

## Résumé

Les superalliages base nickel possèdent d'exceptionnelles propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion à haute température. Ces propriétés mécaniques proviennent en partie de la précipitation durcissante des phases  $\text{Ni}_3\text{Nb}$   $\gamma''$  ou  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$   $\gamma'$ . L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre comment les opérations de mise en forme de pièces industrielles peuvent influencer cette précipitation. Deux superalliages ont été étudiés dans cette thèse : Inconel® 625 mis en forme par déformation à température ambiante et renforcé par la phase  $\gamma''$ , et AD730™ mis en forme par forgeage à chaud et renforcé par la phase  $\gamma'$ . Des traitements thermiques, essais mécaniques et thermomécaniques ont été réalisés afin d'une part de reproduire les niveaux de déformation plastique et/ou la structure de grains obtenus à la fin d'étapes de mise en forme industrielle, et d'autre part de déclencher la précipitation ou d'induire l'évolution des précipités existants. Les microstructures ont ensuite été caractérisées quantitativement par microscopie à balayage au regard de la structure de grains, l'organisation des dislocations et d'état de précipitation.

Dans l'alliage Inconel® 625, la précipitation  $\gamma''$  lors d'un traitement thermique à 650 °C n'est pas influencée par une déformation préalable appliquée, validant la pertinence de la température de 650 °C pour procurer un durcissement homogène aux pièces industrielles. Dans l'alliage AD730™, la germination de précipités  $\gamma'$  lors d'un refroidissement après compression à chaud a lieu plus tôt dans les grains non recristallisés que dans les grains recristallisés, par relaxation élastique à la germination. De manière concomitante, le front de recristallisation dissout ces précipités  $\gamma'$  présents dans les grains non recristallisés pour éviter toute interface  $\gamma/\gamma'$  incohérente. Des précipités  $\gamma'$  reprécipitent ensuite dans le front de recristallisation avec une interface  $\gamma/\gamma'$  cohérente dans les grains recristallisés, et peuvent par la suite se subdiviser pour diminuer l'énergie élastique globale. Cette thèse comprend le développement d'outils spécifiques : réduction du bruit de mesure de cartographies EBSD pour une estimation plus précise des densités de dislocations géométriquement nécessaires, analyse d'image et modèle de précipitation.

## Mots-clés

superalliages base Ni, essais thermomécaniques, microscopie électronique à balayage, densité de dislocations géométriquement nécessaires, précipitation

## Abstract

Nickel-based superalloys possess exceptional mechanical properties and corrosion resistance at high temperature. These mechanical properties result partly from the hardening precipitation of  $\text{Ni}_3\text{Nb}$   $\gamma''$  or  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$   $\gamma'$  phases. The objective of this PhD is to better understand how forming operations of industrial parts may influence this precipitation. Two superalloys have been studied in this PhD : Inconel® 625 alloy formed a room temperature and reinforced by the  $\gamma''$  phase, and AD730™ alloy hot forged and reinforced by the  $\gamma'$ . Thermal treatments, mechanical and thermomechanical tests have been performed in order to, on the one hand, reproduce the plastic strain levels and/or the grain structure obtained at the end of industrial forming operations, and on the other hand to trigger the precipitation or the evolution of already existing precipitates. The microstructures have then been quantitatively characterized by scanning electron microscopy regarding the grains structure, the dislocations organization and the precipitation state.

In the Inconel® 625 alloy, the nucleation of  $\gamma''$  precipitates during a thermal treatment at 650 °C is not influenced by a strain applied before, supporting the relevancy of the 650 °C temperature to bring an homogeneous hardening to industrial parts. In the AD730™ alloy, the  $\gamma'$  precipitation during a cooling after a hot compression takes place sooner in unrecrystallized grains than in recrystallized grains, by elastic relaxation when nucleating. Concomitantly, the recrystallization front dissolves these  $\gamma'$  precipitates present in unrecrystallized grains to avoid any incoherent  $\gamma/\gamma'$  interface. Then  $\gamma'$  precipitates reprecipitate on the recrystallization front with a coherent  $\gamma/\gamma'$  interface in recrystallized grains, and can afterwards subdivide to reduce the global elastic energy. This PhD includes the development of specific tools : reduction of the measurement noise of EBSD maps for a more accurate assessment of geometrically necessary dislocations densities, image analysis and precipitation model.

## Keywords

Ni-based superalloy, thermomechanical test, scanning electron microscopy, geometrically necessary dislocation density, precipitation