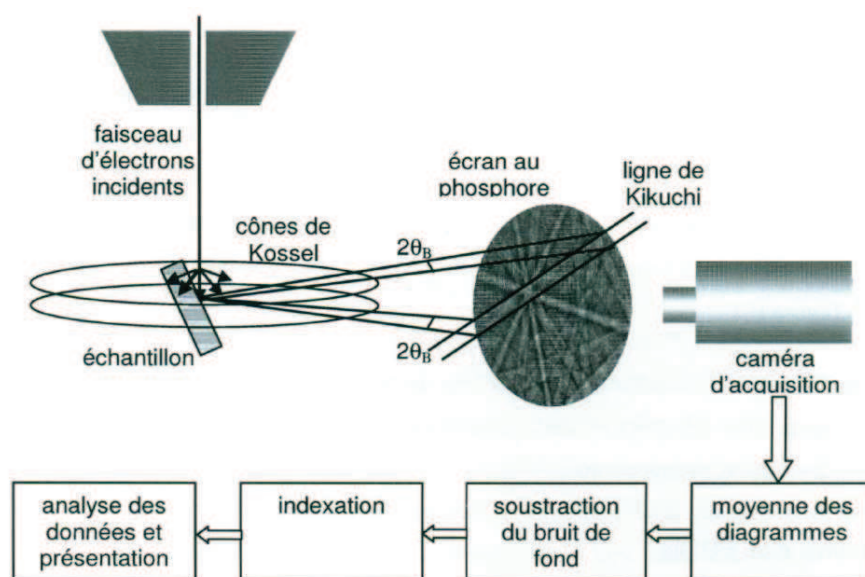


**Figure II.7:** Procédure d'indexation des diagrammes EBSD : (a) définition des paramètres  $(\rho, \theta)$  ; (b) construction schématique de la transformée de *Hough*.





**Figure II.8** : Différentes étapes relatives à l'indexation des diagrammes : (a) diagramme de diffraction ; (b) transformée de *Hough* correspondante ; (c) détection des points lumineux ; (d) diagramme de diffraction avec coloration des lignes correspondant aux points lumineux ; (e) diagramme indexé.



**Figure II.9** : Principe de la technique EBSD (*Electron Back Scattering Diffraction*) [63].

Le calcul de l'orientation cristalline se fait sur le diagramme de diffraction collecté par la caméra *CCD* à partir des positions des bandes de *Kikuchi*. Les positions de ces dernières sont déterminées en utilisant la transformée de *Hough* ( $\rho = x \cos \theta + y \sin \theta$ ) qui permet de passer des coordonnées  $(x, y)$  du réseau de diffraction aux coordonnées  $(\rho, \theta)$  de l'espace de *Hough*. En effet, comme le montre la [Fig. II.7](#), une droite dans l'espace  $(x, y)$  est caractérisée par la longueur  $\rho$  de la perpendiculaire passant par l'origine et par l'angle  $\theta$  entre cette perpendiculaire et l'axe  $x$ . Elle sera donc représentée par un simple point dans l'espace  $(\rho, \theta)$ . Cette même figure précise que toutes les droites passant par un point donné de l'espace  $(x, y)$  correspondent à un ensemble  $(\rho, \theta)$  de l'espace de *Hough* qui est décrit par une fonction sinusoïdale. Un point de l'espace  $(\rho, \theta)$  va ainsi être à l'intersection de toutes ces sinusoïdes et est représentatif de la droite étudiée. Pour chaque point du diagramme de *Kikuchi*, il devient alors possible de tracer la sinusoïde correspondante et de faire la somme, en chaque cellule de l'espace  $(\rho, \theta)$ , des niveaux de gris de toutes les sinusoïdes ([Fig. II.8](#)). Les bandes de diffraction seront ainsi représentées par des points lumineux dans l'espace de *Hough* qui serviront au calcul de leur position ([Fig. II.8c](#) et [d](#)) ainsi que pour les angles entre les plans qui les produisent. Par comparaison avec les angles interplanaires de la structure cristalline analysée, il est dès lors possible d'allouer les indices de *Miller* à chaque plan déterminant ainsi l'orientation cristalline du point analysé ([Fig. II.8e](#)). Cette orientation est le plus souvent exprimée à l'aide des angles d'*Euler* selon la notation usuelle de *Bunge*  $(\phi_1, \phi, \phi_2)$  qui sont les rotations successives qui permettent le passage du repère échantillon au repère cristallin. Il est à noter que la phase d'indexation n'est possible que si le diagramme de diffraction est de bonne qualité en fonction de la préparation de l'échantillon. En d'autres termes, il est essentiel de préserver la structure cristalline de l'échantillon au voisinage de la surface analysée, car la profondeur d'échappement des électrons qui contribuent à la formation du diagramme de diffraction est très faible (10 à 20 nm) ([Fig. II.9](#), [63]) en éliminant le mieux possible la couche oxydée ou la contamination de surface, sans pour autant engendrer d'écrouissage superficiel ou de rugosité excessive.

La [Fig. II.10](#) résume toutes les étapes de la technique EBSD qui est usuellement utilisée pour la mesure de microtextures statistiquement fiable grâce à la bonne résolution angulaire ( $<1^\circ$ ) et la très faible résolution spatiale ( $<0,05 \mu\text{m}$ ) du MEB-FEG. Elle trouve surtout son intérêt dans la construction de cartographies de la microstructure en particulier celles de désorientations et des figures de pôles pour lesquelles la qualité de l'image est essentielle. Celle-ci requiert l'élimination des données incorrectes au moyen du logiciel *HKL Channel 5*, lorsque les algorithmes d'indexation ne permettent pas une correction complète de la pseudo-symétrie qui est souvent présente.

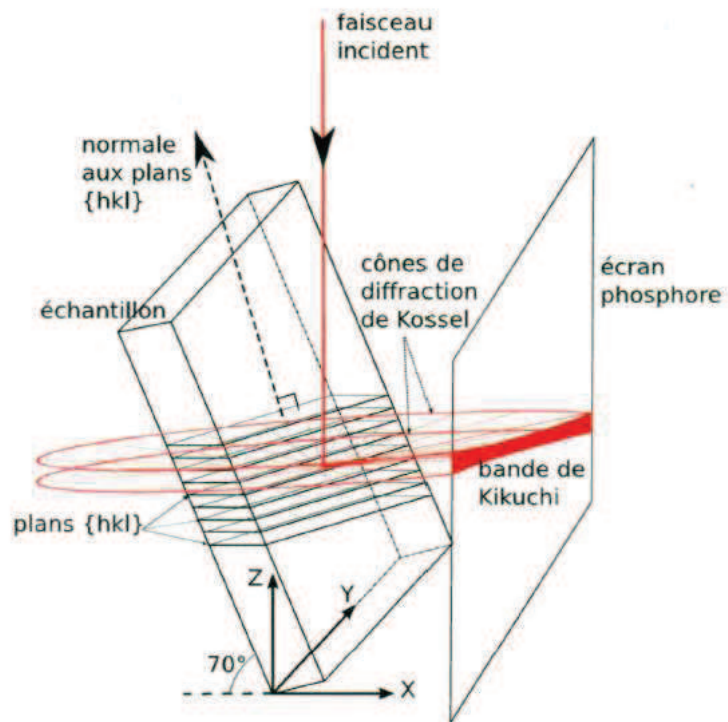
### II.3.2.3. Dispositif expérimental et acquisition EBSD

Les échantillons de toute la série d'alliages Ni–Nb ont été caractérisés par la technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés EBSD via trois types de microscopes électroniques à balayage JEOL 6400 à filament de tungstène, MEB–FEG (*Field Emission Gun*) JEOL 6500 et MEB–FEG ZEISS SUPRA 55P. Lorsque le faisceau incident balaie la surface du matériau, un logiciel (*Channel 5–HKL*) prend en charge en temps réel, l'acquisition de l'EBSD et le traitement de l'image afin d'en extraire les informations cristallographiques pour le calcul de l'orientation. Ce logiciel permet, à partir des données acquises pour chaque pixel de la plage d'analyse, de produire des cartographies de désorientations, des figures de pôles et des fonctions de distributions des orientations *FODC*.

La cartographie de désorientations est obtenue à partir des mesures d'orientations locales et la désorientation est définie par une rotation autour d'un axe qui permet de passer de l'orientation du cristal à celle du cristal adjacent. Parmi les 24 rotations possibles d'angles positifs, le logiciel choisit la rotation d'angle minimum [45]. Les désorientations relatives entre deux points de mesure, détectées jusqu'à un angle de 0,5 degré, renseignent sur la nature des interfaces: sous-joint, joint de grains et joint de macles. Les mesures et la détermination de la distribution des grains ainsi que de leur tailles moyennes sont réalisées à l'aide de la méthode d'intercepts dans deux directions perpendiculaires. La supériorité de la technique EBSD par rapport à la métallographie optique classique se réaffirme pour les microstructures très fines (de l'ordre du micron tels que le cas des alliages riches en Nb), car les micrographies optiques ne permettent pas un comptage précis. En outre, le logiciel qui lui est associé a l'avantage de définir des codes couleurs qui peuvent être adaptés aux tests subis par le matériau considéré et aux éléments microstructuraux qui lui correspondent.

Dans le cadre de notre étude relative aux mécanismes de déformation à chaud des alliages Ni–Nb, les cartographies EBSD suivantes ont été considérées (*Cf. Annexe C.2a, b, c et d*):

- Une cartographie qui informe sur l'indice de qualité du diagramme représenté par un niveau de gris. Une telle carte est capable de donner une représentation fidèle de la microstructure, vu qu'un niveau de la partie centrale des grains, où les diagrammes sont de bonnes qualités, l'indice sera élevé et apparaître *en clair*, alors qu'au niveau des joints de grain, où deux diagrammes peuvent se superposer, l'indice sera faible apparaissant *en foncé*. Dans ce cas, le contraste des bandes va dépendre de la phase et de l'orientation cristalline (*Annexe C.2a*);
- Une cartographie de désorientation des joints de grain et des sous-joints tracés en *gris-bleu-rouge* et *noir*, respectivement (*Annexe C.2b*);
- Une cartographie des joints de macles, représentée en *vert* (*Annexe C.2c*);



**Figure II.10** : Schéma de la diffraction des électrons rétrodiffusés par un plan  $(hkl)$  et de la formation d'une bande de *Kikuchi* lors d'une analyse par EBSD.

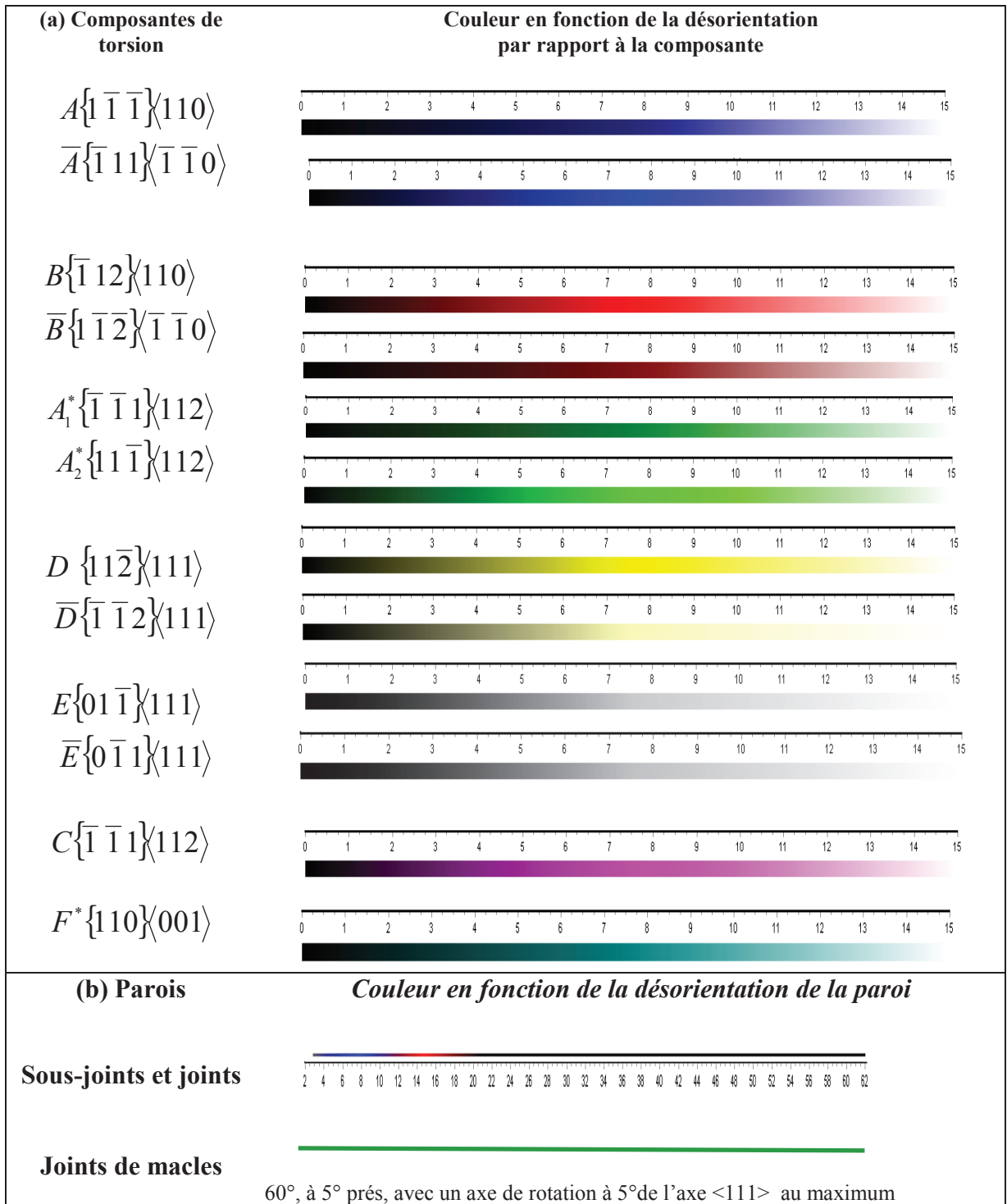
- Enfin, une cartographie informative de la texture granulaire pour laquelle il est possible d'attribuer une couleur pour chaque orientation préférentielle qui sera présenté par un point. Ainsi les points ayant des orientations quasi-similaires apparaîtront de même couleur, permettant donc de mettre en évidence les différents grains (Annexe C.2d). La représentation des orientations cristallographiques (définie par des codes couleurs sur les cartes correspondantes) est sous la forme des composantes de texture notées  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ , c'est-à-dire définies par la direction  $\langle uvw \rangle$  et le plan  $\{hkl\}$  cristallographiques coïncidant avec la direction  $\theta$  et le plan  $(r, \theta)$  de cisaillement simple.

Conformément à des données issues de la littérature [63–64], nous avons représenté en Fig. II.11, deux composantes de type A, pour lesquelles la direction  $\langle 110 \rangle$  et le plan  $\{111\}$  coïncident avec la direction et le plan de cisaillement simple et qui correspondent à un code couleur bleu dégradé, les autres composantes sont définies de la même manière, selon leurs composantes de texture et leurs codes de couleurs en rappelant qu'une dispersion de  $15^\circ$  autour de chaque composante a été admise. On procède ensuite à la conversion des angles d'Euler en indice de Miller et au calcul de l'angle et l'axe de désorientation entre deux orientations définies par leurs angles d'Euler. L'angle de désorientation est donné en degrés ( $0^\circ < \theta < 62,8^\circ$ ) et l'axe de désorientation choisi est celui des 24 équivalents qui sont définis par le triangle stéréographique  $[001]$ ,  $[101]$ ,  $[111]$ . Le programme fournissant les coordonnées cartésiennes (normées) et de projection stéréographique, l'image d'une orientation par cette rotation peut être calculée.

### II.3.2.4. Paramètres d'entrée statistiques de traitement des cartes EBSD

Les cartographies obtenues nécessitent des corrections afin de supprimer les pixels qui sont mal indexés (*noise reduction*) par le logiciel *HKL*. Une fonction permet le remplacement de ces pixels en leur attribuant l'orientation de leurs voisins. Cette correction peut s'effectuer à plusieurs niveaux en commençant toujours par le remplacement des pixels qui n'ont qu'un seul voisin manquant, puis deux, mais jamais plus afin de limiter les erreurs d'indexation. L'indice de qualité fréquemment utilisé pour représenter les cartographies (*Band Contrast :BC*) est représentatif du contraste moyen entre les centres des bandes et le bruit de fond. La qualité des diagrammes dépend fortement de l'état de déformation du matériau (régularité de la distance interréticulaire des plans diffractants).

La mesure de la taille des grains a été réalisée à l'aide de deux méthodes qui ont été par la suite comparées en vue de vérifier leur fiabilité : (i) la méthode du cercle équivalent (*ECD*) qui admet un diamètre de cercle ayant la même surface que le grain considéré, et (ii) la méthode des intercepts qui consiste à tracer des segments de droite selon deux directions horizontale et verticale.



**Figure II.11 :** Codes couleur de représentation des orientations cristallographiques dans les cartographies : (a) composantes en torsion ; (b) parois de sous-joints, joints de grains et joints de macles.

Des codes de *couleur dégradée* ont été choisis pour les parois afin d'indiquer la transition entre les sous-joints, les joints intermédiaires et les joints de grains. Les désorientations s'échelonnent du gris clair qui correspond aux sous-joints  $> 2,5^\circ$ , au bleu  $> 8^\circ$  avec un dégradé de couleur gris-bleu entre  $2,5^\circ$  et  $8^\circ$ , pour aller progressivement vers le rouge à une désorientation  $> 15^\circ$  et enfin à un passage vers le noir qui désigne les joints mobiles de désorientations supérieure à  $23^\circ$ . (Annexe C.2b). A chaque pixel de la carte est attribuée une couleur qui dépend de son orientation (mélange de gris, de bleu, de rouge et de noir, dosé suivant la valeur des trois angles d'Euler:  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$  respectivement). Les joints de macles de couleur verte sont considérés comme étant des joints spéciaux de désorientation proche de  $60^\circ$ , et une direction de type  $\langle 111 \rangle$  pour chacun des deux cristaux adjacents (Fig. II.11). On impose généralement 10 degrés comme critère de désorientation pour définir un joint de grain comme on peut également choisir une valeur plus faible pour mesurer la taille d'un sous-joint. L'avantage majeur de cette méthode réside dans mesure des tailles en fonction d'une orientation précise définie préalablement dans un sous-ensemble de grains nommé *subsets*.

Les observations EBSD ont été effectuées en inclinant le porte-échantillon de  $70^\circ$  et en appliquant une tension de 20kV. La distance calibrée entre l'échantillon et la pièce polaire est de l'ordre de 15 mm et de 18 mm pour les microscope ZEISS et JEOL 6500F, respectivement. La taille moyenne des plages analysées varie selon l'alliage étudié et ses conditions de déformation et peut atteindre une surface de  $(1500 \times 1120) \mu\text{m}$ , avec un pas d'acquisition très fin ( $\sim 0,1 \mu\text{m}$ ). Les analyses portant sur un minimum de 100 grains (exemple de certains échantillons du Ni pur déformés) jusqu'à un maximum de l'ordre de 150000 grains (pour d'autres cas des alliages riches en Nb), permettent de déterminer des tailles avec une précision bien raisonnable en adoptant un pas se situant entre 0,1 et  $1 \mu\text{m}$  selon la finesse des microstructures. La détermination de la taille des microstructures a été effectuée en incluant uniquement les grains constitués d'au moins 4 pixels, ce qui équivaut à un diamètre de 0,1 à  $2,3 \mu\text{m}$  environ, ainsi, l'incertitude de mesure sera limitée à 10%. Il est à remarquer que sur les cartographies, les points non indexés sont affichés en couleur vert brillant.

### II.3.2.5. Présentation des résultats microstructuraux et choix des indicateurs

D'un point de vue qualitatif, outre la cartographie correspondante aux parois de désorientations présentées en Annexe C.2b, il est fort utile de procéder à un autre mode de présentation des cartographies, notamment pour certains échantillons qui présentent une hétérogénéité locale. Après nettoyage et reconstruction des grains, le logiciel *Channel V* calcule la désorientation entre chaque paire de pixels voisins. Si cette dernière est supérieure à  $15^\circ$ , un segment de joint est tracé sur la carte en présentant uniquement les joints ( $>15^\circ$  : en noir) ;

chaque amas de pixels qui est entouré par une frontière fermée est considéré comme étant un grain pour lequel une nuance aléatoire de gris lui est attribuée (Annexe C.5). Ce type de carte tire son utilité du fait qu'on peut avoir une vision globale sur la taille des grains recristallisés et sur la fragmentation des grains obtenus après déformation. Les indications quantitatives des tailles des grains et sous-grains seront reportées respectivement sur des tableaux qui précisent la taille moyenne des grains ayant une désorientation supérieure à 15° et celles des sous-grains supérieure à 8° et à 2,5°.

La mesure de la longueur moyenne d'intercept est réalisée en traçant un certain nombre de lignes horizontales et verticales sur les cartographies obtenues par EBSD (Annexe C.4). Chacune de ces lignes, étant appelée à varier selon l'alliage et les conditions de déformation, est revue par le logiciel qui mesurera les distances entre ses deux intersections consécutives avec un sous-joint de désorientation 2,5; 8 ou 15°. La valeur de la moyenne de ces longueurs ainsi déterminée donne un aperçu sur la taille du grain ou du sous-grain dans chacune des directions (horizontales et verticales). Pour les mesures par la méthode ECD, on présente généralement deux valeurs dont la première correspond à celle obtenue après reconstruction des grains à partir de la carte nettoyée, alors que pour la deuxième, on ne prend en compte que les grains dont l'aire est supérieure à 4 pixels (après filtrage et après création d'un *subset*). Le logiciel passe ensuite en revue tous les grains (ou sous-grains) c'est-à-dire les régions délimitées par une frontière fermée de désorientation supérieure à 15° (ou 2 et 8° pour les sous-grains) pour calculer finalement le diamètre du cercle de même aire que celle du grain. L'histogramme des désorientations obtenu permet de donner des informations plus précises sur la fraction des sous-joints *LAB* (*Low Angle Boundary %*) et sur la fraction des joints à forte désorientation *HAB* (*High Angle Boundary %*).

### II.3.3. Etude de l'effet de la déformation sur les microstructures et microtextures

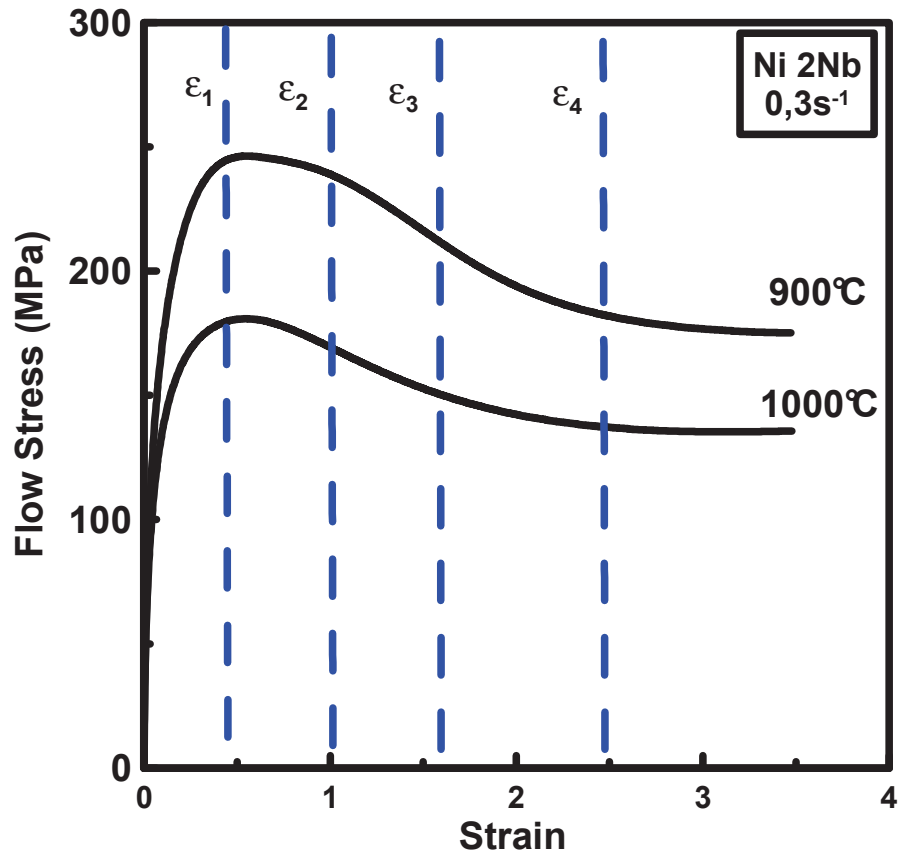
A partir du développement de la cinématique de l'essai de torsion (Eq. II.3, [104]), on peut déduire les expressions:

$$\begin{aligned}\bar{\varepsilon}_{(r)} &= \frac{2\pi}{\sqrt{3}} \frac{r}{L} N \\ \bar{\varepsilon}_{(R)} &= \frac{2\pi}{\sqrt{3}} \frac{R}{L} N\end{aligned}\tag{II.12}$$

d'où l'on peut tirer:

$$r = \frac{R \cdot \bar{\varepsilon}_{(r)}}{\bar{\varepsilon}_{(R)}}\tag{IV.13}$$





**Figure II.12 :** Choix des taux de déformation pour la caractérisation des microstructures et microtextures en profondeur de deux alliages Ni–2%Nb et Ni–10%Nb déformés aux conditions :  $\dot{\epsilon} = 5 - \dot{\epsilon} = 0,3s^{-1} - 900 - 1000^{\circ}C$  :  $\epsilon_1 = 0,5$  ;  $\epsilon_2 = 1$  ;  $\epsilon = 1,67$  ;  $\epsilon = 2,5$ .

A partir de cette dernière expression, on a été amené à procéder à des déformations successives selon différentes profondeurs effectuées par polissage de la surface d'une même éprouvette, permettant ainsi de réduire le nombre des essais.

Cependant, au vu du nombre important des échantillons, seuls deux alliages Ni-2%Nb et Ni-10%Nb ont été sélectionnés pour être déformés sous deux différentes conditions de température (900°C et 1000°C) et à une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 0,3 \text{ s}^{-1}$  (Fig. II.12). Selon ce scénario, on est à même de disposer de cinq états de déformation possibles par alliage considéré (incluant l'essai à  $\epsilon = 5$ ) permettant d'analyser l'évolution microstructurale et quantifier par la même la taille des grains des matériaux ainsi déformés.

### Conclusions

L'intérêt fondamental des matériaux modèles étant de permettre une analyse plus fine et précise des mécanismes induits dans les processus de déformation à chaud, aide à séparer les différentes interactions possibles dans une situation plutôt complexe. Toutefois, il est à noter que leur utilisation nécessite certaines précautions car ils ne sont pas des copies de matériaux industriels mais une image simplifiée. Il en est de même pour les conditions expérimentales qui ne doivent pas être considérées comme une stricte reproduction d'un processus industriel. C'est dans ce contexte que notre étude se justifie en ciblant particulièrement l'influence du niobium en solution solide sur le comportement rhéologique et l'évolution des microstructures et textures locales d'alliages modèles Ni-Nb déformés en torsion à chaud.

# **RHEOLOGIE**

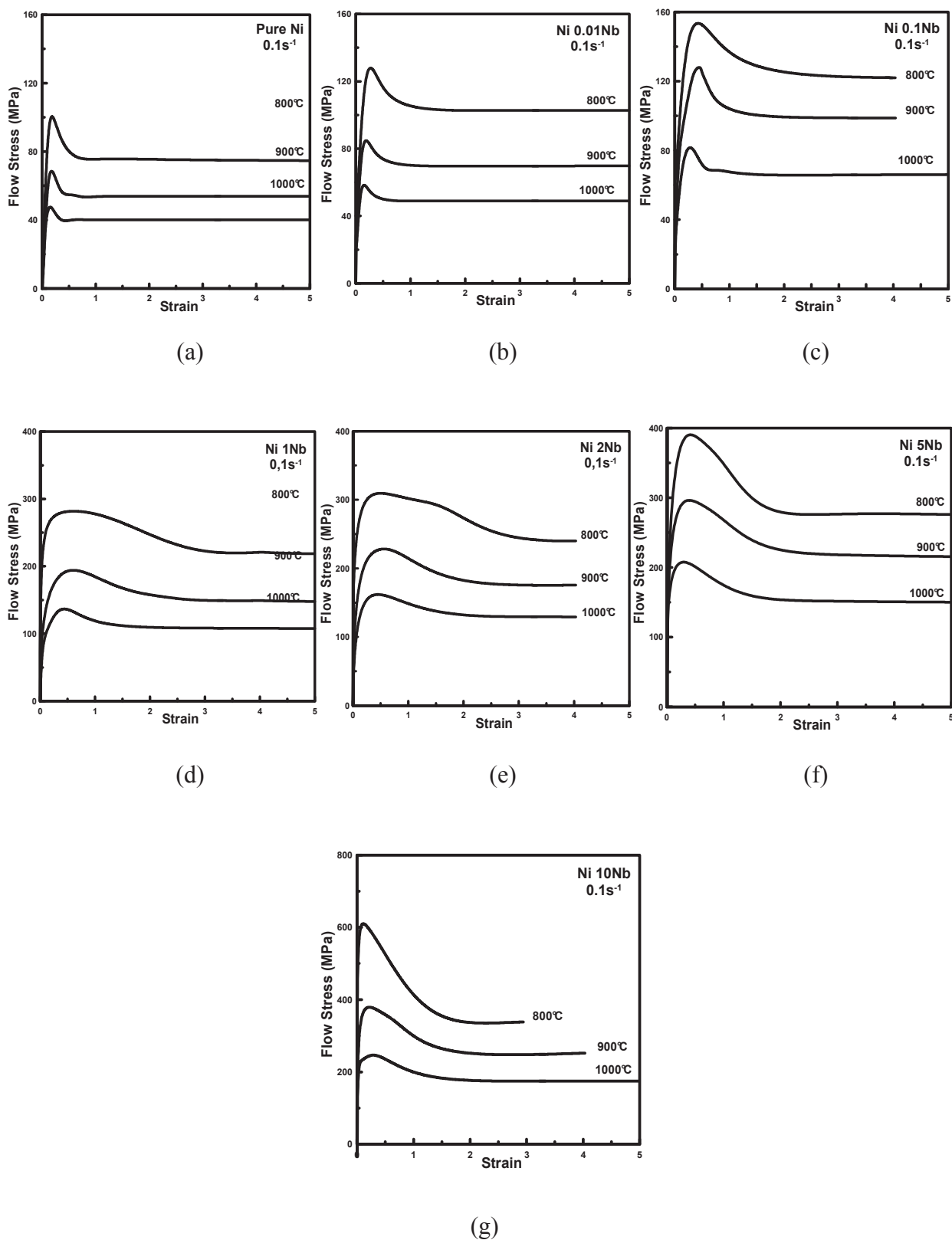
## Introduction

Les résultats portant sur les essais de torsion, dans la gamme de température classiquement utilisée pour le forgeage à chaud (800 à 1000°C) et à différentes vitesses de déformation variant de  $0,03 \text{ s}^{-1}$  à  $0,3 \text{ s}^{-1}$  (Cf. Chap. II) sont présentés et discutés dans ce Chapitre. Pour des raisons de commodité, seules les courbes contrainte-déformation relatives à la série d'alliages modèles Ni-Nb déformés à 800, 900 et 1000°C— $0,1 \text{ s}^{-1}$  seront revues tandis que le reste des courbes sera présenté en Annexes F.1 et F.2.

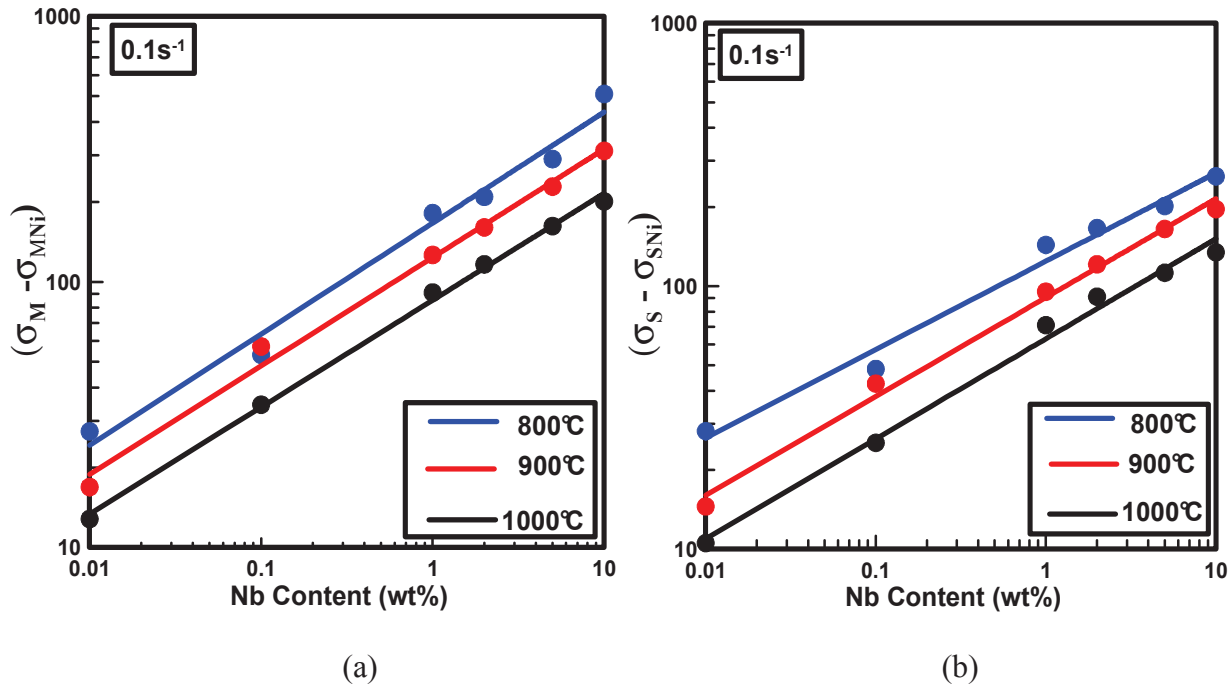
L'effet des paramètres de la sensibilité à la vitesse de déformation et de la température sur le comportement rhéologique de ces matériaux sera examiné en utilisant deux lois de comportement de types YLJ (*Yoshi-Laasraoui-Jonas*) et PW (*loi puissance*). L'intérêt de ces lois réside dans leurs expressions qui font intervenir deux mécanismes différents (l'écroutissage et la restauration dynamique) qui sont susceptibles de contrôler l'obtention des microstructures lors de la déformation à chaud. Ces relations seront comparées moyennant des ajustements effectués sur les courbes expérimentales obtenues et la pertinence de leur utilisation dans des modèles de recristallisation dynamique sera discutée à partir de considérations théoriques et pratiques. L'évolution des paramètres précités sera déterminée à l'aide d'une approche mathématique simple en fonction de la température et de la vitesse de déformation. Les résultats correspondants seront alors comparés avec ceux résultant de l'ajustement direct sur les courbes expérimentales moyennant des approches physiques à l'échelle microscopique. Il est attendu à partir de cette étude à ce qu'on obtienne un certain nombre de paramètres intégrables dans le développement du modèle qui sera exposé au *Chapitre V*.

### III.1. Courbes contrainte-déformation

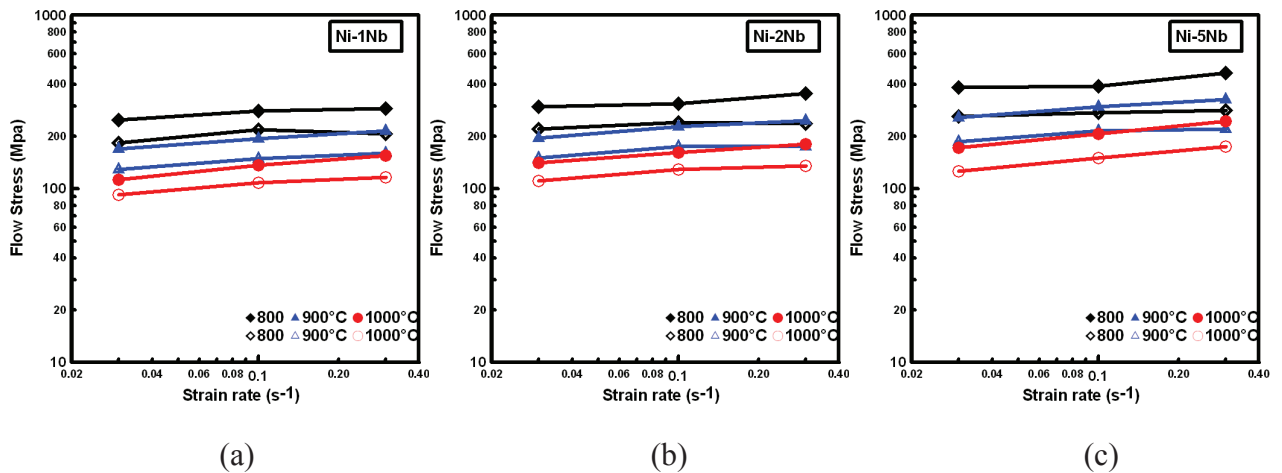
Les graphes de la Fig. III.1 montrent les différentes courbes contrainte-déformation obtenues pour les alliages Ni-Nb pour une déformation équivalente de von Mises de 5. Les courbes déduites de celles expérimentales par le biais de la relation de Fields et Backofen [61], détaillées précédemment (Cf. Chap. II), permettent de comparer l'effet des différents teneurs de soluté (Nb) sur le comportement mécanique à chaud de ces alliages. De prime abord, on peut remarquer que les allures des différentes courbes sont caractéristiques d'alliages déformés à chaud ayant un comportement intermédiaire entre les matériaux à faible *EDE* (Ni pur) et ceux à forte *EDE* (alliage Ni-1-2%Nb).



**Figure III.1 :** Courbes contrainte déformation des alliages Ni-Nb déformés en torsion à différentes températures et à  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$ : Ni pur ; (b) Ni-0,01%Nb ; (c) Ni-0,1%Nb ; (d) Ni-1%Nb, (e) Ni-2%Nb ; (f) Ni-5 %Nb ; (g) Ni-10%Nb.



**Figure III.2 :** Effet durcissant du niobium en solution solide dans les conditions  $\varepsilon = 5-800-900-1000^\circ\text{C}-\dot{\varepsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$  : (a) au maximum de la contrainte d'écoulement; (b) au régime stationnaire de la contrainte d'écoulement; les pentes des ajustements linéaires sont 0,42, 0,41 et 0,40 respectivement.



**Figure III.3 :** Exemples des diagrammes à l'échelle logarithmique ( $\sigma - \dot{\varepsilon}$ ), utilisés pour le calcul du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation pour les alliages Ni-Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5-800-900-1000^\circ\text{C}$ . (a) Ni-1%Nb; (b) Ni-2%Nb et (c) Ni-5%Nb.

Un maximum de la contrainte bien aigu est observé sur ces courbes, suivi d'un adoucissement qui s'accroît au fur et à mesure qu'on augmente la teneur en niobium. Le maximum de la contrainte prend alors une forme de plateau dont l'élévation s'accroît avec l'addition de Nb, ce qui peut être probablement attribué à l'effet d'épinglage des dislocations par les solutés (*Pinning effect*). Dans le chapitre qui suit, nous verrons que les deux états subséquents (stationnaire et recristallisation) seront affectés (retardés) par l'ajout de Nb [12]. Ces observations trouvent une certaine concordance avec celles issues de la littérature dans le sens où Luton et Sellars [41], étudiant la recristallisation dynamique du nickel pur et de ses alliages à base de fer, ont suggéré qu'un pic très aigu se formait pour le nickel pur pour s'arrondir ensuite avec l'addition du fer (*Cf. Chap. I*). Le même phénomène a été aussi corroboré par Richardson *et al.* [71] en étudiant l'effet de la pureté du nickel sur la déformation en début de la recristallisation.

En effet, comme il peut être observé sur la Fig. III.1g, la courbe contrainte déformation de l'alliage Ni-10%Nb obtenue à 800°C ne présente pas de régime stationnaire, comparativement au reste des courbes. Cela laisse supposer que la rupture prématurée de l'éprouvette survenue lors de la déformation ait été causée par la teneur élevée de soluté (Nb) (*Cf. Chap. I*). Des observations similaires ont été faites par Luton et Sellars [41] qui ont également révélé l'apparition d'oscillations sur ces courbes, les imputant à des faibles vitesses de déformations alors que Sakai [42] les attribuait plutôt à l'effet de la taille de grain.

Une analyse plus poussée des courbes expérimentales peut être effectuée en se référant à de diverses données bibliographiques. En ce sens, Mataya [72] a montré que l'augmentation de la contrainte dans le superalliage à base de nickel (*Nickel 718*) est causée par un mécanisme combiné entre l'effet de soluté à court distance et/ou au piégeage des solutés par l'existence d'une substructure des dislocations. Cette même influence des atomes de soluté sur la croissance de grains en recristallisation, a été revue par Lucke et Delert [46] et par Cahn [66] en termes de traînage d'atomes de soluté. En d'autres termes, il a été montré que lorsque la température augmente ou lorsque la vitesse de déformation diminue, la contrainte d'écoulement décroît et la phase de restauration s'élargit permettant ainsi au mécanisme d'adoucissement d'être plus prépondérant par rapport à l'écrouissage du métal. Cette notion d'adoucissement a été reprise par Lewandowski et Overfelt [74], l'attribuant à la restauration dynamique et/ou au chauffage adiabatique durant la déformation, alors que Mataya *et al.* [75] ont estimé que l'adoucissement qui augmente avec la température ne peut être dû qu'à l'effet thermique de la déformation. En outre, Weis *et al.* [76] ainsi que Guimarães et Jonas [77], étudiant l'*Inconel 718*<sup>®</sup> et le *Waspalloy*<sup>®</sup> respectivement, ont montré que cet effet peut être imputé à la fois au chauffage adiabatique et à la recristallisation dynamique et que la présence du pic ne peut être causée que par l'effet du mécanisme de durcissement en solution solide. Cela correspond bien à nos propres

observations qui montrent un maximum de la déformation au cours de la phase d'écrouissage variant de 0,5 à 3,5 pour tous les alliages d'étude. Pour une déformation de von Mises de 5, l'élargissement observé de la phase d'adoucissement des alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb, par rapport à celui des alliages à plus faible teneur en Nb, est bien mis en évidence par le retard très prononcé de la recristallisation. Des résultats similaires ont été présentés par Najafi zadeh *et al.* [78] lors d'une étude menée sur l'effet des éléments interstitiels tels que le carbone et l'azote dans les aciers ainsi que sur les additions de Ti et Nb (sous forme de précipités).

### III.2. Effet durcissant du niobium en solution solide

L'influence de la teneur en Nb sur le maximum et le régime stationnaire des courbes contrainte-déformation d'alliages déformés dans les conditions : 800, 900 et 1000°C—0,1 s<sup>-1</sup> est illustrée en Fig. III.2.

L'effet de durcissement (qui peut être présenté par une droite à l'échelle logarithmique) peut être décrit par la *loi puissance* (PW) suivante :

$$\sigma_M = \sigma_M(Ni) + k C_m^p \quad (\text{III.1})$$

Où  $C_m$  est la teneur en Nb (wt%) et  $\sigma_M(Ni)$  est la contrainte d'écoulement du nickel pur au maximum et l'exposant  $p$  vaut ~0,4.

Les valeurs de l'exposant  $p$  varient peu et sont indépendantes de la température et de la vitesse de déformation [60, 79–80]. Le fait que  $p$  soit très inférieur à 1 signifie que l'effet durcissant est moins important que celui linéaire. Selon la littérature, des modèles simples sont aptes à prédire un durcissement en racine ou en loi puissance avec un exposant avoisinant 0,5 [7]. Néanmoins, il est à supposer aussi que l'effet apparent de durcissement du Nb en solution solide dans cette présente étude inclurait l'influence de la taille du grain sur la contrainte d'écoulement (au maximum et à l'état stationnaire) qui se voit considérablement réduite avec le rajout du Nb.

### III.3. Calcul des paramètres rhéologiques

#### III.3.1. Paramètres de la loi pseudo plastique

##### III.3.1.1. Sensibilité à la vitesse de déformation $m$

A partir des courbes expérimentales contrainte-déformation, il a été vérifié que les matériaux étudiés obéissent à la loi pseudo plastique classique suivante:

$$\sigma = k Z^m = k \dot{\epsilon}^m \exp(mQ/RT) \quad (\text{III.2})$$



La contrainte d'écoulement de chaque courbe établie aux températures 800, 900 et 1000°C au maximum et au régime stationnaire est portée dans des diagrammes  $\ln(\sigma) - \ln(\dot{\epsilon})$  (Fig. III.3). Au vu du nombre élevé des courbes obtenues, on s'est proposé alors de nous limiter à quelques exemples d'alliages, à savoir Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb.

De la Fig. III.3, il est aisément observable que les points expérimentaux sont parfaitement alignés impliquant ainsi que la pente de la droite peut conduire à la détermination du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$ . Les évolutions moyennes de ce coefficient en fonction de la teneur en niobium au maximum et au régime stationnaire (à titre d'exemple : 0,21 pour le nickel pur jusqu'à 0,02 pour l'alliage Ni-10%Nb, Fig. III.4 et Tableau III.1) laissent supposer qu'une augmentation de la teneur en niobium est en mesure de provoquer une légère diminution de la sensibilité à la vitesse de déformation par rapport au nickel pur [7]. La ligne en pointillés de la même figure correspond au coefficient  $m$  au régime stationnaire qui se trouve influencé par l'auto-échauffement. Les valeurs moyennes portées sur le Tableau III.1 correspondent à celles présentées en Fig. III.4 au maximum et au régime stationnaire selon la loi puissance:

$$m(C_m) = m(Ni) - \beta C_m^\alpha \tag{III.3}$$

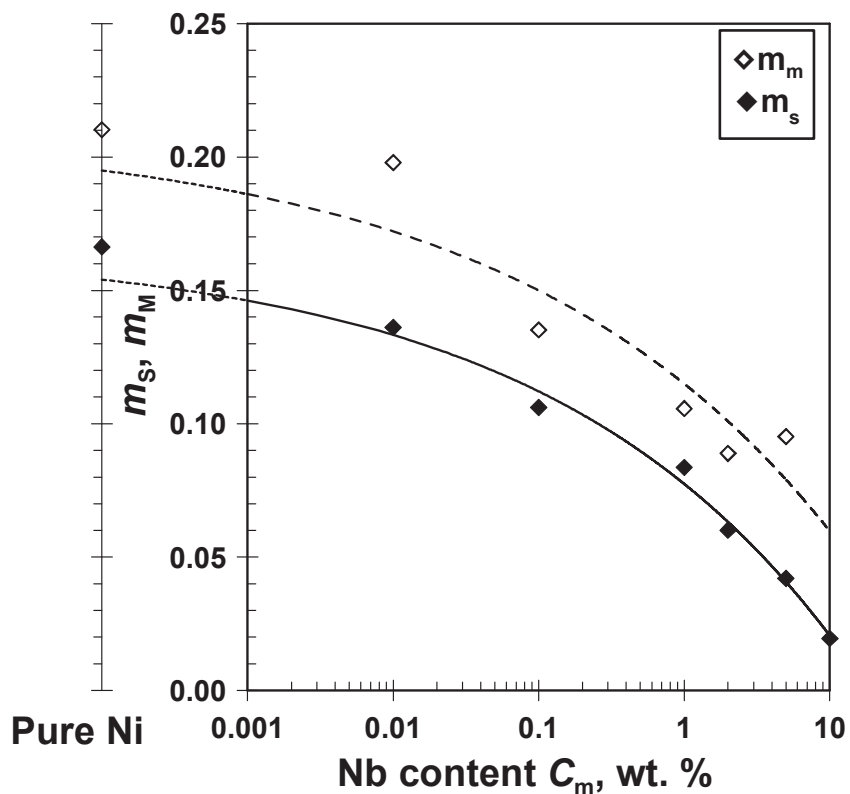
Avec  $\alpha_M = 0,198$  et  $\beta_M = 0,09$  ;  $\alpha_S = 0,214$  et  $\beta_S = 0,08$ .

**Tableau III.1** : Valeurs moyennes de  $m$  en fonction de la teneur en niobium selon la loi puissance au maximum et au régime stationnaire

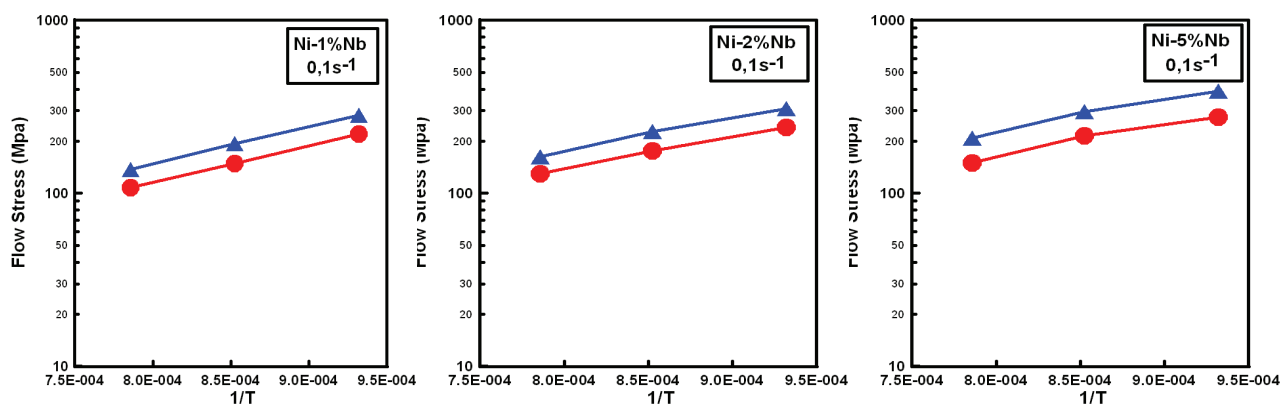
Nb, (%)	$m_M(moy)$	$m_S(moy)$
0	0,2102	0,1663
0,01	0,1979	0,1361
0,1	0,1352	0,1061
1	0,1057	0,0836
2	0,0889	0,0601
5	0,0952	0,042
10	-	0,0195

### III.3.1.2. Sensibilité à la température : énergie d'activation apparente $Q$

Les contraintes d'écoulement au maximum et au régime stationnaire issues de chaque courbe étant portées dans un diagramme  $\ln(\sigma) - 1/T$ , les pentes des droites correspondantes ( $mQ/RT$ ) permettent de déterminer les énergies d'activation ( $Q(kJ/mole)$ ) via le coefficient  $m$  calculé précédemment et ce pour chaque température.



**Figure III.4 :** Influence de la teneur en niobium sur les valeurs moyennes du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation ( $T=800-900-1000^{\circ}\text{C}$ ) au maximum  $m_M$  et au régime stationnaire de la contrainte d'écoulement  $m_s$ , l'ajustement des courbes a été établi selon l'Eq. 3.



**Figure III.5 :** Exemples des diagrammes  $\ln(\sigma - (1/T))$  utilisés pour le calcul de l'énergie d'activation thermique apparente des alliages Ni-1%Nb; Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions :  $\varepsilon = 5$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$

L'énergie thermique apparente  $Q$  normalisée avec le module de cisaillement  $\mu$  ont été calculés au maximum et au régime stationnaire pour les différentes vitesses de déformation en fonction de la teneur en niobium selon l'équation [67, 82]:

$$\mu = \mu_0 \left( 1 - \eta \frac{T - 300}{T_M} \right) \quad (\text{III.4})$$

Avec  $\mu_0 = 7.89.10^4$  MPa (pour le Ni à 300K),  $T_M = 1728$ K (Ni) et  $\eta = 0.64$ .

Les résultats correspondants de  $Q_{(\mu)}$  en fonction de la teneur en Nb (au maximum et au régime stationnaire) des 7 matériaux déformés à différentes vitesses sont présentés dans le [Tableau III.2](#).

<b>Tableau III.2</b> : Valeurs de $Q_{(\mu)}$ en fonction de la teneur en niobium dans différents alliages déformés à différentes vitesses de déformations.						
	Vitesse de déformation, ( $s^{-1}$ )					
	0,03		0,1		0,3	
Nb, (%)	$Q_{(\mu)M}$	$Q_{(\mu)S}$	$Q_{(\mu)M}$	$Q_{(\mu)S}$	$Q_{(\mu)M}$	$Q_{(\mu)S}$
0	142,190	196,120	183,720	147,520	180,830	198,420
0,01	219,571	275,993	193,620	260,898	189,210	260,500
0,1	334,681	419,630	267,100	339,468	247,900	371,100
1	423,610	465,790	390,790	476,960	332,910	253,350
2	470,030	669,430	412,200	582,510	413,040	515,310
5	438,930	<b>957,930</b>	384,920	<b>833,560</b>	396,900	737,400
10	489,260	<b>2693,650</b>	421,020	<b>1828,700</b>	347,300	779,700

La [Fig. III.5](#) représente les diagrammes utilisés pour la détermination des valeurs de  $Q$  pour les 7 alliages dont les résultats sont portés dans le [Tableau III.2](#). Pour le cas du nickel pur et les alliages à plus faible teneur en Nb (Ni-0,01%Nb), les valeurs trouvées au maximum sont presque identiques ( $\sim 280$  kJ mol $^{-1}$ ) alors que pour les alliages riches en Nb, au régime stationnaire, elles se voient augmenter considérablement pour atteindre une valeur moyenne de l'ordre de 1700 kJ mol $^{-1}$  pour l'alliage Ni-10%Nb. Comme il a été évoqué antérieurement, au vu de l'auto-échauffement qu'ont subi particulièrement les alliages riches en Nb déformés à 800 °C, les valeurs correspondantes de  $Q$  ne sont pas représentées dans la [Fig. III.6](#).

Dans le même contexte, de nombreuses études menées sur l'*Inconel 718* déformé en compression à chaud [83-84,76-77] ont montré que pour les faibles déformations, le comportement rhéologique est en étroite dépendance avec la limite élastique du matériau. Par ailleurs, d'autres résultats [74,85] avancent, qu'à faible vitesse de déformation ( $< 0,0001$  s $^{-1}$ ), le comportement mécanique du même alliage est identique à celui obtenu à de très hautes vitesses

de déformation et la valeur de  $Q$  se trouvait proche de  $300 \text{ kJ mol}^{-1}$  (proche de celles de l'autodiffusion et du fluage du nickel pur). Cet état de fait semble montrer que les importantes valeurs  $Q$  obtenues dans notre cas sont bien dues à l'effet des solutés sur le niveau de contrainte d'écoulement. Par ailleurs, Lutton et Sellars [41] ont déterminé des valeurs de  $Q$  étant presque constantes pour le nickel pur déformé à différentes températures mais variables pour les alliages nickel-fer. Ces résultats ne sont pas en agrément avec les nôtres qui montrent une indépendance de la température dans le domaine étudié (Fig. III.5) et une allure des courbes presque constante avec l'augmentation de la température. En comparant les valeurs de  $Q$  dans le domaine de consolidation (Fig. III.6), on remarque qu'elles varient entre 300 et 400 kJ/mol dans le domaine de consolidation et ce pour tous les alliages Ni-Nb, alors que dans le régime stationnaire, elles varient peu pour les alliages à faible teneur en Nb mais augmentent assez rapidement pour ceux riches en Nb, ce qui laisse supposer que le régime stationnaire peut être relativement influencé par la pureté du matériau. Cependant, Belyakov *et al.* [86], ont trouvé des valeurs de  $Q$  bien supérieures dans le domaine de consolidation pour les alliages ferreux attribuables toujours à l'influence des solutés, alors qu'au régime stationnaire, elles étaient semblables pour tous les alliages considérés, à l'instar des modèles proposés par Cahn [66] et Lücke et Detert [46].

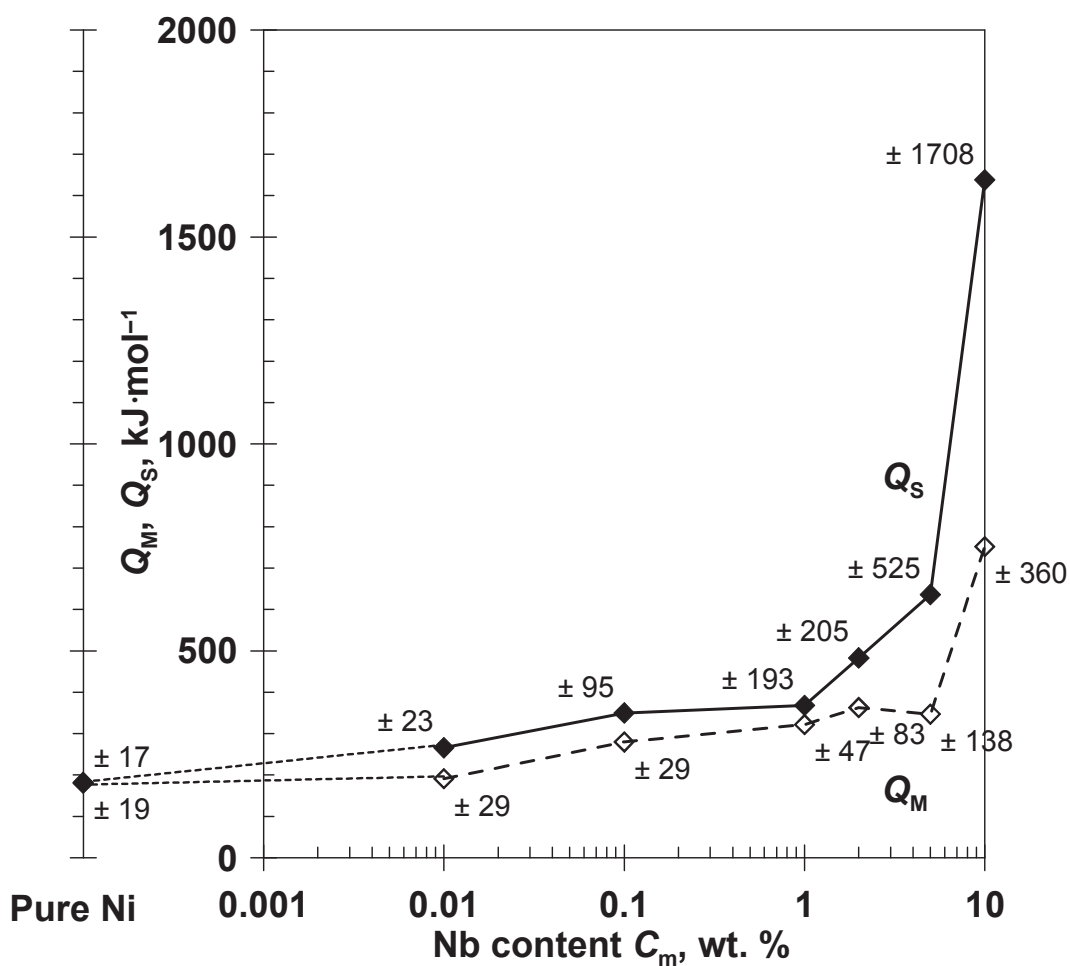
### III.3.1.3. Equivalence température-vitesse de déformation

A l'aide des paramètres  $m$  et  $Q_{(\mu)}$ , les variations des contraintes au maximum ( $\sigma_m$ ) et au régime stationnaire ( $\sigma_s$ ) peuvent être exprimées en fonction du paramètre de *Zener Hollomon* [81], comme il est illustré en Fig. III.7. Dans ce cas de figure, une valeur de  $Q=200 \text{ KJ/mol}$  (proche de l'auto diffusion du nickel) a été choisie pour le calcul de  $Z$  et ce pour une meilleure comparaison de ces paramètres. Sur les graphes correspondants (Figs.III.7a et b), les valeurs expérimentales suivent une allure presque linéaire (diagramme  $\ln(\sigma/\mu) - \ln(Z_{(\mu)})$ ), indiquant ainsi que les alliages obéissent, avec une bonne approximation, à une loi de comportement viscoplastique. Le calcul du coefficient de *Zener Hollomon* s'effectue selon le type de loi de comportement suivant [87–88]:

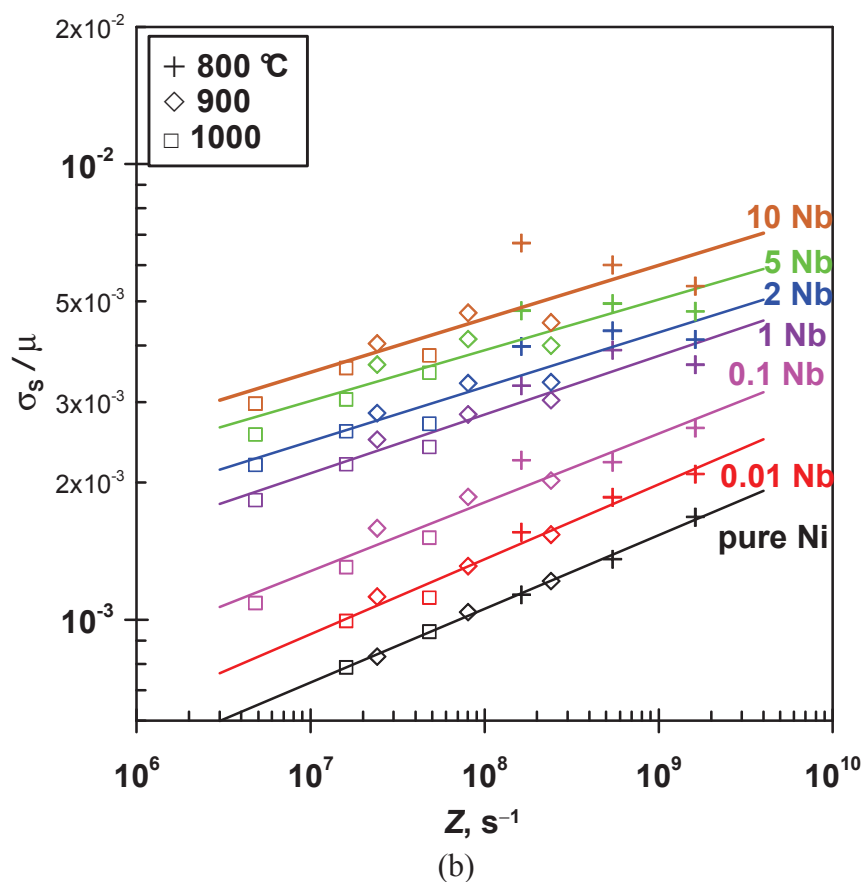
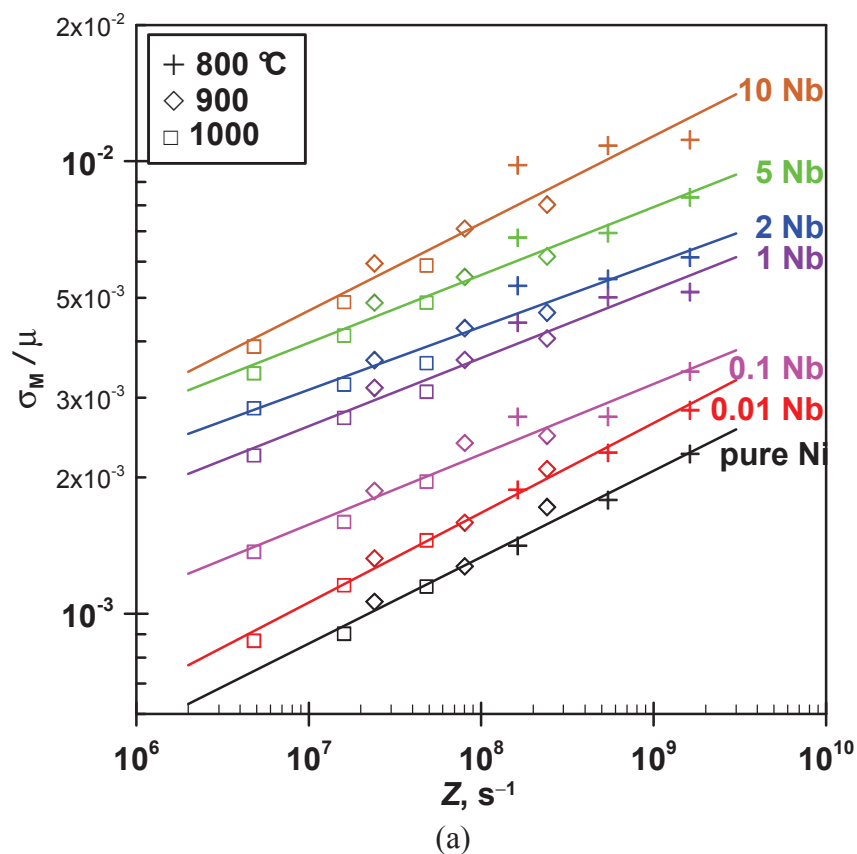
$$A \sigma^n = Z_{(\mu)} = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q_{(\mu)}}{RT}\right) \quad (\text{III.5})$$

Le niveau global de la contrainte au régime stationnaire ( $\sigma_s$ ) pendant la déformation à chaud, dépend principalement de ce paramètre selon une loi puissance [87]:

$$\sigma_s = k Z^m \quad (\text{III.6})$$



**Figure III.6 :** Evolution de l'énergie d'activation au maximum et au régime stationnaire en fonction de la teneur en Nb pour les alliages déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5-800-900-1000^\circ\text{C}$ – $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$ . Les chiffres indiquent les intervalles de confiance de 95% calculés à partir des données de  $Q$  obtenues en faisant varier la vitesse de déformation.



**Figure III.7 :** Relation entre le paramètre de *Zener Hollomon* ( $Q_M$  est pris égal à  $200 \text{ kJ mol}^{-1}$  dans le but de comparer les alliages) et la contrainte d'écoulement (normalisée par le module de cisaillement du Ni pur) pour la série d'alliage Ni-Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5$ – $800$ – $900$ – $1000^\circ\text{C}$ – $\dot{\varepsilon} = 0,03$ – $0,1$ – $0,3 \text{ s}^{-1}$ : (a) au maximum ; (b) au régime stationnaire.

Après développement des Eqs. III.4 et III.5, la loi de comportement peut s'écrire [88–90]:

$$\dot{\epsilon} = k \left( \frac{\sigma}{\mu} \right)^n \exp\left( \frac{-Q_{(\mu)}}{RT} \right) \quad (\text{III.7})$$

Ou selon la référence [76] comme :

$$\sigma = \left[ \frac{1}{A} \dot{\epsilon} \exp\left( \frac{Q}{RT} \right) \right]^{1/n} \quad (\text{III.8})$$

\* La contrainte d'écoulement de l'Eq. III.8 a été normalisée par le module de cisaillement  $\mu$ .

Les résultats portant sur l'évolution des paramètres  $(\sigma_M/\mu) = f(Z_{(\mu)})$  sont en bon accord avec ceux de Srinivasan *et al.* [85], Guimares *et al.* Jonas [77], Weis *et al.* [76], Diconza *et al.* [83], Garcia *et al.* [84], Lewandowski *et al.* [74] et Overfelt *et al.* [91]. Ainsi, une bonne corrélation est enregistrée pour le nickel pur et l'alliage Ni–0,01%Nb, tandis que la surélévation observée sur les courbes des autres alliages, particulièrement Ni–5%Nb et Ni–10%Nb, semble indiquer que la normalisation de la contrainte avec le module de cisaillement n'est pas trop significative. Cela peut être attribué à la dépendance non précise de ce module avec la température et à la non prise en compte d'autres importants paramètres (effet de soluté, taille des grains, etc.), comme il a été reporté par Sellars [41] dans une étude similaire sur le nickel pur et les alliages modèles binaires nickel–fer.

On peut également remarquer que le coefficient  $m'_M$  (décrivant la pente des droites  $\ln(\sigma_M/\mu) = f(\ln(Z_{(\mu)M}))$ ) diminue avec la teneur en niobium pour les alliages Ni–0,01 et Ni–5%Nb mais augmente pour le Ni–10%Nb (Fig. III.7a). Une observation bien approfondie permet de déduire que les points correspondants à  $800^\circ\text{C} - 0,03\text{s}^{-1}$  ( $Z = 1,6 \cdot 10^8 \text{ s}^{-1}$ ) se situent au-dessus de l'ajustement linéaire en accusant un écart qui augmente avec la teneur en niobium alors que le phénomène inverse est observé à  $800^\circ\text{C} - 0,3 \text{ s}^{-1}$  ( $Z = 1,6 \cdot 10^9 \text{ s}^{-1}$ ). Cette différence peut être attribuée probablement aux interactions dynamiques entre les dislocations mobiles et les solutés.

En relation avec l'analyse de nos résultats relatifs au régime stationnaire (Fig. III.7b), Laasraoui et Jonas [13] ont simulé ce même régime au mécanisme de fluage tout en tenant compte de l'effet du module de cisaillement, pour aboutir à une loi de comportement dont la validité a été confirmée bien avant par Sellars et Tegars [92] et qui a la forme :

$$\dot{\epsilon} = A \left[ \sinh\left( \frac{\alpha \sigma_s}{\mu} \right) \right]^{n'} \exp\left( \frac{-Q_s(\mu)}{RT} \right) \quad (\text{III.9})$$

Dans notre cas, au vu de la gamme étroite des vitesses de déformation, la loi de Zener-Hollomon a été utilisée (au maximum et au régime stationnaire). Elle est reflétée par la Fig. III.7b, qui montre une évolution linéaire des courbes de  $\sigma_s/\mu = f(Z_{(\mu)})$  (avec  $Q_s = 200 \text{ kJ.mol}^{-1}$ ) pour les différents alliages Ni–Nb déformés à des vitesses de déformation de 0,03 ; 0,1 et 0,3 s<sup>-1</sup> dans la gamme de températures de 800, 900 et 1000°C. Il y apparaît que le coefficient  $m'_s$  (décrivant la pente des droites  $\ln(\sigma_s/\mu) = f(\ln(Z_{(\mu)s}))$ ) diminue légèrement de 0,164 à 0,111 avec l'augmentation de la teneur en niobium. Néanmoins, la moyenne calculée sur  $m'_s = 0,136 \pm 0,022$  fournit une approximation raisonnable qui n'est que légèrement inférieure à  $m'_M$  du cas précédent.

### III.4. Modélisation empirique du comportement mécanique des alliages Ni–Nb

#### III.4.1. Mécanismes d'écroissage et de restauration dynamique

Les approches physiques relatives à la rhéologie des métaux et qui tiennent compte des variables internes (densité de dislocations ( $\rho$ ), taille moyenne des grains ( $D$ ), etc.) caractéristiques inhérentes de l'évolution microstructurale du matériau, se caractérisent par l'expression générale suivante :

$$\sigma = \sigma_0(\dot{\epsilon}, T) + \alpha \mu(T) b \sqrt{\rho} \quad (\text{III.10})$$

Les modèles les plus simples distinguent deux natures de dislocations qui sont les dislocations mobiles et immobiles. Les premières contribuent à la déformation plastique, alors que les secondes (forêts de dislocations) provoquent le durcissement du matériau. De manière générale, l'évolution de la densité de dislocations comporte un terme de création / écroissage et un terme d'annihilation / restauration qui sont toujours en compétition au cours de la déformation à chaud. Il devient alors possible d'exprimer ces termes sous forme de coefficients d'écroissage et de restauration dynamique à partir des courbes contrainte déformation, permettant ainsi d'estimer la part respective de ces mécanismes lors de la déformation.

L'évolution de  $\rho$  au cours de la déformation peut être représentée sous la forme suivante :

$$\left[ \frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} \right] = \left[ \frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} \right]^+ - \left[ \frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} \right]^- \quad (\text{III.11})$$

Le premier terme du deuxième membre de l'Eq. III.11  $[d\rho/d\epsilon]^+$  est le taux (ou coefficient) d'écroissage correspondant à la création des dislocations qui a été estimé par de nombreux auteurs [13,94] comme étant constant pour un couple ( $\dot{\epsilon}$ ,  $T$ ) donné. D'autre part, ce



même taux d'écroissage a été supposé comme étant proportionnel à  $\sqrt{\rho}$  [95] (le libre parcours moyen des dislocations étant proportionnel à  $1/\sqrt{\rho}$ ). Quant au dernier terme  $[d\rho/d\varepsilon]^-$  qui est le taux de restauration, il correspond à l'élimination de dislocations et est souvent pris égal à  $r\rho$  [13]. Ce coefficient est sans dimension et comme le coefficient d'écroissage, il dépend de la température  $T$  et de la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$ .

En combinant la loi YLJ décrite par l'Eq. I.15.avec l'Eq.III.10, il devient possible d'exprimer l'évolution de la contrainte d'écoulement comme suit:

$$\sigma = \sqrt{(\sigma_s^*)^2 - ((\sigma_s^*)^2 - \sigma_0^2) \exp(-r\varepsilon)} \quad (\text{III.12})$$

En l'absence de recristallisation dynamique, cette évolution conduit à un état stationnaire ( $\rho$  et  $\sigma$  constantes) pour lequel la contrainte stationnaire  $\sigma_s^*$  prend la forme suivante :

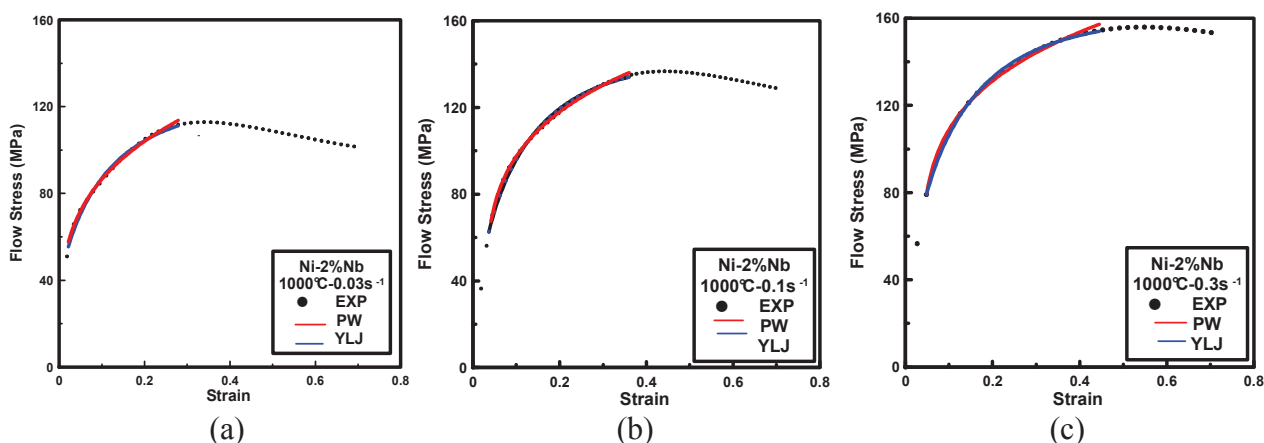
$$\sigma_s^* = \alpha\mu b\sqrt{\frac{h}{r}} \quad (\text{III.13})$$

Ces mêmes relations utilisées par Laasraoui et Jonas [13] pour le cas de la déformation à chaud d'aciers à bas carbone, permettent de déduire les courbes  $\sigma - \varepsilon$  expérimentales et ce après ajustement des paramètres  $h$  et  $r$  dans le domaine d'écroissage. Les meilleurs ajustements peuvent être obtenus en gardant  $h$  constant tout en faisant varier  $r$  avec  $\dot{\varepsilon}$  et  $T$ . Dans ce contexte, Yoshie *et al.* [12] ont estimé que la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  et la taille initiale de grain n'influent pas sur le paramètre d'écroissage  $h$  qui ne dépend seulement que de la température. Ces mêmes auteurs précisent que les variations de  $h$  avec la température sont en grande partie attribuables à la dépendance du module de cisaillement  $\mu$  en température mais qu'après correction,  $h$  devient constant et indépendant des conditions de la déformation. Il a été aussi montré que lors de la restauration dynamique, le paramètre  $r$  reste sensible à la température, à la vitesse de déformation et à la taille initiale de grains. Cependant, les résultats relatifs à  $h$  et  $r$  présentent une forte dispersion dans leur valeurs en raison de la difficulté rencontrée pour leur détermination expérimentale. Ainsi, les interprétations physiques liées à leurs variations doivent être considérées avec une certaine précaution.

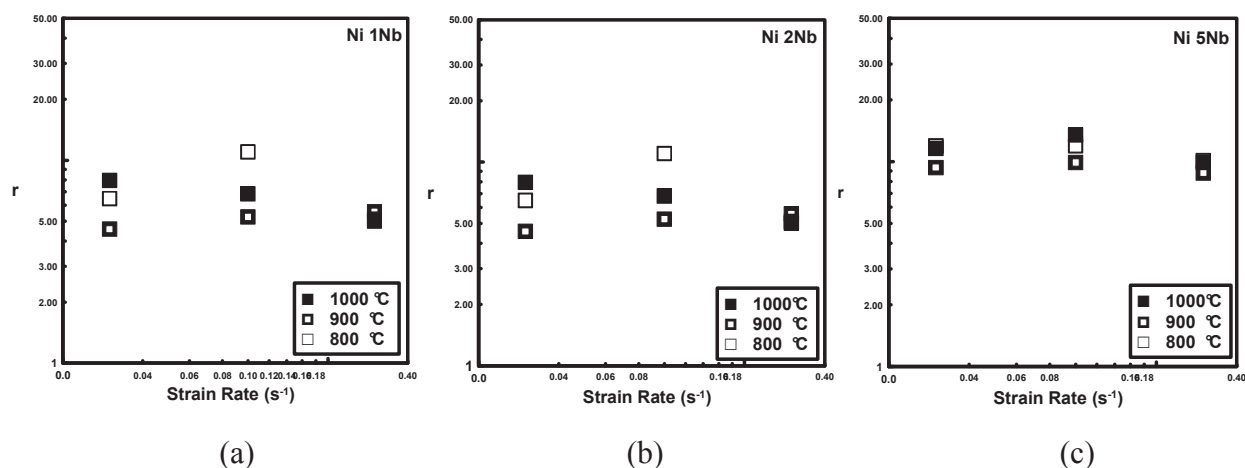
Une autre expression du modèle se transcrit comme suit [79]:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{H^{\nu+1}}{\rho^\nu} \quad (\text{III.14})$$

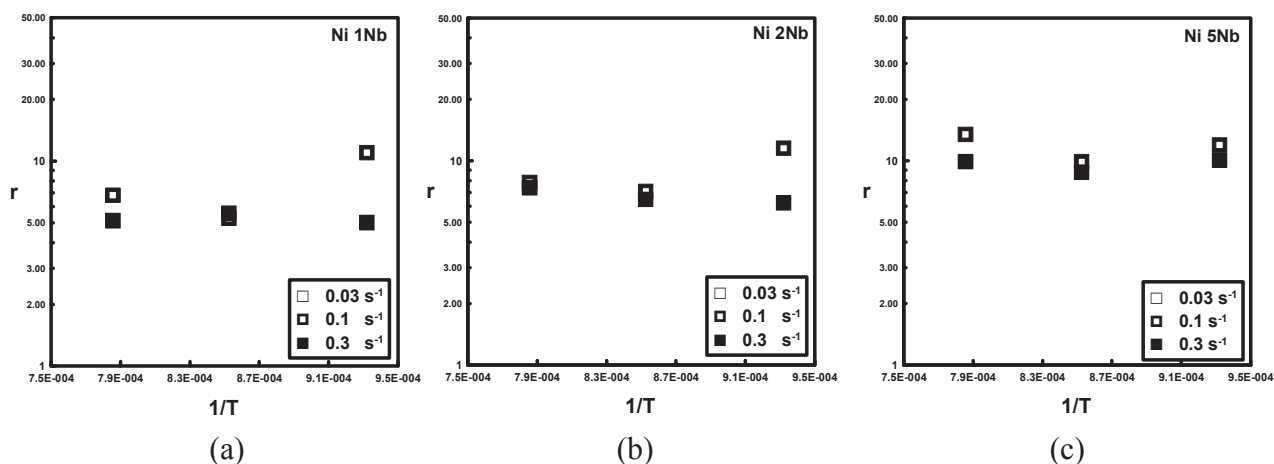
avec  $\nu \geq 0$ .



**Figure III.8 :** Comparaison des résultats expérimentaux pour l'exemple de l'alliage Ni-2%Nb déformé à la température 1000°C et à différentes vitesses de déformation avec les prédictions données par les modèles d'YLJ et PW : (a)  $\dot{\epsilon} = 0,03 \text{ s}^{-1}$  ; (b)  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  ; (c)  $\dot{\epsilon} = 0,3 \text{ s}^{-1}$ .



**Figure III.9 :** Evolution du coefficient de restauration dynamique  $r$  en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions  $\epsilon = 5-800-900-1000^\circ\text{C}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb.



**Figure III.10 :** Evolution du coefficient de restauration dynamique  $r$  en fonction de la température pour les alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions  $\epsilon = 5-\dot{\epsilon} = 0,03-0,1-0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb.

En l'absence de DRX (aux faibles déformations), et après une procédure d'intégration, l'équation d'évolution de la densité de dislocation suivante peut être obtenue:

$$\rho = (\nu + 1)^{\left(\frac{1}{\nu+1}\right)} H \left[ \varepsilon + \frac{\rho_e^{\nu+1}}{(\nu + 1)H^{\nu+1}} \right]^{\frac{1}{(\nu+1)}} \quad (\text{III.15})$$

Dans le cadre de cette étude, les paramètres  $h$  et  $r$  dans le domaine de consolidation ont été calculés à partir du modèle YLJ (Cf. Chap. I, [12]) par les Eqs. III.12, III.14 et III.15). Les courbes ainsi obtenues ont été ensuite ajustées en utilisant les deux modèles (YLJ) et (PW) comme le montre la Fig. III.8 qui comporte quelques exemples de ces ajustements pour l'alliage Ni-2%Nb déformé à une température de 1000°C et à différentes vitesses de déformation. L'ajustement a été réalisé de façon à ce que la partie de la courbe précédant le maximum puisse correspondre avec la courbe théorique. Cependant, à de très faibles déformations, il se trouve que certaines courbes sont sujettes à des déviations imputables à la déformation élastique de la machine. Les résultats sur les évolutions des coefficients  $r$  et  $h$  avec la vitesse de déformation et la température sont présentés en Figs. III.9 et III.10 et Figs. III.11 et III.12, respectivement où on peut remarquer sur ces dernières, que les courbes prennent une allure monotone accusant parfois une forte dispersion sur les valeurs.

### Discussions

La comparaison des essais de torsion expérimentaux avec les prédictions des modèles YLJ et PW pour l'exemple de alliage Ni-2%Nb, révèle un ajustement presque parfait des courbes contrainte déformation (Fig. III.8). Pour chacune de ces dernières le *point élastique* ( $\varepsilon_e, \sigma_e$ ) est à déterminer afin de pouvoir obtenir, via une procédure numérique de dérivation, les valeurs ( $r, \sigma_\infty$ ) et ce avec un bon ajustement de l'équation suivante :

$$\rho = \rho_\infty - (\rho_\infty - \rho_e) \exp(-r(\varepsilon - \varepsilon_e)) \quad (\text{III.16})$$

$\varepsilon_c$  est proportionnelle à  $\varepsilon_p$  et peut être estimée par la relation empirique suivante :

$$\varepsilon_c = \frac{5}{6} \varepsilon_p \quad (\text{III.17})$$

La déformation critique ( $\varepsilon_c$ ) est trouvée comme étant inférieure à  $\varepsilon_p$  (déformation correspondant au maximum de la courbe  $\sigma = f(\varepsilon)$ ) par le fait que lors de la déformation, les premiers germes étant petits, ils ne peuvent provoquer qu'un adoucissement localisé. Cependant, lorsque le maximum est franchi, la recristallisation prédomine alors la restauration dynamique. Entre le début de la recristallisation  $\varepsilon_c$  et la fin de la *première vague*, c'est-à-dire quand 95% du volume de la matrice est recristallisé, le matériau subit une déformation notée  $\varepsilon_x$ . Des

observations métallographiques [92] ont montré que la cinétique de recristallisation dynamique suit une loi du type sigmoïdale classique qui permet de calculer le volume recristallisé à partir de la connaissance de  $\varepsilon_c$  et  $\varepsilon_x$  (Cf. Modèle de Luton et Sellars Chap. I),

Le paramètre d'écroissage  $h$  est obtenu à partir de l'équation classique de Taylor :

$$\sigma_{\infty} = \alpha \mu b \sqrt{h/r} \quad (\text{III.18})$$

Chaque courbe est alors associée aux valeurs de  $(r, \sigma_{\infty})$ , qui sont elles mêmes étroitement liées à la température et à la vitesse de déformation selon les équations :

$$\sigma_{\infty} = B \dot{\varepsilon}^{m_{\infty}} \exp\left(\frac{m_{\infty} Q_{\infty}}{RT}\right) \quad (\text{III.19})$$

et

$$r = r_0 \dot{\varepsilon}^{-m_r} \exp\left(-\frac{m_r Q_r}{RT}\right) \quad (\text{III.20})$$

Les évolutions des courbes  $\sigma_{\infty}$  présentées sur les Figs. III.13 et III.14 en fonction de la vitesse de déformation et de la température laissent entrevoir que les points apparaissent comme étant presque parfaitement alignés. Pour ce qui est de l'effet de la sensibilité à la température et la vitesse de déformation sur les paramètres  $r$  et  $h$ , le comportement semble plutôt un peu *ambigu* sur la majorité des courbes ce qui rend difficile leur interprétation (Fig. III.9 et Fig. III.10 ; Fig. III.11 et Fig. III.12). Cela est bien montré sur les Tableaux III.3 et III.4 dans lesquels sont portés respectivement les résultats sur  $m_r$  et  $m_h$  qui se voient afficher majoritairement des valeurs négatives.

<b>Tableau III.3 : Valeurs de <math>m_r</math> et <math>m_h</math> en fonction de la teneur en niobium dans différents alliages déformés à différentes températures.</b>						
	Température, (°C)					
	800		900		1000	
Nb, (%)	$m_r$	$m_h$	$m_r$	$m_h$	$m_r$	$m_h$
0	-0,320	0,130	-0,320	0,070	-0,026	0,070
0,01	0,018	-0,456	0,391	0,433	0,557	0,515
0,1		-0,047	-0,322	-0,076	-0,117	0,158
1	-0,103	0,030	0,087	0,271	-0,190	0,076
2	-0,164	-0,015	-0,05	-0,158	0,089	0,172
5	-0,071	0,103	-0,025	0,061	-0,065	0,241
10	-0,312	-0,198	-0,196	-0,090	0,058	0,234

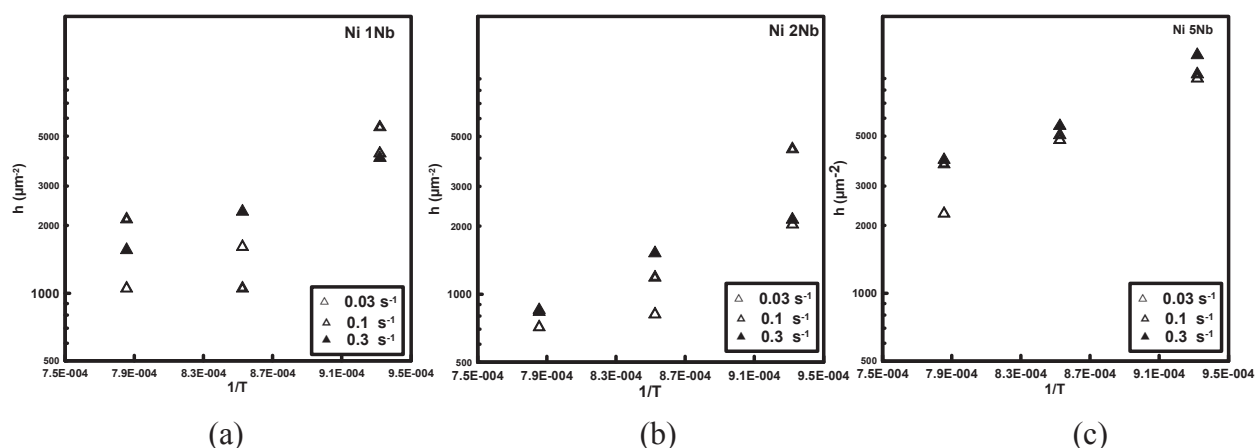


Figure III.11 : Evolution du coefficient d'érouissage  $h$  en fonction de la température pour les alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,03 - 0,1 - 0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb.

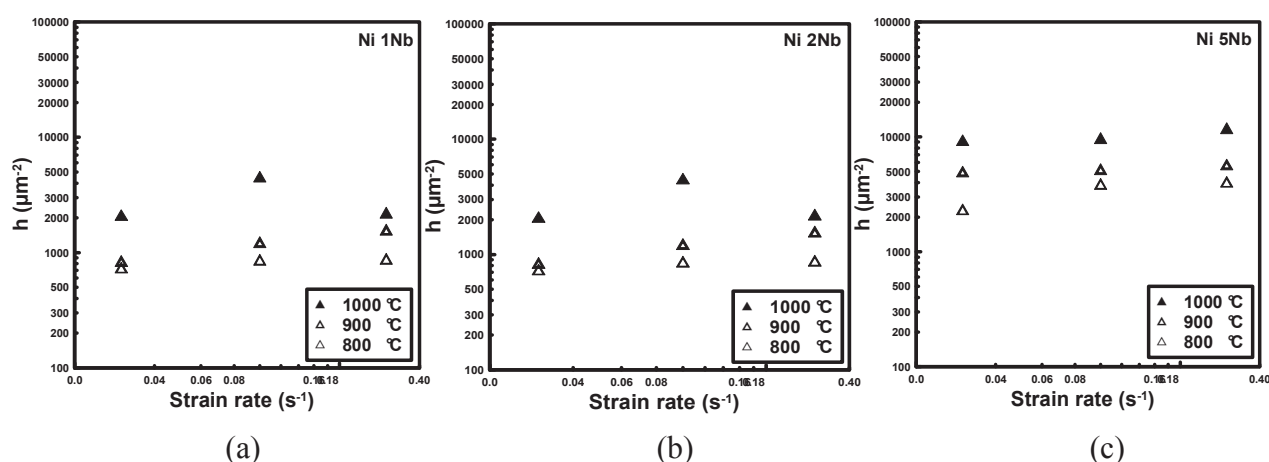


Figure III.12 : Evolution du coefficient d'érouissage  $h$  en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - 800 - 900 - 1000 \text{ }^\circ\text{C}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb.

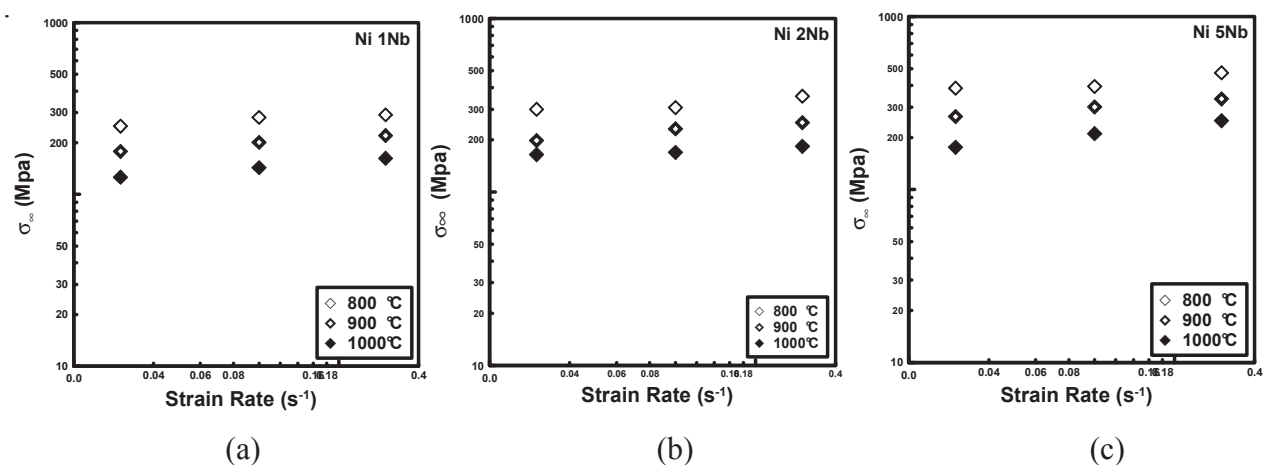


Figure III.13 : Evolution de  $\sigma_\infty$  en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages Ni-1%Nb, Ni-2%Nb et Ni-5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - 800 - 900 - 1000 \text{ }^\circ\text{C}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb.

Tableau III.4 : Valeurs de $m_{r_{moy}}$ et $m_{h_{moy}}$ en fonction de la teneur en niobium		
Nb, (%)	$m_{r_{moy}}$	$m_{h_{moy}}$
0	-0,222	0,09
0,01	0,3218	0,164
0,1	-0,3101	0,0117
1	-0,333	0,1287
2	-0,041	-0,0003
5	-0,0536	0,135
10	-0,15	-0,018

Les Fig. III.15a et III.15b montrent respectivement l'évolution de  $r$  et de  $h$  en fonction de la température et de la vitesse de déformation pour la série d'alliages Ni–Nb. On peut y remarquer que pour le nickel pur et les alliages Ni–Nb dont la teneur en Nb est inférieure à 5%, les variations de  $r$  se situent entre les valeurs 4 et 13 qui sont presque similaires à celles trouvées pour l'alliage modèle inoxydable austénitique 304 [79]. Cela pourrait indiquer que les matériaux à faible EDE présenteraient une faible capacité de restauration dynamique. Par ailleurs, la valeur relativement plus élevée enregistrée sur  $r$  pour l'alliage Ni–10%Nb, ne pouvant cependant, refléter une grande capacité de restauration dynamique, laisse plutôt suggérer l'influence certaine de l'effet du soluté qui est présumé induire une densité de dislocations plus importante, comme il est montré pour l'évolution affichée de  $h$  qui augmente de façon significative avec le rajout de soluté.

### III.4.2. Influence du soluté, de la vitesse de déformation et de la température sur les paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique [73].

Sur la base des données expérimentales relatives aux alliages déformés aux températures 800, 900 et 1000°C, un modèle considéré comme étant insensible à la vitesse de déformation est en mesure d'être établi afin d'estimer l'influence du soluté et de la température sur les paramètres  $h$  et  $r$ . Selon la Fig. III.15a, le double logarithmique exprimant la dépendance de  $h$  en fonction de la teneur en niobium permet d'écrire la loi puissance :

$$\ln h(C_m, T) = \ln h_0(T) + A(T)C_m^{n_h(T)} \quad \text{(III.21)}$$

ou

$$h(C_m, T) = h_0(T) \exp(A(T)C_m^{n_h(T)}) \quad \text{(III.22)}$$

$h_0$ ,  $A$ ,  $n_h$  sont déterminés pour chaque condition de déformation, utilisant la procédure classique d'ajustement (à l'échelle logarithmique) : l'exposant  $n_h$  est trouvé proche de 0,5 pour tous les alliages déformés aux différentes conditions.

En fixant ainsi  $n_h(T) = 0,5$ , les meilleurs ajustements pour les deux paramètres  $A$  et  $h_0$  donnent :

$$A(T) = A_0 \exp\left(\frac{Q_A}{RT}\right) \quad (\text{III.23})$$

et

$$h_0(T) = h_* \exp\left(\frac{Q_h}{RT}\right) \quad (\text{III.24})$$

En remplaçant ces deux dernières expressions dans l'Eq.III.21, on obtient :

$$h(C_m, T) = h^* \exp\left(\frac{Q_h}{RT} + A_0 \exp\left(\frac{Q_A}{RT}\right) \sqrt{c_m}\right) \quad (\text{III.25})$$

Avec:  $A_0 = 0,144$ ,  $Q_A = 21,2 \text{ kJ mol}^{-1}$ , et  $h^* = 5,91 \mu\text{m}/\mu\text{m}^3$ ,  $Q_h = 39,1 \text{ kJ mol}^{-1}$ , et  $c_m$  la teneur en niobium (wt%).

Les valeurs expérimentales de  $r$  peuvent être présentées par le modèle suivant:

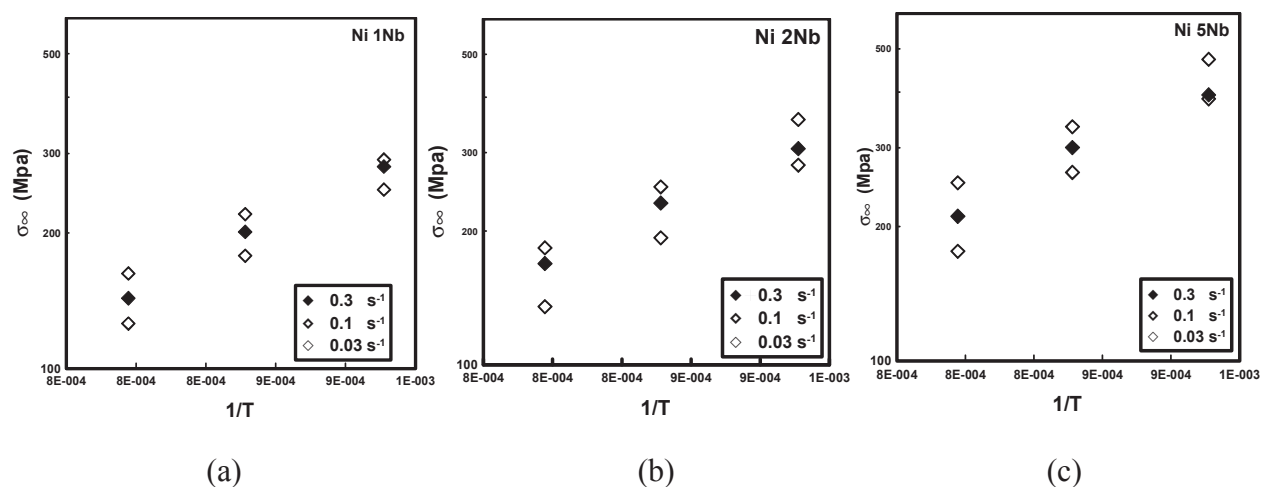
$$r = r_0 \exp\left(\frac{c}{c_0}\right) \quad (\text{III.26})$$

Ou  $r_0$  et  $c_0$  sont des constantes dépendantes de la température et qui sont rassemblées dans le [Tableau III.5](#) :

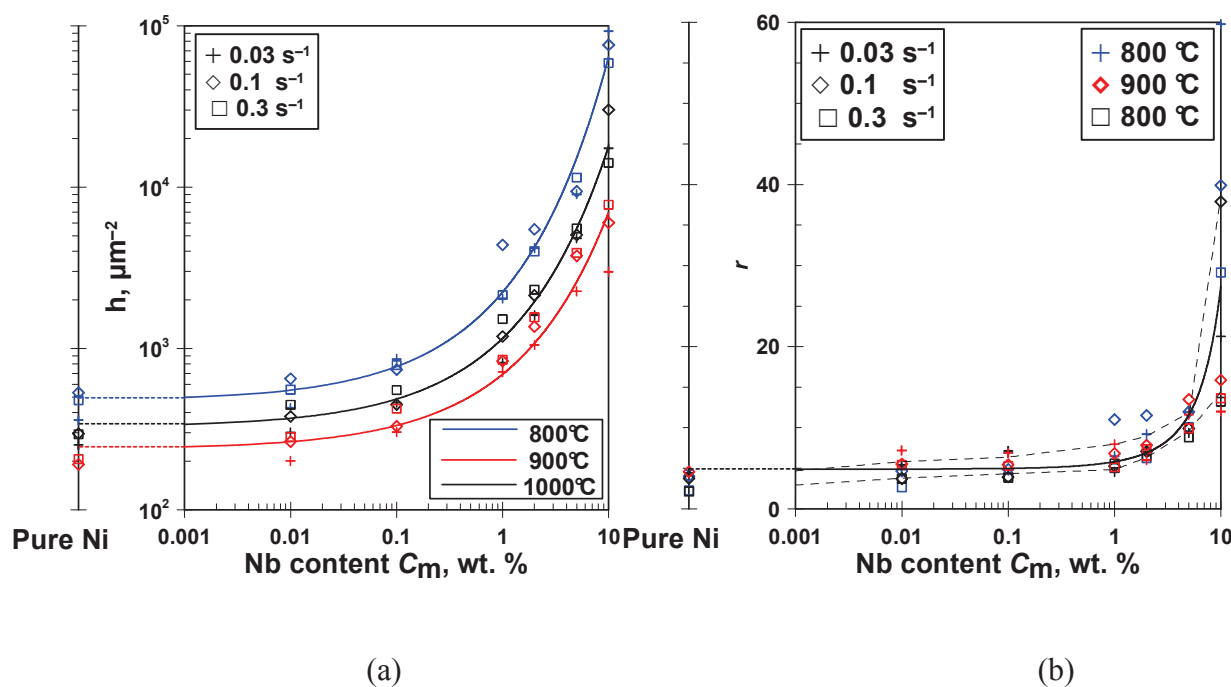
<b>Tableau III.5</b> : Valeurs de $r_0$ et $c_0$ en fonction de la température			
Temperature	800 °C	900 °C	1000 °C
$r_0$	6,704	5,354	5,626
$c_0$ , (wt. %)	5,882	5,602	6,493

### III.4.3. Equations de base et relation entre les modèles YLJ et PW

On propose une procédure qui est sensée être pertinente par le fait qu'elle puisse permettre le passage entre les deux modèles YLJ et PW [80]. On fait remarquer que les deux équations d'évolution correspondantes qui incluent à la fois l'écroutissage et la restauration dynamique ont été utilisées aussi pour estimer l'évolution de la densité de dislocations à l'intérieur de chaque grain [79].



**Figure III.14 :** Evolution de  $\sigma_{\infty}$  en fonction de la température pour les alliages Ni-1%, Ni-2% et-5%Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,03 - 0,1 - 0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) Ni-1%Nb ; (b) Ni-2%Nb ; (c) Ni-5%Nb.



**Figure III.15:** Dépendance des paramètres rhéologiques en fonction de la teneur en niobium pour les alliages déformés à différentes températures (800, 900, 1000°C) et vitesses de déformation (0,03 ; 0,1 ; 0,3  $\text{s}^{-1}$ ) : (a)  $h$  (écrouissage expérimental et modèle selon l'Eq III.25) ; (b)  $r$  (restauration dynamique expérimentale et modèle selon l'Eq III.26).



Les équations proposées par Estrin et Mecking [94] ou Stuwe et Hertel [96], sont très adaptables pour décrire la contrainte d'écoulement atteignant le régime stationnaire aux grandes déformations. Cependant, de par sa simplicité la *loi puissance* (PW), qui est apte à reproduire l'adoucissement associé à la recristallisation dynamique [92], est fréquemment utilisée. En reliant l'Eq. III.15 à l'Eq. III.10, on trouve :

$$\sigma = K(\varepsilon + \varepsilon_1)^n \quad (\text{III.27})$$

Où  $\varepsilon_1$  est une constante et  $n = 1/(2\nu + 2)$ .

L'équation associée à la loi de *Yoshie-Laasraoui-Jonas* (YLJ) [13] qui a été décrite précédemment et qui a été appliquée avec succès aux grandes déformations d'aciers austénitiques [13], admet un développement limité d'ordre 1 en  $\rho_0$  (approximation linéaire), d'où on peut déduire une correspondance entre les paramètres du modèle YLJ ( $h, r$ ) et ceux du modèle PW ( $H, \nu$ ), pour trouver :

$$h = H^{(\nu+1)} \rho_0^{-\nu} (1 + \nu) \quad (\text{III.28})$$

$$r = \nu H^{(\nu+1)} \rho_0^{-(\nu+1)} \quad (\text{III.29})$$

d'où:

$$H = \rho_0 \frac{r \rho_0}{h} (h - r \rho_0)^{\left(\frac{h - r \rho_0}{h}\right)} \quad (\text{III.30})$$

$$\nu = \frac{r \rho_0}{h - r \rho_0} \quad (\text{III.31})$$

Ces paramètres optimisant parfaitement les mécanismes de restauration dynamique et d'écroutissage respectivement pour les deux modèles, le calcul des surfaces des courbes mène au développement suivant :

$$S = \int_{\rho_e}^{\rho_L} [f(\rho)_{PW} - f(\rho)_{YLJ}] d\rho \quad (\text{III.32})$$

$$S = \int_{\rho_e}^{\rho_L} \left[ \frac{H^{\nu+1}}{\rho^\nu} - (h - r\rho) \right] d\rho \quad (\text{III.33})$$

Après l'insertion des paramètres  $h$  et  $r$  (YLJ) dans  $H$  et  $\nu$  (PW), on trouve une fonction globale de la forme qui est à même d'estimer de façon précise la position du point  $\rho_0$  dans l'intervalle  $[\rho_e, \rho_L]$ :

$$S = [g(\rho, \rho_0, H, \nu)]_{\rho_e}^{\rho_L} \quad (\text{III.34})$$

En posant :  $dS/d\rho_0 = 0$ ,

Alors: 
$$\rho_0 = \frac{\rho_e + \rho_L}{2} \quad (\text{III.35})$$

On peut aussi déduire le rapport des deux parties correspondantes à l'écroissage et à la restauration dynamique, en fonction de  $\nu$  :

$$\frac{h}{r} = \frac{(1+\nu)}{\nu} \cdot \rho_0 \quad (\text{III.36})$$

Le rapport  $(\nu + 1/\nu)\rho_0$  est très significatif du fait qu'il représente le taux de compétition entre les mécanismes d'écroissage et ceux de la restauration dynamique au point  $\rho_0$ .

Les paramètres associés à la loi puissance peuvent être aussi déterminés en utilisant la méthode directe et indirecte de la même manière que précédemment :

$$\left[ \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \right]^- = \nu \frac{H^{(\nu+1)}}{\rho^\nu} = \nu \left[ \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \right] \quad (\text{III.37})$$

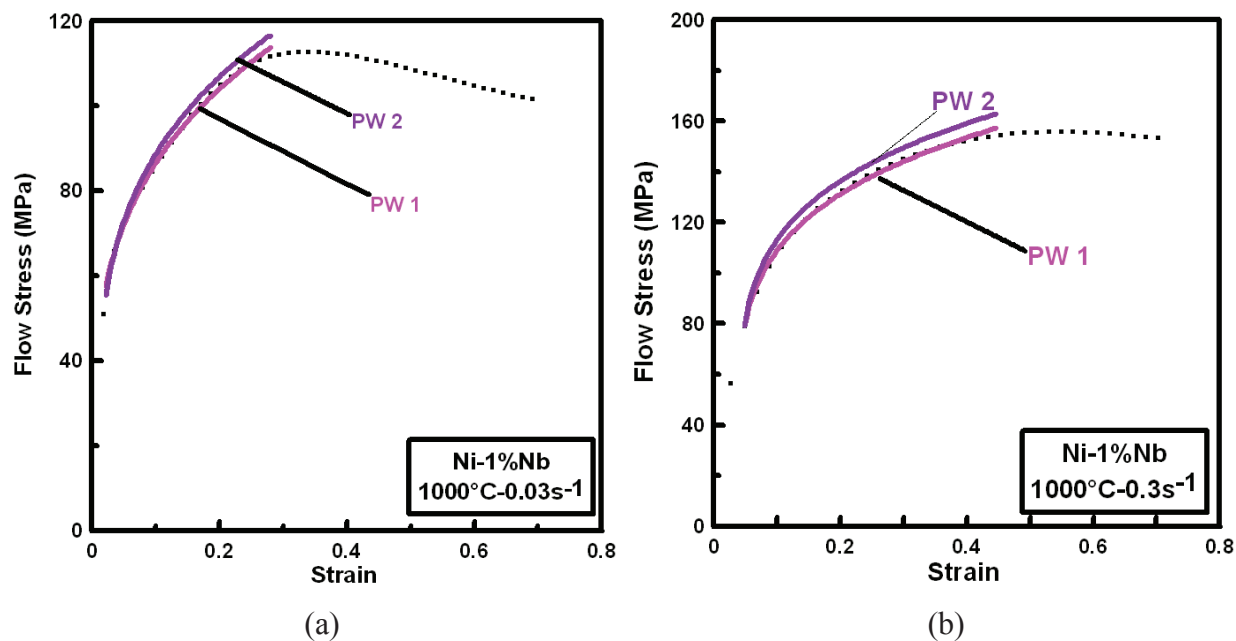
$$\left[ \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \right]^+ = (\nu + 1) \frac{H^{(\nu+1)}}{\rho^\nu} = (\nu + 1) \left[ \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \right] \quad (\text{III.38})$$

$$\frac{h}{r} = \frac{(1+\nu)}{\nu} \cdot \rho \quad (\text{III.39})$$

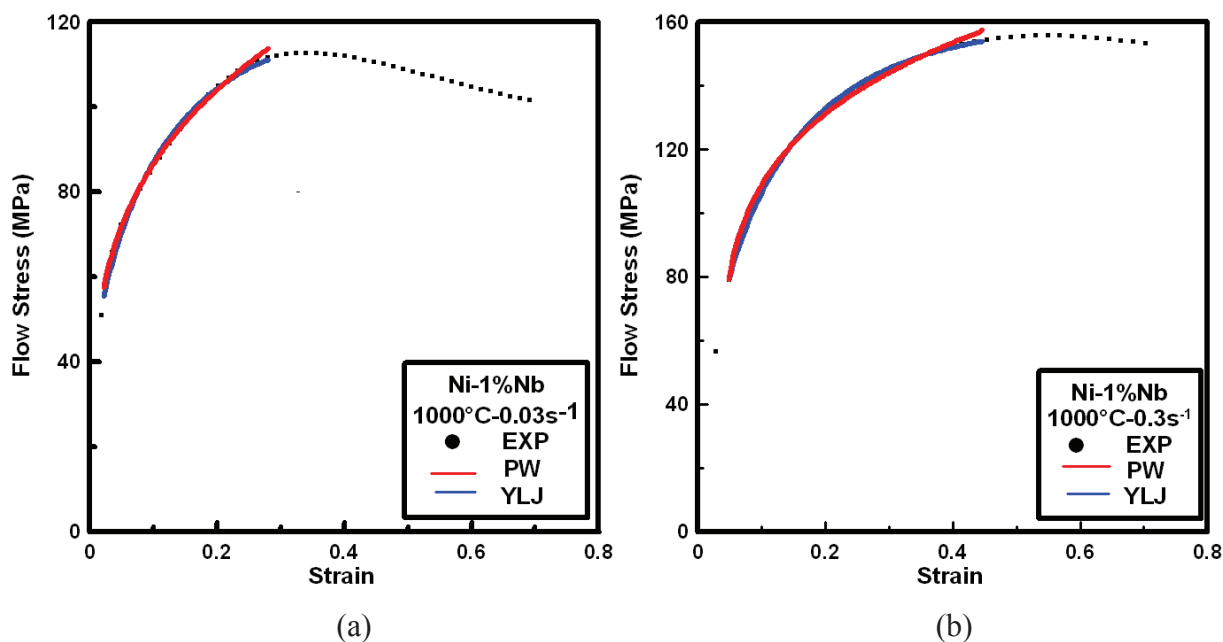
#### III.4.4. Exemples d'ajustement direct et indirect de la loi PW pour l'alliage Ni-1% Nb.

Les graphes de la Fig. III.16 comparent les résultats expérimentaux de l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions 1000°C— 0,03 s<sup>-1</sup> et 0,3 s<sup>-1</sup> à ceux résultants de l'ajustement qui utilisent les *modèles de puissance* PW1 (méthode d'ajustement directe) et PW2 (méthode d'ajustement indirecte). Cette dernière méthode décrivant la correspondance entre les deux modèles (YLJ et PW), conduit à des variations très légères d'une courbe à une autre. D'une manière générale, les prédictions du modèle PW, utilisant l'ajustement direct et indirect, sont considérées comme étant satisfaisantes sur l'ensemble des courbes expérimentales, comme est le cas de l'exemple de l'alliage Ni-2%Nb qui admet un écart sur  $\rho_0$  ne dépassant pas 10 MPa.

Les Figs. III.17a et b comparent les courbes expérimentales des alliages Ni-1%Nb (obtenus dans les conditions de déformation  $\varepsilon = 5-1000$  °C— $\dot{\varepsilon} = 0,03-0,3$  s<sup>-1</sup>) et utilisant les deux modèles empiriques qui sont fondés sur les lois YLJ et PW. Celles-ci présentent un ajustement assez pertinent pour identifier d'une manière plus ou moins correcte les coefficients d'écroissage et de restauration dynamique qui permettent à leur tour de calculer le coefficient de mobilité des joints de grains  $M$  et celui qui caractérise la nucléation de nouveaux grains  $K_N$ .



**Figure III.16 :** Comparaison des résultats expérimentaux de l'alliage Ni-1%Nb déformé à 1000 °C et à différentes vitesses de déformation avec ceux prédit par le modèle PW. (PW1 : Méthode d'ajustement direct, PW2 : Méthode d'ajustement indirect (calculé)): (a)  $\dot{\epsilon} = 0,03 \text{ s}^{-1}$  ; (b)  $\dot{\epsilon} = 0,3 \text{ s}^{-1}$ .



**Figure III.17 :** Comparaison des résultats expérimentaux de l'alliage Ni-1%Nb déformé à 1000 °C et à différentes vitesses de déformation avec ceux prédits par les modèles PW-YLJ : (a)  $\dot{\epsilon} = 0,03 \text{ s}^{-1}$  ; (b)  $\dot{\epsilon} = 0,3 \text{ s}^{-1}$ .

Ainsi, l'ajustement de toutes les courbes des alliages Ni–Nb déformés à différentes températures et vitesses de déformation a pu être réalisé menant à des résultats qui peuvent être considérés comme exploitables pour être intégrés dans le modèle de la recristallisation dynamique discontinue (DDRX).

### Conclusions

Les coefficients d'écroûissage  $h$  et de restauration dynamique  $r$  ont pu être raisonnablement déduits à partir des courbes expérimentales et utilisant les deux lois de type YLJ (*Yoshie–Laasraoui–Jonas*) et PW (*loi puissance*). Une bonne représentation qualitative des courbes ajustées suivant ces deux modèles a pu être enregistrée. Le passage d'un modèle à l'autre a suffisamment contribué à prédire les variations des coefficients qui ont été ajustés respectivement par la méthode directe et indirecte et qui ont été trouvés assez semblables à travers tous les domaines se rapportant au comportement rhéologique.

Cette mise au point a permis également de déduire les deux paramètres du premier modèle YLJ en fonction du deuxième modèle PW, et vice versa, sans passer pour autant par l'ajustement, évitant ainsi des calculs fastidieux. En outre, l'identification de ces deux paramètres, à partir de la connaissance de la contrainte d'écoulement et de la taille moyenne des grains (au régime stationnaire), a permis de déterminer deux autres paramètres en l'occurrence la mobilité  $M$  des joints de grains et le coefficient  $K_N$  qui sont liés étroitement aux mécanismes de recristallisation dynamique.

**MICROSTRUCTURES  
ET  
MICROTEXTURES**

### Introduction

L'étude de l'évolution microstructurale de la série d'alliages d'étude déformée en torsion à chaud dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800, 900$  et  $1000$  °C– $0,03, 0,1$  et  $0,3$  s<sup>-1</sup> a été effectuée moyennant la technique EBSD. L'analyse de l'effet de la déformation en profondeur a été restreinte à la considération de deux alliages seulement : Ni–2%Nb et Ni–10%Nb au vu du nombre important des échantillons.

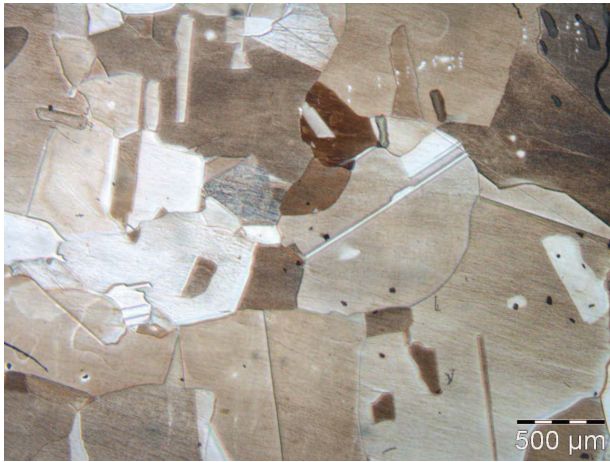
### IV.1 Etats structuraux des alliages d'étude à l'état initial

La caractérisation microstructurale des grains à l'état initial a été effectuée au niveau de la tête des éprouvettes moyennant la microscopie optique et électronique (MEB-FEG). Les microstructures présentées en Fig. IV.1 révèlent selon l'alliage étudié, la présence des grains (de taille moyenne variant entre 19 et 800  $\mu\text{m}$ ), de nombreuses macles ainsi que des particules micrométriques dont la taille avoisine le micron. Il est particulièrement observé que la taille de grain, mesurée par la méthode ECD, s'affine de façon progressive avec le rajout du niobium. Ce phénomène bien connu, qui est lié à l'effet de durcissement en solution solide dans les alliages métalliques [99–100], est bien montré pour les cas du Ni pur et l'alliage Ni–0,01%Nb (Fig. IV.1a et b (MO)) ainsi que pour le Ni–0,1%Nb et Ni–2%Nb (Fig. IV.2a et c (EBSD)) qui exhibent dans leur ensemble un affinement de grain très poussé.

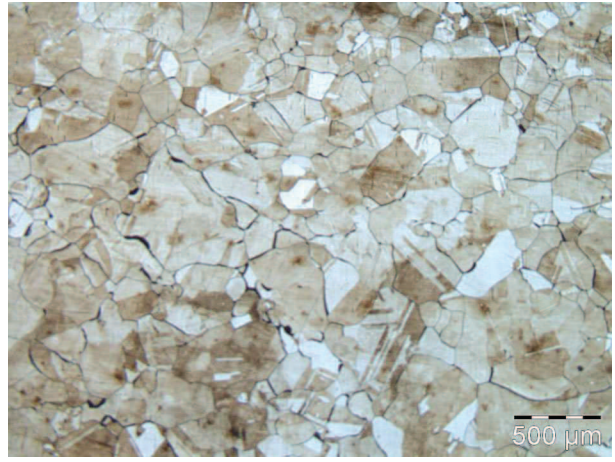
### IV.2. Comparaison des évolutions microstructurales des alliages Ni–Nb déformés à chaud

Comme il a été déjà évoqué au Chap. I, le nickel fait partie des matériaux à moyenne ou faible EDE (entre 10 et 50  $\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ) qui se caractérisent par une faible mobilité des dislocations (car fortement dissociées) et pour lesquels le mécanisme de restauration est peu efficace. La déformation à chaud de ce matériau peut être, de prime abord, associée au phénomène de recristallisation dynamique discontinue (DDRX) qui s'effectue par germination et croissance de grains recristallisés.

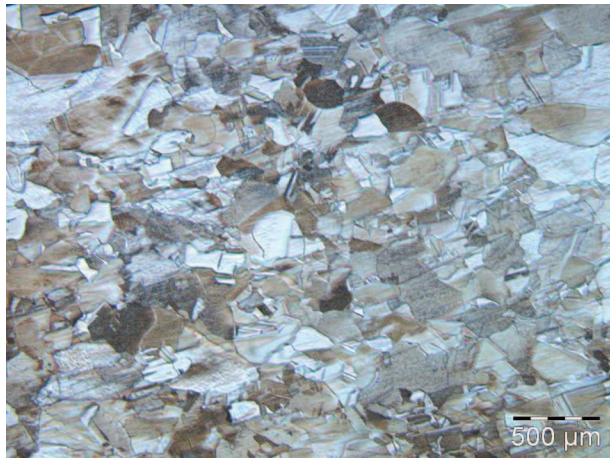
Toutefois, au cours de nos investigations, la technique EBSD a permis de mettre en évidence la recristallisation dynamique continue (CDRX) se produisant par accumulation de dislocations dans les sous joints. Cela a été plus particulièrement observé sur les alliages riches en Nb déformés à basse température et/ou à vitesse de déformation élevée, lorsque les sous-grains subissent des désorientations progressives les uns par rapport aux autres pour devenir de véritables grains. Ces constatations s'appuient sur le fait que l'addition de Nb à une certaine limite a la capacité de modifier, ne serait-ce que localement, l'EDE provoquant une transition de la DDRX vers la CDRX dans certaines zones.



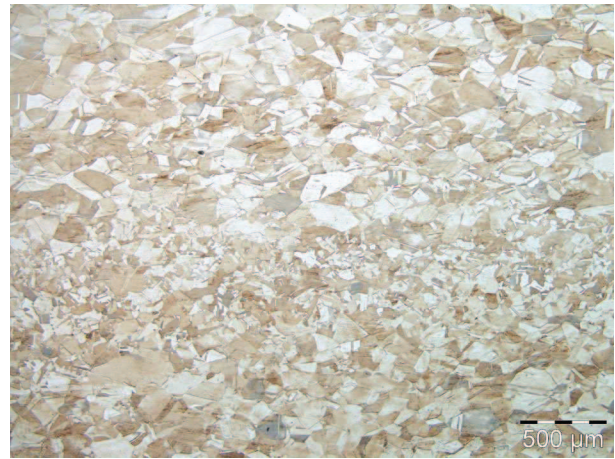
(a)



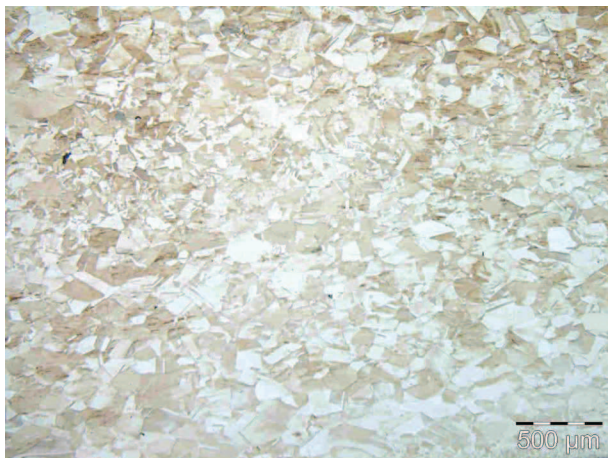
(b)



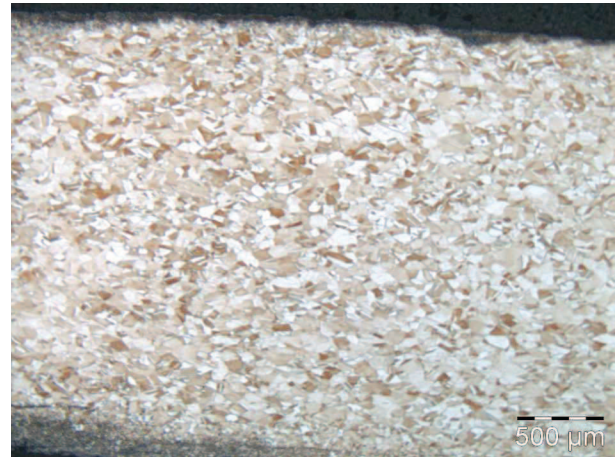
(c)



(d)



(e)



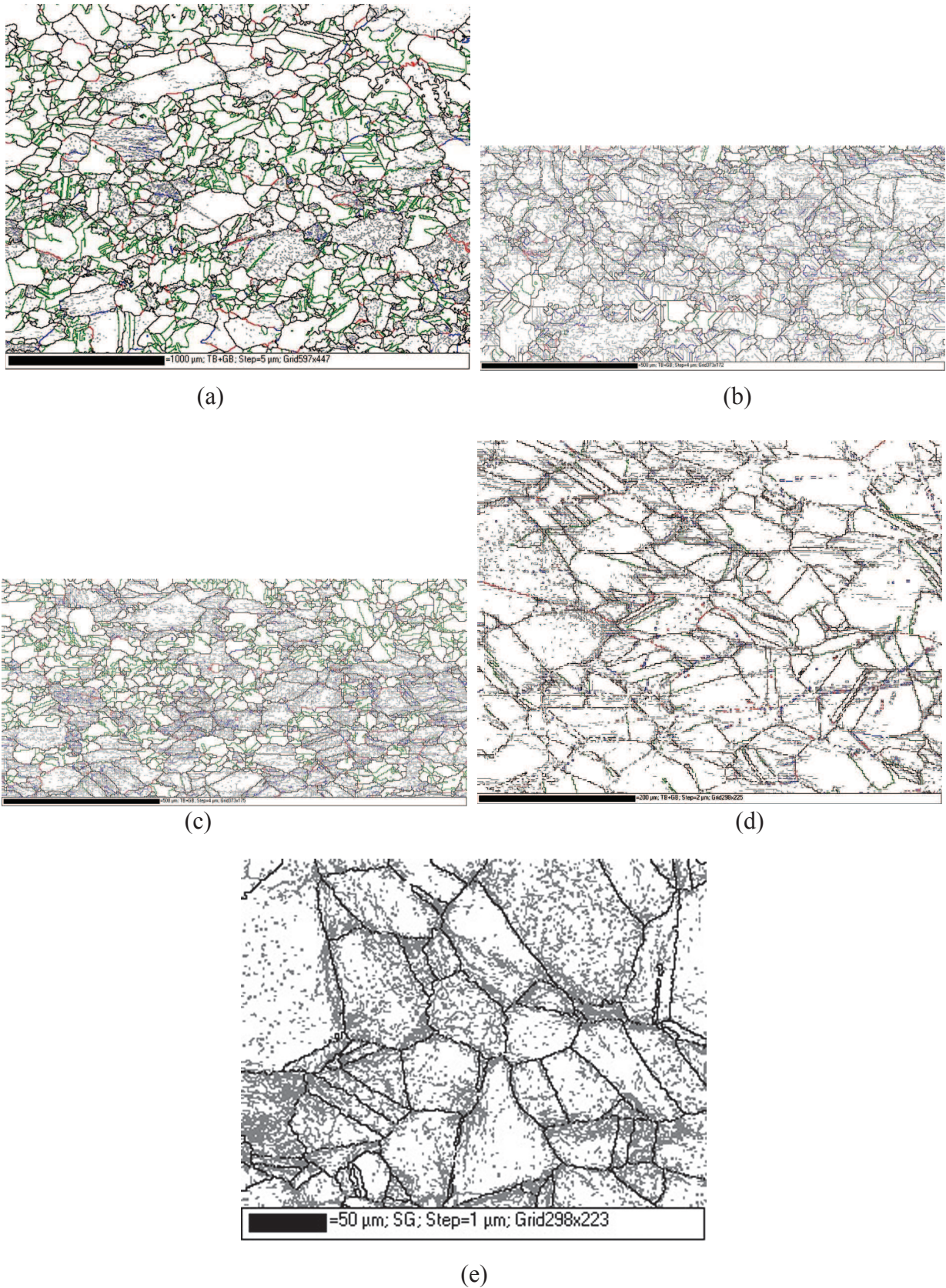
(f)



(g)

**Figure IV.1** : Microstructures optiques des 7 alliages d'étude à l'état initial: (a) Ni pur ( $D_m=892 \mu\text{m}$ ) ; (b) Ni-0,01%Nb ( $D_m=168 \mu\text{m}$ ) ; (c) Ni-0,1%Nb ( $D_m=119 \mu\text{m}$ ) ; (d) Ni-1%Nb ( $D_m=89 \mu\text{m}$ ) ; (e) Ni-2%Nb ( $D_m=76 \mu\text{m}$ ) ; (f) Ni-5%Nb ( $D_m=40 \mu\text{m}$ ) ; (g) Ni-10%Nb ( $D_m=41 \mu\text{m}$ ).





**Figure IV.2** : Microstructures des alliages Ni-Nb à l'état initial obtenues par l'EBSD : (a) Ni-0,1%Nb ( $D_m=41 \mu\text{m}$ ) ; (b) Ni-1%Nb ( $D_m=32 \mu\text{m}$ ) ; (c) Ni-2%Nb ( $D_m=19 \mu\text{m}$ ) ; (d) Ni-5%Nb ( $D_m=17 \mu\text{m}$ ) ; (e) Ni-10%Nb ( $D_m=24 \mu\text{m}$ ).

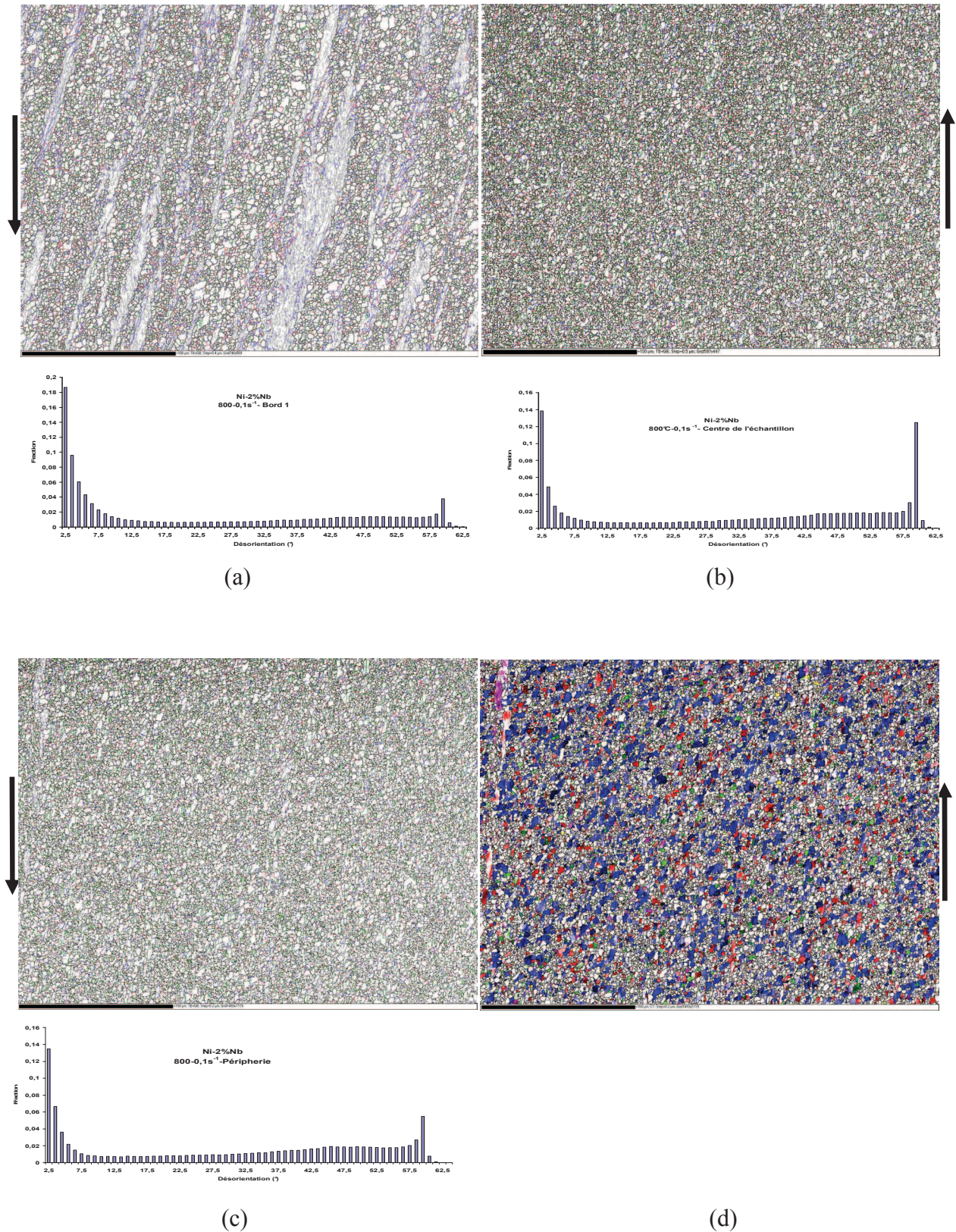
Il en ressort que le niobium peut avoir une influence très significative sur la restauration dynamique qui devient alors plus active pour favoriser le glissement dévié et la montée des dislocations. Ainsi, les dislocations produites par la déformation seront en grandes parties éliminées, empêchant l'initiation de la recristallisation dynamique. Cependant, on note pour certains cas d'échantillons déformés, l'observation d'une recristallisation dynamique géométrique (GDRX), caractérisée par un étirement des joints de grains initiaux entourant une multitude de sous grains. En outre, les microstructures relatives au nickel pur déformé, ont été observées présentant un aspect granulaire avec un excès de formation de joints de macle qui toutefois diminue progressivement au fur et à mesure qu'on rajoute du niobium. Cependant, les alliages riches en soluté (Nb) montrent plutôt une véritable croissance de sites de germination en collier où les orientations des joints de macle sont randomisées.

Dans cette section, on présentera quelques résultats très concrets qui décrivent les trois mécanismes énumérés ci-dessus, appuyés par une analyse qualitative et quantitative des parois de désorientation de quelques microstructures de déformation induites au cours de l'évolution de la recristallisation dynamique.

### IV.2.1. Recristallisation dynamique discontinue (DDRX)

La Fig. IV.3 révèle plusieurs zones représentatives de différents aspects de l'évolution microstructurale de la DRX pour l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions de déformation :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$ . Sur certaines plages (Figs. IV.3a et IV.3c : images EBSD), on observe une zone de transition CDRX-DDRX où la DDRX semble dominer la majorité de la surface de l'échantillon déformé de par la présence d'une importante fraction de grains recristallisés. Dans certaines zones, on dénombre quelques grains écrouis de forme très allongée dans le sens de la déformation, tandis que sur d'autres, on observe un autre aspect qui semble bien correspondre à une recristallisation dynamique continue, caractérisée par la formation de nouveaux sous joints de grains (Fig. IV.3a) qui ont tendance à former un grand nombre de nouveaux grains distribués en colliers. Conformément aux mêmes cartes EBSD de la Fig. IV.3, le Tableau IV.1 précise la taille des grains et celle des sous-grains dont les désorientations sont admises supérieures à  $15^{\circ}$  et à  $[8^{\circ}$  et  $2,5^{\circ}]$ , respectivement et le Tableau IV.2 indique la fraction des parois à faible et forte désorientation.

L'analyse de ces cartes ne permettant pas de dégager de manière directe l'influence des paramètres de déformations telles que la température, la déformation totale et la vitesse de déformation sur les microstructures, on se propose néanmoins, d'avancer quelques commentaires :



**Figure IV.3 :** Cartographies EBSD et diagrammes de désorientations des différentes zones de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0.1\text{ s}^{-1}$  : (a) *Bord (1)*, (b) *Centre* ; (c) *Périphérie* (cartographie de répartition des parois (LAB, HAB)) ; (d) *Périphérie* (cartographie d'orientation).

\* *Se référer à la Fig. II.5 du Chap. II. pour les différents emplacements des zones observées.*

**Tableau IV.1** : Quantification de la taille de la sous-structure dans les différentes zones de l'alliage Ni 2%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5 - 800^{\circ}\text{C} - 0,1 \text{ s}^{-1}$  (Fig. IV.3).

Zones		Directions	Ic <sub>pt</sub> (μm)	Ic <sub>ptm</sub> (μm)	D <sub>m</sub> (μm)
Bord 1	Sous grains (angle critique de 2,5°)	z	1,95	2,085	1,696
		θ	2,18		
	Sous grains (angle critique de 8°)	z	1,15	1,265	1,90
		θ	1,38		
	Grains (angle critique de 15°)	z	1,17	2,06	-
		θ	1,89		
Centre	Sous grains (angle critique de 2,5°)	z	1,24	1,265	0,99
		θ	1,3263		
	Sous grains (angle critique de 8°)	z	-	-	2,35
		θ	-		
	Grains (angle critique de 15°)	z	-	-	3,69
		θ	-		
Périphérie	Sous grains (angle critique de 2,5°)	z	1,417	1,467	1,556
		θ	1,517		
	Sous grains (angle critique de 8°)	z	-	2,80	2,83
		θ	-		
	Grains (angle critique de 15°)	z	-	5,67	10,32
		θ	-		

**Tableau IV.2** : Quantification de la fraction des sous joints et des joints de grains à forte désorientation (régime stationnaire) dans les différentes zones de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5 - 800^{\circ}\text{C} - 0,1 \text{ s}^{-1}$ , (Fig. IV.3).

Zones	Désorientation et fraction des parois	Quantification			
		(2,5<f<8)	(8<f<15)	(15<f<23)	(23<f<60)
Bord 1	Angle de désorientation LAB-HAB, (°)	44	7,7	5,79	42,96
Centre		25,67	5,23	5,90	63,79
Périphérie		28,51	5,32	7,06	59,82
Bord 2		48,15	8,31	5,83	38,20
	Fraction des parois (%)				

- A cause du taux de déformation élevé et de la relative basse température, la structure granulaire globale observée de l'échantillon testé est composée de grains ayant différentes configurations : les grains peuvent être soit très nombreux (de taille moyenne  $\sim 1 \mu\text{m}$  (*Bord* (1)) ou bien moins nombreux et fragmentés en bandes (écrouis,  $\sim 35 \mu\text{m}$ ) à l'intérieur desquels se situent des grains très fins ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ).
- Sur les *subsets* reconstruits à partir des cartographies complètes, les mesures des diamètres des grains par les deux méthodes (Intercept moyen et diamètre équivalent), sont presque identiques, ce qui peut être expliqué par l'affinement bien marqué des structures granulaires considérées.

#### IV.2.2. Recristallisation dynamique continue (CDRX)

Sur le *Bord* (2) de l'échantillon du même alliage (Fig. IV.4a), on observe que la recristallisation est absente dans certains endroits alors qu'au voisinage de la fraction des grains écrouis (plus précisément à l'intérieur du cadre tracé), la structure semble indiquer la présence d'une recristallisation dynamique continue (Fig. IV.4b). En effet, celle-ci se voit sans cesse se développer au voisinage des grains initiaux pour générer un grand nombre de germes à partir desquels la fraction recristallisée a tendance à s'intensifier. Cette constatation est bien corroborée par le diagramme de désorientation des parois (Fig. IV.4c) qui exhibe une fraction des sous-joints à faible désorientation (*LAB*) beaucoup plus importante que celle des joints de grain à forte désorientation (*HAB*) (Tableau IV.3 et 2).

**Tableau IV.3** : Quantification de la taille de la sous structure sur le *Bord* 2 de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions  $\varepsilon = 5-800^\circ\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  ; (méthode de mesure ECD) (Fig. IV. 4).

Désorientations	Directions	$D_m$ ( $\mu\text{m}$ )
Sous grains (angle critique de $2,5^\circ$ )	<i>z</i>	1,35
	$\theta$	
Sous grains (angle critique de $8^\circ$ )	<i>z</i>	3,55
	$\theta$	
Grains (angle critique de $15^\circ$ )	<i>z</i>	6,71
	$\theta$	

L'effet de l'augmentation de la température et de la vitesse de déformation sur l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions  $\varepsilon = 5-1000^\circ\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$ , est montré en Fig. IV.5b. On y observe tantôt une diminution de la fraction des joints de grains à faible désorientation, tantôt une augmentation de celle à forte désorientation qui est particulièrement caractérisée par la

présence d'une recristallisation dynamique continue moins importante que celle montrée en Fig. IV.4.

L'histogramme de désorientation correspondant (Fig. IV.5b) montre bien l'évolution progressive de la fraction des parois à faible désorientation vers celle à forte désorientation. Le Tableau IV.4 précise la taille des grains et des sous-grains dont les désorientations sont admises supérieures à 15° et à [8° et 2,5°], respectivement et le Tableau IV.5 affiche la fraction des parois de grains à faible et forte désorientation.

Les histogrammes relatifs aux mesures de la distribution de la taille des grains (ECD) de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  ainsi que celles de Ni-1%Nb déformé à  $\varepsilon = 5-1000^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  sont reportés sur les Figs. IV.6 et 7, respectivement.

**Tableau IV.4 :** Quantification de la taille de la sous-structure par les 2 méthodes de mesure de l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions  $\varepsilon = 5-1000^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  (Fig. IV.5).

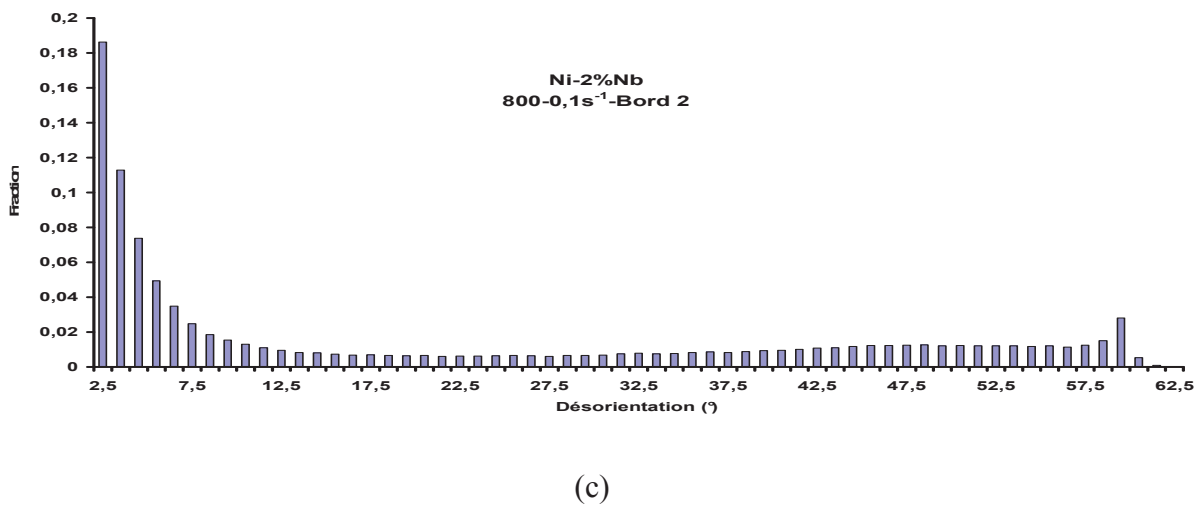
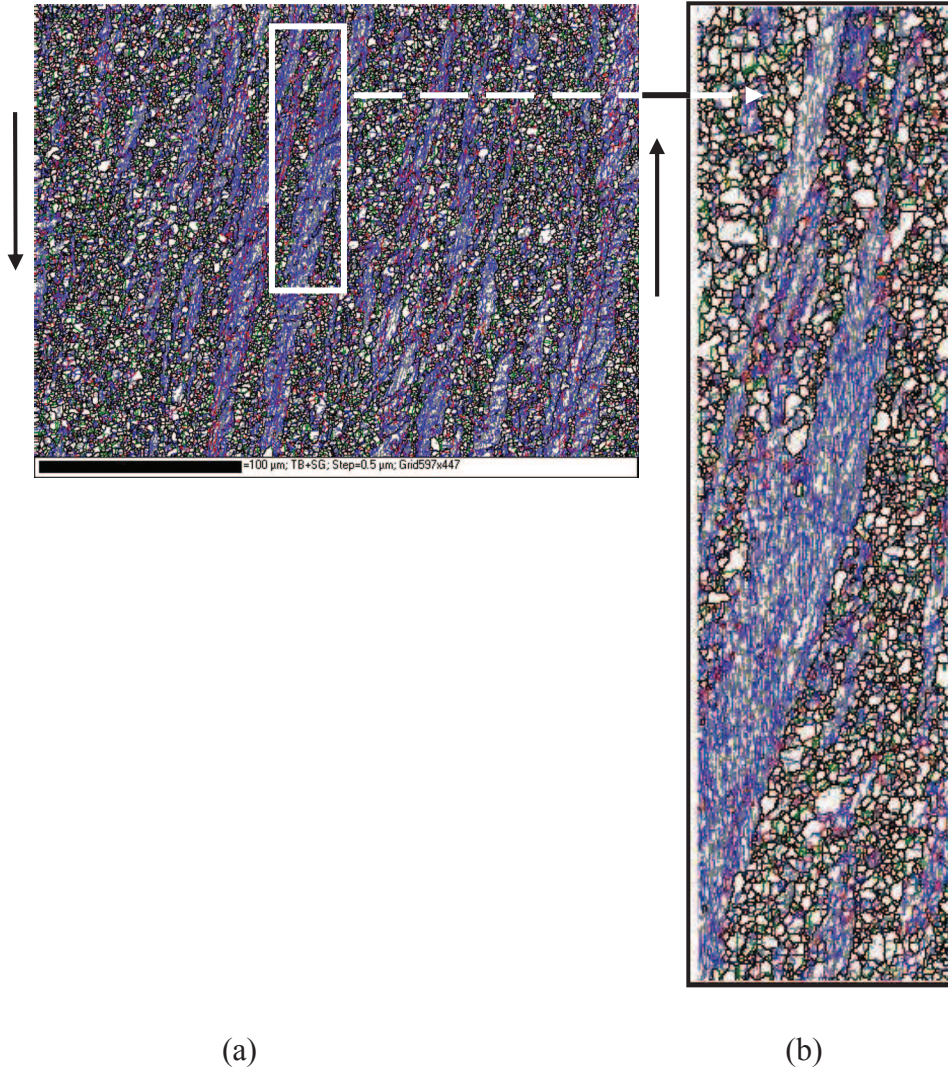
	Directions	Ic <sub>pt</sub> , (μm)	Ic <sub>ptm</sub> , (μm)	D <sub>m</sub> , (μm)
Sous grains (angle critique de 2,5°)	z	1,97	1,96	2,00
	θ	1,95		
Sous grains (angle critique de 8°)	z	5,46	4,23	4,07
	θ	3,00		
Grains (angle critique de 15°)	z	11,65	9,07	5,47
	θ	6,50		

**Tableau IV.5 :** Quantification de la fraction des sous-joints et de joints de grain à fortes désorientations (régime stationnaire) de l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions  $\varepsilon = 5-1000^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  (Fig. IV.5)

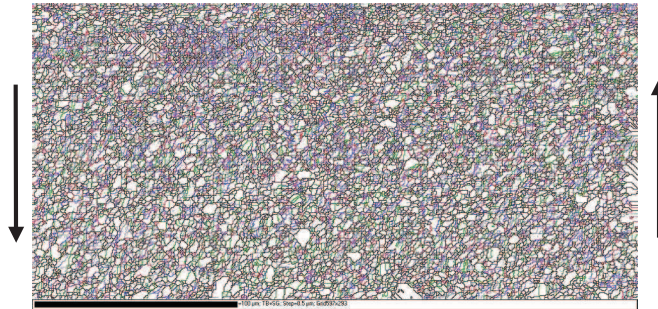
Angle de désorientation LAB-HAB, (°)	(2,5<f<8)	(8<f<15)	(15<f<23)	(23<f<60)
Fraction des parois, (%)	19,64	7,16	8,14	65,88

### IV.2.3. Convergences discontinue, continue et géométrique (DDRX-CDRX-GDRX)

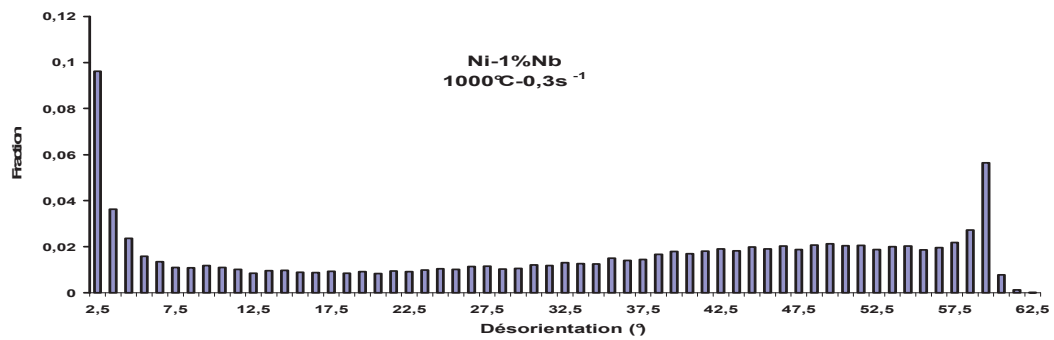
L'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  montre l'existence de différentes zones (Figs. IV.8-10) qui correspondent à de nombreuses étapes de l'initiation de la recristallisation dynamique dans lesquelles le morcellement observé des grains initiaux peut être attribué aux incompatibilités de déformation locales.



**Figure IV.4** : Evolution de la microstructure sur le *Bord 2* de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois ; (b) détail issu du rectangle; (c) diagramme de désorientations des parois.



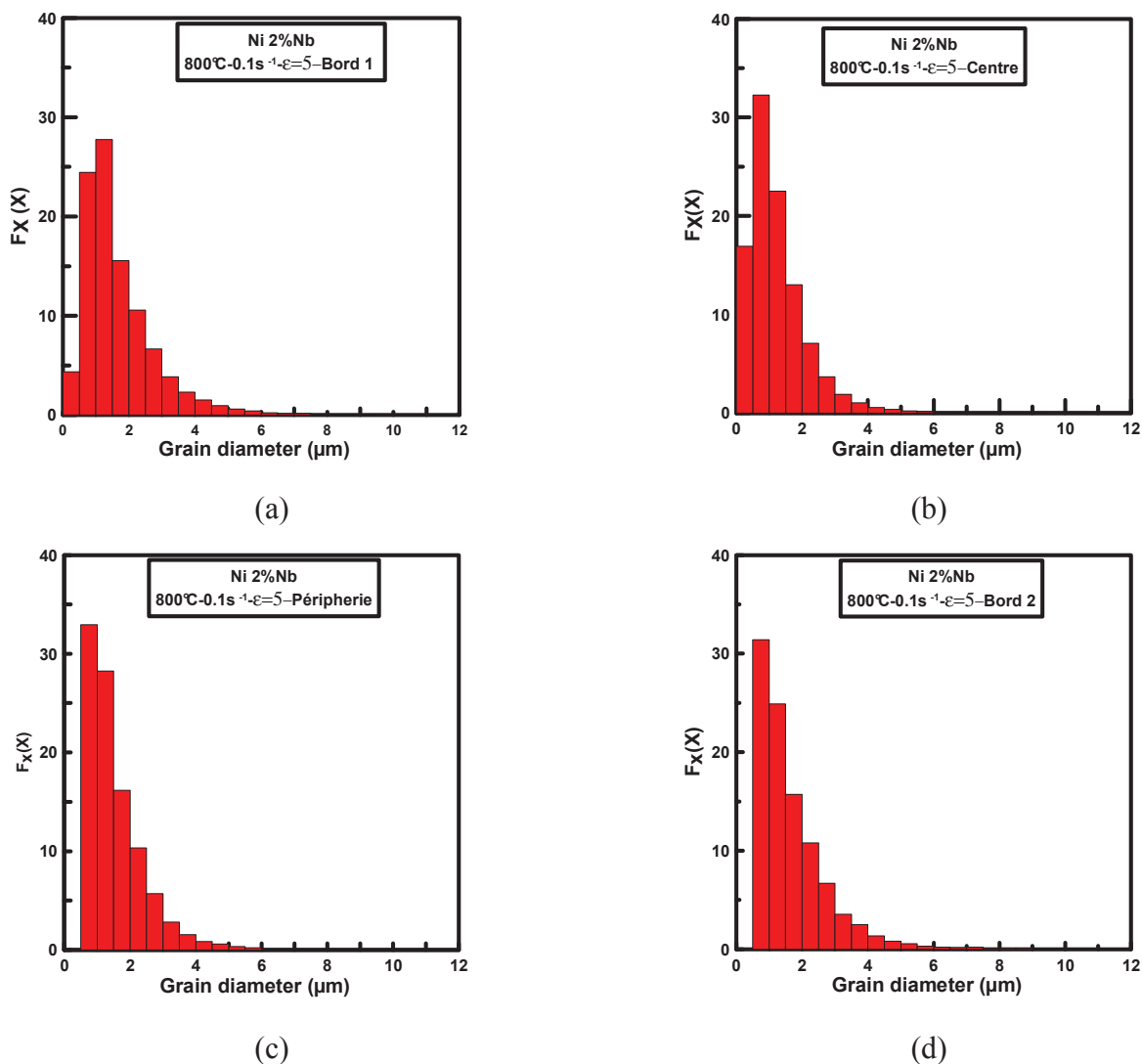
(a)



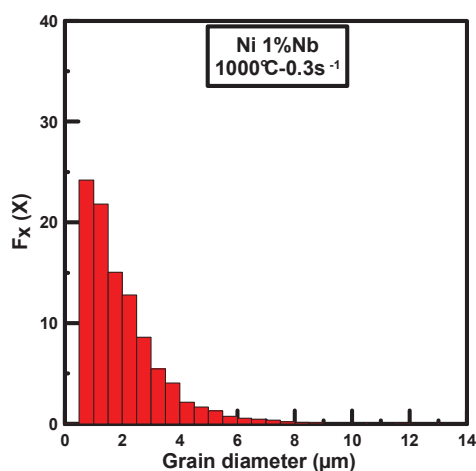
(b)

**Figure IV.5** : Cartographie (EBSD) et diagrammes de désorientation de l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions :  $1000^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois (*LAB, HAB*) ; (b) histogramme de désorientation des parois.





**Figure IV.6** : Histogrammes de distribution de la taille de grains (cartographies EBSD) sur les différentes zones de l'échantillon de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions  $\epsilon = 5 - 800^\circ\text{C} - 0,1 \text{ s}^{-1}$  selon la méthode de mesure ECD : (a) *Bord (1)* ; (b) *Centre* ; (c) *Périphérie* ; (d) *Bord (2)*.



**Figure IV.7** : Histogramme de distribution de la taille de grains (cartographies EBSD) de l'alliage Ni-1%Nb déformé dans les conditions  $\epsilon = 5 - 1000^\circ\text{C} - 0,3 \text{ s}^{-1}$  selon la méthode de mesure ECD.

**Tableau IV.6 :** Quantification de la taille des sous-structures dans les zones (1) (2) et (3) de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  (Fig. IV.8-10)

Zones		Directions	Icpt, (μm)	Icpt <sub>m</sub> , (μm)	D <sub>m</sub> , (μm)
1	Sous grains (angle critique de 2,5°)	z	–	–	0,416
		θ	–		
	Sous grains (angle critique de 8°)	z	–	–	4,265
		θ	–		
	Grains (angle critique de 15°)	z	–	–	6,53
		θ	–		
2	Sous grains (angle critique de 2,5°)	z	1,69	2,06	1,40
		θ	2,43		
	Sous grains (angle critique de 8°)	z	4,879	4,69	1,226
		θ	4,50		
	Grains (angle critique de 15°)	z	13,40	10,07	8,71
		θ	6,75		
3	Sous grains (angle critique de 2,5°)	z	1,235	1,037	0,426
		θ	0,84		
	Sous grains (angle critique de 8°)	z	1,779	1,539	1,77
		θ	1,30		
	Grains (angle critique de 15°)	z	2,576	2,771	1,6908
		θ	2,969		

De la Fig. IV.8a (Zone (1)), on peut observer que, mis à part la disparition des joints de macles initiaux, quelques sous joints deviennent des joints à forte désorientation et que le mécanisme de la recristallisation s'initie par une germination localisée tout particulièrement dans les endroits affectés par ce morcellement (Fig. IV.8c).

Dans les zones fortement morcelées, les sous-joints à forte désorientation ont tendance à progresser pour former des colliers de grains recristallisés. Dans les Zones (2) et (3) (Figs. IV.9 et 10), l'apparition des nouveaux paquets de joints de macles à l'intérieur des grains recristallisés laisse suggérer que le processus de recristallisation a été très accéléré (Fig. IV.10a). On y remarque aussi que certains joints de grain sont de forme ondulée et que quelques joints de macle sont rectilignes et parallèles. Cependant, dans la Zone (3) (Fig. IV.10), la microstructure affichée présente un autre aspect complètement différent, caractérisé par la présence des gros

grains fortement écrouis et alternativement allongés au voisinage desquels une population de grains recristallisés s’amorce en évoluant progressivement. Cette évolution de la recristallisation qui progresse de façon assez lente contribue à un développement intensif de la sous-structure au détriment des grains écrouis. De par le caractère affiché de la distribution de la structure granulaire en Fig. IV.10a, on peut présumer que les différents types de la recristallisation dynamique (DDRX, CDRX, et la GDRX) ont eu lieu. Les Tableaux IV. 6 et 7 regroupent les résultats relatifs à la quantification de la taille des sous-structures et de leurs fractions dans les différentes zones observées.

Les histogrammes relatifs aux mesures de la distribution de la taille des grains (ECD) pour les différentes Zones (1), (2) et (3) de l’alliage Ni–2%Nb déformé dans les conditions  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  sont reportés sur la Fig. IV.11.

**Tableau IV.7** : Quantification de la fraction des sous-joints et joints de grain à fortes désorientations (régime stationnaire) dans les zones (1), (2) et (3) de l’alliage Ni–10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  (Fig. IV.8–10)

Zones	Désorientations et fraction des parois	Quantification, (%)			
		(2,5<f<8)	(8<f<15)	(15<f<23)	(23<f<60)
	Angle de désorientation LAB-HAB, (°)				
1	Fraction des parois, (%)	72,7	6,76	3,48	17,26
2		68,94	7,42	3,63	20,16
3		48,22	4,93	4,6	42,63

**IV.3. Comparaison des évolutions microtexturales des alliages Ni–Nb déformés dans les conditions  $\varepsilon = 5-900^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$ .**

**IV.3.1. Effet du niobium sur la texture**

Les Fig. IV.12 et Figs. IV.13a-g montrent respectivement les évolutions des fractions de textures et les cartographies des orientations associées aux figures de pôles correspondantes (représentation qualitative) pour les 7 matériaux déformés dans les conditions :  $\varepsilon = 5-900^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$ .

On peut y observer que le nickel pur et l’alliage Ni–0,01%Nb affichent des textures respectivement aléatoires ou bien peu marquées tandis que les alliages à moyenne teneur en niobium (Ni–0,1%Nb, Ni–1%Nb et Ni–2%Nb) présentent des microtextures bien définies de type  $A/\bar{A}$  et  $B/\bar{B}$ , voire même très accentuées (pour les désorientations  $\geq 15^{\circ}$  par rapport aux orientations idéales). Ces constatations coïncident avec celles observées pour le cas d’alliages d’aluminium déformés en torsion à chaud [99–103]. Néanmoins, pour le cas des alliages à plus

forte teneur en Nb (Ni-5%Nb et Ni-10%Nb), les microtextures semblent moins marquées ; il est ainsi probable que l'augmentation de la teneur en Nb avait la tendance de faire varier l'énergie de faute d'empilement (EDE) qui a enclenché une recristallisation dynamique discontinue (DDRX) très poussée. Ce constat peut être corroboré par l'apparition d'une importante population de joints de macle, *émoussant* ainsi les microtextures comme il est observé en Figs. IV.12f et g.

### IV.3.2. Effet de la température et de la vitesse de déformation sur les microtextures

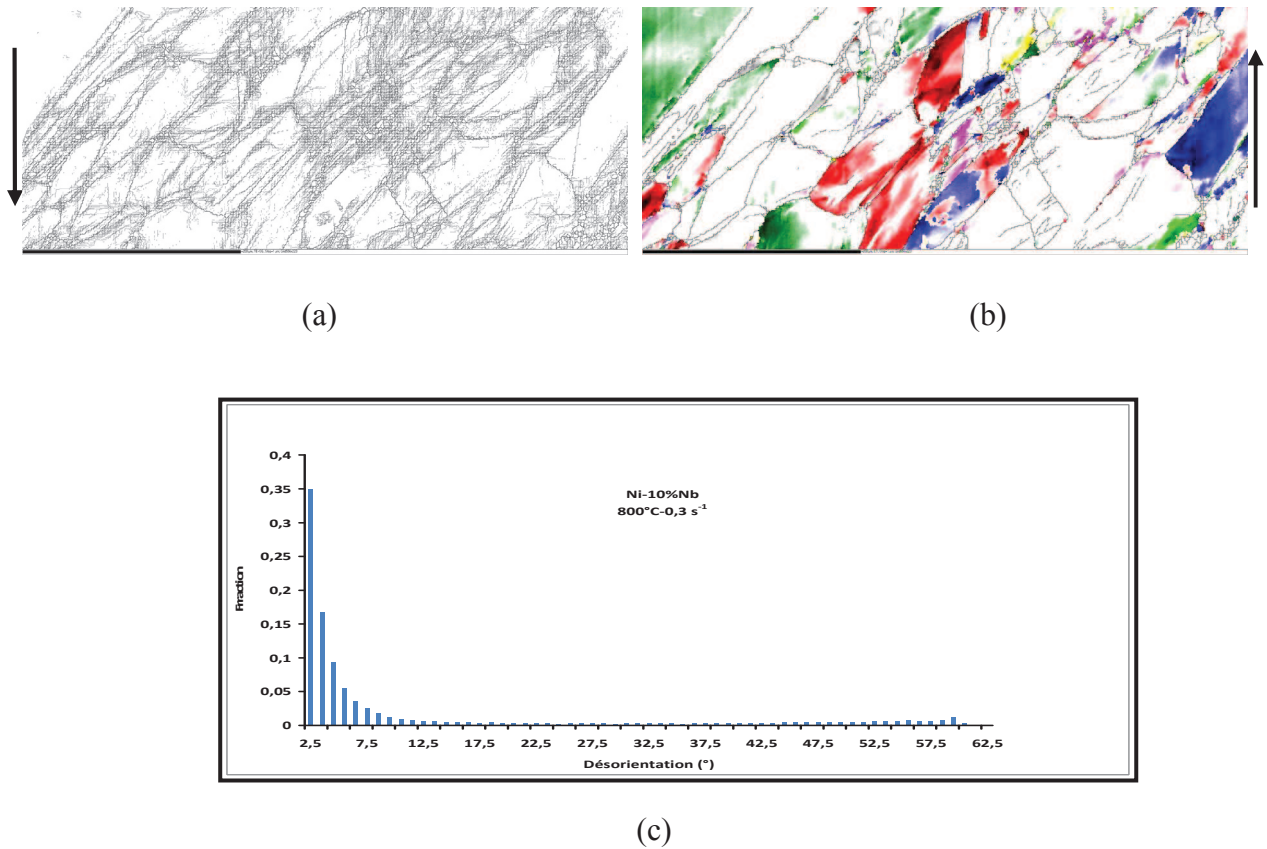
Des analyses qualitatives et quantitatives sur d'autres alliages déformés à différentes conditions (de vitesses de déformation et de températures) montrent que l'augmentation de la température aboutit à l'obtention de textures très prononcées (Figs. IV.14a-c) alors que l'augmentation de la vitesse de déformation se voit influencer peu sur les textures ainsi développées (Figs. IV.14d-f). De telles observations s'avèrent en très bon accord avec celles se rapportant à une étude menée antérieurement sur l'évolution des microstructures et des textures en grande déformation à chaud d'alliages Al-Mg-Si [43].

### IV.3.3. Effet de la déformation sur les microstructures et les microtextures

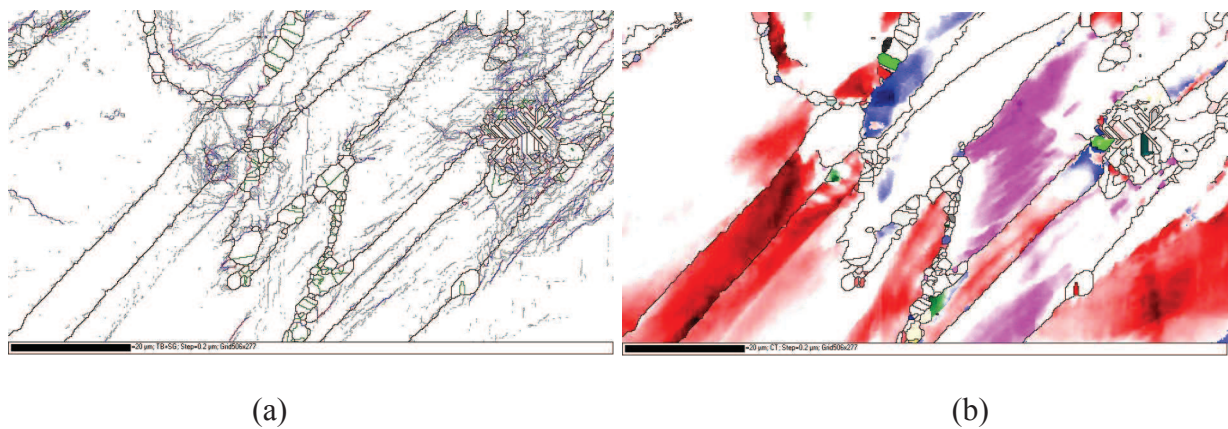
L'effet de la déformation en profondeur sur les microtextures et sur la répartition de parois de désorientation des grains, a été étudié en utilisant la procédure incluant le développement cinématique décrit au Chap. II.3.3 [104] et le polissage alterné d'échantillons de deux alliages Ni-2Nb% et Ni-10%Nb déformés à différentes conditions.

Les résultats correspondants sont présentés en Fig. III.1 et Annexes E1 et E2 pour les courbes contrainte-déformation et en Figs IV.15-16 pour les évolutions des parois de désorientation des grains avec leurs histogrammes en fonction de la déformation. Quant aux résultats relatifs aux cartographies et figures de pôles qui leur sont associées, ils sont présentés en Figs. IV.17-18 et Fig. IV.19 pour l'alliage Ni-2Nb% déformé à deux températures (900 et 1000°C) et pour l'alliage Ni-10%Nb déformé à 1000°C, respectivement.

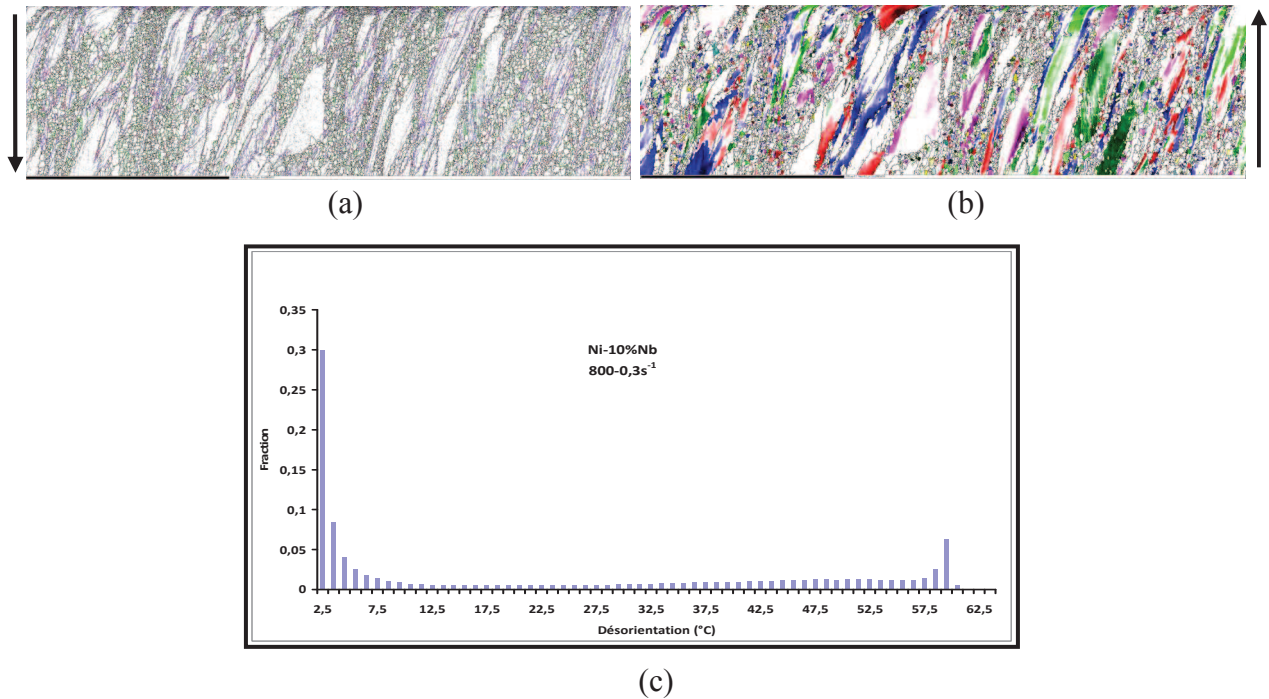
Dans leur globalité, les courbes contrainte-déformation exhibent un domaine de consolidation typiquement caractérisé par l'augmentation de la contrainte jusqu'à un maximum où deux phénomènes se trouvent en compétition : l'écroûissage (augmentation de la densité de dislocations) et l'adoucissement (restauration dynamique et recristallisation dynamique). Le maximum observé sur les courbes peut être attribué à la part de l'adoucissement induit par l'accroissement de grains sous l'effet de la restauration dynamique plutôt qu'à la saturation de la densité de dislocations.



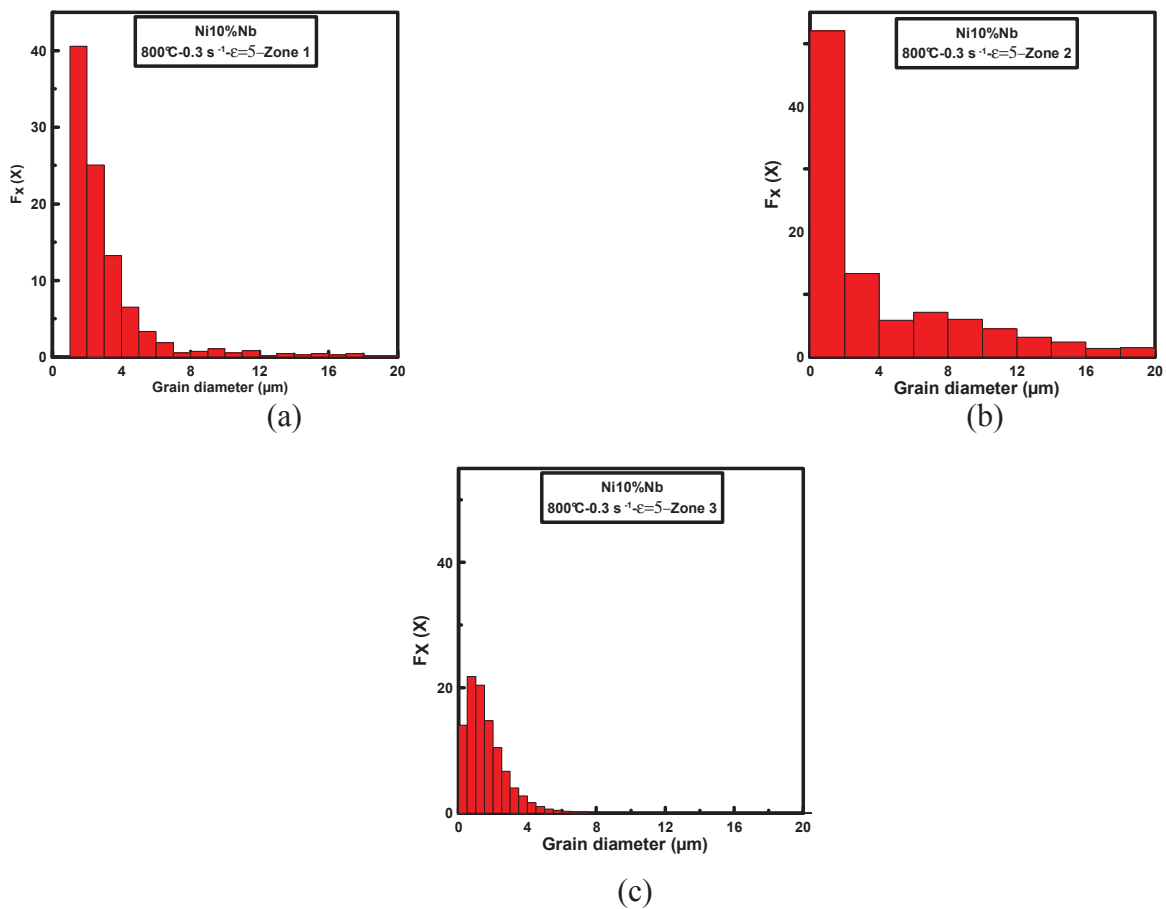
**Figure IV.8** : Evolution de la microstructure de la *Zone* (1) de l'alliage Ni–10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois ; (b) cartographie d'orientation ; (c) histogramme de désorientation des parois.



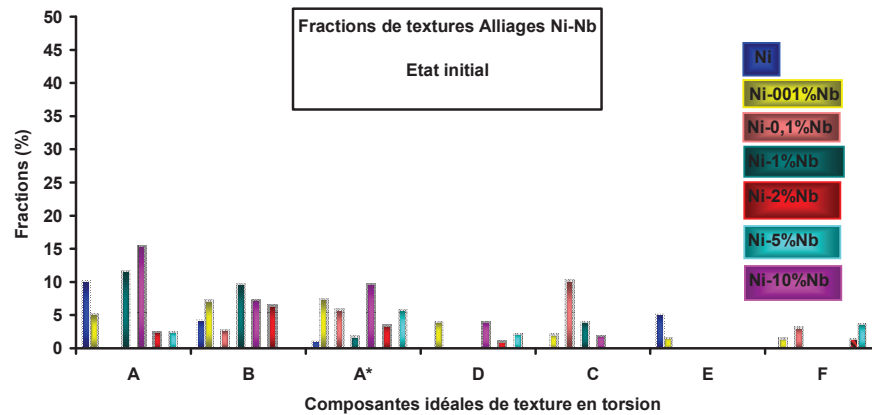
**Figure IV.9** : Evolution de la microstructure dans la *Zone* (2) de l'alliage Ni–10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois ; (b) cartographie d'orientation.



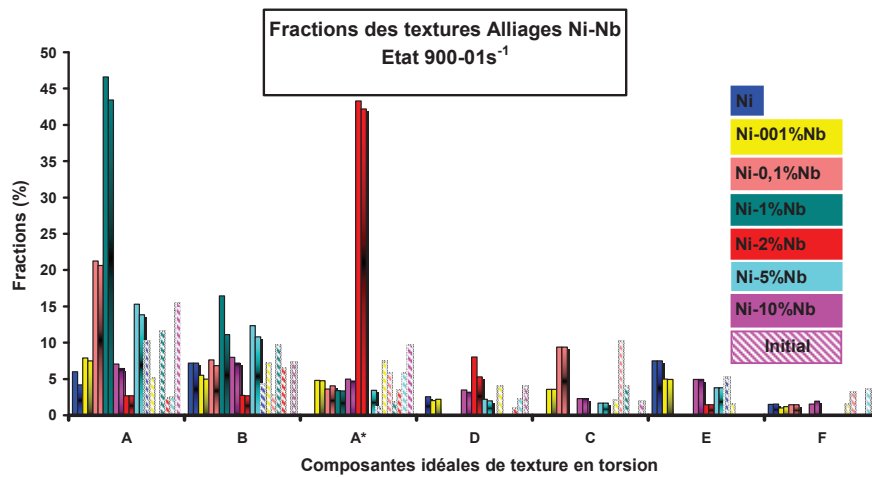
**Figure IV.10** : Evolution de la microstructure dans la Zone (3) de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3\text{s}^{-1}$  : (a) cartographie de désorientation des parois ; (b) cartographie d'orientations ; (c) histogramme de désorientation des parois.



**Figure IV.11** : Evolution de la taille de grain dans les différentes zones de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions :  $\varepsilon = 5-800^{\circ}\text{C}-0,3\text{s}^{-1}$  : (a) Zone (1) ; (b) Zone (2) ; (c) Zone (3).



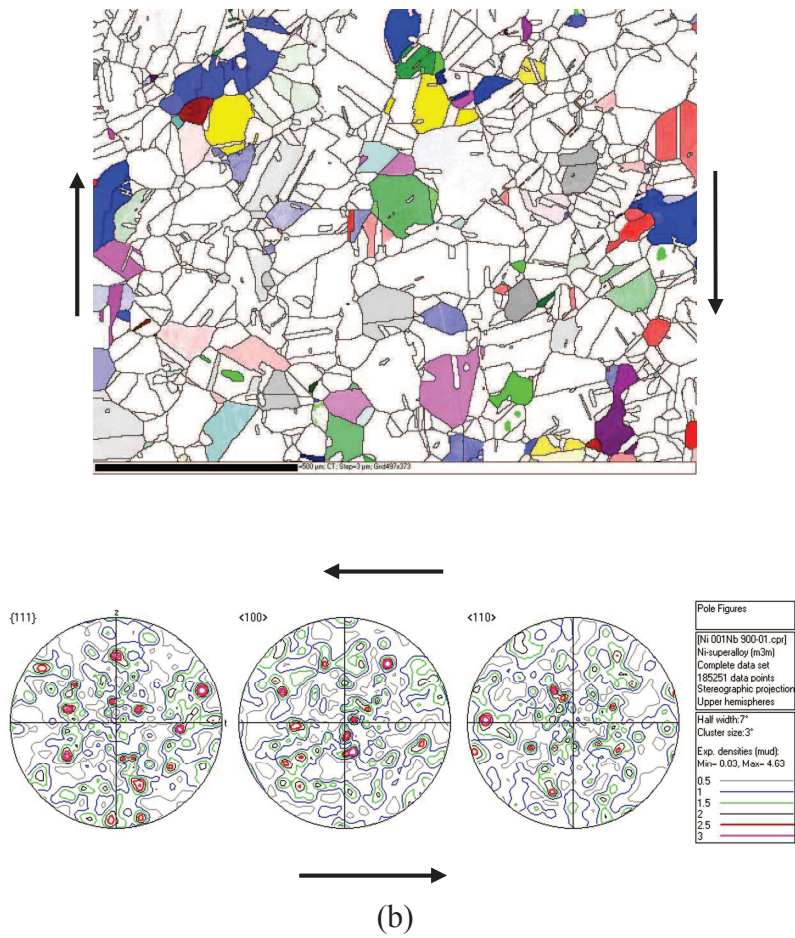
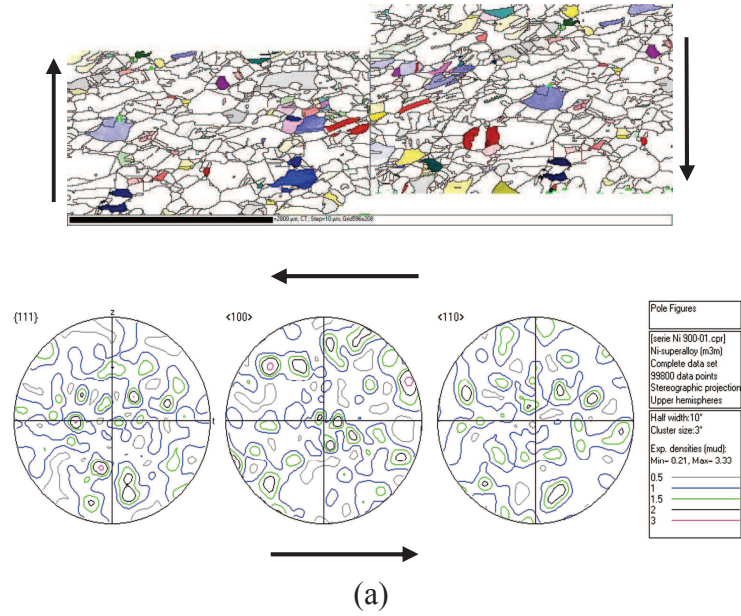
(a)



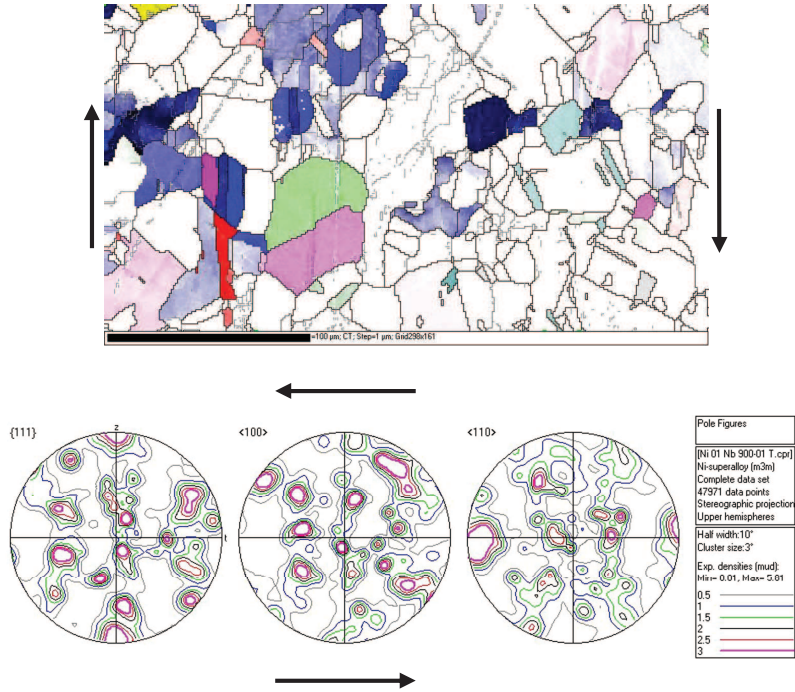
(b)

**Figure IV.12** : Comparaison des évolutions de la fraction volumique pour chaque composante de texture en fonction de la teneur en Nb des alliages Ni–Nb déformés dans les conditions :  $\varepsilon = 5-900^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  : (a) état initial ; (b) état déformé.

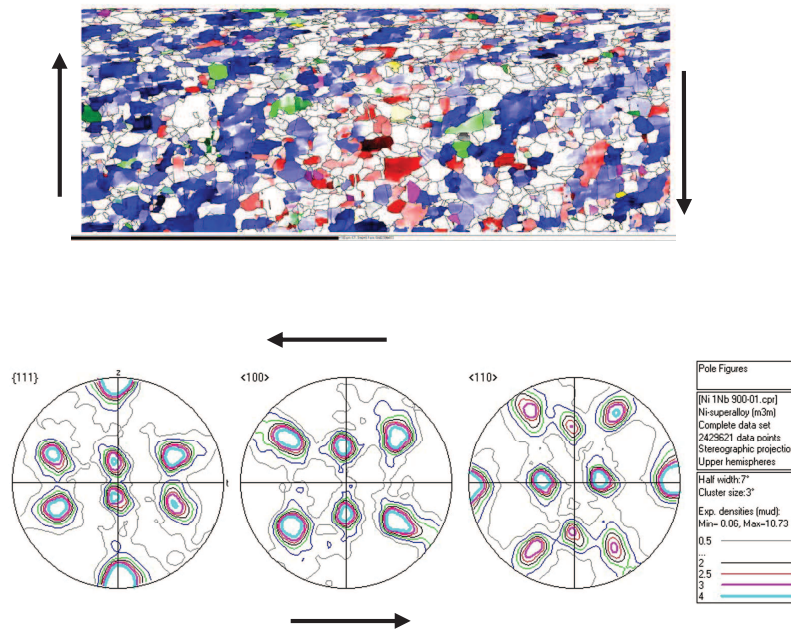
*\*données obtenues par l'EBSD et recalculées à l'aide du programme Volfrac.*



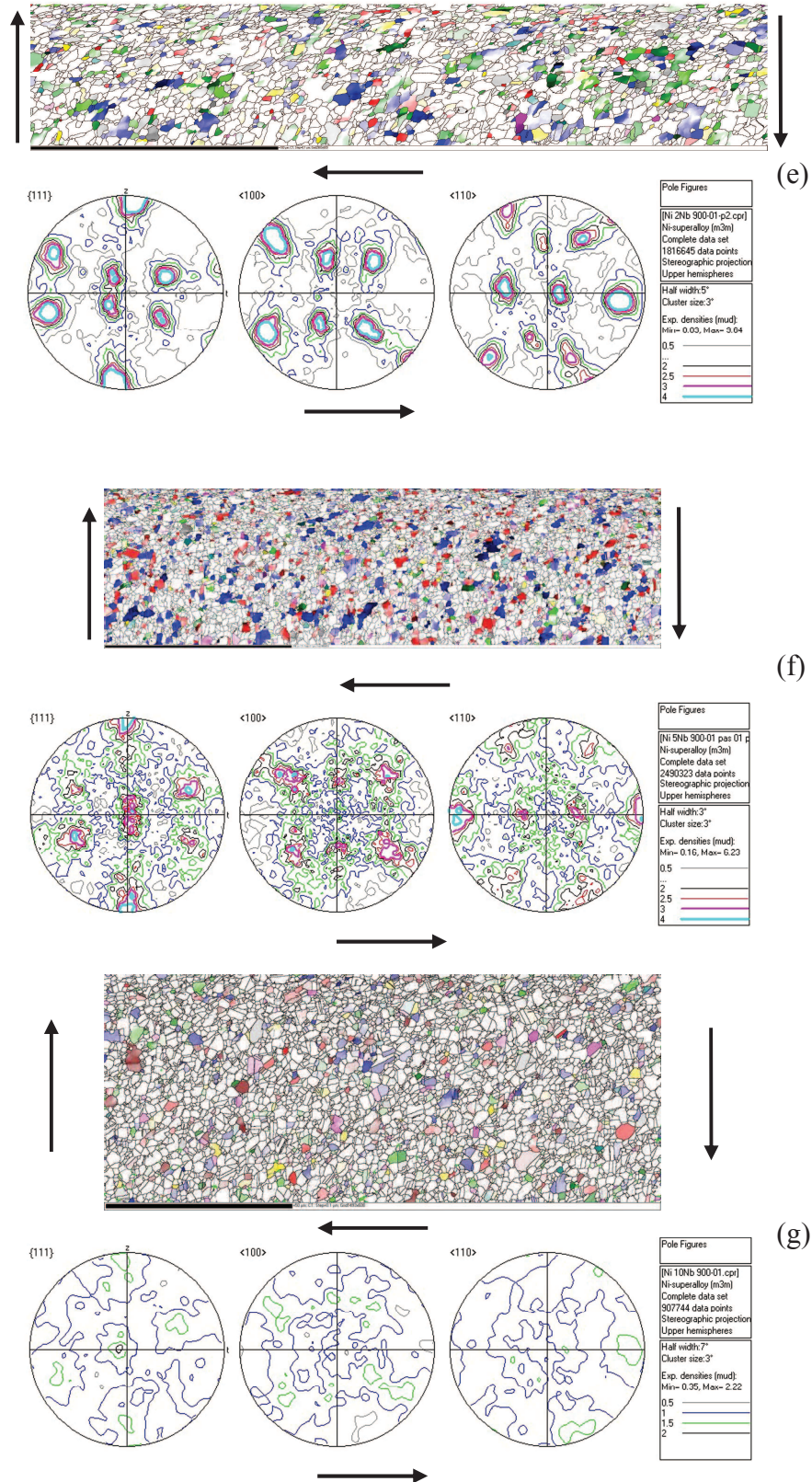




(c)



(d)

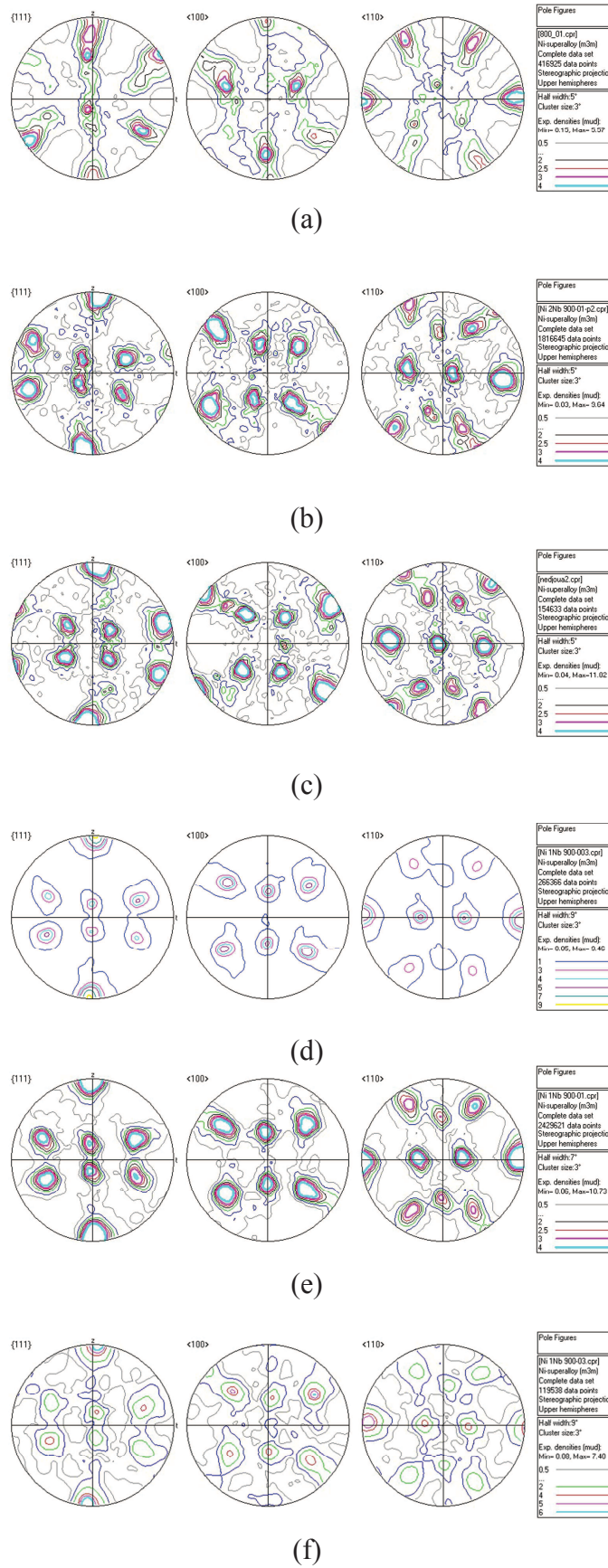


**Figure IV.13** : Evolution de la microstructure et la microtexture (Figure de pôles  $\langle 111 \rangle, \langle 100 \rangle, \langle 110 \rangle$ ) en fonction de la teneur en niobium des alliages Ni–Nb déformés dans les conditions :  $\varepsilon = 5 - 900^\circ\text{C} - 0.1 \text{ s}^{-1}$  : (a) Ni pur ( $D_{\text{equi}} = 34 \mu\text{m}$ ,  $I_{\text{cpt}_m} = 70.6 \mu\text{m}$ ) ; (b) Ni–0,01%Nb ( $D_{\text{equi}} = 24 \mu\text{m}$ ) ; (c) Ni–0,1%Nb ( $D_{\text{equi}} = 6,5 \mu\text{m}$ ,  $I_{\text{cpt}_m} = 12 \mu\text{m}$ ) ; (d) Ni–1%Nb ( $D_{\text{equi}} = 1,75 \mu\text{m}$ ,  $I_{\text{cpt}_m} = 2,5 \mu\text{m}$ ) ; (e) Ni–2%Nb ( $D_{\text{equi}} = 1,25 \mu\text{m}$ ,  $I_{\text{cpt}_m} = 3,74 \mu\text{m}$ ), (f) Ni–5%Nb ( $D_{\text{equi}} = 1,3 \mu\text{m}$ ,  $I_{\text{cpt}_m} = 1.43 \mu\text{m}$ ) ; (g) Ni–10%Nb ( $D_{\text{equi}} = 0,63 \mu\text{m}$ ,  $I_{\text{cpt}_m} = 0.65 \mu\text{m}$ ).

Le passage de la microstructure de l'échantillon Ni-2%Nb à l'état initial (Fig. IV.15a) à celle de l'échantillon déformé à  $\varepsilon = 0,5$  (Fig. IV.15b) s'est effectué par un mécanisme de germination en collier avec l'apparition de quelques zones plus ou moins fortement désorientées. Ces hétérogénéités se trouvent localisées aux proximités des joints de grains initiaux dans lesquels la recristallisation est plus avancée présentant une fraction des parois à fortes désorientations ( $> 15^\circ$ : *HAB "High Angle Boundary"*), faibles désorientations (*LAB "Low Angle Boundary"*) et joints de macles "*Twin Boundary*" à  $60^\circ$ : Sur les images EBSD, la présence de parois de dislocations ayant contribué à la formation de sous joints de faibles désorientations (représentées en traits de transition gris-bleu-rouge) et à la forte diminution du nombre de joints de macle (représentés en traits verts) reflètent l'écroutissage. Cependant, il est à remarquer que cet écroutissage n'est pas localisé au sein des grains mais plutôt développé préférentiellement au voisinage de leurs joints. En outre, les parois à forte désorientation étant presque absentes à l'état initial, elles se voient s'initier au fur et à mesure que la déformation augmente, contribuant par la même à une augmentation de la densité de sous-joints au sein des grains.

En effet, la Fig. IV.15c montre que pour une déformation  $\varepsilon = 1,67$ , les petits grains qui n'étaient encore écroutis ont tendance à se développer tout au long des anciens joints pour croître ensuite à l'intérieur des grains qui sont fortement déformés selon le processus classique de germination en collier. Dans d'autres endroits, on peut observer des ondulations (*serrations*) sur les anciens joints de grains et les grains d'origine se trouvent relativement étirés dans la direction perpendiculaire à celle de torsion alors que ceux nouvellement formés sont plutôt équiaxes et orientés aléatoirement. On note également l'apparition de nouveaux joints de macles dans les grains qui croissent au fur et à mesure qu'ils disparaissent dans les anciens grains.

La Fig. IV.15d montre que pour une déformation  $\varepsilon = 2,5$  (régime stationnaire), la microstructure de l'échantillon présente une distribution de grains uniformément repartis et dont les petits grains sont exempts de dislocations (lorsqu'ils viennent d'apparaître) ou au contraire fortement écroutis (lorsqu'ils sont sur le point de disparaître). On peut aussi y apercevoir une augmentation progressive du nombre de joints de macle et une grande diversité d'orientations cristallographiques parmi les nouveaux grains. La progression de la formation de nouveaux grains en colliers au sein des plus anciens, est relativement imprévisible du fait que certaines zones se trouvent entièrement recristallisées alors que la recristallisation est retardée pour les grains initiaux. Cet état de fait rend difficile la localisation de la succession d'éventuelles vagues de germination comme il a été décrit par Ponge et Gottstein [105] lors d'une étude antérieure sur l'intermétallique Ni<sub>3</sub>Al.



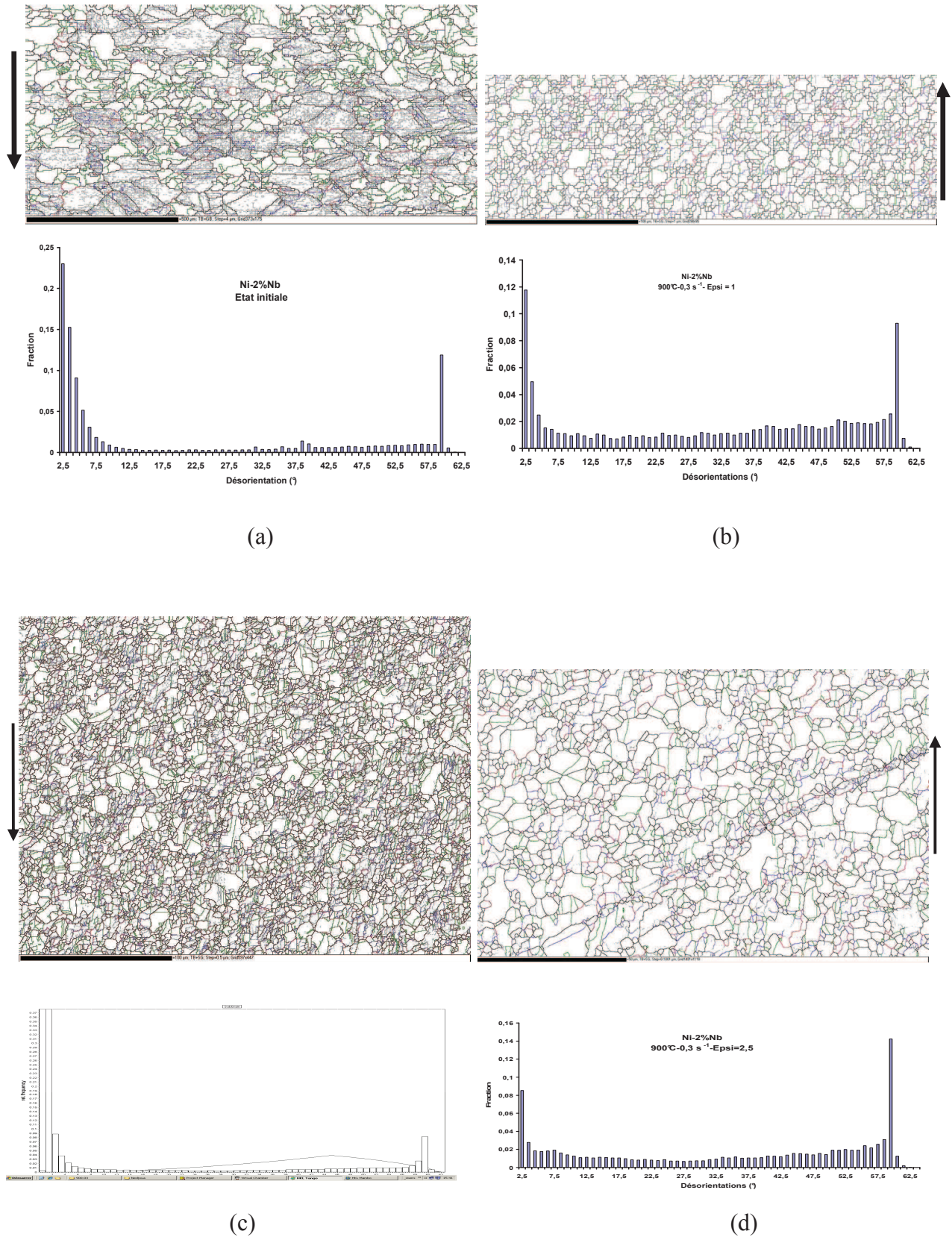
**Figure IV.14 :** Evolutions des microtextures pour le cas de 2 types d'alliages (Ni-2%Nb et Ni-1%Nb) en fonction de la température et de la vitesse de déformation : (a) – (c) : Ni-2%Nb :  $\epsilon = 5-800-900-1000^\circ\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$  ; (d) – (f) : Ni-1%Nb :  $\epsilon = 5-900^\circ\text{C}-0,03-0,1-0,3 \text{ s}^{-1}$ .

Quant à l'évolution des microstructures du même alliage Ni-2%Nb déformé à 1000°C (dans les mêmes autres conditions, Fig. IV.16), elle se voit afficher les mêmes caractéristiques que celles enregistrées pour l'échantillon déformé à 900°C montrant, néanmoins, un moindre effet de la déformation. La comparaison des cartographies de désorientation des grains des échantillons déformés à  $\varepsilon = 1$  et  $\varepsilon = 2,5$  (Figs. IV.16a et b, respectivement) laisse entrevoir que la fraction des parois à forte désorientation (*HAB* et *TB*) et celle des joints à faible désorientation (*LAB*) augmentent toutes deux avec la déformation. La différence enregistrée dans la taille de grains des deux échantillons par rapport à celle des échantillons déformés à 900 °C est due à la différence de température. Par ailleurs, il est habituellement attendu à ce que lors de la germination des grains (DDRX) qui sont en relation cristallographique avec le maclage, les microtextures seraient aléatoires [105,106]. Cependant, les échantillons de l'alliage Ni-2%Nb déformés à 900 °C pour tous les taux de déformation (Fig. IV.17), se voient exhiber des textures ayant tendance à s'orienter préférentiellement vers des orientations  $A/\bar{A}$  et  $B/\bar{B}$  et dont le renforcement est plus marqué avec l'augmentation de la déformation. Les mêmes constatations sont faites pour les mêmes échantillons déformés à 1000 °C (Fig. IV.18). Quant aux échantillons de alliage Ni-10%Nb, déformés à 1000 °C, l'effet de la déformation se voit avoir peu d'influence sur la texture qui présente un aspect plutôt aléatoire, causé par le phénomène de maclage plus prononcé (Fig. IV.19).

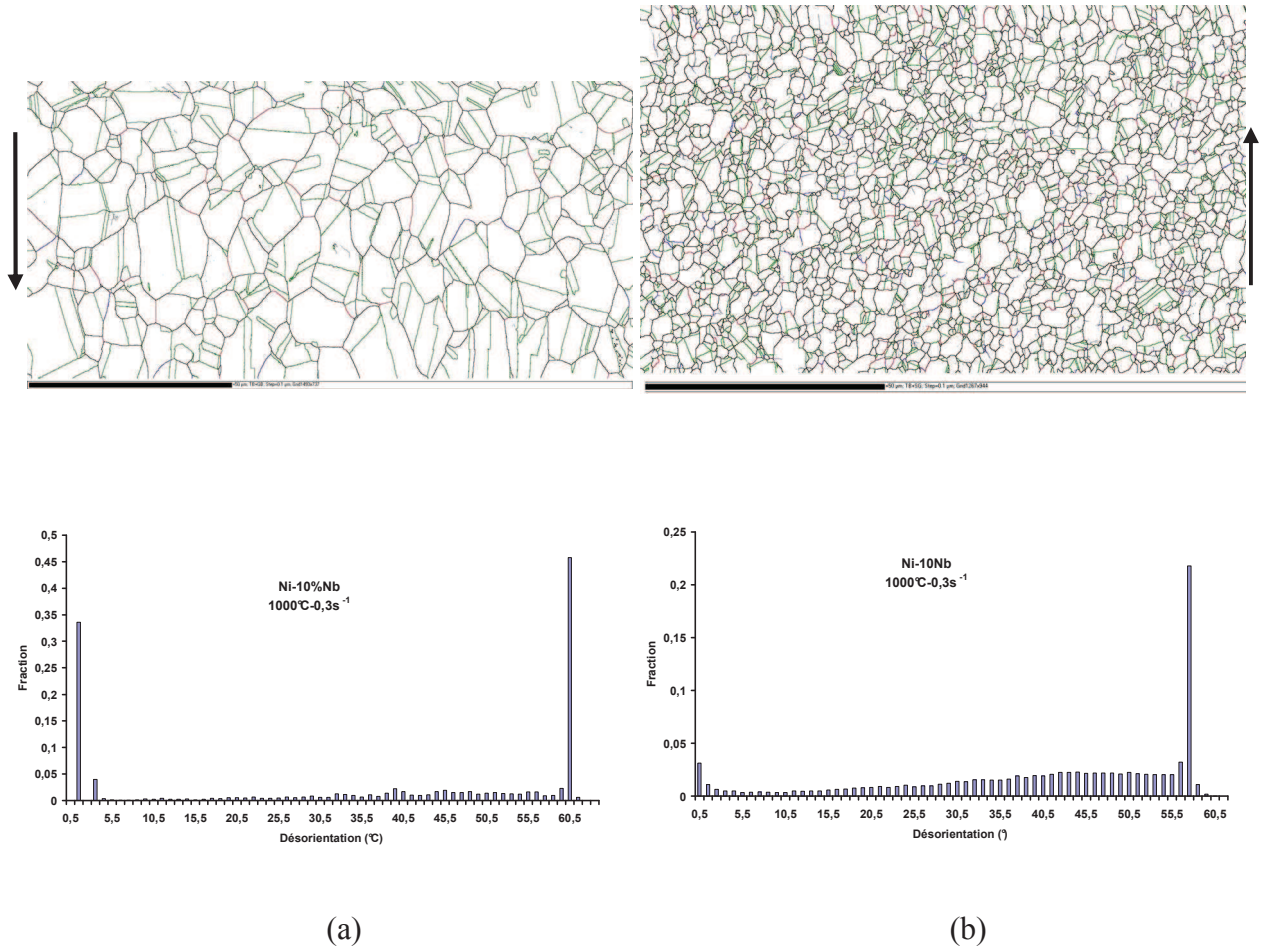
#### IV.4. Estimation de la taille des grains

##### IV.4.1. Effet de la température et de la vitesse de déformation sur la taille de la structure déformée au régime stationnaire

Dans cette section, on se propose de déterminer l'évolution de la taille des grains et des sous-structures des alliages en fonction de la teneur en Nb par les méthodes du diamètre équivalent et d'intercept moyen dans les conditions de déformation  $\varepsilon = 5-800, 900$  et  $1000^\circ\text{C}-\dot{\varepsilon} = 0,1$  et  $0,03 \text{ s}^{-1}$ . Selon la Fig. IV.20, le grand écart enregistré sur la taille des grains, entre tous les échantillons à l'état initial et ceux déformés, témoigne de l'effet durcissant du Nb dans le nickel (mécanisme de durcissement par solution solide). Au régime stationnaire, les valeurs de la taille des grains des échantillons déformés à  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  présentent une allure décroissante tout en affichant un moindre écart par rapport à celles des échantillons correspondant à l'état initial. L'effet de la vitesse de la déformation sur la taille des grains est mieux mis en évidence par une représentation à l'échelle logarithmique qui montre un écart moins significatif que celui dû à l'effet de la température. En outre, cet écart apparaît particulièrement moindre pour les alliages riches en Nb déformés dans les conditions  $800^\circ\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$ .



**Figure IV.15** : Cartographies des parois et histogrammes des désorientations en fonction de la déformation de l'alliage Ni-2%Nb testé dans les conditions de déformation  $900^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$ . (a) Etat initial, (b)  $\epsilon = 0.5$ , (c)  $\epsilon = 1,67$ , (d)  $\epsilon = 2,5$ .



**Figure IV.16** : Comparaison de deux cartographies de désorientation de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions :  $1000^{\circ}\text{C}-0.3\text{ s}^{-1}$  : (a)  $\varepsilon = 1$  ; (b)  $\varepsilon = 5$ .

**IV.4.2. Comparaison des deux méthodes utilisées pour la quantification de la taille des grains**

Des variations considérables dans les mesures de la taille de grains sont enregistrées selon le type de méthode de quantification utilisée (Diamètre Equivalent et Intercept moyens obtenus par (MO et MEB-EBSD). En effet, la différence du niveau des valeurs des mesures obtenues pour l'alliage Ni-2%Nb déformé dans de différentes conditions comme il est reporté dans le [Tableau IV.8](#), révèle que la méthode de l'intercept moyen est plus fiable que celle du Diamètre Equivalent.

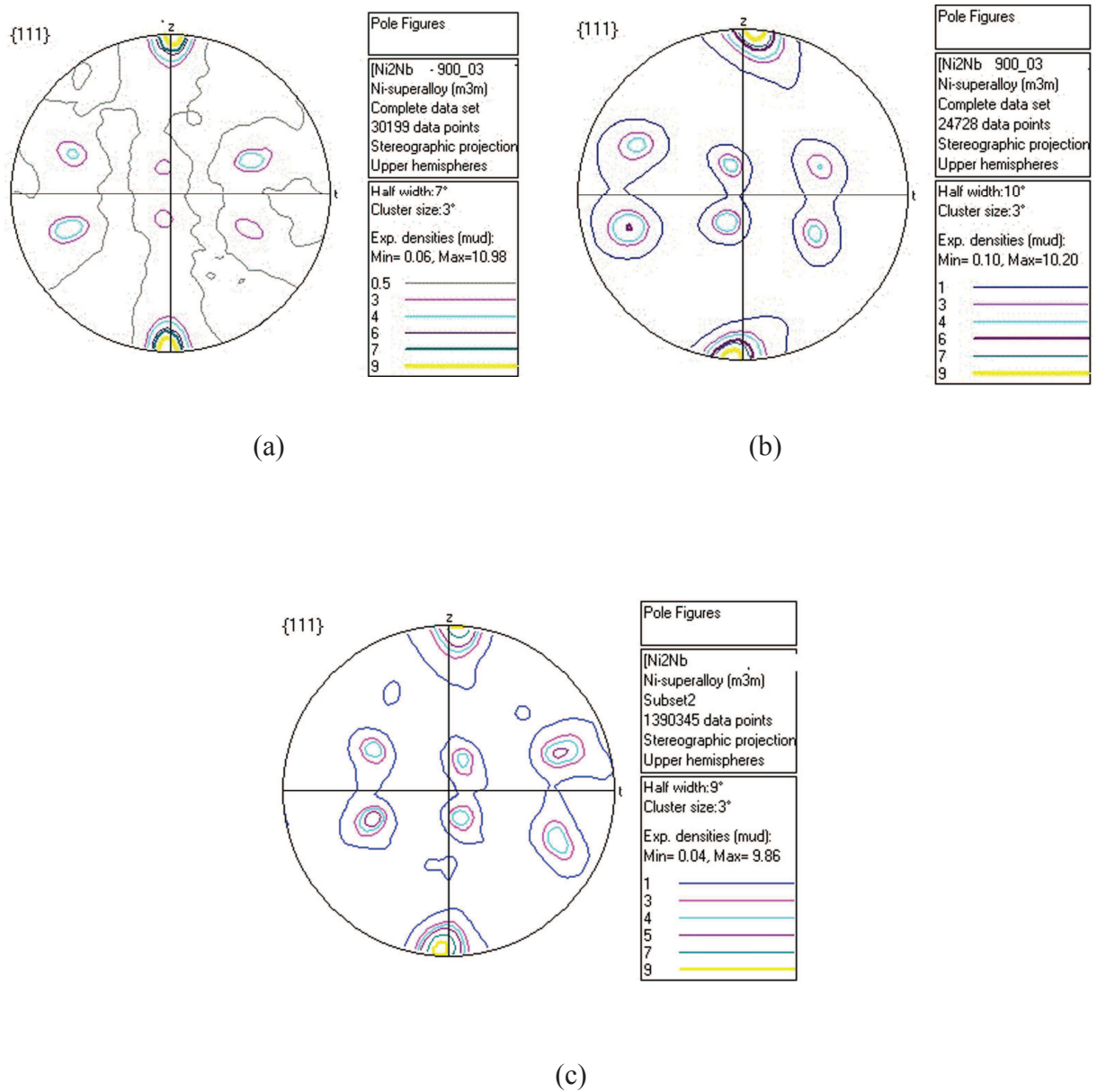
**Tableau IV.8 :** Comparaison des 2 méthodes de quantification de la taille des grains (intercept moyen et ECD) pour l'alliage Ni-2%Nb à l'état initial et déformé à différentes conditions de température et de vitesse de déformation.

Etat	$D_m$ (μm) MO	$D_m$ (μm) EBSD	Icpt <sub>m</sub> (μm) MO	Icpt <sub>m</sub> (μm) EBSD
Initial	75,77	48,73	23,62	19
1000°C-0,3 s <sup>-1</sup>	12,02	3,90	3,85	-
1000°C-0,1 s <sup>-1</sup>	11,86	4,42	6,52	5,55
1000°C-0,03 s <sup>-1</sup>	7,33	3,48	-	-
900°C-0,3 s <sup>-1</sup>	8,61	3,65	2,38	5,21
900°C-0,1 s <sup>-1</sup>	4,90	2,04	2,15	2,60
900°C-0,03 s <sup>-1</sup>	6,32	2,92	2,84	3,50
800°C-0,3 s <sup>-1</sup>	1,18	1,35	1,35	-
800°C-0,1 s <sup>-1</sup>	4,03	1,15	1,24	-
800°C-0,03 s <sup>-1</sup>	1,49	2,01	-	1,50

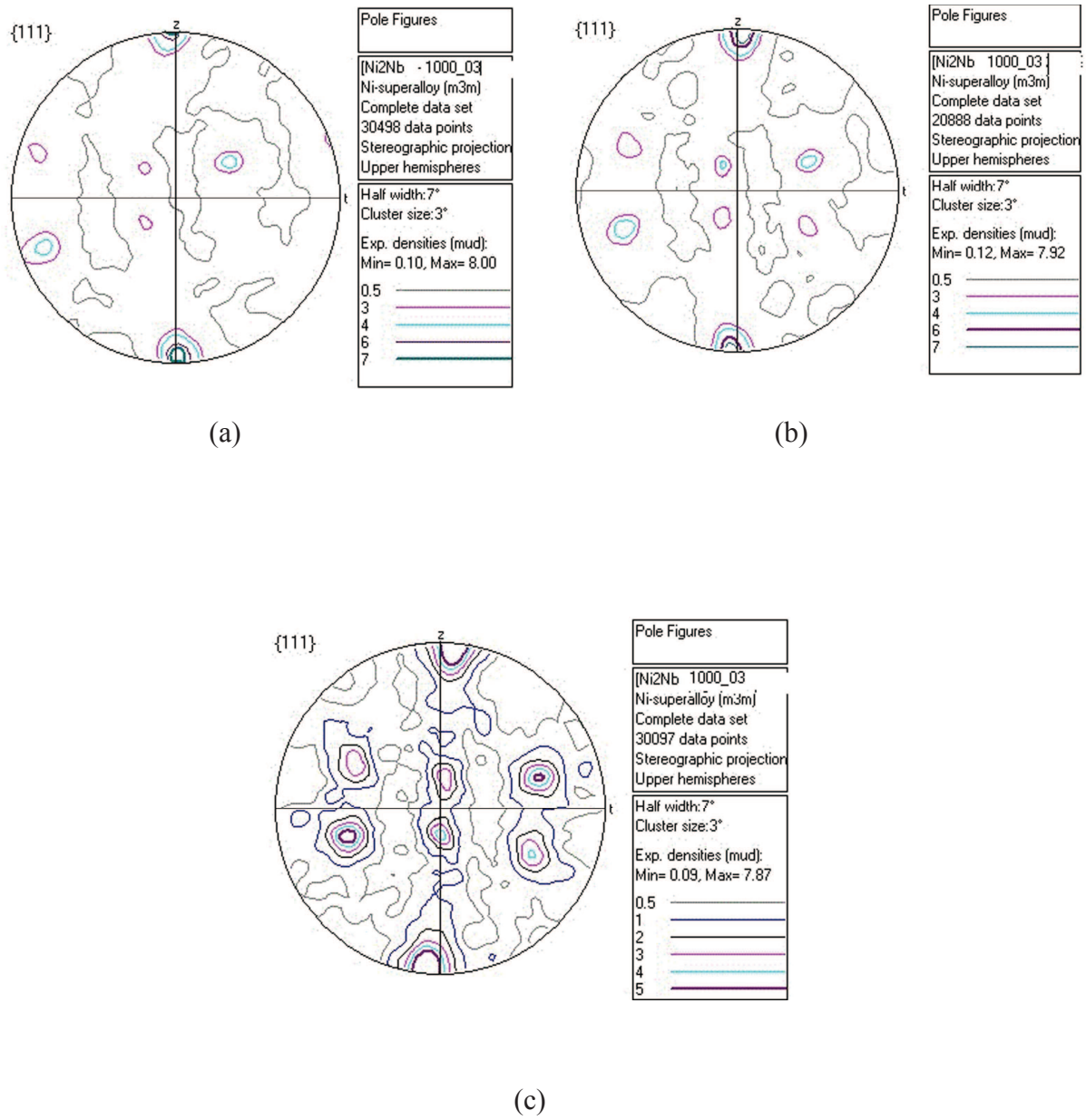
**IV.5. Dépendance rhéologie microstructures : "Relation Derby"**

La taille de grains moyenne  $D_s$  pouvant être reliée à la contrainte  $\sigma_s$  (régime stationnaire) par la relation empirique  $\sigma_s = k(D_s)^{-a}$  (où  $k$  et  $a$  sont des constantes), la valeur de l'exposant  $a$  (la pente à l'échelle logarithmique) a été déterminée étant égale 0,46 ([Fig. IV.21](#)). Ce résultat coïncide parfaitement avec la valeur de  $a=2/3$ , estimée par Derby [[107](#)] à partir d'un grand nombre de résultats expérimentaux se rapportant à l'étude de la recristallisation dynamique

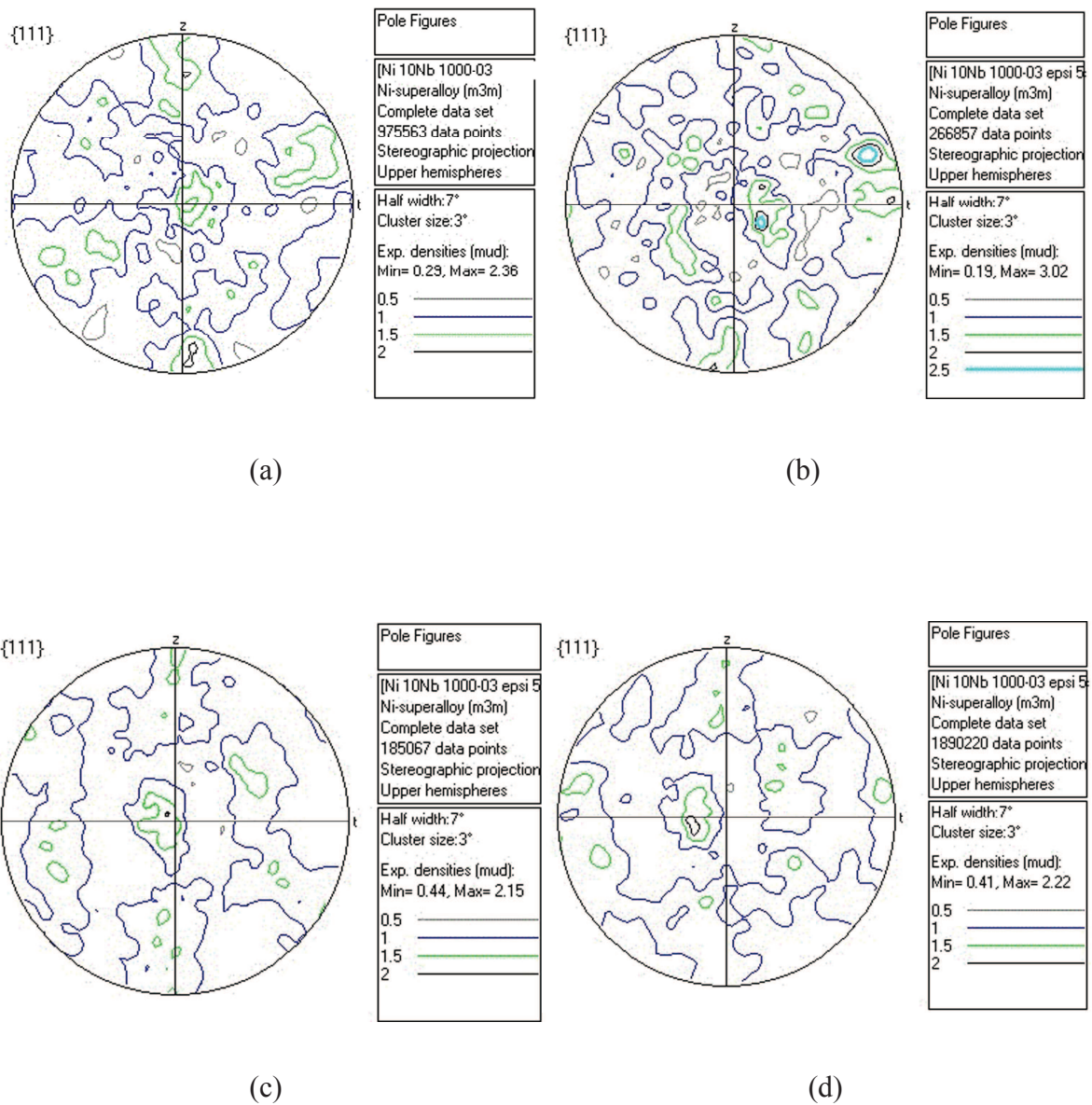




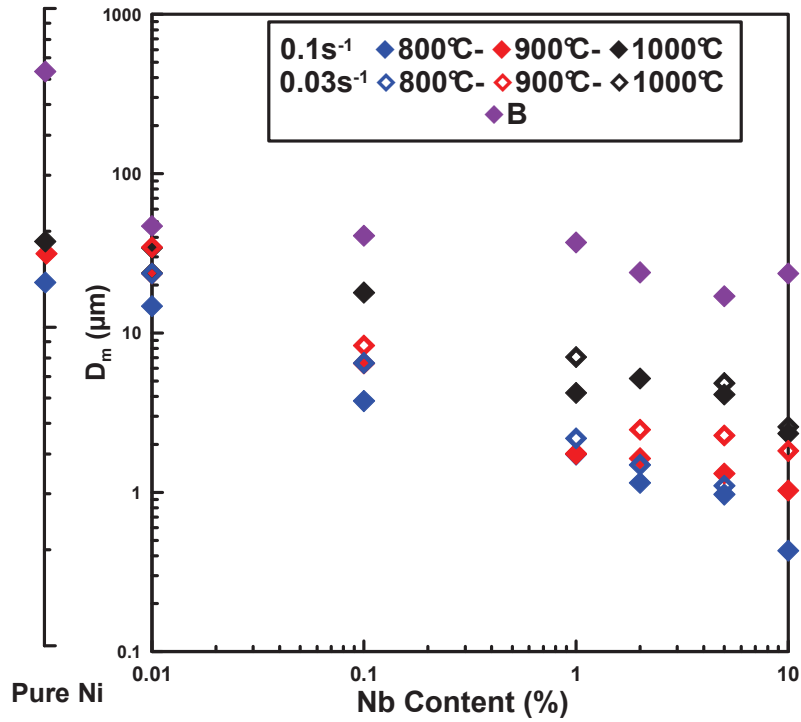
**Figure IV.17 :** Evolution de la microtexture de l’alliage Ni–2%Nb déformé dans les conditions : 900°C–0,3 s<sup>-1</sup> dans les domaines de consolidation, transitoire et stationnaire : (a)  $\epsilon = 0,5$  ; (b)  $\epsilon = 1$  ; (c)  $\epsilon = 1,67$ .



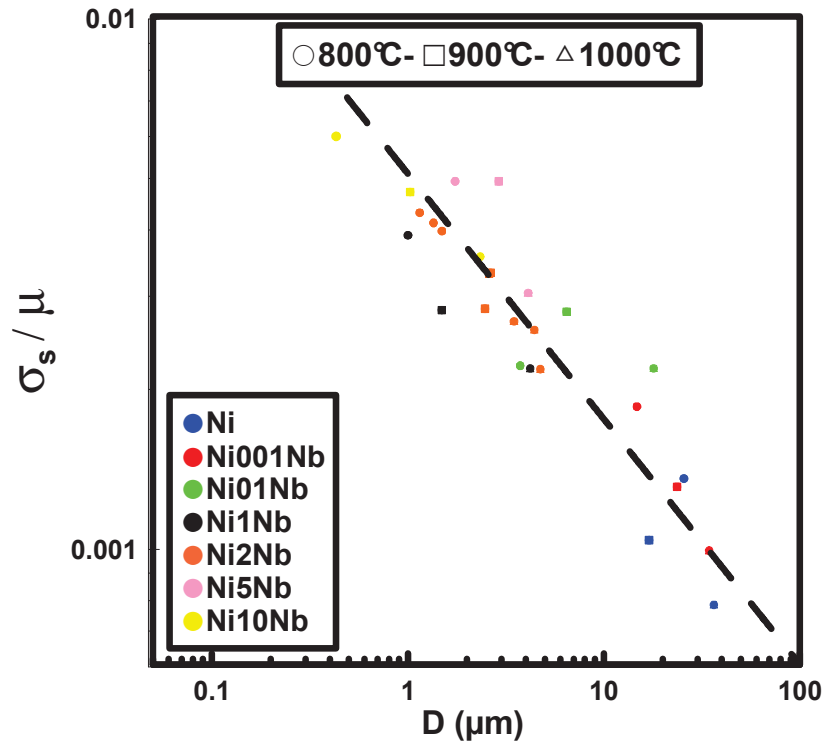
**Figure IV.18 :** Evolution de la microtexture de l'alliage Ni-2%Nb déformé dans les conditions : 1000°C-0,3 s<sup>-1</sup> dans les domaines de consolidation, transitoire et stationnaire : (a)  $\epsilon = 1$  ; (b)  $\epsilon = 1,67$  ; (c)  $\epsilon = 2,5$ .



**Figure IV.19** : Evolution de la microtexture de l'alliage Ni-10%Nb déformé dans les conditions :  $1000^{\circ}\text{C}-0,3 \text{ s}^{-1}$  dans les domaines de consolidation, transitoire et stationnaire : (a)  $\varepsilon = 0,5$  ; (b)  $\varepsilon = 1$  ; (c)  $\varepsilon = 1,67$  ; (d)  $\varepsilon = 2,5$ .



**Figure IV.20** Evolution de la taille des grains ( $ECD$ ) à l'état initial et déformé en en fonction de la teneur en Nb des matériaux testés dans les conditions 800, 900 et 1000°C–0,03 et 0,1  $s^{-1}$  (régime stationnaire).



**Figure IV.21** : Evolution de la contrainte au régime stationnaire en fonction de la taille des grains pour toute la gamme des alliages Ni–Nb - Relation de *Derby*.

### Conclusions

Les différents mécanismes mis en jeu lors de la déformation à chaud des alliages modèles Ni-Nb relatifs à la formation des microstructures et microtextures ont été identifiés et comparés. Les résultats acquis par la technique EBSD ont révélés que l'addition progressive du Nb en solution solide contribue fortement à l'affinement des grains (au régime stationnaire) pour certains alliages et dans certaines conditions de déformation. Cet effet se caractérise par un amoindrissement des cinétiques de la recristallisation dynamique discontinue qui contribue à un développement très poussé de sous-structures au sein des grains écrouis (transition vers CDRX). Par ailleurs, la quantification des grains par la méthode de mesure de *Intercept Moyen* a été trouvée plus précise que celle du *Diamètre Equivalent (ECD)*.

**MODELISATION DE LA DDRX  
ET  
VALIDATION**

## Introduction

La recristallisation dynamique discontinue (*DDRX*) intervenant au cours de la déformation à chaud d'une large gamme de métaux tels que le cuivre, le nickel et les aciers austénitiques se caractérise tout d'abord par un régime transitoire où la contrainte passe par un ou plusieurs maxima assez marqués avant d'atteindre un régime stationnaire. La contrainte ainsi que tous les paramètres microstructuraux sont indépendants de la déformation et cet état stationnaire est clairement associé à une structure *dissipative* maintenue par la conversion de l'énergie mécanique en énergie thermique [108]. Les différentes approches de la modélisation de la *DDRX* proposées antérieurement y compris celles présentées dans ce chapitre introduisent les concepts des milieux continus et de la métallurgie physique (théorie des dislocations), sans pour autant tenir compte de notions de la thermodynamique. Dans cette optique, les premiers travaux entrepris (Luton et Sellars [41] et Stuwe et Ortner [109]) se rapportaient essentiellement aux allures des courbes contrainte-déformation. Pour lesquelles Sandström et Lagneborg [110] ont proposé un modèle détaillé mais assez complexe basé sur la description de la distribution volumique des dislocations. Plus récemment, des modèles purement numériques, utilisant la méthode de Monte-Carlo [111] ou des automates cellulaires [77], ont été établis en tenant compte des phénomènes topologiques tels que la recristallisation en collier. Tous ces modèles permettaient de prédire, de manière plus ou moins correcte, la transition d'une courbe à un seul *maximum* pour de grandes valeurs de  $Z$  vers un comportement oscillant pour des valeurs moindres. Le premier type de comportement était supposé associé à l'affinement des grains et à leur recristallisation en collier, alors que le second correspondait à la croissance des grains.

Dans ce chapitre, on propose un modèle de la *DDRX* à l'échelle de la taille des grains qui intègre trois équations fondamentales descriptives de la migration des joints de grains, de l'écroutissage-restauration de la densité de dislocations, et de la germination de nouveaux grains [73]. Le phénomène d'adoucissement susceptible d'être induit par la migration des joints de grains (noté par *BMIS* [44]) sera également pris en compte par le rajout d'un terme supplémentaire à l'équation d'écroutissage-restauration choisie. Le régime stationnaire sera transcrit par une première version simplifiée incorporant deux différentes équations d'écroutissage. La première se présente comme étant une *loi puissance* entièrement analytique (si le *BMIS* est négligé) tandis que la deuxième est plus *physique* de par sa composition qui comporte deux termes différents relatifs à la création et à l'annihilation des dislocations. Ainsi, il devient possible d'exprimer cette dernière par les lois de Yoshie-Laasraoui-Jonas (*YLJ*) [112], Yoshie et al [12], Laasraoui et Jonas [14] et de Kocks-Mecking (*KM*) [93], via une procédure d'ajustement basée sur quelques approximations et tenant en compte de l'effet *BMIS*.

Finalement, la considération de la notion de correspondance entre les deux modèles détaillés au [Chap. III- Rhéologie](#) est à même de nous permettre la prédiction de l'évolution de la taille des grains, de la fraction recristallisée, du taux d'adoucissement au régime stationnaire à partir des courbes contrainte-déformation obtenues.

### V.1. Equations constitutives du modèle

Le matériau est modélisé par un ensemble de  $N$  grains sphériques dont chacun est caractérisé, à tout instant, par deux variables internes qui sont son diamètre  $D_i$  et sa densité de dislocations  $\rho_i$  ([Fig. V.1](#)). Chaque grain au sein de la matrice est considéré comme étant une inclusion sphérique ayant une densité de dislocations supposée homogène. Les caractéristiques des dislocations sont définis par la procédure de calcul des *moyennes* de l'ensemble des grains du système, pratique couramment utilisée en mécanique des milieux continus pour les matériaux hétérogènes sans toutefois tenir compte des effets topologiques. Ceux-ci, étant très importants au cours du régime transitoire (recristallisation des grains en collier par exemple), leurs effets sont néanmoins supposés être de second ordre au régime stationnaire.

#### V.1.1. Equation de migration des joints de grains

Si la différence de densité des dislocations entre le grain et la matrice environnante est supposée être la force motrice prédominante pour la migration des joints de grains, on peut écrire:

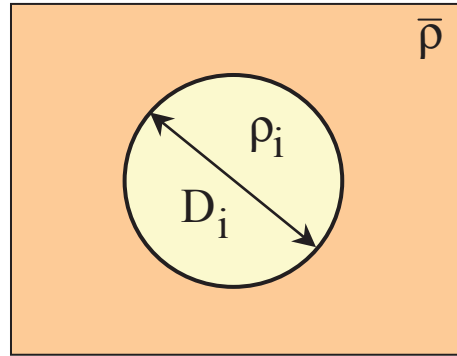
$$\frac{dD_i}{dt} = 2M\tau(\bar{\rho} - \rho_i) \quad (\text{V.1})$$

avec  $\tau = \mu b^2$  et le facteur 2 signifie que deux parties sphériques opposées des joints se déplacent dans des directions opposées.

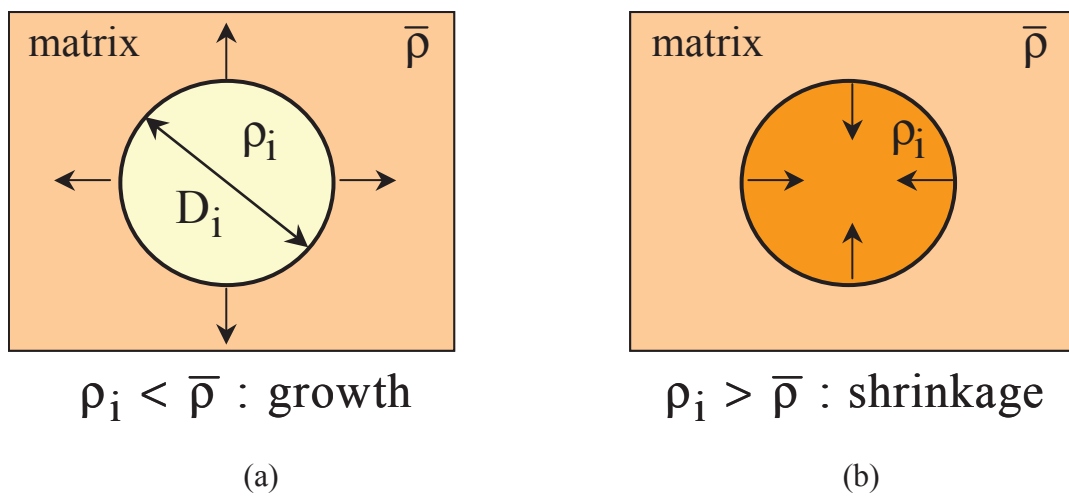
L'[Eq. V.1](#) étant une approximation plus générale, elle considère l'environnement précis de chaque grain et permet de définir si un grain est en croissance ( $\rho_i \leq \bar{\rho}$ ) ou en décroissance ( $\rho_i \geq \bar{\rho}$ ) et qu'il atteint sa taille maximale quand  $\rho_i = \bar{\rho}$  ([Fig. V.2](#)). Le volume total du système étant proportionnel à  $D_i^3$ , sa dérivée temporelle  $\sum \dot{D}_i D_i^2 = 2M\tau \sum (\bar{\rho} - \rho_i) D_i^2 = 2M\tau (\bar{\rho} \sum D_i^2 - \sum \rho_i D_i^2)$  doit être nulle à tout instant afin d'assurer la condition d'incompressibilité du matériau. Cette condition nous amène à définir la densité moyenne des dislocations calculée sur l'ensemble " $N$ " des grains par une expression qui signifierait que les grains interagissent par leur surface commune plutôt que par leur volume:

$$\bar{\rho} = \frac{\sum_i \rho_i D_i^2}{\sum_i D_i^2} \quad (\text{V.2})$$

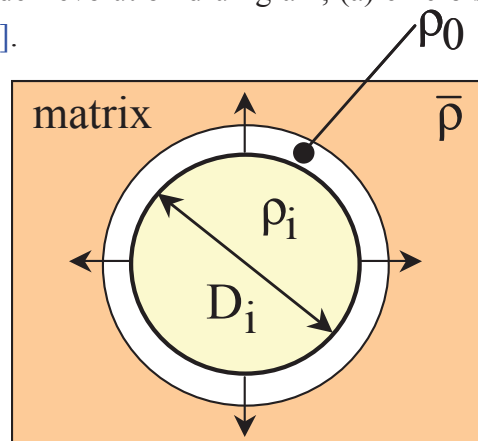




**Figure V.1 :** Représentation schématique d'un grain dans un agrégat [1].



**Figure V.2 :** Schématisation de l'évolution d'un grain; (a) en croissance quand  $\rho_i \leq \bar{\rho}$  et (b) en décroissance quand  $\rho_i \geq \bar{\rho}$  [1].



**Figure V.3 :** Schématisation du mécanisme de l'adoucissement induit par la migration des joints de grains (*GBMIS*) associé à la croissance du grain au cours de la *DDRX* [1].

### V.1.2. Equation d'évolution de la densité de dislocations

Usuellement, trois types de lois, incluant l'écroissage et la restauration dynamique, sont utilisées pour décrire l'évolution de la densité de dislocations à l'intérieur de chaque grain :

- (1) la loi *puissance* qui sera abordée en premier du fait de sa simplicité (PW) :

$$\frac{d\rho_i}{d\varepsilon} = \frac{H^{(\nu_i+1)}}{\rho_i^{\nu_i}} \quad (\text{V.3})$$

- (2) la loi de *Yoshie-Laasraoui-Jonas* (YLJ) [112,13], décrite précédemment (Cf. Chap. I).

- (3) la loi *Kocks et Mecking* (KM) qui ne sera pas abordée au cours de cette étude mais qui sera considérée en perspectives [95] :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h\sqrt{\rho} - r\rho \quad (\text{V.4})$$

Les deux dernières lois (YLJ et KM) seront regroupées de manière à ce qu'elles soient les cas limites d'une équation généralisée d'évolution exprimée pour un grain  $i$  :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h_i\rho_i^\xi - r_i\rho_i \quad (\text{V.5})$$

où le paramètre  $\xi$  est une constante d'ajustement utilisée pour le modèle de YLJ :  $\xi = 0$  et de KM :  $\xi = 1/2$  ou bien une loi intermédiaire :  $0 < \xi < 1/2$ .

Chacun des paramètres  $h_i, r_i$  ou  $\nu_i$  des Eqs V.3 et V.5 peut varier d'un grain à un autre en fonction des orientations cristallographiques. En outre, une vitesse de déformation spécifique peut être attribuée à chaque grain en fonction de sa contrainte, de sa densité de dislocations ou de sa forme. Il est intéressant de noter que l'équation d'écroissage choisie peut être remplacée par l'intégration de n'importe quelle autre loi, à l'instar de celle de la *généralisation* proposée par Estrin [7]  $d\rho/dt = (h + h'\sqrt{\rho} - r\rho) - r'$ , du fait qu'elle inclut l'effet de la restauration statique  $r'$ , nonobstant la complexité de l'identification de ses paramètres qui rendent son exploitation assez compliquée. Cependant, l'équation de migration des joints de grains (Eq. V.1) ne peut être modifiée sans changer la nature du modèle à cause de son influence directe sur la définition de la densité de dislocations moyenne  $\bar{\rho}$  ainsi que sur toutes les propriétés qui en découlent.

- **Adoucissement induit par la migration des joints de grains**

Lors de la déformation à chaud, le déplacement des joints de grains, s'accompagnant d'une absorption des dislocations à l'intérieur de la matrice, résulterait en une densité de dislocations presque nulle ( $\rho \approx 0$ ) juste au niveau du volume situé derrière le front de migration

du joint (Fig. V.3). Le phénomène physique induit par la migration des joints de grains dénoté *BMIS* contribue à un adoucissement supplémentaire du matériau [113].

Pour le modèle présenté ici, ce mécanisme ne s'applique que pour les grains en croissance pour lesquels le volume balayé par le joint appartient au grain. Ce qui n'est pas le cas pour les grains en décroissance pour lesquels, le volume balayé se trouvant à l'extérieur, les dislocations absorbées appartiennent à la matrice, ou plus précisément à un autre grain en cours de croissance dans le système (Fig. V.2). Un terme supplémentaire s'ajoutant aux Eq. V.3 ou V.5 n'intervient que lorsque le grain est en croissance ( $\rho < \bar{\rho}$ ).

Si le *BMIS* est pris en compte dans le modèle, les équations d'évolution seront exprimées comme ci-dessous:

$$\text{si } \rho \leq \bar{\rho} \text{ (grain en croissance) : } \quad \frac{d\rho}{dt} = \left( \frac{d\rho}{dt} \right)_i - 3 \frac{\rho - \rho_0}{D} \frac{dD}{dt} \quad (\text{V.6.1})$$

$$\text{si } \rho \geq \bar{\rho} \text{ (grain en décroissance) : } \quad \frac{d\rho}{dt} = \left( \frac{d\rho}{dt} \right)_i \quad (\text{V.6.2})$$

où  $(d\rho/dt)_i$  est l'équation d'évolution choisie pour la *loi puissance*, YLJ ou encore KM, et qui peut être calculé en considérant que l'incrément de volume  $dV$ , pendant un temps  $dt$ , contient  $\rho dV$  dislocations absorbées au passage du joint de grains, soit un terme  $\rho dV/V$  d'adoucissement de la densité de dislocations. Au moment de la germination, ce terme devenant fortement non linéaire ( $D \approx 0$ ), aura tendance à rendre impossible toute résolution analytique du système.

### V.1.3. Equation de germination

La détermination du nombre total de grains nécessite l'introduction d'une troisième variable interne notée  $N$ . L'équation de germination est composée d'un terme de germination  $(dN/dt)^+$  et de disparition  $(dN/dt)^-$  de grains et leur somme donne l'évolution globale  $dN/dt$ . La disparition des grains est implicitement définie par l'évolution du diamètre des grains (Fig. V.1) de manière que lorsqu'un grain en décroissance atteint une taille critique  $D_0 \approx 0$ , il est supprimé du système. Toutefois, il devient nécessaire de prévoir la germination de nouveaux grains.

Les mécanismes physiques de la germination au cours de la déformation à chaud ne sont pas encore bien établis, car les observations expérimentales *in situ* sont très difficiles à réaliser. Il se trouve que les nouveaux grains peuvent germer par un mécanisme de migration localisée des joints de grains (*bulging*), ou par désorientation progressive de sous-joints spéciaux [114] alors que récemment, il a été suggéré que les grains pouvaient aussi germer par maillage [105-106].

L'approche utilisée dans notre étude se présente sous la forme générale  $(dN/dt)^+ = f(\bar{\rho}, D, \dot{\epsilon}, T)$  pour décrire le nombre de nouveaux grains germant par unité de temps comme suit:

$$(dN/dt)^+ = k \bar{\rho}^p \sum D_i^2 \quad (\text{V.7})$$

où  $k$  est un paramètre de germination dépendant de la température et  $p$  est une constante positive.

Cette expression traduit le caractère proportionnel de la vitesse de germination des nouveaux grains à la surface totale de joint de grains, le taux de germination par unité de surface de joint de grains étant  $\dot{n} = k \bar{\rho}^p$ .

La contrainte macroscopique étant la moyenne des contraintes locales calculée pour tout le volume des grains, peut être exprimée par la relation classique suivante:

$$\sigma = \sigma_p + \alpha \mu b \sqrt{\frac{\sum \rho_i D_i^3}{\sum D_i^3}} \quad (\text{V.8})$$

Une approche mécanique plus rigoureuse utiliserait aussi la moyenne des  $\sqrt{\rho_i}$  pour fournir des résultats assez similaires à ceux qui précèdent [1] intégrant les Eqs. V.1-V.8 qui décrivent l'évolution de la contrainte, de la taille moyenne des grains au cours de la déformation.

#### V.1.4. Dépendance des paramètres en fonction de la température et la vitesse de déformation.

Les paramètres inclus dans les Eqs. V.1 à V.8 obéissant aux lois *puissances* pour la vitesse de déformation et à celles de type *Arrhenius* pour la température s'expriment comme suit:

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q_n}{RT}\right) \quad (\text{V.9a})$$

$$M = M_0 \exp\left(-\frac{Q_M}{RT}\right) \quad (\text{V.9b})$$

$$h = h_0 (\dot{\epsilon})^{m_h} \exp\left(\frac{m_h Q_h}{RT}\right) \quad (\text{V.9c})$$

$$r = r_0 (\dot{\epsilon})^{-m_r} \exp\left(-\frac{m_r Q_r}{RT}\right) \quad (\text{V.9d})$$

$$\nu = \nu_0 (\dot{\epsilon})^{m_\nu} \exp\left(\frac{m_\nu Q_\nu}{RT}\right) \quad (\text{V.9e})$$

$$H = H_0 (\dot{\epsilon})^{m_H} \exp\left(\frac{m_H Q_H}{RT}\right) \quad (\text{V.9f})$$

Les exposants  $p$  et  $\xi$  sont indépendants de la vitesse de déformation et de la température.

## V.2. Généralités sur le modèle et l'évolution des grains

### V.2.1. Différentes approches du modèle

Selon le nombre de paramètres à considérer, différentes approches peuvent être envisagées. Une première alternative consiste à ajouter ou à négliger le terme  $BMIS$  dans l'équation d'évolution de la densité de dislocations (PW, YLJ, KM, ou exposant  $\xi$  quelconque). Autrement, les paramètres peuvent être considérés comme étant constants, ou bien dépendre de la température et de la vitesse de déformation si le problème étudié n'est pas limité à un faible intervalle de température ou de vitesse de déformation. Le [Tableau V.1](#) regroupe les différentes approches citées pour le cas du système sans  $BMIS$ , ainsi que le nombre total de coefficients selon les cas. Il est à noter que l'ajout de  $BMIS$  ne rajoute pas de paramètres supplémentaires au modèle.

<b>Tableau V.1 : Différentes équations d'évolution de la densité de dislocations selon le modèle DDRX</b>				
<b>Modèles</b>	<b>Loi PW</b>	<b>Loi YLJ</b>	<b>Loi KM</b>	<b>Loi générale</b>
Equation d'évolution de $\rho$	$\frac{H^{(\nu+1)}}{\rho^\nu}$	$h - r\rho$	$h\sqrt{\rho} - r\rho$	$h\rho^\xi - r\rho$
Equations d'évolution de $D$	$2M\tau(\bar{\rho} - \rho)$			
Equations de germination	$k\bar{\rho}^p \sum D_i^2$			
Nombre de paramètres à $T$ et $\dot{\epsilon}$ fixés	5 $H, \nu, M\tau, k, p$	5 $h, r, M\tau, k, p$	6 $h, r, \xi, M\tau, k, p$	

Ainsi, la loi puissance ([Eq. V.3](#)) appliquée au régime stationnaire, permet de résoudre le système de manière analytique en notant que le cas particulier de l'écroissance linéaire  $d\rho/dt = h\dot{\epsilon}$  (correspondant à un exposant  $\nu = 0$ ) a été déjà résolu [\[60\]](#). En l'absence de recristallisation, chaque grain garde sa taille initiale et l'écroissance est caractérisé par une loi puissance qui lorsqu'elle sera intégrée dans l'expression d'évolution [Eq. V.3](#), permettra à la contrainte de suivre la même loi :

$$\rho = (\nu + 1)^{1/\nu+1} H(\dot{\epsilon})^{1/\nu+1} \quad (\text{V.10a})$$

$$\sigma = \alpha\mu b H^{1/2} [(1 + \nu)\dot{\epsilon}]^{\frac{1}{2(1+\nu)}} \quad (\text{V.10b})$$

Il devient possible alors de relier le coefficient d'écroissance  $n$  à l'exposant  $\nu$  selon:

$$n = \frac{1}{2(1+\nu)} \quad (\text{V.11})$$

Lorsque la contrainte diverge vers l'infini avec la déformation ( $\rho_\infty = +\infty$ ), la recristallisation contribue à l'élimination des anciens grains fortement écrouis pour laisser place à l'apparition d'un régime stationnaire.

### V.2.2. Allure qualitative de la densité de dislocations et la taille des grains

Quel que soit le modèle choisi, la densité de dislocations étant une fonction croissante, le temps de vie du grain sera indépendant du temps, de la déformation imposée, ou de sa densité de dislocations. Les évolutions de la taille des grains et de la densité de dislocations sont schématisées en Fig. V.4 qui exhibe, de manière très générale, un diamètre de grain et une densité de dislocations nuls du grain au moment de leur germination ( $t = 0$ ). Ensuite, le grain se voit passer par une phase de croissance pour atteindre une taille  $D_M$  (maximale) qui va en diminuant pour atteindre un diamètre nul dans une seconde phase, ce qui se traduit par la suppression du grain de tout le système ( $\rho = \rho_F$  : densité maximale de dislocations). Les paramètres d'entrée correspondent à un acier 304L déformé à 1050°C et à deux vitesses de déformations  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

## V.3. Régime stationnaire

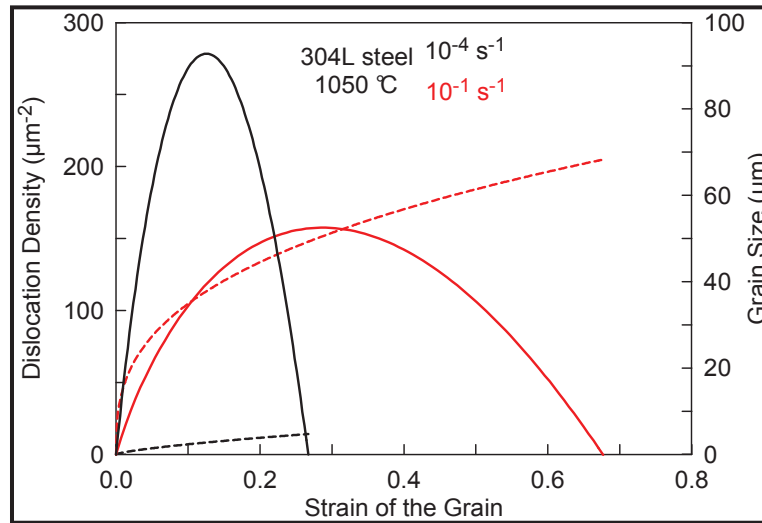
### V.3.1. Caractéristiques spécifiques du régime stationnaire

Le régime stationnaire est caractérisé par une contrainte d'écoulement (ou densité moyenne de dislocations  $\bar{\rho}$ ), et par une taille moyenne des grains qui sont toutes deux indépendantes de la déformation. En général, toutes les grandeurs macroscopiques sont constantes alors que les grains individuels continuent leur évolution. Les cinétiques de germination et disparition des grains étant égales, un équilibre dynamique s'installe entre les nouveaux grains peu écrouis et les anciens qui sont fortement écrouis.

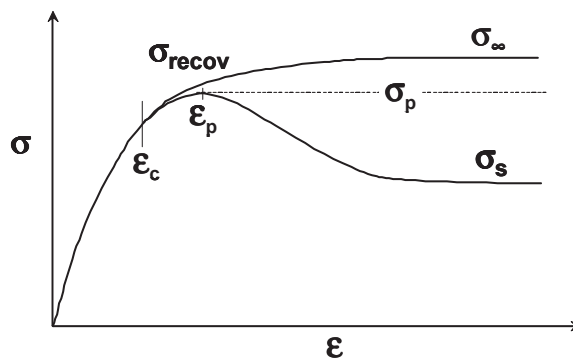
#### V.3.1.1. Postulat d'ergodicité

Lorsque le système atteint le régime stationnaire, les paramètres  $h$  et  $r$  ou  $H$  et  $\nu$  caractéristiques des grains sont semblables et leur évolution décrite par les variables internes  $D(t)$  et  $\rho(t)$  seront ainsi identiques pour un nombre de grains  $N$  constant. Dans ce cas de figure, le *postulat d'ergodicité* peut alors être appliqué au système signifiant une équivalence entre l'ensemble des grains à un instant  $t$  et l'évolution d'un grain entre  $t = 0$  et  $t_F$ . Les moyennes arithmétiques étant alors égales aux moyennes temporelles, la taille moyenne des grains,

$$\bar{D} = (1/N) \sum_{i=1}^N D \text{ peut être remplacée par } \bar{D} = (1/t_F) \int_0^{t_F} D dt.$$



**Figure V.4 :** Densité de dislocations (lignes pointillées) et taille des grains (lignes pleines) normalisées en fonction de la déformation au cours du régime stationnaire. Exemple des paramètres de l'acier 304L déformé à 1050 °C et à deux vitesses de déformations  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$  [79].



**Figure V.5 :** Schématisation d'une courbe de restauration dynamique et de recristallisation [79].

### V.3.1.2. Densité moyenne de dislocations

Il est à remarquer qu'au régime stationnaire, les densités de dislocations moyennes  $\langle \rho \rangle_n = (1/t_F) \int_0^{t_F} \rho D^n dt$ , pondérées par n'importe quelle puissance  $n$  de la taille des grains, sont égales ( $\bar{\rho} = \langle \rho \rangle_n$ ). En particulier, la densité de dislocations moyenne peut être calculée simplement pour  $n = 0$  :  $\bar{\rho} = (1/t_F) \int_0^{t_F} \rho dt$  et la contrainte relative au régime stationnaire peut être exprimée par la simple expression  $\sigma_s = \alpha \mu b \sqrt{\bar{\rho}}$ .

### V.3.1.3. Equation de germination

Afin d'assurer la constance d'un nombre de grains  $N$  au régime stationnaire, chaque grain est supposé ne donner naissance qu'à un unique germe au cours de sa vie. Ainsi, l'intégration de l'équation de germination appliquée à un unique grain, permet d'aboutir à l'expression fondamentale de germination qui servira au calcul de la densité moyenne de dislocations:

$$\int_0^{t_F} \left( \frac{dN}{dt} \right)_i^+ dt = k \bar{\rho}^p \int_0^{t_F} D^2 dt = 1 \quad (\text{V.13})$$

## V.3.2. Formulation analytique du modèle utilisant la loi puissance PW

La considération de la *loi puissance* au régime stationnaire, laisse présumer que les évolutions du diamètre des grains et leur densité des dislocations ainsi que les paramètres  $H, \nu, M\tau$ , et  $k_N$  sont identiques.

En combinant les Eqs. (V.10a) et (V.1), on trouve:

$$D = \frac{2M\tau}{\dot{\varepsilon}} H \varepsilon \left[ \frac{\bar{\rho}}{H} - \frac{(\nu+1)^{(\nu+2)/(\nu+1)}}{\nu+2} \varepsilon^{1/(\nu+1)} \right] \quad (\text{V.14})$$

En supposant que la taille initiale du grain  $D$  et la déformation  $\varepsilon$  soient égales à zéro, la déformation de fin de durée de vie du grain sera transcrite par les expressions :

$$\varepsilon_{end} = \frac{(\nu+2)^{\nu+1}}{(\nu+1)^{\nu+2}} \left( \frac{\bar{\rho}}{H} \right)^{\nu+1} \quad (\text{V.15})$$

$$\rho_{end} = \frac{\nu+2}{\nu+1} \bar{\rho} \quad (\text{V.16})$$

mais  $D$  atteint sa valeur maximale quand  $\rho = \bar{\rho}$  :

$$D_{max} = \frac{2M\tau}{\dot{\varepsilon}} H \frac{1}{(\nu+1)(\nu+2)} \left( \frac{\bar{\rho}}{H} \right)^{\nu+2} \quad (\text{V.17})$$

pour

$$\varepsilon_{max} = \frac{1}{\nu+1} \left( \frac{\bar{\rho}}{H} \right)^{\nu+1} \quad (\text{V.18})$$



L'expression de  $D$  en fonction de  $\rho$  est obtenue en combinant les Eq V.10a et V.14 pour donner:

$$D = \frac{2M\tau}{\dot{\varepsilon}} \frac{\bar{\rho}^{\nu+2}}{H^{\nu+1}} \left( \frac{\rho}{\bar{\rho}} \right)^{\nu+1} \left[ \frac{1}{\nu+1} - \frac{1}{\nu+2} \frac{\rho}{\bar{\rho}} \right] = \frac{2M\tau}{\dot{\varepsilon}} \frac{\bar{\rho}^{\nu+2}}{H^{\nu+1}} D^* \quad (\text{V.19})$$

L'Eq. 10b peut être présentée à l'échelle macroscopique par :

$$\sigma = k \left[ \varepsilon + \left( \frac{\sigma_\varepsilon}{k} \right)^{1/n} \right]^n \quad (\text{V.20})$$

avec:

$$n = \frac{1}{2(\nu+1)}, \quad \text{et} \quad k = (\mu b)(\nu+1)^{1/2(\nu+1)} . H^{1/2} \quad (\text{V.21})$$

avec  $\nu = 0$ , la loi est du type parabolique.

En outre, l'hypothèse d'*ergodicité* (décrite précédemment) peut être appliquée au régime stationnaire pour montrer que les observations sur tout l'ensemble des grains à l'instant  $t$  sont équivalentes à celle d'un grain au cours de sa durée de vie, c'est-à-dire à partir de sa germination ( $\varepsilon = 0$ ) jusqu'à sa disparition ( $\varepsilon = \varepsilon_{end}$ ). Dans ce cas, la condition de germination pour un grain devient:

$$\frac{k_N \bar{\rho}^p}{\dot{\varepsilon}} \int_0^{\varepsilon_{end}} D^2 d\varepsilon = 1 \quad (\text{V.22})$$

la substitution de l'Eq. V.14 dans l'Eq. V.22 permet de déterminer  $\bar{\rho}$  par:

$$\bar{\rho} = \left[ C_1 \frac{(H^{\nu+1} \dot{\varepsilon})^3}{M^2 \tau^2 k_N} \right]^{\frac{1}{p+3\nu+5}} \quad (\text{V.23})$$

Avec  $C_1 = \frac{3}{8} (3\nu+4)(3\nu+5) \frac{(\nu+1)^{3(\nu+2)}}{(\nu+2)^{3(\nu+1)}}$ .

La contrainte d'écoulement au régime stationnaire du matériau  $\sigma_s = \alpha \mu b \sqrt{\bar{\rho}}$  sera exprimée en fonction de la vitesse de déformation et des paramètres  $H, \nu, M, k_N, \text{et } p$  qui dépendent à leur tour de la vitesse de déformation et de la température:

$$\sigma_s = \alpha \mu b \left[ C_1 \frac{(H^{\nu+1} \dot{\varepsilon})^3}{M^2 \tau^2 k_N} \right]^{\frac{1}{2(p+3\nu+5)}} \quad (\text{V.24})$$

il en est de même pour la taille moyenne du grain  $D_s$  qui peut être calculée selon l'expression:

$$D_s = \frac{\sum D_i}{N} = \frac{1}{\varepsilon_{end}} \int_0^{\varepsilon_{end}} D(\varepsilon) d\varepsilon \quad (\text{V.25})$$

en substituant l'Eq V.14 dans V.25, on trouve:

$$D_s = C_2 \left[ \frac{(M\tau)^{p+\nu+1}}{(H^{\nu+1} \dot{\epsilon})^{p-1} k_N^{\nu+2}} \right]^{\frac{1}{p+3\nu+5}} \quad (\text{V.26})$$

$$C_2 = \frac{1}{2\nu+3} \frac{(\nu+2)^{\nu+1}}{(\nu+1)^{\nu+2}} C_1^{(\nu+2)/(p+3\nu+5)} \quad (\text{V.27})$$

Les Eqs. V.24 et V.26 se rapportent aux paramètres expérimentaux qui sont facilement quantifiables permettant de calculer les paramètres  $M\tau$  et  $k_N$  qui sont difficilement mesurables :

$$M\tau = (2\nu+3) \frac{(\nu+1)^{\nu+2}}{(\nu+2)^{\nu+1}} H^{\nu+1} \dot{\epsilon} \frac{D_s}{(\sigma_s/\alpha\mu b)^{2(\nu+2)}} \quad (\text{V.28})$$

$$k_N = \frac{3}{8} \frac{(3\nu+4)(3\nu+5)}{(2\nu+3)^2} \frac{(\nu+1)^{\nu+2}}{(\nu+2)^{\nu+1}} \frac{H^{\nu+1} \dot{\epsilon}}{(\sigma_s/\alpha\mu b)^{2(p+\nu+1)} D_s^2} \quad (\text{V.29})$$

Il est aussi bien remarquable que les Eqs. V.24 et V.26 peuvent être résolues pour le terme  $H^{\nu+1} \dot{\epsilon}$  afin d'obtenir enfin la relation entre  $D_s$  et  $\sigma_s$  :

$$\sigma_s = \alpha\mu b \left( \frac{M\tau C_3}{k_N D_s^3} \right)^{1/2(p-1)} \quad (\text{V.30})$$

où

$$C_3 = \frac{3}{8} \frac{(3\nu+4)(3\nu+5)}{(2\nu+3)^3} \quad (\text{V.31})$$

qui peut aussi s'écrire sous la forme:

$$\sigma_s = \frac{k_D}{D_s^a} \quad (\text{V.32})$$

avec  $a = 3/[2(p-1)]$  et où  $k_D$  et  $a$  sont des constantes.

Dans ce même contexte; à partir d'un grand nombre de résultats expérimentaux, Derby [107] a trouvé que l'exposant  $a$  vaut 3/4 et est indépendant de la vitesse de déformation et de la température.

### V.3.3. Prédications relatives au régime transitoire *DDRX*

Dans cette partie, le modèle mésoscopique est utilisé pour définir deux caractéristiques spécifiques du comportement transitoire au cours de la *DDRX*, à savoir (i) la fraction recristallisée et (ii) la déformation critique de la recristallisation dynamique. La fraction recristallisée  $f_{rex}$  est définie, comme étant un changement de phase se déroulant au cours de la recristallisation statique. Les nouveaux grains recristallisés sont généralement facilement distinguables de ceux écrouis, ce qui n'est pas le cas pour la recristallisation dynamique discontinue (*DDRX*) pour laquelle les nouveaux grains sont continuellement écrouis au cours de

la déformation. Cette fraction recristallisée, conventionnellement définie comme étant une fraction volumique des grains non présents à l'état initial, reste quand même assez difficile à estimer, sauf lors des premiers stades de la *DDRX* alors que l'adoucissement fractionnel peut être facilement déterminé à partir des données des contraintes d'écoulement usuelles (Fig. V.5) comme il est défini par la relation [79]:

$$X = \frac{\sigma_{recov} - \sigma}{\sigma_{\infty} - \sigma_s} \quad (V.33)$$

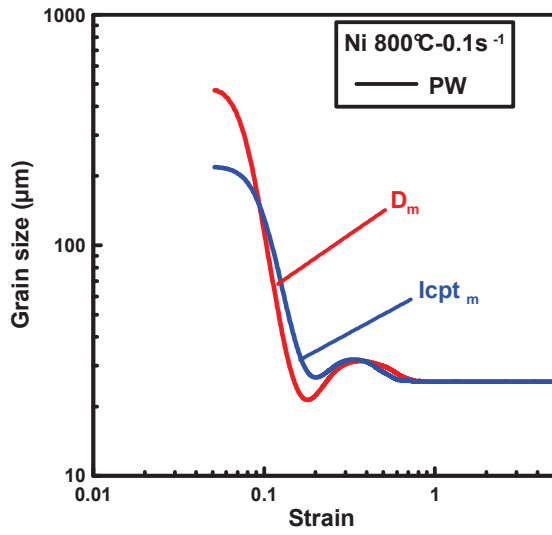
Ainsi, le modèle mésoscopique *DDRX* prend en considération ces deux paramètres  $f_{rex}$  et  $X$  qui seront calculés et comparés en fonction des paramètres des matériaux.

Des approches nouvellement proposées par Montheillet *et al.* [79,80], trouvent leur pertinence de par leur possibilité de valider la modélisation de la *DDRX* sur des alliages Ni–Nb. Comme exemple de validation de ces approches, nous présenterons quelques résultats sur le Ni pur déformé dans les conditions 800°C–0,1 s<sup>-1</sup>. Ceci passe par l'intégration d'une part de la taille initiale de grain ( $D_0$ ) mesurée au moyen de deux méthodes (diamètre équivalent et Intercept moyen), d'autre part, par l'insertion des paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique ( $h$  et  $r$ ) ou ( $H, \nu$ ) obtenus par les deux lois PW ou YLJ séparément ou dans celle de passage de l'une à l'autre.

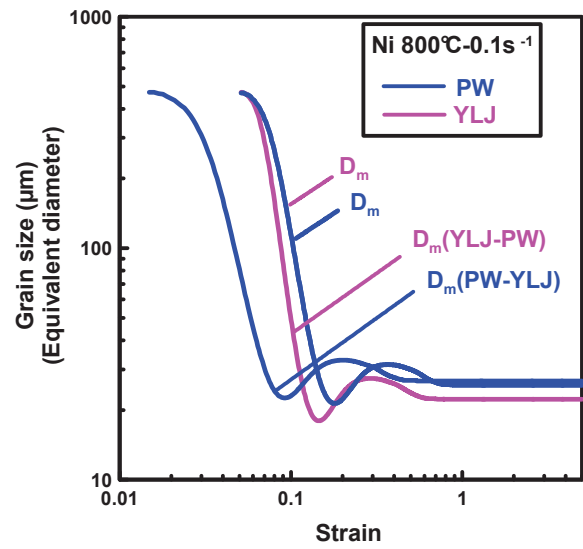
#### V.4. Application au cas des alliages modèles Ni–Nb

Sur la Fig. V.6 sont portées quelques représentations schématiques de la taille du grain, de l'adoucissement fractionnel ainsi que de la fraction recristallisée du nickel pur déformé à 800°C–0,1 s<sup>-1</sup> selon les prédictions du modèle *DDRX* qui se basent sur les deux méthodes de quantification de la taille des grains décrites précédemment et sur la procédure de passage entre les deux modèles. Ainsi quelques remarques peuvent être tirées de l'ensemble des courbes présentées :

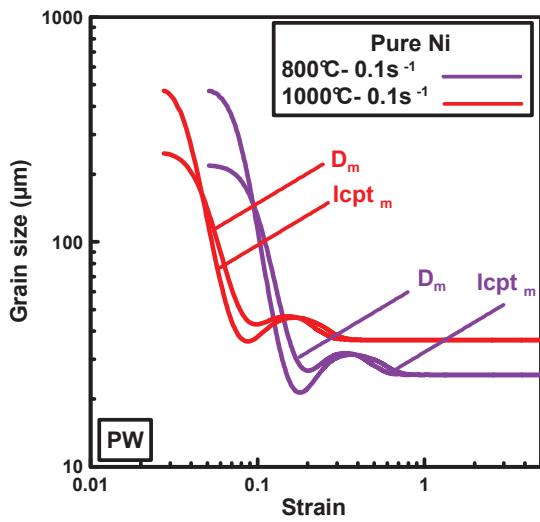
- De la Fig. V.6a, on voit que sur le même matériau déformé dans les mêmes conditions, les deux méthodes *Diamètre équivalent* (ECD) et *Intercept moyen* présentent un écart significatif de l'évolution de la taille des grains en fonction de la déformation au cours du premier stade de consolidation et au régime transitoire. En outre, le même écart de cette évolution est obtenu quand on utilise la méthode *ECD* en insérant les paramètres relatifs à la loi PW ou YLJ et qui sont censés évaluer les taux d'écrouissage  $h$  et de restauration dynamique  $r$  (Fig. V.6b). En outre, il est aussi discernable que l'évolution de la taille des grains recristallisés est identique quand on insère la taille initiale des grains comme paramètre d'entrée.



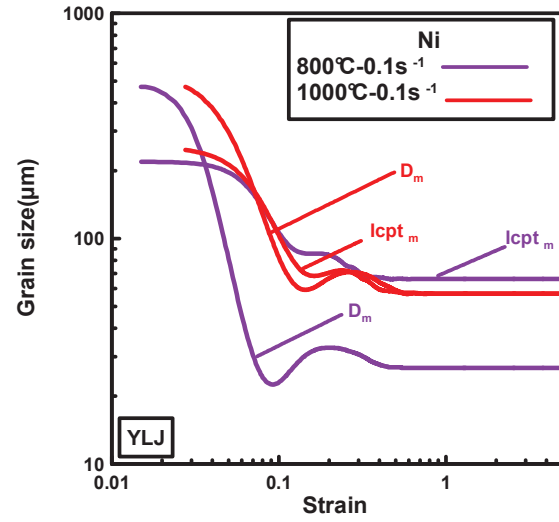
(a)



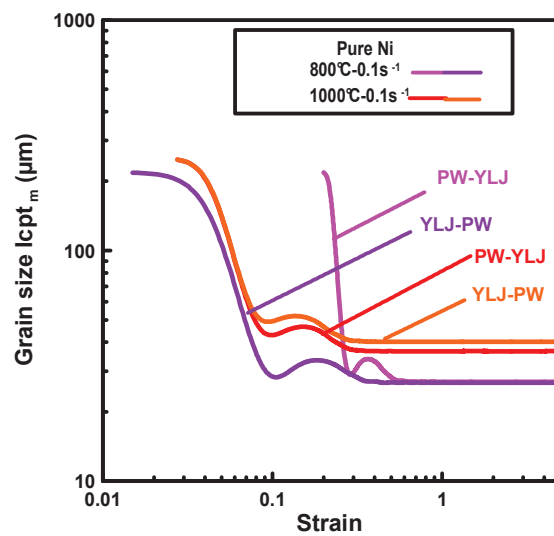
(b)



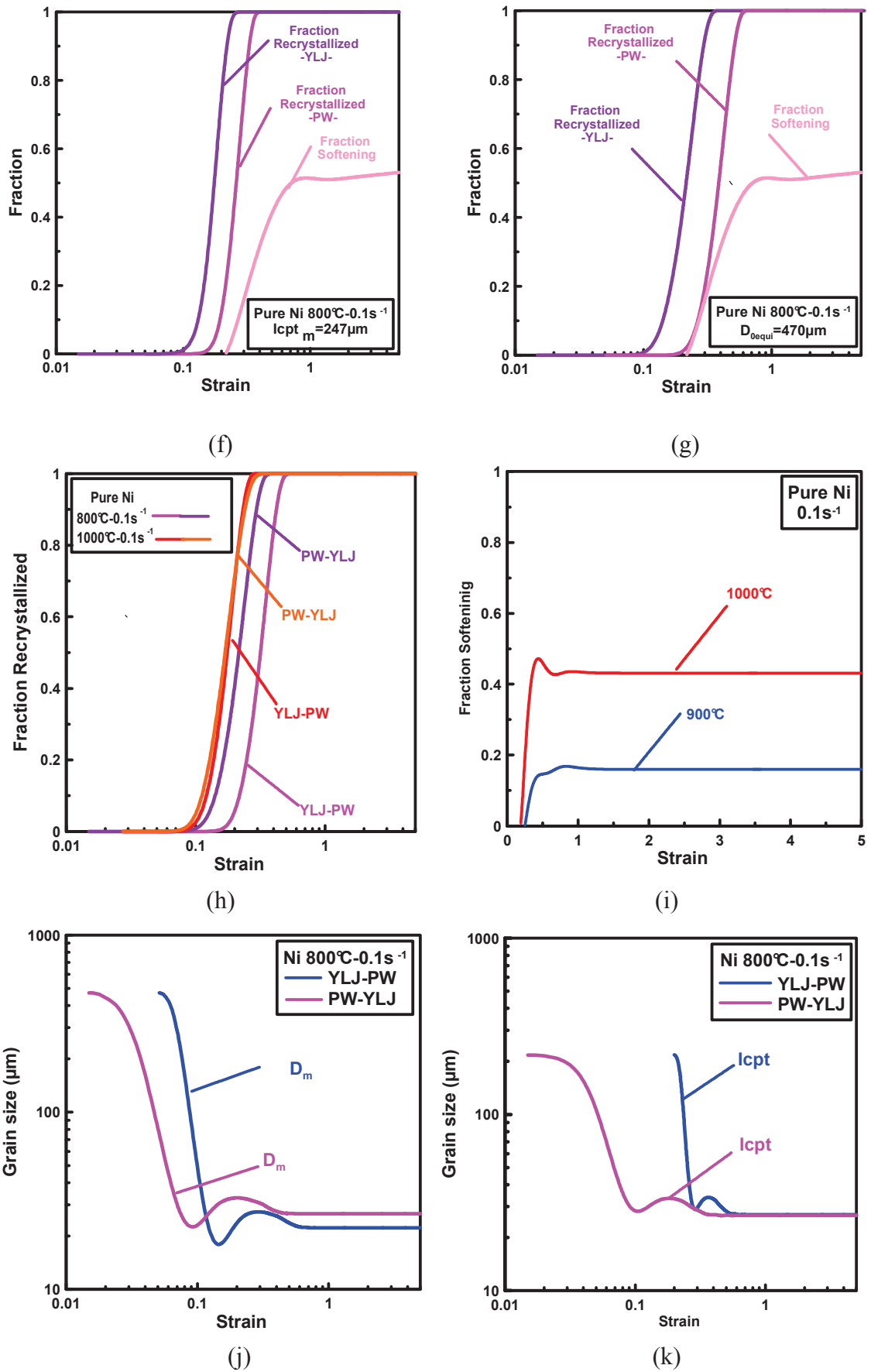
(c)



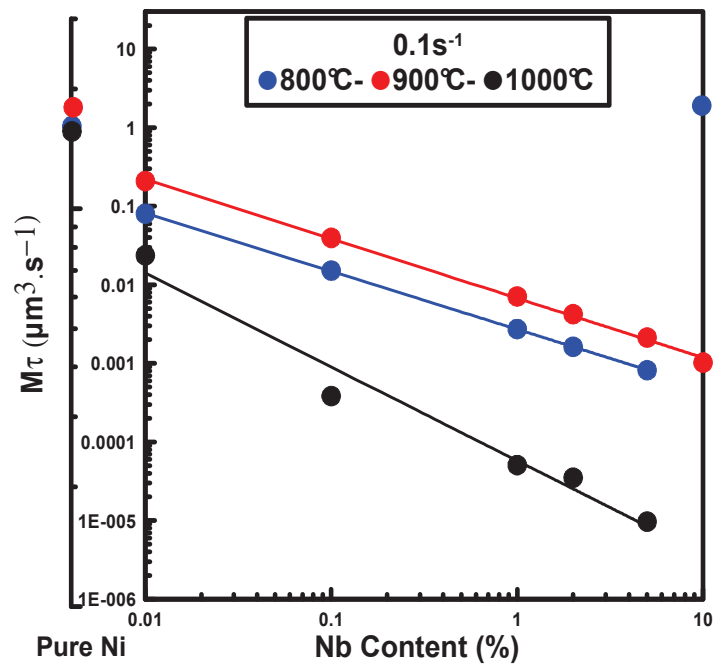
(d)



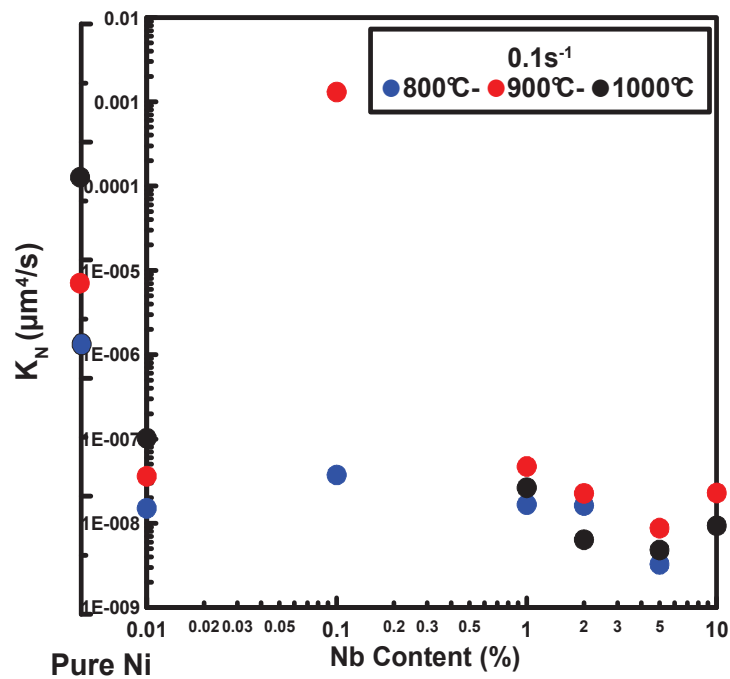
(e)



**Figure V.6 :** Représentations schématiques de la taille du grain, de l'adoucissement et la fraction recristallisée du nickel pur déformé à  $800^{\circ}\text{C}-0,1\text{s}^{-1}$  après validation par le modèle DDRX.



(a)



(b)

**Figure V.7 :** Evolution des paramètres du modèle DDRX en fonction de la teneur en niobium dans les conditions  $\varepsilon = 5$ –800–900–1000 °C, (a) mobilité des joints de grains et (b) coefficient de germination.

- Sur les courbes des Figs. V.6c et d, qui montrent une évolution logique de la taille des grains recristallisés avec la déformation sous l'effet de la température, la *loi puissance* (PW) se voit la plus appropriée que celle de YLJ, de par la position des courbes ainsi *calculées*.
- La même remarque peut être soulevée pour l'évolution de la taille des grains au vu de la méthode de mesure utilisée, en notant que la méthode *ECD* s'avère plus fiable que celle de l'*Intercept moyen* en montrant l'effet bien évident de la diminution de la température sur le retard de la recristallisation dynamique discontinue.
- Sur la Fig. V. 6e relative à la procédure de passage entre les deux modèles YLJ-PW et PW-YLJ, on remarque que seules les courbes relatives aux matériaux déformés dans les conditions  $1000\text{ °C}-0,1\text{ s}^{-1}$  sont identiques (les deux courbes se superposent), par contre, à l'état déformé à  $800\text{ °C}-0,1\text{ s}^{-1}$ , l'écart est plus significatif.
- Les Figs V.6f et g affichent les résultats de la fraction recristallisée et du taux d'adoucissement obtenus à partir du modèle de la *DDRX* selon les deux lois (YLJ et PW). On y observe d'emblée l'effet de la mesure de la taille des grains par les deux méthodes sur l'évolution du taux d'adoucissement et la fraction recristallisée. Cela est particulièrement plus discernable pour le cas de la loi *puissance* pour laquelle un entrecroisement des courbes est observé quand on utilise la méthode *ECD*, ce qui est loin de la réalité physique. En revanche, la courbe relative à la fraction recristallisée via la loi YLJ n'est pas réellement affectée par l'utilisation des deux méthodes de quantification de la taille des grains.
- La Fig. V. 6h révèle une évolution identique de la fraction recristallisée en fonction de la déformation quand on utilise la loi de passage pour les deux modèles YLJ-PW et PW-YLJ pour la température  $1000\text{ °C}-0,1\text{ s}^{-1}$ , par contre, un décalage de courbe bien évident est enregistré à la températures  $800\text{ °C}-0,1\text{ s}^{-1}$ .
- La Fig. IV. 6i montre l'évolution du taux d'adoucissement en fonction de la déformation et de la température. L'effet bien marqué de l'augmentation de la température sur le taux d'adoucissement est observé montrant un certain maximum suivi du régime stationnaire lorsqu'on atteint un certain stade de déformation.
- Les Figs. IV. 6j et k exposent l'évolution de la taille des grains en fonction de la déformation en utilisant la loi de passage entre les deux modèles YLJ-PW et PW-YLJ pour les deux méthodes de quantification de la taille des grains. Il est assez remarquable que la taille initiale de ces derniers mesurée selon l'*ECD* n'ait pas beaucoup d'influence sur les deux courbes calculées ce qui n'est pas le cas, toutefois, lorsque la méthode de l'*Intercept moyen* est utilisée qui se traduit par décalage assez significatif des courbes issues des deux lois de passage (Fig. IV. 6k).

Comme il a été déjà mentionné, le modèle intégrant les Eqs. V.28 et V.29 permet de calculer les paramètres  $M\tau$  et  $k_N$  dont les évolutions respectives sont présentées en Figs. V.7a et b pour tous les alliages déformés à toutes les températures considérées et à  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ . Sur une échelle logarithmique (Fig. V. 7a), l'évolution de  $M\tau$  apparaît linéaire et décroissante avec l'augmentation de la teneur en niobium, tandis que le coefficient de germination  $k_N$  semble ne pas varier démesurément avec la température (Fig. V. 7b). Pour l'alliage Ni–10%Nb déformé à  $800^\circ\text{C}$ – $0,1 \text{ s}^{-1}$ , la perturbation observée sur les deux courbes par la présence des points est supposée expliquer la cause de la rupture de l'éprouvette survenue au début du régime stationnaire.

### Conclusions

Cette partie, non moins importante, avait comme support initial une recherche entreprise au sein du laboratoire *RMT* de l'Ecole des Mines de Saint-Étienne dans le cadre de la préparation d'une thèse de Doctorat qui avait pour objectif de modéliser la recristallisation dynamique discontinue (DDRX). Le modèle considéré, étant principalement fondé sur des lois mathématiques simples, s'est avéré avoir l'aptitude de prédire assez raisonnablement l'évolution de la microstructure des matériaux à faible EDE au cours de leur déformation.

C'est alors qu'une extension de ce modèle a été entreprise dans le cadre de cette thèse par l'intégration d'approches analytiques intégrant trois types d'équations qui décrivent classiquement les mécanismes d'écrouissage et de restauration dynamique (*Laasraoui-Jonas* (LJ), *Kocks-Mecking* (KM), et loi *puissance* (PW)). A l'échelle macroscopique, il a été vérifié que ces trois équations traduisaient assez correctement les courbes expérimentales contrainte-déformation. Une attention particulière se rapportait respectivement sur les paramètres constitutifs associés ( $h$ ,  $r$ ), et ( $H$ ,  $\nu$ ) qui reflètent les divers mécanismes physiques impliqués dans la recristallisation dynamique continue aussi bien que discontinue. Les relations de transformation analytiques établies ont permis d'établir une procédure de passage de chaque paire des paramètres constitutifs ( $h$ ,  $r$ ) à ( $H$ ,  $\nu$ ) et inversement. Il a été aussi particulièrement déduit de ces transformations que la *loi puissance* (PW) peut être dérivée de celles des lois LJ (ou KM) sans pour autant passer par des calculs d'ajustement. C'est ainsi que cette procédure tire sa pertinence de par le fait que les données ( $H$ ,  $\nu$ ) peuvent être utilisées pour la modélisation de la recristallisation dynamique discontinue et pour la détermination de la mobilité des joints de grains.

- Ces approches ont été validées sur le Ni pur en faisant intégrer conjointement la taille initiale des grains qui est un paramètre bien important dans la recristallisation dynamique. Pour ce faire, parmi les deux méthodes utilisées pour la quantification de la taille des grains: l'*ECD* et



l'*Intercept moyen*, il a été trouvé que la première est la plus appropriée. Par ailleurs, les calculs analytiques qui s'y réfèrent laissent suggérer que cette approche peut être largement appliquée à la déformation à chaud des métaux et alliages comme il a été vérifié par Montheillet *et al.* pour le cas spécifique de l'alliage Fe-C [116].

**CONCLUSIONS GENERALES  
ET  
PERSPECTIVES**

Suite à des travaux réalisés précédemment au sein du Laboratoire *Claude GOUX* de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne qui avaient pour objectif d'étudier le comportement mécanique à chaud de superalliages à base de nickel, l'étude bibliographique a révélé qu'il est difficile d'expliquer les différents mécanismes induits (rhéologie et évolutions microstructurales) à cause de la compositions chimique très variée et complexe de ces alliages. Aussi, nous avons choisi des matériaux dits modèles (Ni—0.01, 0.1, 1, 2, 5 et 10%Nb, y compris le Ni pur) que nous avons déformé par torsion à chaud à différentes température et vitesses de déformation afin d'étudier l'influence spécifique du niobium en solution solide.

Les principaux résultats qu'on pourrait tirer de cette étude, moyennant toutefois quelques précautions quant à leurs interprétations, sont les suivants :

- Pour la plupart des conditions de déformation considérées, les courbes contrainte-déformation présentaient un comportement classique caractérisé typiquement par une augmentation des valeurs de la contrainte jusqu'à un maximum (stade de consolidation) et par des valeurs stationnaires aux déformations élevées.

- L'addition progressive du Nb se manifestait par une augmentation de la contrainte d'écoulement par effet durcissant en solution solide (effet de la multiplication des dislocations plus pondérant que celui l'adoucissement). L'allure générale des courbes obtenues montrait l'existence d'une transition du comportement de la *DDRX* à la *CDRX*, bien confirmée par l'effet important du traînage de solutés.

- En ce sens que le Ni pur et les alliages à très faible teneur en Nb présentaient des courbes avec un maximum bien aigu qui avait tendance à s'élargir au fur et à mesure de l'addition du Nb (adoucissement). La présence d'oscillations sur certaines courbes est indicative d'une recristallisation dynamique discontinue (*DDRX*).

- Pour les alliages les plus riches en niobium, l'allure générale des courbes avait un aspect très proche de la recristallisation dynamique continue (*CDRX*), de par leur forme en plateau qui se voit encore plus accentuée à faible température (800 °C) et à plus grande vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon} = 0.3 s^{-1}$ ).

- Les résultats expérimentaux relatifs aux paramètres rhéologiques indiquaient que :

- La sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  est influencée par l'auto-échauffement (régime stationnaire) et accuse une diminution avec l'augmentation de la teneur en Nb.

- Les valeurs des énergies d'activation apparentes  $Q$  relatives aux alliages Ni-Nb à teneur en Nb<5 se situent dans la fourchette 200-400 kJ.mol<sup>-1</sup> (avoisinant celles de l'autodiffusion du nickel pur) alors qu'elles sont plus élevées (>400 kJ.mol<sup>-1</sup>) pour les alliages dont la teneur en Nb>5.

- Le produit de la sensibilité de la vitesse de déformation et de l'énergie d'activation apparente de la déformation  $mQ$  est indépendant de la température en ce sens que lorsque  $m$  subit une légère diminution,  $Q$  augmente avec la teneur en Nb.

- Une bonne corrélation entre la contrainte (maximale et stationnaire normalisées par le module de cisaillement du nickel pur) et le paramètre de *Zener-Hollomon*  $Z$  peut être établie à partir de l'écoulement qui avait une tendance propre à une loi de comportement viscoplastique en dépendance avec la vitesse de déformation et la température.

- La forte sensibilité des paramètres  $h$  et  $r$  à la vitesse de déformation et à la température est imprévisible et presque incohérente par le fait que la majorité des valeurs de  $m_h$ ,  $m_r$ ,  $Q_h$  et  $Q_r$  soient négatives, reflétant ainsi les effets de solution solide ainsi que celui de l'auto-échauffement survenu lors de l'essai de torsion en début de la déformation.

- Une analyse quantitative de l'aptitude à l'écoulement, en utilisant les équations de *Yoshie-Laasraoui-Jonas* (LJ) et la *loi puissance* (PW), a conduit à la détermination des paramètres rhéologiques d'écrouissage et de restauration dynamique  $h$  et  $r$  et  $H$  et  $\nu$  respectivement, permettant ainsi de *quantifier* l'effet du Nb sur les mécanismes fondamentaux de la déformation à chaud.

- Une analyse qualitative passant par un ajustement des courbes issues des deux modèles a contribué à des prédictions bien satisfaisantes sur l'ensemble des domaines de comportement mécanique et il a été particulièrement constaté que les variations des coefficients ajustés (méthode directe) et ceux calculés (méthode indirecte) ne sont pas différentes, confirmant ainsi la fiabilité de cette formulation nouvellement introduite.

- La caractérisation microstructurale (microstructures et textures locales) par la technique EBSD a montré un affinement bien marqué de la structure granulaire des alliages déformés avec l'augmentation du Nb se traduisant par une recristallisation (au régime stationnaire) et une fragmentation des grains recristallisés (régime transitoire) selon différents mécanismes de la DRX (*DDRX*, *CDRX* et *GDRX*).

- L'existence du régime stationnaire n'a pas été vérifiée pour le cas des alliages plus ou moins riches en Nb (Ni 2%Nb) quand ils sont déformés à faible température et/ou à grande

vitesse de déformation, en ce sens que cet alliage présentait des gros grains fortement écrouis et des sous-structures essentiellement caractérisées par une grande quantité de sous-joints et de grains non recristallisés.

- L'analyse quantitative des microtextures des échantillons déformés à  $900^{\circ}\text{C}-0.1\text{s}^{-1}$  a révélé des résultats assez surprenants quant au caractère des fractions volumiques des textures formées comparativement à l'état initial où les textures ont été trouvées isotropes et aléatoires. En ce sens que la formation de composantes de type  $A/\bar{A}$  et  $B/\bar{B}$  est moins prononcée pour les alliages les plus pauvres en Nb (Ni pur et Ni-0.01-0.1%Nb) et plus marquées pour les alliages Ni-1-2%Nb qui se transformaient voire même en composantes  $A_1^*$  et  $A_2^*$  avec l'augmentation de la température. Cependant, ces composantes n'apparaissaient plus pour les alliages Ni-5-10%Nb qui subissaient alors une randomisation de la texture, probablement due à la diminution de l'énergie de défaut d'empilement qui a pu être causée par l'augmentation de la teneur en soluté.

- La partie modélisation consistait à adjoindre une approche permettant le passage entre les deux lois YLJ et PW afin de quantifier aisément les paramètres (taux d'écrouissage et de restauration dynamique) nécessaires pour la prédiction de la fraction et de la taille des grains recristallisée ainsi que du taux d'adoucissement relatifs au modèle *DDRX*. Cette procédure a été validée sur le nickel pur en faisant intégrer conjointement la taille initiale des grains qui s'avérait être un autre paramètre important dans la recristallisation dynamique. Les calculs analytiques qui s'y réfèrent laissent suggérer que cette approche peut être largement appliquée à la déformation à chaud des métaux et alliages.

- L'approche utilisée jusqu'ici au laboratoire RMT de l'Ecole des Mines de Saint-Étienne, et qui utilisait exclusivement la méthode conventionnelle de Diamètre Moyen (ECD) pour la quantification de la taille des grains des matériaux modèles (Ni-Nb), a été jugée mal adaptée à de telles structures de par la disparité des résultats affichés par rapport à ceux déterminés par la méthode d'Intercept moyen.

- Ces investigations, non moins complexes, pourraient trouver un prolongement dans l'étude de l'effet de la déformation sur les paramètres microstructuraux de la série d'alliages Ni-Nb, afin de mieux fixer le régime stationnaire pour lequel les fractions de textures puissent se stabiliser pour de très grandes déformations. Cela pourrait se faire en :

- Analysant qualitativement pour chaque alliage, les évolutions des figures de pôles et les FDOC qui leur sont associées en choisissant de plus grandes déformation (et intermédiaires) qui puissent fournir de plus amples informations sur l'évolution des fractions des parois (*LAB*, *HAB*,

*TB*) afin de mieux cerner tous les paramètres microstructuraux qui conditionnent l'évolution des mécanismes de restauration et de recristallisation dynamique des microstructures.

- Multipliant les données expérimentales afin d'élargir le domaine des conditions de déformations permettant l'acquisition d'un maximum de données sur les courbes rhéologiques pour mieux préciser les valeurs des coefficients de sensibilités à la vitesse de déformation et des énergies d'activation apparentes.

- Intégrant la transition *discontinue-continue* dans la modélisation de la recristallisation de la *DDRX* afin de mieux cerner la formation des composantes de textures associées et prévoir ainsi les mécanismes de germination-maclage dans le modèle de recristallisation dynamique globale.

- Etudiant l'effet du précipité  $Ni_3Nb$  (susceptible de se former pour l'alliage Ni-Nb15% à des températures plus élevées que celles considérées dans cette étude. A ce juste titre, il conviendrait d'introduire des cycles supplémentaires de traitement thermique et de déformation susceptibles de donner lieu à des précipitations afin de pouvoir séparer les effets liés à la mise en solution/précipitation.

- Réalisant le même type d'étude sur des alliages de composition plus complexe, à l'instar de l'alliage ternaire Ni-Cr-Nb tout en faisant appel à d'autres essais telle que la compression à chaud afin de simuler le comportement mécanique rhéologique et microstructural des superalliages à base de nickel, notamment celui de l'alliage 718.

**REFERENCES**  
**BIBLIOGRAPHIQUES**

**Références bibliographiques**

- [1] O. Lurdos: *"Lois de comportement et recristallisation dynamique: approches empiriques et physiques"*; Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne-INPG, Saint-Etienne, France (2008).
- [2] M. Mantel et C. Vachey: *"Formage à grande vitesse-détermination d'une loi de comportement"*; Techniques de l'ingénieur, **M3025**, pp. 1-20 (2006).
- [3] G. Gary: *"Comportement des métaux à grande vitesse de déformation : Modélisation"*; Techniques de l'ingénieur, **M3036**, pp. 1-9 (2002).
- [4] N. Ranc: *"Couplage thermomécanique"*; Techniques de l'ingénieur, **AF 5042**, pp. 1-12 (2003).
- [5] S. Forest, M. Amestoy et G. Damamme: *"Mécanique des milieux continus"*, Documentation utilisateur. Rapport interne. Ecole des Mines de Paris (2005).
- [6] H. Mecking and U.F. Kocks: *"Kinetics of flow and strain-hardening"*; Acta Metall., **29(11)**, pp. 1865-1875 (1981).
- [7] Y. Estrin: *"Unified constitutive laws of plastic deformation"*; chap 2. Academic Press, San Diego, pp. 69-106. (1996).
- [8] E. Voce: *"The relationship between stress and strain for homogeneous deformation"*; J. Inst. Metals, **74**, pp. 537-562 (1948).
- [9] Y. Estrin and L.P. Kubin: *"Local strain hardening and nonuniformity of plastic deformation"*; Acta Metall., **34(12)**, pp. 2455-2454 (1986).
- [10] Y. Bergstrom and H. Hallen: *"An improved dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline  $\alpha - Fe$ "*; Mater. Sci. Eng. A, **55(1)**, pp. 49-61 (1982).
- [11] Y. Bergstrom and W. Roberts: *"The application of a dislocation model to dynamical strain ageing in  $\alpha - Fe$  containing interstitial atoms"*; Acta Metall., **19(8)**, pp. 815-823 (1971).
- [12] A. Yoshie, H. Morikawa and Y. Onoe: *"Formulation of static recrystallization of austenite in hot rolling process of steel plate"*; Trans. ISIJ, **27**, pp. 425-431 (1987).
- [13] A. Laasraoui and J.J. Jonas: *"Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates"*; Metall. Trans. **22A**, pp.1545-1558 (1991).
- [14] F. Roters, D. Raabie and G. Gottstein: *"Work hardening in heterogeneous alloys-a microstructural approach based on three internal state variables"*; Acta Mater., **48(17)**, pp. 4181-4189 (2000).
- [15] M. Goerdler and G. Gottstein: *"A microstructural work hardening model based on three internal state variables"*; Mater. Sci. Eng. A, **309-310**, pp. 377-381 (2001).



- [16] M.A. Meyers, V.F. Nesterenko and J.C. Lasalvia: *"Observation and modeling of dynamic recrystallization in high-strain, high strain rate de formation of metals"*; Journal de Physique IV, **10**, pp. 51-56 (2000).
- [17] F. Montheillet: *"Métallurgie en mise en forme"*; Techniques de l'ingénieur, **M600**, pp. 1-20 (1996).
- [18] J.M. Brechet, P. Dawson, J.D. Embury, C G'sell, S. Suresh and H-R. Wenk: *"Recommendations on modelling polyphase plasticity: conclusions of panel discussions"*; Mater. Sci. Eng. A, **175**, pp. 1-5 (1994).
- [19] R.D. Doherty, F. Hughes, F.J. Humphreys, J J. Jonas, D. Juul, M. Jensen, M E. Kassner, W E. King, T R. Mcnelley, H J. Mcqueen and A.D. Rollet: *"Current issues in recrystallization: a review"*; Mater. Sci. Eng. A, **238**, pp. 219-274 (1997).
- [20] Basson: *"Déformation de l'orientation cube dans des alliages d'aluminium magnésium"*; Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne-INPG, Saint-Etienne, France (1999).
- [21] N. Hansen: *"Cold deformation microstructures"*; Mater. Sci. and Tech., **6**, pp. 1039-1047. (1990).
- [22] N. Hansen and T. Leffers: *"Microstructures, textures & mechanical properties after large strain"*; Rev. Phys. Appl., **23**, pp. 519-531 (1988).
- [23] W. Blum: *"Dislocation structure evolution and deformation kinetics of pure materials"*; In R.J. Arsenault, D. Cole, T. Gross, G. Kostorz, P.K. Liaw, S. Parameswaran, and H. Sizek, editors, The Weetmann Symposium, Warrendale, The Minerals, Metals and Materials society pp. 103-117 (1996).
- [24] E. Nes: *"Constitutive laws for steady state deformation of metals, a micro structural model"*; Scr. Metall. and Mater., **33(02)**, pp. 225-231 (1995).
- [25] H. Mecking and Y. ESTRIN: *"Microstructure-related constitutive modelling of plastic deformation"*; 8<sup>th</sup> Rise Symposium, Anderson S. 1, pp. 123-145 (1987).
- [26] N. Hansen, Q. Liu and D. Juul Jensen: *"Micro structural subdivision during cold and hot deformation-short overview"*; EUROMAT 95, Italy, pp. 25-28, (1995).
- [27] D. Kuhlmann-Wilsdorf: *"The theory of dislocation-based crystal plasticity"*; Phil. Mag. A **79**, **(04)**, pp. 955-1008 (1999).
- [28] M. Gasperini, C. Pinna and W. Swiatnicki: *"Microstructures evolution and strain localization during shear deformation of an aluminium alloy"*; Acta Mater., **44(10)**, pp. 4195-4208 (1996).
- [29] Y. Chastel: *"Mécanismes physiques de la déformation"*; Chapitre XIII Matériaux pour l'ingénieur, pp. 105-116 (1998).

- [30] O. Tarcisio Reis: *"Effet du niobium et du titane sur la déformation à chaud d'aciers inoxydables ferritiques stabilisés"*; Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne-INPG, Saint-Etienne, France (2003).
- [31] Y. Bergstrom: *"A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline  $\alpha$ -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations"*; Mater. Sci. Eng. A, **5(4)**, pp. 193-200 (1970).
- [32] L.T. Vaughan: *"Influence du carbone et du niobium sur la rhéologie et les mécanismes de déformation à chaud dans le domaine  $\alpha$  d'alliages à base de fer et fer-chrome"*; Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne-INPG, France (2007).
- [33] H.J. McQueen: *"Metallographic and the mechanisms related to hot working of metals"*; Microstructural Science, **7**, pp. 11 (1979).
- [34] F. Montheillet and J.J. Jonas: *"Recrystallization dynamic"*; Encyclopaedia of applied physics, **16**, pp. 205-224 (1996).
- [35] J.N. Greenwood and H.K. Worner: Journal Inst. Metals, **64(135)** (1939), apud T. Sakai, J.J. JONAS *"Dynamic recrystallization: mechanical and microstructural considerations"*; Acta Metallurgica, **32(2)**, pp. 189-209 (1984).
- [36] S.P. Belyayev, V.A. Likhachev, M.M. Myshlyayev and O.N. Senkov: *"Dynamic recrystallization of aluminium"*; Phys. Met. Metall., **52**, pp. 143-152, (1981).
- [37] I. Gutierrez, F. Castro, J.J. Urcola and M. Fuentes: *"Recrystallization during deformation of a commercial aluminium alloy"*; Z. Metallkde, **81**, pp. 136-143, (1990).
- [38] M. Ueki, S. Horie and T. Nakamura: *"Hot deformation and dynamic restoration, processes in a series of Al-Mg alloys, aluminium Alloys"*; Physical and Mechanical Properties, Conf. Int., Ed. E.A Starke et T.H. Sanders, Charlottesville, Virginia, pp. 419-433, (1986).
- [39] N. Ravichandra and Y.V.Rk: *"Dynamic recrystallization during hot deformation of aluminium: a study using processing maps"*; Metall. Trans. A, **22**, pp. 2339-2348, (1991).
- [40] R.J. McQueen, E. Evangelista and Me. Kassner: *"The classification and determination of restoration mechanisms in the hot working of Al-alloys"*; Z. Metallkde, **82**, pp. 336-345 (1991).
- [41] M.J. Luton and C.M.Sellars: *"Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation"*; Acta Metall., **17**, pp. 1033-1045 (1969).
- [42] T. Sakai and J.J. Jonas: *"Dynamic recrystallization: mechanical and microstructural considerations"*; Acta Metall., **32(02)**, pp. 189-209 (1984).

- [43] C. Chovet-Sauvage : "*Evolution des microstructures et des textures en grande déformation à chaud d'un alliage Al-Mg-Si*"; Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne-INPG, Saint-Etienne, France (2000).
- [44] S. Gourdet: "*Etude des mécanismes de recristallisation dynamique au cours de la déformation à chaud de l'aluminium*"; Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne-INPG, Saint-Etienne, France (1997).
- [45] S. Gourdet, C. Chovet and F. Montheillet: "*A model of continuous dynamic recrystallization*"; Proc. 4th Int. Conf. on Recrystallization and related phenomena, Rex'99 Eds. T. Sakai et H.G.Suzuki, The Japan (1999).
- [46] K. Lucke and K. Detert: "*A quantitative theory of grain boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities*"; Acta Metall., **5**, pp. 628-637 (1957).
- [47] D.A. Hughes: "*The evolution of deformation microstructures and local orientations*"; Proc 16th Rise Int Symposium on Materials Science Eds. N.Hansen *et al.*, pp. 63-85 (1995).
- [48] D.A. Hughes: "*The evolution of deformation microstructures and local orientations*"; Proc 16th Rise Int Symposium Dislocation structures formed during hot and cold working. Hot Deformation of aluminium alloys II, The Minerals, Metals and Materials Society, pp. 23-36 (1998).
- [49] H J. McQueen, O. Knustad, N. Ryum and J K. Solberg": "*Microstructural evolution in Al deformed to strains of 60 at 400°C*"; Scripta Metal., **19**, pp. 73 (1985).
- [50] G.A. Henshall, M.E. Kassner and H.J. McQueen: "*Dynamic restoration mechanisms in Al-5.8at.pctMg deformed to large strains in the solute drag regime*"; Metall. Trans., (**23**), pp. 881-889 (1992).
- [51] M.E. Kassner, H.J. McQueen and E. Evangelista: "*Geometry dynamic recrystallization in aluminium and aluminium alloys above 0.6 Tm*"; Mat. Sci. Forum, 113-115, (actes du colloque Recrystallization'92), pp. 151-156 (1993).
- [52] W. Blum, Q. Zhu, R Merkel and H.J. McQueen: "*Geometry dynamic recrystallization in hot torsion of Al-5Mg-0.6Mn (AA5083)*"; Mater. Sci. Eng. A, **205**, pp. 23-30 (1996).
- [53] M.E. Kassner: "*Large-strain deformation of aluminum single crystals at elevated temperature as a test of the geometric-dynamic-recrystallization concept*", Metall. Trans. A **20**, pp. 2182-2185 (1989).
- [54] J.K. Solberg, H.J. McQueen, N. Ryum and E. Nes: "*Influence of ultra-high strains at elevated temperatures on the microstructure of aluminium. Part I*"; Phil. Mag. A, **60**, pp. 447-471 (1989).

- [55] W. Blum, Q. Zhu, R. Merkel and H.J. McQueen: *"Evolution of grain structure in hot torsion of Al-5Mg-0.7Mn"*; (AA5083), Mat. Sci. Forum, 217-222, (actes du colloque ICAA5, Grenoble), pp. 611-616 (1996).
- [56] B. Tian: *"Evolution of microstructures during dynamic recrystallization and dynamic recovery in hot deformed Nimonic 80a"*; Mater. Sci. Eng. A, **367**, pp. 198-204 (2004).
- [57] Li. Defu: *"The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy"*; Mater. and Design, **32**, pp. 696-705 (2011).
- [58] J. Le Coze, R. Tardy, A. Kobylanski and M. Biscondi: *"Preparation of high purity metals and metallurgical studies at the Ecole des Mines from 1970"*; Review. Proc. 1<sup>st</sup> Int. Conf. on Ultra High Purity Base Metals (UHPM-94), Kitakyushu-City, Japan, pp. 371-389 (1995).
- [59] I.J. Durden and W. Hume-Rothery: *"The equilibrium diagram of the system niobium-nickel"*; J. Less-Common Met., **11**, pp. 381-387 (1966).
- [60] F. Montheillet: *"Hot working of high purity base nickel-niobium alloys"*; Int. Conf. on processing and Manufactory of advanced Material (THERMEC'2006), Vancouver, BC, Canada (2006).
- [61] D.S. Fields Jr. and W.A. Backofen: *"Determination of strain-hardening characteristics by torsion testing"*; Test. Mater., **57**, pp. 1259-1271 (1957).
- [62] D.J. Dingley and V. Randle: *"Microtexture determination by electron back-scatter diffraction"*, J. Mater. Sci., **27**, pp. 4545 (1992).
- [63] S. Zaefferer: *"On the formation mechanisms, spatial resolution and intensity of backscatter Kikuchi patterns"* Ultra microscopy; **107**, pp. 254 (2007).
- [64] W. Blum and H.J. McQueen: *"Dynamic recovery and recrystallization"*; Mat. Sci. Forum, pp. 217-222, (actes du colloque ICAA5, Grenoble), pp. 31-42 (1996).
- [65] F. Perocheau and J.H. Driver: *"Slip system rheology of Al-1 %Mn crystals deformed in hot plane strain compression"*; Int. J. of Plasticity, **18**, pp. 185-202 (2002).
- [66] J.W. Cahn: *"The impurity-drag effect in grain boundary motion"*; Acta Metall., **10**, pp. 789-798 (1962).
- [67] H.J. Frost and M.F. Ashby: *"Deformation-mechanism maps-The plasticity and creep of metals and ceramics"*; Pergamon press (1982).
- [68] S.J. Patel and G.D. Smith: *"The role of niobium in wrought precipitation-hardened nickel-base alloys"*; EA Loria (Ed), TMS, Pittsburgh, PA, pp. 135-142 (2005).

- [69] A.J. Brand, K. Karhausen and R. Kopp: "*Microstructural simulation of nickel base alloy Inconel 718 in production of turbine discs*"; Mat. Sci. Tech. 12, pp. 963-969 (1996).
- [70] M. Hillert and B.O. Sundman: "*A treatment of the solute drag on moving grain boundaries and phase interfaces in binary alloys*"; Acta Met., **24**, pp. 731-743 (1976).
- [71] G.J. Richardson, C.M. Sellars and W.J.M. Tegart: "*Recrystallization during creep of nickel*"; Acta Metall., **14**, pp. 1225-1236, (1967).
- [72] M.C. Mataya: "*Simulating microstructural evolution during the hot working of alloy 718*"; JOM, **191**, pp. 18-26 (1999).
- [73] D. Piot, F. Montheillet and S.L. Semiatin: "*Rheological behavior of pure binary nickel niobium model alloys*"; Mater. Sci. Forum, pp. 638-642 (2010).
- [74] M.S. Lewandowski and R.A. Overfelt: "*High temperature deformation behaviour of solid and semi-solid alloy 718*"; Acta Mater., **47(18)**, pp. 4695-4710 (1999).
- [75] M.C. Mataya: "*Effect of internal heating during hot compression on the stress-strain behaviour of alloy 304L*", Met. Trans., **25A**, pp. 2737-2752 (1994).
- [76] M.J. Weis, M.C. Mataya, S.W. Thompson and D.K. Matlock: "*In Superalloy 718-Metallurgy and Applications*"; ed.E.A.Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA, pp. 135, (1989).
- [77] A.A. Guimares and J.J. Jonas: "*Recrystallization and aging effects associated with the high temperature deformation of Waspaloy and Inconel 718*"; Metall. Trans. **A12**, pp. 1655-1666 (1981).
- [78] A. Najafi-zadeh, J.J. Jonas and S. Yue: "*Grain refinement by dynamic recrystallization during the simulated warm-rolling of interstitial free steels*"; Metall. Trans. **A23**, pp. 2607-2617 (1992).
- [79] F. Montheillet and J.J. Jonas: "*Modeling and Simulation. Processing of Metallic Materials-ASM*"; Handbook, **22** (2008).
- [80] N. Matougui, M.L. Fares, D. Piot and F. Montheillet: "*Analyse des courbes contraintes déformation des alliages modèles nickel-niobium*"; Congrès Nantes Matériaux, France (2010).
- [81] C. Zener and J.H. Hollomon: "*Effect of strain rate upon plastic flow of steel*"; Applied Physics, **15**, pp 22-32 (1943).
- [82] U.F. Kocks, A.S. Argon and M.F. Ashby: "*Thermodynamics and kinetics of slip*"; Progr. In Mat. Sci., **19**, pp 1-291 (1976).

- [83] P.J. Diconza, R.R. Biederman and R.P. Singh: "*In Superalloys 718, 625 and Various derivatives*"; ed. E.A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale PA, pp. 161 (1991).
- [84] C.I. Garcia, E.A. Loria and A.J. Deardo: "*In Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*"; ed. E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, pp. 925, PA (1991).
- [85] R. Srinivasan and U. Deshpande: "*Computer simulation of the forging of fine grain IN-718*"; Metall. Trans. **A12**, pp. 1655 (1991).
- [86] Belyakov: "*Dynamic recrystallisation under warm deformation of 304L type austenitic stainless steel*"; Mater. Sci. Eng. A, **225**, pp. 139-147 (1998).
- [87] A.B.C. Dadson and R.D. Doherty: "*Plane polarized optical microscopy studies of the structure of hot-deformed and partially recrystallized aluminium samples*"; Acta Metall. Mater., **39**, pp. 2589-2596 (1991).
- [88] S.C. Medeiros, Y.V.R.K. Prasad, W.G. Frazier and R. Srinivasan: "*Modeling grain size during hot deformation of IN 718*"; Scrip. Mater, **42 (1)**, pp. 17-23 (2000).
- [89] R.W.K. Honeycombe: "*The Plastic Deformation of Metals*"; E. Arnold, London (1984).
- [90] F. Garofalo: "*Fundamentals of Creep and Creep Rupture in Metals*"; Macmillan, New York (1965).
- [91] R.A. Overfelt, M.S. Lewandowski and R.C. Wilcox "*In proceedings of the 31<sup>st</sup> National Heat Transfer Conference, HTD*"; **323**, ed. V. Prasad et al. ASME, New York, pp. 49 (1996).
- [92] C.M. Sellars and W.J.M. Tegart: "*On the mechanism of hot deformation*"; Acta Metall., **14**, pp. 1136-1138 (1966).
- [93] E. Nes: "*Constitutive laws for steady state deformation of metals, a micro structural model*"; Scripta Metall., **33(02)**, pp. 225-231 (1995).
- [94] Y. Estrin and H. Mecking: "*A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models*"; Acta Metall., **32**, pp. 57-70 (1984).
- [95] U.F. Kocks: "*Laws for work-hardening and low-temperature creep*"; J. Eng. Mater. Technol, **98**, pp. 76-85 (1976).
- [96] P.P. Stuwe and J. Hertel: "*Ein Moell der dynamischen Erholung von Stahlen waehrend der Warmumformung, Doktor-Ingenieurs Dissertation, Fakultas for Bergbau und Huttenwesen der Rheinisch-Wetfalischen*"; Technischen Hochschule, Aachen (1979).
- [97] P. Feltham: "*Solid solution hardening of metal crystals*"; Journal of Physics D: Applied Physics, **1**, pp. 303-308 (1968).

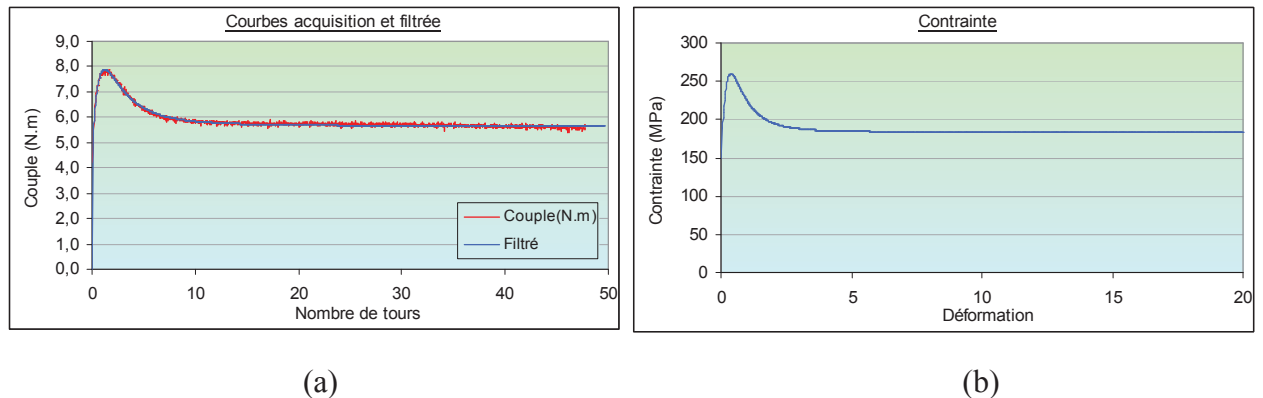
- [98] I. Tamura: "*Thermomechanical processing of high strength low-alloy steels*", Butterworths, London, pp. 248 (1988).
- [99] B. Thomas et J.H. Schmitt: "*Durcissement des aciers-mécanismes*"; Techniques de l'Ingénieur, Traité Matériaux Métalliques, M4341 (1999).
- [100] M.E. Kassner: "*Large-strain deformation of aluminum single crystals at elevated temperature as a test of the geometric-dynamic-recrystallization concept*"; Metall. Trans. A **20**, pp. 2182-2185 (1989).
- [101] F. Montheillet, M. Cohen and J.J. Jonas: "*Axial stresses and texture development during the torsion testing of Al, Cu and  $\alpha$ -Fe*"; Acta Metall.; **32**, pp. 2077-2089, (1984).
- [102] H.J. McQueen and J.J. Jonas: "*Recovery and recrystallization during high temperature*", Treatise on materials science and technology, pp. 393-493 (1975).
- [103] Pettersen: "*Macrottextures and microtextures after deformation and recrystallisation of 6060 and 6082 Alloys deformed in Torsion*"; rapport du contrat Brite Euram REAP n° BRPR-CT96-0299, task 3.1 (1996).
- [104] P. Bacquet, E. Felder, J. Hyafil et Y. Descatha: "*Mise en forme des métaux – Calculs par la plasticité*" Ed. Dunod (1973).
- [105] D. Ponge and G. Gottstein: "*Necklace formation during DRX: mechanisms and impact on flow behaviour*"; Acta Mater., **46**, pp.69-80 (1998).
- [106] P. Bocher and J.J. Jonas: "*Characteristics of nucleation and growth during the dynamic recrystallization of 304 strain steel*"; Proc of the 4<sup>th</sup> conf. on recrystallization and related phenomena; Ed.T.Sakai and H.G. Suzuki. J.I.M, pp. 25-35 (1999).
- [107] B. Derby: "*The dependence of grain size on stress during dynamic recrystallization*"; Acta Metall.Mater., **39(5)**, pp. 955-962 (1991).
- [108] P. Glansdorff and I. Prigogine: "*Thermodynamic Theory of structure, stability and fluctuations*"; Wiley Interscience New York. pp. 305 (1971).
- [109] Stuwe and Ortner: "*Recrystallization in hot working and creep*"; Metal Sci. **8**, pp. 161-167 (1974).
- [110] R. Sandstrom and R. Lagneborg: "*A model for hot working occurring by recrystallization*"; Acta Metall., **23**, pp. 387-398 (1975).
- [111] A.D. Rollet, M.J. Luton and D.J. Srolovitz: "*Microstructural simulation of dynamic recrystallization*"; Acta Metallurgica and Materialia, pp. 40-55 (1992).
- [112] Y. Bergstrom: "*A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline  $\alpha$ -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations*"; Mater. Sci. Eng. A, **5(4)**, pp.193-200 (1970).

- [113] S. Gourdet and F. Montheillet: "*a model of continuous dynamic recrystallization*"; Acta Mater. **.51**, pp. 2685 (2003).
- [114] F.J. Humphreys and M. Hatherly: "*Recrystallization and Related Annealing Phenomena*"; Pergamon Press, pp 498 (1995).
- [115] B. Aahlblom: "*Studies of the Deformation of FCC Materials at Both High and Low Temperatures*"; IM-1208, Royal Institute of Technology, Stockholm (1977).
- [116] F. Montheillet, D. Piot, N. Matougui and M.L. Fares: "*A critical assessment of three usual equations for strain-hardening and dynamic recovery*", Article soumis à la Revue: *Journal of Metallurgical and Materials Transactions A*, 2013.

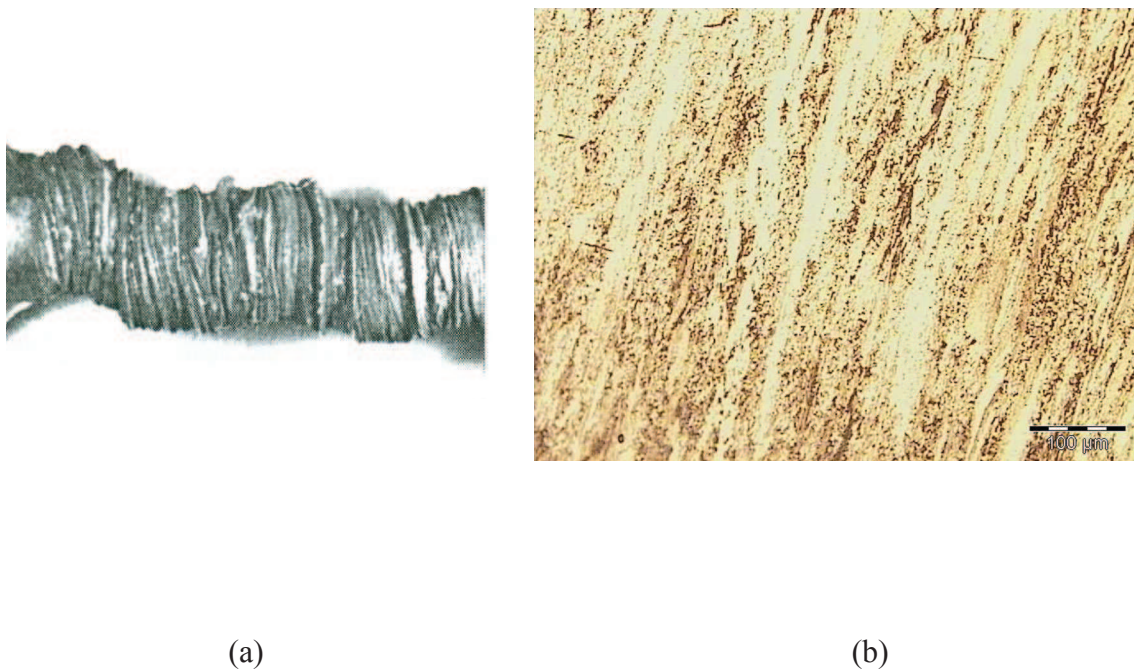


## **ANNEXES**

## Annexe A

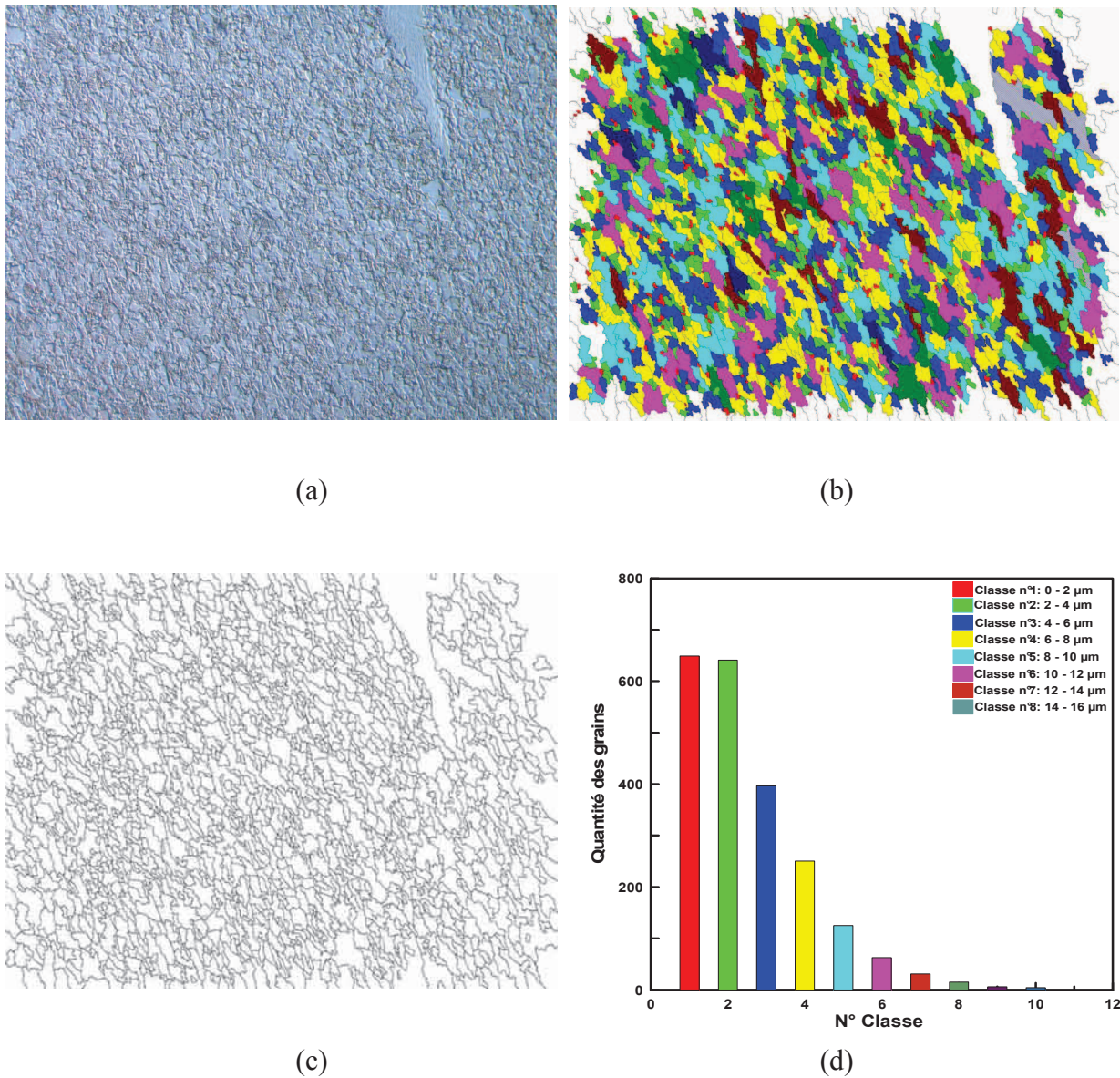


**Figure A.1:** Calcul de Fields et Backofen avec lissage préalable des données expérimentales courbe brute couple-nombre de tours ; (b) courbe contrainte-déformation calculée. (Exemple de l'essai de torsion de l'alliage Ni-5%Nb déformé à  $900-0,03 \text{ s}^{-1}$ ).



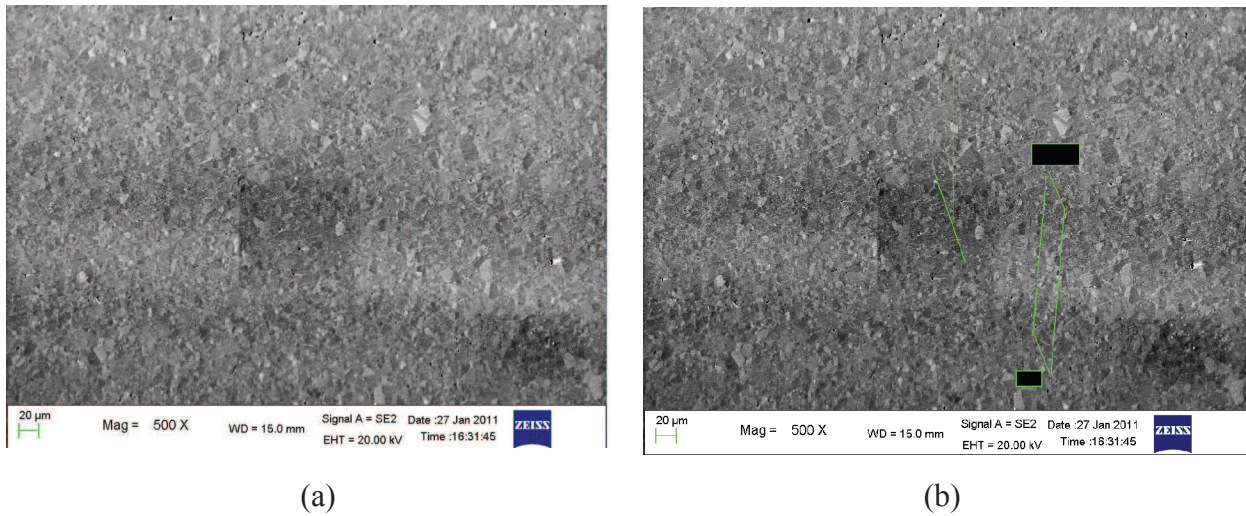
**Figure A.2:** Phénomènes issus de l'essai de torsion à chaud dans les conditions de déformation  $1000^{\circ}\text{C}-0,03\text{s}^{-1}$  : (a) effet d'hérissure sur une éprouvette de l'alliage Ni-5%Nb ; (b) micrographie optique de l'alliage Ni-2%Nb montrant des bandes de déformation.

## Annexe B

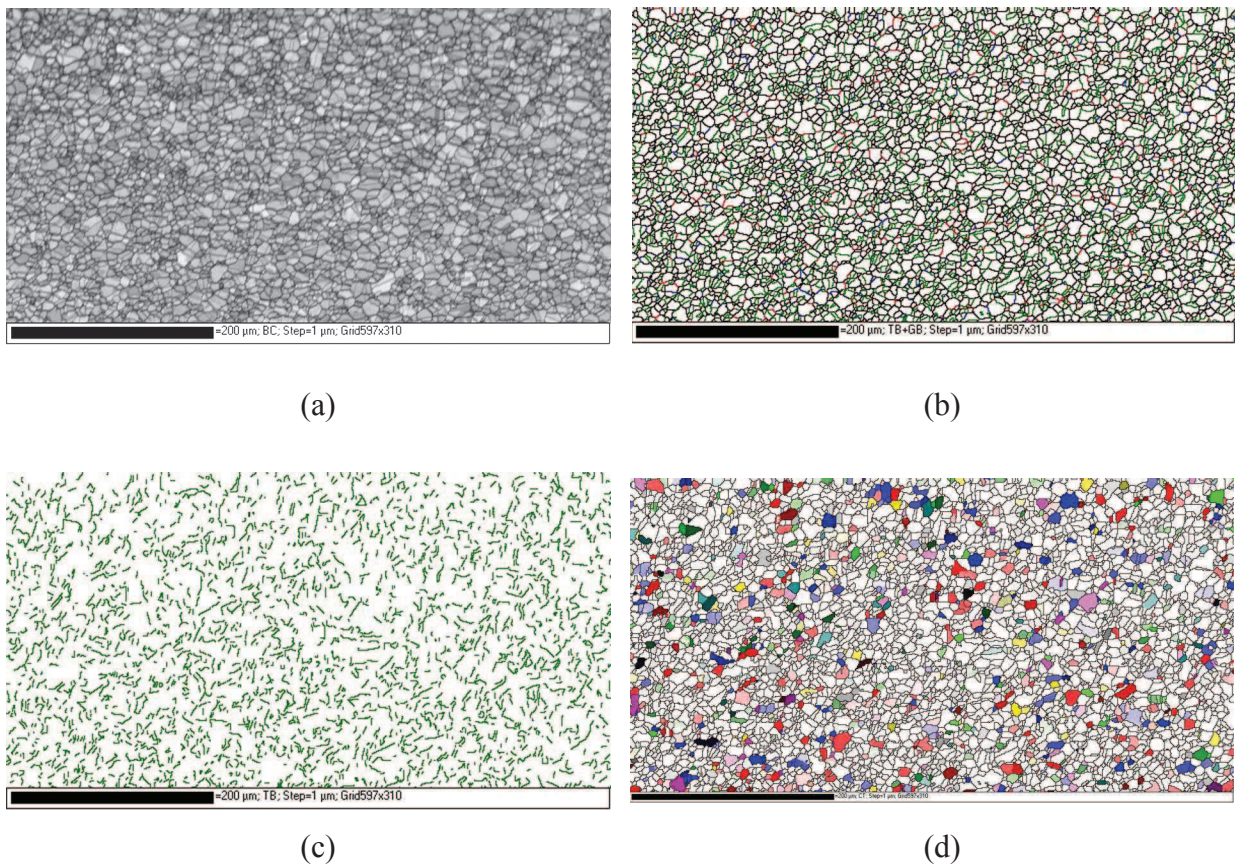


**Figure B.1:** Exemple de quantification de la taille du grain de l'échantillon Ni-2%Nb déformé dans les conditions :  $800^{\circ}\text{C}-0,1 \text{ s}^{-1}$ : (a) micrographie optique (Olympus BX60 M) ; (b)-(c)-(d) analyses d'images à l'aide du logiciel "Analyse SYS".

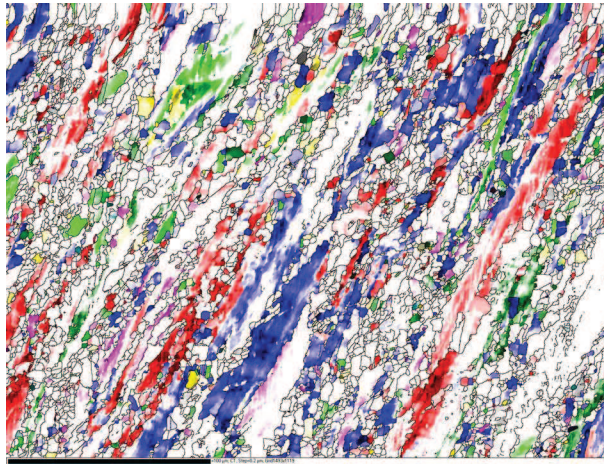
## Annexe C



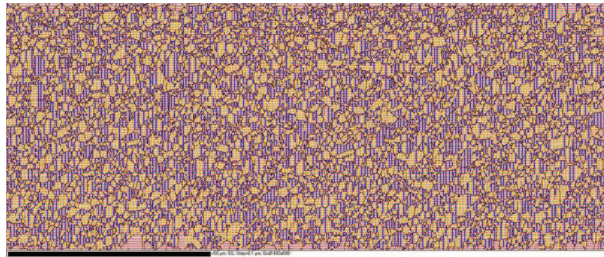
**Figure C.1:** Exemple de prises des images par le Microscope électronique "ZEISS3": (a) micrographie de l'alliage Ni-10%Nb déformé à  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,03 \text{ s}^{-1} - 1000^\circ\text{C}$ ; (b) même image l'entrée de la caméra indiquant les repères des projections de la surface de l'échantillon traitée ainsi que l'écran phosphore.



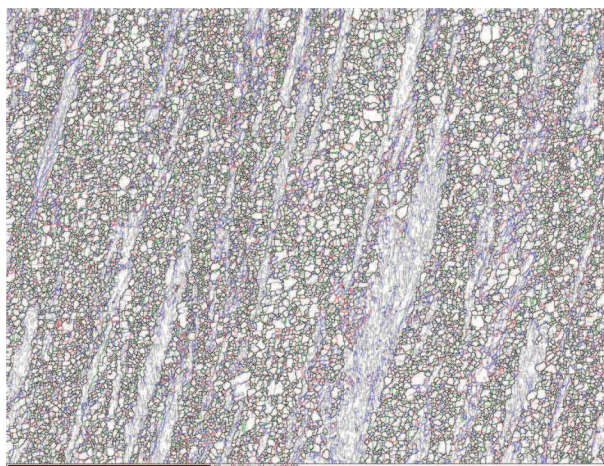
**Figure C.2:** Exemples de cartographies de l'alliage Ni-10%Nb déformé à  $\varepsilon = 5 - \dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1} - 1000^\circ\text{C}$ : (a) contraste de bandes; (b) désorientations; (c) joints de macles; (d) texture des grains.



**Figure C.3:** Exemple de reconstruction de grains d'une carte *EBSD* dans un alliage Ni-1%Nb déformé à  $800^{\circ}\text{C}-0,1\text{s}^{-1}$ .



**Figure C.4:** Exemple de détermination d'une taille d'intercepts horizontaux (alliage Ni-10%Nb déformé en torsion  $900^{\circ}\text{C}-0,1\text{s}^{-1}$ ). Seuls les segments en bleu ou en jaune sont pris en compte ; en rouge apparaissent les segments non contenus entièrement dans un grain (généralement le cas en bordure de scan).



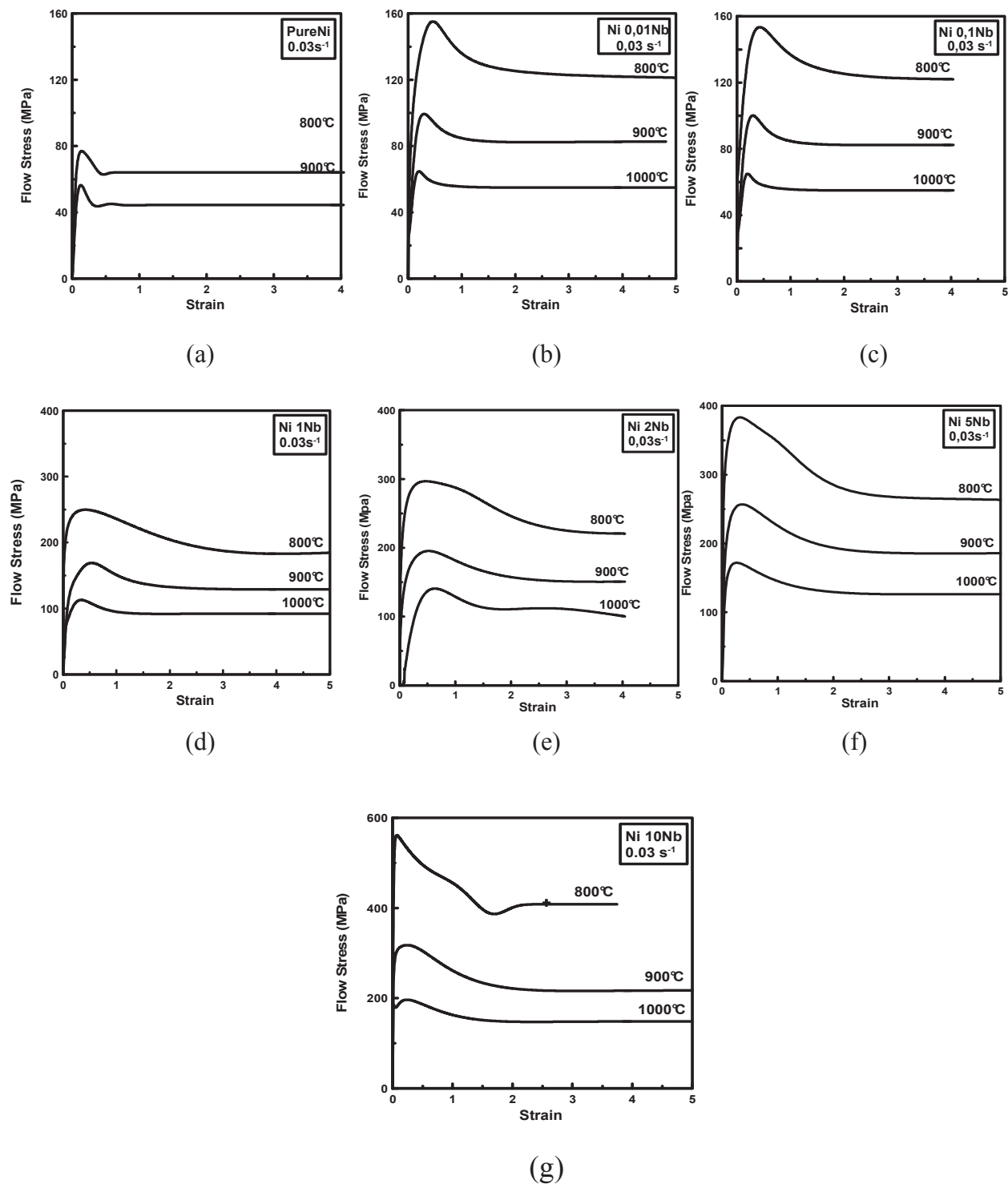
**Figure C.5:** Exemple de Carte *EBSD* présentant les joints de grains  $>15^{\circ}$  (noir) et les sous-joints (entre  $3^{\circ}$  et  $15^{\circ}$  en gris) - Alliage Ni-2%Nb déformé en torsion  $800^{\circ}\text{C}-0,1\text{s}^{-1}$ .

## Annexe D

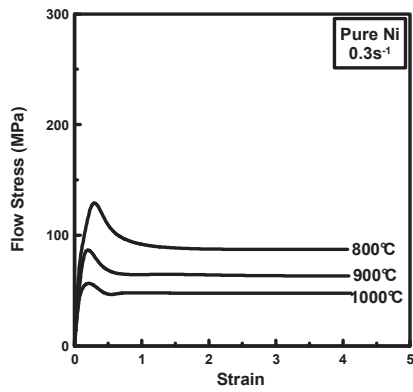
**Tableau D.1 :** Calcul de l'angle entre les orientations idéales moyennant le programme *DESO98.FOR* (définis par leurs angles d'Euler selon la convention de *Bunge*  $(\varphi_1, \varphi, \varphi_2)$ ).

	$A$	$\bar{A}$	$A_1^*$	$A_2^*$	$B$	$\bar{B}$	$C$	$D_1$	$D_2$	$E$	$\bar{E}$	$F^*$
$A$												
$\bar{A}$	60											
$A_1^*$	30	30										
$A_2^*$	30	30	60									
$B$	19,48	62,80	35,64	35,64								
$\bar{B}$	62,80	19,48	35,64	35,64	60							
$C$	54,74	54,74	54,74	54,74	35,26	35,26						
$D_1$	35,64	35,64	62,79	19,48	42,85	42,85	35,26					
$D_2$	35,64	35,64	19,48	62,80	42,85	42,85	35,26	59,99				
$E$	42,85	42,85	35,64	35,64	35,64	45,99	30,01	30				
$\bar{E}$	42,85	42,85	35,64	35,64	35,64	35,64	45,99	29,99	30	60		
$F^*$	45,99	45,99	35,26	35,26	45,99	45,99	62,80	54,74	54,74	54,74	54,74	

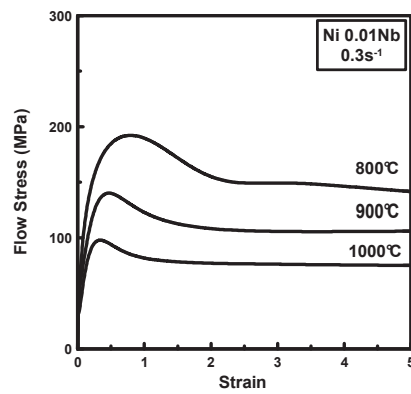
## Annexe E



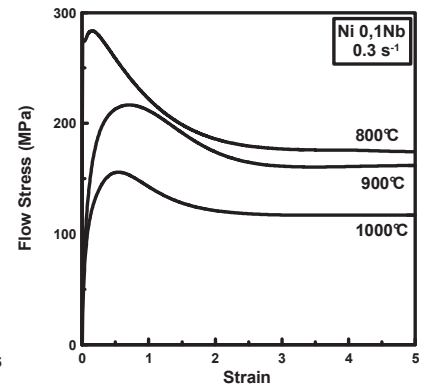
**Figure E.1:** Courbes contrainte- déformation des alliages Ni-Nb à différentes températures et à une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 0,03\text{s}^{-1}$  : (a) Pure Ni ; (b) Ni-0,01%Nb ; (c) Ni-0,1%Nb ; (d) Ni-1%Nb ; (e) Ni-2%Nb ; (f) Ni-5%Nb ; (g) Ni-10%Nb



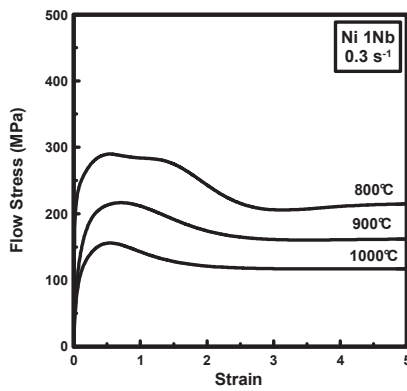
(a)



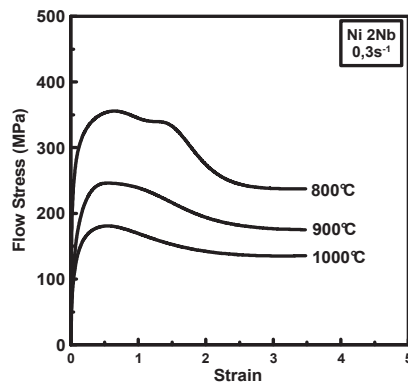
(b)



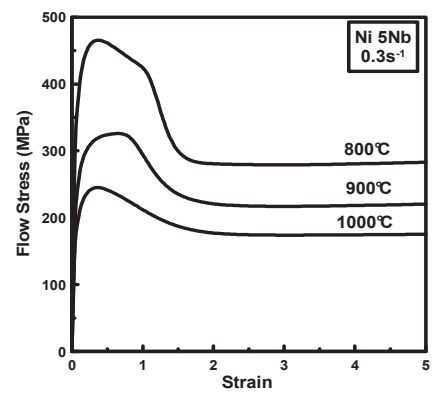
(c)



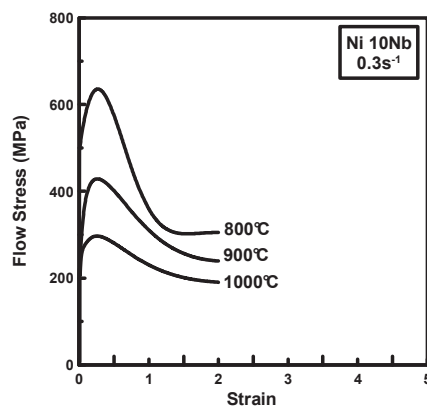
(d)



(e)



(f)



(g)

**Figure E.2:** Courbes contrainte-déformation des alliages Ni-Nb à différentes températures et à  $\dot{\epsilon} = 0,3s^{-1}$  : (a) Pure Ni ; (b) Ni-0,01%Nb ; (c) Ni-0,1%Nb ; (d) Ni-1%Nb ; (e) Ni-2%Nb ; (f) Ni-5-%Nb ; (g) Ni-10%Nb.



---

**Résumé:** Ce travail de thèse a été entrepris dans le but d'améliorer les connaissances actuelles sur la déformation à chaud des superalliages à base de nickel. L'objectif principal est d'établir l'influence de la teneur en niobium en solution solide sur le comportement de déformation à chaud d'alliages binaires de haute pureté à base de nickel. Pour ce faire, différents matériaux modèles Ni-Nb (Ni-0,01, 0,1, 1, 2, 5 et 10%Nb, + Ni pur), ont été élaborés et déformés en torsion à chaud à différentes températures (800, 900 et 1000°C) et vitesses de déformation (0,03, 0,1 et 0,3 s<sup>-1</sup>). Cette large gamme de conditions expérimentales est en mesure de déterminer, dans une première étape, les caractéristiques rhéologiques essentielles et l'influence de l'addition de niobium sur le comportement de la recristallisation dynamique. Les paramètres relatifs à la sensibilité à la vitesse de déformation ( $m$ ) et à l'énergie d'activation apparente ( $Q$ ) ont été dérivés à partir des courbes contrainte-déformation. En outre, les paramètres  $h$  et  $r$ , quantifiant l'écrouissage et la restauration dynamique, ont pu être également déduits soit directement à partir des courbes expérimentales en utilisant une méthode analytique d'ajustement qui intègre deux types de lois classiques (*loi Yoshi-Lasraoui* et *Jonas* [YLJ], et *loi puissance* [PW]), soit à partir d'une procédure de *passage direct* sans pour autant passer par cet ajustement. La pertinence de cette procédure réside dans sa contribution à modéliser la recristallisation dynamique discontinue et à déterminer la mobilité des joints de grains. Une deuxième étape du programme expérimental, non moins importante, se rapporte à la caractérisation microstructurale/texturale de ces matériaux moyennant les techniques classiques de la métallographie (MO) et celles des électrons rétrodiffusés (MEB-EBSD). Sur la base des résultats obtenus (microstructures et cartographies EBSD), une procession de trois différents mécanismes opérant au cours de la DRX a été observée : Continue-Discontinue-Géométrique (DDRX-CDRX-GDRX). Dans une troisième et finale étape, une formulation permettant le passage entre les deux lois citées précédemment a été introduite et le concept de la quantification de la taille des composantes microstructurales (grains, sous-joints) a été également initié dans le modèle DDRX par la comparaison de deux méthodes classiques de mesure qui sont l'Intercept moyen et le diamètre équivalent

**Abstract:** This work was undertaken to enhance the current knowledge about the hot deformation of nickel-based superalloys. The main objective was to establish the influence of niobium in solid solution on the behavior of hot working of binary alloys of high purity nickel. For this purpose, different model materials (i.e. Ni-0, 01, 0.1, 1, 2, 5 and 10% Nb + pure Ni) were prepared and hot deformed by torsion test at different temperatures (800, 900 and 1000°C) and strain rates (0,03, 0,1 and 0,3 s<sup>-1</sup>). This wide range of experimental conditions were found able to determine, in a first step, the basic rheological characteristics and the influence of niobium addition in high purity nickel on the behavior of dynamic recrystallization during hot deformation. The parameters relating to the strain rate sensitivity ( $m$ ) and the apparent activation energy ( $Q$ ) were derived from the stress-strain curves. Moreover, the parameters  $h$  and  $r$ , which describe the hardening and dynamic recovery, were also deduced either directly from the experimental curves using an analytical adjustment method that integrates two types of the classical laws (Law Yoshi-Lasraoui and Jonas [YLJ] and power law [PW]), or from a procedure based on a direct passage without thereby using this adjustment. The relevance of this procedure lies in its contribution in modeling discontinuous dynamic recrystallization and determining the mobility of grain boundaries. A second step of the experimental program, equally important, relates to the micro-structural/textural characterization through conventional techniques (metallography (OM) and backscattered electron (SEM-EBSD)). Based on the obtained results (microstructures and EBSD cartographies), there were a procession of three different mechanisms operating during the DRX: Continuous-Discontinuous-Geometric (DDRX-CDRX-GDRX). In a third and final step, a formulation for the passage between the two abovementioned laws, was introduced and the concept of the size quantification of the microstructural components (i.e. grains and sub-grains) was also introduced in the DDRX model by comparing the two classical methods of measurement that are the *Intercept* and the *Equivalent Diameter*.