



HAL
open science

Comportement et endommagement en fatigue et fatigue - fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720

Thomas Billot

► **To cite this version:**

Thomas Billot. Comportement et endommagement en fatigue et fatigue - fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720. Sciences de l'ingénieur [physics]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2010. Français. NNT: . tel-00545922

HAL Id: tel-00545922

<https://theses.hal.science/tel-00545922>

Submitted on 13 Dec 2010

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme national – arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique,
Energétique et Aéronautique.
Secteur de Recherche : Mécanique des Solides et des Matériaux.

Présentée par :

Thomas BILLOT

*Comportement et endommagement en fatigue et fatigue-fluage
à haute température de différents états microstructuraux
du superalliage base-nickel Udimet 720*

Directeur de Thèse : **J. MENDEZ** – Co-encadrant : **P. VILLECHAISE**

Soutenue le 24 mars 2010

– JURY –

M. Eric ANDRIEU	Professeur, INP, Toulouse	Rapporteur
M. Armand COUJOU	Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse	Rapporteur
M. Alain HAZOTTE	Professeur, Université Paul Verlaine, Metz	Examineur
M. Antoine ORGANISTA	Expert Principal Matériaux & Procédés, Turboméca, Bordes (excusé)	Examineur
M. Didier LOCQ	Ingénieur de Recherche, ONERA, Châtillon	Examineur
M. José MENDEZ	Directeur de Recherche CNRS, Institut P', Poitiers	Examineur
M. Patrick VILLECHAISE	Chargé de Recherche CNRS, Institut P', Poitiers	Examineur

THESE

pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme national – arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique,
Energétique et Aéronautique.
Secteur de Recherche : Mécanique des Solides et des Matériaux.

Présentée par :

Thomas BILLOT

*Comportement et endommagement en fatigue et fatigue-fluage
à haute température de différents états microstructuraux
du superalliage base-nickel Udimet 720*

Directeur de Thèse : **J. MENDEZ** – Co-encadrant : **P. VILLECHAISE**

Soutenue le 24 mars 2010

– JURY –

M. Eric ANDRIEU	Professeur, INP, Toulouse	Rapporteur
M. Armand COUJOU	Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse	Rapporteur
M. Alain HAZOTTE	Professeur, Université Paul Verlaine, Metz	Examineur
M. Antoine ORGANISTA	Expert Principal Matériaux & Procédés, Turboméca, Bordes (excusé)	Examineur
M. Didier LOCQ	Ingénieur de Recherche, ONERA, Châtillon	Examineur
M. José MENDEZ	Directeur de Recherche CNRS, Institut P', Poitiers	Examineur
M. Patrick VILLECHAISE	Chargé de Recherche CNRS, Institut P', Poitiers	Examineur

Remerciements

Cette thèse a été menée au sein du Laboratoire de Mécanique et Physique des Matériaux qui fait désormais partie du Département de Physique et Mécanique des Matériaux de l'Institut P'. Je remercie M. José Mendez et Mme. Marie-Christine Lafarie de m'y avoir accueilli et soutenu. Je remercie également le CNRS et la région Poitou-Charentes d'avoir accepté le financement de ma thèse.

J'adresse tous mes remerciements à M. José Mendez d'avoir encadré ces travaux de recherche en me faisant bénéficier de son expérience encyclopédique sur la fatigue (« La Fatigue...c'est très compliqué ! ») tout en m'accordant une autonomie qui m'a permis de mûrir scientifiquement.

Je tiens également à remercier vivement M. Patrick Villechaise qui a co-encadré cette thèse. Patrick, ta patience, ta disponibilité, ton expérience et ton enthousiasme communicatif ont largement contribué au plaisir que j'ai eu de réaliser cette thèse. Je retiendrai nos longues discussions plus ou moins scientifiques et ton soutien constant dans les phases difficiles. J'espère avoir le plaisir de travailler à nouveau avec toi.

Je tiens à remercier l'ensemble des membres constituant mon jury de soutenance : M. Alain Hazotte, de l'université Paul Verlaine de Metz, qui a accepté la présidence du jury, et Messieurs Armand Coujou, de l'université Paul Sabatier, et Eric Andrieu, de l'INP Toulouse, qui ont accepté la charge de rapporteurs. Je les remercie d'avoir porté leur regard minutieux et avisé sur ce manuscrit.

Je souhaite remercier M. Didier Locq d'avoir participé à mon jury en qualité d'examineur ainsi que pour tous ses conseils et remarques judicieuses vis-à-vis de mon travail pendant ces trois années de thèse. J'adresse également mes remerciements à M. Antoine Organista, qu'un impératif professionnel a empêché d'assister à ma soutenance. Je lui suis reconnaissant d'avoir suivi avec intérêt mon parcours professionnel depuis mon projet de fin d'étude à Turboméca jusqu'à mon embauche au sein de la Snecma. Son point de vue d'industriel et ses conseils ont été de précieux alliés lors de cette thèse.

Cette thèse s'est inscrite en parallèle du programme ANR ORGANDI. J'ai eu plaisir à partager et débattre de mes travaux avec tous les partenaires industriels et universitaires qui participaient à ce projet. La liste qui suit n'est pas exhaustive et je vous prie de m'excuser par avance des éventuels oublis. Merci donc à Jean-Yves Guédou et Jean-Michel Franchet de Snecma, Antoine Organista et Jean-Manuel Ruppert de Turboméca, Pierre Caron et Didier Locq de l'Onera, Gérard Raison et Christian Dumont d'Aubert & Duval, Raphaël Couturier, Cyril Cayron et Laurent Briottet du CEA, Loïc Nazé, Vincent Maurel, Henri Tezenas et Frederic Adamski des Mines de Paris, Yvan Chastel, Roland Logé, Nathalie Bozzolo et Nadia Souaï du Cemef.

Car une thèse ne s'accomplit pas seul, je voudrais remercier toutes les personnes du LMPM qui ont contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce projet de longue haleine. Une dédicace spéciale à Jonathan Cormier à qui je dois beaucoup et qui deviendra tôt ou tard un pont de superalliages. Je garderai un souvenir impérissable de notre périple à San Francisco. Un grand merci à M. Mustapha Jouiad pour sa contribution inestimable pour les images réalisées en transmission et pour son aide en microscopie. Un très grand merci à M. Denis Bertheau et à la fine équipe des IE qui m'ont fait profiter de leur connaissances des essais mécaniques (entre autres) : Guillaume Benoit, Céline Rebours, Anne-Laure Gorge, Florence Hamon, Mathieu Comyn, Florent Mauget, Fabien Lorenzi, Damien Marchand...Je pense avoir testé une grande partie des galères liées aux joies de l'expérimental. Un grand merci aux techniciens de l'atelier qui m'ont sorti plus d'une fois des ennuis : Jean-Louis Brangeon, Laurent Jouvanneau et Richard Tessier. Merci aux permanents festifs du labo : Damien, Sylvie, les Nadot...Un grand merci aussi à Brigitte et Eliane du secrétariat et à Patrick Dupleix.

Cette thèse n'aurait pas été aussi agréable sans la présence des autres doctorants. Un merci à ceux qui m'ont « supporté » dans le bureau 16, surtout en période de rédaction : Loïc, Fred et les p'tits nouveaux Marion et Mathieu. Merci aux autres doctorants : Romain, Jean-Charles, Bert, Huy, Kokleang, Nam, Tang, Talib, François, Claire, Gaëlle, Timothée, Benoit, Thomas, José, Julien, Fabien, Maxime...Mention très spéciale aux locataires du bureau 38 pour les activités diverses et variées...forcément disproportionnées. Un très grand merci à Mickaël Arnoux, Laurent de Baglion et Sébastien Richard pour tous les moments inoubliables, les blinds-tests épiques, les parties de coinche enflammées...et j'en passe !

Petit clin d'œil aux amis ensmatiques de la première heure qui ont partagé ma condition de thésard.

Je voudrais sincèrement remercier ma famille, en particulier mes parents et ma sœur, pour leur soutien constant tout au long de mes études et en dehors. Merci de m'avoir permis d'aller aussi loin. Tout ça c'est aussi grâce à vous.

J'adresse enfin mes plus sincères remerciements à la femme qui partage ma vie, Marie, qui a eu la patience de supporter tous les hauts et les bas qu'engendrent une thèse et dont le soutien et l'amour permanents m'ont permis de mener à bien ce projet. Un merci tout particulier à petit Paul, qui a eu la gentillesse d'attendre que son papa soutienne pour pointer le bout de son nez.

Table des matières

Introduction	1
Partie A : Matériaux et Techniques Expérimentales	5
A.1) Matériau étudié : l'Udimet 720	7
A.1.1) Un peu d'histoire.....	7
A.1.2) Structure.....	8
A.1.3) Eléments chimiques rencontrés dans les superalliages.....	9
A.1.4) Procédés d'élaboration de l'Udimet 720.....	10
A.2) Techniques de caractérisation	13
A.2.1) Attaques chimiques.....	13
A.2.2) Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	13
A.2.3) Microscopie Electronique en Transmission (MET).....	14
A.2.4) Diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD).....	14
A.2.5) Surveillance Métallurgique	15
A.2.6) Méthode de caractérisation du vieillissement métallurgique.....	16
A.2.7) Nettoyage et binarisation de l'image	17
A.3) Présentation des lots matières de l'étude	20
A.3.1) Caractérisation à l'échelle des grains.....	22
A.3.2) Caractérisation à l'échelle de la précipitation γ'	30
A.3.3) Remarque	32
A.4) Procédures expérimentales	33
A.4.1) Prélèvement dans les disques.....	33
A.4.2) Moyens d'essais mécaniques sous air.....	35
A.4.3) Essais sous vide.....	37
A.4.4) Contrôle de la température.....	38
Partie B : Interactions fatigue – fluage à haute température	43
Chapitre B1 : Essais Mécaniques	45
B1.1) Essais de traction.....	47
B1.2) Essais de fluage.....	51
B1.3) Essais de fatigue.....	56
B1.4) Essais de fatigue – fluage.....	61
Chapitre B2 : Mécanismes de Déformation	71
B2.1) Rappels bibliographiques.....	73
B2.2) Etude expérimentale des mécanismes de déformation	81
B2.3) Discussion.....	93
Chapitre B3 : Processus d'endommagement	105
B3.1) Processus d'endommagement en fatigue	107
B3.2) Processus d'endommagement en fluage	109
B3.3) Processus d'endommagement en fatigue – fluage	113

Chapitre B4 : Effets d'environnement	121
B4.1) Essais Mécaniques	123
B4.2) Processus d'endommagement sous vide.....	127
Partie C : Répercussion d'un survieillisement sur les propriétés en fatigue – fluage	145
Chapitre C1 : Caractérisation microstructurale des états survieillis	147
C1.1) Evolution de la taille des précipités γ'	149
C1.2) Evolution de la largeur des couloirs inter-précipités	163
Chapitre C2 : Répercussion du survieillisement sur les propriétés mécaniques	165
C2.1) Essais mécaniques.....	167
C2.2) Mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations	170
C2.3) Processus d'endommagement.....	171
C2.4) Discussion – Synthèse.....	175
Synthèse & Perspectives	181

Introduction

Plus de cinq siècles séparent l'« Helix Ptéron » de Léonard de Vinci et l'EC135 d'Eurocopter. Si le terme « hélicoptère » a été inventé par Gustave de Ponton d'Amécourt en 1863, la naissance de l'aviation à décollage vertical est associée au Giroplane n°1 des frères Bréguet en 1907. Ce dernier était animé par un moteur à essence Antoinette de 45cv bien insuffisant pour permettre aux 578kg de l'engin de s'élever dans les airs. Parmi les nombreuses innovations nécessaires au développement de l'hélicoptère, celle de sa motorisation s'est révélée absolument cruciale. L'amélioration conséquente des turbomachines, répondant à des besoins croissants en puissance, s'est faite en l'espace d'un demi-siècle. Un monde sépare les premiers moteurs à essence de 45cv et les deux moteurs Lotarev D-136, développant 11240cv chacun, équipant le Mi-26 « Halo », un des plus grands hélicoptères du monde.

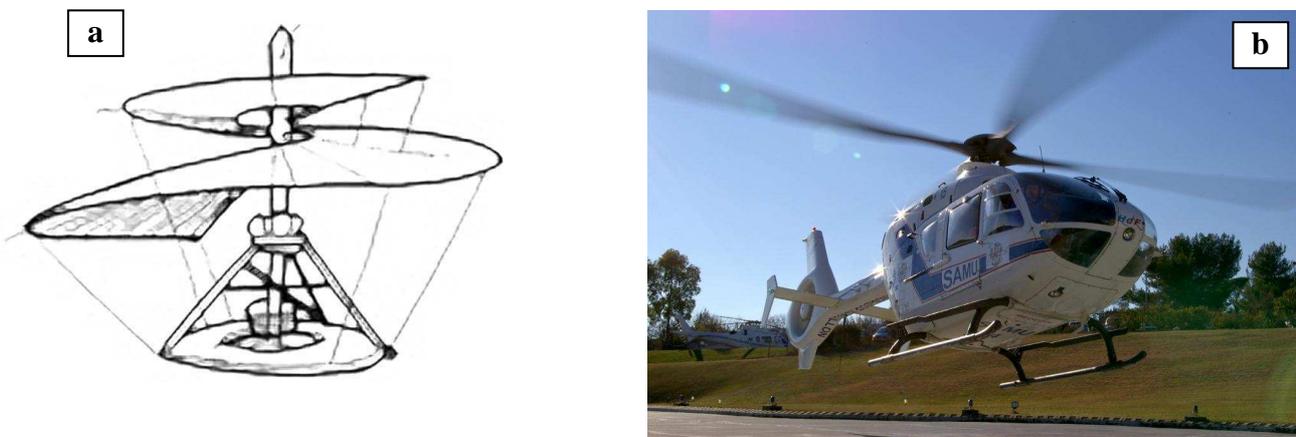


Figure 0.1. : De l'« Helix Ptéron » de Léonard de Vinci (a) à l'EC135 d'Eurocopter (b).

Dans cette quête d'optimisation des performances des turbomachines, les turbines HP (Hautes Pressions) ont fait l'objet d'une attention particulière. Les disques de turbine qui y sont intégrés comptent parmi les pièces les plus critiques des moteurs. Elles sont en effet particulièrement sollicitées thermo-mécaniquement en raison de hautes températures de fonctionnement, de la force centrifuge, des vibrations et des cycles de vol. Ces sollicitations vont engendrer des contraintes de type fluage au niveau de l'interpale, de fatigue au niveau du moyeu, mais également de la corrosion et de la fatigue thermique. Les superalliages à base de nickel se sont avérés indispensables, souvent seule classe de matériaux pouvant répondre à ces multiples exigences. L'Udimet 720, qui fait l'objet de cette étude, est notamment un des superalliages à base de nickel élaborés par lingot-forgeage les plus performants en température.

La rupture d'un disque en service est totalement interdite, la destruction de l'appareil étant alors inévitable. Il est donc absolument nécessaire de comprendre au mieux les processus de déformation et d'endommagement engendrés par l'ensemble des contraintes que subissent ces pièces de structure en service.

Dans ce but, plusieurs axes d'études ont été explorés lors de cette thèse :

- Les chargements mécaniques imposés aux disques intègrent la fatigue et le fluage mais aussi des couplages complexes entre ces modes de sollicitation. Leurs répercussions en terme de processus de déformation et d'endommagement sont étudiées dans ce travail au travers de la pratique d'essais de type fatigue-fluage (introduction d'un temps de maintien à charge maximale).
- Les disques de turbine positionnés en sortie de chambre de combustion sont en contact avec des gaz brûlés, milieu particulièrement chaud et agressif. On peut s'attendre à ce que les processus d'oxydation – corrosion à chaud aient de ce fait une influence significative sur les processus d'endommagement et la durée de vie des matériaux. Cet aspect est pris en compte dans cette étude par l'analyse comparée d'essais mécaniques conduits sous air et sous vide secondaire.
- En service, les superalliages pour disques sont soumis à des températures élevées. Dans ces conditions, leur microstructure métallurgique est susceptible d'évoluer, les effets pouvant être accélérés par l'action du chargement mécanique. Les répercussions des évolutions microstructurales sur les modes de déformation et les processus d'amorçage de fissures sont analysées au travers du comportement d'états métallurgiques pré-vieillis.

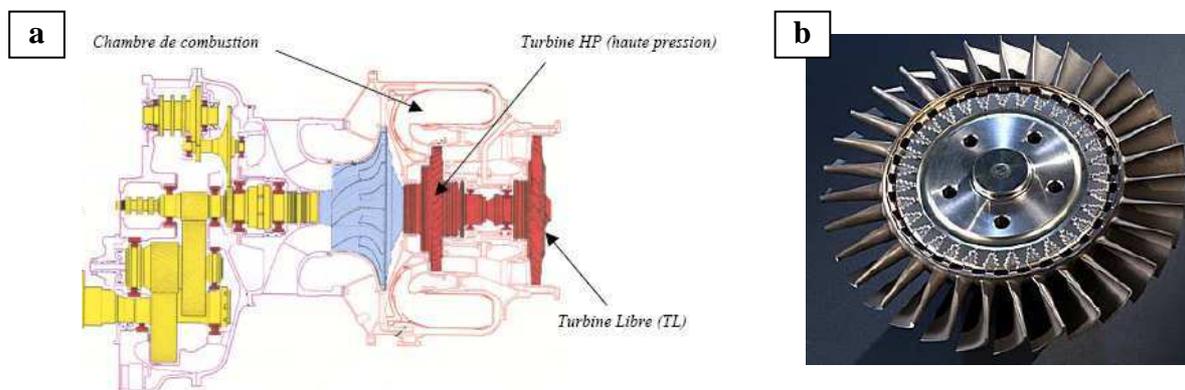


Figure 0.2. : Coupe de turbomachine de type Arrius (a), disque de turbine HP avec ses aubes (b) [réf. Turboméca].

Ces dernières années, des enjeux écologiques sont venus s'ajouter aux besoins de puissance et de fiabilité des turbines. La réduction de la consommation et des émissions polluantes à puissance égale passe par une amélioration du rendement qui peut notamment être obtenue grâce à l'augmentation de la température en entrée de turbine HP. L'objectif des motoristes est d'atteindre à court terme des températures d'utilisation supérieures à 700°C. Toutefois, aujourd'hui, les perspectives de développement de nouveaux alliages plus performants sont très réduites. Les progrès attendus pour l'augmentation de la tenue mécanique et de la capacité en température de cette classe

d'alliages concernent plutôt l'optimisation des microstructures des meilleurs alliages à base de nickel actuels. Si l'exploration de nouvelles compositions chimiques offre peu de perspectives d'amélioration, l'ingénierie des joints de grains semble plus prometteuse. Cette voie consiste en la mise au point de traitements thermo-mécaniques adaptés pour contrôler la morphologie, la cristallographie et la composition chimique locale des joints de grains. Les propriétés susceptibles d'amélioration au travers de cette voie sont la tenue à chaud, en particulier en fluage, ainsi que la résistance aux sollicitations cycliques (fatigue), pour lesquelles les joints de grains constituent les « maillons faibles » des microstructures à hautes températures. C'est dans ce cadre que s'inscrit le programme ANR **ORGANDI** (Optimisation de la **R**ésistance des joints de **G**raains dans les **A**lliages de **N**ickel pour **D**isques) réunissant un grand nombre d'industriels et d'organismes de recherche (Snecma et Turboméca du groupe Safran, Aubert & Duval, Onera, CEA, Mines-Paritech, Cemef et Institut P'-ENSMA). Mon travail de thèse s'est développé au sein du LMPM en parallèle de ce programme.

Ce manuscrit est composé de trois parties :

La partie A présente dans un premier temps des notions de base sur les superalliages à base de nickel polycristallins pour disque de turbine en se focalisant sur l'Udimet 720. Après une description des moyens mis en œuvre pour la caractérisation microstructurale à différentes échelles de notre matériau, nous présenterons en détail les différents états microstructuraux étudiés lors de cette thèse. Enfin, les protocoles expérimentaux mis au point pour les essais mécaniques spécifiques à cette étude seront décrits.

La partie B constitue le cœur de ce travail. Elle se compose de quatre sous – chapitres dédiés aux différents aspects des interactions à haute température entre sollicitations de type fatigue et de type fluage. Le chapitre B1 concerne l'analyse du comportement macroscopique en fatigue, fluage et fatigue-fluage de deux microstructures d'Udimet 720 très différentes. Le lien entre les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations et le comportement macroscopique est discuté dans le chapitre B2, les processus d'endommagement étant analysés en parallèle au chapitre B3. Enfin, le chapitre B4 porte sur l'influence de l'oxydation pour ce type d'essais et cette gamme de température.

C'est dans la partie C que les effets d'un survieillissement métallurgique sont étudiés. Un premier sous – chapitre (C1) consiste en une étude approfondie de l'évolution des différents paramètres microstructuraux (précipités γ' , largeur de couloir inter-précipités...) due à un survieillissement thermique. Les répercussions de ces évolutions microstructurales sur les propriétés mécaniques en fatigue-fluage sont présentées dans le sous – chapitre C2.

Enfin, nous concluons en reprenant les principaux résultats obtenus au cours de ce travail et en émettant quelques perspectives notamment en rapport avec le programme ORGANDI.

Partie A :

Matériaux et Techniques Expérimentales

Dans cette première partie du manuscrit, nous présenterons les superalliages à base de nickel pour disques et plus particulièrement celui qui fait l'objet de cette thèse, l'Udimet 720. Les moyens mis en œuvre pour la caractérisation microstructurale et les méthodes d'analyses d'images seront détaillés. Les deux états microstructuraux concernés par la campagne d'essais seront ensuite caractérisés en détail à l'échelle des grains et de la microstructure de précipitation γ' . Enfin, nous détaillerons les moyens d'essais mécaniques utilisés pendant cette thèse ainsi que leurs spécificités.

Partie A : Matériaux et Techniques Expérimentales	5
A.1) Matériau étudié : l'Udimet 720	7
A.1.1) Un peu d'histoire... ..	7
A.1.2) Structure	8
A.1.3) Eléments chimiques rencontrés dans les superalliages	9
A.1.4) Procédés d'élaboration de l'Udimet 720	10
A.2) Techniques de caractérisation	13
A.2.1) Attaques chimiques	13
A.2.2) Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	13
A.2.3) Microscopie Electronique en Transmission (MET)	14
A.2.4) Diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD)	14
A.2.5) Surveillance Métallurgique	15
A.2.6) Méthode de caractérisation du vieillissement métallurgique	16
A.2.7) Nettoyage et binarisation de l'image	17
A.3) Présentation des divers états matière de l'étude	20
A.3.1) Caractérisation à l'échelle des grains	22
A.3.2) Caractérisation à l'échelle de la précipitation γ'	30
A.3.3) Remarque	32
A.4) Procédures expérimentales	33
A.4.1) Prélèvement dans les disques	33
A.4.2) Moyens d'essais mécaniques sous air	35
A.4.3) Essais sous vide	37
A.4.4) Contrôle de la température	38

A.1) Matériau étudié : l'Udimet 720

A.1.1) Un peu d'histoire...

L'histoire des superalliages commence dès le 19^{ème} siècle avec les premiers aciers Ni-Cr-Mo introduits par l'anglais Charles Parsons pour améliorer les performances de ses turbines à vapeur [1]. Par la suite, le développement de cette classe de matériaux s'est effectué parallèlement aux progrès technologiques, notamment dans le domaine de la propulsion aéronautique. Avec la mise au point des premiers turboréacteurs à l'aube de la 2^{ème} guerre mondiale par Von Ohain (Allemagne, 1937) et Whittle (GB, 1939), il est rapidement apparu que l'amélioration des superalliages était essentielle pour répondre aux nouveaux besoins en terme de tenue mécanique des composants les plus chauds de ces turbines aéronautiques [2].

Les premiers superalliages ont été obtenus à partir de l'alliage nickel-chrome « 80/20 » en ajoutant une faible quantité d'aluminium et de titane. L'un des plus célèbres est le Nimonic80, durci par précipitation γ' , et qui est un des « ancêtres » de l'Udimet 720. Au fur et à mesure, de nouveaux éléments comme le cobalt, le tungstène et le molybdène ont été ajoutés. Leur rôle est précisé au paragraphe A.1.3 dans le tableau A.1.

L'amélioration de la tenue en température des superalliages au cours des dernières décennies s'est faite par optimisation de la composition chimique, mais aussi par la mise au point de nouveaux procédés d'élaboration et traitements thermomécaniques. Ces évolutions sont synthétisées sur la figure A.1.

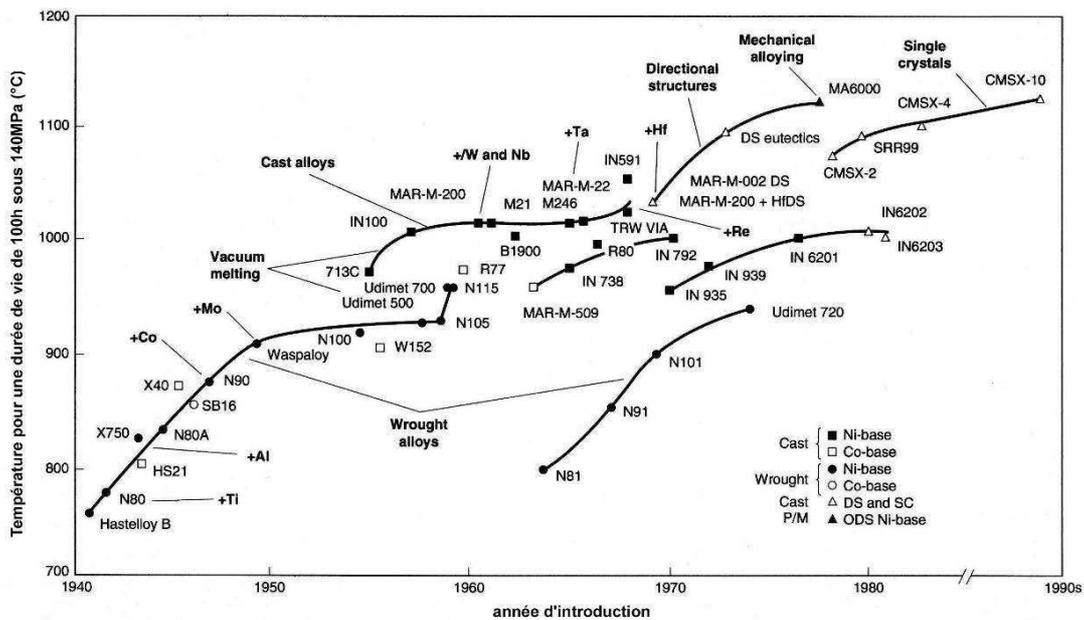


Figure A.1. : Evolution de la tenue en température de superalliages au cours des dernières décennies [3].

A.1.2) Structure

Les superalliages à base de nickel à durcissement par précipitation sont principalement composés des deux phases suivantes :

- La matrice γ : solution solide de structure cubique à faces centrées désordonnée. Son durcissement se fait essentiellement par addition d'éléments tels que le cobalt, le chrome, le molybdène et le tungstène.
- Les précipités γ' : cette phase de type $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ présente un ordre à longue distance de type L1_2 . Sa maille élémentaire, également de type cubique à faces centrées, est représentée figure A.2.

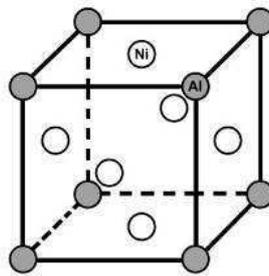


Figure A.2. : Structure cristallographique de la phase γ' [3].

Cette structure biphasée possède une très bonne stabilité en température grâce à une grande cohérence entre la matrice et la phase durcissante. Cette cohérence découle du faible écart de paramètre de maille entre les deux phases qui implique une faible énergie à l'interface (quelques dizaines de mJ.m^{-2}). Cet écart paramétrique va notamment influencer de manière significative sur la tenue en fluage (figure A.3.a) [4].

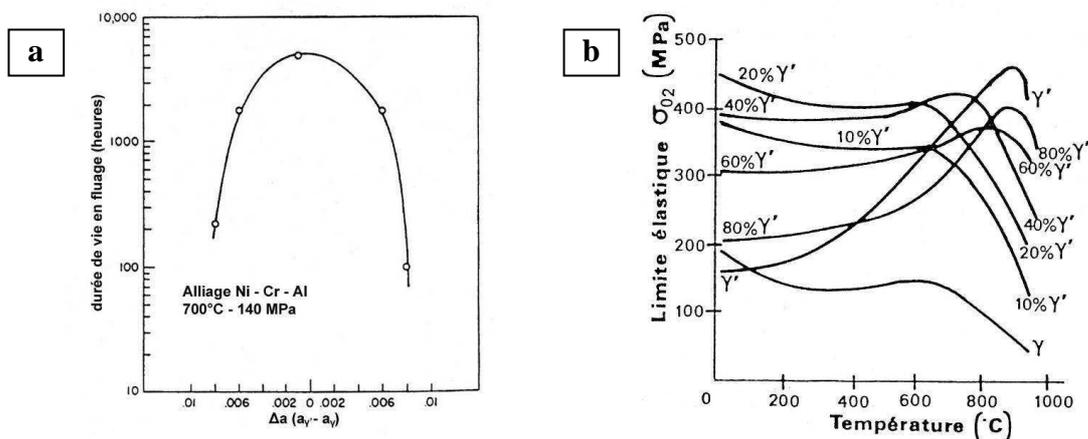


Figure A.3. : a) Influence de l'écart paramétrique sur la durée de vie en fluage (d'après Mirkin et Kanchev, 1967).

b) Variation de la limite d'élasticité conventionnelle (à 0,2% de déformation plastique) pour différentes fractions volumiques de phase γ' d'un superalliage Ni-Cr-Al.

La taille, la forme, la fraction volumique ou encore la distribution spatiale de la phase γ' sont au cœur de l'effet de durcissement structural qui est directement à relier à l'effet d'obstacle au mouvement des dislocations. Si les caractéristiques de la phase γ sont légèrement supérieures à celles de la phase γ' à la température ambiante, les travaux de Beardmore et al. [5] ont montré que la tendance s'inversait quand on augmentait la température. La variation de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% de déformation plastique d'un superalliage Ni-Cr-Al en fonction de la température a été représentée sur la figure A.3.b pour différentes fractions volumiques de phase γ' . Pour un matériau comme l'Udimet 720 où la fraction volumique de γ' est comprise entre 40% et 45%, on atteint un pic de la limite d'élasticité aux alentours de 750-800°C.

A.1.3) Éléments chimiques rencontrés dans les superalliages

L'origine du terme superalliage provient de sa composition chimique relativement complexe comprenant parfois près d'une dizaine d'éléments d'additions. Ces éléments ainsi que leur rôle sont listés dans le tableau A.1.

Élément	Effets positifs recherchés	Effets négatifs
Cr	Renforcement de la phase γ , améliore la résistance à la corrosion à chaud et à l'oxydation, formation de carbures $M_{23}C_6^*$	Formation de carbures $M_{23}C_6^*$, favorise la formation de TCP
Mo	Renforcement de la phase γ , formation de carbures M_6C et MC^*	Formation de carbures M_6C et MC^* , augmente la densité
W	Renforcement de la phase γ	Favorise la formation de TCP, augmente la densité
Ta	Renforcement de la phase γ' , améliore la résistance à l'oxydation, formation de carbures MC^*	Formation de carbures MC^* , augmente la densité
Ti	Renforcement de la phase γ' , formation de carbures MC^*	Formation de carbures MC^*
Al	Précipitation de la phase γ' , améliore la résistance à l'oxydation	/
Nb, V	Renforcement de la phase γ' , formation de carbures MC^*	Formation de carbures MC^*
Co	Renforcement de la phase γ , augmente le solidus et peut augmenter ou diminuer le solvus	/
Re	Renforcement de la phase γ , ralentit la déstabilisation de la structure γ/γ'	Augmente la densité
C	Formation de carbures*	Formation de carbures*
B, Zr	Améliore la résistance et la ductilité des joints de grains, inhibe la croissance des carbures	/

Tableau A.1 : Rôle des principaux éléments d'addition dans les superalliages à base de nickel (adapté de Durand-Charre, 1997) [6].

(*) La formation de carbures au sein de ces matériaux est complexe tant en nature, forme, taille et localisation (inter – intragranulaire). Leurs effets peuvent être positifs comme négatifs selon les propriétés considérées [3,7-9].

A.1.4) Procédés d'élaboration de l'Udimet 720

Un des principaux usages des superalliages polycristallins concerne les disques de turbines. Leur élaboration se fait essentiellement par l'une ou l'autre des voies suivantes : par coulée d'un lingot suivie d'un forgeage ou par métallurgie des poudres. Le premier procédé est largement employé. Le second, plus coûteux, est surtout utilisé pour élaborer des composants à vocation militaire.

A.1.4.1) Voie Lingot coulé – Forgeage

Le développement des superalliages n'aurait pas été possible sans la maîtrise des procédés d'élaboration sous vide et de refusion. La gamme complète de fabrication des superalliages pour disques nécessite généralement la succession de plusieurs opérations (figure A.4):

- La première étape consiste à mettre en œuvre une coulée et à en régler sa composition chimique. Les éléments d'addition sont incorporés à l'alliage de base qui est fondu sous vide par induction (VIM : Vacuum Induction Melting). Cette étape permet en particulier d'introduire de fortes teneurs en titane et en aluminium, éléments très réactifs à l'air.
- Les structures de solidification à l'issue du procédé VIM étant très inhomogènes, des opérations de refusion sont nécessaires. Le matériau est refondu sous laitier (ESR : Electro Slag Remelting) sous vide (VAR : Vacuum Arc Remelting) pour purifier la coulée, affiner les microstructures de solidification et homogénéiser la composition chimique.
- Le lingot subit ensuite différentes séquences de forgeage à chaud sous presse hydraulique. Cette étape permet d'homogénéiser la microstructure et de mettre en forme la billette avant la dernière phase de forgeage. A ce niveau, la billette créée qui correspond à un demi-produit, subit une série de contrôles (analyse chimique, microstructurale et par ultrasons).
- A partir d'un tronçon de billette, on effectue un matriçage qui permet d'obtenir un disque au plus près de ses cotes finales.
- On procède aux différents traitements thermiques qui permettront d'obtenir la microstructure et l'état de précipitation souhaités.
- La pièce est enfin contrôlée avant de subir l'usinage final.

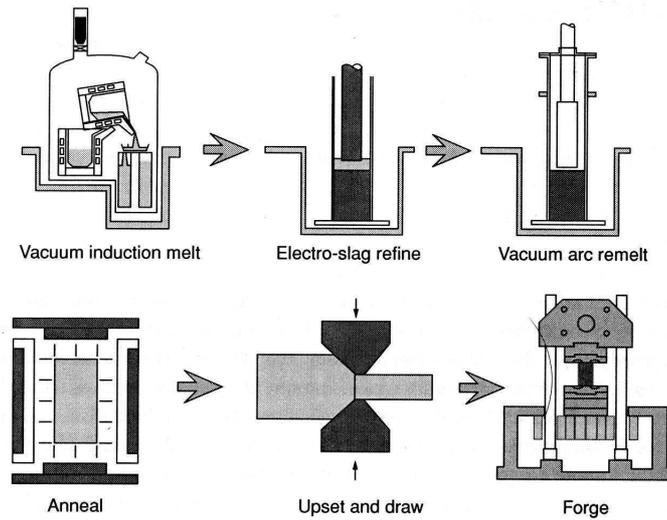


Figure A.4. : Procédé d'élaboration VIM / ESR / VAR suivi du forgeage [10].

Les principaux défauts rencontrés dans les disques élaborés par ce procédé sont essentiellement les ségrégations chimiques. Des hétérogénéités microstructurales en terme de taille de grains peuvent également apparaître ainsi que des oxydes ou des phases fragilisantes. Pour réduire les risques, on se restreint à l'élaboration de pièces de taille limitée. Cette voie lingot coulé – forgeage est toujours celle principalement employée en raison de son faible coût.

A.1.4.2) Elaboration par métallurgie des poudres

Pour améliorer les performances des superalliages, de nouvelles nuances ont été mises au point, de plus en plus chargées en éléments d'addition. L'augmentation des caractéristiques mécaniques des nouveaux alliages et en particulier la diminution de la ductilité, rend le forgeage plus difficile. A cette limitation viennent s'ajouter des problèmes de ségrégations chimiques. L'élaboration par métallurgie des poudres est apparue comme une des seules méthodes pour pallier ces problèmes. Les alliages obtenus par ce procédé bénéficient d'une plus grande homogénéité chimique réduisant de ce fait la dispersion de propriétés mécaniques. Ils présentent également une meilleure ductilité et sont plus faciles à mettre en œuvre. Les différentes étapes de ce procédé d'élaboration sont décrites ci-dessous (figure A.5) :

- La poudre est obtenue par atomisation sous gaz inerte (souvent de l'argon), ou par pulvérisation centrifuge. Le métal liquide se désintègre en fines gouttelettes qui se solidifient au cours de leur vol dans la tour d'atomisation. Comme la vitesse de solidification est élevée, la ségrégation chimique est limitée.

- Un tamisage des poudres est ensuite effectué pour éliminer la majorité des particules en céramique provenant des creusets et de l'outillage des étapes précédentes. Ces particules agissent en effet comme des défauts au sein des composants réduisant nettement leur résistance en fatigue. La taille des poudres obtenues par tamisage est souvent de l'ordre de 75µm.
- Les poudres sont introduites dans des conteneurs en acier inoxydable scellés sous vide pour éviter toute contamination. On parle ici de « mise sous gaine ».
- Sous l'action simultanée de la contrainte et de la température, les poudres sont compactées dans les conteneurs puis filées dans une presse classique. On obtient un matériau plus ductile ayant une microstructure homogène. De plus, le filage permet de disperser les inclusions céramiques et organiques résiduelles tout en limitant leur taille.
- La mise en forme de la pièce est réalisée par forgeage isotherme. Dans ce procédé, le domaine de température et de vitesse de déformation correspond le plus souvent à un forgeage superplastique en raison de la faible taille de grains. Cela permet l'utilisation de presses de plus faible puissance (de 5000 à 8000 tonnes contre 30000 à 50000 tonnes pour du forgeage classique). Le galet obtenu aura des côtes voisines de celles du disque final.

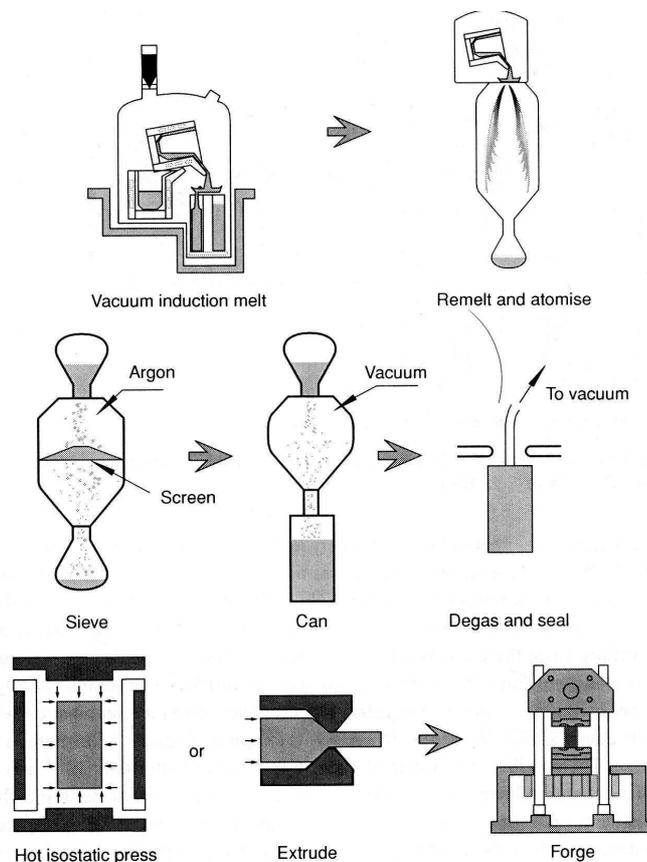


Figure A.5. : Procédé d'élaboration par métallurgie des poudres [10].

A.2) Techniques de caractérisation

Divers moyens d'observation et d'analyse microstructurale ont été mis en œuvre dans le cadre de cette thèse. Les conditions de leur utilisation sont présentées dans ce paragraphe en mettant l'accent sur les spécificités qu'il a fallu régler pour le cas de l'Udimet 720.

A.2.1) Attaques chimiques

Plusieurs attaques chimiques [11] ont été utilisées selon le type d'observations à réaliser. Auparavant, chaque échantillon a subi plusieurs étapes de polissage au papier SiC (grade 320 jusqu'au grade 4000) puis au spray diamanté jusqu'au grade 1 μ m.

- Attaque Kalling n°2 : mélange de 100ml d'acide chlorhydrique, 100ml d'éthanol et de 5g de CuCl_2 . Elle attaque la précipitation durcissante γ' en ne laissant que la phase γ . Elle permet d'obtenir une information sur la fraction surfacique de phase γ' ainsi que sur la largeur des couloirs de matrice inter-précipités.
- Attaque électrolytique tri-acides : mélange de 45% d'acide sulfurique, 42% d'acide nitrique et 13% d'acide phosphorique. L'attaque est réalisée sous 4-5V entre 5 et 10°C par immersion de l'échantillon pendant 10 secondes. Elle permet de mettre en valeur la précipitation γ' en dissolvant la matrice.

A.2.2) Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le principe général d'un MEB est basé sur la formation de l'image d'un objet à partir des signaux réémis par la zone « balayée » par un faisceau d'électrons dont on maîtrise la taille et les déplacements. Les électrons générés au sein du canon par un filament sont accélérés dans la colonne pour atteindre l'échantillon placé dans la chambre sous vide. L'interaction électrons – échantillon va produire des rayons X, des électrons secondaires, des électrons rétrodiffusés... Ces rayonnements et particules sont captés par un ou plusieurs détecteurs spécifiquement utilisés pour former une image. Pour les observations n'exigeant pas de résolution importante à fort grossissement, un microscope électronique à balayage conventionnel à filament de tungstène JEOL 6400 a été utilisé. La plupart des images ont été réalisées sous une tension de 25kV et un courant de sonde compris entre 10^{-9} et 10^{-10} A.

L'observation de l'état d'endommagement du faciès et du fût des éprouvettes rompues après sollicitation en fatigue, fluage ou fatigue-fluage, a été effectuée sur ce microscope. Le mode « électrons rétrodiffusés » a souvent été utilisé pour accéder au substrat U720 au travers de la couche d'oxydes formée au cours des essais à 700°C.

Pour la caractérisation de la microstructure de précipitation fine ainsi que pour l'étude portant sur le vieillissement métallurgique, une très bonne résolution associée à un fort grossissement est nécessaire. A ce niveau, le MEB conventionnel ne suffit plus. Un microscope équipé d'un canon à émission de champ (field emission gun, MEB-FEG) JEOL 7000F a été utilisé. La taille de sonde est alors nettement plus petite, ce qui permet la réalisation d'images de bonne résolution à des grossissements élevés de l'ordre de $\times 100000$.

A.2.3) Microscopie Electronique en Transmission (MET)

Cette technique de microscopie a été utilisée pour l'analyse des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations ainsi que pour la caractérisation de la microstructure de précipitation. Elle nécessite la réalisation de « lames minces », échantillons transparents aux électrons. Pour cela, des pastilles de 3mm de diamètre et d'environ 1mm d'épaisseur sont prélevées, par électroérosion, dans des blocs après traitement thermique ou dans le fût des éprouvettes après essais, perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Les lames subissent ensuite deux polissages successifs : un polissage mécanique à l'aide de papiers abrasifs SiC jusqu'à une épaisseur d'environ 70-80 μm , puis un amincissement par polissage électrolytique dans une solution constituée de méthanol et d'acide perchlorique à l'aide d'une polisseuse à double jet. Les observations ont été réalisées sur un microscope Philips CM20 sous une tension d'accélération de 200kV.

A.2.4) Diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD)

La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (ou EBSD), couplée à un microscope électronique à balayage, est une méthode d'analyse cristallographique locale. Elle repose sur l'exploitation des diagrammes de diffraction constitués de pseudo-bandes de Kikuchi provenant des électrons rétrodiffusés diffractés par les plans cristallographiques. Un exemple de diagramme est présenté sur la figure A.6.a.

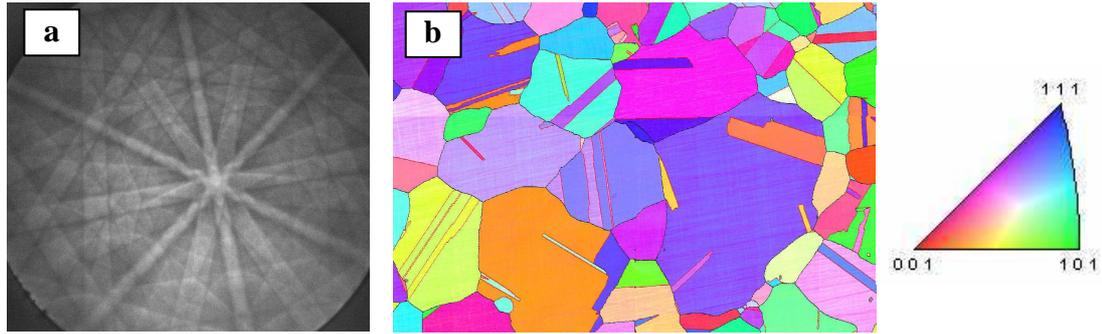


Figure A.6. : (a) Diagramme de diffraction de Kikuchi et (b) cartographie EBSD.

Chaque paire de lignes correspond à une famille de plan du cristal et l'intersection entre deux paires de lignes donne une direction cristallographique. Grâce à ce diagramme, l'orientation tridimensionnelle en un point d'analyse peut être déterminée. L'indexation d'un diagramme prenant une fraction de seconde, il est possible de réaliser des cartographies d'orientation en pilotant le déplacement du faisceau sur la zone d'intérêt.

Les analyses ont été menées sur un MEB JEOL 6100 et un MEB-FEG 7000F équipés chacun d'un module EBSD. Pour obtenir une diffraction optimale, l'échantillon observé subit une étape de polissage supplémentaire à la silice colloïdale pour diminuer au maximum l'écroûssage de surface qui perturbe la diffraction des électrons rétrodiffusés. Il est ensuite placé dans l'enceinte du microscope incliné à 70° par rapport au faisceau incident de manière à recueillir un maximum d'électrons rétrodiffusés. La tension d'accélération choisie est comprise entre 20kV et 25kV selon le microscope, et le courant de sonde généralement inférieur ou de l'ordre de 10^{-9} A. Les données sont acquises grâce au logiciel OIM (Orientation Imaging Microscopy) développé par TSL. A partir des cartographies EBSD obtenues (figure A.6.b), on peut accéder à de nombreuses informations telles que l'orientation cristallographique des grains, l'histogramme de leur taille, la nature des joints de grains, les textures d'orientation et de désorientation...

A.2.5) Surveillissement Métallurgique

En service, les disques de turbine HP sont soumis à de fortes températures et de fortes contraintes pendant de longues périodes. Dans ces conditions, la microstructure à l'échelle de la précipitation peut évoluer (figure A.7) entraînant une modification progressive des caractéristiques mécaniques du matériau. Pour bien comprendre la nature de cette évolution, des traitements thermiques ont été réalisés sur échantillons ou éprouvettes à des températures légèrement supérieures à celles rencontrées en service dans un moteur. Ainsi, les phénomènes de diffusion thermiquement activés sont accélérés sans pour autant modifier la nature des mécanismes. Nous parlerons ici de

« survieillessement » pour ne pas faire l'amalgame avec les traitements thermiques de vieillissement qui sont effectués après mise en solution lors de l'établissement de la microstructure finale du composant.

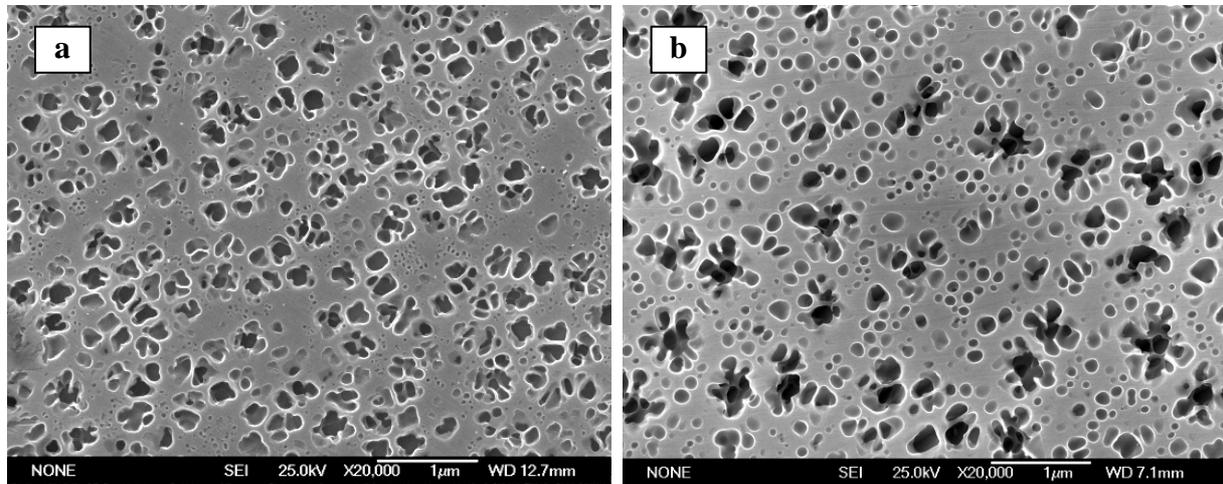


Figure A.7. : *Udimet 720 : microstructure à réception (a) et après un survieillessement de 500h à 785°C (b).*

Dans un premier temps, des survieillessements ont été réalisés sur échantillons pour des temps d'exposition allant de 20h à 500h à 785°C. Ces conditions ont été choisies en partie pour faciliter la comparaison des évolutions microstructurales avec celles connues sur l'alliage N18 [12]. Chaque état a été observé au MEB-FEG afin d'étudier l'évolution avec le temps de la précipitation γ' et notamment de la population la plus fine. L'évolution de la largeur des couloirs de matrice inter-précipités a également été étudiée. Ce paramètre joue un rôle non négligeable au niveau des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations. Le même traitement a été effectué sur éprouvettes pour différents temps d'exposition afin d'identifier l'impact du survieillessement métallurgique sur les propriétés mécaniques en traction, fluage et fatigue-fluage.

A.2.6) Méthode de caractérisation du survieillessement métallurgique

L'étude du survieillessement métallurgique de l'Udimet 720 est basée sur l'analyse quantitative d'images à l'aide du logiciel Visilog 6.6. Le point central concernant la précipitation la plus fine γ'_{III} , les images prises en compte sont réalisées au MEB-FEG à un grandissement de x20000. Plusieurs traitements ont été mis en œuvre afin de déterminer la fraction surfacique de phase durcissante, la distribution en taille des différentes populations de précipités γ' et la largeur moyenne des couloirs de matrice inter-précipités. Les analyses ont été réalisées sur plusieurs images prises en différents points de l'échantillon afin d'obtenir des résultats statistiquement acceptables (entre 500 et 3000 particules

pour la distribution en taille des précipités et les largeurs de couloir). Les principales procédures sont expliquées dans les paragraphes suivants.

A.2.7) Nettoyage et binarisation de l'image

L'image d'entrée obtenue par MEB-FEG est une image en niveau de gris (figure A.8.a). Les modules Visilog d'analyse utilisés dans cette étude nécessitent une image binarisée. Pour ce faire, l'image subit un premier traitement d'ajustement du contraste et de la luminosité afin de distinguer les parties que l'on souhaite séparer lors de la binarisation. L'image est ensuite binarisée avec une fonction seuillage qui définit à partir de quel niveau de gris on différencie matrice et précipités (image A.8.b).

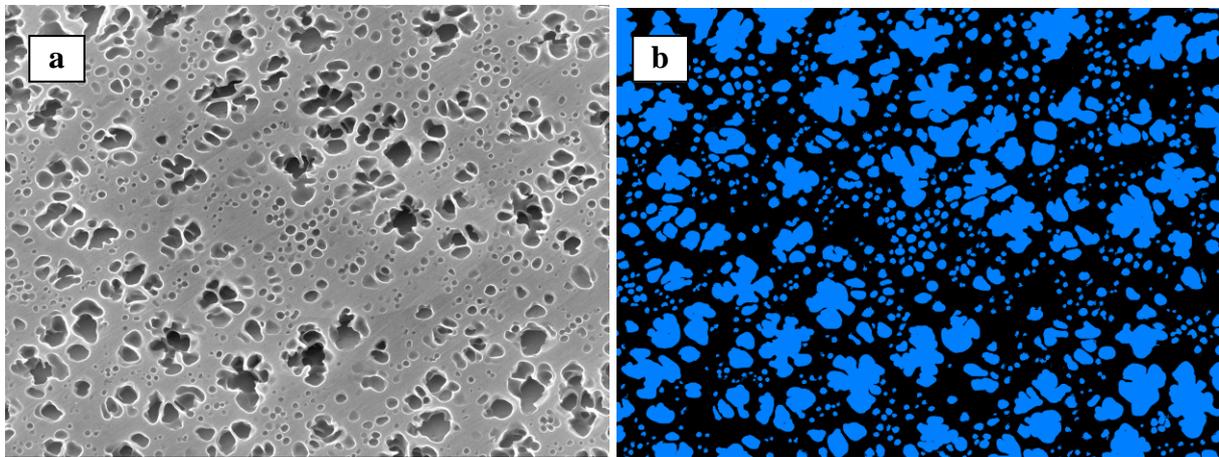


Figure A.8. : *Exemple de traitement de binarisation sur la structure homogène : image avant traitement (a) et après nettoyage et binarisation (b).*

Le contraste et la luminosité ne sont pas totalement homogènes sur l'image prise au microscope et des effets de bords apparaissent au voisinage des cavités créés par l'attaque chimique notamment au niveau des γ' secondaires. Dans ces conditions, le seuillage peut entraîner une sous-évaluation (ou surévaluation) locale des tailles des particules. Il est donc important de garder un œil critique vis-à-vis d'une automatisation de la procédure de binarisation et de vérifier la pertinence du traitement appliqué. Certaines conditions peuvent mener à une retouche ponctuelle et manuelle de l'image pour garantir la qualité de l'analyse (image A.9). La figure A.9 présente un exemple illustrant les deux cas « limites » à considérer. D'une part un seuillage automatique qui divise exagérément la phase γ'_{II} et qui oublie quelques γ'_{III} . D'autre part, le résultat d'une action de correction qui ajuste le seuillage pour obtenir une forme de γ'_{II} que l'on juge correcte tout en intégrant quelques γ'_{III} qui avaient été omis.

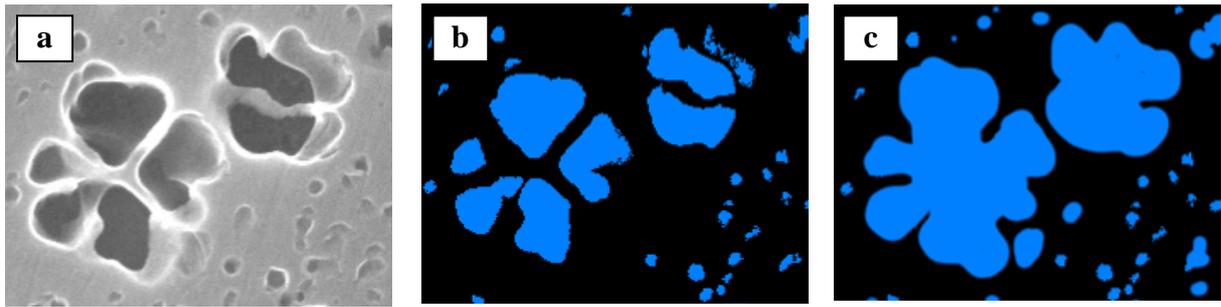


Figure A.9. : Exemple de traitement de binarisation : (a) image avant traitement; (b) après binarisation automatique (non satisfaisant); (c) après retouche.

A.2.7.1) Fraction surfacique et distribution en taille des précipités γ'

A partir d'une image bicolore, Visilog est utilisé pour calculer une série de données associée à chaque particule bleue, telles que la fraction surfacique et le diamètre moyen. La fraction surfacique globale de la phase γ' est obtenue par sommation des fractions de l'ensemble des précipités.

L'obtention du diamètre des précipités va nous servir à évaluer l'évolution de la taille moyenne des précipités tertiaires au cours des différents surveillissements métallurgiques. Pour cela, on trace dans un premier temps les histogrammes de fréquence en taille des précipités (figure A.10), la fréquence étant le nombre de précipités analysés qui ont une taille comprise dans l'intervalle de diamètres considérés. On isole enfin le pic correspondant aux γ' tertiaires et on détermine leur diamètre moyen en faisant une moyenne arithmétique des diamètres pondérés par leurs fréquences respectives.

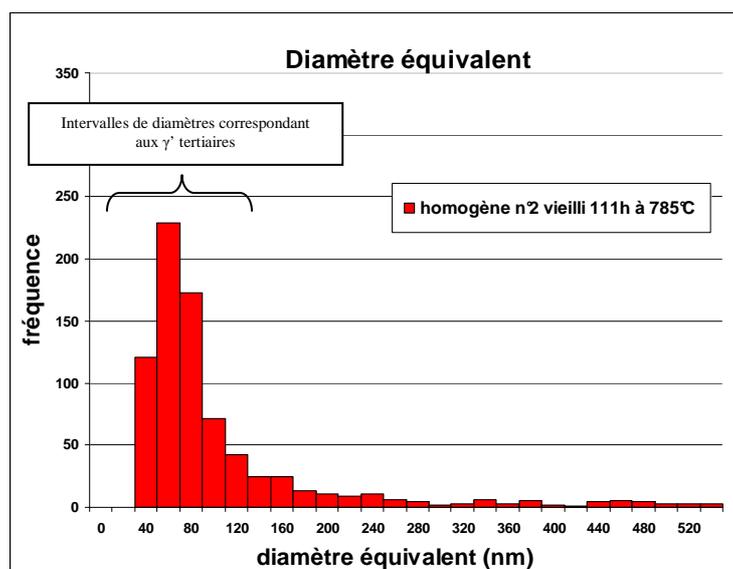


Figure A.10. : Histogramme de la fréquence en taille des précipités γ' tertiaires.

A.2.7.2) Largeur des couloirs de matrice inter-précipités

L'évaluation de la largeur moyenne des couloirs de matrice prend toute son importance dans l'étude des processus de déformation à l'échelle des dislocations. En effet, les définitions des contraintes de cisaillement et de contournement proposées par Hüther [13] et De Witt [14] respectivement, dépendent directement de ce paramètre (cf. Chapitre B2 §B2.1)

La méthode utilisée dans ce travail conduit à une largeur de couloir définie statistiquement à partir de l'image binarisée obtenue précédemment. Dans un premier temps, un traitement des données permet l'obtention d'une carte des distances entre les précipités. A chaque pixel est associée une couleur correspondant à sa distance au plus proche précipité (figure A.11.a). En parallèle, on détermine le squelette de la matrice. Cette étape permet d'obtenir une image binaire composée des pixels situés à égale distance des précipités les plus proches (figure A.11.b).

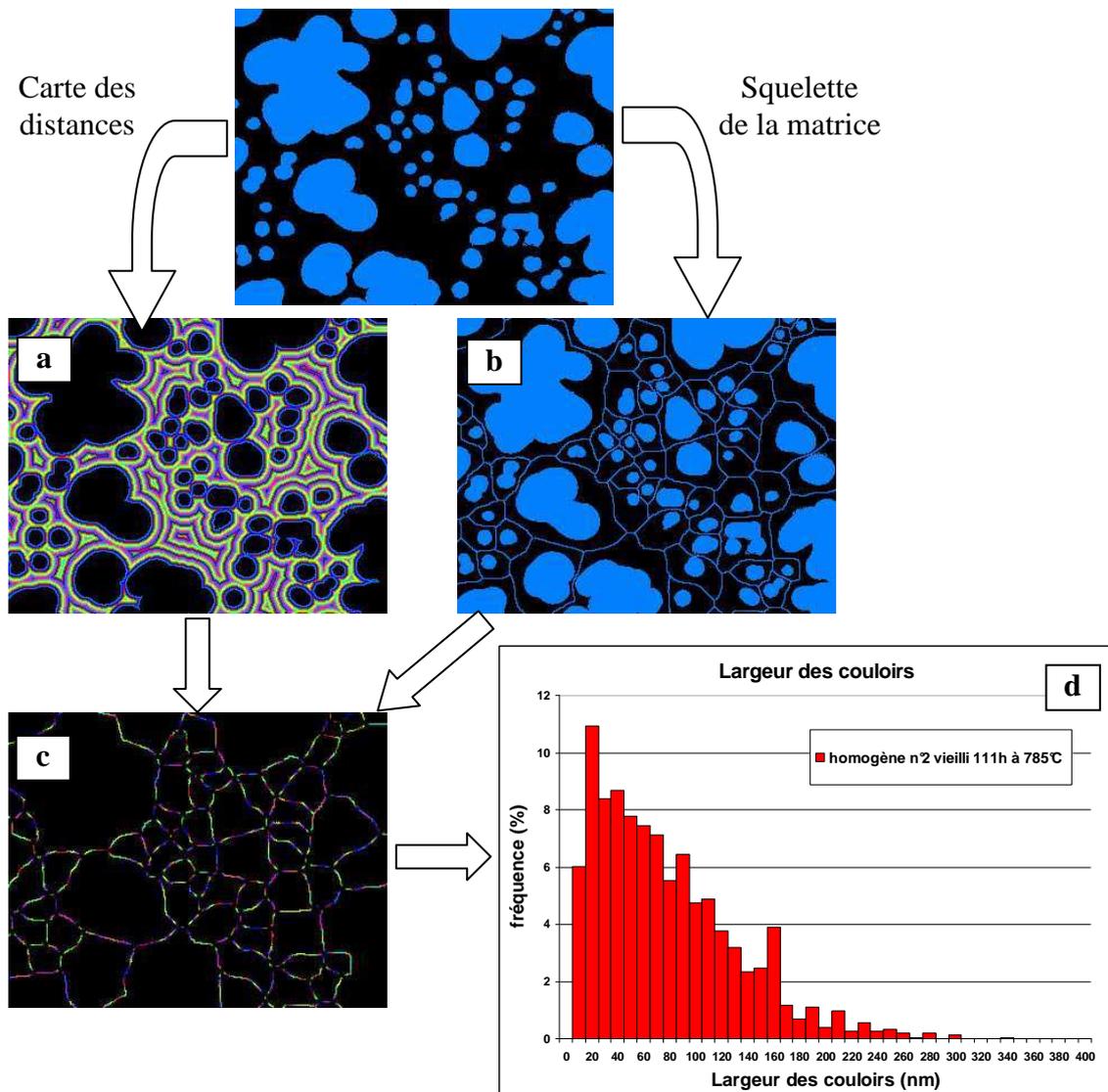


Figure A.11. : Méthode de mesure de la largeur des couloirs inter-précipités.

On retire les points triples du squelette pour obtenir un unique segment entre chaque précipité. Les deux informations sont ensuite couplées. Une couleur, fonction de la distance, est ainsi associée à chaque pixel du squelette figure (A.11.c). Enfin, pour chaque segment du squelette, le pixel correspondant à la distance minimale est récupéré. La valeur associée est multipliée par deux (pour obtenir la largeur du couloir) et intégrée à un tableau. Il est alors possible de tracer l'histogramme de la fréquence en largeur de couloir (figure A.11.d).

Pour l'exemple présenté ici, la valeur moyenne de la largeur des couloirs inter-précipités est d'environ 75 nm. Cette valeur pourra être utilisée pour interpréter les différences de comportement mécanique du matériau en fluage ou fatigue-fluage, dans des états « standards » et / ou surveillés.

A.3) Présentation des divers états matière de l'étude

Les deux états microstructuraux utilisés lors de cette étude ont été fabriqués chez Aubert & Duval et nous ont été fournis par l'entreprise Turboméca du groupe SAFRAN. Il s'agit de deux bruts de disque prévus pour les applications décrites ci-dessous :

- Brut de disque de turbine haute pression (HP) pour applications aéronautiques (figure A.12.a). Diamètre extérieur : 120 mm.
- Un tiers de brut de disque pour turbine haute pression dédiée à des applications terrestres (figure A.12.b). Diamètre extérieur : 410 mm.



Figure A.12. : *a) Brut de disque de turbine HP pour applications aéronautiques.
b) Brut de disque de turbine HP pour applications terrestres.*

Une fourchette de la composition chimique de l'alliage composant ces deux pièces est donnée dans le tableau A.2.

Udimet 720Li	Ni	Cr	Co	W	Mo	Ti	Al	C
% massique mini	Base	15,95	14,6	1,15	3	5,1	2,5	0,011
% massique maxi	Base	16,5	14,7	1,3	3	5,1	2,6	0,015

Tableau A.2 : Fourchette de composition chimique du superalliage Udimet 720Li (en % massique)

Les deux disques ont été élaborés par Aubert & Duval selon la voie lingot coulé – forgé détaillée précédemment (paragraphe A.1.4.1). Les conditions de forgeage restent confidentielles. Après forgeage, les pièces subissent un traitement thermique composé d'une mise en solution supersolvus suivie par deux traitements de vieillissement consécutifs (figure A.13). Les valeurs précises de $T_{\text{solvus } \gamma'}$ et de ΔT sont confidentielles.

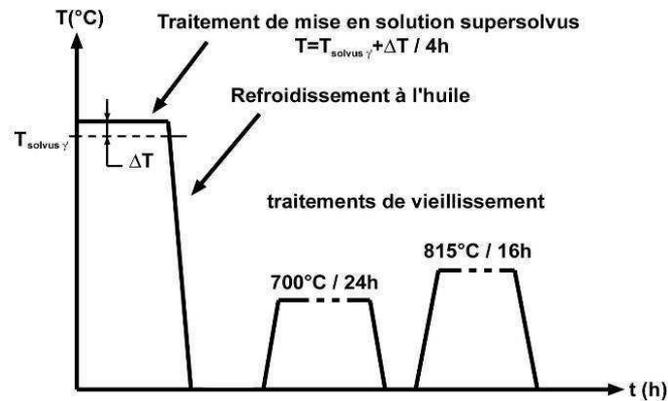


Figure A.13. : Traitement thermique supersolvus avec deux revenus, appliqué aux deux pièces après forgeage.

Pour chaque état microstructural, la microstructure métallurgique a été caractérisée à différentes échelles. Celle des grains, dans un premier temps, par microscopie optique, MEB et EBSD afin d'obtenir une information tant sur leur taille que sur leur orientation cristallographique. Dans un second temps, la précipitation γ' a été observée au MEB, MEB-FEG et MET pour déterminer la fraction surfacique de précipités ainsi que la taille moyenne de chaque population de γ' . Ces observations sont détaillées pour chaque état microstructural dans les paragraphes suivants.

A.3.1) Caractérisation à l'échelle des grains

Une tranche radiale a été prélevée dans chaque disque. La microstructure à l'échelle des grains a été caractérisée par microscopie optique et microscopie électronique à balayage après une attaque chimique (attaque électrochimique tri-acides cf. p.13) qui révèle les joints de grains (figure A.14). Elle est cependant décrite de façon plus complète à partir des cartographies EBSD qui distinguent notamment les joints de grains « généraux » des joints de macle. Ces macles doivent être ou non prises en compte séparément des grains selon les aspects considérés ; de ce fait, des cartographies EBSD associant les macles aux grains « mères » ont été reconstruites. Pour les deux types de cartographies, les distributions en taille sont calculées et sont présentées avec les squelettes granulaires pour les deux états métallurgiques étudiés (figure A.15 et figure A.16).

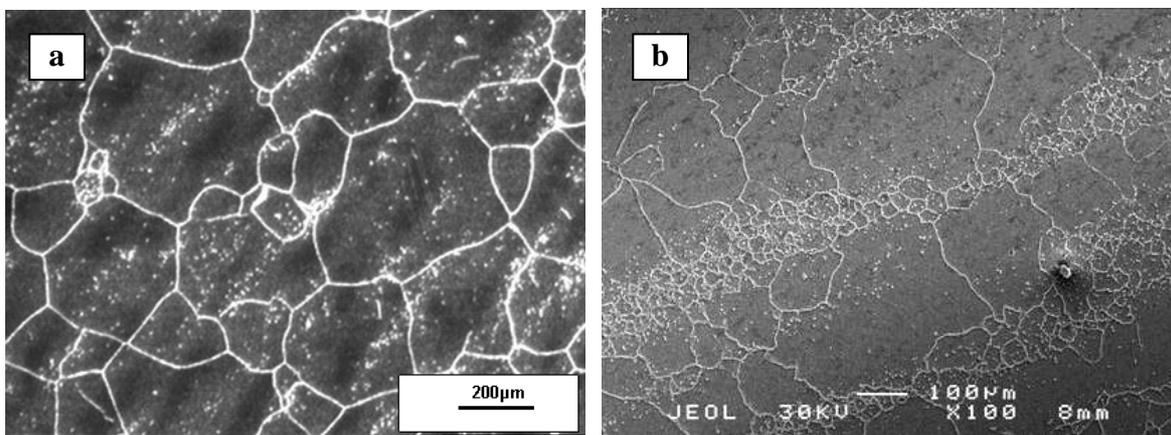


Figure A.14. : Comparaison des différentes microstructures à l'échelle des grains
(a) structure homogène (microscopie optique) ; (b) structure hétérogène (microscopie électronique à balayage).

Pour le disque à applications aéronautiques, le diamètre des grains est principalement compris entre 100µm et 800µm pour une moyenne d'environ 276µm en considérant les macles, 374µm en les excluant. La taille est relativement homogène dans l'ensemble du disque. Pour simplifier les appellations par la suite, nous qualifierons cet état microstructural de « **Structure Homogène** ».

Pour le disque à applications terrestres, la microstructure à l'échelle des grains se caractérise par une double population : des gros grains (125µm-500µm) entourés par des chapelets de petits grains (40µm-60µm). La répartition « en bandes » gros grains / petits grains est régulière à l'échelle centimétrique. La taille moyenne est de 116µm en considérant ces deux populations avec les macles, et de 164µm en excluant ces dernières. Cet état microstructural sera appelé par la suite « **Structure Hétérogène** ».

Cette structure bimodale est due à la taille importante de la pièce. Lorsque cette dernière est trop massive, le risque de macro-ségrégation chimique augmente, ces hétérogénéités ayant pour effet de modifier la température de solvus des γ' . Lors du forgeage, les précipités γ' s'alignent sur les lignes de fibrage. Lors du traitement de grossissement des grains, les zones où la température de dissolution est plus élevée vont connaître une croissance de grains moindre que celles où la température de dissolution est plus faible. Cet effet est à relier à la présence des gros γ' primaires non dissous au niveau des joints de grains qui contribuent à bloquer la croissance granulaire [15].

En plus de la taille de grains, les mesures EBSD ont également permis la caractérisation des textures cristallines. Il fallait, en effet, dès le début de l'étude, évaluer le niveau de texture compte tenu de ces implications potentielles sur le plan des propriétés mécaniques.

Les figures A.17 et A.18 présentent les cartographies d'orientation cristallographique correspondant aux zones utilisées pour la détermination des tailles de grains. Le codage couleur est associé à la normale à la surface des échantillons. De nouveau, les cartographies sont proposées avec ou sans la contribution des macles. Une évaluation des textures d'orientation a été réalisée à partir de ces données (figures de pôle {100}, {110} et {111} figure A.17 et A.18). Globalement, les deux structures sont très peu texturées sur le plan cristallin, l'indice de texture n'atteignant que 2,7 / 1,8 pour les états microstructuraux homogène / hétérogène, et 2,7 / 2,0 en ne considérant pas les macles.

Une très forte texture de désorientation est présente pour les deux structures. Cette texture est due exclusivement à la présence d'une grande densité de macles de type $\Sigma 3$.

Pour la structure hétérogène, une analyse plus complète a concerné la double population en taille de grains. Les figures A.19 et A.20 reportent séparément les squelettes granulaires, les cartographies d'orientation ainsi que les figures de pôles pour des grains de taille inférieure ou supérieure à 100 μm , respectivement. Aucune texture marquée n'apparaît (indice de texture : 1,7 / 2,9 pour les petits / gros grains).

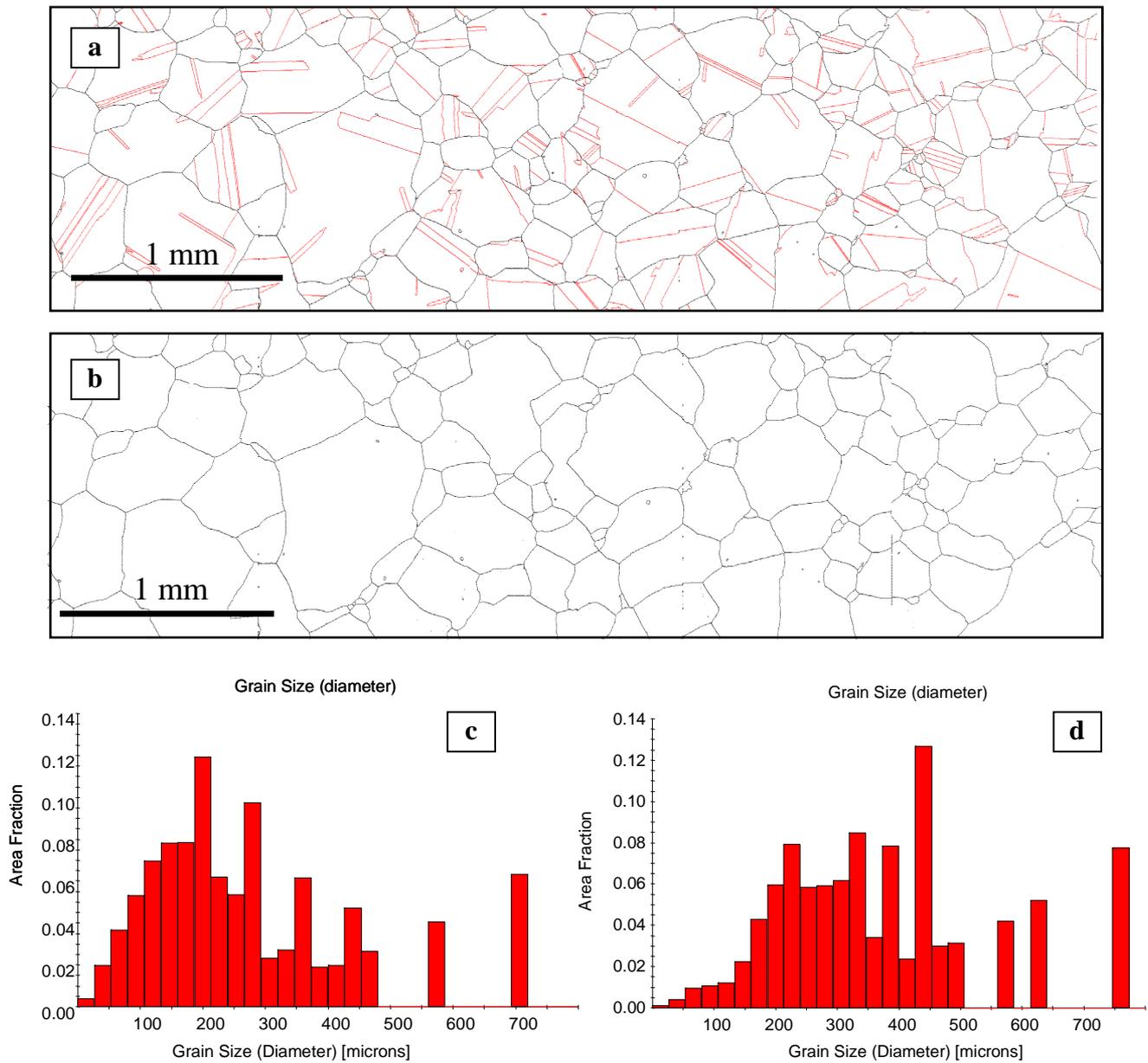


Figure A.15. : *Structure Homogène : (a) Cartographie des joints de grains : en noir les joints généraux [5-180°], en rouge les macles $\Sigma 3$. (b) Cartographie où les macles sont associées aux grains « mères ». (c) histogramme des tailles de grains avec macles et (d) sans les macles (grains reconstruits).*

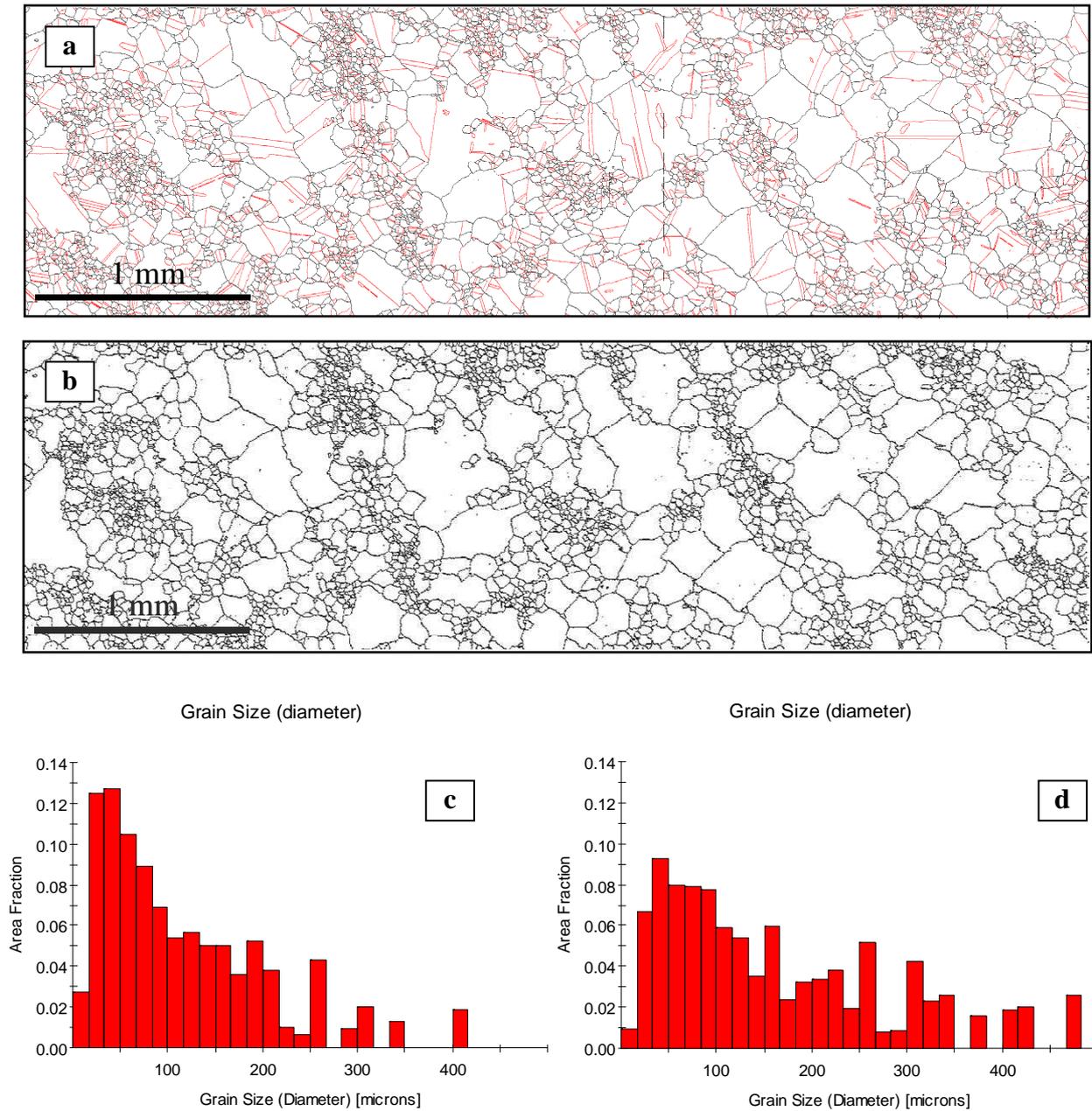


Figure A.16. : *Structure Hétérogène : (a) Cartographie des joints de grains : en noir les joints généraux [5-180°], en rouge les macles $\Sigma 3$. (b) Cartographie où les macles sont associées aux grains « mères ». (c) histogramme des tailles de grains avec macles et (d) sans les macles (grains reconstruits).*

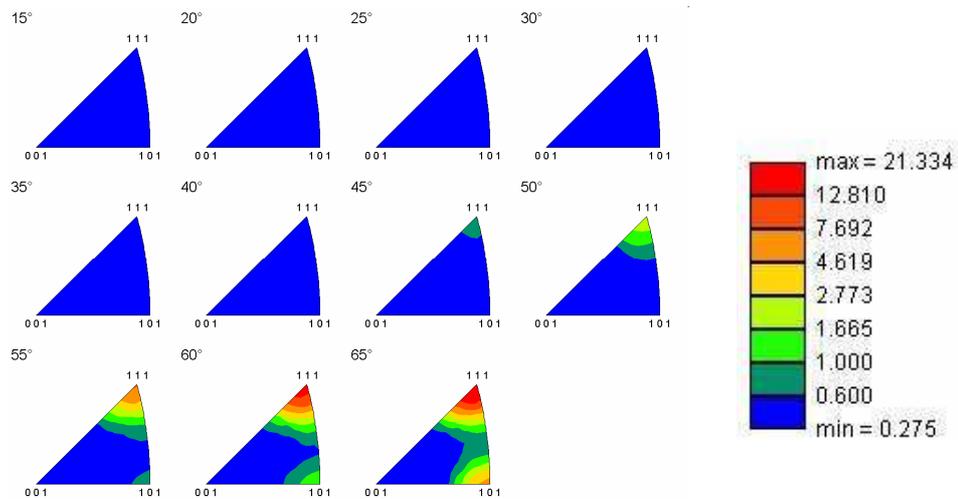
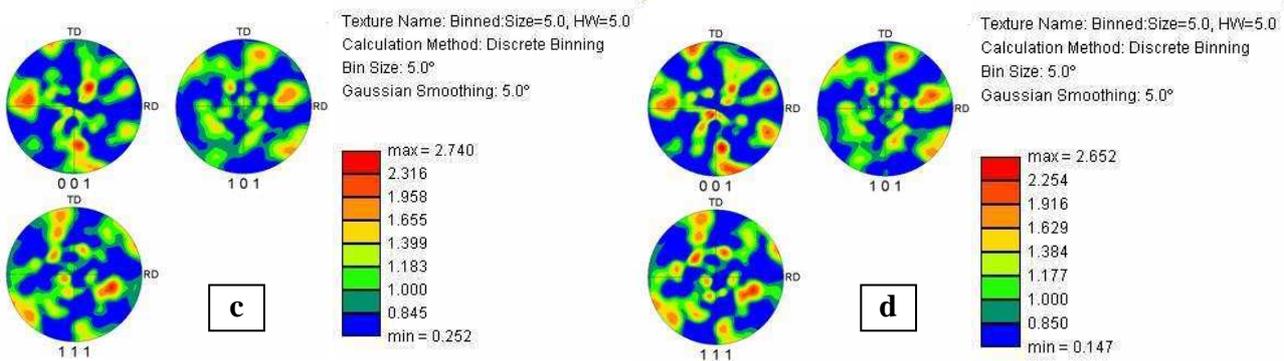
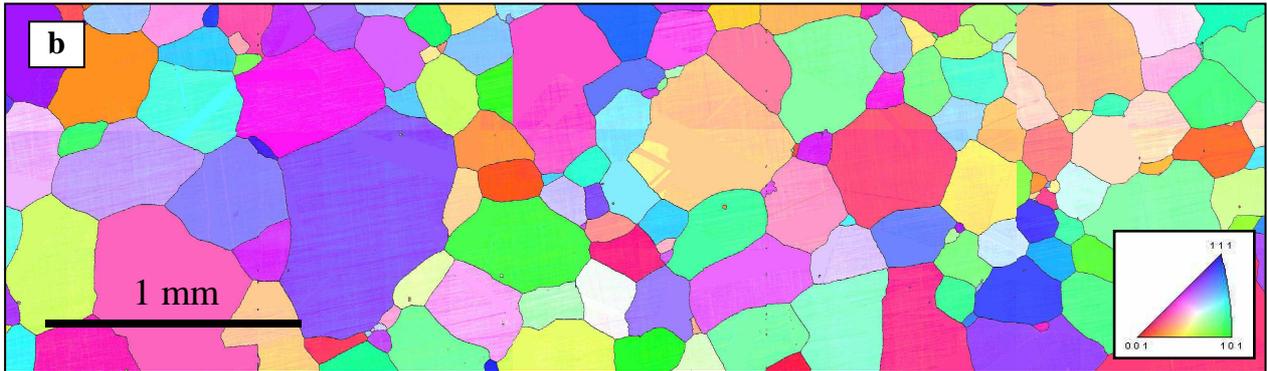
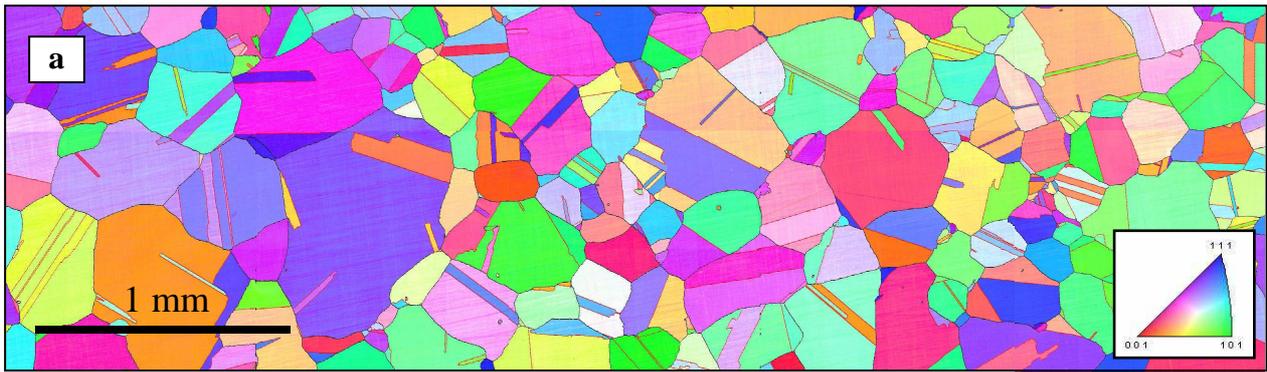


Figure A.17. : Structure Homogène : cartographies d'orientations cristallographiques (a) avec contribution des macles et (b) sans contribution des macles. Figures de pôles (c) avec macles et (d) pour les grains reconstruits. (e) Texture de désorientation avec macles.

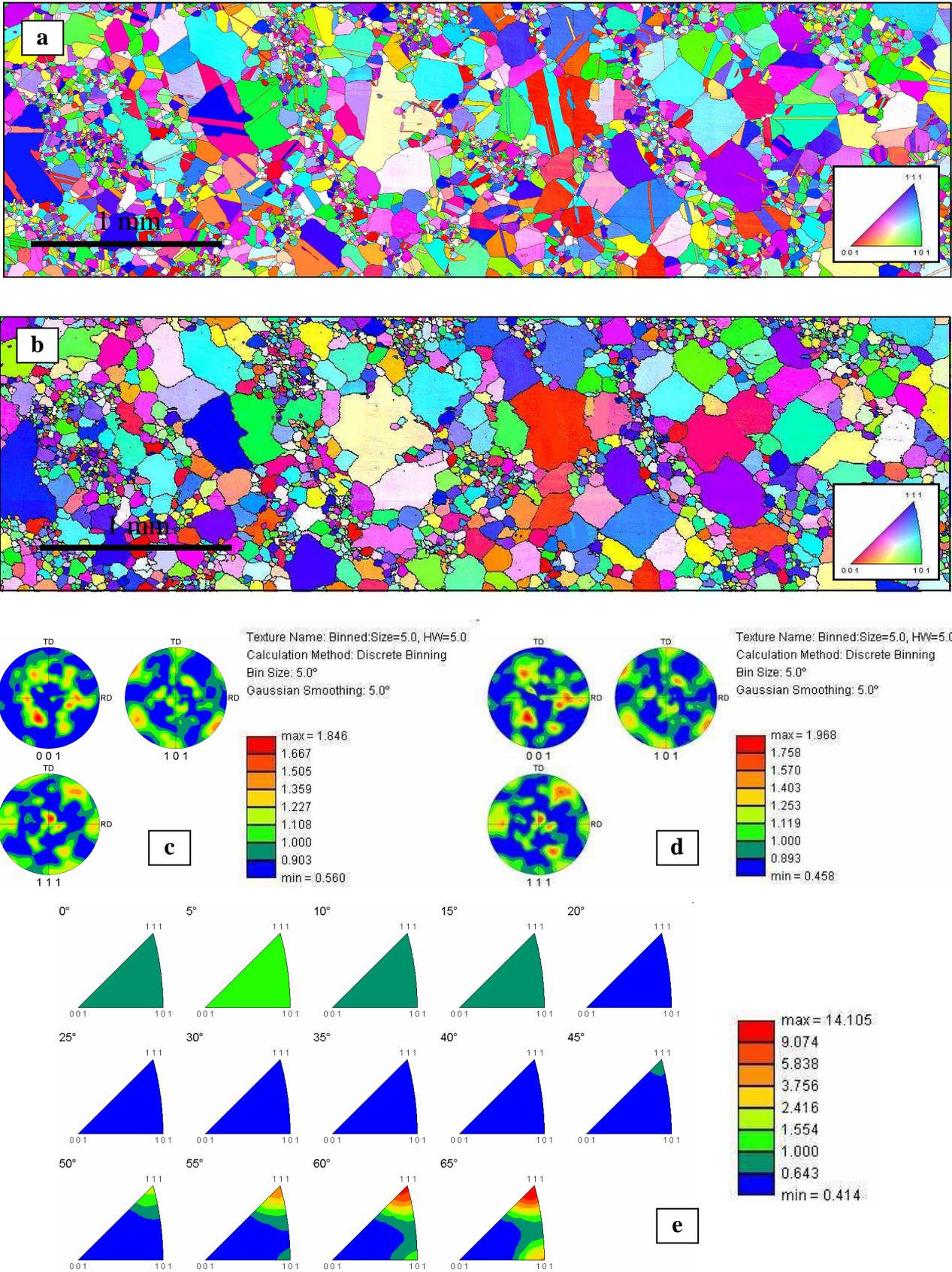


Figure A.18. : Structure Hétérogène : cartographies d'orientations cristallographiques (a) avec contribution des macles et (b) sans contribution des macles. Figures de pôles (c) avec macles et (d) pour les grains reconstruits. (e) Texture de désorientation avec macles.

Taille de grains inférieure à 100 μ m (grains reconstruits)

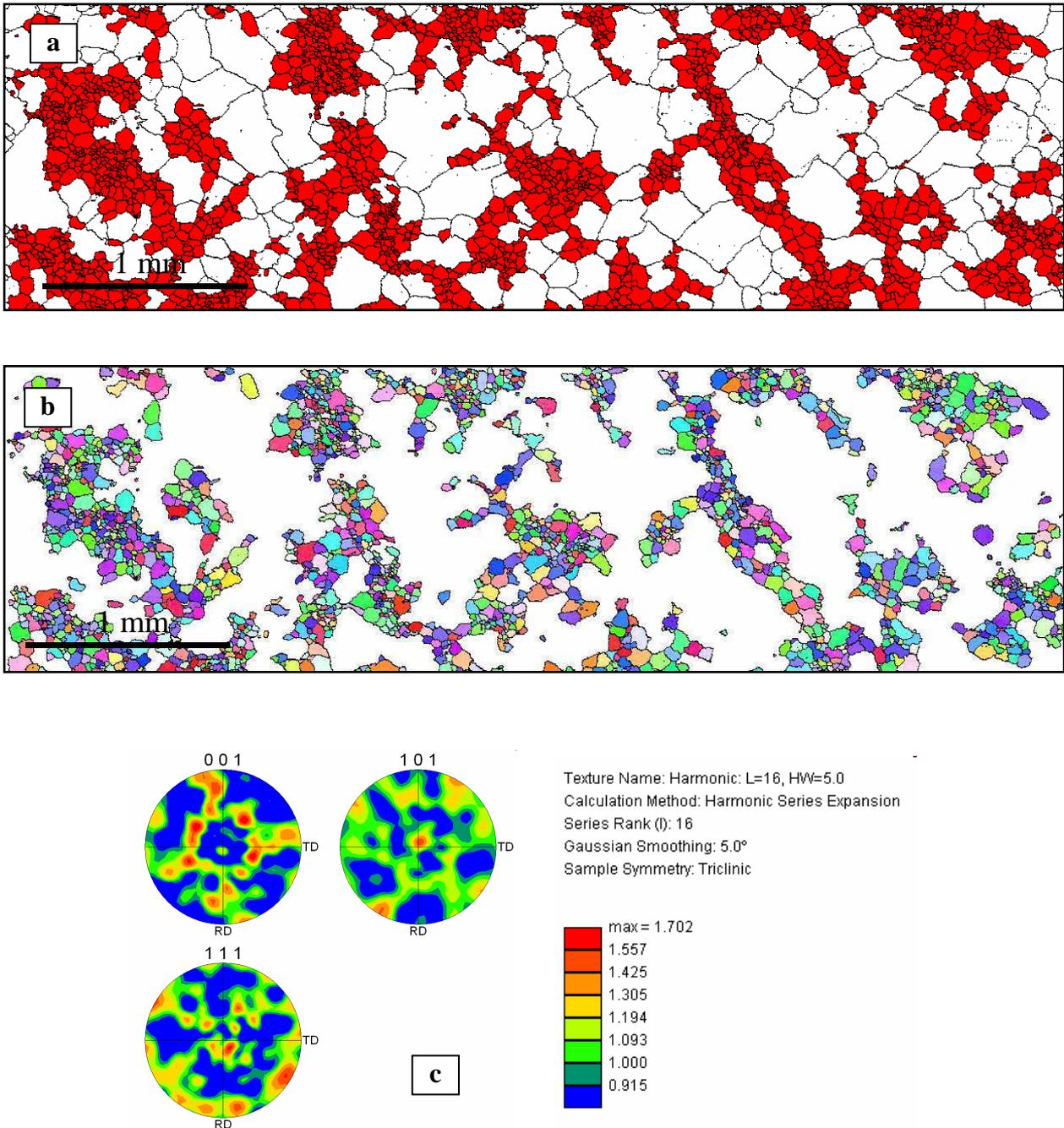


Figure A.19. : *Structure Hétérogène : (a) squelette de la microstructure granulaire. Les grains de taille inférieure à 100 μ m sont colorés en rouge. (b) cartographie des orientations cristallographiques des petits grains uniquement. (c) figures de pôles.*

Taille de grains supérieure à 100 μ m (grains reconstruits)

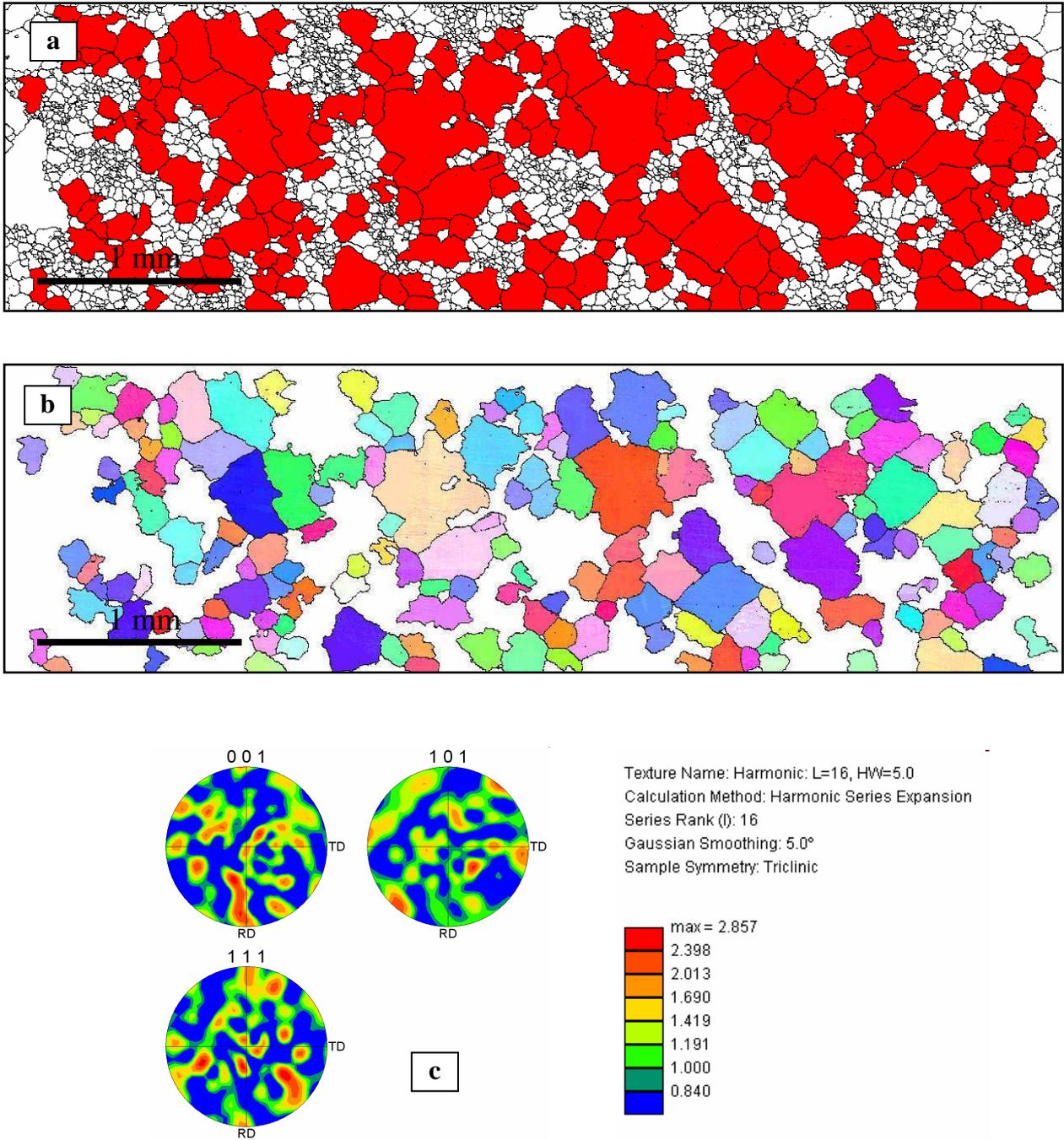


Figure A.20. : *Structure Hétérogène : (a) squelette de la microstructure granulaire. Les grains de taille supérieure à 100 μ m sont colorés en rouge. (b) cartographie des orientations cristallographiques des gros grains uniquement. (c) figures de pôles.*

A.3.2) Caractérisation à l'échelle de la précipitation γ'

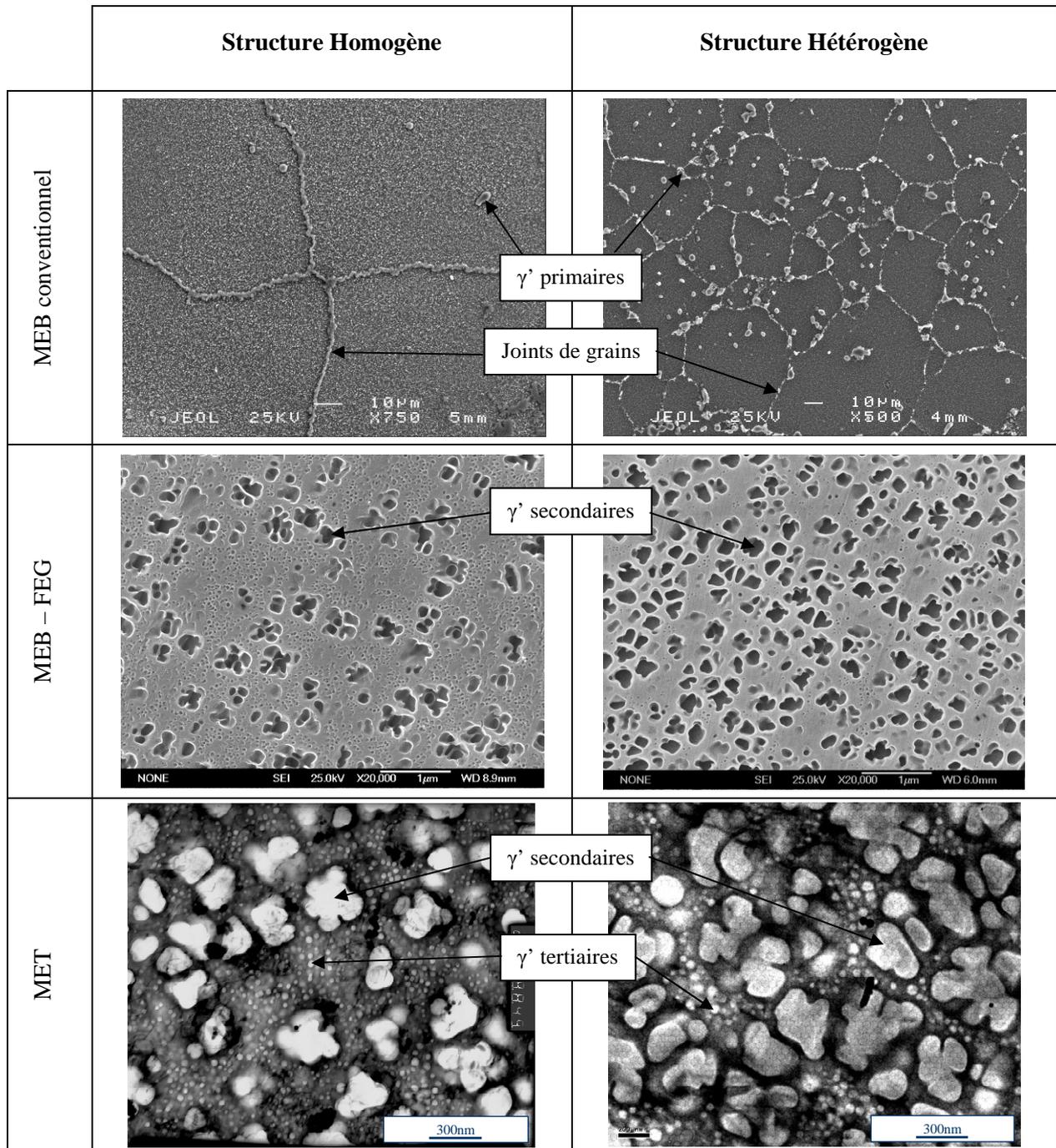


Figure A.21. : Comparaison des microstructures de précipitation par différents moyens d'observation microscopique.

La fraction surfacique de la précipitation γ' a été calculée avec Visilog à partir d'images obtenues par MEB-FEG. Elle est d'environ 43% pour la structure Homogène et de 46% pour la structure Hétérogène.

Dans les deux états microstructuraux, trois populations différentes de précipités γ' ont été identifiées (figure A.21):

- **Les précipités γ' primaires** présents à l'intérieur des grains ainsi que sur les joints de grains et de taille moyenne comprise entre $2\mu\text{m}$ et $5\mu\text{m}$. La structure Hétérogène présente un plus grand nombre de γ' primaires, notamment au niveau des zones de petits grains. Ces derniers n'ont pas été dissous lors du traitement de mise en solution en raison des ségrégations chimiques qui modifient la température de solvus (cf § A.3.1). Ils ont contribué à bloquer la croissance granulaire au sein de ces zones.
- **Les précipités γ' secondaires** intragranulaires avec une taille moyenne allant de 200nm à 400nm. Leur forme est variée allant du cube à une structure en « chou-fleur ». La fraction de γ' secondaires est moindre dans la structure Homogène.
- **Les précipités fins γ' tertiaires** de formes sphériques avec un diamètre moyen compris entre 30nm et 50nm. Ils sont présents dans les couloirs de matrice entre les précipités secondaires. Un très grand nombre de précipités tertiaires encombrant les couloirs de matrice dans la structure Homogène. Au contraire, pour la structure Hétérogène, la densité de γ' tertiaires présents dans les couloirs inter-précipités est faible.

La largeur moyenne des couloirs de matrice inter-précipités a été évaluée par la méthode explicitée précédemment. Il en résulte une largeur moyenne de 30nm pour la structure Homogène et de 50nm pour la structure Hétérogène. Le tableau A.3 ci-dessous regroupe des intervalles représentatifs des tailles des différents précipités et des largeurs de couloirs pour les deux états microstructuraux.

	γ' primaires	γ' secondaires	γ' tertiaires	Largeur couloirs
Matériau homogène	2 – 5 μm	300-350 nm	40-60 nm	20-40 nm
Matériau hétérogène	2 – 5 μm	260-280 nm	30-50 nm	40-60 nm

Tableau A.3 : Tableau récapitulatif des tailles moyennes des différents précipités et des largeurs de couloirs pour les deux structures.

Les deux types de microstructures se distinguent clairement notamment en ce qui concerne la densité de γ' tertiaires ou la largeur des couloirs inter-précipités. On peut donc s'attendre à ce que ces caractéristiques microstructurales aient des répercussions significatives sur le comportement mécanique. Ces répercussions seront développées dans les chapitres suivants.

A.3.3) Remarque

Au cours de l'étude, un deuxième lot matière à structure homogène a été fourni par Turboméca pour compléter les essais du 1^{er} lot Homogène. Ce disque a été étudié de la même manière que les deux autres. Il présente des caractéristiques tout à fait similaires à l'échelle des grains : taille de grains relativement homogène d'environ 355 μm et absence de texture d'orientation marquée. Cependant, certaines différences concernent l'échelle de la précipitation γ' (figure A.22).

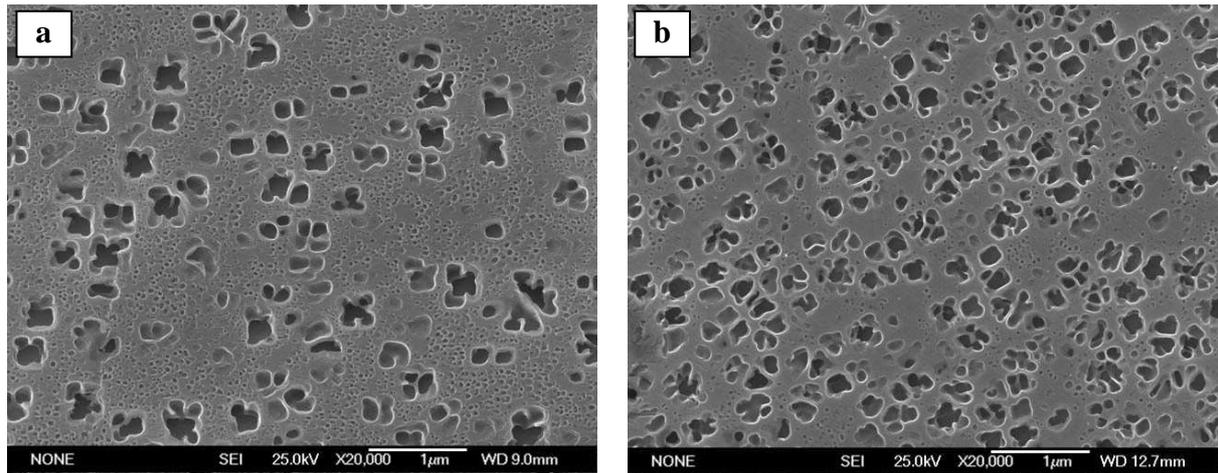


Figure A.22. : Comparaison des microstructures de précipitation pour le lot Homogène (a) et le lot additionnel (b).

La fraction surfacique totale de précipités γ' , évaluée avec Visilog, est équivalente avec une valeur comprise entre 42% et 43%. Il en va de même avec la répartition en taille des précipités. Le diamètre moyen des tertiaires est de l'ordre de 45nm et la taille des secondaires est comprise entre 200nm et 400nm pour les deux lots. Les différences les plus significatives résident en une fraction surfacique plus importante de γ' secondaires et un nombre bien plus faible de précipités tertiaires encombrant les couloirs de matrice dans le lot additionnel. La largeur moyenne des couloirs de matrice est de l'ordre de 42nm, alors qu'elle n'était que de 30nm pour l'homogène lot n°1. Les répercussions de ces différences microstructurales en terme de propriétés mécaniques sont détaillées dans la partie B.

Ce lot matière sera désigné par l'appellation « **Structure Homogène lot n°2** ».

A.4) Procédures expérimentales

A.4.1) Prélèvement dans les disques

Afin d'assurer une comparaison pertinente entre les différents essais correspondant au même lot matière, les éprouvettes ont été prélevées de telle sorte que leur microstructure soit similaire tant à l'échelle des grains qu'à celle de la précipitation γ' . Cette dernière dépendant principalement de la vitesse de trempe après mise en solution, les courbes isothermes de refroidissement des disques ont été utilisées. La vitesse de refroidissement étant plus importante en surface de pièce, la microstructure de précipitation est essentiellement composée de petits γ' secondaires avec très peu de tertiaires, contrairement au cœur de la pièce. Ce travail de repérage des zones de prélèvement est une étape préliminaire indispensable. Le plan de prélèvement de chaque disque est donné dans les paragraphes suivants.

A.4.1.1) Structure Homogène Lot n°1 et Lot n°2

La prise en compte des isothermes de refroidissement, de la taille de grains et de la précipitation γ' a permis de définir la zone de prélèvement pour les éprouvettes présentées sur la figure A.23.a. Par ailleurs, l'étude EBSD des textures d'orientation a montré que le matériau était faiblement texturé dans toutes les directions. La compréhension des résultats d'essais correspondant aux éprouvettes prélevées radialement et transversalement est possible sans craindre une trop grande dispersion de propriétés mécaniques. On préférera toutefois comparer les éprouvettes de même direction de prélèvement dans la mesure du possible.

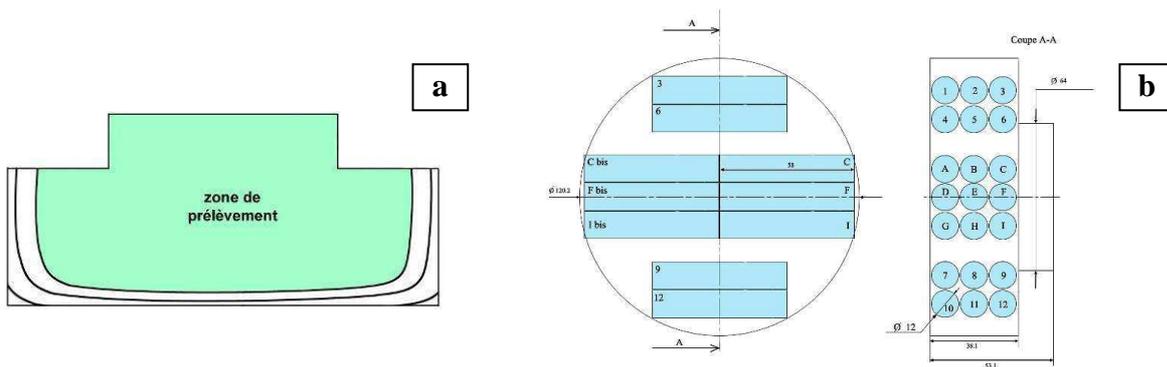


Figure A.23. : Zone de prélèvement (a) et plan de prélèvement des éprouvettes (b) pour le disque de turbine HP application aéronautique (Structure Homogène lot n°1 et n°2).

A.4.1.2) Structure Hétérogène

De la même manière que pour l'autre disque, une zone de prélèvement a été définie à partir de l'observation des différentes échelles de microstructure (figure A.24). Pour ce lot matière, il faut garder en mémoire l'existence des chapelets de petits grains orientés dans le sens du fibrage. Il est malheureusement difficile de prendre en compte tous ces paramètres sans exclure un grand nombre d'éprouvettes. Toutefois, pour limiter les dispersions de propriétés mécaniques, les essais comparatifs sont issus de la même zone de prélèvement.

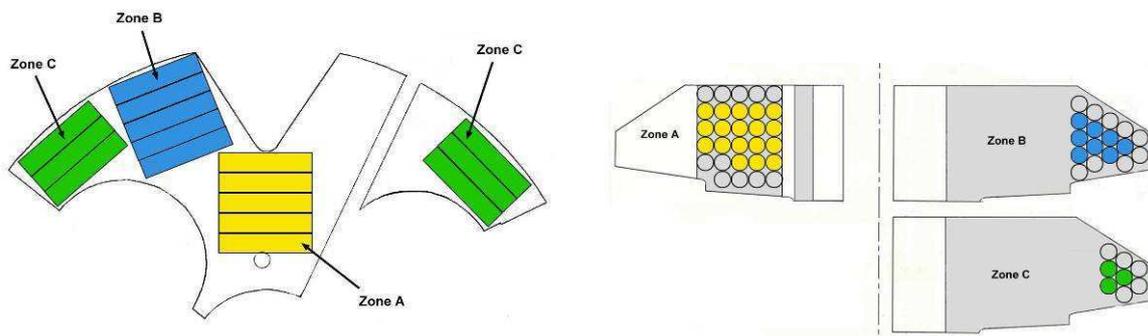


Figure A.24. : Plan de prélèvement des éprouvettes pour le disque de turbine HP application terrestre (Structure Hétérogène).

A.4.1.3) Epreuve utilisée

La même géométrie d'éprouvette a été utilisée dans l'ensemble de l'étude pour les essais de traction, fatigue, fluage et fatigue-fluage. Leur schéma d'usinage est présenté figure A.25.

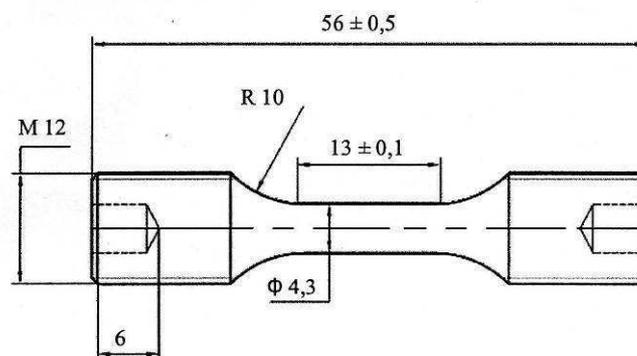


Figure A.25. : Schéma d'usinage des éprouvettes utilisées pour l'ensemble de l'étude.

Avant essai, un polissage du fût est réalisé afin d'éviter tout amorçage de fissure à partir de trace d'usinage d'une part et également permettre l'observation au MEB des modes de déformation et d'endommagement aux échelles microscopiques d'autre part. La procédure de polissage est la même pour toutes les éprouvettes de manière à limiter les effets dispersifs. Elle consiste à polir au papier SiC puis au spray diamanté jusqu'au grade $1\mu\text{m}$. Les dimensions de cette éprouvette permettent en particulier l'usage d'un extensomètre à chaud fixé sur la partie utile (figure A.26). Pour éviter que les bras de l'extensomètre ne glissent sur la surface polie de l'éprouvette, deux points de colle, composée de poudre céramique et de solvant résistants à haute température, ont été déposés sur le fût aux points de contact.

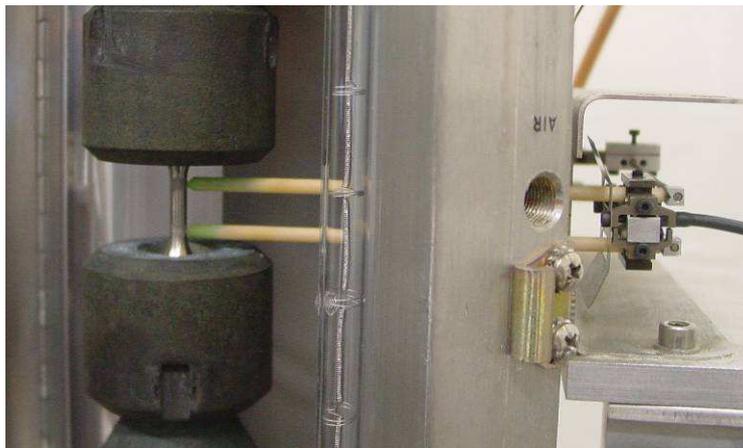


Figure A.26. : *Extensomètre céramique pour essais à haute température, appuyé sur la partie utile de l'éprouvette.*

A.4.2) Moyens d'essais mécaniques sous air

A.4.2.1) Essais de traction, fatigue et fatigue-fluage sous air

Les essais de traction, fatigue et fatigue-fluage sous air ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron 1362 équipée d'un four à lampes pouvant atteindre 1000°C et d'une cellule de charge avec une capacité dynamique de 50kN (figure A.27). La déformation a été suivie par un extensomètre à couteaux en céramique.

Les essais de fatigue et fatigue-fluage ont été réalisés en contrôle de charge et la génération du signal ainsi que l'acquisition de la déformation ont été assurées par le logiciel Instron LCF. Pour les essais de traction, la vitesse de déformation imposée a été programmée et l'acquisition a été réalisée à l'aide de tables traçantes.

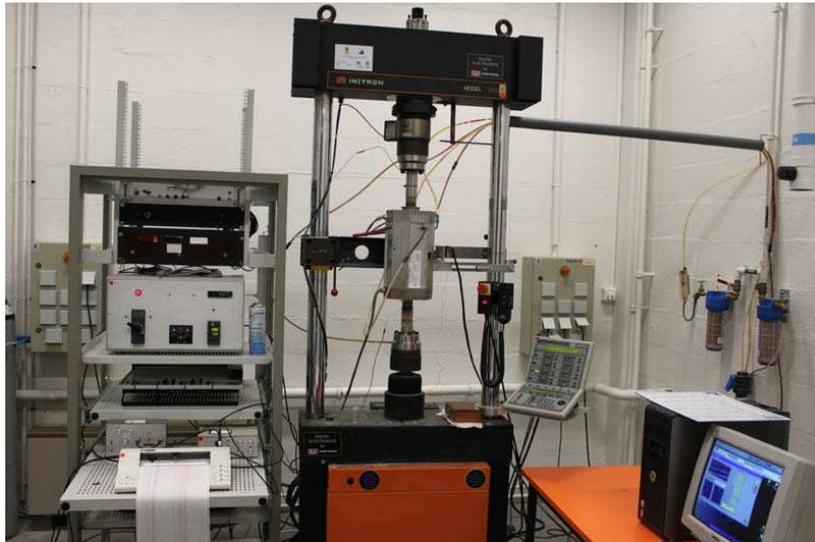


Figure A.27. : *Machine de fatigue électromécanique sous air Instron 1362.*

Tous les tests ont été menés à une température de 700°C. Les signaux d'asservissement utilisés en fatigue et fatigue-fluage sont triangulaires et trapézoïdaux respectivement (figure A.28). Les principales caractéristiques des essais réalisés sont listées ci-dessous :

- Essais de Traction : vitesse de déformation : 10^{-4} s^{-1} .
- Essais de Fatigue : Plage de contrainte : 750 – 1000 MPa.
Rapport de charge : $R=0,05$.
Fréquence 1 Hz.
- Essais de Fatigue-fluage : Plage de contrainte : 650 – 800 MPa.
Rapport de charge : $R=0,05$.
Temps de maintien : $\Delta t = 1$ seconde à 1000 secondes.

La plupart des essais ont été menés jusqu'à rupture ; d'autres ont été interrompus à une même déformation plastique cumulée de 0,15% (étude sur les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations).

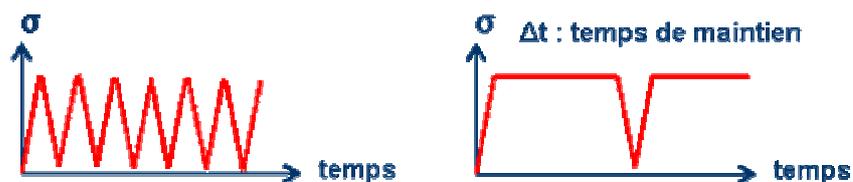


Figure A.28. : *Signaux utilisés lors des essais de fatigue et de fatigue-fluage.*

A.4.2.2) Essais de fluage sous air

Les essais de fluage ont été effectués sur une machine classique de type Adamel à double ligne équipée d'un four à résistance (figure A.29). Les éprouvettes sont sollicitées à charge constante par l'intermédiaire de poids suspendus à un bras de levier. Des extensomètres de type LVDT (Linear Variable Displacement Transducer) ont été utilisés pour le suivi de la déformation. L'acquisition du signal délivré par les LVDT a été assurée par le logiciel Measure Foundry.



Figure A.29. : *Machine de fluage sous air Adamel double ligne.*

A.4.3) Essais sous vide

Les essais de fatigue-fluage sous vide ont été menés sur une machine hydraulique Instron 8501 équipée d'un four à résistances électriques pouvant atteindre une température de 1000°C (figure A.30). Sur cet équipement, le four chauffe l'enceinte à vide. Le système de pompage constitué d'une pompe primaire à palette et d'une pompe turbomoléculaire permet d'obtenir un vide secondaire de l'ordre de 10^{-6} mbar à 700°C. La génération du signal et l'acquisition sont assurées par le logiciel Wavemaker.



Figure A.30. : *Machine de fatigue hydraulique sous vide Instron 8501.*

Les différents essais de fatigue-fluage ont été menés à 700°C en contrôle de charge à des contraintes comprises entre 700 MPa et 800 MPa, et pour des temps de maintien à charge maximale compris entre 1 seconde et 1000 secondes.

La réalisation d'essais mécaniques sous vide équivalents à ceux réalisés sous air a nécessité la mise en place d'une procédure spécifique. En effet, la mise sous vide de l'enceinte crée une dépression ressentie par la cellule de force. Cette dernière, étant en contrôle de charge, va compenser cette dépression ressentie en imposant de la compression à l'éprouvette. La valeur de ce décalage en charge a été évaluée en mettant sous vide l'éprouvette en contrôle de position et en lisant la charge vue par la cellule de charge. Le décalage obtenu est d'environ 420 N, c'est-à-dire 30MPa pour la géométrie d'éprouvette utilisée, ce qui est loin d'être négligeable pour notre matériau dans ce domaine de température. Cet effet a été compensé.

A.4.4) Contrôle de la température

Un des points essentiels de l'étude a concerné la maîtrise de la température tout au long de la campagne d'essais. En effet il était nécessaire, pour éviter toute dispersion, de bien étalonner la température des fours et de mettre au point une procédure de mise en chauffe commune aux différents essais présentés précédemment (air/vide, traction, fatigue, fatigue-fluage, fluage).

Pour cela, des thermocouples de type K ont été fixés en différents points du fût d'éprouvettes d'étalonnage présentées figure A.31. Ils sont insérés au fond de trous borgnes d'environ 2mm de profondeur permettant d'accéder à des températures à cœur d'éprouvette et non en surface. Les valeurs de température obtenues pour les différents étalonnages sont présentées dans le tableau A.4. Les

vitesses de montée en température sous air sont de 240°C/heure depuis la température ambiante. C'est la valeur limite imposée par les différents régulateurs pour éviter d'endommager le four sous l'effet de la dilatation thermique. L'évolution de la déformation au cours de la mise en chauffe via l'extensomètre à chaud a été suivie par table traçante (ou PC d'acquisition) lors des premiers étalonnages. Le but était d'évaluer le temps nécessaire à la stabilisation du montage afin de s'affranchir des effets de la dilatation thermique sur la déformation macroscopique de l'éprouvette.

Cette procédure a été appliquée à tous les bancs d'essais et la durée de mise en chauffe choisie avec stabilisation est de 4 heures. Cette durée est la plus courte convenant à l'ensemble des essais. Les résultats de l'étude sur le vieillissement de l'Udimet 720 (cf. Partie C), permettent d'affirmer qu'il n'y a pas d'évolution significative de la microstructure de précipitation γ' par rapport à l'état initial durant cette mise en chauffe de 4h à 700°C.

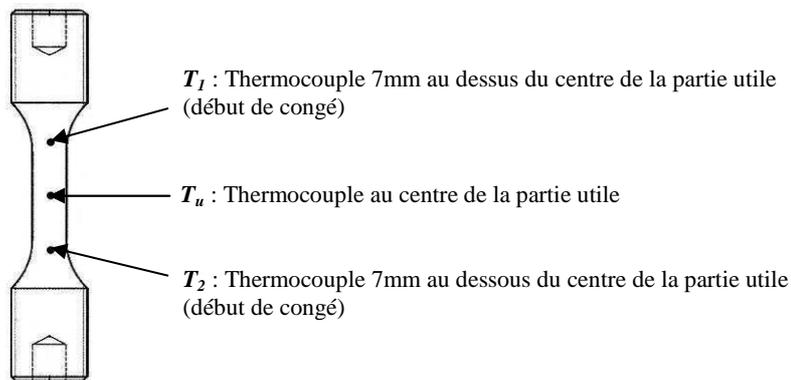


Figure A.31. : Position des thermocouples lors de l'étalonnage thermique pour les différents bancs d'essais.

	Tu (°C)	T1 (°C)	T2 (°C)
Traction, Fatigue, Fatigue-fluage sous air : Instron 1362 (Four à lampes)	700	701	698
Fatigue-fluage sous vide : Instron 8501 DRET (Four à résistances)	700	699	697
Fluage sous air : Adamel (Four à résistances)	700	698	696

Tableau A.4 : Températures obtenues lors des étalonnages sur les différents bancs d'essais (précision de l'ordre de $\pm 3^\circ\text{C}$)

Un gradient de 4°C ($\pm 3^\circ\text{C}$) maximum a été observé sur la partie utile de l'éprouvette lors de l'étalonnage des fours. Compte tenu de la température imposée, l'effet de ce gradient thermique sera négligé.

En raison de l'oxydation des miroirs du four à lampes, des étalonnages réguliers du four ont été effectués (environ toutes les 400 heures d'utilisation). D'autres ont été réalisés après chaque nettoyage du four mais aussi après de longues périodes d'inutilisation ou après remplacement des lampes ou résistances.

Références Bibliographiques

- [1] **R.W. Cahn**, "*The coming of material science*", Pergamon Materials Series, (2001).
- [2] **C.T. Sims**, "*Superalloy II, High temperature materials for aerospace and industrial power*", Ed. John Wiley & Sons, (1987).
- [3] **Astm**, "*Specialty handbook, Heat Resistant Materials*", Davis and associates (Eds), ASTM International, (1997).
- [4] **L. Mirkin, O.D. Kanchev**, "*Relationship between heat resistance and difference in lattice spacing of phases in precipitation-hardening alloys*", Metal Science and Heat Treatment, 9 (1967).
- [5] **P. Beardmore**, "*On the temperature dependence of the flow stress of nickel-base alloys*", Trans AIME, 245 (1969).
- [6] **M. Durand-Charre**, "*The microstructure of Superalloys*", Gordon and Breach Science Publishers, (1997).
- [7] **L.Z. He, Q. Zheng, K.F. Sun, H.R. Guan, Z.Q. Hu, A.K. Tieu, C. Lu and H.T. Zhu**, "*Effect of carbides on the creep properties of a Ni-base superalloy M963*", Mat. Sci. and Eng., 397 (2005).
- [8] **C. Tianyi, Z. Shouhya**, "*Carbides in rapidly solidified IN-100 type superalloy*", Journal of Materials Science Letters, 9 (1990).
- [9] **C.C. Law, M.J. Blackburn**, "*Creep-rupture in powder metallurgical nickel-base superalloys at intermediate temperatures*", Metallurgical Transactions A, 11 (1980).
- [10] **R.C. Reed**, "*The Superalloys - Fundamentals and Applications*", Cambridge University Press, New York, (2006).
- [11] **G.F. Vander Voort**, "*Metallography : Principles and Practice*", ASM International, (1984).
- [12] **B. Flageolet**, "*Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et en fatigue-fluage à 700°C*", Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2005.
- [13] **W. Hüther, B. Reppich**, "*Interactions of dislocations coherent, stress-free ordered particles*", Zeitschrift für Metallkunde, 69 (1978).
- [14] **G. De Witt**, Phys. Rev. (1959).
- [15] **R. Couturier, and Al.**, "*Process development and mechanical properties of alloy 720Li for high temperature turbine disks*", in: TMS (Ed.), Superalloys 2004, Seven Springs, (2004).

Partie B :

Interactions fatigue – fluage à haute température

Cette partie du manuscrit est dédiée aux interactions fatigue-fluage à haute température. Seront présentés dans un premier temps (Chapitre B.1) les résultats des essais mécaniques de traction, fluage, fatigue et fatigue-fluage réalisés à 700°C pour les deux états microstructuraux « homogène » et « hétérogène ». Puis les microstructures de déformation (Chapitre B.2) et les processus d'endommagement (Chapitre B.3) pour les sollicitations de fatigue-fluage sont successivement analysés. Les synthèses qui sont proposées à la fin de chacune de ces parties sont centrées sur la compréhension des différences de comportement entre les deux états microstructuraux étudiés. Le Chapitre B.4 traite des effets d'environnement par une analyse comparative du comportement de ces structures lorsqu'elles sont sollicitées sous air, intégrant les interactions déformation – endommagement – oxydation, ou sous vide (environnement inerte de référence) qui permet de révéler les propriétés intrinsèques des matériaux.

Partie B : Interactions fatigue – fluage à haute température	43
Chapitre B1 : Essais Mécaniques	45
B1.1) Essais de traction	47
B1.2) Essais de fluage	51
B1.3) Essais de fatigue	56
B1.4) Essais de fatigue – fluage	61
Chapitre B2 : Mécanismes de Déformation	71
B2.1) Rappels bibliographiques	73
B2.2) Etude expérimentale des mécanismes de déformation.....	81
B2.3) Discussion	93
Chapitre B3 : Processus d’endommagement	105
B3.1) Processus d’endommagement en fatigue	107
B3.2) Processus d’endommagement en fluage	109
B3.3) Processus d’endommagement en fatigue – fluage	113
Chapitre B4 : Effets d’environnement	123
B4.1) Essais Mécaniques.....	125
B4.2) Processus d’endommagement sous vide	129

Chapitre B1 : Essais Mécaniques

Ce chapitre traite successivement du comportement des deux états microstructuraux « homogène » et « hétérogène » dans le cas d'essais de traction, fluage, fatigue et fatigue-fluage réalisés à haute température. Quelques généralités et éléments bibliographiques à l'attention des lecteurs néophytes sont proposés au début de chacun des paragraphes. Il s'agit de préciser les pratiques expérimentales concernées et de reprendre quelques spécificités de comportement propre aux superalliages à base de nickel polycristallins et / ou au domaine des hautes températures.

Chapitre B1 : Essais Mécaniques	45
B1.1) Essais de traction	47
B1.1.1) Eléments bibliographiques	47
B1.1.2) Résultats expérimentaux	49
B1.2) Essais de fluage	51
B1.2.1) Eléments bibliographiques	51
B1.2.2) Résultats expérimentaux	53
B1.3) Essais de fatigue	56
B1.3.1) Eléments bibliographiques	56
B1.3.2) Résultats expérimentaux	58
B1.4) Essais de fatigue – fluage	61
B1.4.1) Introduction d'un temps de maintien $\Delta t = 10$ secondes	62
B1.4.2) Influence du temps de palier	65
B1.4.3) Synthèse	68

B1.1) Essais de traction

B1.1.1) Eléments bibliographiques

Le comportement en traction a été largement étudié pour différents superalliages polycristallins [1,2] et monocristallins [3,4]. Un des éléments majeurs concerne l'évolution de sa limite d'élasticité en fonction de la température. Concernant l'Udimet 720, trois stades peuvent être dégagés selon la température comme le montre la figure B.1 issue des travaux de Sczerzenie et Mancuso [1]:

- De l'ambiante jusqu'à environ 500-600°C, une décroissance lente de la limite d'élasticité est observée.
- De 500-600°C à 700°C, un léger pic de limite d'élasticité apparaît.
- Au-delà de 700°C, la limite d'élasticité décroît progressivement jusqu'à 800°C puis rapidement pour des températures supérieures.

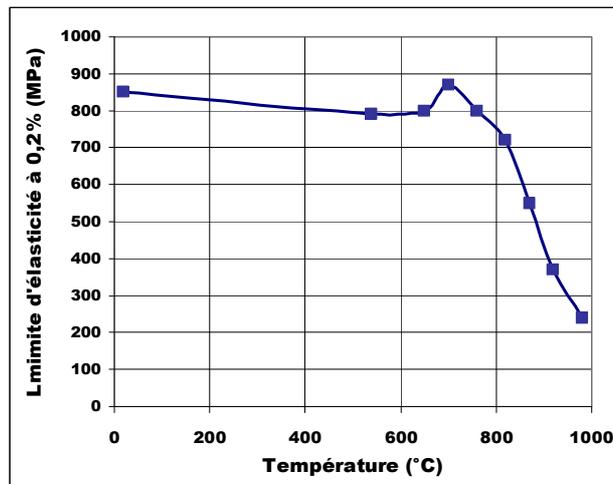


Figure B.1. : Evolution de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% de l'Udimet 720 en fonction de la température (adapté de Sczerzenie et al. [1]).

Ces variations de limite d'élasticité trouvent leur explication dans les différents mécanismes de déformation impliqués à l'échelle des dislocations. La transition d'un mécanisme à l'autre en fonction de la température a notamment été décrite par Diologent [4] pour plusieurs superalliages monocristallins (figure B.2).

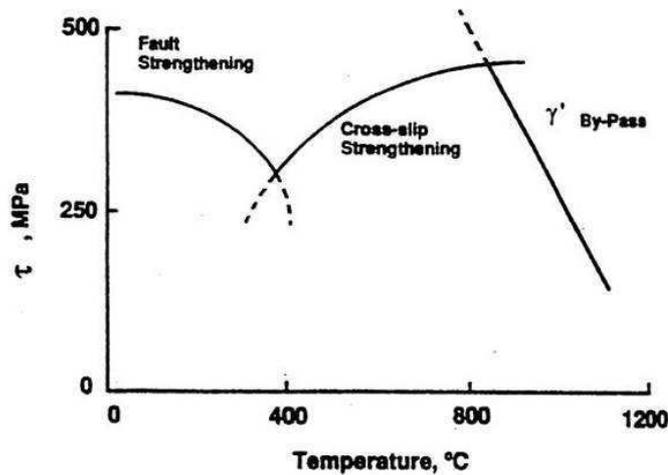


Figure B.2. : Mécanismes dislocationnels responsables de l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température [4].

Jusqu'à 500-600°C, le comportement en traction est essentiellement contrôlé par un mécanisme de cisaillement. Ce mode de déformation, décrit par Milligan et al. [5], correspond à la création de boucles de défauts d'empilement dans les précipités γ' suite à la dissociation d'une dislocation $a\langle 110 \rangle$. Il est actif à température ambiante et participe au durcissement du matériau. Quand la température augmente, ce mécanisme va peu à peu disparaître, entraînant la diminution très progressive de la limite d'élasticité.

Au niveau du « pic », l'augmentation de la limite d'élasticité trouve son origine dans les mécanismes de déformation de la phase γ' et en particulier dans la propension des dislocations vis dissociées à adopter une configuration de type Kear – Wilsdorf [6] (ou verrous de Kear – Wilsdorf) par glissement dévié dans le plan cubique, favorisant le durcissement [7].

Pour des températures supérieures à 700°C, les mécanismes de contournement vont être favorisés. Au fur et à mesure de l'augmentation de température, les plus petits précipités γ' vont se remettre en solution induisant une diminution de leur fraction volumique et un élargissement des couloirs de matrice. La contrainte d'Orowan va donc décroître jusqu'à devenir nulle pour la température de mise en solution de la phase γ' .

Des études similaires ont été menées sur les superalliages polycristallins par Bettge et al. [8]. Ces dernières ont permis de conclure que l'évolution des mécanismes de déformation avec la température, et son impact sur les propriétés en traction, sont similaires à ce qui est observé sur les superalliages monocristallins.

B1.1.2) Résultats expérimentaux

Des essais de traction ont été réalisés sur les lots matière en Udimet 720 homogène et hétérogène afin d'évaluer les grandeurs caractéristiques des deux différentes microstructures : limite d'élasticité définie à 0,2% de déformation plastique ($\sigma_{0,2\%}$), contrainte maximale (σ_{\max}), ductilité (A%).

La température d'essai a été fixée à 700°C et la vitesse de déformation à 10^{-4} s^{-1} . La déformation de l'éprouvette est suivie par un extensomètre à chaud centré sur la partie utile ainsi que par le déplacement du vérin. Ces deux modes d'acquisition sont complémentaires. En effet, le suivi de déformation par extensométrie permet de s'affranchir de la déformation élastique de la ligne d'amarrage et donne ainsi une mesure fiable de la limite conventionnelle d'élasticité. Cependant, si l'extensomètre qui a été utilisé est très précis, son ouverture maximale admissible est limitée à 2,5mm. Ceci ne permet pas de suivre l'allongement de l'éprouvette jusqu'à la rupture finale. La mesure du déplacement du vérin prend alors le relais. Les courbes de la figure B.3 sont donc obtenues en associant les deux courbes au niveau de la partie plastique lorsque le déplacement du vérin n'est dû qu'à la déformation de l'éprouvette et n'est pas affecté par la déformation des lignes d'amarrage ou du reste du montage.

Les courbes de traction sont représentées en contrainte et déformation vraies. Dans ce cas, l'évolution de la section utile de l'éprouvette est prise en compte. Ces deux grandeurs sont définies ci-dessous :

$$\sigma_{\text{vraie}} = \sigma_{\text{conventionnelle}} \times (1 + \epsilon_{\text{conventionnelle}}) \quad \text{et} \quad \epsilon_{\text{vraie}} = \ln(1 + \epsilon_{\text{conventionnelle}})$$

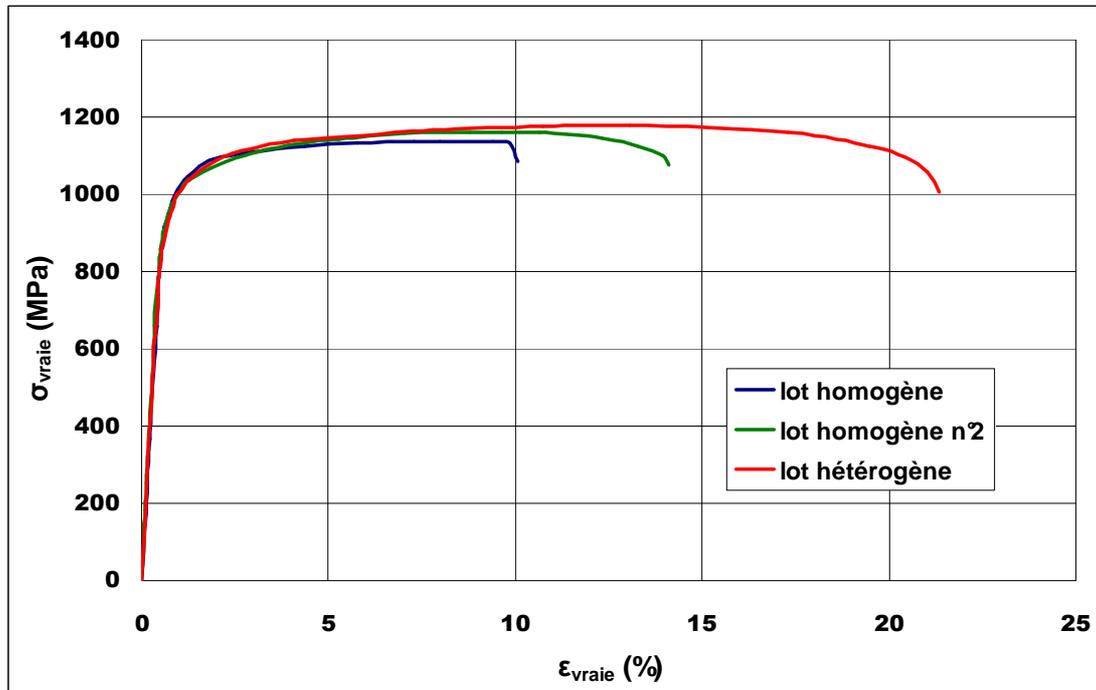


Figure B.3. : Courbes de traction monotone : contraintes et déformations vraies.
 $T_{\text{essai}}=700^{\circ}\text{C}$ $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Les différentes données extraites de l'analyse des courbes de traction sont reportées dans le tableau B.1.

Structure du Matériau	Limite d'élasticité conventionnelle $\sigma_{0.2\%}$ (MPa)	Contrainte maximale σ_{\max} (MPa)	Allongement à rupture A%
Homogène Lot 1	970	1132	9,2
Homogène Lot 2	935	1160	14,1
Hétérogène	925	1180	20,3

Tableau B.1 : *Caractéristiques en traction des différents lots matière.*
 $T_{\text{essai}}=700^{\circ}\text{C}$ $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Concernant le module de Young, les courbes sont superposées sur toute la zone élastique. Les trois microstructures ne sont pas suffisamment différentes pour induire une évolution significative de cette caractéristique. Le module d'Young correspondant est $E \approx 155\text{GPa}$.

Le matériau hétérogène se caractérise par une limite d'élasticité plus faible que le matériau homogène, mais par une contrainte maximale et une ductilité plus importantes. L'origine de ces écarts tient essentiellement aux différences de précipitation γ' intragranulaire. Il a été montré sur différents superalliages (Udimet 720Li [9], NR3 [10] et René 88DT [11]) que de meilleures propriétés en traction pouvaient être directement reliées à la présence de nombreux précipités γ' tertiaires dans les couloirs de matrice. La taille idéale des précipités afin d'optimiser la limite d'élasticité correspond à celle qui induit la transition entre le mécanisme de cisaillement par des paires de dislocations faiblement couplées et celui de cisaillement par des paires fortement couplées. Cette taille idéale, qui est de l'ordre de 40nm, est proche de celle mesurée pour les deux lots de structure homogène. Le deuxième lot homogène se différencie du premier par des précipités tertiaires légèrement plus gros et des couloirs de matrice plus larges. Ces différences microstructurales expliquent sa limite d'élasticité plus faible et sa ductilité plus prononcée. L'état hétérogène présente peu de précipités tertiaires comparé à l'état homogène, ce qui explique la plus faible limite d'élasticité mais aussi la ductilité plus importante du fait de couloirs de matrice inter-précipités plus larges.

La taille de grains est aussi un paramètre à considérer concernant les variations de la limite d'élasticité conventionnelle. Cette dépendance est classiquement décrite par la loi de Hall-Petch qui relie la limite d'élasticité à la taille de grain d :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}}$$

Où σ_y est la limite d'élasticité, σ_0 est la composante de la limite d'élasticité en traction uniaxiale due au frottement de réseau et à la présence de dislocations dans le cristal non déformé, k_y une constante dépendant du matériau et d le diamètre moyen des grains.

Des travaux réalisés précédemment à haute température sur l'Udimet 720 HS (High Stength) et CR (Creep Resistant) [12] ont montré la faible influence de la taille de grain moyenne sur les propriétés en traction par rapport à l'état de la précipitation γ' .

B1.2) Essais de fluage

B1.2.1) Eléments bibliographiques

La déformation d'un matériau induite pendant le maintien constant de la température et de la contrainte est appelée fluage. Il s'agit d'une déformation permanente évoluant avec le temps, autrement dit de nature viscoplastique. Si ce genre de déformation est possible à toute température au dessus du zéro absolu, elle n'intervient de manière significative qu'à des températures relativement élevées. Typiquement, ce genre de phénomène est pris en compte à partir de températures avoisinant $0,2.T_f$, où T_f est la température de fusion du matériau.

La température d'usage des superalliages est souvent de l'ordre de $0,5.T_f$ et la tenue en fluage est un des critères essentiels lors du dimensionnement de pièces aussi critiques que les disques de turbines haute pression. Une courbe de fluage typique est présentée dans un graphe déformation – temps (figure B.4).

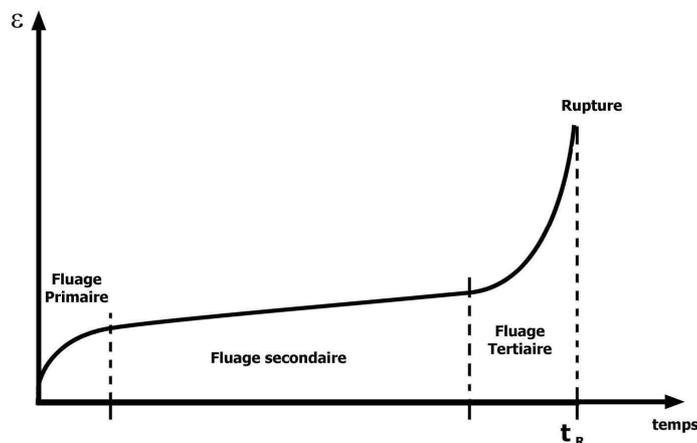


Figure B.4. : Courbe schématique représentant les différents stades de fluage.

On distingue généralement trois stades d'évolution de la déformation :

- **Le stade primaire**, ou transitoire, pendant lequel la vitesse de déformation diminue avec le temps, ce qui traduit une augmentation de la résistance du matériau. Cette tendance provient en général d'un accroissement de la densité de dislocations jusqu'à saturation.
- **Le stade secondaire**, ou stationnaire, pendant lequel la vitesse de déformation se stabilise. Cette phase correspond à l'équilibre atteint entre les phénomènes de durcissement et ceux de restauration à l'échelle des dislocations.
- **Le stade tertiaire** où la vitesse de déformation augmente jusqu'à rupture de l'éprouvette. La densité et la mobilité des dislocations augmentent. En parallèle, des phénomènes de cavitation interne et d'endommagement en surface vont mener à la création de fissures. Ces dernières vont diminuer la surface portante de l'éprouvette entraînant la rupture par augmentation de la contrainte macroscopique.

Les superalliages à base de nickel polycristallins pour disques de turbine étant particulièrement sujets à ce type de sollicitation en service, le comportement en fluage à haute température de cette classe de matériaux a largement été étudié, et entre autres celui de l'Udimet 720. Ces études ont mis en évidence l'ensemble des paramètres influant sur le comportement et la durée de vie en fluage : des paramètres expérimentaux (température, contrainte, environnement) ou microstructuraux (composition chimique, taille des grains, état de la précipitation γ' , nature des joints de grains...). A partir de là, plusieurs approches ont été mises en œuvre :

- **L'approche macroscopique** met en place des modèles semi-empiriques permettant d'extrapoler le temps à rupture en fluage sur un large domaine de températures et de contraintes à partir des variables macroscopiques tirées des essais. Le modèle de Larson-Miller [13] en fait partie. D'autres modèles tels que la loi de Norton [14] se basent plutôt sur la vitesse de déformation pendant le fluage secondaire. Cette approche est notamment souvent employée pour le dimensionnement des structures.
- **L'approche microscopique** permet de relier les modèles macroscopiques semi-empiriques à la réalité physique. Deux grandes classes de mécanismes, dépendant de la température et de la contrainte appliquée, sont à l'origine de la déformation plastique de fluage : le fluage-dislocations (fortes contraintes, températures intermédiaires) et le fluage-diffusion (hautes températures, contraintes faibles). Les domaines couverts par ces mécanismes sont délimités sur une carte (σ , T) proposée par Frost et Ashby [15] pour un matériau et une taille de grains donnés (figure B.5).

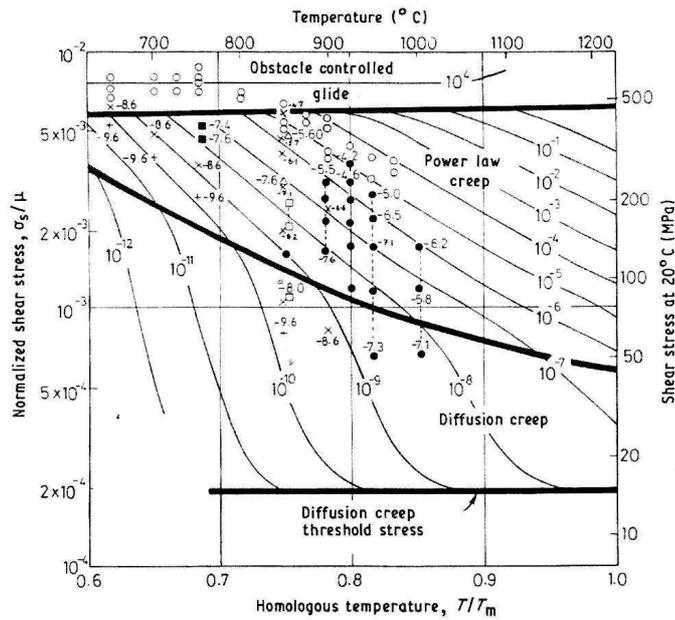


Figure B.5. : Carte d'Ashby de l'alliage IN738LC (taille de grains : 300 μ m) [16].

Cette carte n'a pas été établie pour l'Udimet 720 mais compte tenu des conditions de température et de contrainte explorées, les mécanismes de déformation envisagés se situeraient dans une région à la limite du fluage-diffusion intergranulaire et du fluage-dislocations. Dans cette étude, nous nous sommes essentiellement intéressés aux interactions « précipités – dislocations » dans le domaine fluage-dislocations. Les différents modes de franchissement des précipités par les dislocations sont présentés en détail dans le chapitre B2. De nombreuses études ont mis en évidence l'importance de la microstructure sur le comportement en fluage et notamment à l'échelle de la précipitation γ' . La compréhension de ces phénomènes a permis la mise au point de traitements thermiques et thermomécaniques spécifiques pour une tenue optimale au fluage des pièces de structure [9,17,12,18].

D'autres travaux ont porté sur l'étude des processus d'endommagement et de leurs interactions avec l'environnement notamment au travers des mécanismes d'oxydation des joints de grains en surface [19].

B1.2.2) Résultats expérimentaux

Un essai de fluage a été réalisé pour chaque type de microstructure, à une température de 700°C, sous charge constante correspondant à une contrainte initiale de 800MPa. L'allongement des éprouvettes a été suivi à l'aide d'un capteur de déplacement LVDT fixé sur la ligne d'amarrage.

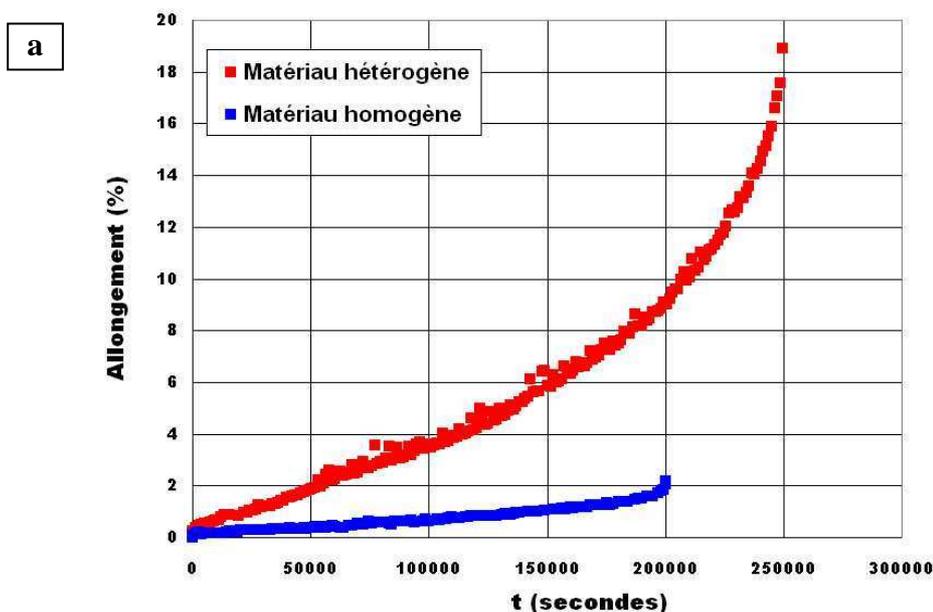
Les courbes obtenues pour les deux microstructures sont présentées sur la figure B.6.a. Un seul essai a été réalisé pour chaque état microstructural, ce qui ne permet pas d'évaluer une éventuelle dispersion. Cependant, si l'on compare ces résultats aux courbes maîtresses fournies par Turboméca dans le plan $(P, \ln\sigma)$, où P est le paramètre de Larson-Miller, les temps de fluage à rupture obtenus sont tout à fait pertinents.

Les données extraites de ces courbes ont été consignées dans le tableau B.2.

Structure du Matériau	Temps à rupture (h)	A%	Vitesse de fluage ($\text{h}^{-1} / \text{s}^{-1}$) (régime secondaire)
Homogène	55,6	2,2	$2,0 \cdot 10^{-4} / 5,6 \cdot 10^{-8}$
Hétérogène	69,4	18,9	$1,2 \cdot 10^{-3} / 3,3 \cdot 10^{-7}$

Tableau B.2 : *Caractéristiques en fluage des deux types de microstructure.*
 $T_{\text{essai}} = 700^\circ\text{C}$ $\sigma = 800\text{MPa}$.

Les deux structures ne présentent pas de différence significative en terme de temps à rupture. En revanche, leur comportement et les mécanismes d'endommagement associés sont relativement différents. Concernant le comportement, le matériau à structure granulaire hétérogène atteint une déformation à rupture bien plus importante que celui à structure homogène à gros grains et présente une vitesse de fluage secondaire environ neuf fois supérieure. Les mécanismes de déformation responsables de ces différences de vitesse de déformation seront décrits et analysés plus loin dans cette partie.



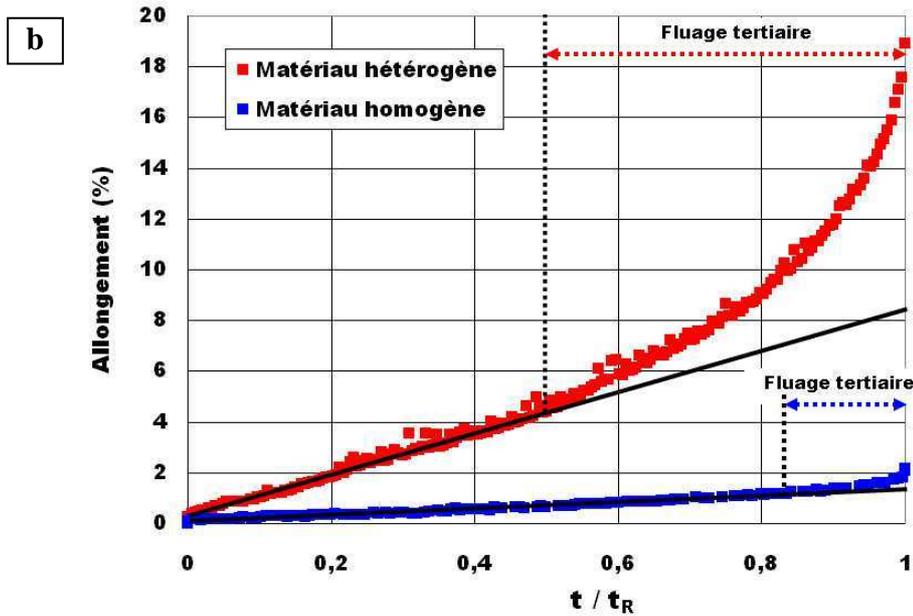


Figure B.6. : Essais de fluage comparatifs entre les deux structures (a). Pour le deuxième graphique (b), le temps est normé par le temps à rupture t_R . $T = 700^\circ\text{C}$, $\sigma = 800\text{MPa}$.

Pour évaluer les contributions du fluage secondaire et tertiaire, l'évolution de l'allongement en fonction du temps normé par le temps à rupture (t_R) a été tracée (figure B.6.b). Cette représentation permet de faire apparaître plus clairement la durée relative de chaque stade de fluage pour les deux états microstructuraux.

Le fluage tertiaire y est mis en évidence à partir du moment où la courbe diverge de la droite correspondant au stade secondaire. Cette transition peut être associée à l'apparition des premiers stades d'endommagement au sens de la création de fissures. Clairement de ce point de vue, l'apparition du fluage tertiaire est précoce pour le matériau hétérogène ($\approx t_R / 2$) alors qu'elle est tardive pour l'homogène ($> 0,8.t_R$).

B1.3) Essais de fatigue

B1.3.1) Eléments bibliographiques

On définit la fatigue comme étant une évolution locale et irréversible des propriétés mécaniques d'un matériau soumis à une sollicitation cyclique en contrainte ou déformation [20].

Un des essais de fatigue le plus simple consiste à soumettre une éprouvette à des cycles de charges périodiques, d'amplitude maximale et de fréquence constante, et à noter le nombre de cycles N_f au terme duquel la rupture se produit. On reporte ce nombre N_f en fonction de la contrainte maximale appliquée. La courbe obtenue est appelée courbe de Wöhler ou courbe S-N (figure B.7). Sur cette courbe, on peut distinguer trois domaines :

- **Domaine I** : zone de fatigue oligocyclique. Dans cette partie du diagramme, la contrainte dépasse la limite d'élasticité conventionnelle à chaque cycle. La rupture survient rapidement au bout de quelques milliers de cycles après une déformation généralisée importante.

Domaine II : zone d'endurance limitée. Dans ce domaine, on applique une contrainte inférieure à la limite d'élasticité. La rupture est atteinte pour un nombre limité de cycles, qui augmente quand la contrainte diminue. L'ordre de grandeur de la durée de vie dans ce cadre varie typiquement de 10^4 à 10^6 cycles.

- **Domaine III** : zone d'endurance illimitée. Il s'agit du domaine des faibles contraintes jusqu'à une contrainte seuil appelée limite d'endurance en dessous de laquelle la durée de vie est théoriquement illimitée.

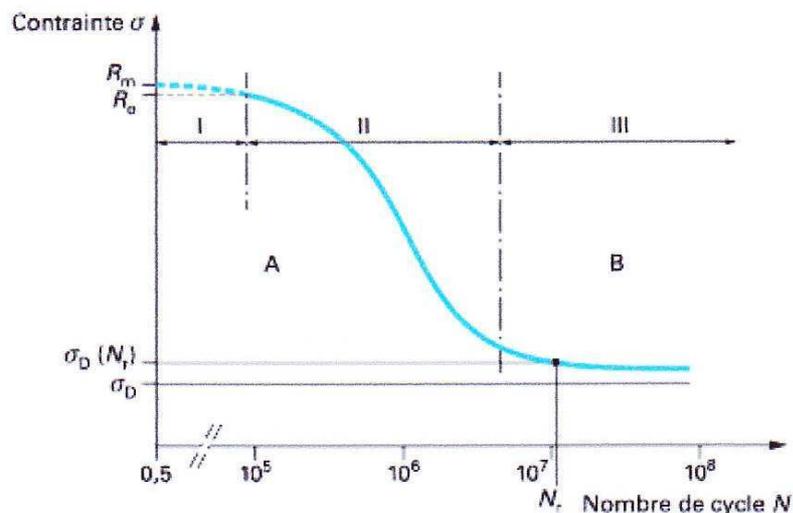


Figure B.7. : Courbe schématique de Wöhler ou courbe d'endurance [20].

La tenue en fatigue des superalliages à base de nickel a essentiellement été étudiée selon deux approches différentes : le comportement en fatigue à déformation imposée et le comportement en fissuration.

Dans le premier cas, la déformation totale est imposée et l'évolution de la contrainte est suivie. Divers auteurs ont montré que les différences de comportement en fatigue, durcissement ou adoucissement cyclique (figure B.8), dépendent directement des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations [21-24]. Ces derniers sont notamment liés à l'état de la microstructure de précipitation γ' et à la température.

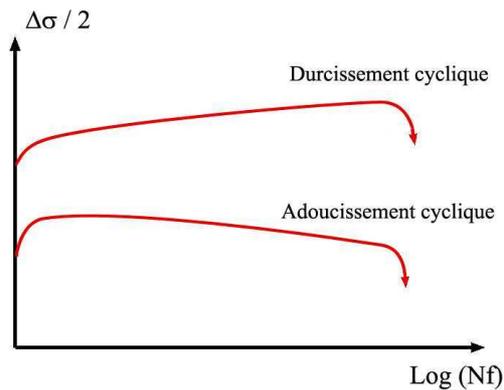


Figure B.8. : *Différentes évolutions possibles de la contrainte en fonction du nombre de cycles [18].*

Pour des précipités de petite taille, différents auteurs ont montré que les dislocations ont tendance à les cisailer provoquant un adoucissement [21-23]. En revanche, pour des précipités de grande taille, le contournement est favorisé entraînant un durcissement cyclique [21,24]. La température, quant à elle, provoque un changement dans les mécanismes de déformation pouvant entraîner, ou non, le passage d'un adoucissement à un durcissement cyclique [25,26].

Dans le second cas, on suit la vitesse de propagation des fissures sous charge cyclique. La vitesse de propagation est contrôlée par le mode de rupture qui est fonction des paramètres intrinsèques du matériau (microstructure) et des paramètres expérimentaux tels que la température, la fréquence de cyclage, le rapport de charge R ($R = P_{\min} / P_{\max}$) et la nature de l'environnement.

Dans la gamme de températures d'utilisation des superalliages base nickel, deux paramètres doivent être considérés au premier ordre : la fréquence de chargement (figure B.9.a) et l'environnement (figure B.9.b). Ces paramètres ont une influence aussi bien sur le mode de propagation de la fissure que sur sa vitesse. Jusqu'à un certain niveau de température, la propagation de la fissure évolue d'un mode transgranulaire pour les fréquences élevées vers un mode intergranulaire pour les faibles fréquences. Pour les mêmes essais conduits sous vide, la propagation transgranulaire de la fissure se généralise à toutes les fréquences [27-29]. Cependant, Tang et Plumtree

[28] ont montré que, au-delà d'une certaine température ($\geq 700^{\circ}\text{C}$), l'augmentation de la vitesse de fissuration et l'évolution du mode de propagation de la fissure sont caractéristiques d'une sensibilité plus forte du matériau à un endommagement de type fluage en pointe de fissure. Le mode de fissuration devient alors totalement intergranulaire, que l'on soit sous air ou sous vide.

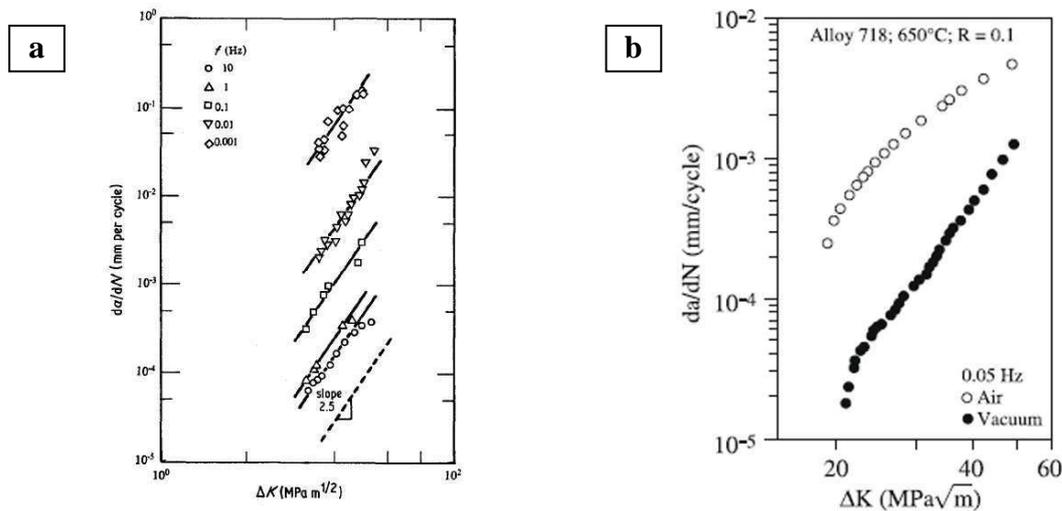


Figure B.9. : Influence de (a) la fréquence [30] et de (b) l'environnement [31] sur la vitesse de fissuration.

Les essais de fatigue pratiqués lors de notre étude ont été réalisés à contrainte imposée ce qui diffère notablement de ce qui peut être trouvé dans la littérature. Ce choix a été motivé par le type d'application (disque de turbine HP) et l'accès à des bases de données de l'industriel. En outre, ce type d'essais rend plus facile l'analyse des différences entre fatigue et fatigue-fluage. La valeur de contrainte maximale imposée est légèrement inférieure à la limite d'élasticité conventionnelle déterminée précédemment pour chaque structure à partir des essais de traction.

B1.3.2) Résultats expérimentaux

Le comportement des différentes microstructures d'Udimet 720 a été étudié dans le domaine de la fatigue oligocyclique et de l'endurance limitée. Les essais ont été réalisés à 700°C en contrôle de charge. Le chargement a été appliqué à une fréquence de 0,5Hz pour un rapport de charge $R=0,05$ (traction alternée).

Pour la structure homogène, les essais ont été menés à des contraintes maximales de 750MPa, 900MPa et 1000MPa. Pour $\sigma = 750\text{MPa}$, le cyclage a été interrompu après environ 10^6 cycles sans qu'aucun signe macroscopique d'endommagement n'ait été détecté.

Pour la structure hétérogène, les essais ont été réalisés à 800MPa et 900MPa. Seules les données de l'essai à 900MPa sont reportées, l'acquisition n'ayant pas correctement fonctionné pendant l'essai conduit à 800MPa.

La figure B.10 présente les vingt premières boucles d'hystérésis obtenues pour chaque essai de fatigue. La contrainte est tracée en fonction de l'allongement de l'éprouvette. On peut noter que l'essentiel de l'allongement est obtenu lors du premier cycle de chargement et qu'il se stabilise dès les cycles suivants. Plus la contrainte est élevée, plus l'élongation initiale obtenue est importante. La déformation plastique relevée à la fin du premier demi-cycle est en accord avec celle obtenue en traction.

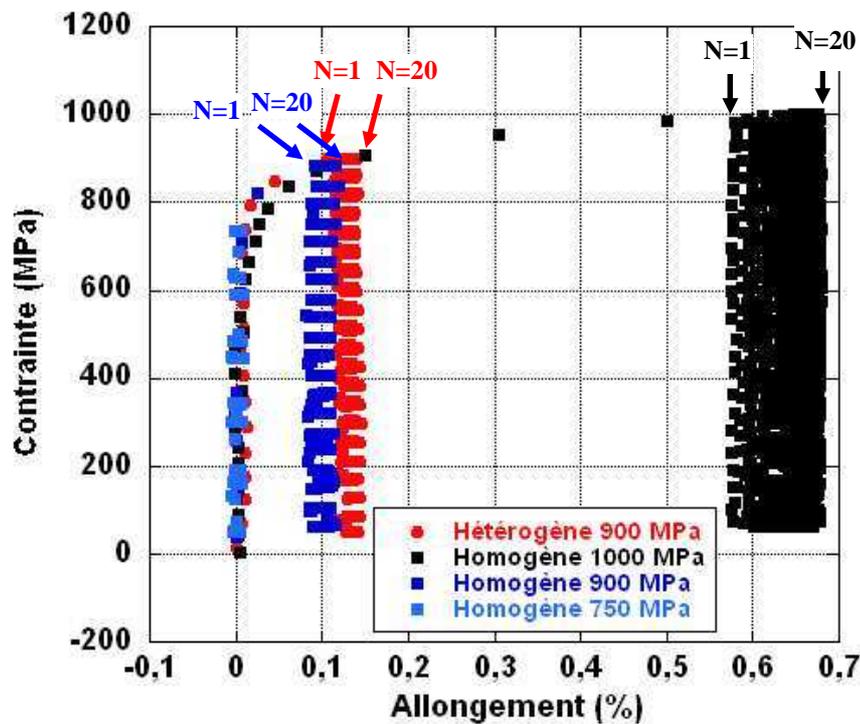


Figure B.10. : Boucles d'hystérésis des vingt premiers cycles de chaque essai.

La figure B.11 représente l'allongement de chaque échantillon jusqu'à rupture. Pour les plus faibles contraintes, à partir de quelques dizaines de cycles, l'allongement n'évolue quasiment plus jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette. L'essai conduit à 1000MPa, c'est-à-dire pour un niveau de contrainte supérieur à la limite d'élasticité, présente un allongement progressif un peu plus marqué. La déformation atteinte juste avant rupture n'est cependant que de $\epsilon_p = 0,75\%$.

Sur la figure B.11, sous la même contrainte (900MPa) et à même nombre de cycles, la structure hétérogène présente un allongement légèrement plus marqué que la structure homogène. Ceci est cohérent avec les différences de comportement hétérogène / homogène relevés en traction.

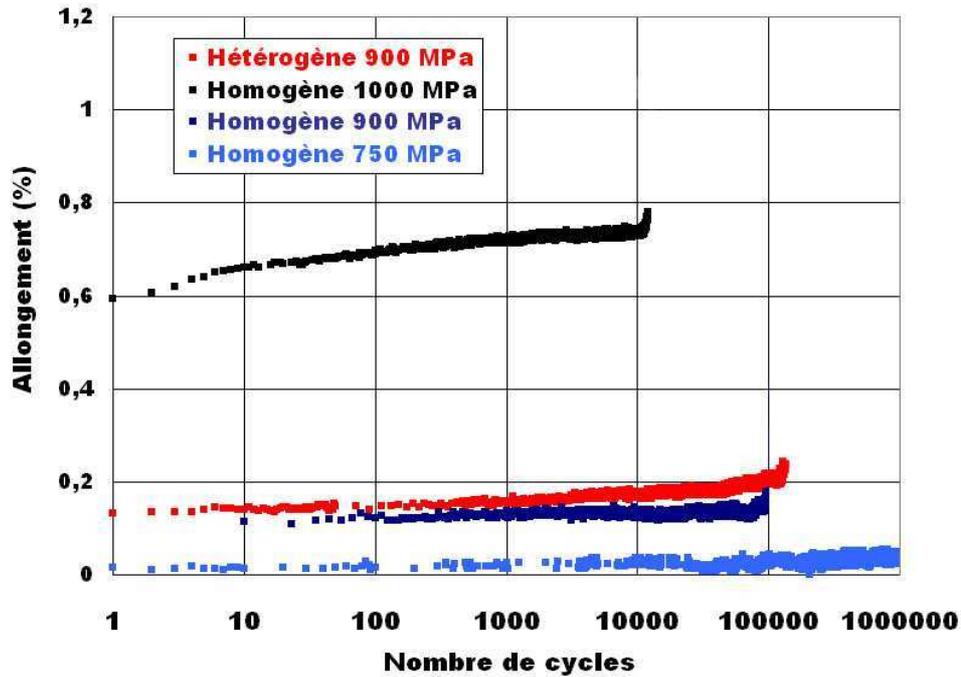


Figure B.11. : Allongement en fonction du nombre de cycles.

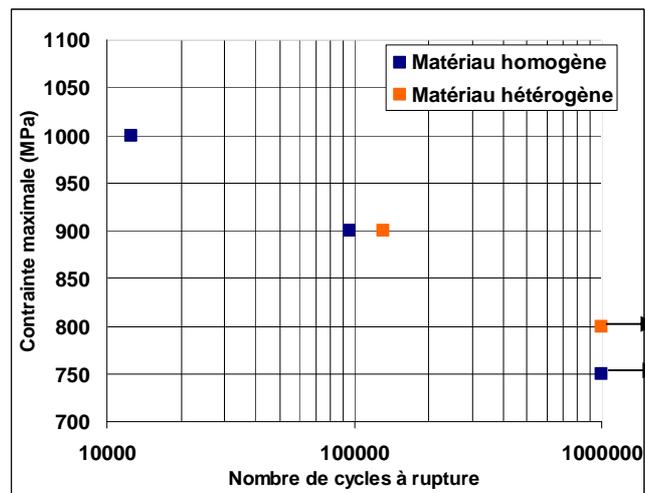


Figure B.12. : Nombre de cycles à rupture en fatigue.

Les durées de vie obtenues sont regroupées sur la figure B.12. Les flèches indiquent des essais qui ont été interrompus sans que la rupture n'ait été atteinte. La structure hétérogène présente une durée de vie légèrement plus importante que la structure homogène alors même que les conditions de chargement ($\sigma = 900\text{MPa}$) sont plus sévères relativement à sa plus faible limite d'élasticité. Cela témoignerait ainsi d'une meilleure tenue en fatigue que la structure homogène. Cependant, la différence n'est pas significative et pourrait être attribuée à de la dispersion.

B1.4) Essais de fatigue – fluage

Jusqu'au milieu des années 60, les essais de laboratoire destinés à l'étude du comportement en fatigue des matériaux soumis à de fortes charges à hautes températures étaient essentiellement pilotés par des signaux d'asservissement triangulaires ou sinusoïdaux. Toutefois, la corrélation de durée de vie entre ces expériences et les conditions réelles en service étaient loin d'être satisfaisantes. L'introduction d'un temps de maintien de la charge maximale dans le cycle de fatigue permet une approche plus représentative de ces conditions.

Dans un premier temps, des études sur l'effet du temps de maintien ont été réalisées à température ambiante [32]. Celles-ci ont montré que, dans ces conditions, le temps de palier influait très peu sur la durée de vie. Pour observer un effet notable de ce palier, il est en fait nécessaire de déclencher des mécanismes viscoplastiques significatifs de type fluage ou relaxation, observables essentiellement à haute température dans les superalliages. Dans ces domaines de température, il a alors été montré par Manson et al.[33] sur l'alliage de cobalt L605 à 640°C, que l'introduction de ce palier réduisait de façon significative le nombre de cycles à rupture, par comparaison à la fatigue sans temps de maintien.

Deux approches expérimentales différentes ont été proposées pour caractériser le comportement des matériaux dans ce domaine des interactions fatigue – fluage (Krempf et Wundt [34]) :

- La première propose l'utilisation d'essais à déformation totale imposée pour aider au dimensionnement des pièces de structures. De nombreux articles peuvent être trouvés dans la littérature à ce sujet [35-37] et notamment sur l'Udimet 720 [38,18]. Dans ce cas de figure, il y a relaxation des contraintes pendant le temps de maintien. De plus, l'augmentation du temps de maintien conduit à une diminution du nombre de cycles à rupture mais à une augmentation du temps à rupture.
- La seconde, moins largement étudiée, consiste à utiliser des essais de fatigue-fluage en contrôle de charge. Une liste importante de publications traite essentiellement de l'influence d'un temps de maintien en fissuration [39,30]. Cependant, peu de travaux concernent l'influence d'un palier à charge maximale sur la déformation cyclique. Ce cas a été exploré par Tilly[40] et Zrnik sur l'EI698VD [41]. Certains auteurs s'accordent à dire que, dans certaines conditions d'utilisation, celles rencontrées dans les turbines de turboréacteurs par exemple, des simulations par essais en contrôle de charge sont plus représentatives [42]. Cette voie est celle que nous avons donc choisie dans le cadre de cette thèse.

L'effet de l'introduction d'un temps de maintien Δt variant de 1 à 50 secondes à contrainte maximale σ_{\max} sur le comportement macroscopique est présenté dans les paragraphes suivants.

B1.4.1) Introduction d'un temps de maintien $\Delta t = 10$ secondes

Dans un premier temps, pour étudier les interactions entre la fatigue et le fluage, un temps de maintien de 10 secondes a été introduit à la contrainte maximale du cycle de fatigue. Les cycles de fatigue-fluage appliqués sont de forme trapézoïdale avec un rapport de charge $R=0,05$ comme cela a été décrit dans la partie A (§A.4.2.1). Cette valeur a été choisie en adéquation avec les temps de maintien utilisés lors de la thèse de B. Flageolet [43] portant sur le N18, afin de disposer d'éléments de comparaison. Ces essais ont été menés pour différentes contraintes comprises entre 650MPa et 800MPa à une température de 700°C.

La figure B.13 représente la contrainte maximale imposée en fonction du nombre de cycles à rupture. Cette représentation permet d'évaluer l'influence de l'introduction du temps de maintien sur la durabilité du matériau.

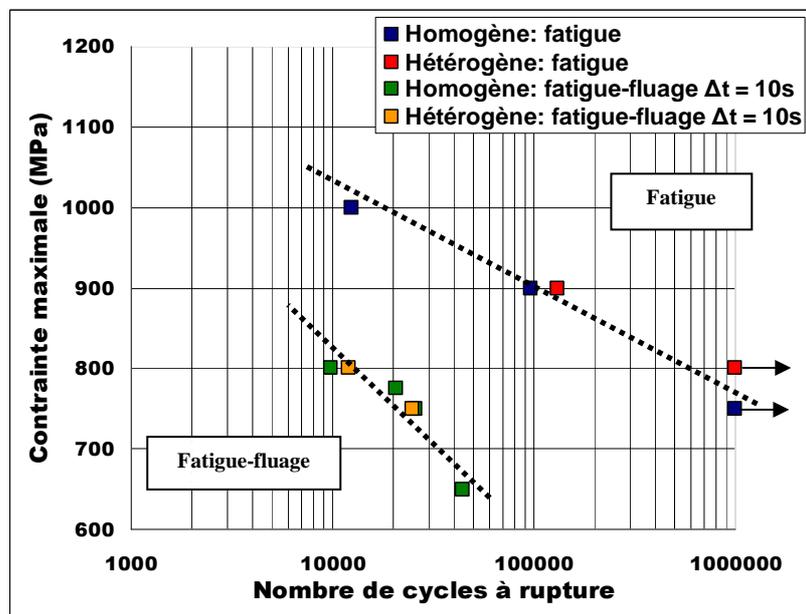


Figure B.13. : Influence de l'introduction d'un temps de maintien de 10s sur la durabilité des deux structures.

Pour les deux structures, l'introduction d'un temps de maintien, même court, engendre une forte diminution du nombre de cycles à rupture. Pour une contrainte de 650 MPa, il y a rupture en fatigue-fluage alors qu'en fatigue, sous une contrainte de 800 MPa, aucun endommagement n'est visible au terme de 10^6 cycles. De plus, il n'y a pas d'écart significatif en terme de nombre de cycles à rupture entre les deux états microstructuraux.

Les courbes de fatigue-fluage obtenues sont présentées sur la figure B.14. Elles reportent l'évolution de l'allongement (%) en fonction du temps cumulé lors des maintiens en charge. Les temps de montée en charge et de déchargement n'y sont pas pris en compte. Ces courbes présentent une

forme classique de courbe de fluage. On peut y distinguer les trois stades de fluage, notamment un pseudo stade secondaire qui correspond à la vitesse de déformation la plus faible et un pseudo stade tertiaire, témoin de l'apparition de l'endommagement, qui entraîne une accélération de l'allongement jusqu'à la rupture finale. Les données extraites de ces essais ont été consignées dans le tableau B.3. Dans tous les cas, l'introduction d'un temps de maintien provoque un allongement progressif de l'éprouvette. Cette évolution résulte essentiellement du cumul de la déformation plastique à chaque cycle associé au fluage qui se produit lors des maintiens à contrainte maximale.

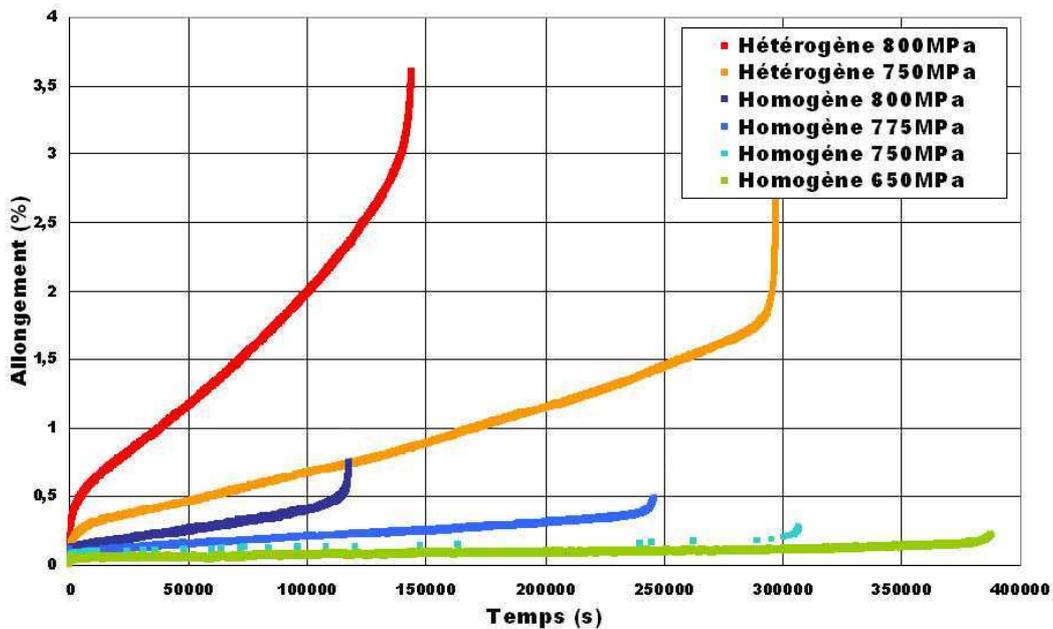


Figure B.14. : Courbes de fatigue-fluage à différentes contraintes pour les deux structures. $T_{essai}=700^{\circ}C$ et $\Delta t = 10$ sec.

Structure du Matériau	Contrainte max (MPa)	Durée de vie (h)	Vitesse mini de fatigue-fluage (h^{-1})	Allongement à rupture (%)
Homogène	650	108,2	$7,2 \cdot 10^{-6}$	0,3
	750	85,5	$1,1 \cdot 10^{-5}$	0,33
	775	68,6	$3,6 \cdot 10^{-5}$	0,48
	800	32,6	$9,7 \cdot 10^{-5}$	0,6
Hétérogène	750	82,6	$1,6 \cdot 10^{-4}$	2,5
	800	39,9	$5 \cdot 10^{-4}$	3,5

Tableau B.3 : Caractéristiques en fatigue-fluage des deux états microstructuraux pour $\Delta t = 10$ sec. $T_{essai}=700^{\circ}C$.

Pour les deux microstructures, une hausse de la contrainte maximale appliquée entraîne une augmentation progressive de la vitesse de déformation minimale et de la déformation atteinte à rupture

(Tableau B.3). En comparant les deux états microstructuraux, la tendance est la même qu'en fluage : pour des conditions d'essai équivalentes, la vitesse de déformation minimale et la déformation à rupture sont bien plus importantes pour la structure hétérogène. Pour étudier l'évolution de la part relative de chaque stade en fonction de la contrainte, l'allongement est tracé en fonction du temps normé par le temps à rupture (figure B.15.a et b).

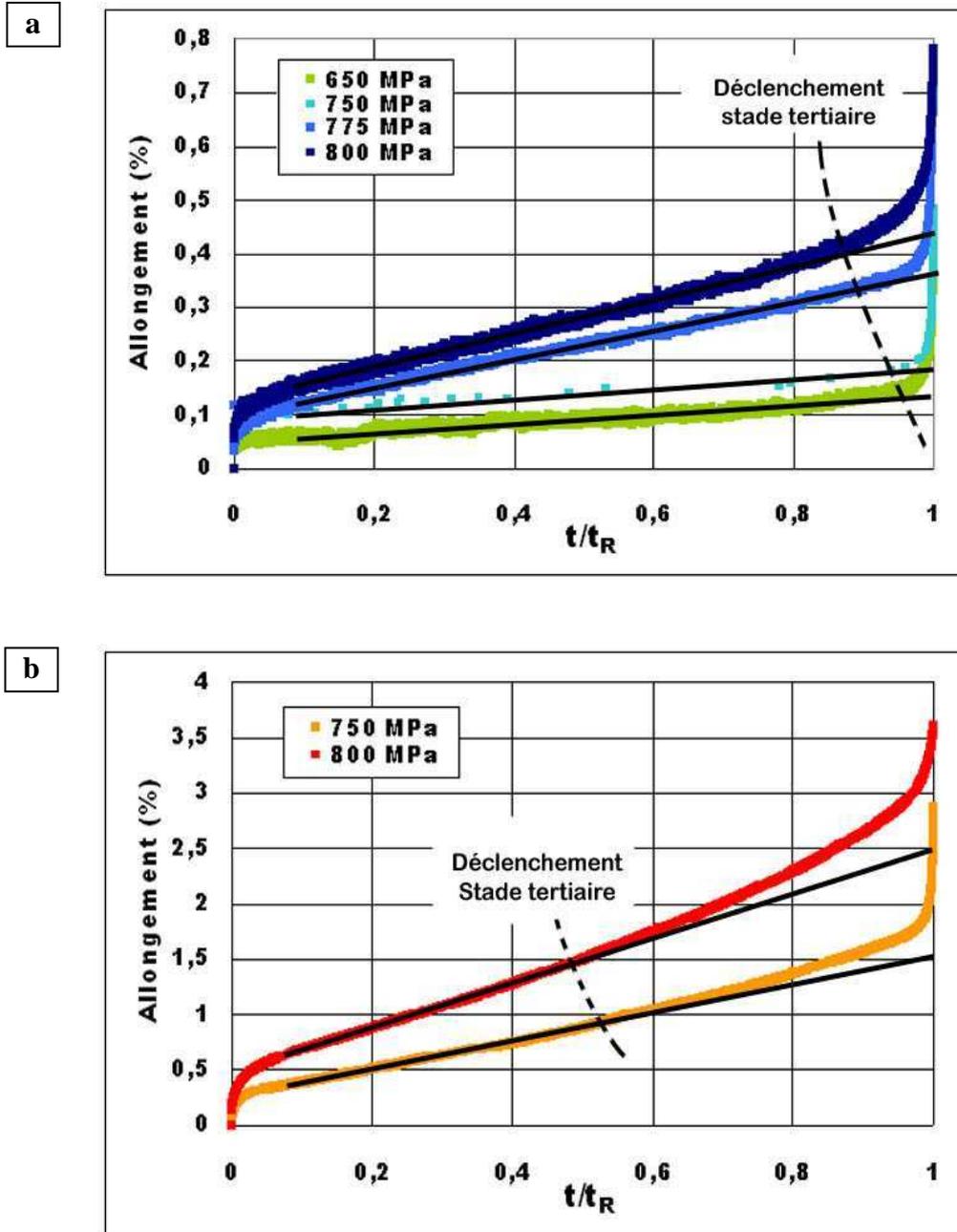


Figure B.15. : Courbes de fatigue-fluage normalisées par le temps à rupture. En pointillés : apparition des premiers stades d'endommagement associés à une évolution de l'allongement du type « fluage tertiaire ». Structure homogène (a) et hétérogène (b). $T_{essai}=700^{\circ}C$ et $\Delta t = 10$ sec.

L'endommagement apparaît toujours de manière plus précoce sur la structure hétérogène que sur l'homogène. Par ailleurs, pour les deux états microstructuraux, l'augmentation du niveau de contrainte a pour conséquence le déclenchement plus rapide du stade tertiaire.

B1.4.2) Influence du temps de palier

Pour évaluer l'influence de la part relative du fluage et de la fatigue, le même type d'essai a été réalisé pour divers temps de maintien variant de 1 seconde à 50 secondes pour une même contrainte de 800 MPa. Pour $\Delta t = 1\text{sec}$, on privilégie la part fatigue de la sollicitation et pour $\Delta t = 50\text{sec}$, on privilégie la part fluage.

Pour comparer la durabilité en fatigue-fluage à celle observée en fatigue, le nombre de cycles à rupture est représenté en fonction du temps de palier. Les essais de fatigue correspondent au temps de maintien nul, la flèche indiquant l'absence de rupture de l'éprouvette au terme de 10^6 cycles. Dès l'introduction d'un temps de maintien, même très court (1 seconde), la durabilité des deux structures diminue de manière significative (figure B.16). L'analyse de ce graphe met en exergue un fort couplage entre fatigue et fluage qui a un effet néfaste sur la durabilité du matériau.

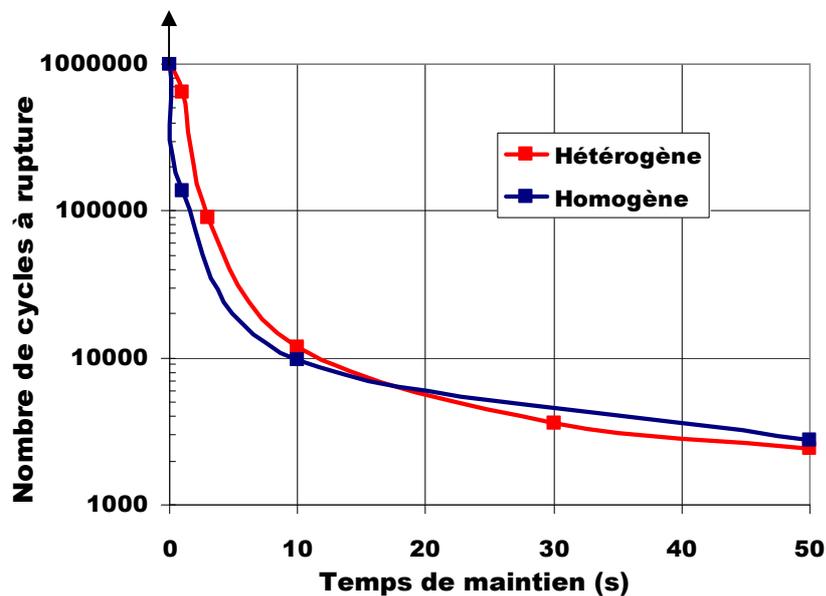


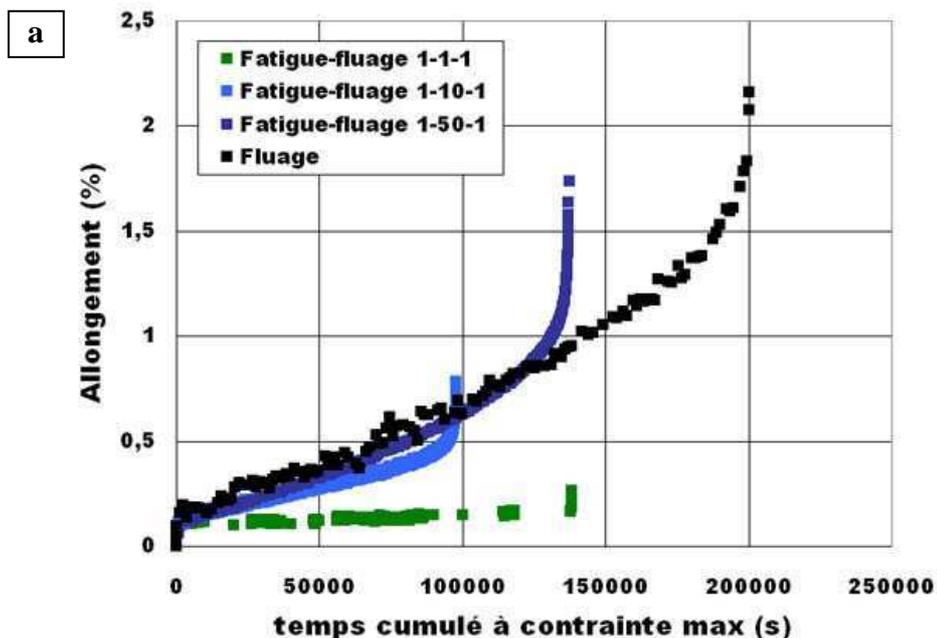
Figure B.16. : Durabilité en fatigue et fatigue-fluage.

Pour comparer les courbes de fatigue-fluage à celles de fluage, l'allongement est tracé en fonction du temps cumulé à contrainte maximale. Seul le temps effectif de fluage à contrainte maximale est pris en compte. Il a été montré sur le N18 [43] que la déformation induite lors de la mise en charge et de la décharge (partie fatigue du cycle) est négligeable devant celle se produisant pendant

le maintien. L'échelle de temps choisie est donc bien représentative du temps de fluage. Les courbes obtenues sont représentées sur la figure B.17.

Deux modes de comportement peuvent être identifiés pour les deux états microstructuraux : un pour les longs temps de maintien ($\Delta t \geq 10$ secondes) et un autre pour les courts temps de maintien ($\Delta t \leq 3$ secondes).

- Dans le cas des temps de maintien supérieurs ou égaux à 10 secondes, le matériau présente un comportement proche de celui observé en fluage. La vitesse de déformation est quasiment identique. Cependant, le pseudo stade tertiaire apparaît plus tôt à partir du moment où une phase de déchargement – chargement est introduite. Son déclenchement est d'autant plus précoce que la fréquence de cyclage est importante. Cela peut s'expliquer par un temps de maintien suffisamment long pour initier un endommagement en volume de type fluage favorisé et accéléré par les phases de chargement – déchargement.
- Dans le cas des temps de palier courts ($\Delta t \leq 3s$), le matériau présente un comportement plus proche de celui observé en fatigue. Il se caractérise par une vitesse de déformation bien moindre qu'en fluage. Cependant, un allongement progressif peut néanmoins être observé. L'endommagement ne se déclenche qu'en fin d'essai provoquant une rupture brutale de l'éprouvette. On peut donc s'attendre à ce que les processus d'endommagement soient gouvernés essentiellement par des processus de type fatigue.



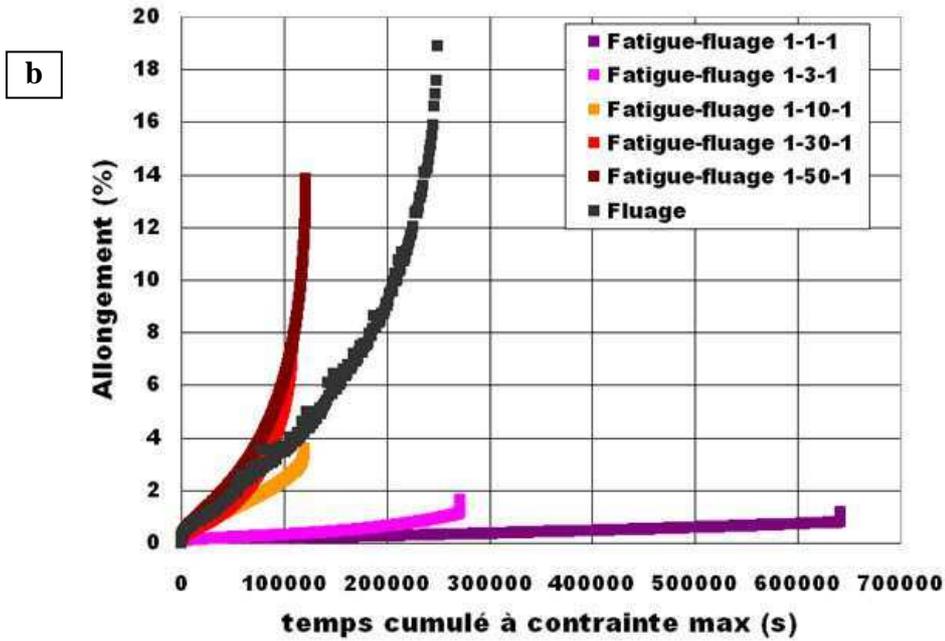
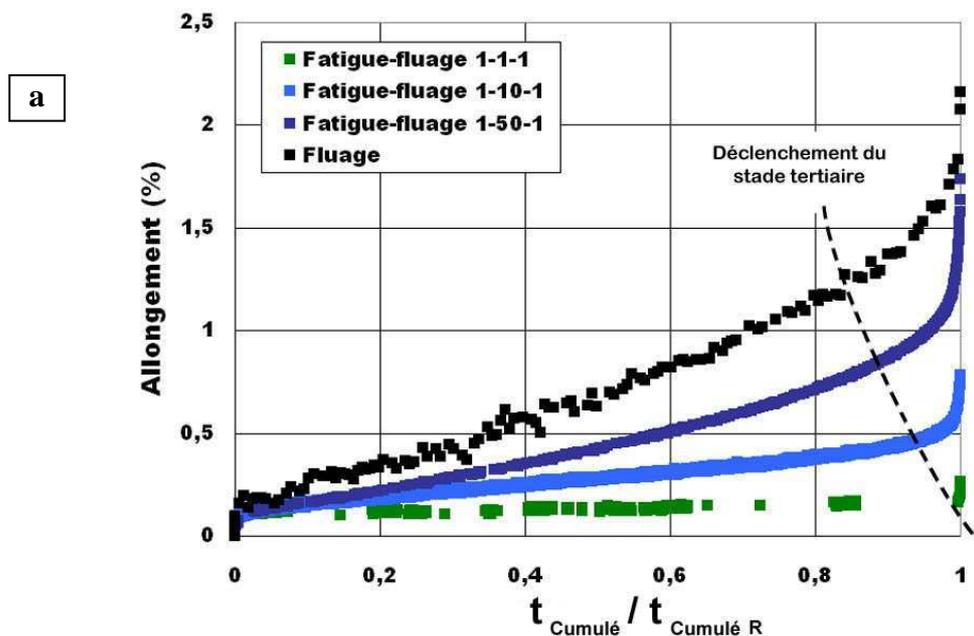


Figure B.17. : Influence du temps de maintien sur le comportement en fatigue-fluage des structures homogène (a) et hétérogène (b). $T_{essai}=700^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 800 \text{ MPa}$.

Afin d'identifier quelle est la part relative du pseudo stade tertiaire par rapport au pseudo stade secondaire en fonction du temps de maintien, l'allongement a été tracé en fonction du temps cumulé à contrainte maximale normé par la durée de vie (figure B.18).



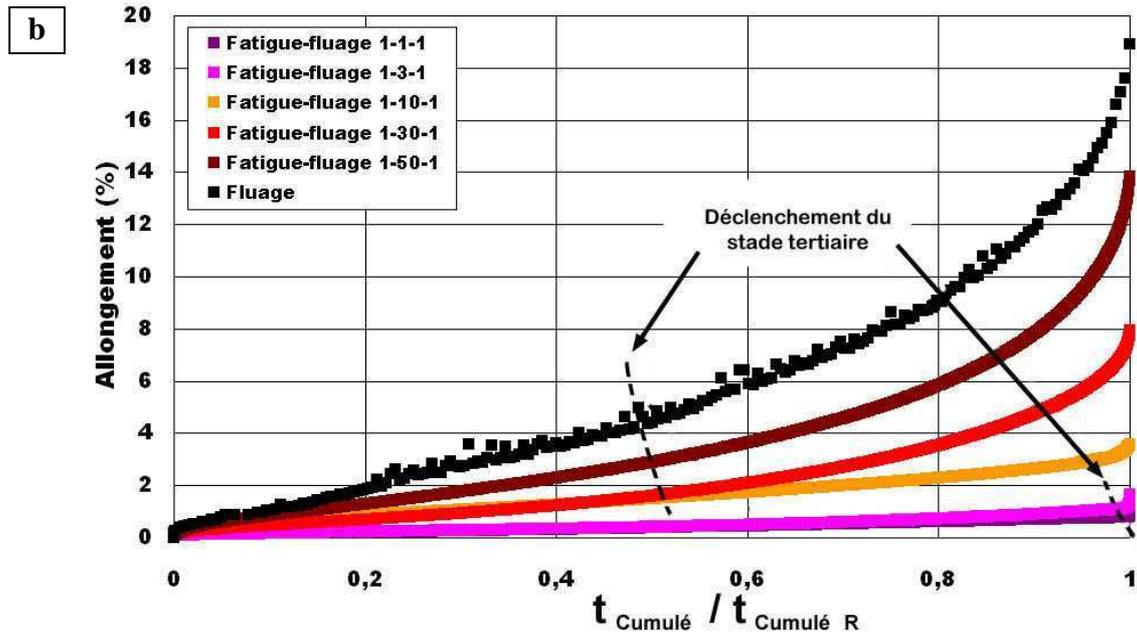


Figure B.18. : Effet de la durée du palier sur l'apparition de l'endommagement pour la structure homogène (a) et hétérogène (b). $T_{essai}=700^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 800 \text{ MPa}$.

Bien que la limite entre le stade secondaire et le stade tertiaire soit délicate à fixer, les tendances suivantes se dégagent clairement. Pour les deux structures, le déclenchement du pseudo stade tertiaire se fait d'autant plus tôt que le temps de maintien est long. Le temps minimum est atteint pour le fluage. Pour les temps de maintien les plus courts, le pseudo stade tertiaire se déclenche juste avant la rupture finale.

La structure hétérogène se différencie de l'homogène dans le sens où deux régimes se dégagent correspondant aux longs et courts temps de palier. Dans le cas des longs temps de maintien, il y a apparition d'endommagement dès la mi-durée de vie alors que pour les temps de palier courts, il n'apparaît que dans les derniers instants de l'essai. On peut en déduire que le déclenchement du stade tertiaire sera largement gouverné par des processus d'endommagement de type fluage pour les Δt longs, et par des processus de type fatigue pour les Δt courts.

B1.4.3) Synthèse

Les essais réalisés en fatigue-fluage sur les deux états microstructuraux, « homogène » et « hétérogène », ont permis de mettre en évidence une forte interaction entre les deux composantes, fatigue et fluage, du cycle de chargement. Ce couplage agit autant sur le comportement mécanique en fatigue-fluage que sur les processus d'endommagement mis en jeu. A l'issue de l'analyse des courbes précédentes, deux régimes principaux peuvent être différenciés :

- Pour les faibles temps de maintien ($\Delta t < 10$ secondes), un comportement proche de celui observé en fatigue est constaté avec une faible vitesse de déformation et une déformation à rupture réduite. Concernant l'endommagement, il semble être gouverné par des processus de type fatigue se déclenchant peu de temps avant la rupture de l'éprouvette. La rupture serait donc due à la propagation rapide d'une fissure amorcée par fatigue en fin de vie.
- Pour les longs temps de palier ($\Delta t \geq 10$ secondes), un comportement proche de celui en fluage est observé avec un allongement rapide de l'éprouvette qui atteint des niveaux de déformation importants. L'endommagement semble gouverné par des mécanismes de type fluage se déclenchant relativement tôt. La rupture prématurée par rapport au fluage serait due à une accélération de l'endommagement par les phases de chargements–déchargements.

Cette différenciation de régime en fonction de l'amplitude du temps de maintien concerne les deux états microstructuraux du matériaux de l'étude. A noter cependant les différences suivantes :

- D'un point de vue comportement, la structure hétérogène se caractérise par une vitesse de déformation nettement plus importante et un niveau de déformation à rupture plus élevé que la structure homogène. Ces variations de propriétés sont relatives aux différences de microstructures et à leurs conséquences sur les mécanismes de déformation entrant en jeu. Cet aspect sera étudié plus en détail dans le chapitre B.2.
- A propos de l'apparition de l'endommagement, la structure hétérogène se caractérise par deux stades bien distincts de déclenchement du pseudo stade tertiaire entre Δt courts et Δt longs. Pour les longs temps de maintien, l'endommagement apparaît plus rapidement que pour la structure homogène. Ces aspects seront discutés par la suite (chapitre B.3) après avoir détaillé les processus d'endommagement.

Pour mettre en évidence le fort couplage existant entre fatigue et fluage, on trouve dans la littérature des études réalisées sur différents superalliages : N18 [43], GH4133B [44] et Udimet 720 MdP [18]. Elles mettent en œuvre des essais où sollicitations de fatigue et de fluage sont appliquées séparément et / ou successivement.

Dans l'étude menée sur le N18, le matériau est sollicité en fluage dans un premier temps puis cyclé en fatigue jusqu'à rupture. Le temps de préfluage est équivalent au temps cumulé à contrainte

maximale pendant l'essai de fatigue-fluage équivalent. La durée de vie, obtenue pour l'essai découplé, est bien plus importante qu'en fatigue-fluage (environ un facteur 10).

Pour le GH4133B, les deux types de sollicitations découplées (« fatigue et fluage » ou « fluage et fatigue ») ont été testés. Une transition du comportement au changement de type de sollicitation apparaît, la vitesse de déformation changeant quasiment instantanément. Les mécanismes de déformation ne semblent pas être affectés par le préfluage ou le précyclage. En terme de durée de vie, il semble que le précyclage n'ait aucune influence sur la durée de vie en fluage lors de la suite de l'essai. En revanche, comme pour le N18, le préfluage va considérablement réduire la durée de vie en fatigue qui reste malgré tout plus importante que l'essai équivalent réalisé en fatigue-fluage.

Il apparaît clairement qu'en terme d'endommagement, l'interaction fatigue-fluage ne peut se résumer en un cumul linéaire du dommage de fatigue et de celui de fluage. Les effets du fort couplage entre les deux types de sollicitations seront décrits dans la suite de cette partie à la lumière des processus d'endommagement observés sur les fûts et faciès d'éprouvettes après rupture.

Concernant le comportement macroscopique, l'interaction entre fatigue et fluage va être étudiée dans le chapitre suivant par l'observation et l'analyse des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations.

Chapitre B2 : Mécanismes de Déformation

Dans ce chapitre, le comportement macroscopique est relié aux modes de déformation à l'échelle des dislocations. La microscopie électronique en transmission est utilisée à cet effet. Des éléments bibliographiques sont tout d'abord proposés concernant les principaux mécanismes relatifs aux mouvements des dislocations rencontrés dans les superalliages à base de nickel. L'évolution des processus de déformation pour les différents types de sollicitation est d'abord présentée pour chaque état microstructural du matériau. Des pistes d'explication des différences de mécanismes de déformation entre la structure homogène et la structure hétérogène sont ensuite proposées.

Chapitre B2 : Mécanismes de Déformation	71
B2.1) Rappels bibliographiques	73
B2.1.1) Contournement d’Orowan.....	73
B2.1.2) Mécanismes de cisaillement.....	74
<i>B2.1.2.1) Cisaillement par paire de dislocations avec création de paroi d’antiphase.</i>	74
<i>B2.1.2.2) Cisaillement avec création de fautes de super-réseau</i>	77
B2.1.3) Transition entre cisaillement et contournement	80
B2.2) Etude expérimentale des mécanismes de déformation	81
B2.2.1) Structure Homogène.....	82
<i>B2.2.1.1) Paysages de dislocations en fluage</i>	82
<i>B2.2.1.2) Paysages de dislocations en fatigue</i>	83
<i>B2.2.1.3) Paysages de dislocations en fatigue - fluage</i>	84
B2.2.2) Structure Hétérogène.....	86
<i>B2.2.2.1) Paysages de dislocations en fluage</i>	87
<i>B2.2.2.2) Paysages de dislocations en fatigue</i>	87
<i>B2.2.2.3) Paysages de dislocations en fatigue – fluage</i>	88
B2.2.3) Synthèse	90
B2.3) Discussion	93
B2.3.1) Contournement peu présent pour la structure hétérogène	93
B2.3.2) Vitesse de déformation plus élevée pour la structure hétérogène	97

B2.1) Rappels bibliographiques

La présence de la précipitation γ' est la cause principale du renforcement des superalliages à base de nickel. Les mécanismes de déformation dépendent des interactions entre les dislocations mobiles au sein de la matrice et les précipités γ' . Ces derniers peuvent être soit contournés, soit cisailés par les dislocations. Le mécanisme de franchissement de ces obstacles va dépendre, entre autres, des conditions d'essai (température, contrainte,...), du type de sollicitation (fatigue, fluage,...) et de la distribution spatiale de la précipitation. Dans cette partie, chaque mécanisme sera présenté dans ses principes. Un schéma sera proposé pour matérialiser sur les images MET les différents processus en présence. Les paramètres influant sur la transition d'un mécanisme à l'autre seront également décrits.

B2.1.1) Contournement d'Orowan

Dans le cadre du mécanisme de contournement, une dislocation parfaite de matrice se courbe pour franchir un précipité γ' et laisse autour de celui-ci une boucle dite d'Orowan (figure B.19).

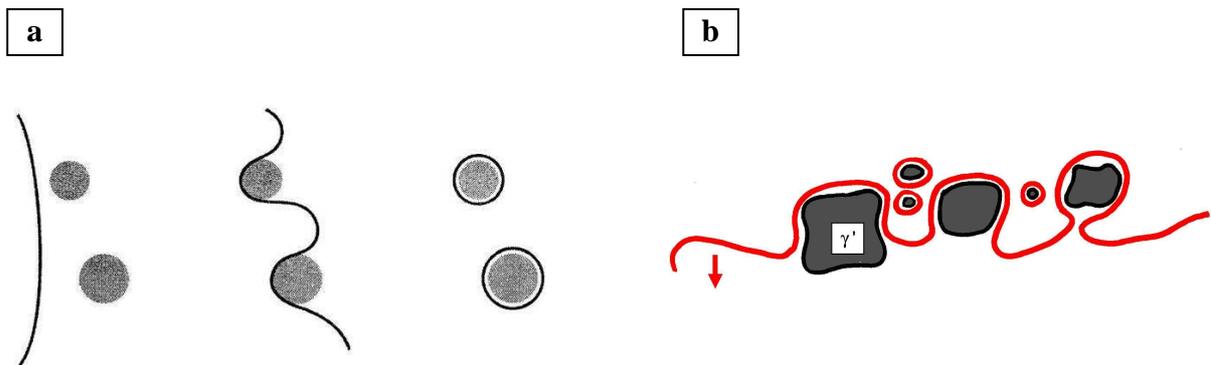


Figure B.19. : Schémas de principe du contournement d'Orowan [17]. Le schéma (b) sera utilisé sur les images MET de cette étude pour matérialiser le processus de contournement quand il sera actif.

La contrainte nécessaire au franchissement par contournement doit être supérieure à la contrainte d'Orowan (1) :

$$\tau_{Orowan} = \frac{2T}{bL} \quad (1)$$

Où T est la tension de ligne, b la norme du vecteur de Burgers et L la distance inter-précipités dans un plan $\{111\}$. Une autre formulation peut être proposée faisant intervenir le rayon R des précipités, leur fraction volumique f_v , b la norme du vecteur de Burgers et μ le module de cisaillement.

$$\tau_{Orowan} = \frac{\mu b}{2R} \sqrt{f_v} \quad (2)$$

Ces formulations montrent que le franchissement des précipités par contournement est d'autant plus difficile que la distance inter-précipités L est faible. Ce rétrécissement des couloirs est favorisé par une fraction volumique f_v de petits précipités (à R faible) élevée. Lorsque localement la contrainte d'Orowan n'est pas atteinte, le franchissement des obstacles ne pourra se faire éventuellement qu'en impliquant un ou plusieurs des mécanismes de cisaillement décrits dans les paragraphes à suivre.

B2.1.2) Mécanismes de cisaillement

B2.1.2.1) Cisaillement par paire de dislocations avec création de paroi d'antiphase

Dans ce cas de figure, une dislocation de matrice $(a/2)\langle 110 \rangle$ rentre dans un précipité γ' ordonné. Suite au passage de la dislocation, l'ordre du précipité est modifié et il y a création d'un défaut d'énergie importante appelée paroi d'antiphase (ou « APB » : Anti Phase Boundary). Comme montré sur la figure B.20, le passage d'une deuxième dislocation de matrice ayant le même vecteur de Burgers permet de rétablir l'ordre du précipité. Les deux dislocations forment alors une superdislocation.

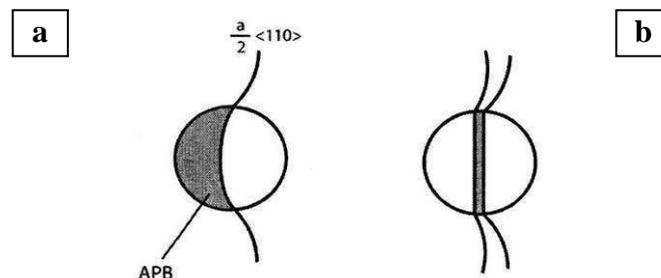


Figure B.20. : Schéma du mécanisme de cisaillement par une dislocation de matrice créant une paroi d'antiphase (a) puis par une superdislocation (b) [17].

Deux modèles sont proposés pour évaluer la contrainte critique résolue (ou CRSS : Critical Resolved Shear Stress) associée à ce type de cisaillement en relation avec la taille des précipités.

Si les précipités sont de petite taille, le couplage entre les deux dislocations formant la paire est faible [45,46]. Ces dernières sont séparées par une bande de petits précipités contenant des fautes d'empilement (figure B.21).

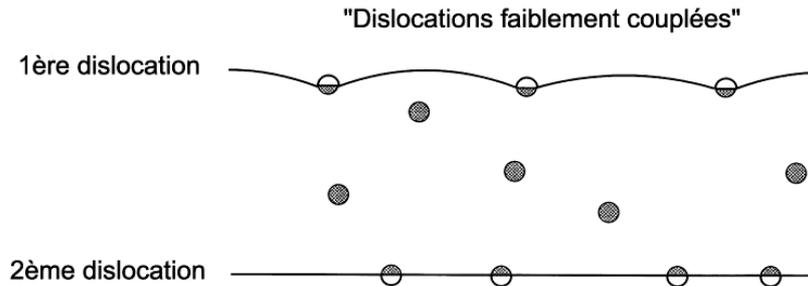


Figure B.21. : Schéma de principe du mécanisme de cisaillement par une paire de dislocations faiblement couplées [9].

L'énergie de paroi d'antiphase crée une force attirant les deux dislocations, qui va s'opposer à la répulsion élastique. Un équilibre entre les deux dislocations est atteint pour une certaine distance les séparant. La contrainte nécessaire au cisaillement s'écrit alors :

$$\tau = \frac{1}{2} \left(\frac{\gamma}{b} \right)^{3/2} \left(\frac{b D f_v}{T} \right)^{1/2} A - \frac{1}{2} \left(\frac{\gamma}{b} \right) f_v \quad (3)$$

Où γ est l'énergie de paroi d'antiphase des précipités dans les plans {111}, b la norme du vecteur de Burgers, D le diamètre moyen des particules, f_v la fraction volumique des précipités, T la tension de ligne et A un facteur dépendant de la morphologie des particules ($A=0,72$ pour les particules sphériques). Cette fonction est croissante avec le diamètre D des précipités.

Si la taille des précipités dépasse un certain diamètre seuil, les deux dislocations sont fortement couplées [47]. Les deux dislocations appariées traversent ensemble la même particule (figure B.22).

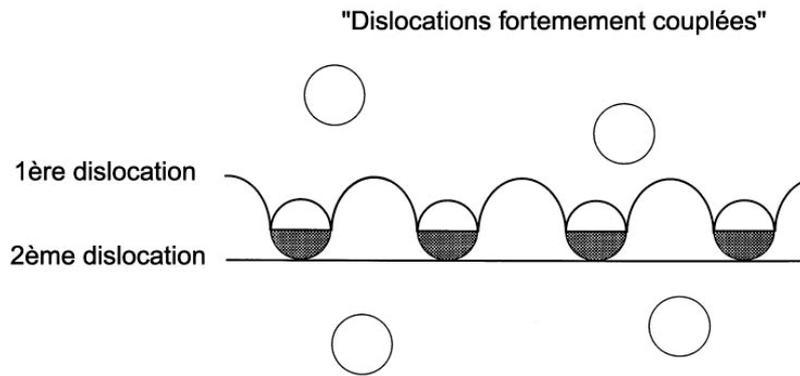


Figure B.22. : Schéma de principe du mécanisme de cisaillement par une paire de dislocations faiblement couplées [9].

La contrainte critique de scission s'écrit alors :

$$\tau = \frac{1}{2} \left(\frac{Gb}{L_p} \right) \frac{2w}{\pi} \left(\frac{\pi D \gamma}{wGb^2} - 1 \right)^{1/2} \quad (4)$$

$$\text{Avec } L_p = \frac{D}{2} \left(\frac{\pi}{f_v} \right)^{1/2} \quad (5)$$

Où G est le module de cisaillement, L_p est la distance moyenne entre les centres de gravité des deux particules et w est une constante prenant en compte l'énergie élastique de répulsion entre les dislocations fortement couplées ($w \sim 1$ pour les dislocations parfaites). Cette fonction est croissante en fonction du diamètre D des précipités et décroissante en fonction de leur écartement. A fraction volumique constante, il existe donc une taille critique de particules pour laquelle la contrainte de cisaillement est maximale.

Les paramètres b , D et f_v sont mesurés expérimentalement, T est calculé grâce à la relation $T = 0,5\mu b^2$ et γ est déterminée par une méthode de simulation. Jackson et Reed [9] ont tracé la variation de τ en fonction du diamètre D des précipités pour un Udimet 720Li forgé (figure B.23). Dans ce cas de figure, la transition entre le mécanisme de cisaillement par des paires faiblement couplées et fortement couplées se produit autour de 40nm.

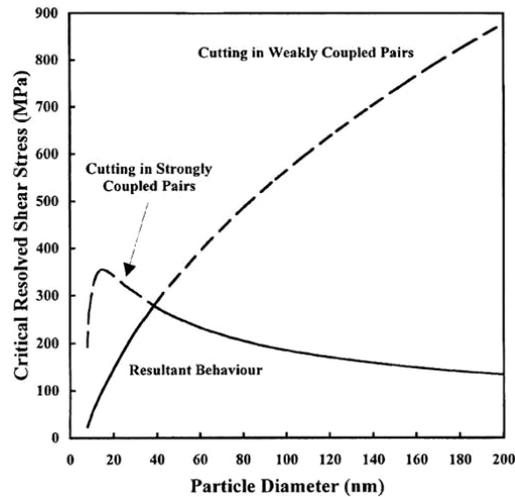


Figure B.23. : Variation de la CRSS en fonction de la taille des particules dans le cas d'un Udimet 720Li à 700°C [9].

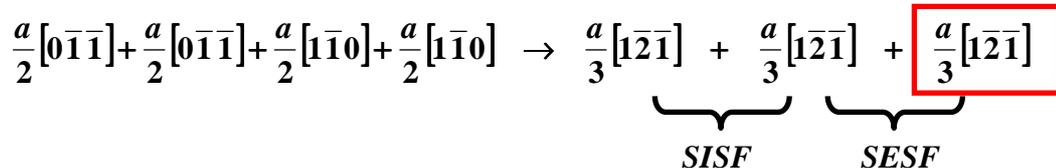
B2.1.2.2) Cisaillement avec création de fautes de super-réseau

La création d'une faute d'empilement est liée à la modification de la séquence d'empilement des plans $\{111\}$ de la structure cristalline cfc. On parle de faute intrinsèque lorsqu'il y a suppression d'un plan et extrinsèque pour l'ajout d'un plan.

Les dislocations parfaites de matrice $a/2\langle 110 \rangle$ peuvent se dissocier dans les plans $\{111\}$ en deux dislocations appelées partielles de Shockley de type $a/6\langle 112 \rangle$. L'association de deux partielles de Shockley de même direction conduit à la formation d'une superpartielle de Shockley (ou SuperShockley) de type $a/3\langle 112 \rangle$. Les différents modes d'interactions entre ces partielles de Shockley et les précipités γ' ont été décrits dans la littérature et font l'objet de différents modèles.

a) Modèle de Kear et al.

Un des premiers mécanismes pour la formation de fautes de super-réseau a été proposé par Kear et al.[48-51]. Pour ce mécanisme, lorsqu'un certain seuil de contrainte est dépassé, de nombreux cisaillements de précipités γ' sont observés par combinaison de quatre parfaites de matrice aux interfaces γ/γ' puis scission en SuperShockleys séparées par des défauts d'empilements intrinsèques/extrinsèques (SISF / SESF) (figure B.24). La réaction correspondante est la suivante [48]:



Le terme encadré comprend deux dislocations partielles dans un plan de glissement adjacent associé avec un dipôle AC/CA. Ce terme représente une dislocation vis alors que les autres sont des dislocations coins.

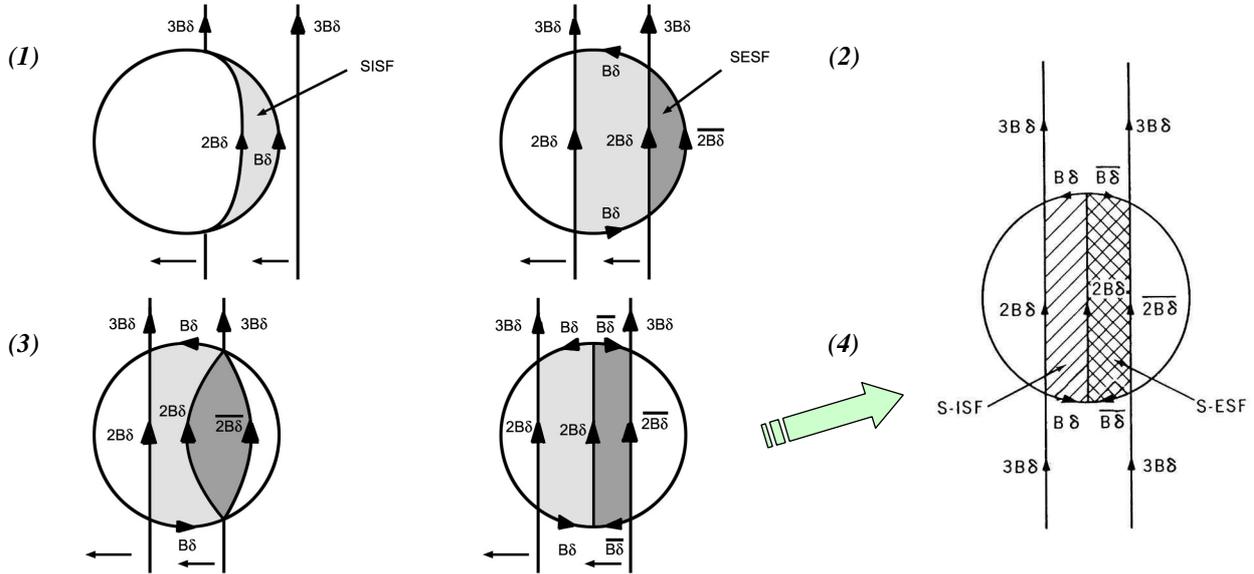
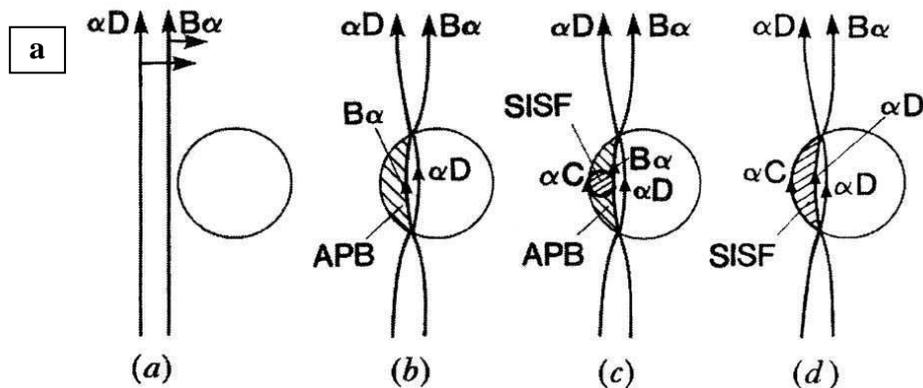


Figure B.24. : Représentation schématique du mécanisme de Kear et al [48].

$$B\delta \equiv \frac{a}{6} [1\bar{2}1] \text{ suivant le tétraèdre de Thompson.}$$

b) Modèle de Condat et Décamps.

Ce modèle se différencie de celui de Kear par le type de dislocations initiant le cisaillement qui est de type $a/2\langle 110 \rangle$ et non de type $a/3\langle 112 \rangle$. Le mécanisme proposé par Condat et Décamps [52-54] considère des dislocations de matrice dissociées qui entrent dans le précipité en créant une paroi d'antiphase (APB). Suivant le type de sollicitation, il se crée une faute intrinsèque (ou SISF sur la figure B.25.a) ou extrinsèque (SESF sur la figure B.25.b). Les fautes intrinsèques apparaissent à des températures intermédiaires pour des sollicitations de type fluage traction, les fautes extrinsèques à haute température en fluage compression.



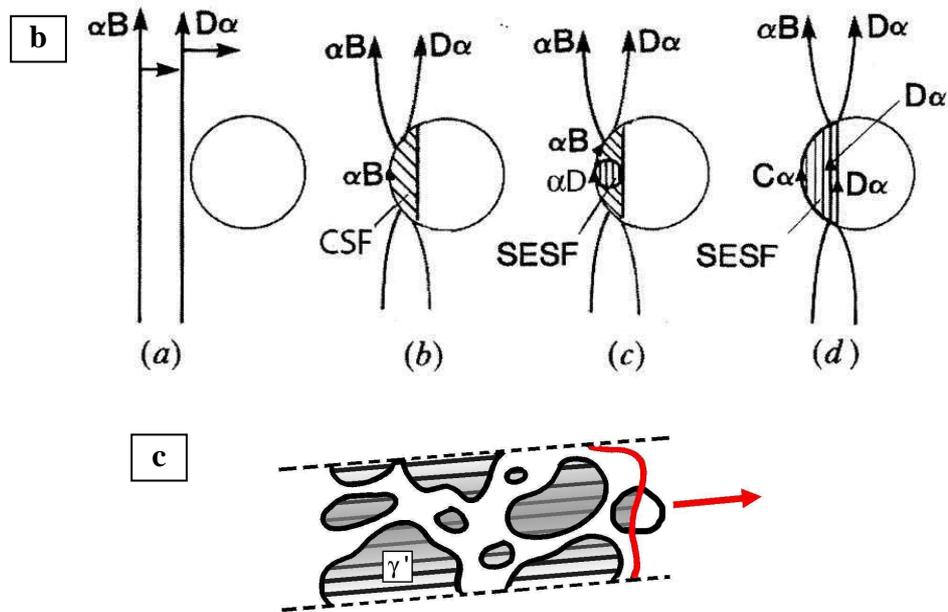


Figure B.25. : Mécanisme de cisaillement avec création d'une faute d'empilement intrinsèque (a) ou extrinsèque (b) dans le précipité [53]. (c) Schéma de principe qui sera utilisé pour matérialiser le mécanisme de cisaillement de Condat – Décamps sur les images MET dans la suite de ce chapitre.

A partir de ces modèles, S. Raujol a proposé un mécanisme supplémentaire observé sur le NR3 en fluage à 700°C [17,55]. Ce mécanisme est initié par des dislocations de matrice dissociées entrant dans un précipité et laissant une faute d'empilement extrinsèque dans le précipité et intrinsèque dans la matrice (figure B.26).

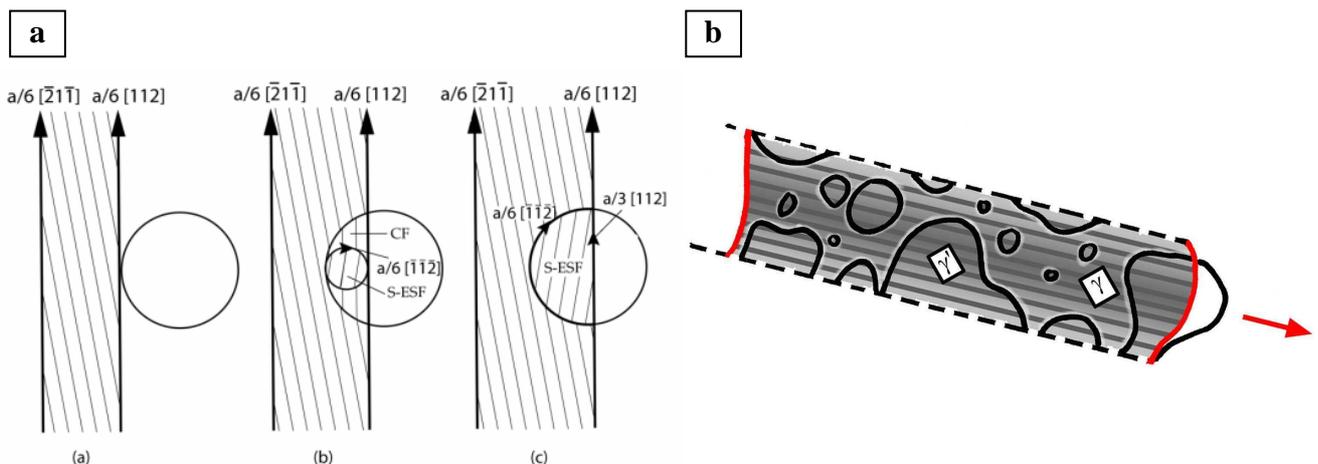


Figure B.26. : (a) Mécanisme de cisaillement engendrant une faute d'empilement extrinsèque dans le précipité et intrinsèque dans la matrice [55]. (b) Schéma de principe qui sera utilisé pour matérialiser ce mécanisme de cisaillement sur les images MET dans la suite de ce chapitre.

B2.1.3) Transition entre cisaillement et contournement

La transition entre ces trois mécanismes de franchissement dépend fortement de l'état de la microstructure de précipitation (fraction volumique, taille des précipités et largeur des couloirs de matrice). Elle est schématisée sur la figure B.27 qui regroupe les différents modèles des paragraphes précédents : cisaillement par paires de dislocations faiblement couplées (courbe 1) ou fortement couplées (courbe 2), et contournement d'Orowan (courbe 3).

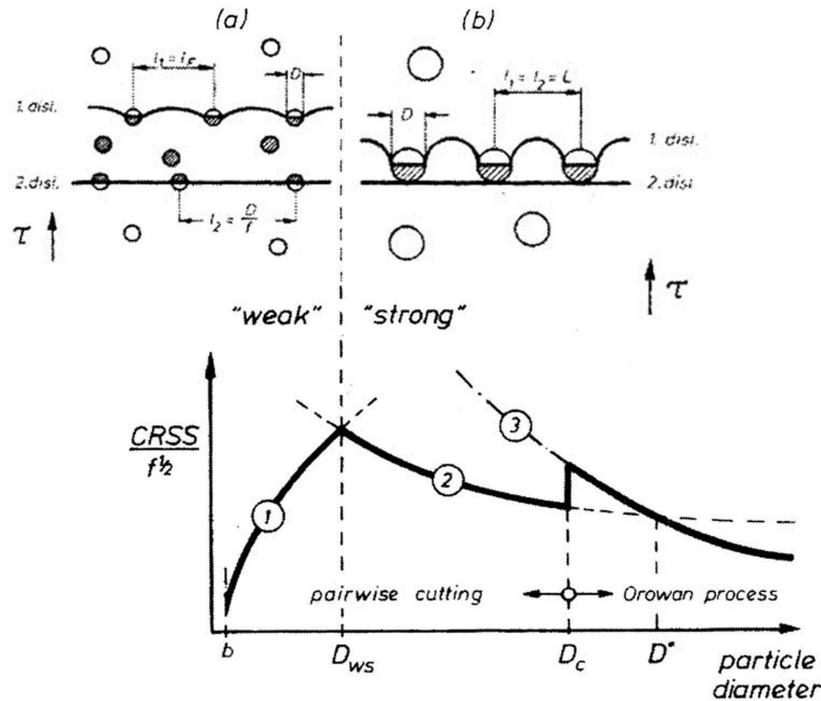


Figure B.27. : Transition entre les différents mécanismes de franchissement des précipités.

Sur ce graphe, la transition cisaillement / contournement se produit pour un diamètre D_c pour une contrainte s'écrivant :

$$\tau = \left(\frac{\gamma}{b}\right) - \frac{2T}{bD\sqrt{2/3}} \quad (6)$$

Théoriquement, la courbe relative au cisaillement croise celle du contournement pour un diamètre de particule D^* , le mécanisme d'Orowan devrait se déclencher pour $D > D^*$. Cependant, pour des particules de taille D_c , la dislocation de tête de la paire fortement couplée est incapable de cisailier le précipité et la paire se découple. Il faudra donc augmenter la CRSS à D_c pour permettre le déclenchement du contournement d'Orowan.

L'étude des différents mécanismes de déformation a démontré que le durcissement structural du matériau pouvait être optimisé par la présence d'obstacles dans les couloirs de matrice. Dans le domaine des superalliages pour disques de turbine, cette considération a mené à la mise au point de nouveaux traitements thermiques pour obtenir une fine précipitation γ' dans les couloirs entraînant un durcissement non négligeable du matériau [10,12,18]. Notamment, les études menées par Jackson et Reed sur l'Udimet 720 Li [9] et par Reppich sur le PE16 et le Nimonic 105 [56], ont mis en évidence que le durcissement maximal est obtenu pour une taille optimale des précipités tertiaires correspondant à la transition entre cisaillement par paires de dislocations faiblement couplées et fortement couplées. D'autres études ont permis d'étudier la stabilité de ces précipités tertiaires à température d'utilisation et sous contrainte [43,17,19].

B2.2) Etude expérimentale des mécanismes de déformation

Les premières observations au MET ont été réalisées à partir de lames prélevées dans le fût des éprouvettes après rupture. Le caractère polycristallin des matériaux de l'étude conduisant à des structures de dislocations parfois différentes d'un grain à l'autre, il a fallu étendre les observations à plusieurs grains pour chaque condition d'essai. Comprendons que la variabilité des structures de dislocations observées ne résulte pas de mécanismes qui seraient différents en fonction de l'orientation cristalline mais plutôt d'un état local de contrainte par rapport à la déformation qui dépend directement des interactions entre grains au sein de l'agrégat.

La forte densité de dislocations à rupture rendait l'analyse des structures en présence parfois difficile. C'est la raison pour laquelle la plupart des essais, qui ont été utilisés pour observer les mécanismes de déformation plastique, ont été réitérés dans les mêmes conditions de sollicitation mais en les interrompant rapidement pour un niveau de déformation comparable. Une amplitude de déformation plastique cumulée de $\varepsilon_p = 0,15\%$ a été choisie pour ces arrêts. A conditions de chargement identiques, les paysages de déformation obtenus après rupture et après interruption à $\varepsilon_p = 0,15\%$ ont été comparés. Le type de mécanisme de déformation activé ne change pas même si le niveau de déformation cumulée est différent, seule une variation de la densité de dislocations est observée.

L'évolution des processus de déformation pour les différents types de sollicitation est d'abord présentée pour chaque état microstructural du matériau. Des pistes d'explication des différences de mécanismes de déformation entre la structure homogène et la structure hétérogène sont ensuite proposées.

B2.2.1) Structure Homogène

Le lot n°2 du matériau homogène a été utilisé pour les essais interrompus en complément des essais menés à rupture sur le lot n°1. Malgré les quelques différences d'ordre microstructural qu'il présente avec le lot n°1, aucun écart significatif n'a été relevé en terme de mécanismes de déformation pour les conditions étudiées. L'ensemble des résultats obtenus sur les deux lots est donc utilisé pour expliquer le comportement macroscopique de la structure homogène.

B2.2.1.1) Paysages de dislocations en fluage

La figure B.28 est une micrographie obtenue pour l'essai de fluage interrompu à une déformation plastique de 0,15% sous une contrainte de 800MPa à 700°C. Sur cette image, on observe principalement de nombreuses dislocations entourant les précipités γ' secondaires. De plus, de nombreuses petites boucles, ne dépassant pas les 50 nm de diamètre, sont visibles dans les espaces entre les précipités γ' secondaires. Ces observations vont dans le sens de mécanismes de déformation par contournement d'Orowan, les petites boucles correspondant au contournement des fins précipités γ' tertiaires.

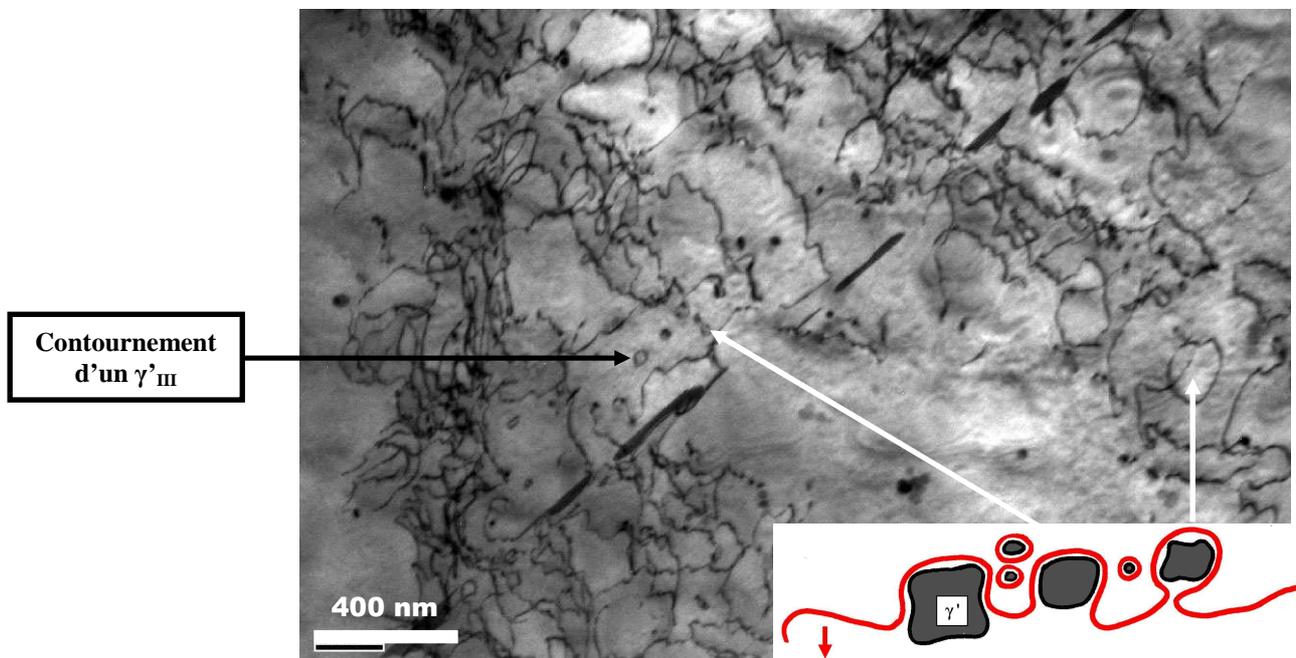


Figure B.28. : *Microstructure de déformation par contournement d'Orowan de la structure homogène en fluage à 800MPa, 700°C et $\epsilon_p = 0,15\%$.*

B2.2.1.2) Paysages de dislocations en fatigue

Les lames ont été prélevées sur l'éprouvette sollicitée en fatigue à 800MPa. Cet essai a été interrompu après plus de 10^6 cycles pour une déformation plastique cumulée de 0,15%.

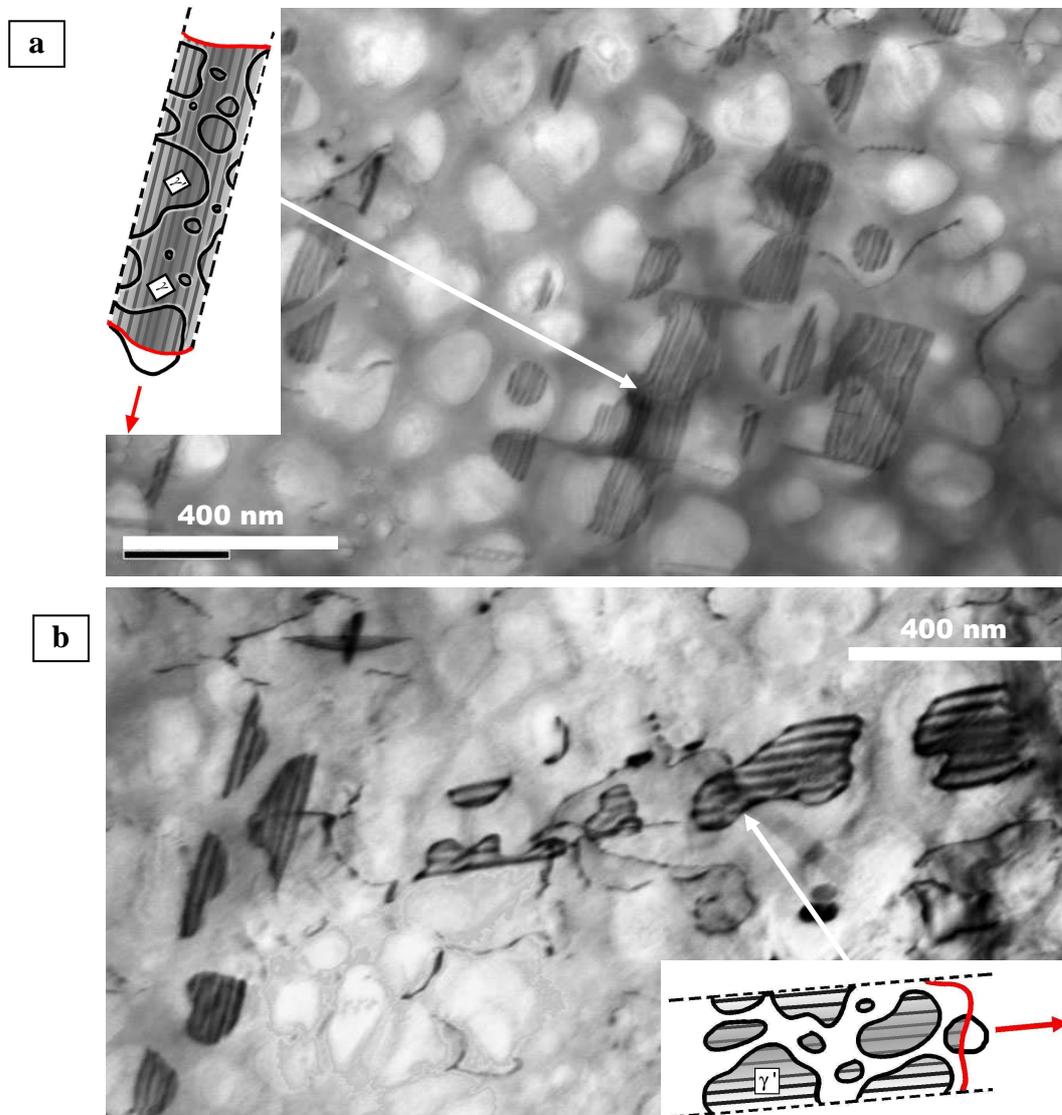


Figure B.29. : Paysage de dislocations dans la structure homogène en fatigue à 800MPa, 700°C et ε_p cumulée = 0,15%. Mécanisme de Décamps – Raujol (a) et mécanisme de Condat – Décamps (b).

La micrographie met essentiellement en évidence le cisaillement des précipités γ' secondaires et tertiaires par des configurations complexes de dislocations partielles de Shockley (figure B.29.a). Ces configurations, du type de celles observées par Décamps et Raujol [17,55], sont initiées par des dislocations de type $a/6\langle 112 \rangle$ laissant des fautes d'empilement dans les précipités et la matrice. Le mécanisme de Condat et Décamps a également été observé localement (figure B.29.b). Dans ce cas, la dislocation de matrice de type $a/2\langle 110 \rangle$ se dissocie et laisse une faute d'empilement intrinsèque ou

extrinsèque en cisillant les précipités. On notera que, sur cette micrographie, deux plans de glissement sont activés.

B2.2.1.3) Paysages de dislocations en fatigue - fluage

Pour étudier l'effet du temps de maintien sur les mécanismes de déformation activés, des essais ont été menés avec trois temps de palier différents ($\Delta t = 1, 10$ et 50 secondes) à 800MPa . Ces derniers ont été interrompus après avoir atteint une déformation plastique d'environ $0,15\%$.

Les figures B.30.a et B.30.b représentent les paysages de dislocations correspondant à l'essai de fatigue –fluage pour un temps de maintien court $\Delta t = 1$ seconde.

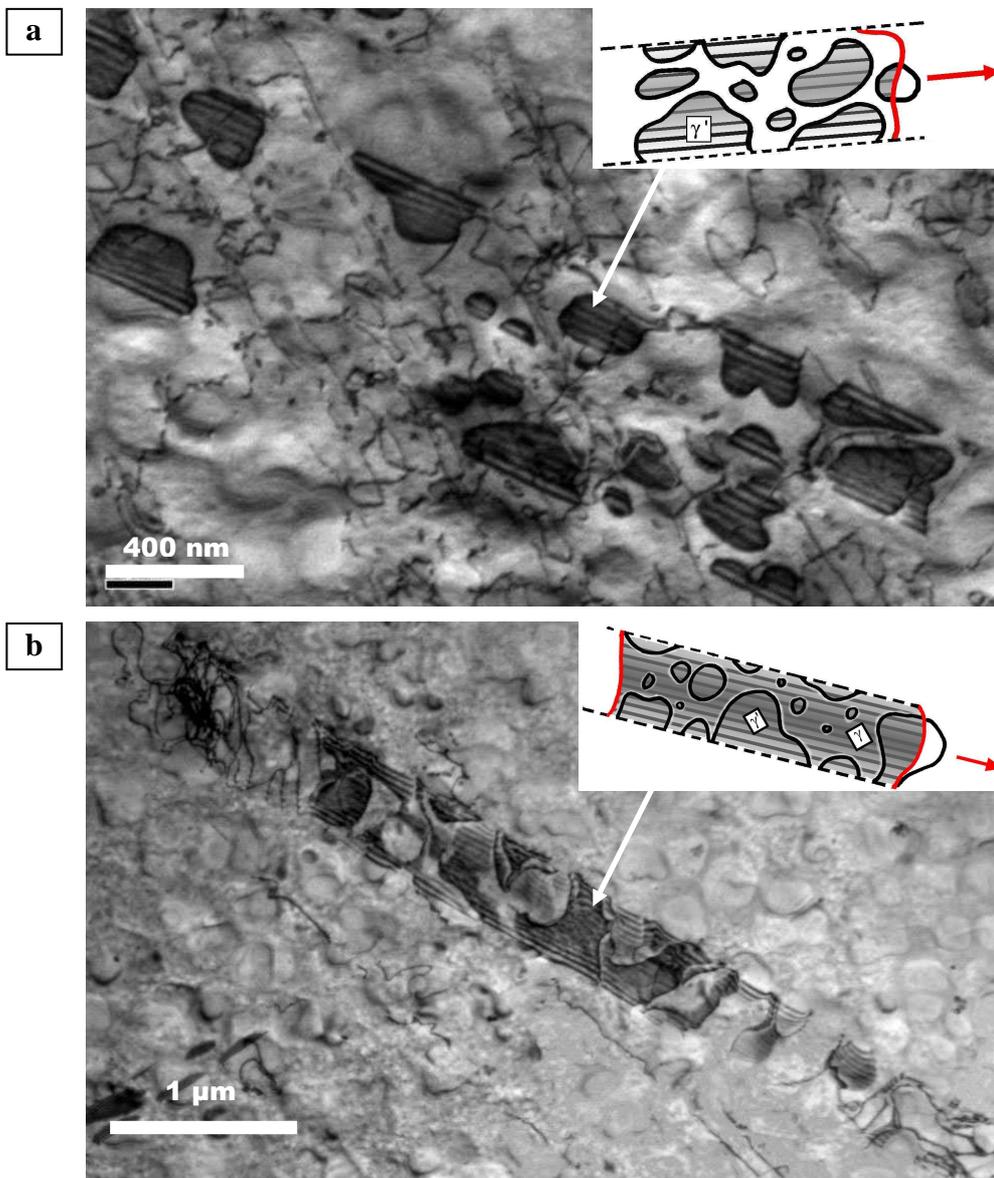


Figure B.30. : Paysage de dislocations en fatigue – fluage à 800MPa , $\Delta t=1\text{sec}$, 700°C et $\varepsilon_p = 0,15\%$. Mécanisme de Condé – Décamps (a) et mécanisme de Décamps – Raujol (b).

Comme pour l'essai de fatigue, les mécanismes observés correspondent essentiellement à du cisaillement initié par des dislocations partielles de Shockley laissant des fautes d'empilement dans la matrice et/ou dans les précipités. Comparativement à l'essai de fatigue, le mécanisme de Condat – Décamps a été observé un peu plus fréquemment. Quelques rares traces de dislocations parfaites mises en jeu lors du contournement de précipités sont observées.

La figure B.31 illustre la structure de déformation pour l'échantillon sollicité en fatigue – fluage avec un temps de maintien à charge maximale $\Delta t = 10$ secondes. Dans ces conditions, le paysage de dislocations se distingue par la présence de mécanismes de contournement des précipités γ' secondaires et des tertiaires, visibles plus ponctuellement. Localement, on note la présence de fautes d'empilement dans les précipités γ' secondaires qui témoignent de leur cisaillement. Les fautes d'empilement étant assez peu nombreuses, il est difficile de savoir si ces mécanismes se limitent aux précipités (mécanisme de Condat – Décamps) ou si ils s'étendent à la matrice (mécanisme de Décamps – Raujol).

A ces mécanismes de cisaillement vient s'ajouter un mécanisme de contournement des précipités secondaires ou tertiaires.

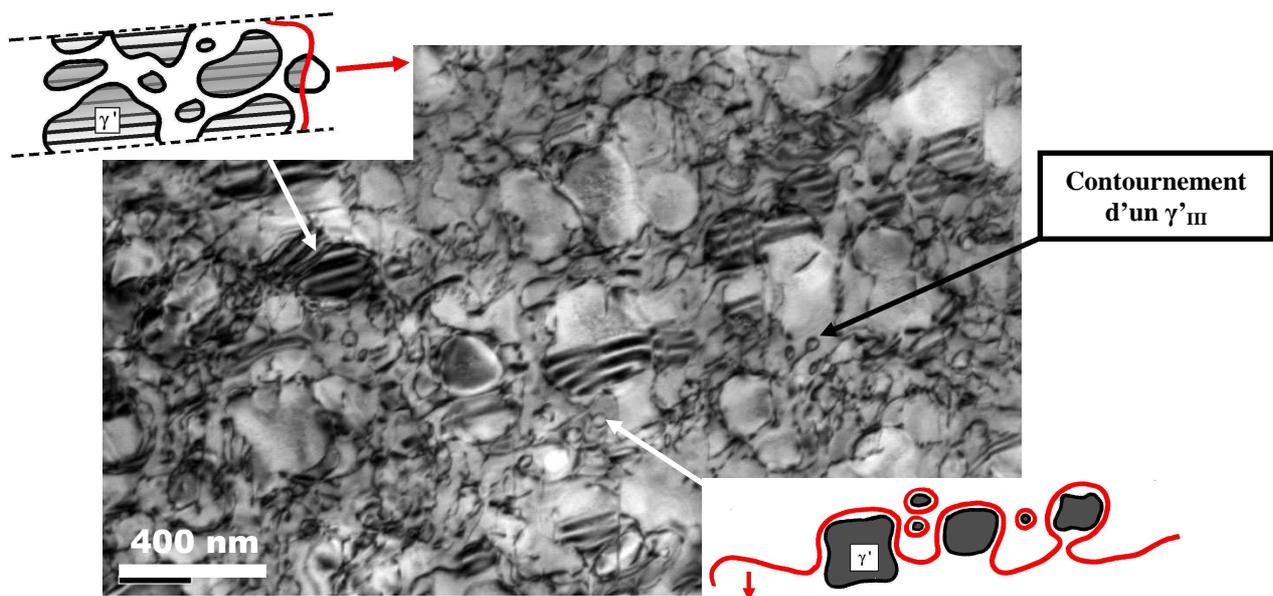


Figure B.31. : *Paysage de dislocations en fatigue – fluage à 800MPa, $\Delta t=10$ sec, 700°C et $\varepsilon_p = 0,15\%$.*

Enfin, les mécanismes de déformation ont été étudiés en fatigue – fluage pour un long temps de maintien $\Delta t = 50$ secondes. Pour ces conditions, seules les lames issues de l'essai mené à rupture ont

pu être observées. De ce fait, la déformation plastique atteinte est de l'ordre de $\epsilon_p = 1,1\%$. L'une des micrographies obtenues est présentée sur la figure B.32.

Le paysage de dislocations est similaire à celui obtenu pour le fluage. On observe une généralisation du mécanisme de contournement par des dislocations parfaites de matrice. Quelques fautes d'empilement sont visibles ponctuellement dans des zones où la microstructure de précipitation n'est pas propice au contournement. Pour ces cas isolés, le mécanisme prépondérant est celui de Condat – Décamps.

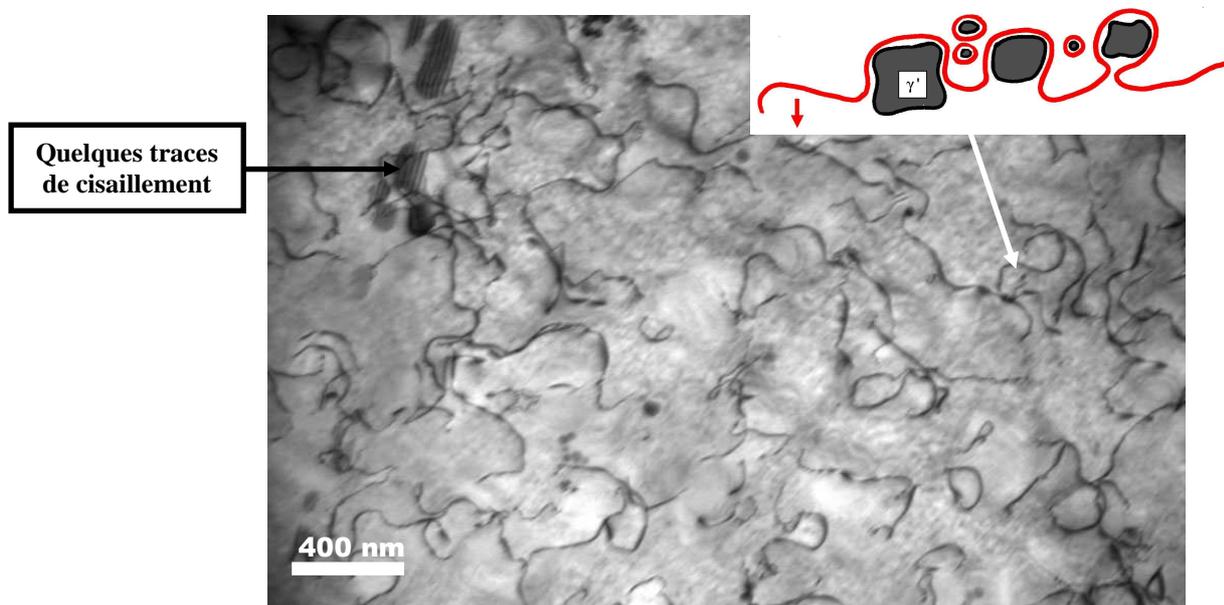


Figure B.32. : Structure de dislocations en fatigue – fluage à 800MPa, $\Delta t=50\text{sec}$, 700°C et $\epsilon_p = 1,1\%$.

B2.2.2) Structure Hétérogène

La structure hétérogène se caractérise par une bi-population de grains. Dans le cadre de cet état microstructural, les observations ont été effectuées systématiquement dans les deux populations de grains afin de détecter un éventuel changement de mécanisme de déformation. Les observations à cœur de grains n'ont révélé aucune différence significative de paysage de dislocations entre gros grains et petits grains. Les micrographies présentées ici sont donc représentatives des mécanismes observés sur l'ensemble des grains.

B2.2.2.1) Paysages de dislocations en fluage

La figure B.33 est une micrographie obtenue pour l'essai de fluage interrompu jusqu'à une déformation plastique de 0,15% sous une contrainte de 800MPa à 700°C. Le contournement des précipités par des dislocations parfaites y est très présent. On peut également noter la trace de cisaillement des précipités secondaires et tertiaires par le mécanisme de Condat et Décamps.

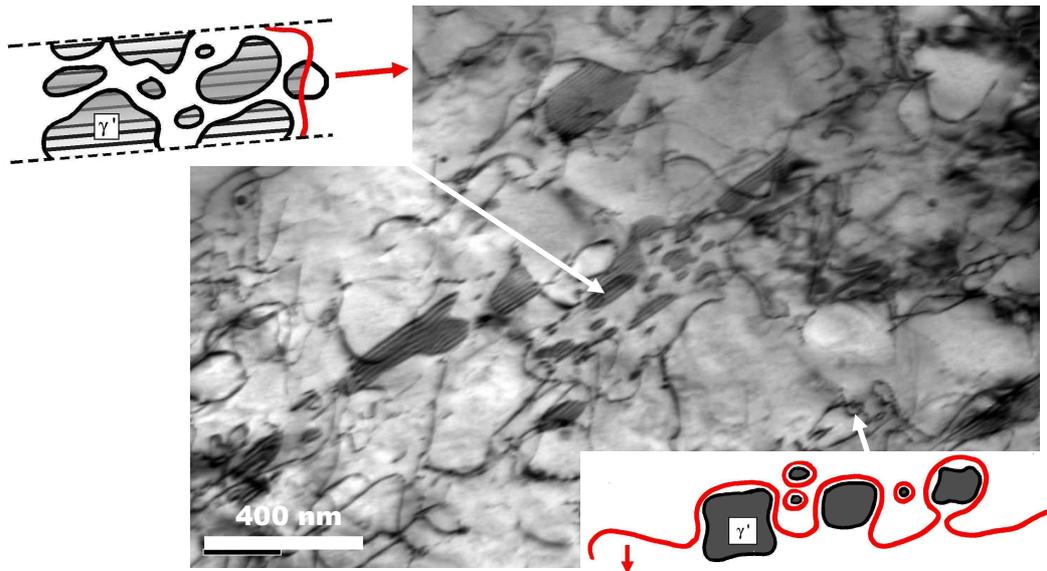


Figure B.33. : Paysage de dislocations dans la structure hétérogène en fluage à 800MPa, 700°C et $\varepsilon_p = 0,2\%$.

B2.2.2.2) Paysages de dislocations en fatigue

La micrographie en figure B.34, représente le paysage de dislocations pour l'essai de fatigue réalisé à une contrainte de 800MPa et interrompu au terme de 10^6 cycles. A ce stade, la déformation plastique cumulée atteint $\varepsilon_{p\text{ cumulée}} = 0,18\%$. De la même manière que pour la structure homogène, l'essentiel des microstructures de déformation observées correspond à des mécanismes de cisaillement. Il y a coexistence du mécanisme de Décamps – Raujol où précipités et matrice présentent des fautes d'empilement, et de celui de Condat – Décamps où seuls les précipités sont fautés. Dans le cas présenté, on observe l'activation de trois plans de glissement. Le contournement de précipités par des dislocations parfaites est très rare.

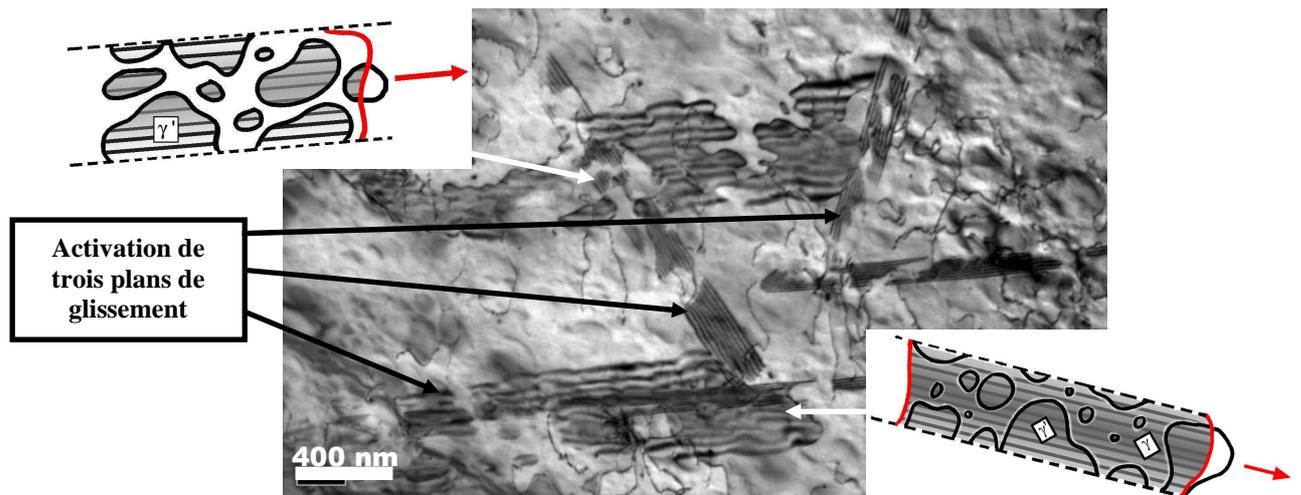


Figure B.34. : Paysage de dislocations du matériau hétérogène en fatigue à 800MPa, 700°C et $\varepsilon_p = 0,18\%$.

B2.2.2.3) Paysages de dislocations en fatigue – fluage

Comme pour la structure homogène, les observations ont été réalisées à partir de lames issues d'éprouvettes sollicitées en fatigue – fluage pour des temps de maintien variant de 1 seconde à 50 secondes. Les essais ont été interrompus à une même déformation plastique de 0,15% à l'exception de celui conduit à $\Delta t = 1$ sec pour lequel la déformation plastique avoisine les 1% correspondant à la rupture.

L'ensemble des micrographies réalisées pour chaque condition présente des mécanismes de déformation par cisaillement. Cependant, les paysages de dislocations varient légèrement d'un temps de palier à l'autre. Pour un $\Delta t = 1$ seconde (figure B.35), on observe du cisaillement complexe (mécanisme de Décamps – Raujol) où les dislocations laissent des fautes d'empilement dans les précipités et la matrice. En augmentant le temps de palier jusqu'à 10 secondes (figure B.36), on voit apparaître, en plus des fautes complexes, des fautes d'empilement uniquement dans les précipités, caractéristiques du mécanisme de Condat – Décamps. Ce dernier mécanisme se généralise lorsque le temps de maintien est de 50 secondes (figure B.37). Pour ces trois conditions, la présence de dislocations parfaites témoignant de processus de contournement de précipités est très rare.

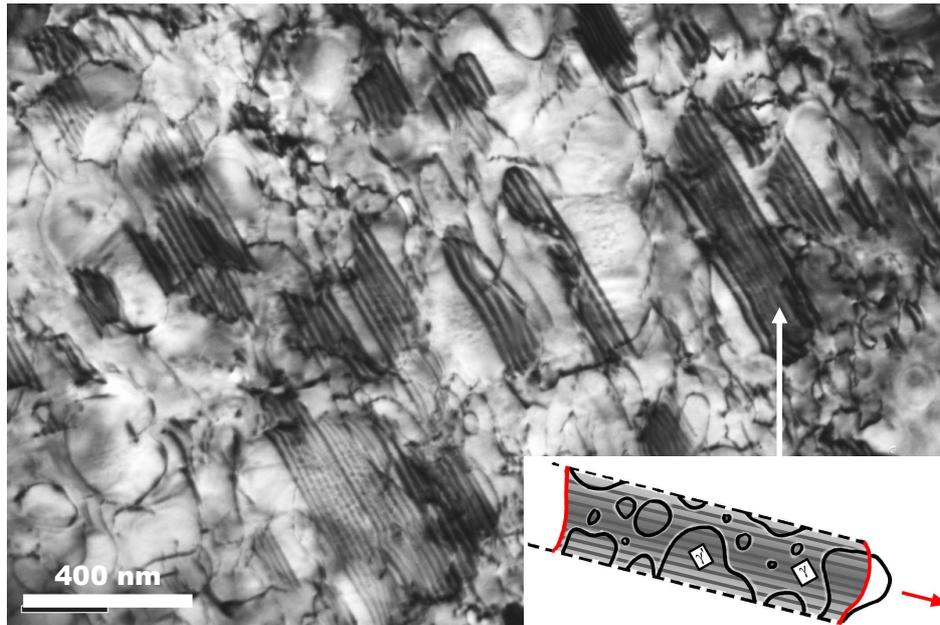


Figure B.35. : *Paysage de dislocations en fatigue – fluage à 800MPa, $\Delta t=1\text{sec}$, 700°C et $\varepsilon_p = 1\%$.*

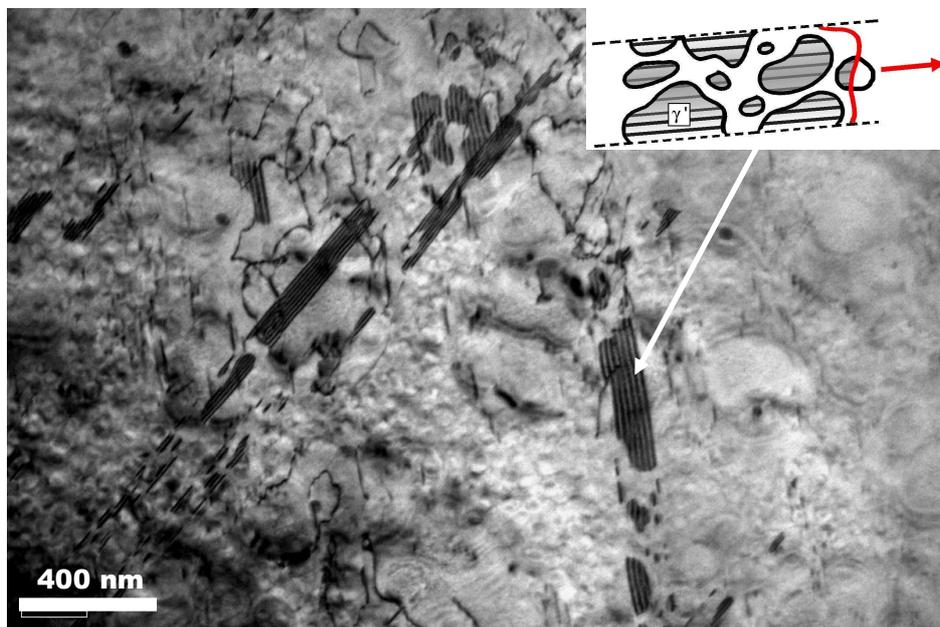


Figure B.36. : *Paysage de dislocations en fatigue – fluage à 800MPa, $\Delta t=10\text{sec}$, 700°C et $\varepsilon_p = 0,15\%$.*

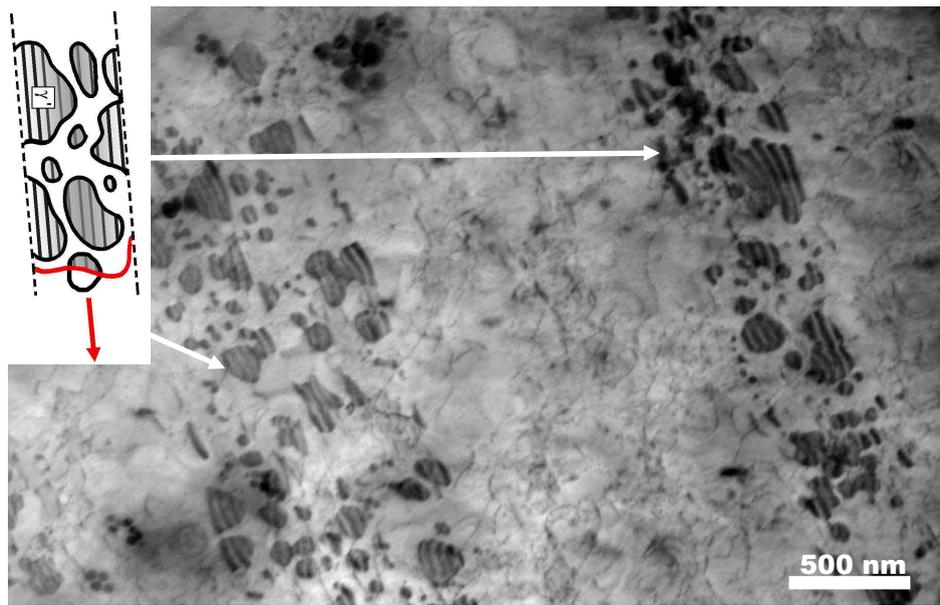


Figure B.37. : *Paysage de dislocations en fatigue – fluage à 800MPa, $\Delta t=50sec$, $700^{\circ}C$ et $\epsilon_p = 0,15\%$.*

B2.2.3) Synthèse

Dans le cadre de cette étude sur les mécanismes de déformation en fatigue - fluage, un large panel de paysages de dislocations a été observé. La nature de ces mécanismes peut être reliée à la durée du temps de palier à contrainte maximale :

Pour la fatigue et les faibles temps de maintien (< 10 secondes), les structures de dislocations observées consistent essentiellement en du cisaillement par des partielles de Shockley laissant des fautes d'empilement dans la matrice et/ou dans les précipités, selon que l'on soit dans le cas du mécanisme de Condat – Décamps ou celui de Décamps – Raujol. Comme le temps de palier est court (ou nul pour la fatigue), le libre parcours moyen des dislocations reste faible. Les dislocations ne peuvent pas glisser au coeur des grains. En raison du cyclage, la contrainte n'agit que par intermittence sur les dislocations. Cela va provoquer soit l'annihilation de dislocations ayant le même vecteur de Burgers mais de sens opposé, soit, plus fréquemment, l'enchevêtrement des dislocations qui vont créer des obstacles au déplacement des nouvelles dislocations produites lors des cycles suivants. Ces phases de chargement – déchargement vont aussi provoquer l'activation de plusieurs systèmes de glissement où les dislocations vont se propager et favoriser une répartition plus homogène de la déformation.

Tous ces éléments vont dans le sens d'une moindre mobilité des dislocations et donc d'une faible vitesse de déformation.

Pour les longs temps de maintien (≥ 10 secondes), la contrainte agissant plus longtemps à chaque cycle, l'énergie fournie aux dislocations est plus importante. De ce fait, leur libre parcours moyen augmente, ce qui contribue à une déformation plus importante. Dans ces conditions, le contournement devient possible selon les configurations locales de précipitation γ'_{II} et γ'_{III} . Il devient même majoritaire dans le cas de la structure homogène pour les conditions de fatigue-fluage $\Delta t = 50$ secondes et en fluage. Ces deux effets, maintien prolongé de la charge et participation importante de processus de contournement, conduisent à une vitesse de déformation macroscopique plus élevée.

Si les mécanismes décrits ci-dessus sont présents pour les deux structures homogène et hétérogène, la contribution du contournement n'est que très faible pour l'hétérogène. La figure B.38 propose un schéma des mécanismes prépondérants pour chaque microstructure en fonction du temps de maintien de la charge.

Le « décalage » de comportement entre la structure homogène et hétérogène vis-à-vis de la transition progressive de mécanismes de cisaillement vers le contournement lorsque le temps de maintien augmente, tire a priori son origine des différences de microstructures métallurgiques, en particulier de la structure de précipitation γ' .

Or de ce point de vue, la microstructure plus dense en petits précipités γ'_{III} de la structure homogène apparaît comme la plus favorable pour inhiber les processus de contournement. C'est pourtant essentiellement au sein de cette structure que le contournement est relevé pour les forts temps de maintien. Par ailleurs, partant du principe que la déformation induite par le mouvement des dislocations parfaites est plus importante que lorsqu'il résulte de processus de cisaillement, il est surprenant de constater que la structure hétérogène se déforme nettement plus que l'homogène à conditions de chargement identiques alors que les processus de contournement n'y sont que très peu actifs.

La faible participation du contournement à la déformation de la structure hétérogène ainsi que la plus grande aptitude de cette structure à se déformer en comparaison de l'homogène sont discutées dans le paragraphe suivant.

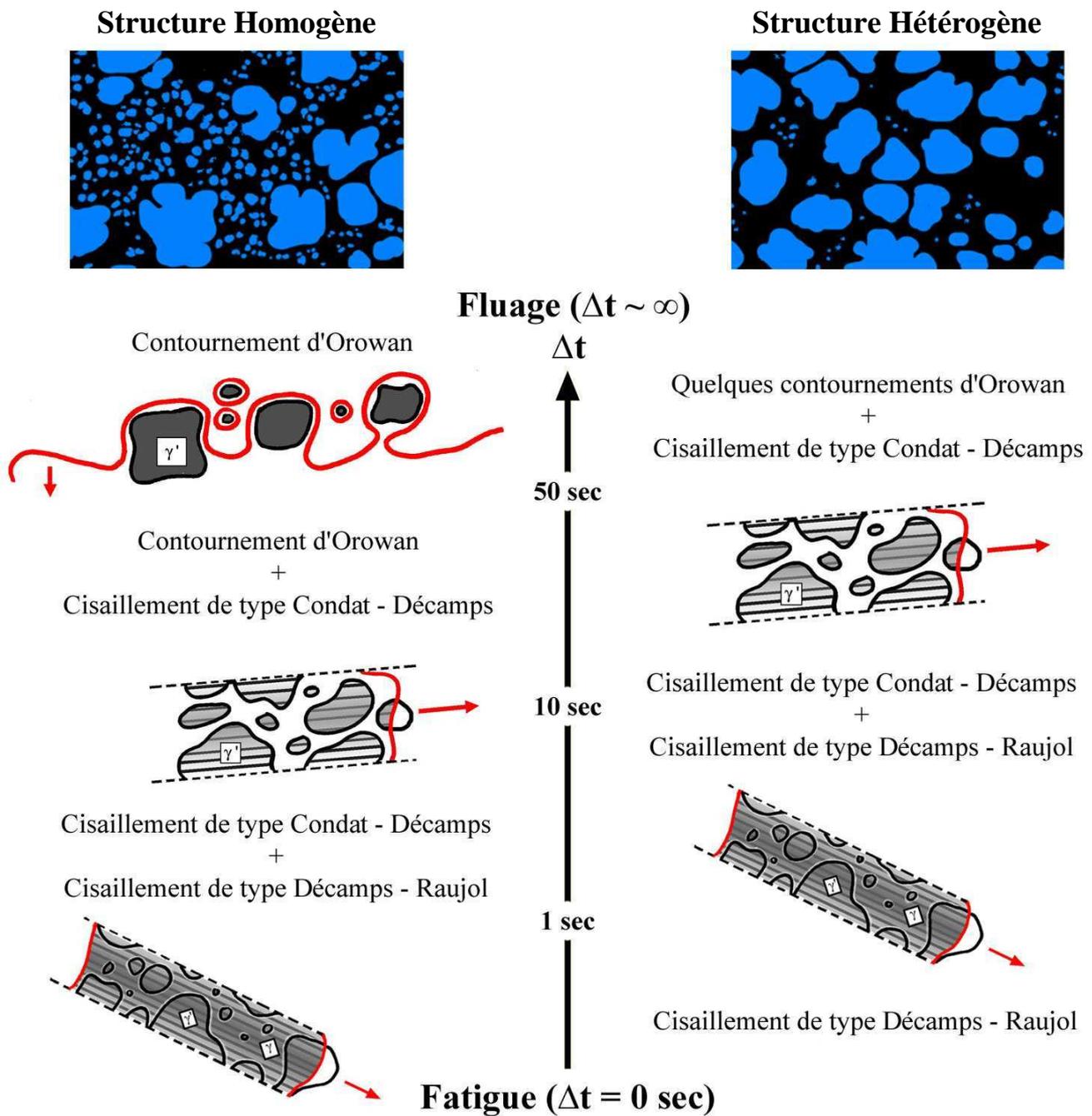


Figure B.38. : Récapitulatif des mécanismes de déformation rencontrés sur les deux structures en fonction du type de sollicitation. La microstructure de précipitation type de chaque état microstructural est donnée en noir (phase γ) et bleu (précipitation γ').

B2.3) Discussion

Dans cette discussion, nous proposons de revenir sur quelques questions restées en suspens à la fin de ce chapitre concernant les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations. Nous tacherons de proposer des pistes concernant les points suivants :

- Pourquoi pour la structure hétérogène le mécanisme de contournement est-il si peu présent alors que l'état de sa précipitation γ' semble être plus favorable que dans la structure homogène (moindre densité de γ' tertiaires, couloirs de matrice plus larges)?
- Comment expliquer que la structure hétérogène se déforme plus rapidement que la structure homogène, effet contradictoire avec l'analyse des mécanismes de déformation intragranulaire à l'échelle des dislocations ?

B2.3.1) Contournement peu présent pour la structure hétérogène

Les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations ont été analysés pour l'ensemble des conditions d'essais (fatigue, fluage et fatigue-fluage) et pour les deux structures homogène et hétérogène. Dans les deux cas, l'augmentation du temps de maintien Δt en fatigue-fluage entraîne une transition progressive des mécanismes de cisaillement vers le contournement.

Si la structure homogène semble moins favorable au contournement avec une microstructure initiale constituée d'une forte densité de précipités γ' tertiaires (figure B.39.a), c'est au sein de cette structure que ce mécanisme de déformation est pourtant essentiellement observé pour les longs temps de maintien. A l'inverse, la structure hétérogène semble plus favorable au cisaillement malgré des couloirs inter-précipités larges et une faible densité de précipités γ' tertiaires (figure B.39.b). En première lecture, on s'attendrait plutôt aux tendances inverses.

La contrainte d'Orowan a été recalculée pour les deux structures à réception à partir de la relation suivante (1) :

$$\tau_{Orowan} = \frac{2T}{bL} \quad (1)$$

Où T est la tension de ligne, b la norme du vecteur de Burgers et L la distance inter-précipités dans un plan $\{111\}$. Les valeurs de tension de ligne considérées pour des dislocations coin et vis sont celles publiées par Locq et al. [57] sur le NR3. Dans le cas d'une parfaite de matrice $a/2\langle 110 \rangle$, la valeur de tension de ligne est de $1,05 \cdot 10^{-9} \text{ J.m}^{-1}$ pour la dislocation coin et $5,13 \cdot 10^{-9} \text{ J.m}^{-1}$ pour la

dislocation vis. La norme du vecteur de Burgers a été fixée à $b = 0,254 \text{ nm}$. L a été assimilée à la distance inter-précipités moyenne obtenue par traitement (Visilog) des images MEB. Les résultats sont reportés dans le tableau B.4.

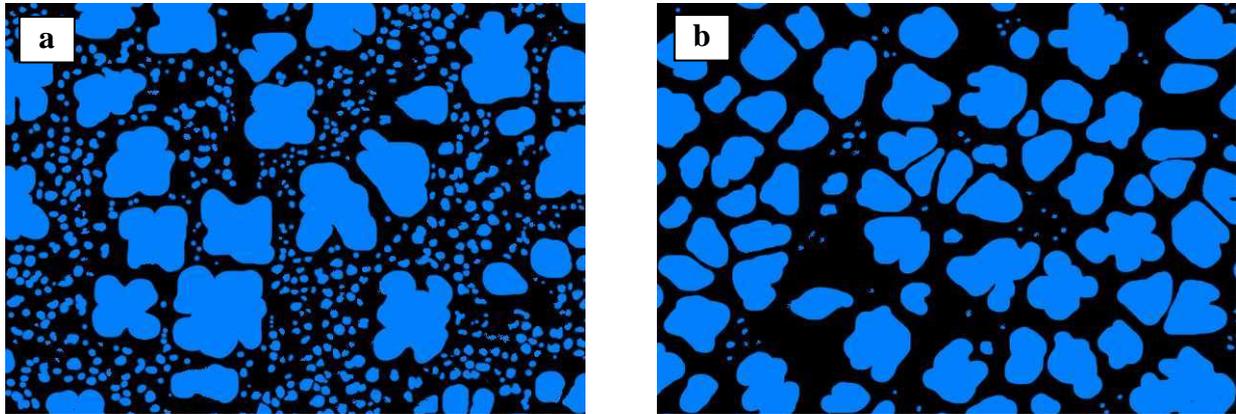


Figure B.39. : *Etat de la microstructure de précipitation γ' à réception pour (a) la structure homogène et pour (b) la structure hétérogène.*

	Largeur des couloirs inter-précipités L (nm)	Contrainte d'Orowan τ_{orowan} (MPa)	
		Dislocation coin	Dislocation vis
Structure Homogène	30	275	1346
Structure Hétérogène	49	169	824

Tableau B.4 : *Contrainte d'Orowan pour une dislocation de type $a/2\langle 110 \rangle$.*

Pour contourner les précipités, une dislocation parfaite de matrice doit être soumise à une contrainte de scission résolue dans le plan de glissement supérieure à la contrainte d'Orowan locale. En prenant un facteur de Schmid de 0,5 pour les systèmes de glissement les plus favorables, la contrainte de scission maximale agissant sur une dislocation de matrice vaut 400 MPa pour une contrainte macroscopique imposée de 800 MPa (valeur de contrainte typique des essais que nous avons réalisés).

Pour les deux structures, la valeur maximale de contrainte de scission résolue dépasse largement la contrainte d'Orowan associée à la partie coin de la dislocation parfaite de matrice. Cela confirme la possibilité d'observer du contournement pour les deux structures, malgré la forte densité de γ' tertiaires en particulier pour l'homogène. Les observations réalisées en MET au paragraphe B2.2 corroborent cette conclusion pour des sollicitations de fluage ou de fatigue-fluage à long temps de maintien. Toutefois, si l'état de contrainte local permet théoriquement le contournement, du cisaillement a essentiellement été observé sur les deux structures en fatigue et en fatigue-fluage pour des temps de maintien courts, soulignant ici l'importance de la notion de vitesse, ou de temps d'application de la contrainte maximale sur le déclenchement du contournement. L'implication plus

importante des processus de contournement pour la structure homogène par rapport à l'hétérogène à même niveau de contrainte et Δt , ne peut donc pas être expliquée par la distribution des précipités tertiaires et la largeur des couloirs. Il est alors intéressant d'étudier l'influence des précipités γ' secondaires sur les mécanismes de déformation. En effet, la structure hétérogène se différencie de l'homogène par une forte proportion de γ' secondaires relativement proches les uns des autres avec très peu de γ' tertiaires dans les couloirs.

Pour tenter de comprendre les différences de mécanismes engendrées par la précipitation secondaire, le passage d'une dislocation parfaite de matrice au travers d'un élément de microstructure représentatif de l'état microstructural a été représenté schématiquement figure B.40.

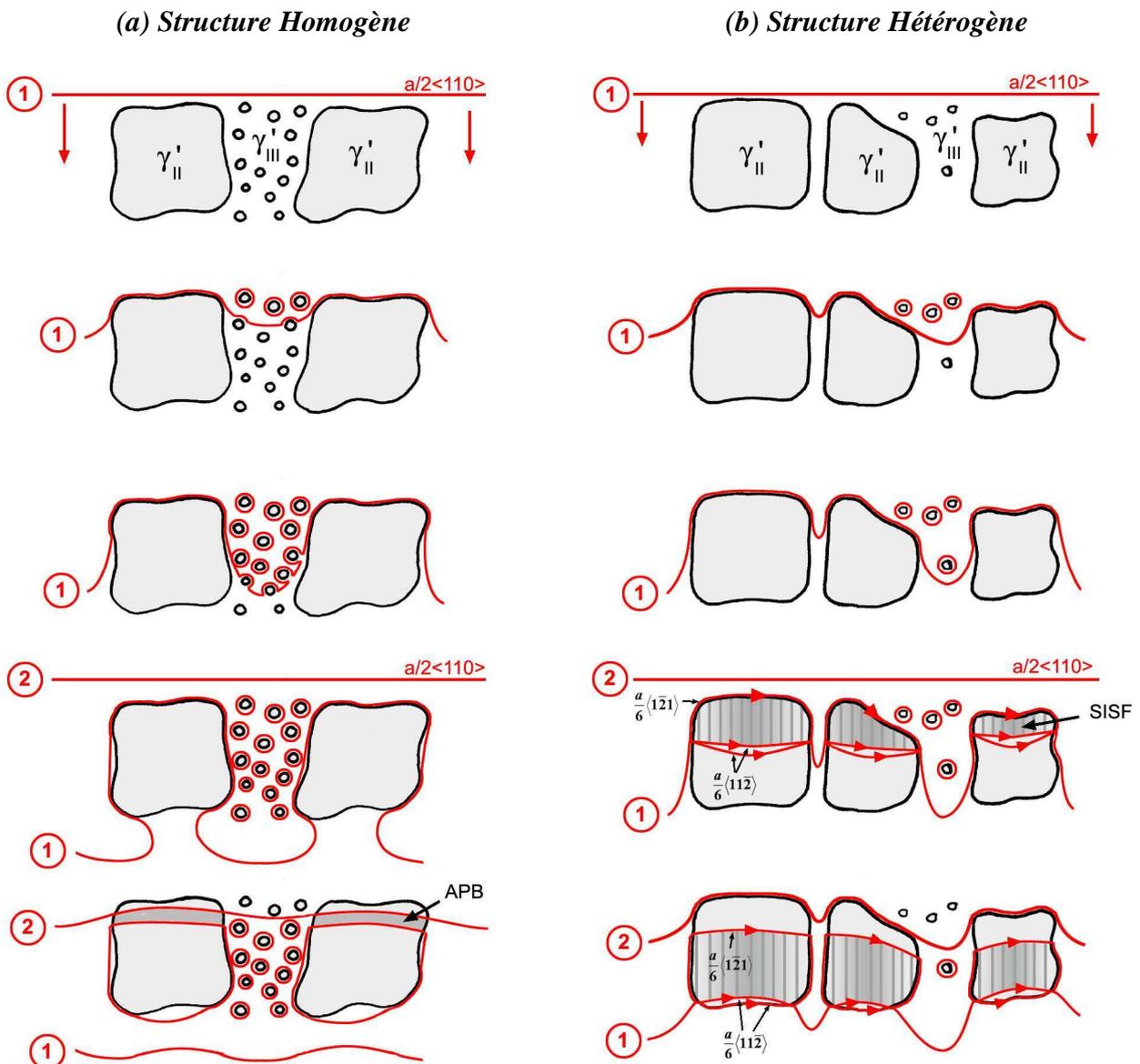


Figure B.40. : Description étape par étape du passage de deux dislocations successives 1 et 2 au travers d'un élément de microstructure typique pour une sollicitation de type fluage ou fatigue-fluage à fort Δt (a) structure homogène (b) structure hétérogène.

Dans le cas de la structure homogène, nous avons pu établir précédemment que la largeur moyenne des couloirs inter-précipités était suffisante pour permettre le mécanisme de contournement. De ce fait, la dislocation parfaite de matrice de type $a/2\langle 110 \rangle$ va pouvoir suffisamment se courber pour franchir autant les précipités γ' tertiaires que secondaires par contournement. Cette dislocation laisse une boucle d'Orowan autour des précipités après son passage. Cependant, ces boucles ne sont pas systématiquement observées sur les paysages de dislocations étudiés, ce qui signifie qu'un mécanisme permet de les annihiler. Un tel mécanisme a été proposé par Viswanathan et al. [58] sur le René 88DT aux fortes contraintes. Une première dislocation parfaite de matrice contourne le précipité en laissant une boucle d'Orowan. Une deuxième dislocation parfaite peut cisailer ce précipité en se couplant à la boucle via une mince paroi d'antiphase (figure B.41). À l'issue du passage de cette deuxième dislocation, la boucle a été annihilée. Ce processus ne peut cependant pas être observé sur les images réalisées en transmission post-mortem. Nous avons néanmoins fait le choix d'intégrer ce mécanisme dans notre description des processus de déformation pour la structure homogène.

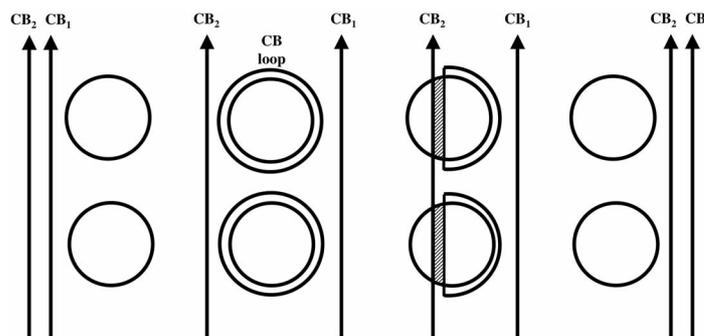


Figure B.41. : *Représentation schématisée du contournement d'Orowan et du mécanisme d'annihilation des boucles [58].*

Pour la structure hétérogène la dislocation de type $a/2\langle 110 \rangle$ peut, dans un premier temps, se courber dans les couloirs inter-précipités et contourner quelques précipités γ' tertiaires. Pour les couloirs les plus larges, la dislocation continue de progresser comme au sein de la structure homogène. En revanche, entre les γ' secondaires proches, même si le couloir est théoriquement assez large pour permettre le contournement, la dislocation se courbe de plus en plus et ne peut plus progresser. La dislocation se dissocie selon le mécanisme proposé par Condat et Décamps pour du fluage traction [53,54] décrit précédemment au paragraphe B2.1.2.2.b). La première partielle de Shockley cisaille le précipité en créant une faute d'empilement intrinsèque. L'ordre est rétabli dans le précipité au passage de la deuxième partielle, repoussée par l'arrivée d'une deuxième dislocation parfaite. Cette dernière annihile les boucles d'Orowan créées autour des γ' tertiaires par la première dislocation selon le même mécanisme que celui décrit précédemment pour l'homogène.

Cette analyse des mécanismes de déformation régissant le franchissement des précipités par les dislocations met en avant la complexité de la compétition entre contournement et cisaillement dans le cas de structures métallurgiques multimodales. Dans notre cas, la densité et l'organisation spatiale des γ' secondaires dans la structure hétérogène constituent des éléments clés de la résistance à la déformation plastique locale. Cette analyse schématique permet de retranscrire la tendance générale des paysages de dislocations observés. Localement, la microstructure parfois très complexe, notamment si l'on considère les aspects tridimensionnels, peut provoquer des disparités dans le type de franchissement de précipités. C'est à l'échelle du polycristal que les effets se moyennent.

B2.3.2) Vitesse de déformation plus élevée pour la structure hétérogène

Pour l'ensemble des essais réalisés dans le cadre de cette thèse, la vitesse de déformation ainsi que le niveau de déformation atteint à rupture sont nettement plus importants pour la structure hétérogène que pour la structure homogène. L'analyse des mécanismes de déformation a montré que, pour les longs temps de maintien, le contournement est observé essentiellement sur la structure homogène, alors que l'hétérogène présente majoritairement du cisaillement dans les mêmes conditions d'essai (figure B.42).

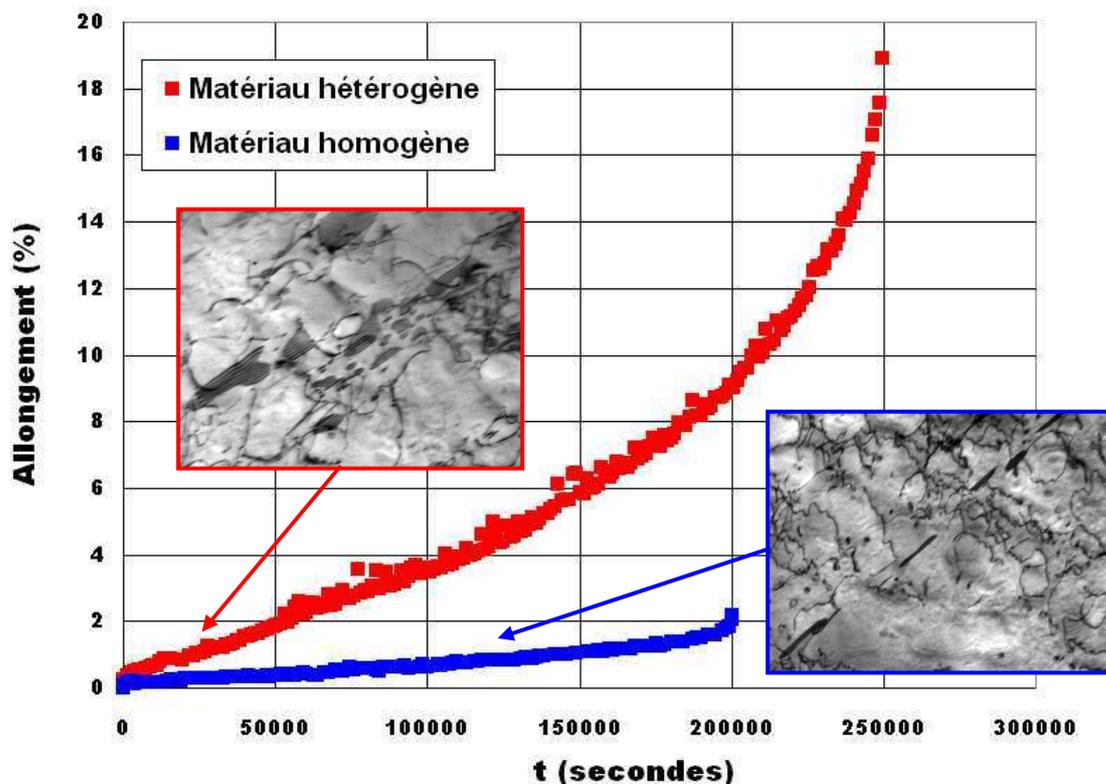


Figure B.42. : Différence de comportement macroscopique en fluage entre les deux lots matière et mise en évidence des paysages de dislocations obtenus dans chaque cas. Conditions d'essai : 800MPa, 700°C.

La déformation élémentaire engendrée par le passage d'une dislocation en contournement ou en cisaillement a été comparée. Le contournement fait intervenir des dislocations parfaites de matrice de type $a/2\langle 110 \rangle$ dont le module du vecteur de Burgers est égal à $b \approx 0,254$ nm [57]. Le cisaillement fait intervenir des partielles de Shockley de type $a/6\langle 112 \rangle$ dont le module est égal à $b \approx 0,146$ nm [57]. La déformation élémentaire étant directement liée au module du vecteur de Burgers, on peut en déduire que la déformation induite par le passage d'une dislocation en contournement est plus importante que celle induite en cisaillement. Cependant, nous devons prendre en compte les mécanismes de déformation dans leur globalité pour pouvoir interpréter le comportement macroscopique de nos structures. Pour cela, l'expression de la vitesse de déformation en cisaillement définie à partir de la relation d'Orowan (2) peut être utilisée.

$$\dot{\gamma} = \rho_m \nu b \quad (2)$$

On peut alors comparer les vitesses de déformation entre les deux structures par l'expression (3).

$$\frac{\dot{\epsilon}_s \text{ hétérogène}}{\dot{\epsilon}_s \text{ homogène}} \approx \frac{\dot{\gamma} \text{ hétérogène}}{\dot{\gamma} \text{ homogène}} = \frac{\rho_m \text{ hétérogène} \nu \text{ hétérogène} b_{\text{cisaillement}}}{\rho_m \text{ homogène} \nu \text{ homogène} b_{\text{contournement}}} \approx 6 \quad (3)$$

Hypothèses :

$$\nu \text{ hétérogène} \approx \nu \text{ homogène}$$

$$b_{\text{cisaillement}} = 0,146 \text{ nm}$$

$$b_{\text{contournement}} = 0,254 \text{ nm}$$

$$\text{Pour } \sigma = 800 \text{ MPa en fluage : } \dot{\epsilon}_s \text{ hétérogène} \approx 3,3 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1} \text{ et } \dot{\epsilon}_s \text{ homogène} \approx 5,6 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$$

$$\Rightarrow \frac{\rho_m \text{ hétérogène}}{\rho_m \text{ homogène}} \approx 10$$

Où $\dot{\epsilon}_s$ est la vitesse de déformation pendant le pseudo stade secondaire, $\dot{\gamma}$ est la vitesse de déformation en cisaillement, ρ_m la densité de dislocations mobiles, ν la vitesse des dislocations liée au franchissement des obstacles et dépendant fortement de la contrainte et de la température, et b le module du vecteur de Burgers.

Si on fait l'hypothèse forte d'assimiler $\dot{\gamma}$ à la vitesse de déformation pendant le pseudo stade secondaire $\dot{\epsilon}_s$, on peut tenter d'interpréter la différence de comportement des deux structures en terme de densité de dislocations mobiles pour un essai donné. Pour les mêmes conditions d'essais (σ , Δt), ν n'évolue pas de manière significative entre les deux structures. De plus, le contournement étant prépondérant pour l'homogène et le cisaillement prépondérant pour l'hétérogène, on considère que b

vaut 0,254 nm et 0,146 nm, respectivement. A partir de ces hypothèses et de l'évaluation du rapport $\dot{\epsilon}_s \text{ hétérogène} / \dot{\epsilon}_s \text{ homogène}$ extrait des courbes de fluage macroscopiques, on arrive à la conclusion qu'il faudrait une densité de dislocations mobiles au sein de l'hétérogène 10 fois supérieure à celle de l'homogène. Ce résultat n'est pas déraisonnable. Cependant, nos observations ne nous permettent pas d'évaluer quantitativement cette densité. En effet, les images ont été réalisées sur des lames issues d'éprouvettes après rupture. Tous les effets dynamiques ayant lieu sous sollicitation ne sont pas observables et les paysages de dislocations peuvent légèrement évoluer entre la fin de l'essai et le retour à température ambiante par exemple. Seuls des essais in-situ à haute température permettraient de mettre en évidence ces phénomènes et de quantifier la densité de dislocations mobiles. Il n'est donc pas à exclure qu'une plus forte densité de dislocations mobiles dans l'hétérogène puisse expliquer, au moins partiellement, la déformation plus importante observée sur cette structure.

Nous nous sommes cependant intéressés à l'éventuelle contribution des joints de grains à la déformation totale. En effet, l'étude menée par A. Soula sur le NR3 [59] montre, dans des conditions de température et de contrainte voisines de celles explorées dans nos travaux, une contribution significative, voire importante, du glissement intergranulaire. Une technique de dépôt de microgrilles par microlithographie couplée à un logiciel de corrélation d'images a été mise au point à l'Onera pour évaluer quantitativement cette participation de la déformation intergranulaire. Cette technique, relativement longue et complexe à mettre en place, n'a pas pu être utilisée dans le cadre de ma thèse. Toutefois, nous avons entrepris de mettre en évidence l'existence ou non de ce glissement aux joints en réalisant un essai sur éprouvette rayée pour chaque structure. Après polissage « fin », un réseau de rayures superficielles longitudinales et transversales a été réalisé sur les éprouvettes avec du papier SiC 2400. Cette approche a déjà été utilisée par différents auteurs pour caractériser qualitativement le glissement intergranulaire [60-63]. Elle consiste à créer des repères artificiels en surface dont on peut suivre le déplacement au cours de la déformation (figure B.43).

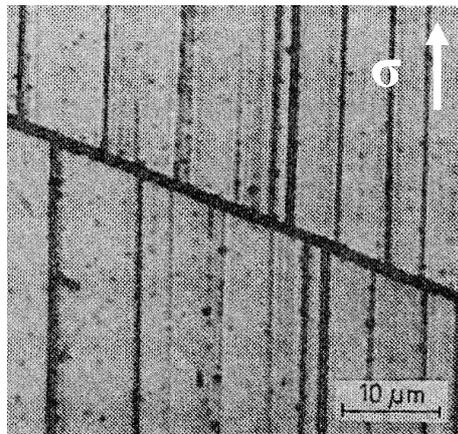


Figure B.43. : Décalage du réseau de rayures à un joint de grains dû au glissement intergranulaire dans un alliage Fe-3Si à 600°C et 15MPa [64].

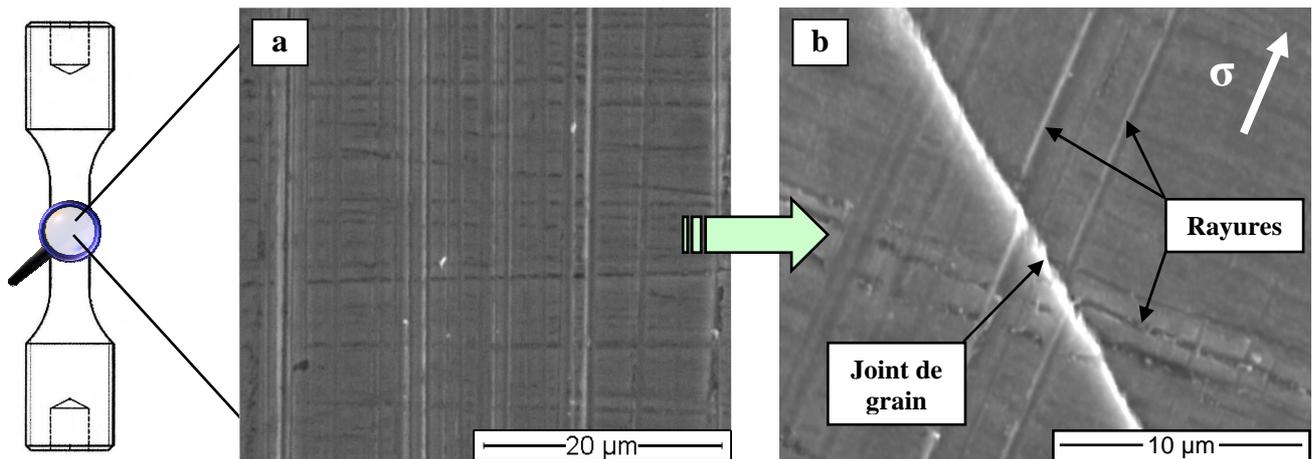
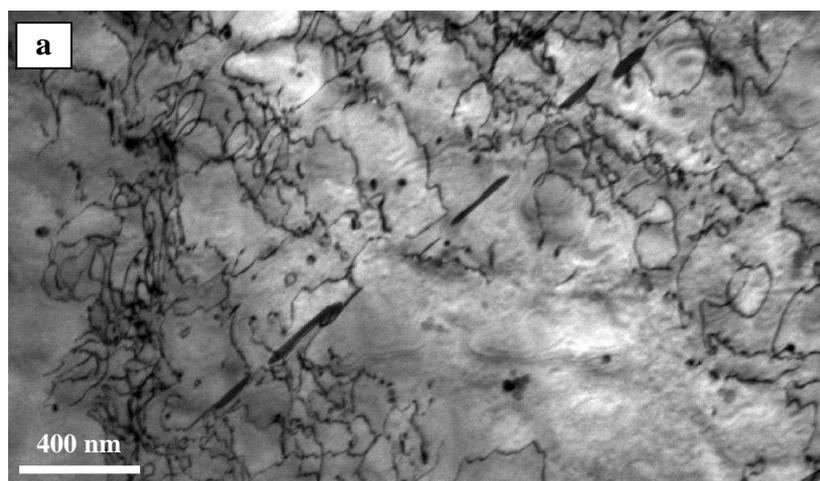


Figure B.44. : (a) Réseau de rayures avant sollicitation (b) mise en évidence du glissement intergranulaire après un essai de fatigue-fluage jusqu'à $\epsilon_p = 0,5\%$. $\sigma = 800\text{MPa}$, $T = 700^\circ\text{C}$. Structure Hétérogène.

Ces éprouvettes rayées ont été sollicitées en fatigue-fluage avec un temps de maintien de $\Delta t = 10\text{s}$ à une contrainte de 800MPa et une température de 700°C . Il a été décidé d'effectuer ces essais sous vide secondaire afin d'éviter que l'oxydation n'interagisse avec les rayures et n'entraîne l'amorce prématurée d'une fissure. Les essais ont été menés jusqu'à une déformation plastique cumulée de $\epsilon_p = 0,5\%$ équivalente pour les deux structures. Les fûts ont été ensuite observés au MEB afin de détecter un éventuel décalage du réseau de rayures au niveau d'un joint de grain. Pour la structure homogène, aucun glissement intergranulaire n'a pu être mis en évidence sur l'ensemble du fût. En revanche, pour la structure hétérogène, un net décalage des rayures est constaté pour de nombreux joints (figure B.44.b) matérialisant ainsi l'existence d'une participation importante des joints de grains à la déformation totale. Le décalage peut être très différent d'un joint à l'autre et l'aspect tridimensionnel des déchaussements ne peut être évalué à partir de simples observations au MEB. Ces analyses ne permettent donc pas de quantifier la part de déformation intergranulaire, mais seulement de la mettre en évidence.

Nous avons étendu l'analyse de ce phénomène à l'observation des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations à proximité des joints de grains. Ces observations ont été menées sur les deux structures pour l'essai interrompu de fluage ($\epsilon_{p\text{ cumulée}} = 0,15\%$, $\sigma = 800\text{MPa}$ et $T = 700^\circ\text{C}$).



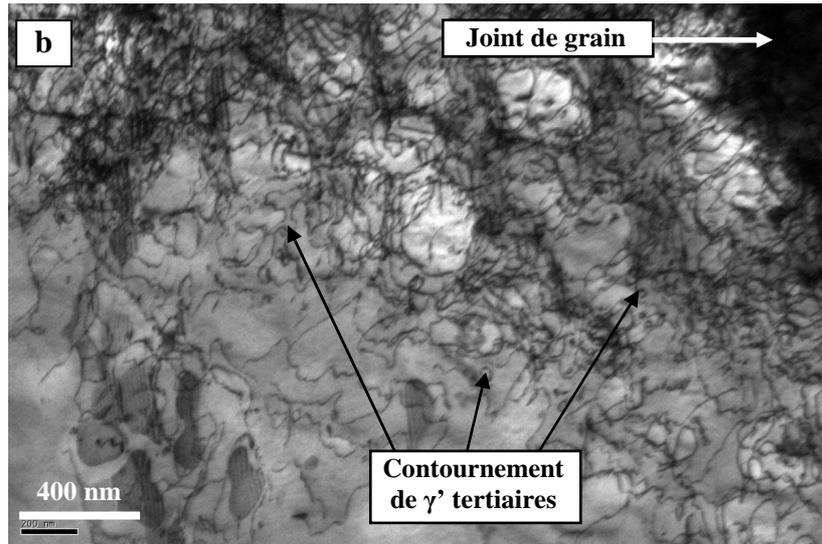
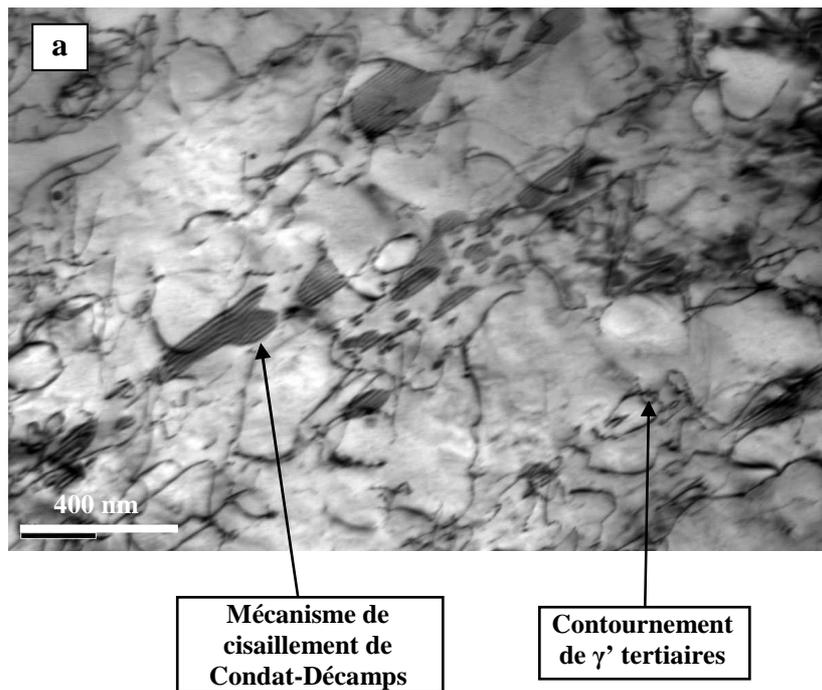


Figure B.45. : *Structure Homogène (a) Paysage de dislocations au cœur du grain (b) Paysage de dislocations à proximité d'un joint de grain. Essais de fluage interrompu ϵ_p cumulée = 0,15%. $\sigma = 800\text{MPa}$, $T = 700^\circ\text{C}$.*

La structure homogène se caractérise par l'absence de différence entre les mécanismes de déformation à cœur de grain (figure B.45.a) et au niveau des joints (figure B.45.b). Dans les deux cas, les paysages de dislocations présentent principalement des traces de contournement d'Orowan par des dislocations parfaites de matrice.



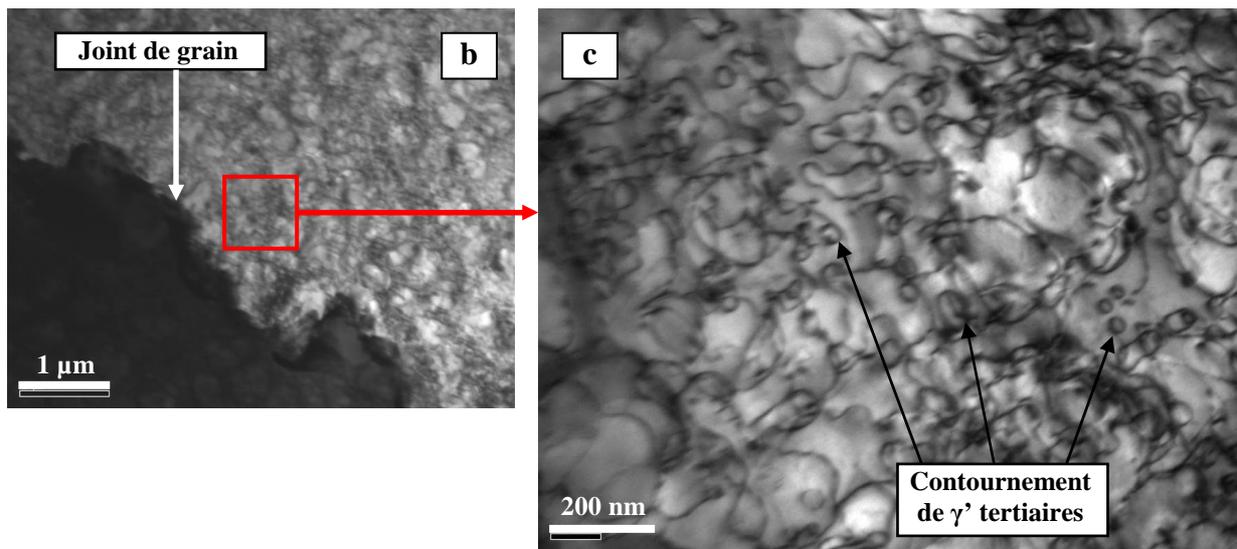


Figure B.46. : *Structure Hétérogène (a) Paysage de dislocations au cœur du grain (b et c) Paysage de dislocations à proximité d'un joint de grain. Essais de fluage interrompu à ε_p cumulée = 0,15%. $\sigma = 800\text{MPa}$, $T = 700^\circ\text{C}$.*

Les mécanismes de déformation dans la structure hétérogène à cœur de grain conjuguent à la fois du cisaillement de type Condat-Décamps et du contournement (figure B.46.a). En revanche, les paysages de dislocations sont radicalement différents à proximité des joints de grains dans une zone s'étendant sur plusieurs micromètres d'épaisseur. Au sein de ces zones, seul du contournement est observé (figure B.46.b et c). Cette constatation est à relier directement avec l'existence du glissement intergranulaire décrite précédemment. Comme pour l'analyse en surface à partir d'images MEB, il reste difficile d'évaluer quantitativement cette contribution.

Pour comprendre les différences de mécanismes de déformation à proximité des joints de grains entre structures homogènes et hétérogènes, nous nous sommes intéressés à l'état initial de la précipitation γ' dans ces zones. Des images ont été réalisées au MEB-FEG au voisinage des joints de grains sur les deux états microstructuraux. La structure homogène ne présente pas de différence significative en terme de densité et de taille des précipités γ' entre le cœur des grains et le voisinage des joints (Figure B.47.a). En revanche, dans la structure hétérogène, on peut noter une zone de déplétion de quelques centaines de nanomètres d'épaisseur autour des joints de grains (Figure B.47.b). Cette zone est essentiellement peuplée de γ' tertiaires épars que les dislocations vont pouvoir aisément contourner. L'origine de cette zone de déplétion est liée au moins en partie à de nombreux γ' primaires décorant les joints de grains dans la structure hétérogène. Ces derniers, au cours du traitement thermique, limitent la formation de γ' secondaires en absorbant les éléments γ' -gènes dans leur proche voisinage et inhibent du même coup la croissance des précipités secondaires et tertiaires.

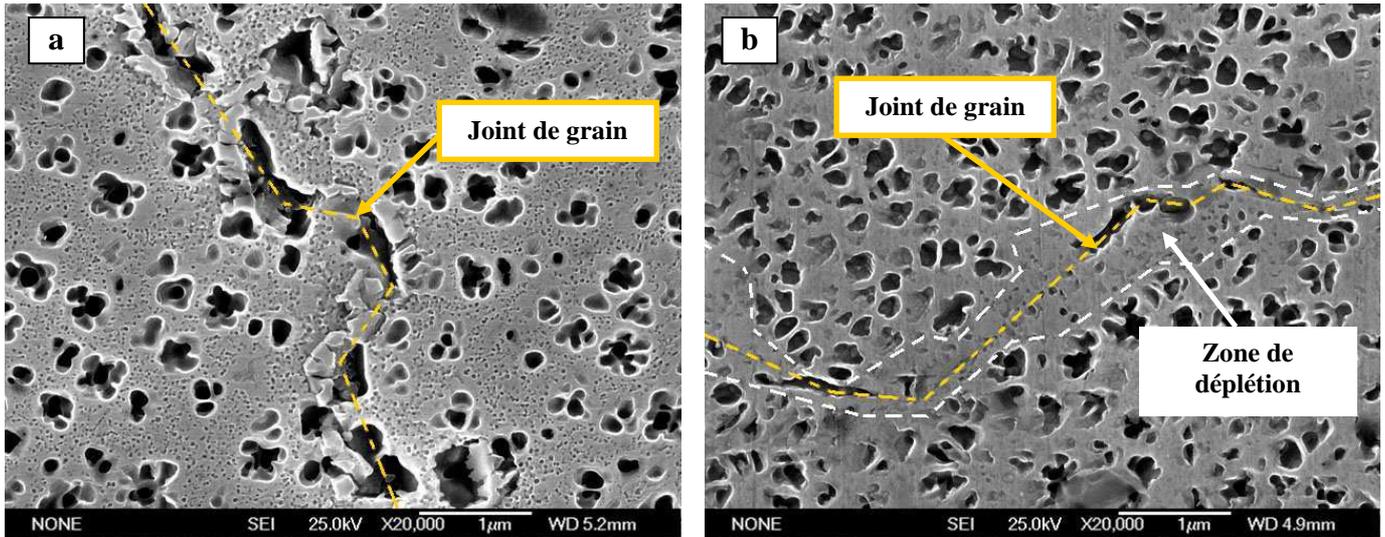


Figure B.47. : *Etat de la précipitation γ' à proximité des joints de grains : structure Homogène (a), structure Hétérogène (b).*

Toutes ces observations tendent à montrer que la contribution à la déformation totale du glissement intergranulaire est non négligeable au sein de la structure hétérogène.

L'influence des différents types de mécanismes de déformation a été schématisée sur la figure B.48 à partir de la microstructure de la structure hétérogène. Les zones où le contournement est prédominant à proximité des joints de grains sont représentées en rouge et celles où le cisaillement est majoritaire, en bleu.

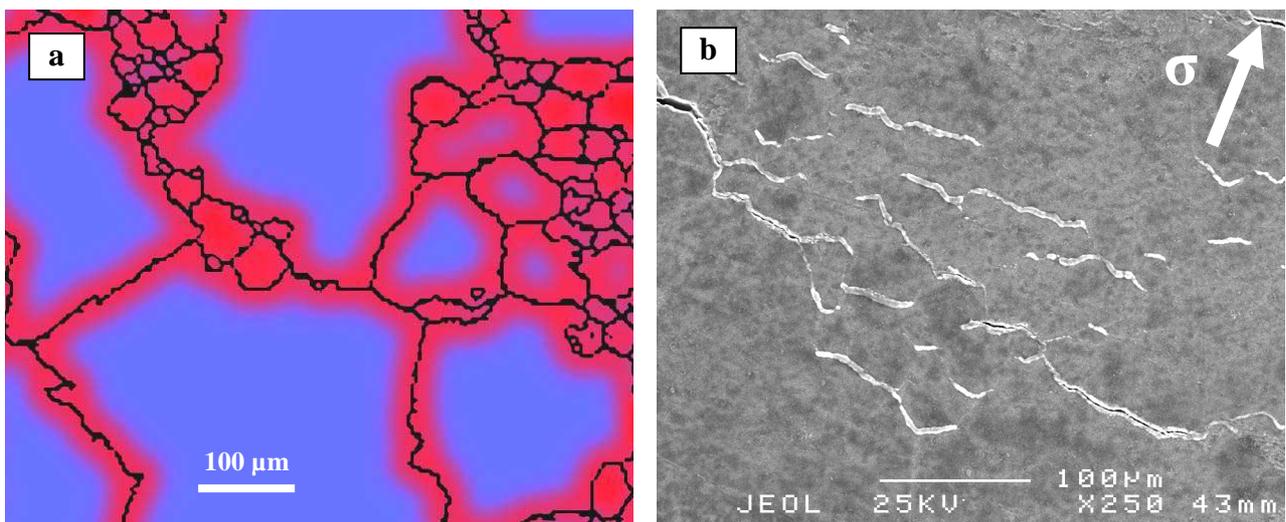


Figure B.48. : *(a) Structure Hétérogène : mise en évidence des zones où le cisaillement prédomine (zones bleues) et de celles où le contournement est généralisé (zones rouges). (b) endommagement dans les chapelets de petits grains provoqué par les fortes incompatibilités de déformation.*

Pour les grains les plus petits, le contournement pourra se généraliser à tout le grain. La déformation va, de ce fait, être plus importante dans les zones de chapelets de petits grains et une forte incompatibilité de déformation peut apparaître localement entre ces chapelets et les gros grains. Ces incompatibilités peuvent notamment provoquer prématurément l'amorce de fissures aux interfaces entre gros et petits grains ainsi qu'au cœur des chapelets.

Au final, il nous semble que la participation de la déformation intergranulaire constitue l'élément majeur permettant d'expliquer la forte différence de vitesse de déformation entre les structures hétérogène et homogène. La plus forte densité de dislocations mobiles due aux processus de cisaillement dans l'hétérogène pourrait venir contribuer à augmenter cette différence. La réalisation de grilles résistantes à 700°C permettrait de suivre l'évolution de la déformation au voisinage des joints de grains et d'évaluer quantitativement la part de déformation intergranulaire. La mise en place d'essais de déformation in situ à chaud sous MET permettrait également de mieux comprendre les processus de déformation plastique au voisinage des joints de grains.

Chapitre B3 : Processus d'endommagement

Parallèlement à l'évolution des mécanismes de déformation, les processus d'endommagement qui régissent la durée de vie du matériau se développent. Les différents paramètres influençant la phase d'amorçage des fissures ainsi que leur croissance, seront étudiés au travers d'observations réalisées au MEB sur les faciès de rupture, sur le fût et sur des coupes longitudinales des éprouvettes menées rupture. La fatigue, le fluage, puis la fatigue-fluage seront successivement considérés en traitant à chaque fois des différences entre structures homogène et hétérogène.

Chapitre B3 : Processus d'endommagement	105
B3.1) Processus d'endommagement en fatigue	107
B3.2) Processus d'endommagement en fluage	109
B3.3) Processus d'endommagement en fatigue – fluage	113
B3.3.1) Temps de maintien courts : $\Delta t \leq 10$ secondes	114
B3.3.2) Temps de maintien longs : $\Delta t \geq 30$ secondes	117
B3.3.3) Synthèse	119

B3.1) Processus d'endommagement en fatigue

Les faciès de rupture présentés ci-dessous correspondent aux essais de fatigue menés à 900MPa, les essais à 800MPa ayant été interrompus à 10^6 cycles sans atteindre la rupture. Les images ont été réalisées par microscopie électronique à balayage.

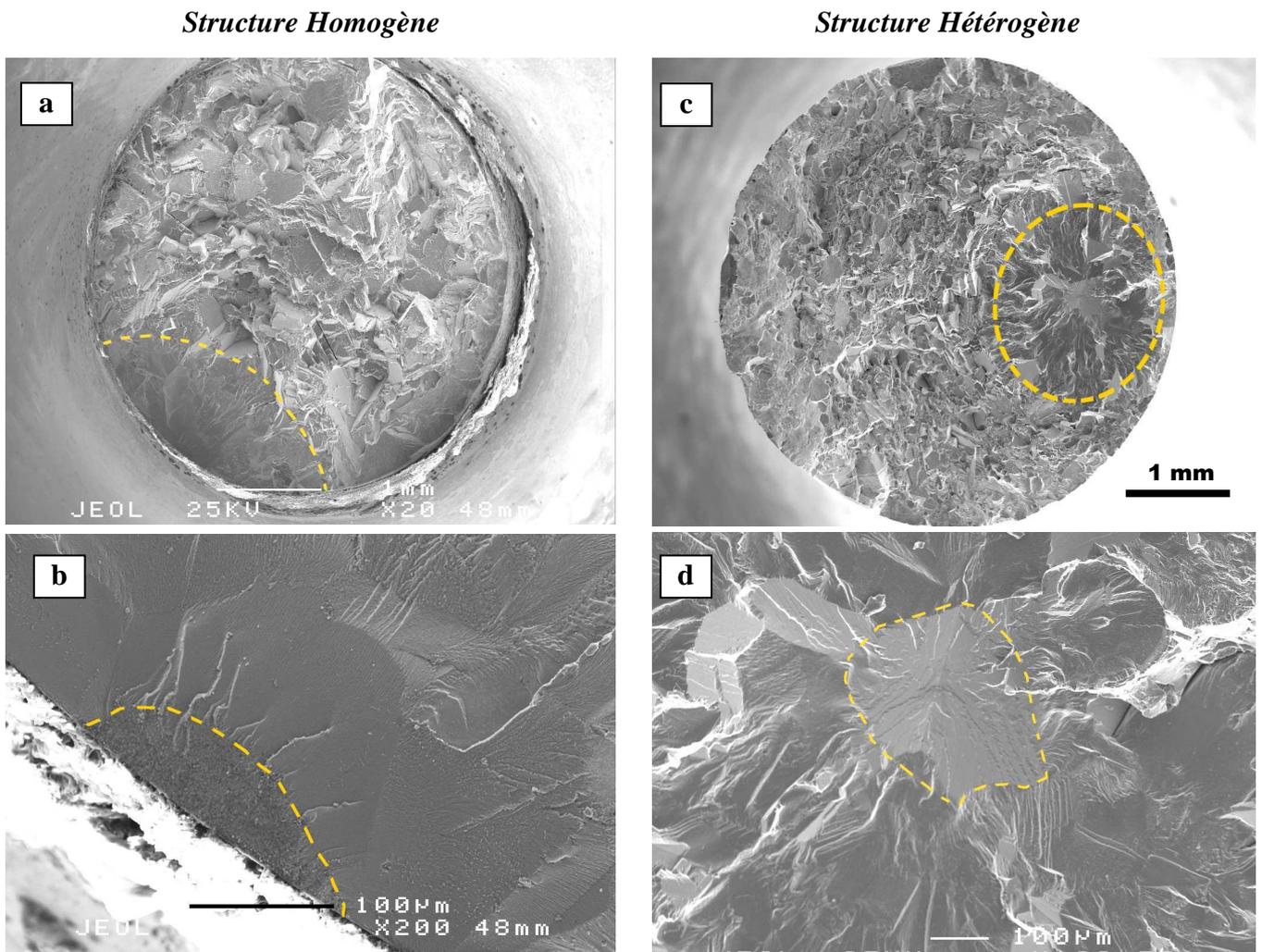


Figure B.49. : *Faciès de rupture en fatigue de la structure homogène (a et b) et hétérogène (c et d) à 900MPa, Air, 700°C, R=0,05.*

Pour la structure homogène, la rupture résulte de la propagation d'une fissure à partir d'un joint de grain endommagé à la surface. La zone d'amorçage intergranulaire est délimitée par la ligne pointillée sur la figure B.49.b. On observe ensuite une transition vers un faciès « à rivières » sur une zone elliptique de quasiment 1mm de rayon (délimitée par les pointillés figure B.49.a). Ces « rivières » donnent la direction d'avancement de la fissure et sont caractéristiques d'une propagation

transgranulaire par fatigue. Le reste du faciès est très « accidenté » et correspond à la rupture brutale de l'éprouvette en fin d'essai.

La structure hétérogène se différencie par un amorçage interne (figure B.49.d). Il est cependant difficile de déterminer la nature du point faible, qui correspond soit à un joint de grains, soit à un joint de macle. La morphologie de la plupart de ces facettes, plus « lisse » que dans le cas de la structure homogène avec amorçage intergranulaire, plaide pour une implication des joints de macles. Une zone de propagation plus ou moins circulaire ou semi-elliptique transgranulaire rayonne à partir de ce point d'amorçage témoignant également de mécanismes d'endommagement par fatigue (figure B.49.c). Les zones d'amorçage et de propagation étant situées à cœur sans contact avec la surface, la fissuration n'est pas assistée par l'oxydation. On retrouve le même type de faciès « accidenté » pour la rupture finale que sur le matériau à structure homogène.

Les images obtenues après observation des fûts d'éprouvettes dans ces conditions sont présentées figure B.50.

Structure Homogène

Structure Hétérogène

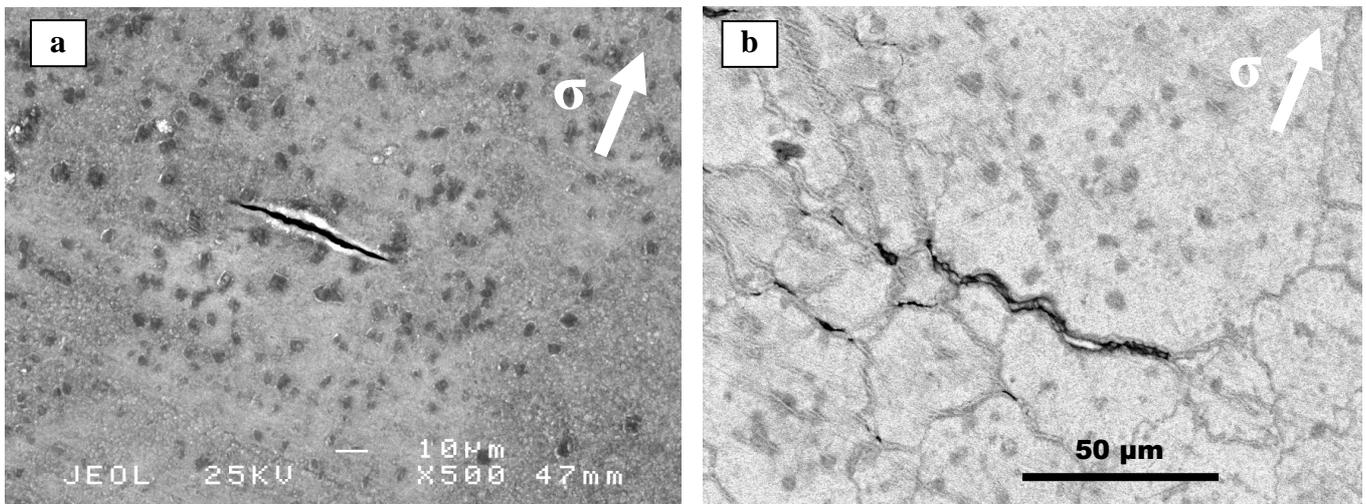


Figure B.50. : *Endommagement en surface de fût après rupture en fatigue des structures homogène (a) et hétérogène (b) à 900MPa, 700°C, R=0,05.*

En dehors de la fissure principale qui a conduit à la rupture des éprouvettes, l'endommagement en surface est quasiment inexistant en fatigue. Seules quelques fissures secondaires isolées peuvent être observées. L'image B.50.b a été réalisée en utilisant les électrons rétro-diffusés permettant de discerner la microstructure du substrat au travers de la couche d'oxydes et ainsi de mettre en évidence

l'amorçage des fissures aux joints de grains. Des observations ont également été conduites sur des coupes longitudinales dans le fût sans révéler d'endommagement interne.

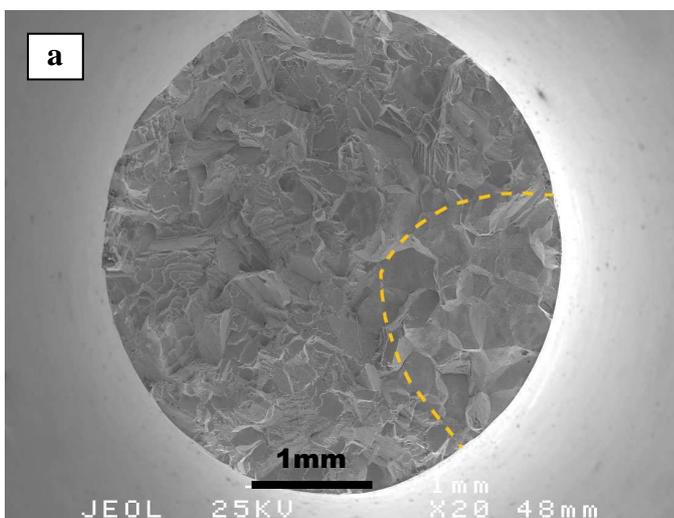
Pour les deux états microstructuraux, les densités de fissures, qu'elles soient en surface ou à cœur des éprouvettes, sont très faibles. La rupture est obtenue par la propagation en fatigue d'une fissure principale dont l'amorçage intervient tardivement relativement à la durée de vie. Ce type d'endommagement se traduit sur les courbes de fatigue présentées au § B1.3 par une accélération brutale de l'allongement dans les derniers cycles. Le caractère tardif de cet endommagement n'a pas pu être vérifié sur des observations réalisées à partir d'essais interrompus mais se fonde sur le fait que si l'amorçage était plus précoce, des répercussions macroscopiques sur le comportement de l'éprouvette seraient constatées.

Pour la structure hétérogène, l'oxydation ne joue pas de rôle prépondérant sur les processus d'endommagement. La fissure, initiée à cœur, n'est que très tardivement en contact avec l'environnement extérieur, ce qui exclut une participation très importante de ce dernier en terme de durée de vie. Pour l'homogène, l'oxydation peut participer d'un certain endommagement des joints de grains en surface. Cependant, vu la très faible densité de fissures secondaires observées, on peut penser que son influence reste faible. La durabilité en fatigue des deux structures est similaire. Ces aspects seront complétés dans le chapitre B4 qui porte spécifiquement sur les comparaisons air / vide.

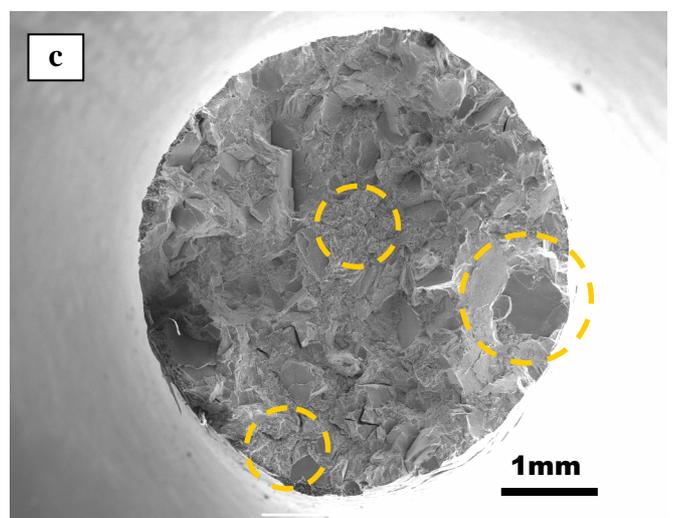
B3.2) Processus d'endommagement en fluage

Ces deux faciès de rupture, proposés sur la figure B.51, correspondent aux essais de fluage réalisés à 700°C pour une contrainte de 800MPa.

Structure Homogène



Structure Hétérogène



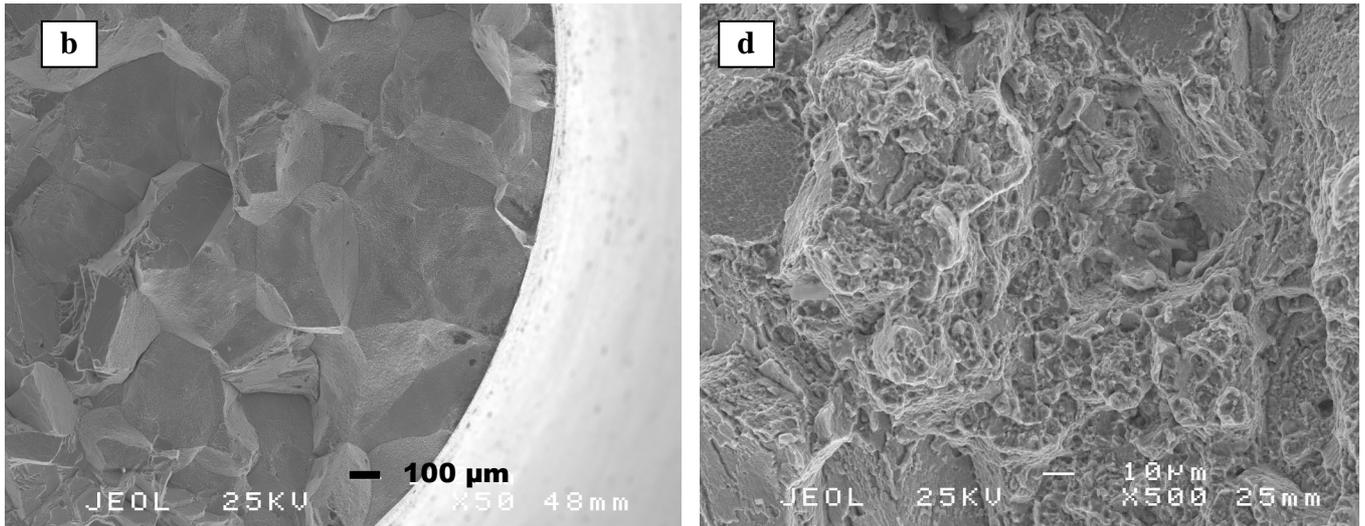


Figure B.51. : *Faciès de rupture en fluage à 800MPa de la structure homogène (a et b) et hétérogène (c et d).*

Pour la structure homogène, la zone de propagation de la fissure, délimitée par des pointillés, est de type intergranulaire dans son ensemble (figure B.51.a). Cette zone témoigne d'une évolution de l'endommagement à partir de la surface assistée par l'oxydation, le point exact de démarrage de cet endommagement restant néanmoins difficile à déterminer avec exactitude.

Pour la structure hétérogène, plusieurs points d'amorçage ont pu être relevés, tant en surface qu'à cœur d'éprouvette (figure B.51.c). Ces zones d'amorçage se caractérisent par un aspect « granuleux » correspondant à de la décohesion intergranulaire. Cette décohesion résulte du développement d'endommagement de type fluage aux interfaces (joints de grains, précipités γ' primaires...) dans tout le volume de l'éprouvette. De plus, la présence de nombreuses cupules dans ces zones témoigne du caractère ductile de l'endommagement menant à la rupture (figure B.51.d). Il est relativement compliqué de déterminer quelle zone est principalement responsable de la rupture finale, cette dernière étant certainement provoquée par l'effet conjugué de l'ensemble des fissures qui se sont développées.

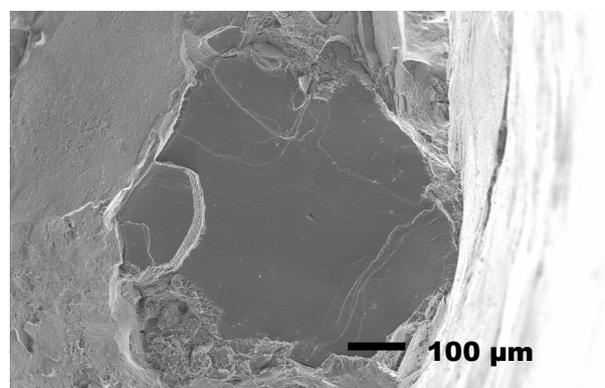


Figure B.52. : *Structure hétérogène : Zone d'amorçage en surface sur une grande facette.*

Dans ces conditions, de grandes facettes lisses ont été observées en différents points du faciès de rupture, au sein des zones de gros grains (figure B.52). Elles résultent a priori d'une rupture brutale et relativement fragile de gros grains accommodant difficilement les conditions locales de déformation et de contrainte.

Les fûts d'éprouvettes après rupture ont été observés par microscopie électronique à balayage. L'endommagement de fluage se caractérise par une forte densité de fissures secondaires réparties sur l'ensemble du fût. Ces fissures sont globalement perpendiculaires à la direction de sollicitation et s'amorcent systématiquement sur les joints de grains (figure B.53).

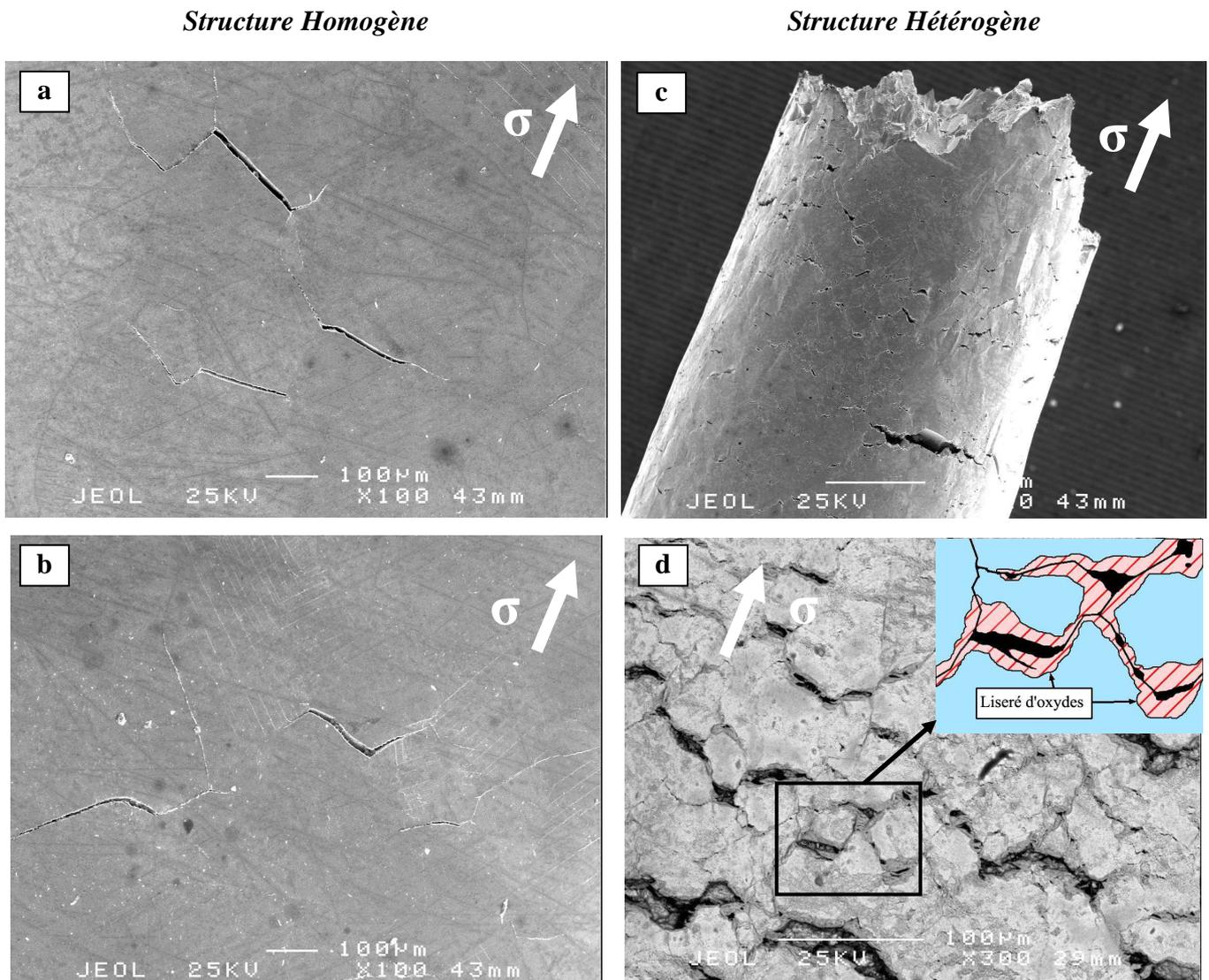


Figure B.53. : Endommagement en surface de fût après rupture en fluage de la structure homogène (a, b) et hétérogène (c, d) à 800MPa, 700°C.

La structure hétérogène présente une densité de fissures bien plus importante que la structure homogène. Cela s'explique à la fois par le plus haut niveau de déformation atteint à rupture et par le plus grand nombre de joints, correspondant aux zones de chapelets de petits grains. Dans tous les cas,

les fissures amorcées en surface présentent un « liseré d'oxydes » (encart figure B.53.d) témoin d'une forte activité locale de l'oxydation. Cette dernière est également mise en évidence sur des coupes longitudinales (figure B.54), les lèvres de la fissure présentant de nombreuses cavités qui résultent de l'action de l'environnement.

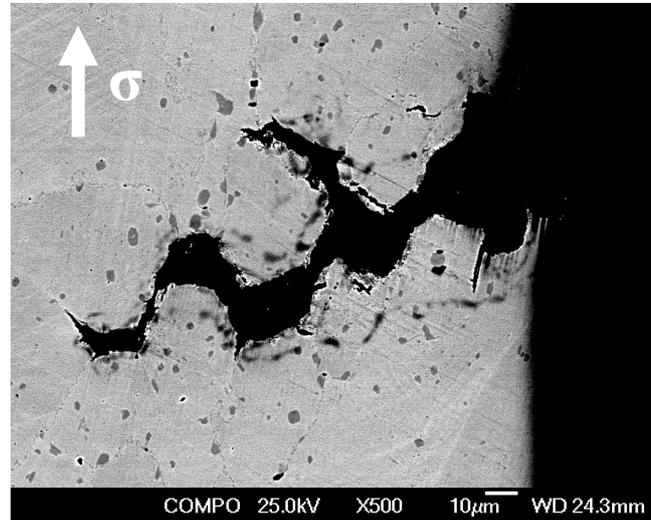


Figure B.54. : Coupe longitudinale du fût au niveau d'une fissure secondaire. Structure hétérogène, essai de fluage, 800MPa, 700°C.

Pour vérifier si ces processus d'endommagement ne sont pas seulement liés à l'oxydation des joints en surface, des coupes longitudinales sur les échantillons sollicités jusqu'à rupture ont été réalisées.

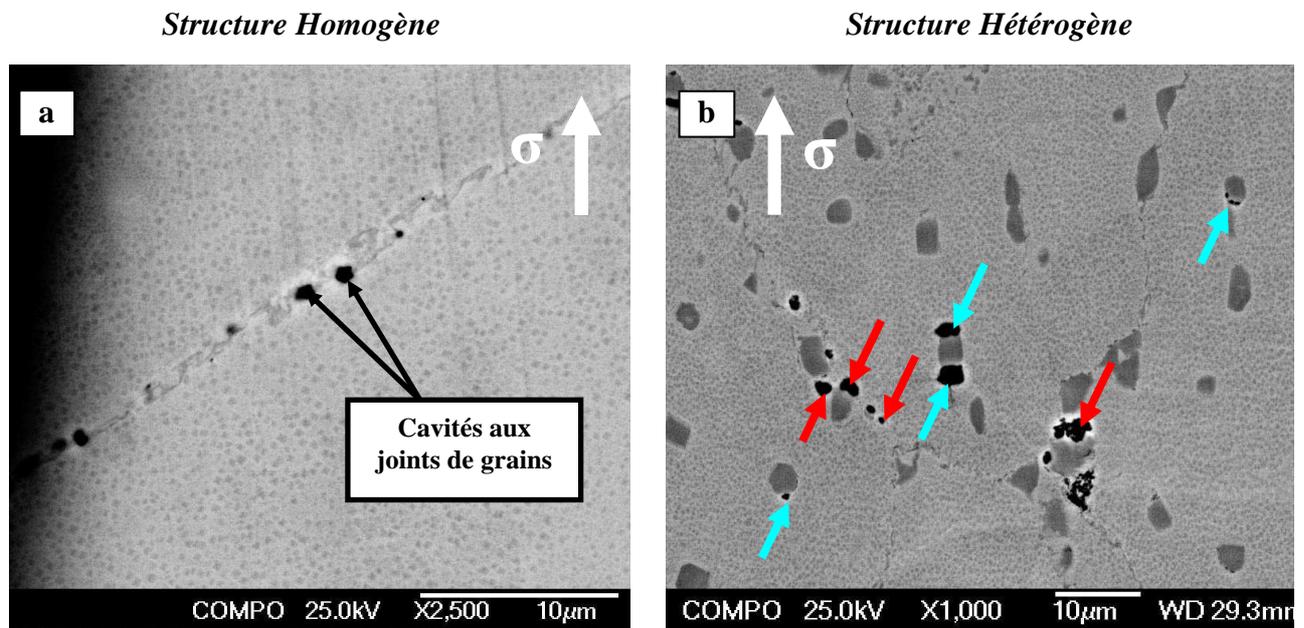


Figure B.55. : Mise en évidence de l'endommagement à cœur sur coupes longitudinales des éprouvettes. Essai de fluage, 800MPa, 700°C. Structure homogène (a) et hétérogène (b).

Sur la structure homogène, quelques fissures et, très localement, des cavités internes sont visibles aux joints de grains (figure B.55.a). Pour la structure hétérogène, les mêmes processus peuvent être observés mais en densité nettement plus importante. De plus, quelques cavités apparaissent ponctuellement aux interfaces γ' primaires – joints de grains et γ' primaires – matrice, respectivement indiquées par des flèches rouges et bleues sur la figure B.55.b.

Ces observations révèlent en volume un endommagement typique du fluage. Ce type de processus a été largement étudié pour différents matériaux [65-67] et en particulier les superalliages. Il se décompose en trois étapes [68]:

- **L'amorçage**, qui correspond à l'apparition de microcavités bien souvent au niveau des joints de grains, des joints triples ou encore à l'interface de deux phases de nature différente (matrice γ et précipités γ' dans notre cas).
- **La croissance**, due à la diffusion de lacunes et à la présence d'un champ de contraintes autour des cavités.
- **La coalescence**, correspondant à la jonction entre cavités entraînant la création des fissures, ce stade précédant la propagation de celles-ci.

En présence de ce type d'endommagement volumique, la rupture en fluage se produit par augmentation de la contrainte effective macroscopique, résultant de la diminution de la section portante de l'éprouvette par création de cavités.

B3.3) Processus d'endommagement en fatigue – fluage

Afin d'étudier l'influence de l'introduction d'un temps de maintien plus ou moins long sur les processus d'endommagement, les fûts et les faciès des éprouvettes sollicitées en fatigue – fluage ont également été observés. Les temps de maintien varient entre 1 seconde et 50 secondes. Lors de l'analyse des mécanismes d'endommagement, deux tendances, correspondant à deux gammes de temps de palier, ont pu être dégagées. On différencie ici les processus mis en jeu pour les temps de maintien courts (≤ 10 secondes) et ceux pour les temps de palier longs (≥ 30 secondes).

B3.3.1) Temps de maintien courts : $\Delta t \leq 10$ secondes

Sur la figure B.56, est illustré l'essai de fatigue-fluage où $\Delta t = 1$ seconde, condition relativement proche d'une sollicitation de type fatigue.

Pour la structure homogène, l'amorçage se produit à coeur sur une zone de joints de grains présentée figure B.56.b. De la même façon qu'en fatigue, il apparaît une transition d'un endommagement initial à l'échelle du grain vers un faciès « à rivières ». Ce mode de propagation, caractéristique d'une propagation par fatigue d'une fissure transgranulaire, s'étend sur une zone de près de 1mm de rayon (délimitée par les pointillés figure B.56.a).

Il en va de même pour la structure hétérogène dont les zones d'amorçage et de propagation sont mises en évidence sur la figure B.56.d et c respectivement.

Structure Homogène

Structure Hétérogène

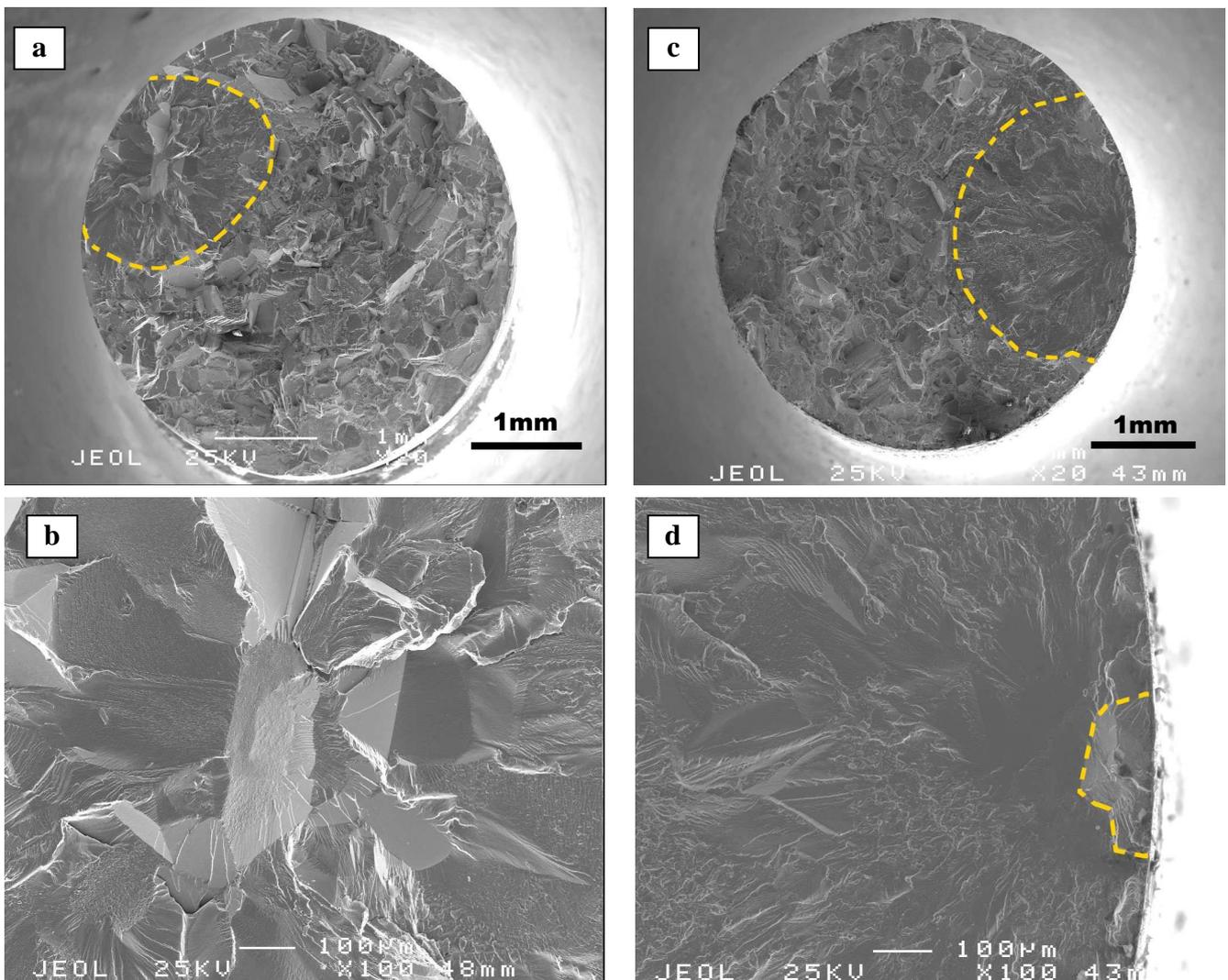


Figure B.56. : *Faciès de rupture en fatigue – fluage à 800MPa pour un temps de maintien $\Delta t=1$ seconde. Structure homogène (a et b) et structure hétérogène (c et d).*

Même si les processus d’amorçage et de propagation sont similaires pour les deux structures, leurs modes de rupture sont différents. On assiste à une rupture relativement fragile sur l’homogène avec un faciès très « accidenté ». En revanche, la structure hétérogène présente une rupture ductile avec une propagation transgranulaire plane. Cela recoupe les résultats des essais de traction rapportés au chapitre B1 où l’on avait mis en évidence que la ductilité de la structure hétérogène était bien plus importante que celle de l’homogène.

Les fissures secondaires à la surface des fûts ont également été observées. Celles-ci s’amorcent systématiquement sur les joints de grains (figure B.57). Au même titre qu’en fatigue, la densité de fissures reste très faible et localisée à proximité de la zone de la fissure ayant provoqué la rupture. Cependant, on a pu évaluer qualitativement que cette densité augmente progressivement avec le temps de maintien. Cette tendance a été observée sur les deux types de structure.

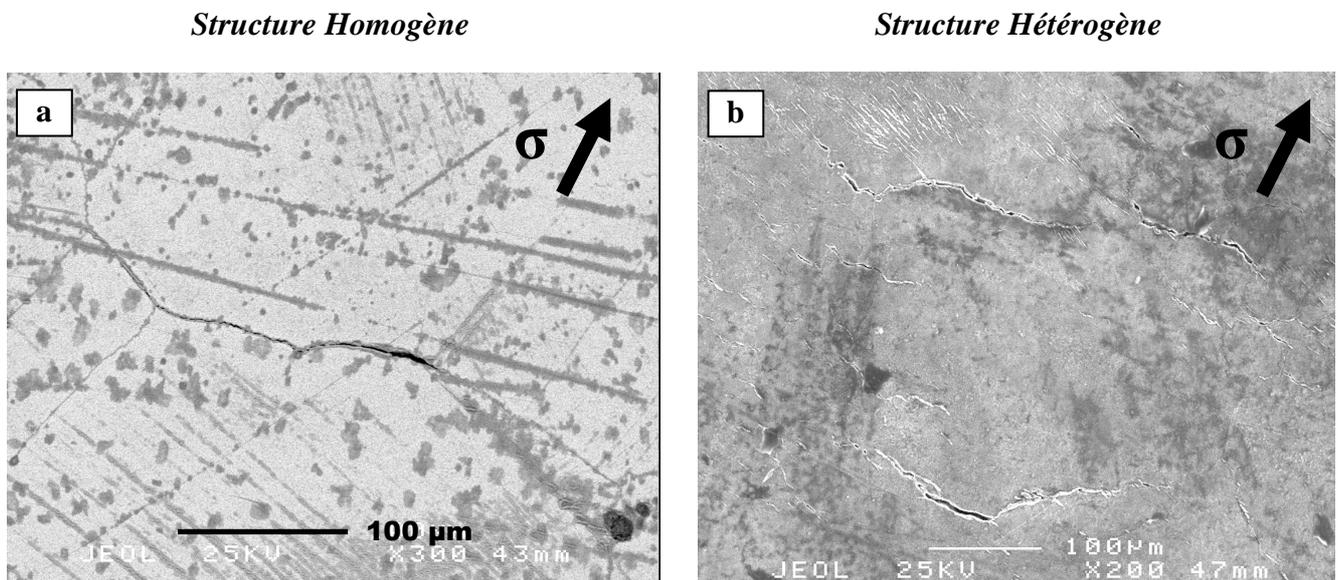


Figure B.57. : Endommagement en surface de fût après rupture en fatigue – fluage $\Delta t = 1s$ de la structure homogène (a) et hétérogène (b) à 800MPa, 700°C.

Nous nous sommes également intéressés aux conditions suivantes : fatigue-fluage $\Delta t = 10s$, $\sigma = 800MPa$ pour la structure homogène et fatigue-fluage $\Delta t = 3s$, $\sigma = 800MPa$ pour la structure hétérogène. Les faciès sont présentés figure B.58.

Pour la structure homogène, l’amorçage se produit en surface sur un joint de grains présenté figure B.58.b. Quelques « rivières » sont visibles autour des grains, la propagation transgranulaire reste cependant moins évidente et étendue que pour la condition $\Delta t = 1s$ (figure B.58.a). On retrouve toutefois un faciès relativement accidenté témoignant d’une rupture fragile.

Pour la structure hétérogène, les processus d'endommagement sont identiques à ceux correspondant à $\Delta t = 1s$. On notera toutefois la présence de plusieurs zones d'amorçage à partir de la surface (figure B.58.c). La figure B.58.d illustre parfaitement la transition, mise en évidence par les pointillés, entre un amorçage sur des joints de grains en surface et une propagation transgranulaire.

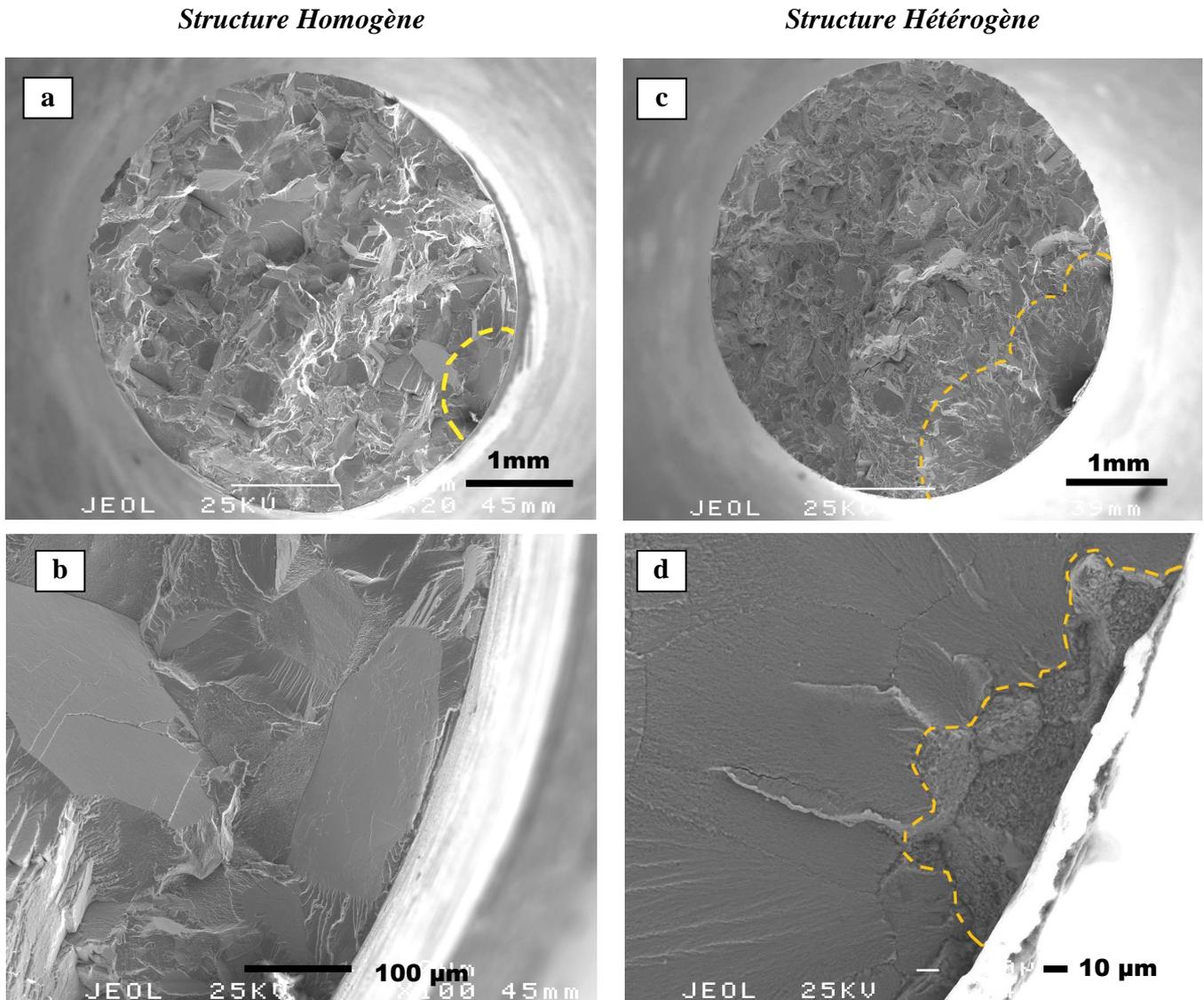


Figure B.58. : *Faciès de rupture en fatigue – fluage à 800MPa pour un temps de maintien $\Delta t=10s$ pour la structure homogène (a et b) et $\Delta t=3s$ pour la structure hétérogène (c et d).*

La densité de fissures secondaires observées en surface de fût ne présente pas de différence significative avec celle obtenue pour $\Delta t = 1s$.

A partir de l'analyse des faciès de rupture et de la surface des fûts sur les deux états microstructuraux en fatigue – fluage pour des temps de maintien compris entre 1 seconde et 10secondes, on observe des processus d'endommagement similaires à ceux observés en fatigue. Le

temps de maintien imposé à chaque cycle n'est donc pas suffisant pour que les processus de fluage interviennent de manière significative en terme d'endommagement. On notera que les deux structures présentent des processus d'endommagement similaires mais se distinguent par leur mode de rupture, relativement fragile pour l'homogène et ductile pour l'hétérogène.

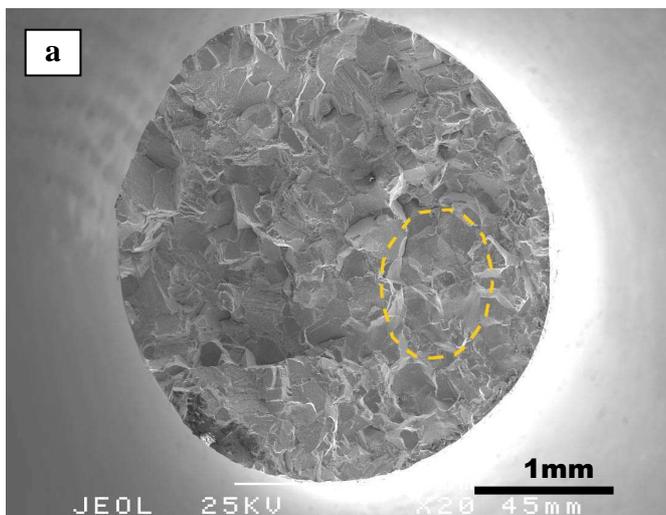
Des observations complémentaires ont été réalisées sur des coupes longitudinales des fûts après rupture. Aucune fissure ou cavité interne n'a été mise en évidence pour ces conditions d'essais. Cela renforce la conclusion d'une propagation de fissure par fatigue à partir d'un amorçage favorisé par le fluage durant le court temps de maintien, ce dernier n'induisant pas d'endommagement volumique significatif.

B3.3.2) Temps de maintien longs : $\Delta t \geq 30$ secondes

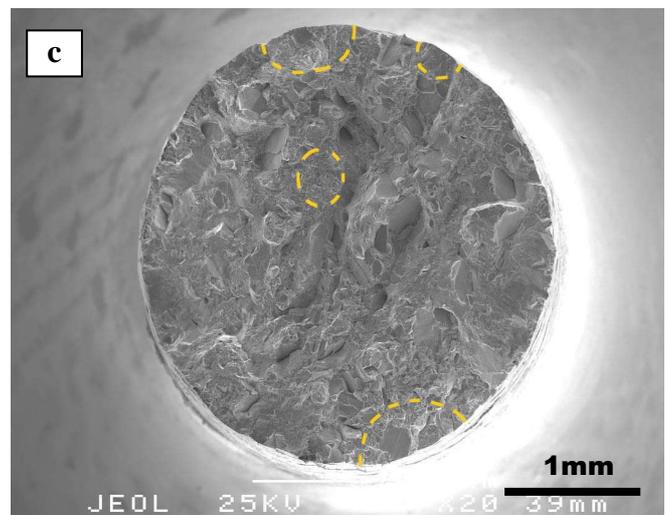
Pour ces essais de fatigue-fluage, des temps de maintien de 30 et 50 secondes ont été étudiés. Seules les observations réalisées pour $\Delta t = 50$ secondes seront présentées ici.

L'amorçage de la fissure entraînant la rupture finale s'effectue à partir de joints de grains à cœur d'éprouvette sur l'homogène et en surface au niveau des chapelets de petits grains souvent associés à une grande facette sur l'hétérogène (figure B.59.d). Le cas d'amorçage à cœur pour l'homogène, présenté sur la figure B.59.b, reste isolé. Autour de ce point de départ de la fissure, le faciès est « granuleux », typique de processus d'endommagement intergranulaire. La structure hétérogène se distingue à nouveau par la présence de multiples points d'amorçage. Le même type de décohésions intergranulaires qu'en fluage a pu être observé en surface et à cœur, souvent associé à des facettes.

Structure Homogène



Structure Hétérogène



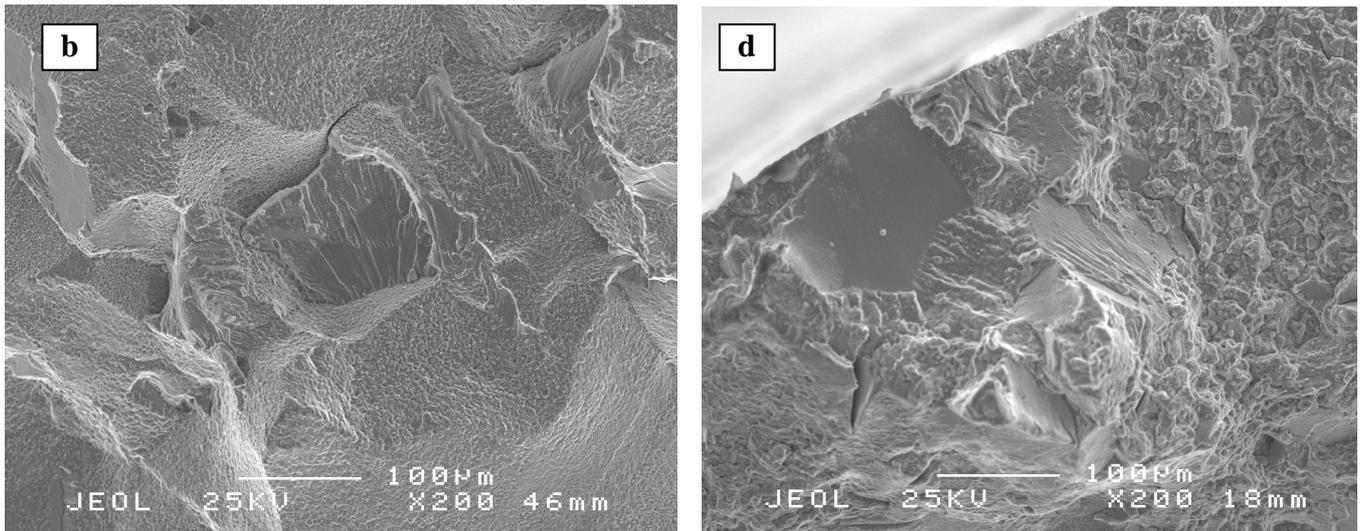


Figure B.59. : *Faciès de rupture en fatigue – fluage à 800MPa pour un temps de maintien $\Delta t=50$ secondes. Structure homogène (a et b) et structure hétérogène (c et d).*

L'observation en surface des fûts après rupture révèle une très forte densité de fissures secondaires. L'endommagement observé est localisé systématiquement aux joints de grains (figure B.60).

Structure Homogène

Structure Hétérogène

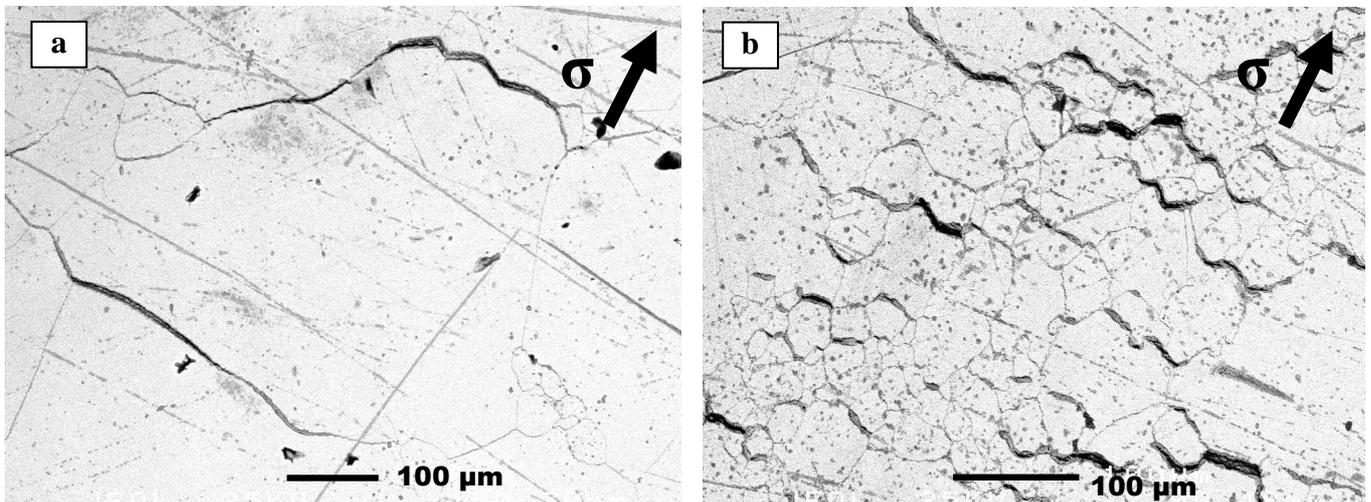


Figure B.60. : *Endommagement en surface de fût après rupture en fatigue – fluage $\Delta t = 50s$ de la structure homogène (a) et hétérogène (b) à 800MPa, 700°C.*

Les processus observés sur les faciès comme sur les fûts sont donc similaires à ceux décrits précédemment pour le fluage. Des observations à cœur ont été réalisées sur des coupes longitudinales

(figure B.61). L'existence d'un endommagement à cœur important a pu être mis en évidence et se caractérise par de longues fissures le long des joints de grains pour les deux structures. Une observation plus fine a permis de montrer la nucléation de petites cavités aux différentes interfaces (joints de grains, joints triples et γ' primaires).

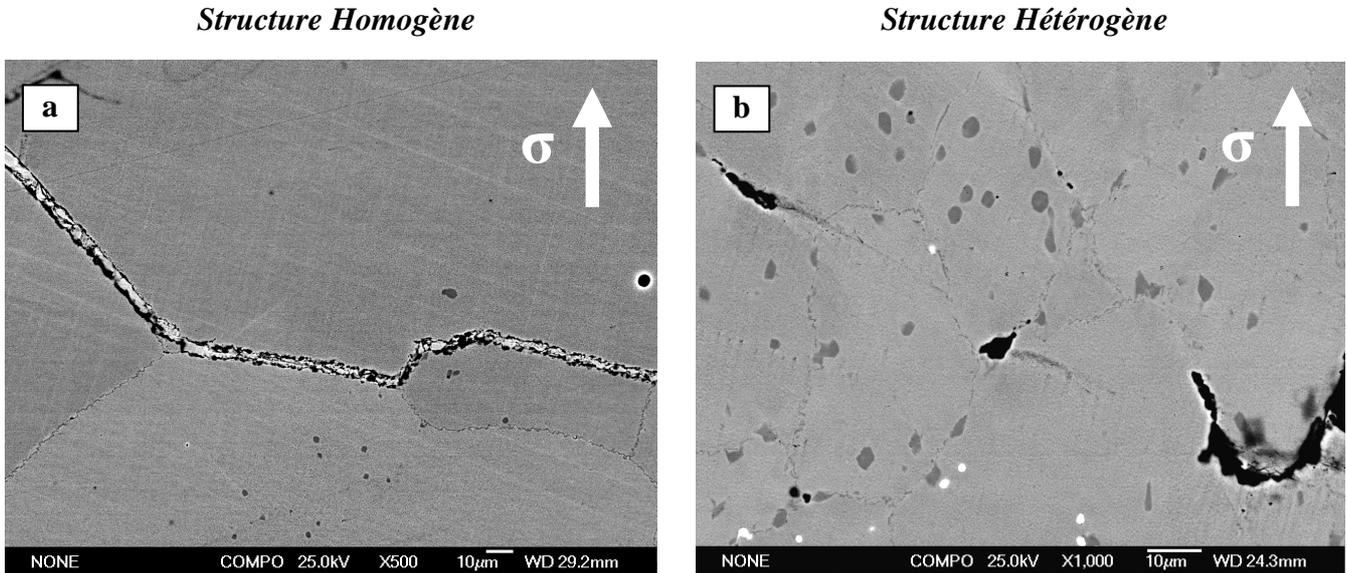


Figure B.61. : Mise en évidence de l'endommagement à cœur sur coupes longitudinales des éprouvettes. Essai de fatigue-fluage, $\Delta t=50s$, 800MPa, 700°C. Structure homogène (a) et hétérogène (b). Observations réalisées en électrons rétro-diffusés.

Ces processus d'endommagement sont présents dans l'ensemble du volume de l'éprouvette et pas seulement au voisinage du faciès de rupture. Ces observations montrent que l'introduction d'un temps de maintien de 30 secondes et plus dans le cycle de fatigue conduit à des processus d'endommagement typiques de ceux engendrés par le fluage. Les chargements – déchargements successifs participent alors à l'accélération de ce type d'endommagement.

B3.3.3) Synthèse

L'étude des processus d'endommagement à 700°C par fluage, fatigue et fatigue-fluage a été conduite à partir d'observations menées sur les faciès, les fûts des éprouvettes ainsi que sur les coupes longitudinales. Les joints de grains apparaissent clairement comme le point faible, que l'on considère la structure homogène ou hétérogène. La nocivité des joints est cependant exacerbée dans le cas de la structure hétérogène, en particulier dans les zones de chapelets de petits grains qui présentent une densité de joints naturellement très élevée. Deux régimes d'endommagement se dégagent.

Le premier concerne le fluage ou la fatigue-fluage pour les longs temps de maintien. Dans ce cas, l'endommagement est essentiellement volumique avec production aux joints de microcavités et croissance de ces dernières vers la création de fissures intergranulaires. L'endommagement est alors toujours de nature intergranulaire, les cycles de chargement – déchargement venant accélérer son développement.

Le second concerne la fatigue ou la fatigue-fluage pour des temps de maintien limités à 10s. Dans ce cas, l'amorçage intergranulaire intervient essentiellement à partir de la surface. La propagation de quelques fissures se fait de façon transgranulaire, la transition inter / trans étant d'autant plus rapide que Δt est faible. Ce régime est dominé par la fatigue, la part fluage de la sollicitation ayant une action accélératrice. Un des éléments marquants de cette étude est le fait que l'introduction d'un temps de maintien même très faible est suffisante pour contribuer à l'amorçage de fissures au niveau des joints de grains, fissures qui peuvent alors aisément se propager sous l'action des cycles de fatigue. Dans le cas de la fatigue « pure », il est nécessaire d'appliquer des contraintes particulièrement élevées pour atteindre ces conditions d'amorçage.

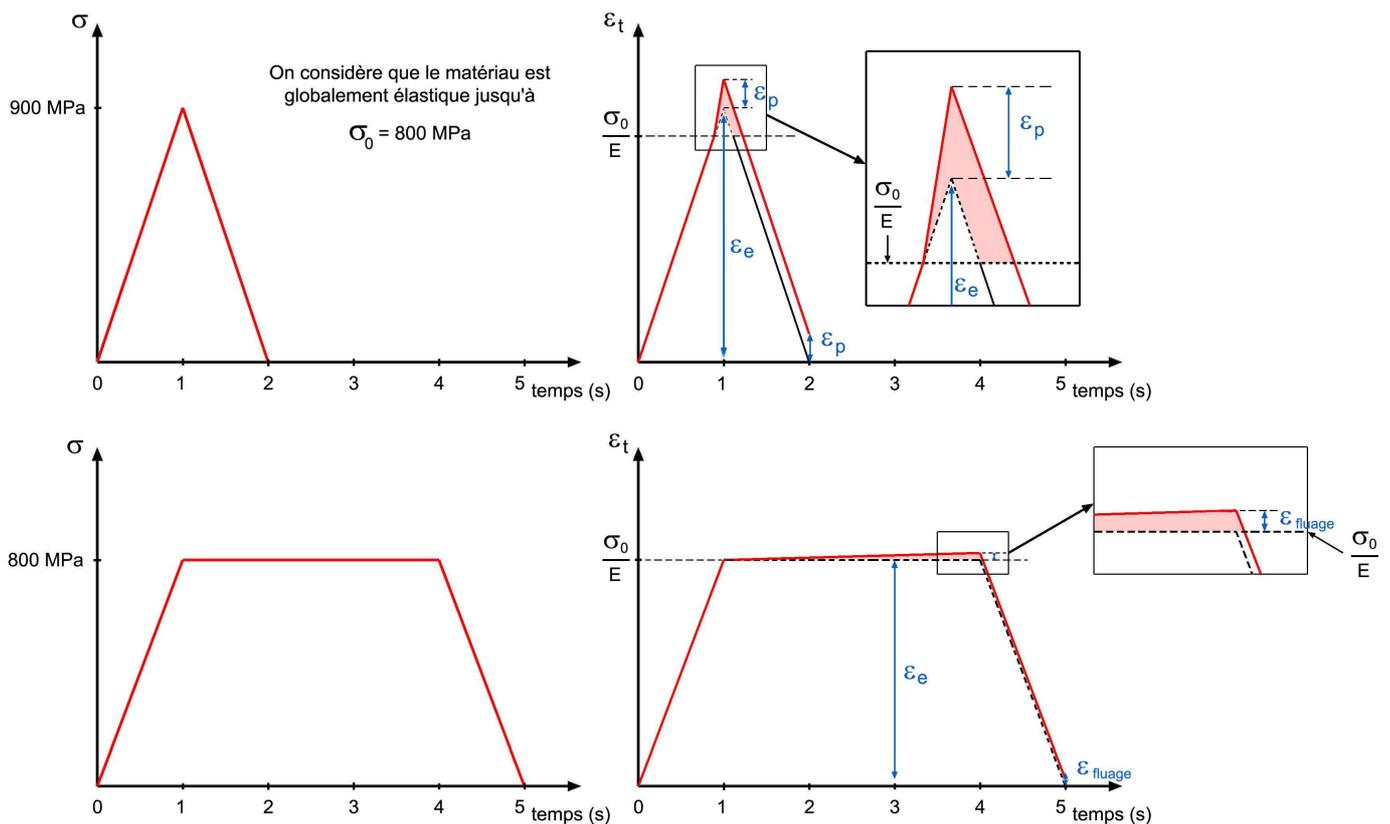


Figure B.62. : *Equivalence $\sigma - \Delta t$ entre la fatigue à 900 MPa et la fatigue-fluage $\Delta t = 3s$ à 800 MPa menant à des conditions similaires d'amorçage de fissure. σ_0 est la limite d'élasticité du matériau, E le module d'Young, ε_e la déformation élastique, ε_p la déformation plastique et ε_{fluage} la déformation par fluage.*

Dans ce cadre général, il est possible d'envisager des équivalences $\sigma - \Delta t$ comme, par exemple, la fatigue-fluage $\Delta t = 3s$ à 800 MPa « équivalent » à la fatigue à 900 MPa (équivalence des aires sous la courbe, représentée en rose figure B.62, correspondant à l'énergie dissipée par plasticité).

Le rôle extrêmement important d'un endommagement initial à partir des joints lié à l'introduction d'un temps de maintien est à mettre également en parallèle de l'endommagement intergranulaire qui pourrait être associé aux effets d'oxydation. Cet aspect fait l'objet du chapitre B4 suivant.

Chapitre B4 : Effets d'environnement

Dans le chapitre précédent, il a été suggéré que l'environnement oxydant pouvait accélérer les processus d'endommagement en surface par diffusion d'éléments tels que l'oxygène dans les joints de grains, favorisant ainsi la dégradation de ce type d'interfaces. Il en résulterait une diminution de la durée de vie par amorçage et propagation prématurée de la fissure principale. Afin d'évaluer l'importance des effets d'environnement, des essais similaires à ceux réalisés dans l'air présentés au début de cette partie, ont été effectués sous vide secondaire (à une pression inférieure à $2 \cdot 10^{-5}$ mbar). Ce milieu nous sert de référence pour établir le comportement intrinsèque des matériaux.

Chapitre B4 : Effets d’environnement	123
B4.1) Essais Mécaniques	125
B4.2) Processus d’endommagement sous vide	129
B4.2.1) Répercussion de l’environnement sur les processus d’endommagement	129
B4.2.2) Influence du temps de maintien	132
B4.2.3) Discussion – Synthèse	136

B4.1) Essais Mécaniques

Des essais de fatigue – fluage sous vide ont été réalisés à 700°C pour un temps de maintien de 10 secondes. Les essais ont été menés pour deux niveaux de contrainte maximale dans le cas de la structure hétérogène (750 MPa et 800 MPa) et un seul pour l'homogène (800 MPa).

L'allongement de l'éprouvette a été représenté en fonction du temps cumulé à contrainte maximale (figure B.63.a). Un zoom a été effectué sur les courbes en début d'essai pour comparer le comportement des structures sollicitées sous air et sous vide avant toute manifestation macroscopique de l'endommagement (figure B.63.b).

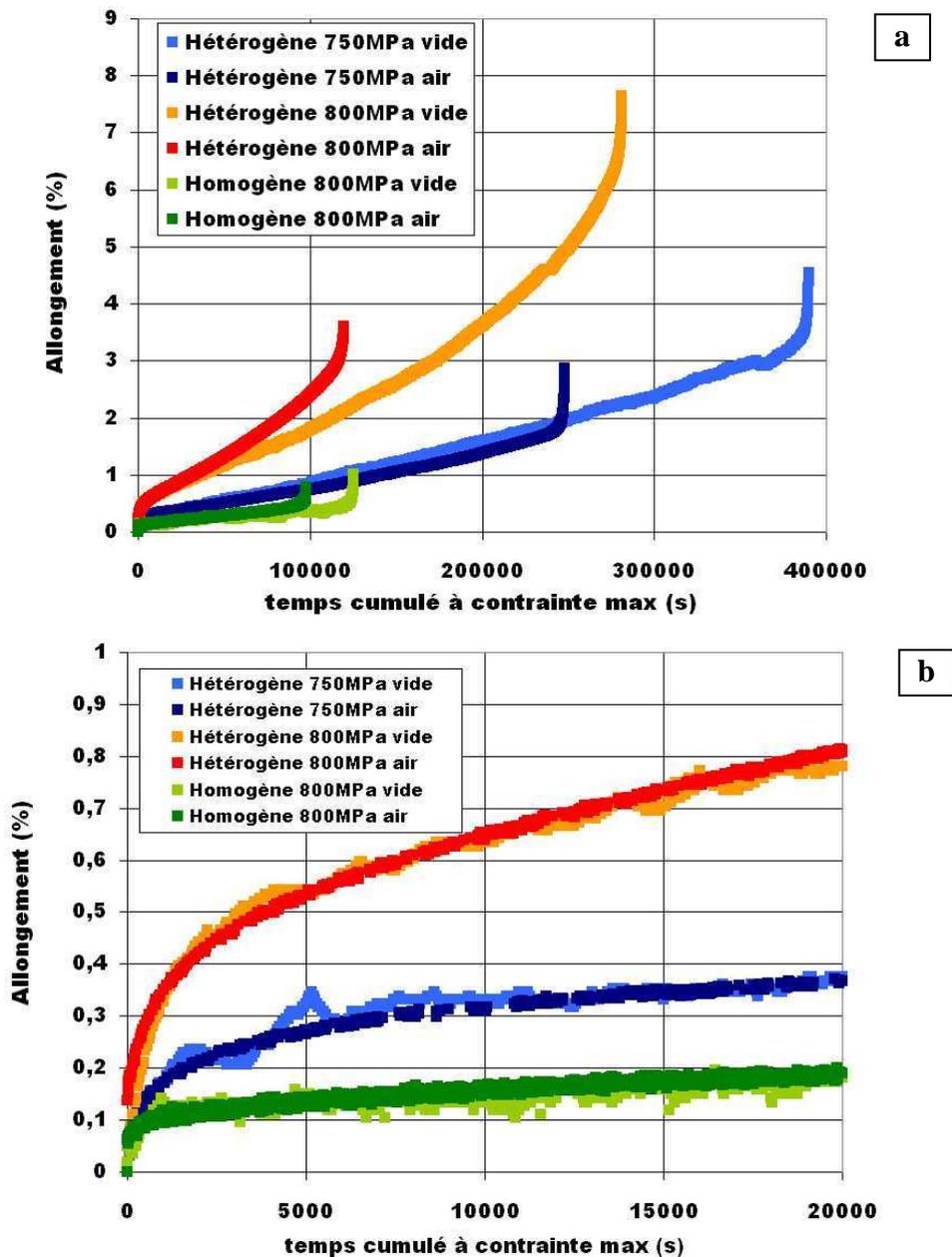


Figure B.63. : Mise en évidence de l'effet de l'environnement en fatigue – fluage à 700°C pour $\Delta t=10s$, 800MPa. Courbes à rupture (a) et détail du début des courbes de déformation (b).

À partir des courbes à rupture, on observe une transition pseudo stade secondaire – pseudo stade tertiaire prématurée sous air due à l'accélération de l'endommagement associée aux effets d'environnement. En terme de durée de vie, le rapport reste relativement faible avec un facteur deux au maximum entre vide et air. Dans les conditions étudiées, l'effet d'environnement est assez limité sur l'Udimet 720 comparativement à des matériaux tels que les aciers haute résistance où la durée de vie, même à 20°C, peut être multipliée par 1000 entre air et vide [69]. Par ailleurs, l'allongement à rupture atteint sous air est plus faible que sous vide. Toutes ces observations indiquent que les processus d'oxydation diminuent fortement la durée de vie et donc la capacité intrinsèque du matériau à cumuler la déformation en fatigue-fluage. Dans la première phase du cyclage, les courbes des essais équivalents menés sous air et sous vide se superposent parfaitement (figure B.63.b). L'effet de l'environnement ne se répercute pas sur le comportement global macroscopique tant que l'endommagement n'entre pas en compte.

L'effet d'environnement sur la durabilité n'est pas aussi marqué d'une structure à l'autre (20% de réduction pour l'homogène contre 50% pour l'hétérogène). Dans l'air, l'endommagement se manifeste à l'échelle macroscopique plus rapidement dans le matériau à structure hétérogène que dans celui à structure homogène, mais sa ductilité plus élevée lui confère une résistance à la rupture plus importante. Inversement, sous vide, l'endommagement apparaît plus tardivement sur la structure hétérogène. Cela montre que l'endommagement intergranulaire est fortement accéléré par l'environnement dans cette dernière. De fait, il apparaît donc que l'écart de résistance en fatigue-fluage entre les deux états microstructuraux est plus élevé sous vide que sous air (figure B.64). La structure hétérogène est donc intrinsèquement plus résistante, en terme de durée de vie en fatigue-fluage, que la structure homogène.

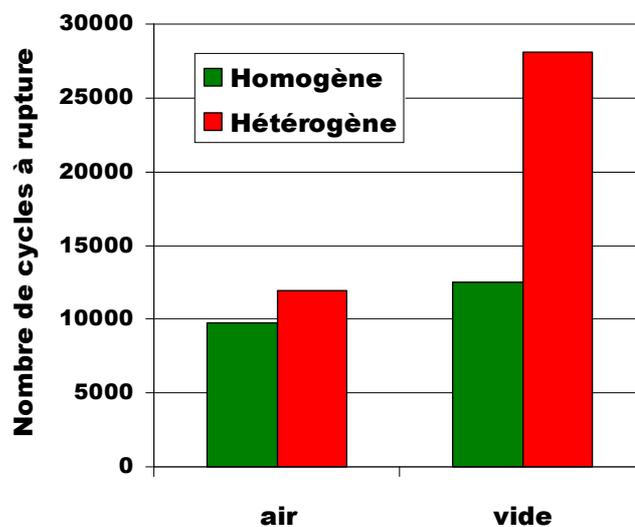


Figure B.64. : Comparaison selon l'environnement de la durabilité des deux états microstructuraux en fatigue – fluage à 700°C pour $\Delta t=10s$, 800MPa.

Des travaux réalisés en fissuration sur l’Inconel 718 par Pedron et Pineau [70,71] et sur l’Udimet 720Li par Hide [72], ont montré que l’effet de l’environnement varie selon la taille de grains. Plus les grains sont gros, plus le nombre de joints de grains émergeant en surface est faible, ce qui limite les interactions avec le milieu oxydant. Au contraire, les chapelets de petits grains de la structure hétérogène constituent autant de zones sensibles à l’oxydation. La plus faible sensibilité aux effets d’oxydation de la structure homogène n’est donc pas surprenante.

L’effet d’environnement étant plus marqué sur la structure hétérogène, nous avons choisi cette structure pour évaluer l’influence du temps de maintien. Sur la figure B.65, l’allongement plastique a été représenté en fonction du temps cumulé à contrainte maximale pour des paliers $\Delta t = 1, 10$ et 30 secondes. La même tendance que sous air est constatée. L’augmentation progressive de la durée du palier engendre une diminution du nombre cycles à rupture et du temps à rupture ainsi qu’un accroissement de la déformation plastique cumulée juste avant rupture.

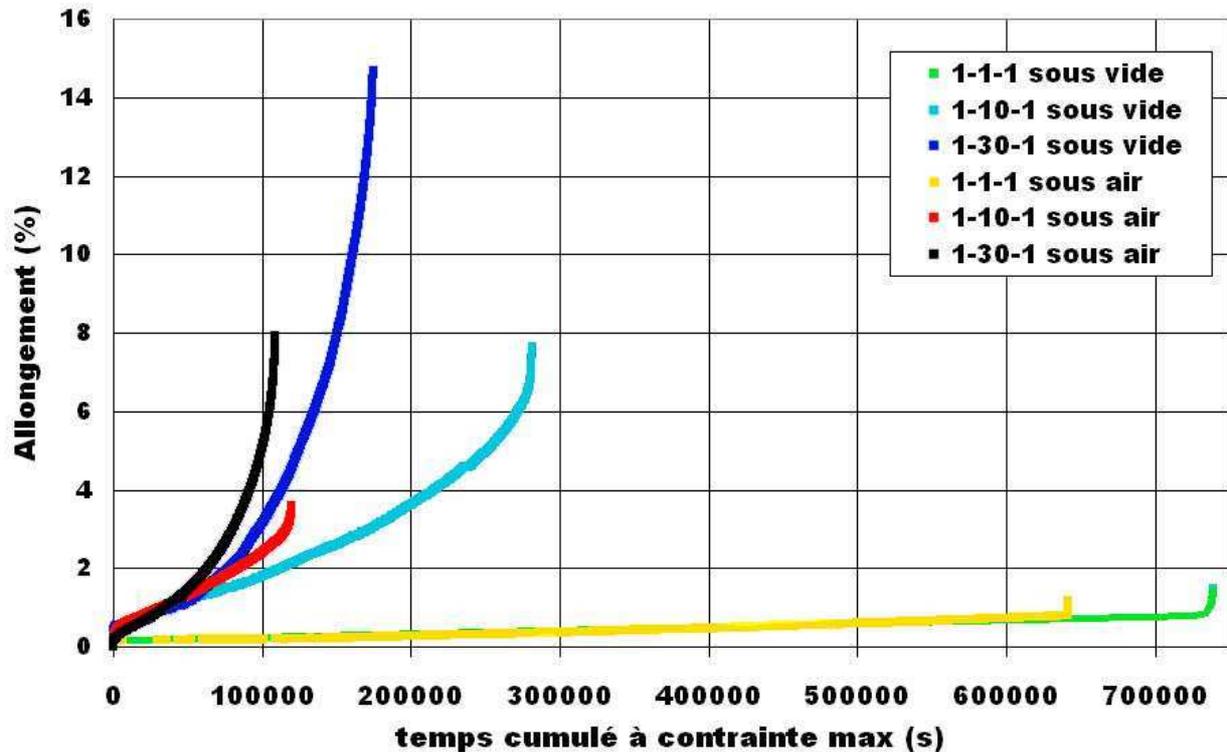


Figure B.65. : Mise en évidence de l’effet de l’environnement en fatigue – fluage à 700°C pour différents temps de maintien, 800MPa. Structure hétérogène.

Pour approcher au maximum une sollicitation de type fluage sous vide avec la machine de fatigue, un essai supplémentaire a été effectué pour un temps de maintien $\Delta t = 3600$ secondes. Les essais sous vide étant effectués sur une machine de fatigue hydraulique, l’asservissement ne nous permettait pas, pour des raisons techniques, de maintenir une charge très stable indéfiniment. C’est

pour cela que nous avons introduit des phases de charge / décharge toutes les 3600 secondes. La courbe obtenue est comparée à celle de fluage sous air (figure B.66). Les deux courbes se superposent. Une durée de vie plus longue et un pseudo stade tertiaire retardé pouvaient être attendus sous vide. Cependant, ce résultat peut provenir de la compensation de deux effets : augmentation de la durée de vie en fluage sous vide et accélération de la rupture due au cyclage pendant l'essai.

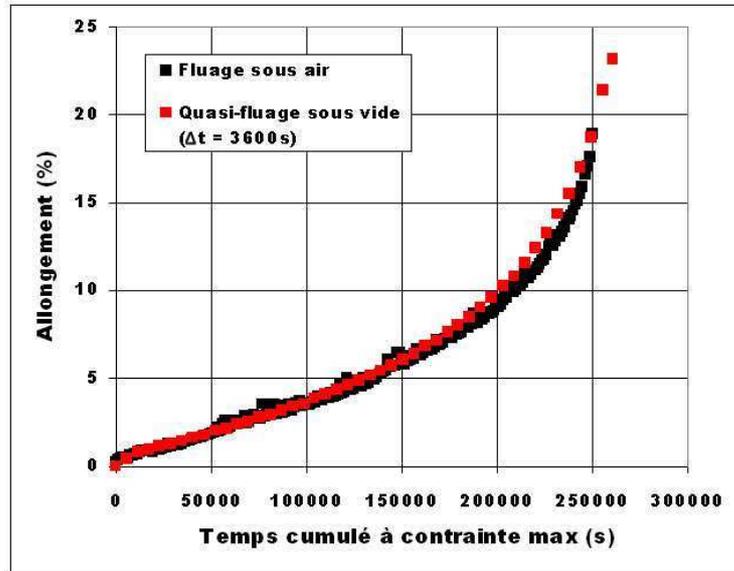


Figure B.66. : Comparaison air / vide en (quasi) fluage à 700°C, 800MPa. Structure hétérogène

Ces deux graphes permettent de dégager trois régimes d'influence de l'environnement. Pour les faibles temps de maintien (≤ 3 secondes), l'effet de l'oxydation est relativement limité sur la durée avec une diminution de temps à rupture de l'ordre de 10% entre air et vide. En revanche, il est bien plus important pour $\Delta t = 10$ secondes et $\Delta t = 30$ secondes avec des diminutions de résistance de 57% et 40% respectivement. Enfin, pour des temps de maintien supérieurs à 30 secondes ou pour des conditions de quasi-fluage, l'effet de l'environnement diminue. La durée du temps de maintien semble donc jouer sur l'amplitude des interactions avec l'oxydation.

Rappelons ici que ces conclusions portent sur la comparaison globale des courbes d'allongement qui prennent en compte la déformation volumique et les processus d'endommagement pendant le pseudo stade tertiaire. Il convient donc d'essayer de séparer l'influence de l'oxydation dans la première phase de l'essai puis dans la seconde lorsque l'endommagement se développe.

Interactions environnement / déformation :

Lors des essais sous air, des couplages entre oxydation et mécanismes de déformation se produisent. Différents auteurs ont montré que les dislocations émergent localement en surface peuvent constituer des chemins de diffusion privilégiés pour les atomes d'oxygène [68,73]. D'autres font état d'interactions entre les dislocations et les éléments absorbés comme l'hydrogène [74], ou encore des interactions entre les dislocations et la couche d'oxyde formée [75,76]. Pour étudier ces aspects, des observations en MET sur des lames minces interceptant la surface de l'éprouvette sont nécessaires, travail qui n'a pas pu être mis en œuvre dans le cadre de cette thèse. On pourrait s'attendre à ce que le comportement soit différent sous vide lorsque ces interactions n'interviennent plus. Or, quel que soit le temps de maintien, les courbes de fatigue-fluage (air / vide) se superposent jusqu'au moment où l'endommagement entre en jeu. Comme ces interactions oxydation / dislocations ne sont actives que dans un faible volume en surface, leurs effets semblent négligeables devant le comportement macroscopique global de l'éprouvette.

Par conséquent, les écarts air / vide de temps et de déformation cumulée à rupture tirent leur origine des interactions environnement / endommagement.

B4.2) Processus d'endommagement sous vide

Les paragraphes qui suivent présentent les observations du faciès et du fût d'éprouvettes testées sous vide jusqu'à rupture. Ces images sont à comparer à celles déjà présentées au chapitre B.3 pour des essais réalisés dans les mêmes conditions de sollicitations mécaniques mais conduits sous air.

B4.2.1) Répercussion de l'environnement sur les processus d'endommagement

Dans cette partie, les processus d'endommagement sous vide ont été analysés sur les deux états microstructuraux, en fatigue-fluage à 700°C, pour un temps de maintien de 10 secondes et une contrainte de 800MPa. La figure B.67 présente les faciès de rupture de la structure homogène et de la structure hétérogène.

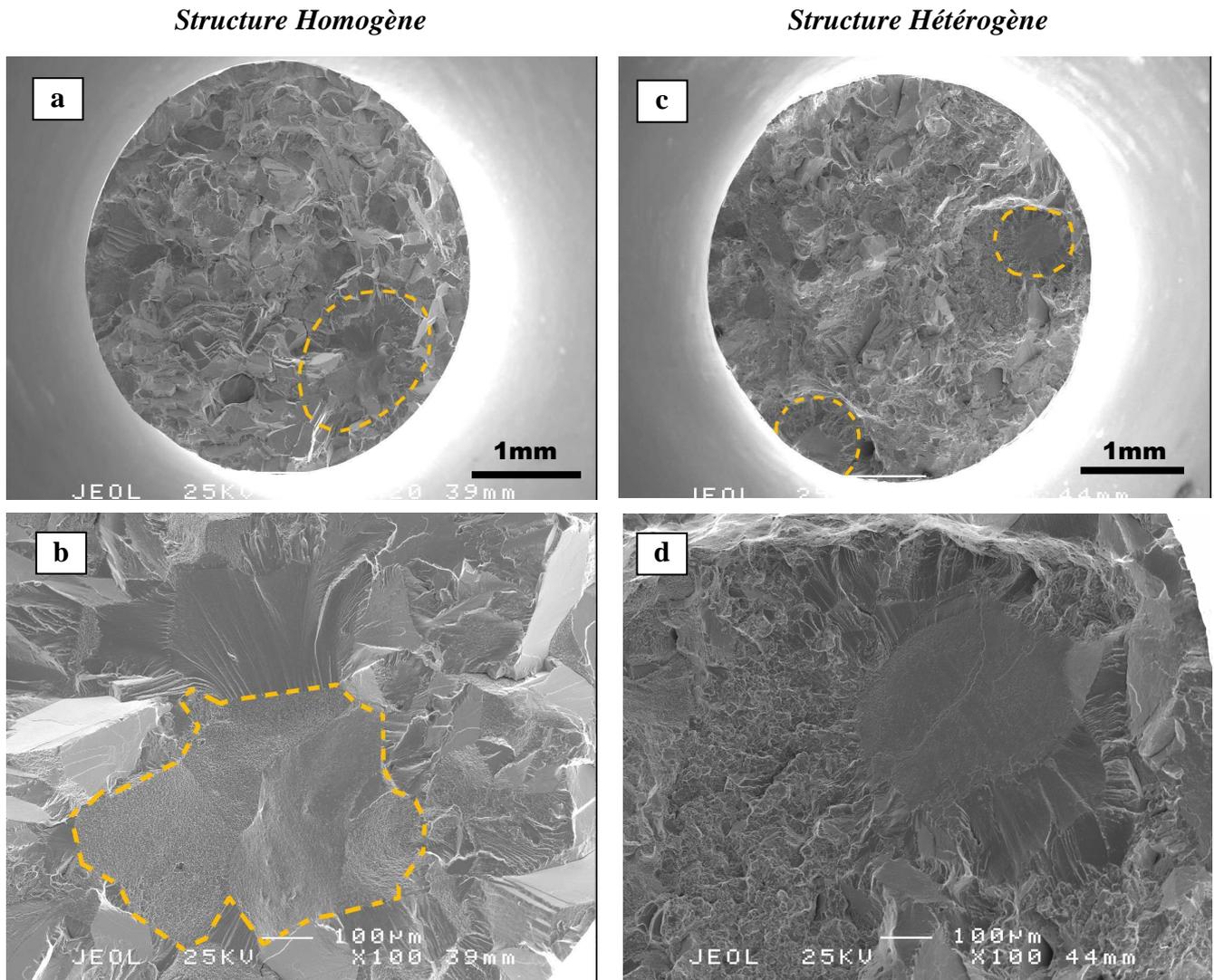


Figure B.67. : *Faciès de rupture en fatigue – fluage sous vide à 800MPa pour un temps de maintien $\Delta t=10$ secondes. Structure homogène (a et b) et structure hétérogène (c et d).*

Pour la structure homogène, l’amorçage se produit à cœur sur des joints de grains (figure B.67.b). Dans le cas de la structure hétérogène, l’origine des fissures est multiple (figure B.67.c) : à partir de joints de grains en surface et à cœur d’éprouvette. Pour chaque point d’amorçage, on retrouve une zone de décohésion intergranulaire dans un chapelet de petits grains autour d’une grande facette correspondant à un gros grain (figure B.67.d). Pour la structure homogène, on retrouve le même type de faciès « à rivières » que sous air, témoignant d’un mode de propagation transgranulaire. Pour l’hétérogène, on assiste à une propagation mixte à tendance intergranulaire dans la zone de petits grains et à tendance transgranulaire pour les gros grains.

L'observation des fissures secondaires à la surface des fûts (figure B.68) montre que les fissures s'amorcent comme sous air à partir des joints de grains pour les deux états microstructuraux. On retrouve en particulier tout un réseau de petites fissures intergranulaires au sein des chapelets de petits grains dans la structure hétérogène. L'évaluation quantitative du nombre de ces fissures secondaires n'a pas été faite. Cependant, très clairement, leur densité est bien plus faible sous vide alors que le niveau de déformation atteint est nettement plus important (figure B.68.b et c).

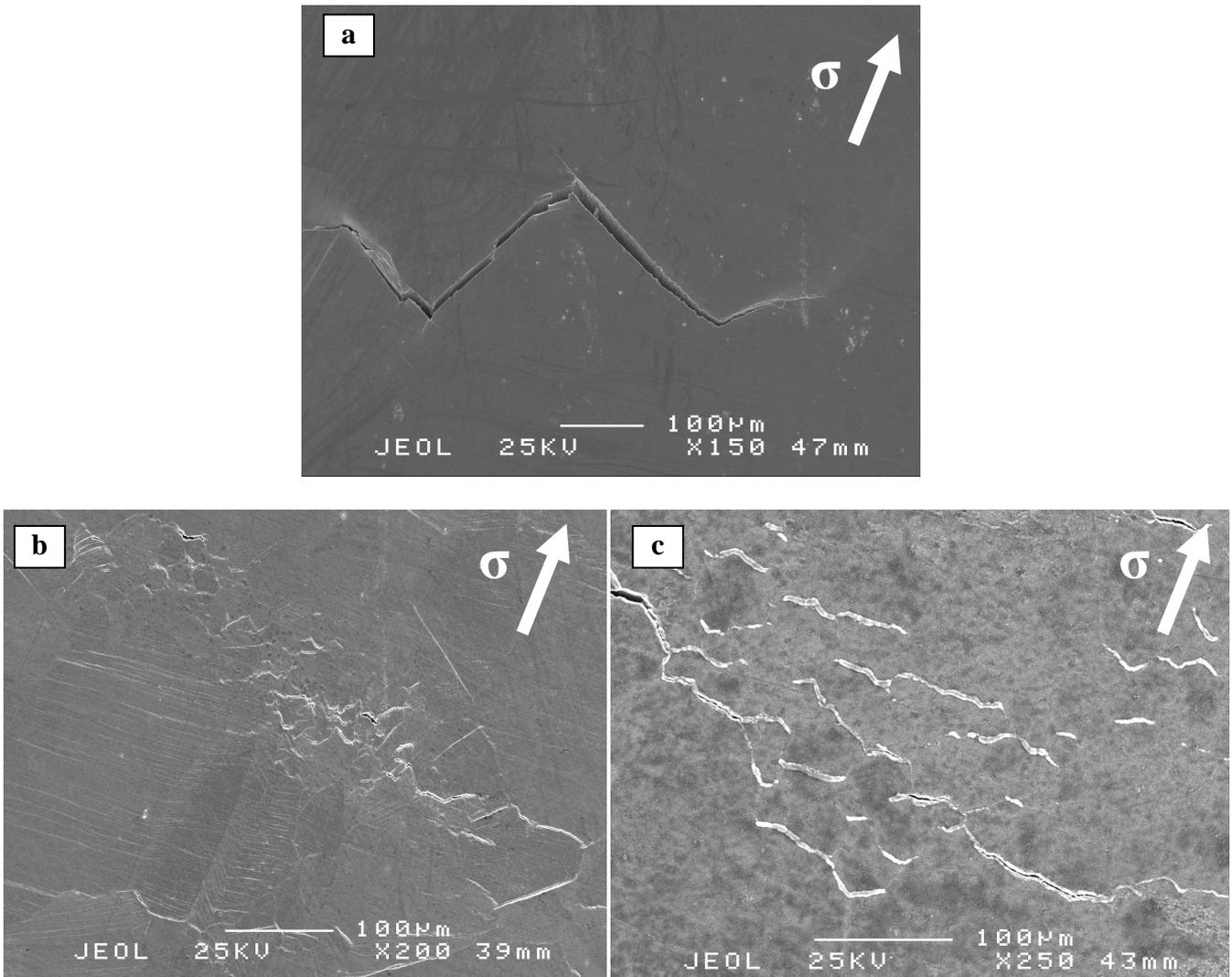


Figure B.68. : Endommagement en surface de fût après rupture en fatigue – fluage $\Delta t = 10s$ à $800MPa$, $700^{\circ}C$. Structure homogène (a) et hétérogène (b) sous vide. Structure hétérogène sous air (c)

L'endommagement des joints de grains est globalement favorisé par l'oxydation. Cela est particulièrement visible sur des coupes longitudinales réalisées à partir des fûts d'éprouvettes rompues

(figure B.69). Ces images correspondent à des fissures secondaires qui se sont amorcées et propagées à partir de la surface.

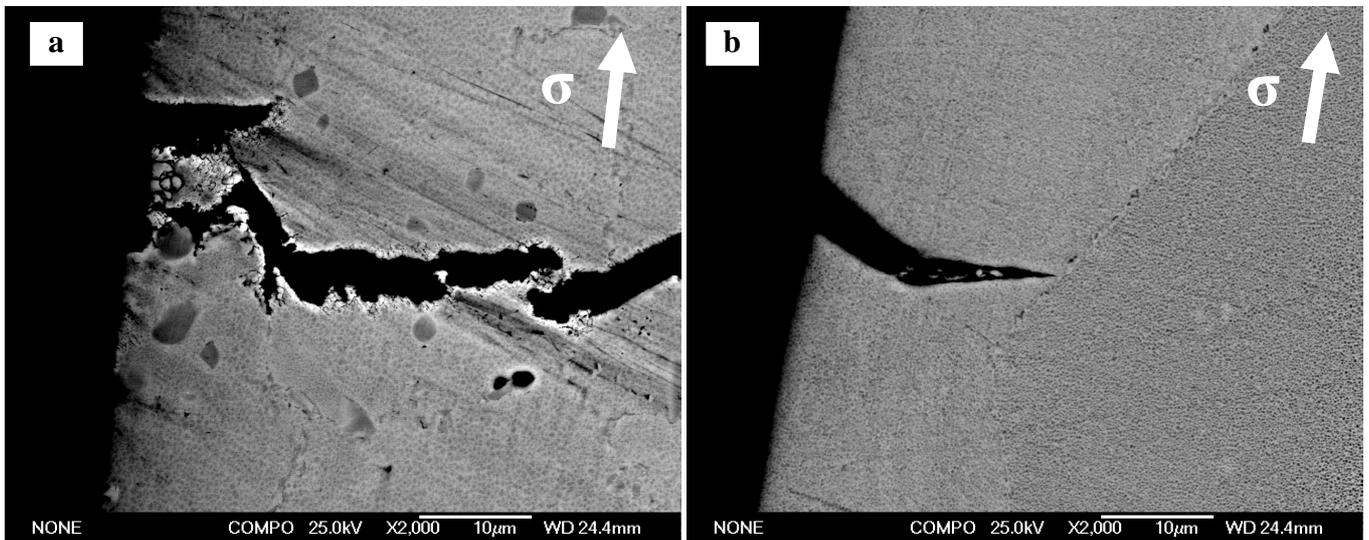


Figure B.69. : *Fissures secondaires observées sur des coupes longitudinales pour un essai de fatigue – fluage sur la structure hétérogène à 800MPa pour un temps de maintien $\Delta t=10$ secondes. Sous air (a) et sous vide (b).*

Dans le premier cas (figure B.69.a), pour des conditions de fatigue – fluage sous air, la fissure présente un aspect rugueux et très accidenté tout au long du chemin de propagation, résultant de l’oxydation des joints de grains. Cet aspect pourrait résulter de l’injection de lacunes provoquées par l’oxydation, ces défauts coalesçant sous l’action du chargement mécanique et favorisant ainsi une plus rapide propagation comme cela est proposé par Andrieu et al. [77]. En revanche sous vide (figure B.69.b), la fissure présente un aspect très lisse. Dans l’exemple proposé, après qu’elle s’est amorcée à partir d’un joint, la fissure bifurque pour se propager transgranulairement. Ces observations vont dans le sens d’une absence de fragilisation des interfaces liée à l’oxydation, ce qui est favorable à une meilleure résistance à la propagation de fissures.

B4.2.2) Influence du temps de maintien

De la même manière, les processus d’endommagement ont été analysés pour différents temps de maintien (1, 10 et 3600 secondes) en fatigue – fluage sur la structure hétérogène (figure B.70). Il s’agissait en particulier de voir si la transition des mécanismes de propagation (intergranulaire / transgranulaire) mise en évidence sous air opère également sous vide.

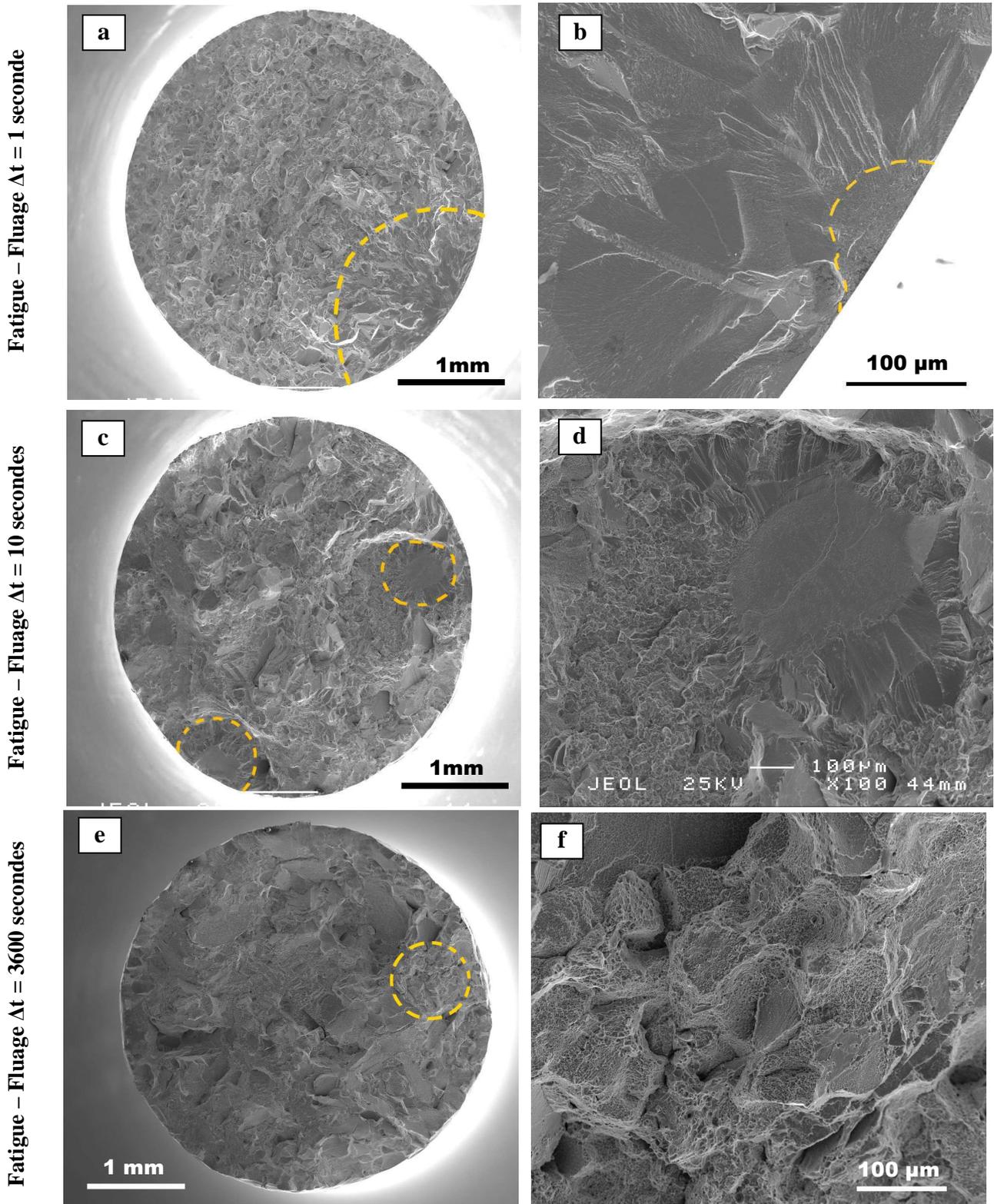


Figure B.70. : *Faciès de rupture en fatigue – fluage sous vide à 800MPa pour des temps de maintien $\Delta t = (a \text{ et } b) 1, (c \text{ et } d) 10$ et $(e \text{ et } f) 3600$ secondes. Structure hétérogène.*

Dans un premier temps, les faciès de rupture ont été observés. Les zones d'amorçage (figures B.70.b, d et f) et de propagation (figures B.70.a, c et e) des fissures principales ont été mises en

évidence (pointillés sur les figures). Pour $\Delta t = 1$ seconde, l'amorçage de la fissure principale s'effectue à partir d'un joint en surface, la propagation se réalisant par la suite de façon transgranulaire. Pour $\Delta t = 10$ secondes, l'amorçage est multiple à partir de zones de chapelets de petits grains associées à une grande facette. La propagation est mixte avec une part intergranulaire dans les zones de petits grains et principalement transgranulaire pour les gros grains (figure B.70.c). Pour le temps de maintien le plus long (3600 secondes), amorçage et propagation sont clairement intergranulaires. Le faciès au niveau de l'amorçage présente de nombreuses cupules, représentatives d'une propagation intergranulaire relativement ductile.

Les fissures secondaires sur le fût ont également été analysées (figure B.71). Celles-ci s'amorcent systématiquement à partir des joints de grains. Comme sous air, l'augmentation du temps de maintien à contrainte maximale entraîne une densité de fissures plus importante. Cependant, cette densité reste nettement plus faible sous vide que sous air, et ceci malgré une déformation cumulée à rupture plus élevée.

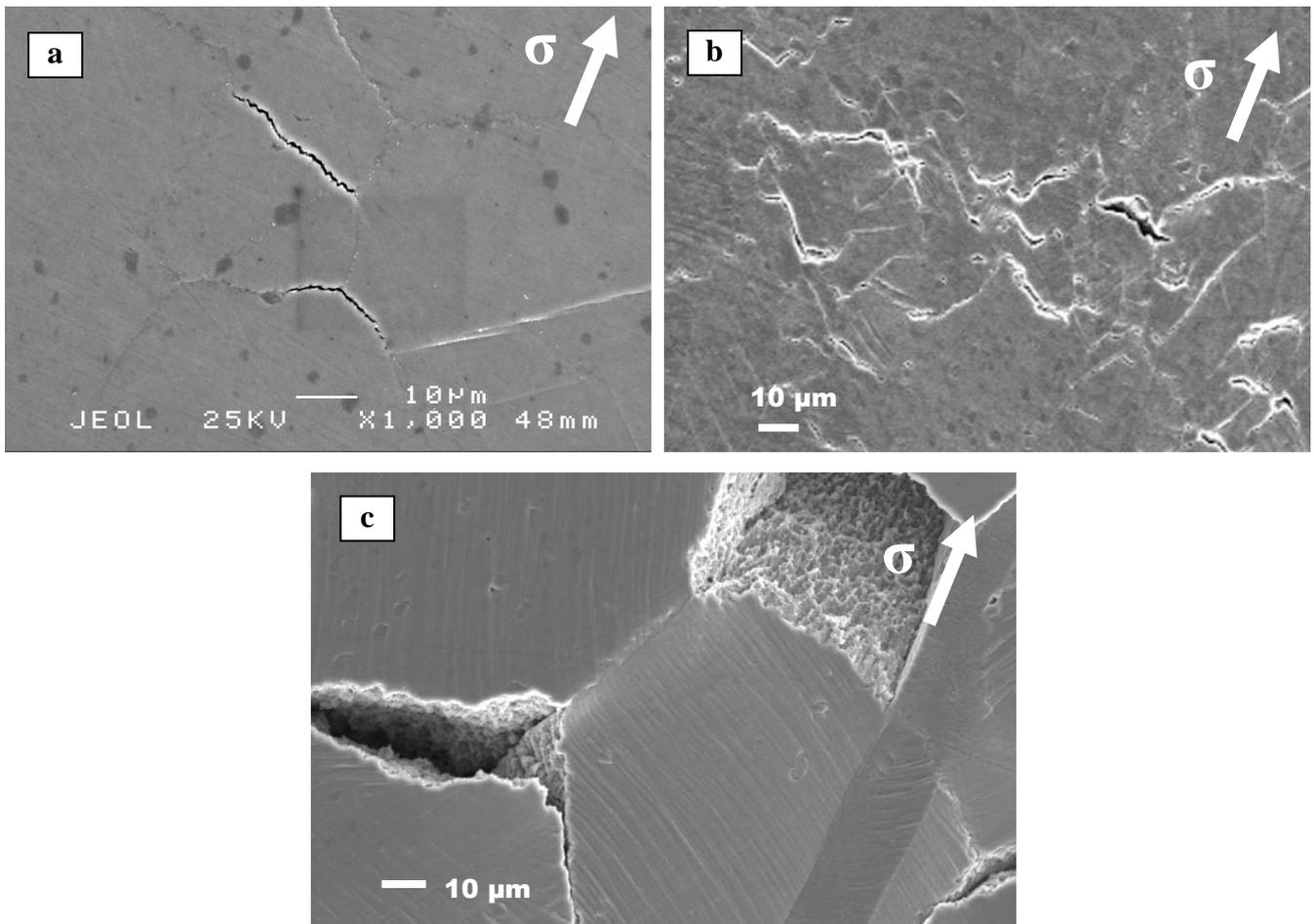


Figure B.71. : Fissures secondaires en surface de fût. Fatigue – fluage sous vide à 800MPa pour des temps de maintien $\Delta t = (a)1, (b) 10$ et $(c) 3600$ secondes. Structure hétérogène.

Nous nous sommes intéressé par la suite à l'endommagement en interne à partir de l'observation de coupes longitudinales des fûts d'éprouvettes. Pour le temps de maintien le plus court (1 seconde), aucun endommagement interne n'a pu être détecté. Pour un temps de maintien de 10 secondes, quelques fissures s'amorcent ponctuellement à proximité de la fissure principale (figure B.72.a). Dans ces deux cas, les processus d'endommagement sont essentiellement régis par des processus de type fatigue. Pour les temps de maintien les plus longs (> 30 secondes), il y a apparition de nombreuses cavités et fissures aux joints de grains (figure B.72.d) et interfaces γ / γ' (figure B.72.c) dans tout le volume de l'éprouvette, caractéristiques de processus d'endommagement de type fluage (figure B.72.b).

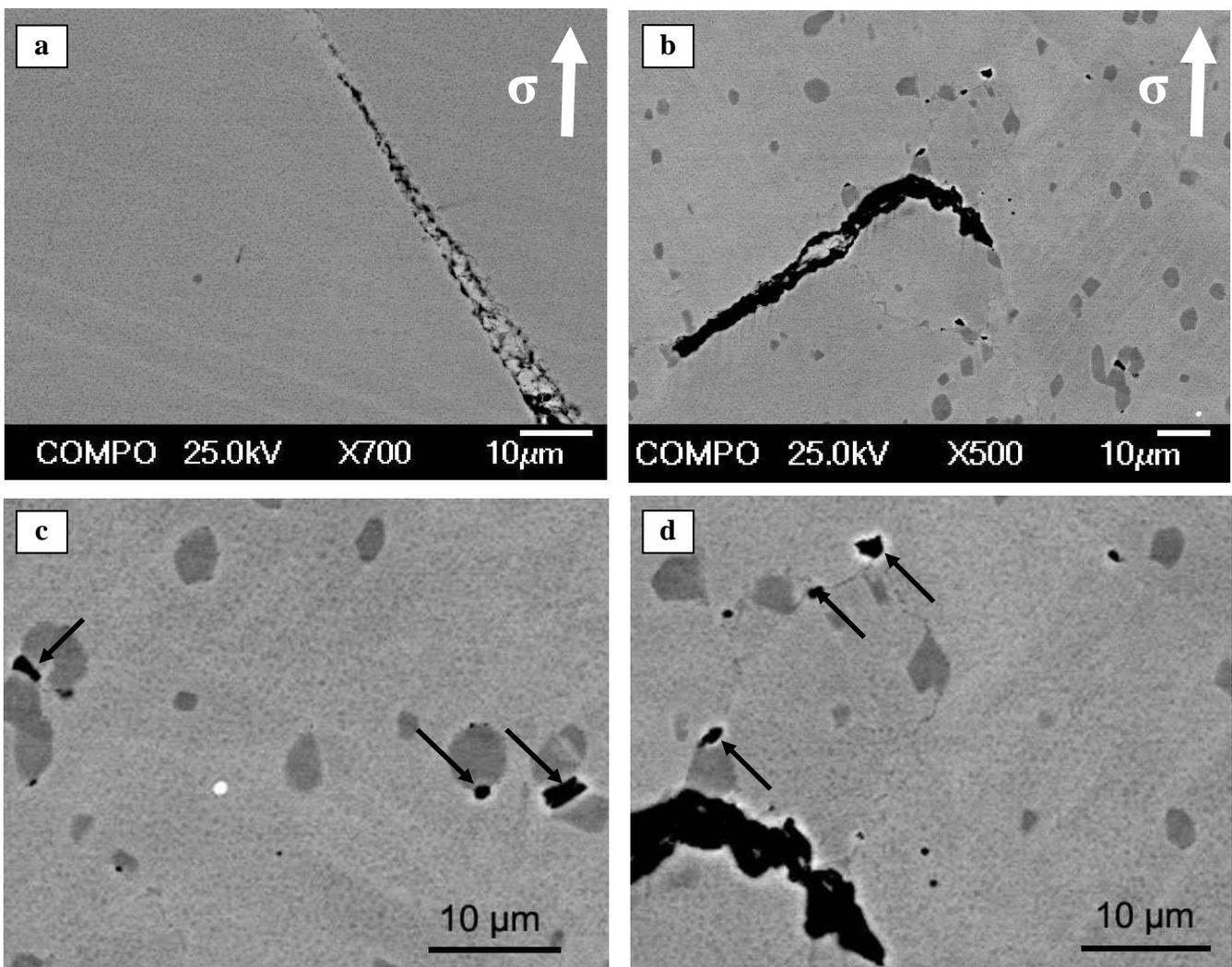


Figure B.72. : *Endommagement à cœur sur coupes longitudinales des éprouvettes. Essai de fatigue-fluage, $\Delta t=10s$ (a) et 3600 secondes (b) à 800MPa, 700°C. Structure hétérogène. Mise en évidence des microcavités aux interfaces γ / γ' (c) et aux joints de grains (d).*

B4.2.3) Discussion – Synthèse

Les processus d'endommagement sous vide décrits précédemment présentent de nombreuses similitudes avec ceux étudiés sous air. L'amorçage des fissures s'effectue systématiquement à partir de joints de grains et les mécanismes de propagation de la fissure principale évoluent avec le temps de maintien : propagation transgranulaire pour les faibles temps de maintien, intergranulaire pour les longs temps de maintien.

Toutefois, même si on amorce toujours à partir des joints de grains sous vide, l'absence d'oxydation fait que les joints qui s'endommagent peuvent être en surface comme à cœur, contrairement aux essais sous air où l'amorçage intervient préférentiellement à partir de la surface. De plus, pour des essais équivalents, la densité de fissures en surface d'éprouvette est plus faible sous vide que sous air alors que l'allongement atteint est plus élevé. Ces observations témoignent de l'effet « accélérateur d'endommagement » de l'oxydation

Les deux états microstructuraux ont été comparés. Il a été montré que l'endommagement intergranulaire était fortement accéléré par l'environnement pour l'hétérogène. Le moindre effet de l'oxydation sur l'homogène par rapport à l'hétérogène pourrait avoir simplement comme origine une moindre densité surfacique de joints de grains.

Par ailleurs, nous nous sommes intéressés à l'influence du temps de maintien Δt sur l'action de ces effets de l'environnement. Rappelons que les courbes relatives à l'allongement en fonction de l'environnement air / vide et du temps de maintien avaient permis de dégager trois tendances (§B4.1). Au final, l'analyse des processus d'endommagement qui vient d'être faite renforce ces tendances :

- Pour les faibles temps de maintien ($\Delta t < 3s$), le comportement et les processus d'endommagement sont similaires sous vide et sous air, témoignant d'un faible effet de l'oxydation. Le temps de maintien permet l'apparition de quelques fissures aux joints de grains qui vont pouvoir se propager par fatigue. Le très faible endommagement cumulé à rupture en surface et à cœur est essentiellement localisé près de la fissure principale. La propagation de la fissure étant très rapide, l'effet de l'oxydation est donc peu « visible » macroscopiquement pendant cette phase. Cet effet provoque donc essentiellement un retard sur l'amorçage. Le temps de maintien n'est pas assez long pour que l'oxygène diffuse de manière significative dans les joints au cours d'un cycle. La fissuration se fait alors par des processus de fatigue relativement peu assistés par l'oxydation.
- Pour des temps de palier intermédiaires ($10s \leq \Delta t \leq 30s$), l'oxydation induit des réductions importantes de la durée de vie. Les temps de maintien sont suffisamment longs pour permettre une diffusion significative d'éléments oxydants dans les joints. Ces derniers sont

fragilisés et deviennent des points favorables à l'amorçage et à la propagation de fissures. Par ailleurs, il a été montré précédemment dans la partie B (§ B3.3) que pour cette gamme de temps de maintien, les couplages fatigue-fluage avaient des répercussions particulièrement néfastes sur la durée de vie. Les interactions fatigue – fluage – oxydation atteignent donc ici un maximum.

- Pour les longs temps de maintien ($\Delta t \geq 50s$), l'effet de l'environnement est relativement faible. Que l'on soit sous air ou sous vide, l'endommagement de type fluage se généralise dans tout le volume de l'éprouvette, avec création de cavités et fissures aux interfaces (joints de grains, γ / γ'), et domine l'ensemble des processus. Certes, sous air, la création et les premiers stades de propagation des fissures sont exacerbés par l'interaction avec le milieu oxydant. Cependant, l'endommagement dû au fluage est tellement important dans son ensemble, y compris dans des zones où l'oxydation n'intervient pas, que les effets de l'oxydation ne sont plus que du second ordre dans ce cas.

Lors de cette étude, nous avons pu mettre en évidence que les fissures apparaissaient essentiellement à partir des joints de grains. Toutefois, de grandes facettes ont été observées dans la zone d'amorçage de la fissure principale (figure B.73). Cela a été principalement noté pour la structure hétérogène dans le cas de sollicitations de type fatigue-fluage à long temps de maintien ($\Delta t \geq 30s$) et de type fluage, sous air et sous vide. Dans ces conditions, les facettes sont multiples, souvent associées à des zones de décohésion intergranulaire correspondant aux chapelets de petits grains et ne concernent pas que la fissure fatale.

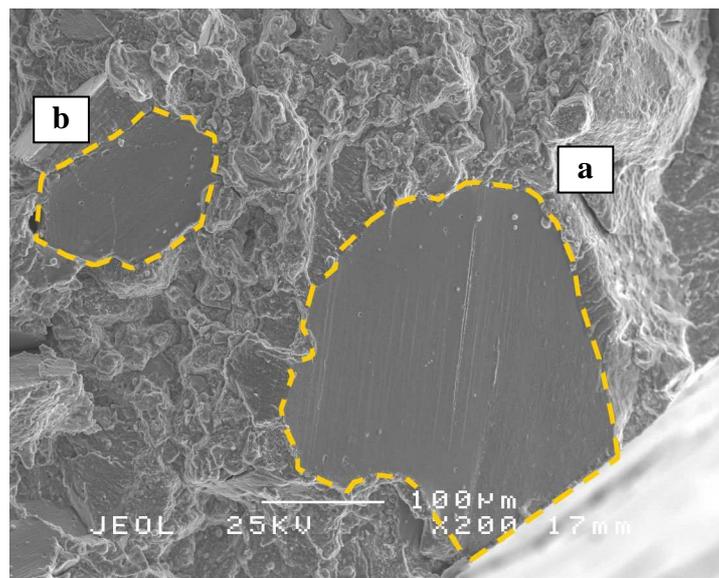


Figure B.73. : Exemple d'amorçage de la fissure principale sur une grande facette lisse en surface d'éprouvette (a) et de facette apparaissant sur le faciès (b). Structure hétérogène, fatigue-fluage $\Delta t = 50s$, 800MPa, 700°C.

La surface de ces facettes se différenciant de la morphologie usuelle des points d'amorçage des fissures, nous nous sommes intéressés à leur nature. Ces facettes sont observées à la surface comme à cœur sur les faciès de rupture. Ceci nous a conduit à réaliser des coupes longitudinales pour analyser la nature des sites où elles apparaissent, en particulier par EBSD. La figure B.74.a présente une de ces facettes en interne ainsi que la cartographie EBSD associée (b). Toutes les facettes observées sur les coupes ont une allure semblable à celle-ci.

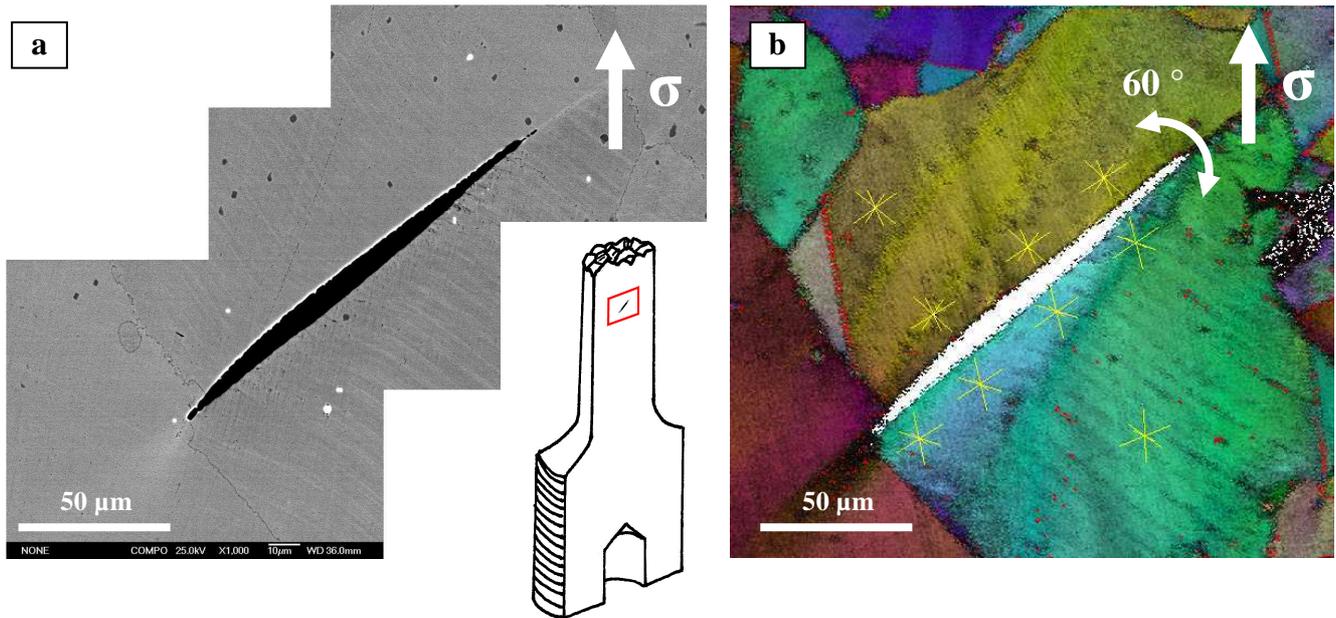


Figure B.74. : Image réalisée au FEG de l'endommagement à partir d'une grande facette lisse à cœur d'éprouvette (a). Cartographie EBSD de cette facette (b). Structure hétérogène, fatigue-fluage $\Delta t = 50s$, 800MPa, 700°C.

La morphologie et les dimensions de ces amorces de fissures nous orientent directement vers la notion de macle. Des cartographies EBSD ont été réalisées confirmant ce point. La trace des plans correspondant aux macles dans cette structure a été reportée sur la cartographie EBSD (figure B.74.b). L'orientation géométrique de la fissure analysée concorde avec celle d'un de ces plans ; le léger décalage étant dû à la distorsion du réseau cristallin au voisinage de la fissure. L'analyse d'autres fissures du même type a mené à la même conclusion

L'amorçage en interne de fissures à partir des joints de macles a été analysé sur les deux états microstructuraux à partir de coupes longitudinales de fûts d'éprouvettes pour chaque type de sollicitation. Clairement, ce mode d'endommagement n'apparaît qu'au sein des gros grains de la structure hétérogène pour des essais de type fluage et fatigue-fluage à longs temps de maintien ($\Delta t \geq 30s$), que l'on soit sous air ou sous vide. La seule exception concerne l'essai de fatigue-fluage

sur l'hétérogène avec un temps de maintien de 10s. L'essai réalisé sous air ne présente pas de fissure sur des macles alors que son équivalent sous vide en présente. L'environnement n'intervient pas car il est question ici de fissures en interne. La seule différence réside dans la plus grande déformation à rupture atteinte pour l'essai sous vide (figure B.63 paragraphe § B4.1).

L'ensemble de ces indications nous conduit à proposer un seuil de déformation plastique cumulée qu'il faut atteindre pour déclencher ce processus d'endommagement à partir des macles. En se référant aux courbes des essais réalisés sur l'hétérogène, on peut établir ce seuil aux environs de 4% de déformation plastique cumulée. En effet, l'éprouvette testée sous air à 800 MPa rompue pour $\epsilon_p = 3,8\%$ ne présente pas ces facettes, celle testée sous vide à 750 MPa rompue pour $\epsilon_p = 4,2\%$ en présente quelques unes (figure B.63.a paragraphe §B4.1). L'existence de ce seuil explique pourquoi ce type d'endommagement n'est jamais observé sur la structure homogène qui n'atteint jamais ce niveau de déformation quelles que soient les conditions d'essai.

Par ailleurs, les fissures que nous avons observées sur les macles présentent toutes une orientation particulière (figure B.75) par rapport à l'axe de sollicitation ($\approx 45-50^\circ$). Ces configurations favorisent un facteur de Schmid élevé et donc un niveau de contrainte de cisaillement élevé dans le plan du joint de macle.

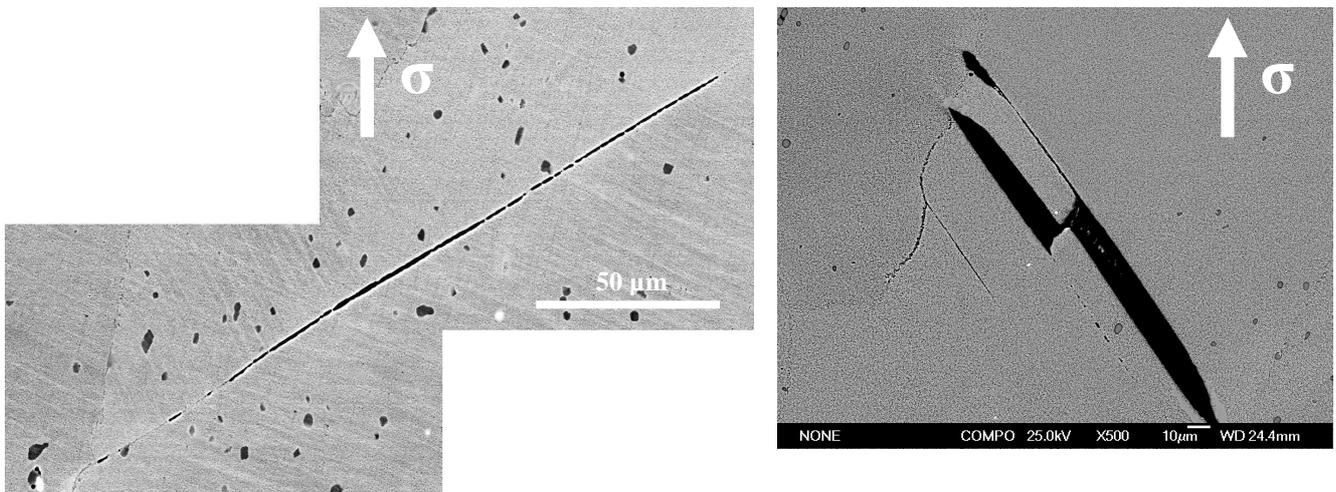


Figure B.75. : *Fissures amorcées sur des joints de macles.*

Les conditions d'apparition de ce type d'endommagement conjuguent donc un niveau de déformation cumulée nécessaire de l'ordre de 4% et une configuration géométrique favorisant une forte contrainte de cisaillement (facteur de Schmid $\sim 0,5$).

Références Bibliographiques

- [1] **F.E. Sczerzenie, S.O. Mancuso, P.W. Keefe, G.E. Maurer, W. Boesch** "*Udimet alloy 720*", "Special Metal Corporation" Report, TR-88-002 (1988).
- [2] **P. Beardmore**, "*On the temperature dependence of the flow stress of nickel-base alloys*", Trans AIME, 245 (1969).
- [3] **R.C. Reed**, "*The Superalloys - Fundamentals and Applications*", Cambridge University Press, New York, (2006).
- [4] **F. Diologent**, "*Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel*", Thèse de Doctorat, Centre d'Orsay, Université de Paris Sud, 2002.
- [5] **W. Milligan, S. Antolovich**, "*Deformation modeling and constitutive modeling for anisotropic superalloys*", Rapport Technique NASA n°4215 (1989).
- [6] **B. Kear, H. Wilsdorf**, "*Dislocation configuration in plastically deformed polycrystalline Cu₃Au alloys*", Trans. Metall. Soc. AIME, 224 (1962).
- [7] **P. Veysseyre, G. Saada**, "*Microscopy and plasticity of the L1₂ γ' phase*", Dislocations in solids, vol. 10 (53) (1996).
- [8] **D. Bettge, W. Österle, J. Ziebs**, "*Temperature dependence of yield strength and elongation of the Ni-base superalloy IN-738LC and the corresponding microstructural evaluation*", Zeitschrift für Metallkunde, 86 (1995).
- [9] **M.P. Jackson, R.C. Reed**, "*Heat treatment of Udimet 720Li: the effect of microstructure on properties*", Mat. Sci. and Eng., A259 (1999).
- [10] **D. Locq, M. Marty, P. Caron**, "*Optimisation of the mechanical properties of a new PM superalloy for disk applications*", Superalloys 2000, TMS, Seven Springs, (2000).
- [11] **J. Mao, K. Chang, W. Yang, D.U. Furrer, K. Ray, S.P. Vaze**, "*Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy René 88 DT*", Mat. Sci. and Eng., 332 (2002).
- [12] **S. Dubiez-Le Goff**, "*Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud*", Thèse de l'Ecole des Mines de Paris, 2003.
- [13] **F.R. Larson, J. Miller**, "*A Time-Temperature relationship for rupture and creep stresses*", Trans ASME, 74 (1952).
- [14] **F.H. Norton**, "*The creep of steels at high temperatures*", McGraw-Hill, New York, (1929).
- [15] **H.J. Frost, M.F. Ashby**, "*Deformation-mechanism maps - The plasticity and creep of metals and ceramics*", Editions Pergamon Press, Oxford, GB, (1982).
- [16] **J.A. Carey, P.M. Sargent, D.R.H. Jones**, "*A deformation mechanism map for IN738LC superalloy*", Journal of Materials Science Letters, 9 (1990).

- [17] **S. Raujol**, "*Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbines*", Thèse de l'INSA, Toulouse, 2004.
- [18] **S. Terzi**, "*Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres et optimisé pour la tenue en fluage*", Thèse de Doctorat, INP Grenoble, 2006.
- [19] **E. Chateau**, "*Comportement et endommagement en fluage à haute température du superalliage forgé à base nickel Udimet 720*", Thèse de Doctorat, ENSMP, 1999.
- [20] **H-P. Lieurade, A. Galtier, P. Rabbe**, "*Essai de Fatigue*", Les techniques de l'ingénieur, M4170 (2000).
- [21] **R.E. Stoltz, A. Pineau**, "*Dislocation-precipitate interaction and cyclic stress-strain behavior of a gamma prime strengthened superalloy*", *Mat. Sci. and Eng.*, 34 (1978).
- [22] **M. Clavel, A. Pineau**, "*Fatigue behaviour of two nickel-base alloys. Experimental results on low cycle fatigue, fatigue crack propagation and substructures*", *Mat. Sci. and Eng.*, 55 (1982).
- [23] **B.A. Lerch, V. Gerold**, "*Room temperature deformation mechanisms in Nimonic80A*", *Acta Metallurgica*, 33 (1985).
- [24] **B.A. Lerch, N. Jayaraman, S.D. Antolovich**, "*A study of fatigue damage mechanisms in Waspaloy from 25 to 800°C*", *Mat. Sci. and Eng.*, 66 (1984).
- [25] **S.D. Antolovich, W. Milligan**, "*Yielding and deformation behavior of the single crystal superalloy PWA 1480*", *Metallurgical Transactions*, 18A (1987).
- [26] **S.D. Antolovich, J. Campbell**, "*Application of fracture mechanics for the selection of metallic structure materials*", Ed. Ohio, (1982).
- [27] **C. Carbou**, "*Interactions fatigue-fluage sur le comportement en fissuration à haute température des superalliages pour disques de turbine. Effets d'oxydation*", Université de Poitiers, 2000.
- [28] **N.Y. Tang, A. Plumtree**, "*Fatigue-creep-environmental interactions: a kinetic approach*", *Mat. Sci. and Eng.*, A141 (1991).
- [29] **K.M. Chang, M.F. Henry, M.G. Benz**, "*Metallurgical control of fatigue crack propagation in superalloys*", *J.O.M.*, 42 (1990).
- [30] **M.R. Winstone, K.M. Nikbin, G.A. Webster**, "*Modes of failure under creep/fatigue loading of a nickel-based superalloy*", *Journal of Materials Science*, 20 (1985).
- [31] **A. Pineau, S.D. Antolovich**, "*High temperature fatigue of nickel-base superalloys - A review with special emphasis on deformation modes and oxidation*", *Engineering Failure Analysis*, 16 (8) (2009).
- [32] **J.D. Lubahn, R.P. Felgar**, "*Plasticity and Creep of Metals*", J. Wiley, (1962).
- [33] **S.S. Manson, G.R. Halford, D.A. Spera**, "*The role of creep in high-temperature low-cycle fatigue*", A.E. Johnson Memorial Volume (1969).

- [34] **E. Krempl, B.M. Wundt**, "*Hold-time effects in high-temperature low-cycle fatigue*", ASTM, Report STP 489 (1971).
- [35] **R.V. Miner, J. Gayda, R.D. Maier**, "*Fatigue and creep-fatigue deformation of several nickel-base superalloys at 650°C*", Metallurgical Transactions A, 13 (1982).
- [36] **Y.L. Lu, L.J. Chen, G.Y. Wang, M.L. Benson**, "*Hold time effects on low cycle fatigue behaviour of HAYNES 230 superalloy at high temperature*", Mat. Sci. and Eng., 409 (2005).
- [37] **S.D. Antolovich, S. Liu, R. Baur**, "*Low cycle fatigue behavior of René 80 at elevated temperature*", Metallurgical Transactions A, 12 (1981).
- [38] **M. Marchionni, G.A. Osinkolu, G. Onofrio**, "*High temperature low cycle fatigue behaviour of Udimet 720Li superalloy*", International Journal of Fatigue, 24 (2002).
- [39] **G. Onofrio, G.A. Osinkolu, M. Marchionni**, "*Fatigue crack growth of Udimet 720 Li superalloy at elevated temperature*", International Journal of Fatigue, 23 (2001).
- [40] **G.P. Tilly**, "*Strain and rupture behaviour under high stress reversals*", Journal of Strain Analysis, 2 (1967).
- [41] **J. Zrnik, J. Semenek, V. Vrchovinsky, P. Wangyao**, "*Influence of hold period on creep-fatigue deformation behaviour of nickel base superalloy*", Mat. Sci. and Eng., 319 (2001).
- [42] **R.A.T. Dawson**, "*Factors to be considered in the design and operation of turbines to prevent failure by thermal fatigue*", International Conference on Thermal and High-Strain Fatigue, Londres, Angleterre, (1967).
- [43] **B. Flageolet**, "*Effet du vieillissement du superalliage base nickel NI8 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et en fatigue-fluage à 700°C*", Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2005.
- [44] **D. Hu, R. Wang**, "*Experimental study on creep-fatigue interaction behaviour of GH4133B superalloy*", Mat. Sci. and Eng., 515 (2009).
- [45] **D. Raynor, J.M. Silcock**, "*Strengthening mechanisms in gamma prime precipitating alloys*", Metallurgical Science, 4 (1970).
- [46] **L. Brown, R. Ham**, "*Strengthening methods in crystals*", E.K.B. (Eds.), (1971).
- [47] **W. Hüther, B. Reppich**, "*Interactions of dislocations coherent, stress-free ordered particles*", Zeitschrift für Metallkunde, 69 (1978).
- [48] **B.H. Kear, J.M. Oblak, A.F. Giamei**, "*Stacking faults in gamma prime Ni₃(Al,Ti) precipitation hardened nickel-base alloys*", Metallurgical Transactions, 1 (1970).
- [49] **B.H. Kear, B.J. Piarcey**, "*Tensile and creep properties of single crystals of the nickel-base superalloy MAR-M200*", Trans AIME, 239 (1967).
- [50] **G.R. Leverant, B.H. Kear, J.M. Oblak**, "*Creep of precipitation-hardened nickel-base alloy single crystals at high temperature*", Metallurgical Transactions, 4 (1973).

- [51] **G.R. Leverant, B.H. Kear**, "The mechanism of creep in gamma prime precipitation-hardened nickel-base alloys at intermediate temperatures", Metallurgical Transactions, 1 (1970).
- [52] **M. Condat, B. Décamps**, "Shearing of γ' precipitates by single $a/2\langle 110 \rangle$ matrix dislocations in a γ/γ' ni-based superalloy", Scripta Metallurgica, 21 (1987).
- [53] **B. Décamps, A.J. Morton, M. Condat**, "On the mechanism of shear of γ' precipitates by a single $a/2\langle 110 \rangle$ dissociated matrix dislocations in Ni-based superalloys", Phil. Mag, 64 (1991).
- [54] **B. Décamps, J.M. Pénisson, M. Condat, L. Guétaz, A.J. Morton**, "High resolution imaging of shearing configurations of gamma prime precipitates in Ni-based superalloys", Scripta Metallurgica, 30 (1994).
- [55] **B. Décamps, S. Raujol, A. Coujou, F. Pettinari-Sturmel, N. Clément, D. Locq, P. Caron**, "On the shearing mechanism of gamma prime precipitates by a single $a/6\langle 112 \rangle$ Shockley partial in Ni-based superalloys", Phil. Mag, 84 (2004).
- [56] **B. Reppich**, "Particle strengthening", Materials Science and Technology, Volume 6 : Plastic Deformation and Fracture, Weinham, Germany, (1993).
- [57] **D. Locq, P. Caron, S. Raujol, F. Pettinari-Sturmel, A. Coujou, N. Clément**, "On the role of tertiary γ' precipitates in the creep behaviour at 700°C of a PM disk superalloy", Superalloys 2004, TMS, Seven Springs, (2004).
- [58] **G.B. Viswanathan, P.M. Sarosi, M.F. Henry, D.D. Whitis, W.W. Milligan, M.J. Mills**, "Investigation of creep deformation mechanisms at intermediate temperatures in Rene 88DT", Acta Materialia, 53 (2005).
- [59] **A. Soula**, "Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à haute température des superalliages à base de nickel polycristallins", INPG, 2008.
- [60] **R.L. Bell, C. Graeme-Barber, T.G. Langdon**, "The contribution of grain boundary sliding to the overall strain of a polycrystal", Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 239 (1967).
- [61] **V. Slenicka, I. Saxl, J. Popule, J. Cadek**, "Strain components in high temperature creep of Cu-30%Zn alloy", Mat. Sci. and Eng., 18 (1975).
- [62] **T.G. Langdon**, "The effect of surface configuration on grain boundary sliding", Metallurgical Transactions, 3 (1972).
- [63] **H. Brunner, N.J. Grant**, "Deformation resulting from grain boundary sliding", Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 215 (1959).
- [64] **J. Cadek**, "Creep in metallic materials", Editions Academia, Prague, (1988).
- [65] **F. Garofalo**, "Fundamentals of creep and creep rupture in metals", Dunod Paris, (1970).

- [66] **D. François, A. Pineau, A. Zaoui**, "*Comportement mécanique des matériaux. visco-plasticité. Endommagement. Mécanique de la rupture. Mécanique du contact.*", Hermès Paris, (1993).
- [67] **J. Gittus**, "*Cavities and cracks in creep and fatigue*", Applied Sciences Publishers, Londres, (1981).
- [68] **F. Saint-Antonin**, "*Essais de fluage*", Les techniques de l'ingénieur, M140 (1995).
- [69] **B. Huneau, J. Mendez**, "*Fatigue behaviour of a high strength steel in vacuum, in air and in 3.5% NaCl solution under cathodic protection*", Mat. Sci. and Eng., 345 (2003).
- [70] **J.P. Pedron, A. Pineau**, "*Effect of microstructure and environment on crack growth behaviour in Inconel 718 alloy at 650°C under fatigue, creep, and combined loading*", Mat. Sci. and Eng., 56 (1982).
- [71] **A. Pineau**, "*Elevated-temperature creep-fatigue cracking in relation to oxydation effects*", International Conference on Environment-Induced Cracking of Metals, (1988).
- [72] **N.J. Hide, M.B. Henderson, P.A.S. Reed**, "*Effect of grain and precipitate size variation on creep-fatigue behaviour of Udimet 720Li in both air and vacuum*", in: TMS (Ed.), Superalloys 2000, Seven Springs, (2000).
- [73] **Astm**, "*Specialty handbook, Heat Resistant Materials*", Davis and associates (Eds), ASTM International, (1997).
- [74] **X. Feaugas, E. Conforto**, "*Influence de l'hydrogène sur les mécanismes de déformation et d'endommagement des alliages de titane et de zirconium*", Plastox 2007, EDP Sciences, Argelès-sur-Mer, (2007).
- [75] **M. Gerland, C. Vernault, J. Mendez**, "*Interaction of oxide layers with dislocations for an austenitic stainless steel*", Mat. Sci. and Eng., 311 (2001).
- [76] **P. Veysseyre, J. Rabier**, "*Dislocations dans les oxydes métalliques*", Journal de Physique, Colloque C2, Tome 39 (1978).
- [77] **A.F. Gourgues, E. Andrieu**, "*High-temperature, oxidation-assisted intergranular cracking resistance of a solid-solution-strengthened nickel base alloy*", Mat. Sci. and Eng., 351 (2003).

Partie C :

Répercussion d'un surveillancement sur les propriétés en fatigue – fluage

En service, les disques de turbines sont soumis à de fortes sollicitations à haute température pendant de longues durées. Or, dans les superalliages, la microstructure de précipitation peut évoluer sous l'effet combiné de la température et de la contrainte. Ce phénomène de vieillissement pourrait alors se répercuter sur les propriétés mécaniques du matériau et notamment modifier son comportement et sa durée de vie en fatigue-fluage.

Dans cette partie, on s'attachera donc à caractériser la microstructure et ses évolutions (taille de précipités, largeur des couloirs de matrice,...) pour différentes conditions de surveillancement (Chapitre C1). Dans un second temps, il s'agira d'étudier leurs répercussions sur les mécanismes régissant le comportement et la durée de vie du matériau pour les mêmes conditions de sollicitation que celles appliquées auparavant pour l'état « standard » (Chapitre C2).

Partie C : Répercussion d’un survieillissement sur les propriétés en fatigue – fluage	145
Chapitre C1 : Caractérisation microstructurale des états survieillis	147
C1.1) Evolution de la taille des précipités γ'	149
C1.2) Evolution de la largeur des couloirs inter-précipités.....	163
Chapitre C2 : Répercussion du survieillissement sur les propriétés mécaniques	165
C2.1) Essais mécaniques	167
C2.2) Mécanismes de déformation à l’échelle des dislocations.....	171
C2.3) Processus d’endommagement	172
C2.4) Discussion – Synthèse	176

Chapitre C1 : Caractérisation microstructurale des états survieillis

Dans ce chapitre, les techniques d'analyse d'images, présentées dans la partie A, ont été mises en œuvre pour suivre l'évolution de la précipitation γ' au cours de différents maintiens en température à 785°C. Cette condition a notamment été choisie pour faciliter la comparaison des évolutions microstructurales avec celles établies sur d'autres superalliages comme le N18 [1]. Les résultats obtenus seront donc confrontés avec les données bibliographiques afin de décrire au mieux les mécanismes entrant en jeu lors d'un survieillisement.

Nous rappelons que le terme « survieillisement » est employé afin de ne pas confondre ces traitements avec les « traitements thermiques de vieillissement » appliqués après mise en solution pour les microstructures standards (cf. Partie A §I.3).

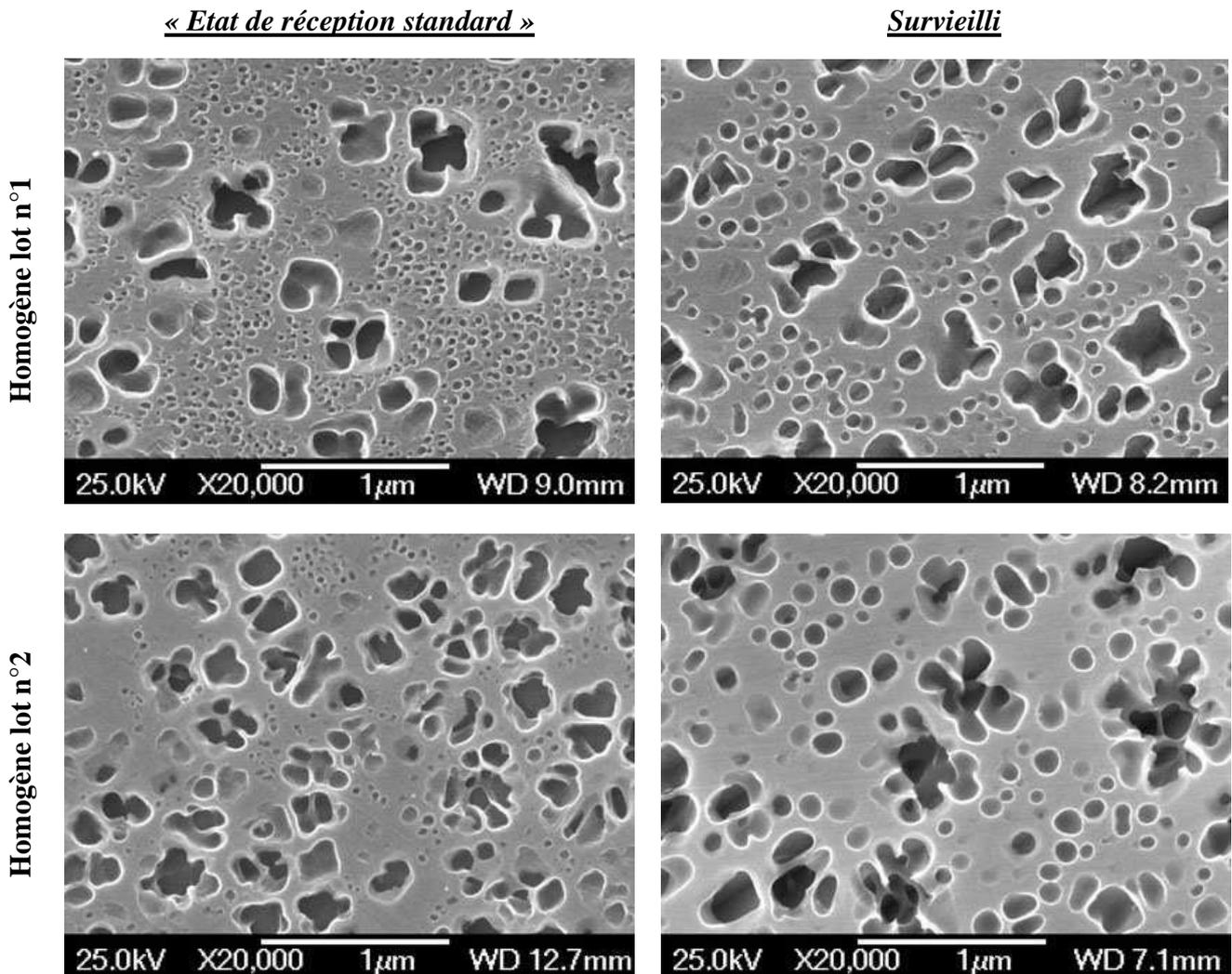
Chapitre C1 : Caractérisation microstructurale des états survieillis	147
C1.1) Evolution de la taille des précipités γ'	149
C1.1.1) Analyse expérimentale	149
C1.1.2) Vérification expérimentale de la loi LSW	153
C1.1.3) Discussion sur le ralentissement de croissance des précipités tertiaires	155
<i>C1.1.3.1) Formation de phases topologiquement compactes</i>	155
<i>C1.1.3.2) Instabilité thermodynamique de la phase γ'</i>	157
<i>C1.1.3.3) Interactions élastiques</i>	157
<i>C1.1.3.4) Evolution de la fraction surfacique</i>	160
C1.2) Evolution de la largeur des couloirs inter-précipités	163

C1.1) Evolution de la taille des précipités γ'

C1.1.1) Analyse expérimentale

Le traitement de suivi a été effectué sur chaque état microstructural par des maintiens à 785°C pour des durées de suivi s'échelonnant de 20h à 500h. Des images obtenues pour les trois cas étudiés (structure homogène lot 1 et 2, et structure hétérogène) dans l'état non suivi (ou « standard ») et suivi pendant environ 500h sont présentées sur la figure C.1.

Une première analyse qualitative de ces images montre clairement une forte évolution de l'état de précipitation γ' .



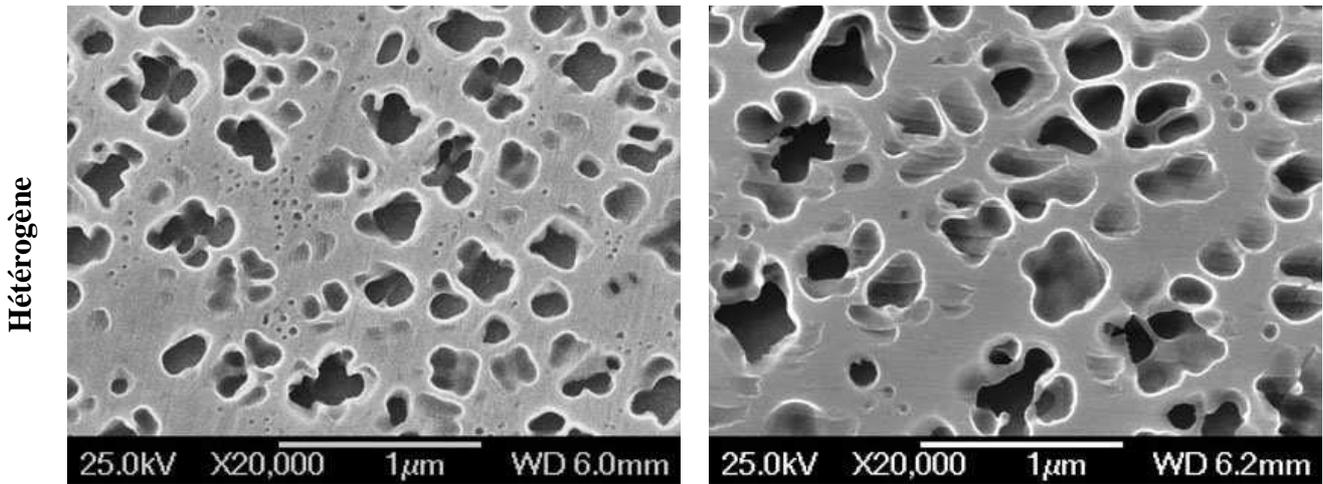
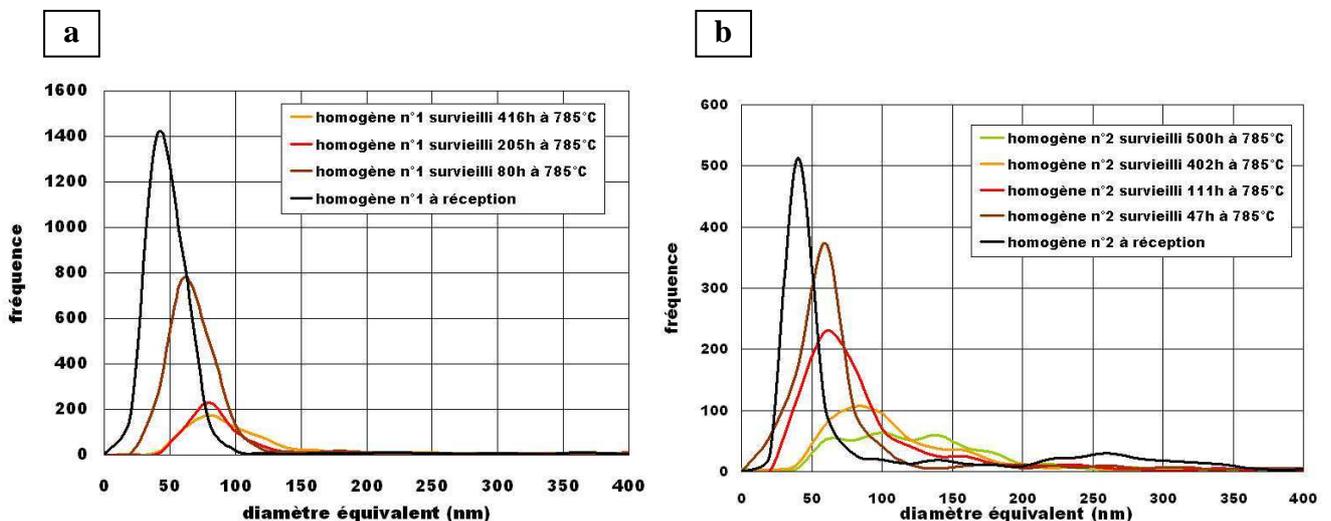


Figure C.1. : Evolution microstructurale des différentes structures de l’étude entre état à réception et état survieilli ; 785°C, 500h.

Pour les deux lots de l’état « homogène », l’évolution la plus significative concerne les précipités tertiaires dont la taille croît de façon importante et dont la quantité diminue. Ces changements microstructuraux s’accompagnent d’une très légère augmentation de la taille moyenne des γ' secondaires. Cette évolution est plus marquée sur la structure homogène lot n°2.

Pour la microstructure hétérogène, la croissance des précipités tertiaires est nettement visible pour les temps de vieillissement courts. En revanche, pour les temps longs de traitement, cette croissance ralentit et leur présence dans les couloirs de matrice devient rare. Une légère croissance des secondaires peut être notée.

Les très nombreuses images enregistrées pour chaque structure et état de vieillissement ont été analysées à l’aide des outils numériques de traitement d’images décrits partie A (§A.2.5). Les courbes de fréquence en diamètre des précipités, ont été tracées (figure C.2). L’évolution de la précipitation portant majoritairement sur les γ' tertiaires, les analyses concernent pour l’essentiel cette population de particules.



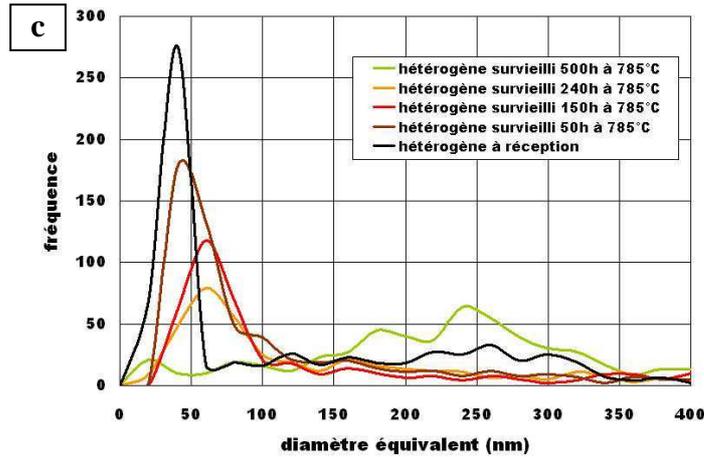


Figure C.2. : Courbes de fréquence des diamètres de précipités pour différentes durées de vieillissement. (a) Structure homogène lot n°1, (b) Structure homogène lot n°2, (c) Structure hétérogène.

Les pics observables entre 40nm et 100nm sur l'ensemble des graphes correspondent à la population γ' tertiaire. Au fur et à mesure du vieillissement, quel que soit l'état microstructural standard considéré, le pic s'affaïssit et se décale vers des diamètres de précipités plus importants.

Cette évolution est liée au phénomène de mûrissement d'Ostwald [2,3] : à la suite des multiples étapes de traitements thermo-mécaniques nécessaires à la mise en forme des pièces et à l'obtention de la microstructure métallurgique initiale ou « standard » recherchée, la phase γ' se retrouve sous diverses formes à différentes échelles. En particulier, de très nombreuses interfaces γ/γ' ont été créées. La croissance des précipités se fait par diffusion ou agrégation des éléments γ' -gènes. Elle résulte également de processus de coalescence entraînant une diffusion des éléments constituant les plus petites particules vers les plus grosses. Les petits précipités vont se dissoudre alors au profit des plus gros. Le système va progressivement atteindre un état d'énergie plus faible en diminuant le nombre de particules et, donc, le nombre d'interfaces.

Les travaux de Greenwood [4] ont montré l'existence d'un rayon de particule critique R_c en dessous duquel le précipité va se dissoudre et au-delà duquel il va croître. Il se place ici dans le cadre de particules sphériques évoluant comme si elles étaient isolées dans la matrice.

En 1961, une loi a été proposée parallèlement par Lifshitz et Slyozov [5] et Wagner [6] pour décrire la cinétique d'évolution de la précipitation. Cette loi, connue sous le nom de « modèle LSW », repose sur des hypothèses fortes mais reste néanmoins largement utilisée et vérifiée expérimentalement dans de nombreuses études [7-13]. Ces hypothèses sont listées ci-dessous :

- La fraction volumique de phase précipitante est très faible (milieu très faiblement sursaturé).
- Les deux phases sont des composés parfaits.
- Les particules sont considérées sphériques.
- La diffusion en volume dans la matrice est le phénomène limitant.

La loi LSW prédit une évolution de la croissance des précipités en $t^{1/3}$ (t = temps) ; elle est définie de la manière suivante :

$$\langle d \rangle^3 - \langle d_0 \rangle^3 = Ct = \frac{64D\sigma N_\infty}{9RT} \times t \quad (1)$$

$$\text{avec } D = D_0 \times \text{Exp}\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (2)$$

Où $\langle d \rangle$ et $\langle d_0 \rangle$ sont les diamètres moyens des précipités tertiaires pour un survieillisement de durée t et $t = 0$, respectivement. D est le coefficient de diffusion efficace de l'élément précipitant dans la matrice, σ est l'énergie d'interface entre les deux phases, N_∞ est la concentration à l'équilibre de la phase précipitant dans la matrice, R la constante des gaz parfaits, T la température, Q l'énergie d'activation de la diffusion et D_0 le coefficient standard de diffusion des éléments γ' gènes dans la matrice γ .

Cette théorie a peu à peu été modifiée pour refléter la réalité des alliages complexes notamment en prenant en compte des microstructures non idéales ou l'effet de la fraction volumique [14]. L'équation ci-dessous a été proposée par Calderon [15] dans le cadre d'une étude sur le Ni-12.8 at.%Al.

$$\langle d \rangle^3 - \langle d_0 \rangle^3 = \frac{64D\sigma V_m^{\gamma'}}{9G_m^{\gamma''} \times (C_e^{\gamma'} - C_e^{\gamma})^2} \times t \quad (3)$$

Avec $C_e^{\gamma'}$ la concentration à l'équilibre du soluté dans la phase γ' , C_e^{γ} la concentration à l'équilibre du soluté dans la matrice γ , $G_m^{\gamma''}$ la dérivée seconde de l'énergie de Gibbs de la matrice, et $V_m^{\gamma'}$ le volume molaire de la phase γ' .

Dans ses travaux sur le N18, Flageolet [1] considère que, en raison de leur petite taille, au moins dans les premiers stades, les précipités tertiaires évoluent indépendamment de la population de précipités secondaires. On retrouve cette hypothèse dans les travaux de Sequeira [16]. Les deux populations de précipités se caractérisent par des champs locaux de contrainte différents aux interfaces

précipité – matrice, ce qui expliquerait le changement de cinétique de croissance d'une population à l'autre (figure C.3).

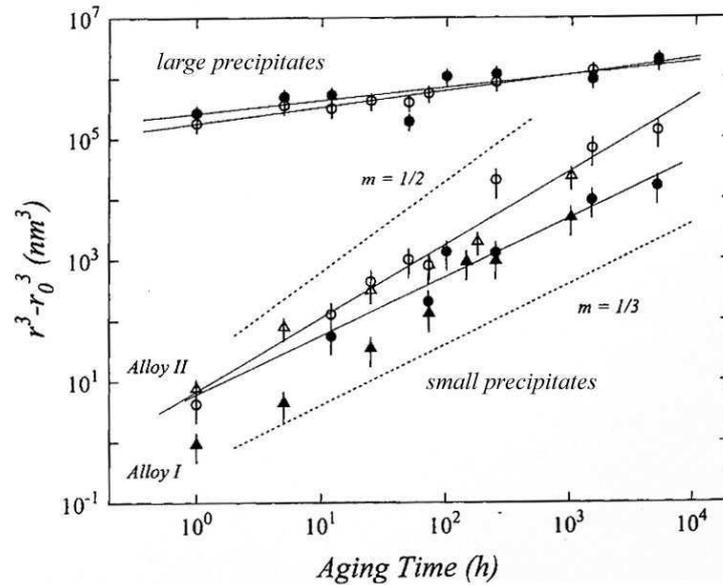


Figure C.3. : Différence de cinétique de croissance entre gros et petits précipités [16].

C1.1.2) Vérification expérimentale de la loi LSW

Dans un premier temps, on s'est intéressé à des durées de suivi relativement courtes (≤ 200 h) afin de vérifier si la cinétique de croissance des précipités vérifie bien la théorie LSW. Conformément à l'hypothèse de Sequeira, seule l'évolution de la taille des précipités tertiaires a été prise en compte.

A partir des données obtenues à l'aide du logiciel Visilog pour chaque état de suivi, on détermine le diamètre moyen $\langle d \rangle$ des précipités tertiaires. Il est possible de vérifier la concordance entre données expérimentales et la théorie LSW en représentant le logarithme de $\langle d \rangle^3 - \langle d_0 \rangle^3$ en fonction du logarithme du temps de suivi.

$$\text{Log}[\langle d \rangle^3 - \langle d_0 \rangle^3] = A + 3m \text{Log } t \quad (4)$$

Dans ce régime de croissance, la théorie LSW prévoit une valeur de $m = 1/3$.

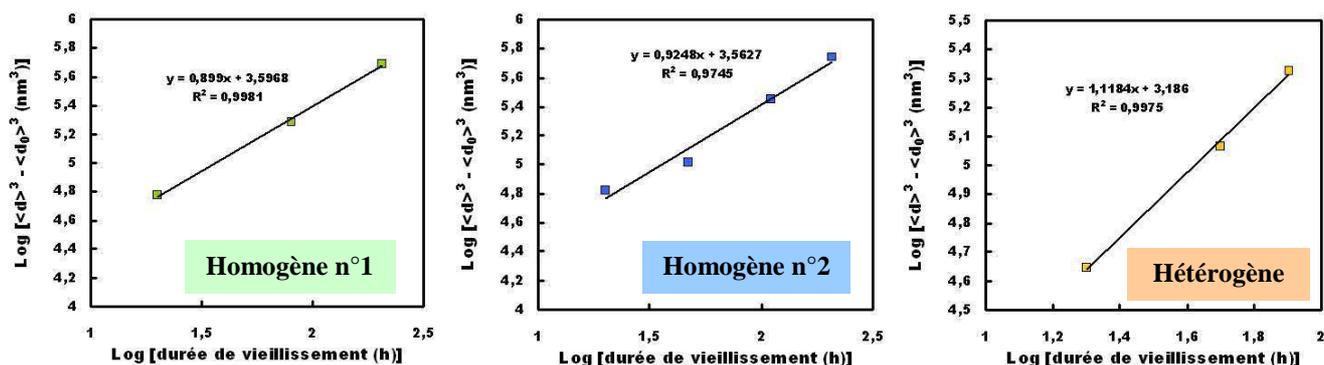


Figure C.4. : Vérification de la loi LSW dans les premiers stades de survieissement à 785°C.

La figure C.4 présente les résultats obtenus à 785°C pour les trois structures considérées. Clairement, la prise de volume des γ' tertiaires dépend linéairement du temps, au moins pour ces premiers traitements de survieissement limités à 200h. L'exposant de la loi LSW est très proche de la valeur théorique ($0,9 \leq 3m \leq 1,1$).

Le coefficient de corrélation R^2 de ces régimes linéaires est tout à fait satisfaisant. La croissance des précipités tertiaires répond donc bien à la loi LSW. Cependant, son domaine de validité est limité. En effet, pour la structure hétérogène, la cinétique de croissance dévie de la loi LSW pour des temps de survieissement supérieurs à 80h à 785°C (voir figure C.5).

Afin de voir si cet écart à la loi LSW est vérifié pour tous les états microstructuraux, l'évolution de la taille des précipités a été évaluée pour des temps de survieissement allant jusqu'à 500 heures. La figure C.5 représente $\langle d \rangle^3 - \langle d_0 \rangle^3$ en fonction du temps.

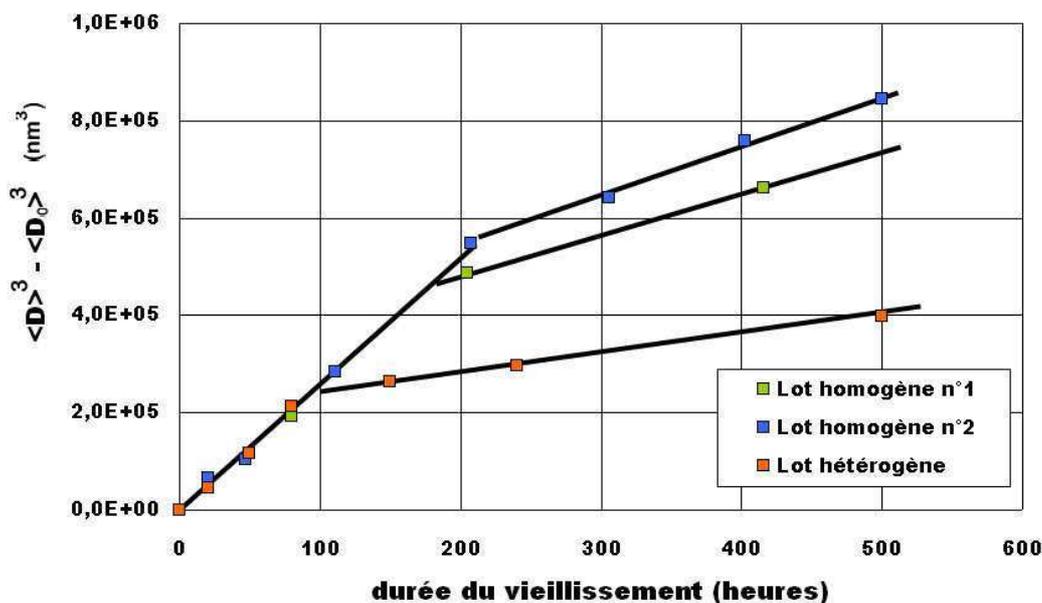


Figure C.5. : Mise en évidence de la déviation de la cinétique de croissance des précipités tertiaires par rapport à celle prévue par la loi LSW.

Les courbes de croissance des précipités présentent toutes un ralentissement significatif du suivi. Ce dernier se déclenche plus tardivement pour les deux lots homogènes. Des ralentissements de ce type ont déjà été mis en évidence par différents auteurs sur d'autres alliages (figure C.6) [12,17,18], un arrêt de la croissance étant même constaté pour le N18 [1].

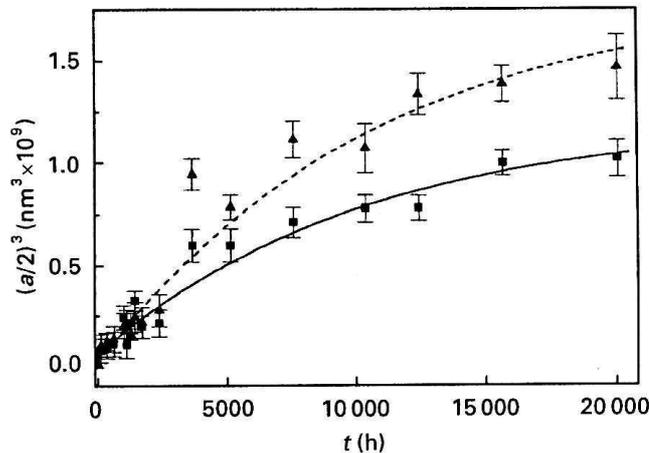


Figure C.6. : *Déviations de la cinétique de croissance des précipités par rapport à la loi LSW sur l'IN-713C, d'après Ges et al.[17].*

C1.1.3) Discussion sur le ralentissement de croissance des précipités tertiaires

Il s'agit dans ce paragraphe, de discuter de l'origine du ralentissement de la croissance des γ' tertiaires. Ce ralentissement intervient au terme d'une durée de maintien en température différente selon l'état microstructural. Dans les trois cas, la croissance se poursuit mais à un rythme plus modéré, tout au moins jusqu'à des vieillissements de 500h à 785°C.

Partant des différentes études réalisées précédemment sur cette problématique appliquée aux superalliages, plusieurs hypothèses ont été explorées.

C1.1.3.1) Formation de phases topologiquement compactes

Les phases topologiquement compactes, souvent appelées TCP, sont des phases fragilisantes pouvant précipiter dans les aciers et les superalliages lors de traitements thermiques ou d'exposition prolongée à haute température. Elles sont appelées ainsi car elles ne sont compactes que dans certaines directions. Les principales TCP rencontrées dans les superalliages sont les phases μ se formant intragranulairement et les phases σ apparaissant aux joints de grains [19]. Elles précipitent à des températures comprises entre 700°C et 1150°C suivant la composition de l'alliage et sont riches en Cr,

Co et Mo. Leur formation est souvent associée à la présence de carbures de type $M_{23}C_6$ et M_6C . Différentes études ont permis d'identifier les conditions de germination de ces phases, leur cinétique de croissance et leurs répercussions sur les propriétés mécaniques [20-25].

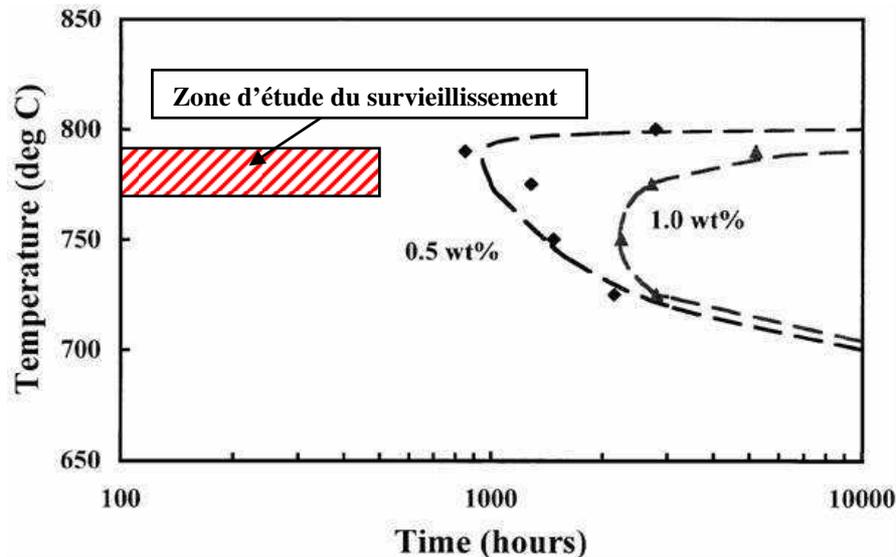


Figure C.7. : Diagramme TTT de la formation de la phase σ dans l'Udimet 720Li d'après R.C. Reed et M.P. Jackson [21]. La zone hachurée représente le cadre de la présent étude : survieillissement à 785°C jusqu'à 500h.

Dans le cadre de l'Udimet 720, un diagramme TTT de la phase σ (figure C.7) a pu être réalisé à partir des observations faites au MEB par Reed et al. [20] après divers traitements thermiques de survieillissement. La zone hachurée ajoutée au diagramme correspond aux traitements thermiques réalisés durant la thèse, soit des survieillissement jusqu'à 500h à 785°C.

On voit clairement que les durées d'exposition à haute température pour l'étude du survieillissement ne sont pas suffisamment importantes pour entraîner une germination significative de la phase σ . Expérimentalement, aucune précipitation de phases topologiquement compactes n'a pu être mise en évidence, ce qui confirme l'hypothèse énoncée précédemment. Le ralentissement de la cinétique de croissance ne peut donc pas être expliqué par la germination de telles phases. Si les conditions de survieillissement explorées avaient conduit à leur germination, elles auraient alors consommé une partie des éléments nécessaires au développement des γ' tertiaires (Cr, Mo, W...). Cette hypothèse est appuyée par les travaux de Wlodek et al. [26] qui a montré que la dissolution des γ' tertiaires pouvait favoriser la précipitation de TCP.

C1.1.3.2) Instabilité thermodynamique de la phase γ'

Cette piste a été envisagée suite aux observations faites sur le N18 par B. Flageolet [1]. En effet, dans cette étude, le changement de cinétique se caractérise par l'apparition d'un plateau pendant lequel la taille des précipités tertiaires n'évolue quasiment plus. Le ralentissement de la croissance de ces précipités est attribué à l'utilisation d'une partie des éléments γ' – gènes soit pour la croissance des précipités γ' secondaires, soit pour le retour à l'équilibre de la phase γ . Cette instabilité se traduit par des flux de matière entrant et sortant de la phase γ' conduisant à la formation et au grossissement de particules de phase γ à l'intérieur des précipités γ' . Cela a notamment été mis en évidence sur des clichés effectués par MEB-FEG dans les gros précipités γ' primaires (figure C.8).

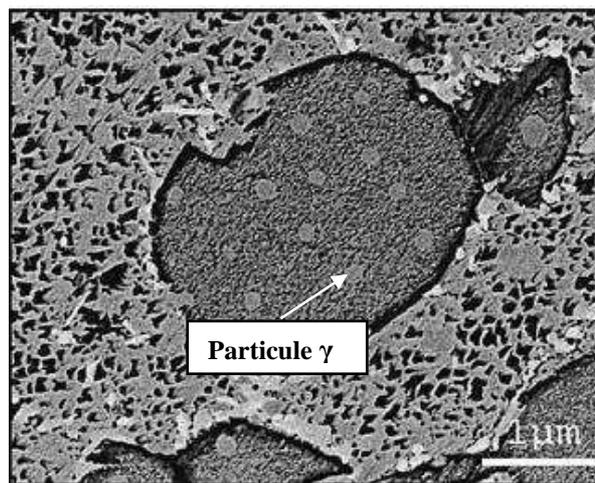


Figure C.8. : *Particules γ ayant germiné dans les précipités γ' primaires après un vieillissement pendant 300h à 785°C [27].*

L'intégration de ces flux d'éléments dans le cadre d'un modèle de cinétique de croissance des précipités a permis de reproduire qualitativement les résultats obtenus expérimentalement.

Les divers moyens de microscopie mis en oeuvre lors des observations menées sur nos différents états microstructuraux d'U720 ne nous ont jamais permis de mettre en évidence de tels phénomènes. Aucune instabilité thermodynamique de la phase γ' ne permet donc d'expliquer a priori le ralentissement de croissance des précipités tertiaires.

C1.1.3.3) Interactions élastiques

Plusieurs facteurs affectant la croissance des précipités ne sont pas pris en compte par la loi LSW. Parmi eux, l'un des plus cruciaux concerne les effets élastiques induits par le désaccord paramétrique (misfit) δ entre les phases γ et γ' .

$$\delta = \frac{2 \times (a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma'} + a_{\gamma})} \quad (5)$$

L'énergie totale du système peut être exprimée de la manière suivante :

$$E_t = E_s + E_e \quad (6)$$

Où E_t , E_s et E_e sont l'énergie totale, l'énergie de surface et l'énergie élastique du système, respectivement. Quand les précipités γ' sont cohérents avec la matrice, l'écart paramétrique entre les deux phases va provoquer un champ de contrainte élastique autour des précipités. Si les précipités sont suffisamment rapprochés, ces champs vont se chevaucher et interagir. On peut ainsi décomposer le terme d'énergie élastique en deux composantes :

$$E_e = E_m + E_{int} \quad (7)$$

Où E_m et E_{int} sont l'énergie due à l'écart paramétrique et aux interactions entre les champs élastiques autour des précipités, respectivement.

Sur un plan énergétique, pendant la croissance des précipités lors du survieillisement, le système tend à diminuer son énergie totale. Dans l'état initial, le nombre de petits précipités et donc d'interfaces est important. L'énergie de surface est alors prédominante. La force motrice de la croissance des précipités est liée à la réduction de cette énergie. Dans ces conditions, le mûrissement d'Ostwald entre en jeu en faisant croître les précipités diminuant ainsi leur nombre et le nombre d'interfaces. Alors que les précipités grossissent, l'énergie élastique ($E_e \sim d^3$) prend le pas devant l'énergie de surface ($E_s \sim d^2$) et contrôle progressivement la cinétique de croissance des particules.

Cette réduction de l'énergie totale passe par une évolution de la morphologie des précipités qui prennent des formes cuboïdales et peuvent se diviser en octocubes [28-30]. La taille de précipités à partir de laquelle interviennent ses changements morphologiques dépendrait, selon Ricks [31], de la valeur de désaccord paramétrique entre les phases γ et γ' .

Selon les matériaux, les répercussions de ces évolutions énergétiques sont différentes. Les simulations des interactions des champs élastiques entre précipités, réalisées par Enomoto et al. [32], prévoient que la cinétique de croissance de ces précipités dépend du caractère de leurs interactions (figure C.9). Dans le cas d'interactions attractives, correspondant à un écart paramétrique $\delta < 0$, un ralentissement de la cinétique est alors obtenu. A l'inverse, pour des interactions répulsives ($\delta > 0$), la cinétique de croissance augmente pour suivre une loi en $t^{1/2}$.

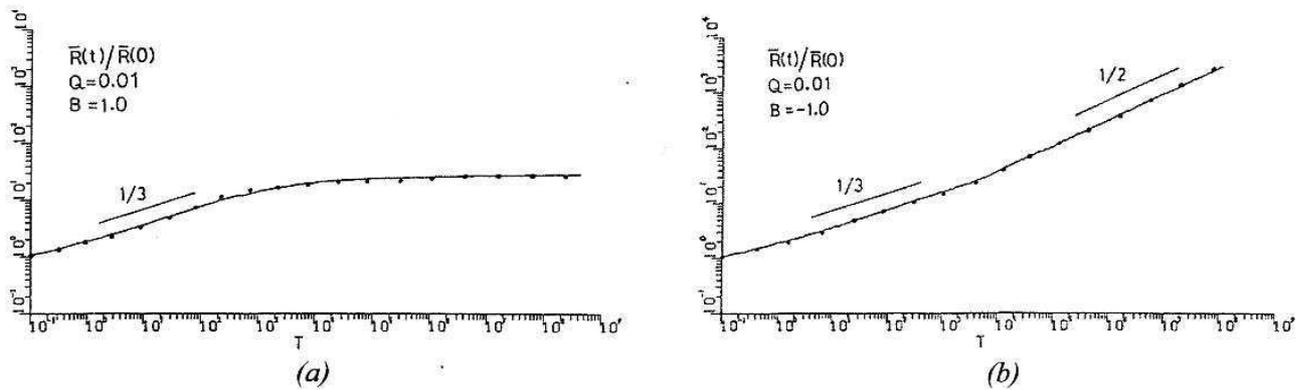


Figure C.9. : Simulation de l'évolution du rayon moyen des précipités en fonction du temps dans le cas (a) d'interactions attractives ($B > 0 \rightarrow \delta < 0$) et dans le cas (b) d'interactions répulsives ($B < 0 \rightarrow \delta > 0$) [32].

Dans l'alliage Udimet 720, le désaccord paramétrique est positif, sa valeur est incluse dans l'intervalle $0 \leq \delta < 0,02\%$ [33]. D'après les simulations d'Enomoto, on pourrait s'attendre à ce que la croissance des précipités se poursuive lors du survieillisement, or c'est un ralentissement de croissance qui est observé. Les travaux de Maebashi [34] et de Miyazaki [35], sur des matériaux dont le désaccord paramétrique δ est également positif, font cependant état de cinétiques de croissance qui ne sont pas en accord avec les simulations d'Enomoto. Il est toutefois important de noter que pour l'Udimet 720 et les alliages étudiés par Maebashi et Miyazaki, le désaccord paramétrique δ est relativement faible ($\delta < 0,02\%$). La validité du modèle proposé par Enomoto est donc mise en défaut pour les faibles valeurs de δ .

Par ailleurs, les travaux concernant le rôle des interactions élastiques dans le processus de vieillissement montrent que celles-ci ne se manifestent qu'après plusieurs milliers d'heures et à des températures relativement plus élevées que celle que nous avons choisie. Enfin, aucun changement morphologique des γ' tertiaires n'a été mis en évidence, même pour les temps de survieillisement les plus longs. Les précipités tertiaires qui ont été observés gardent toujours une forme relativement sphérique.

Tous ces points tendent à montrer que les interactions élastiques ne peuvent être suffisantes dans les conditions de survieillisement étudiées pour être à l'origine du ralentissement de la croissance des précipités tertiaires.

C1.1.3.4) Evolution de la fraction surfacique

Les divers facteurs précédemment évoqués ne permettent pas d'expliquer l'origine du ralentissement constaté de la croissance des précipités γ' tertiaires. Nous avons alors complété les analyses de l'état de précipitation en prenant en compte l'évolution de leur fraction surfacique au cours des différents survieillisements (figure C.10). A partir des mêmes séries d'images que celles exploitées pour établir les courbes de croissance des précipités (figure C.5) la fraction surfacique des γ' tertiaires a été déterminée par traitement sous Visilog.

Pour les deux états microstructuraux étudiés, on observe tout d'abord une augmentation de la fraction surfacique de précipités tertiaires, puis une décroissance progressive de celle-ci (figure C.10). La transition se produit aux alentours de 200 heures de survieillisement pour la structure homogène et de 80 heures pour la structure hétérogène. A ce stade, il semble naturel de faire le lien avec la courbe d'évolution en taille des γ' tertiaires (figure C.5) qui présente le ralentissement de leur croissance pour ces mêmes temps de survieillisement : 200h et 80h.

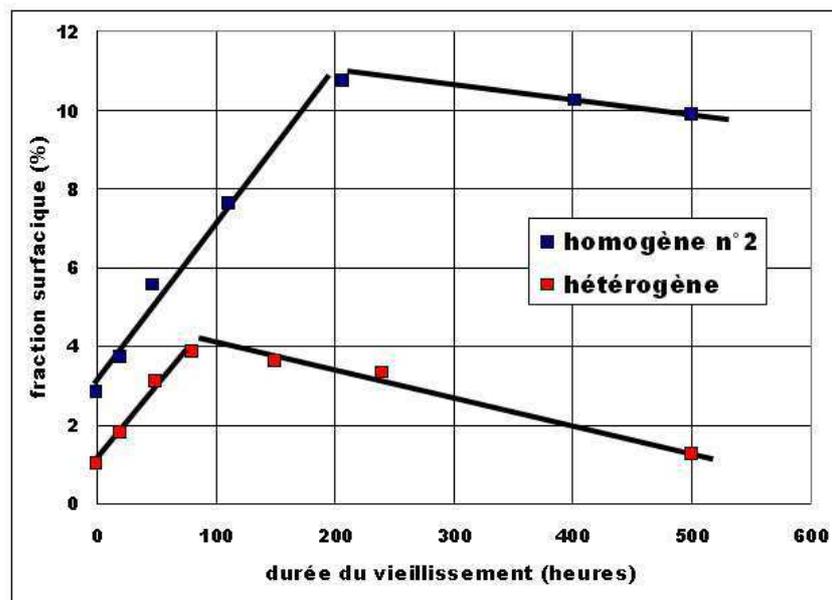


Figure C.10. : Evolution de la fraction surfacique de précipités tertiaires en fonction de la durée de survieillisement pour la structure homogène lot n°2 et la structure hétérogène.

Or selon la loi énoncée par Lifshitz et Slyozov [5] et Wagner [6], l'augmentation du diamètre des précipités γ' s'accompagne d'une diminution de leur fraction surfacique. Partant de ce constat, la croissance effective des précipités pour chaque structure est incompatible avec une loi LSW tout au

moins jusqu'au stade où la fraction surfacique se met à diminuer. La question est alors de savoir pour quelle(s) raison(s) la fraction de γ' tertiaires augmente dans les premiers stades de surveillance.

La première piste explorée a été de vérifier si notre procédure d'analyse d'images ne passait pas à côté d'une partie de la précipitation fine tertiaire. En effet, pour le grandissement qui a été utilisé tout au long de l'étude des effets de surveillance (x20000), la résolution spatiale nous permettait difficilement de détecter au traitement d'image, des particules dont la taille était inférieure à 20nm. Cependant, des images faites à plus fort grossissement (x100000) n'ont pas permis de mettre en évidence l'existence d'une telle population de précipités très fins. Par ailleurs, une étude menée sur l'Udimet 720 concernant l'influence du traitement thermique sur sa microstructure et ses propriétés en traction [36] a montré que, pour un traitement thermique similaire à celui subi par nos lots matières avant réception, la taille minimale des précipités tertiaires se situait vers 30nm. Or cette étude s'est appuyée sur une large campagne d'observations réalisées au MEB-FEG à fort grandissement puisqu'il s'agissait en particulier d'identifier les conditions de traitements thermiques susceptibles de faire apparaître une précipitation ultrafine γ' . Tous les efforts spécifiques pour optimiser les réglages côté MEB-FEG et côté attaque chimique des surfaces n'ont pas permis de faire apparaître une telle précipitation. De plus, des analyses complémentaires à partir d'images réalisées en microscopie électronique en transmission sont venues confirmer cette absence de précipités de taille inférieure à 20nm. Les procédures d'acquisition d'images et de leur traitement ne peuvent expliquer l'augmentation de fraction surfacique des γ' tertiaires dans la première phase de surveillance.

Dans la littérature, les travaux de Sequeira et al. [37] sur l'alliage Ni-Al-Mo font état d'une augmentation similaire de fraction volumique de précipités dans les premiers temps de surveillance. L'explication avancée fait l'hypothèse d'une décomposition incomplète de la matrice : de nombreux éléments γ' – gènes seraient encore présents dans la matrice après les traitements thermiques établissant la microstructure de départ. Cela permettrait alors une germination progressive de petits précipités à partir de ces éléments pendant le surveillance. Cette classe de précipités ultrafins n'ayant pas été détectée même à fort grossissement, il est possible d'envisager qu'ils se dissolvent directement pour alimenter le mûrissement des précipités tertiaires déjà présents. Ceci expliquerait alors la croissance plus rapide des γ' tertiaires visibles dans les premiers temps de surveillance. Après un certain temps de surveillance, une forme d'équilibre serait atteinte et cette germination ne se produirait plus. La cinétique de croissance des précipités ralentirait alors car non alimentée par l'apparition de particules supplémentaires. Une analyse quantitative fine de l'évolution de la composition chimique des phases γ et γ' avec le surveillance serait nécessaire pour confirmer définitivement cette hypothèse. Cela pourrait éventuellement être envisagé avec un MEB-FEG équipé en EDX voire avec une microsonde.

Sequeira et al. ont étudié la cinétique de croissance des précipités dans leur alliage à partir du point où la fraction volumique de précipités diminuait. Ils ont montré que cette cinétique répondait à un régime de type LSW. Pour vérifier cette hypothèse dans le cas des différents états microstructuraux de notre étude, la croissance des précipités a été analysée en prenant comme nouvelle origine le point où le ralentissement de cinétique débute (figure C.11).

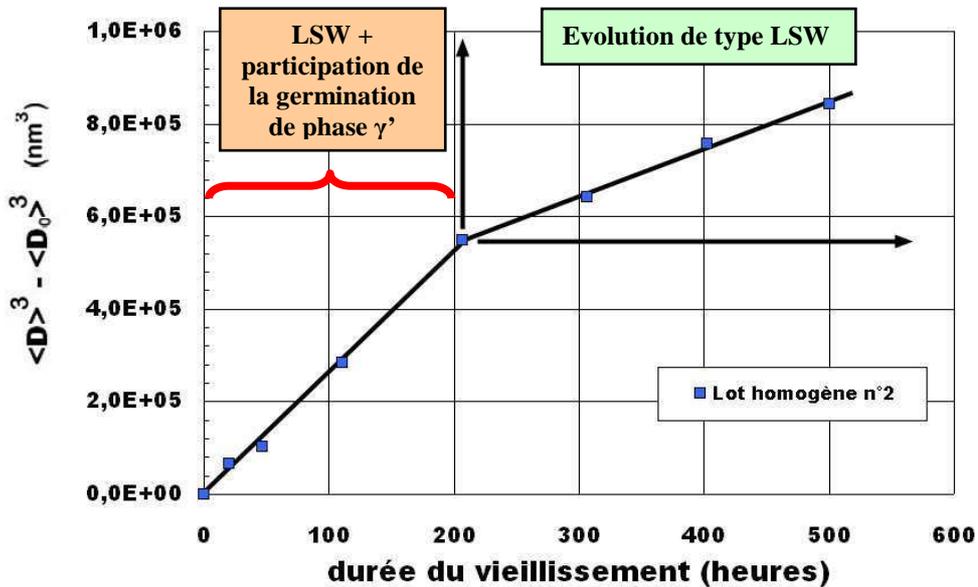


Figure C.11. : Mise en évidence d'une cinétique de croissance de type LSW des précipités tertiaires à partir du moment où l'équilibre est atteint (la fraction surfacique cesse de croître). Exemple de la structure homogène lot n°2.

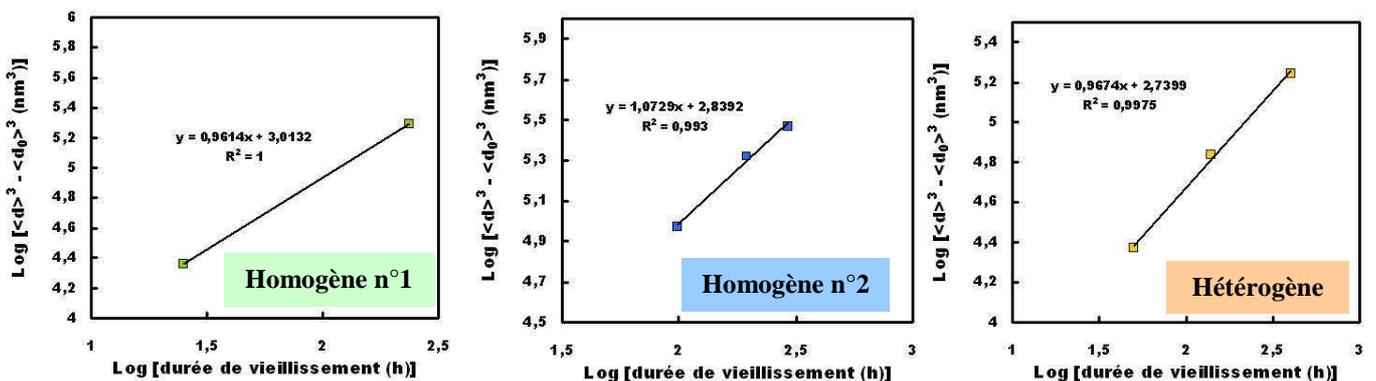


Figure C.12. : Vérification de la loi LSW à partir du nouveau point d'origine.

On réitère la méthode présentée § C1.1.1 pour vérifier la concordance entre les valeurs expérimentales et une loi de type LSW en représentant le log de $\langle d \rangle^3 - \langle d_0 \rangle^3$ en fonction du logarithme du temps de survieissement (figure C.12). On rappelle que le facteur $3m$ issu de la

relation $\text{Log}[\langle d \rangle^3 - \langle d_0 \rangle^3] = A + 3m \text{Log} t$ doit être proche de 1 si on veut vérifier que les valeurs expérimentales décrivent bien la loi LSW.

Avec une courbe de tendance linéaire, l'exposant obtenu est : $0,96 \leq 3m \leq 1,07$

A partir du temps de suivi où l'équilibre des phases γ et γ' est atteint et où la fraction surfacique cesse d'augmenter, la croissance des précipités tertiaires atteint donc un régime qui peut être représenté par une loi de type LSW.

Deux régimes de croissance des précipités γ' tertiaires ont été mis en évidence dans cette partie. La croissance rapide des précipités dans les premiers temps du suivi serait due à la germination de phase γ' supplémentaire venant alimenter leur mûrissement. Quand cette germination n'intervient plus, la croissance ralentit pour atteindre un régime relativement classique de type LSW.

C1.2) Evolution de la largeur des couloirs inter-précipités

Parallèlement à la croissance des précipités tertiaires, l'évolution de la largeur des couloirs de matrice inter-précipités a également été étudiée au cours du suivi (figure C.13). Au même titre que la taille des précipités, ce paramètre influe en effet de façon significative sur le type de mécanismes de déformation entrant en jeu comme cela a été montré dans la partie B (§ B2.1).

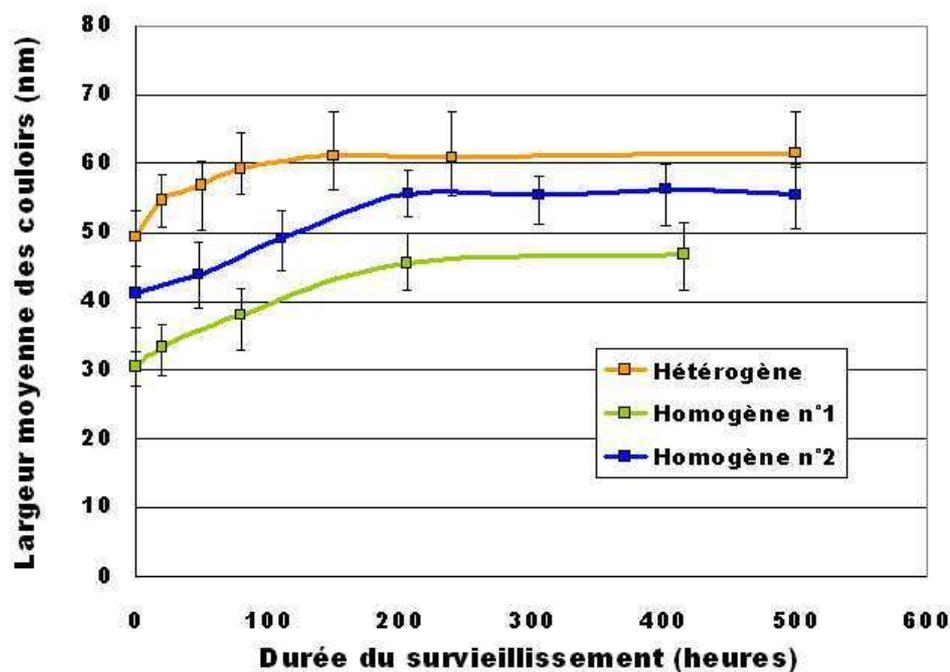


Figure C.13. : Evolution de la largeur moyenne des couloirs de matrice inter-précipités en fonction de la durée de suivi pour les différentes structures.

La figure C.13 présente les résultats obtenus pour les différents états microstructuraux. Pour les deux structures homogènes, la largeur des couloirs s’accroît progressivement pour se stabiliser à partir d’un survieillisement d’environ 200h. La même tendance est observée pour la structure hétérogène, la stabilisation s’effectuant vers 80h.

Pour les trois structures, on peut observer que la stabilisation de l’élargissement des couloirs et le ralentissement de la cinétique de croissance des précipités γ' tertiaires se produit aux mêmes durées de survieillisement (figure C.14). Ces résultats sont cohérents avec le fait que l’évolution de la largeur des couloirs est directement liée à la taille des précipités (cf. partie B B2.1.1)

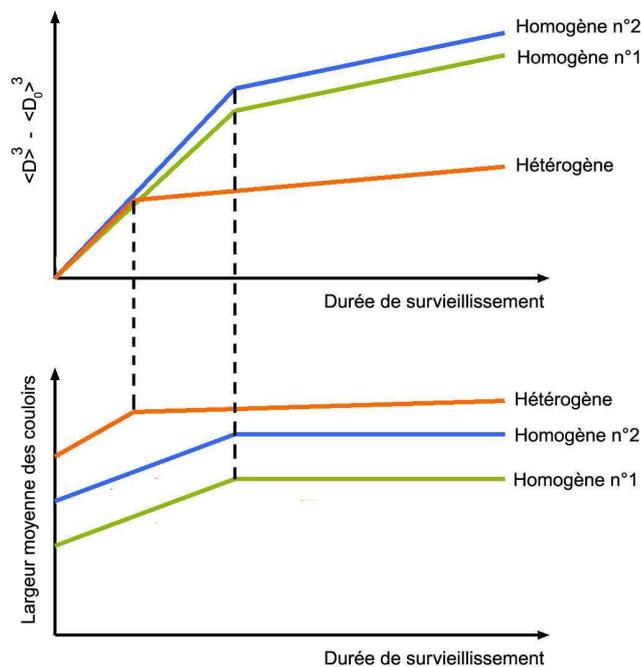


Figure C.14. : Evolution comparative de la taille des précipités γ' tertiaires et de la largeur moyenne des couloirs de matrice inter-précipités en fonction de la durée de survieillisement.

L’évolution des grandeurs microstructurales (taille de précipités, fraction volumique et largeur de couloirs en fonction du temps de survieillisement) a été évaluée. L’analyse des résultats précédents montre que ces évolutions sont cohérentes entre elles. Ces changements microstructuraux vont avoir des répercussions significatives sur le comportement mécanique à 700°C, en particulier dans un contexte de fatigue-fluage. La suite de ce chapitre porte sur l’analyse de ces effets de survieillisement sur les propriétés mécaniques tant au niveau des mécanismes de déformation (dislocations) qu’au niveau des processus d’endommagement. On s’appuiera pour cela sur les évolutions microstructurales étudiées dans la partie précédente.

Chapitre C2 : Répercussion du survieillissement sur les propriétés mécaniques

Il a été montré dans la partie B, Chapitre B2, que la distribution spatiale de la précipitation γ' est une des caractéristiques microstructurales essentielle à l'origine des différences de comportement mécanique des structures « homogènes » et « hétérogènes », notamment en fatigue, fluage et fatigue-fluage. Les évolutions de cette précipitation induites par les survieillissements présentées au précédent paragraphe sont donc susceptibles d'entraîner des modifications du comportement mécanique de ces structures. Nous nous emploierons dans cette partie à montrer les répercussions d'un survieillissement sur les propriétés en traction, dans un premier temps, puis en fatigue – fluage. Les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations et les processus d'endommagement seront successivement considérés.

Chapitre C2 : Répercussion du survieillissement sur les propriétés

	mécaniques	165
C2.1)	Essais mécaniques	167
C2.1.1)	Essais de traction	167
C2.1.2)	Essais de fatigue – fluage	169
C2.2)	Mécanismes de déformation à l’échelle des dislocations	171
C2.3)	Processus d’endommagement	172
C2.4)	Discussion – Synthèse	176

C2.1) Essais mécaniques

Dans cette partie, une seule condition de suivi a été utilisée pour étudier les éventuelles évolutions de propriétés mécaniques. Une durée intermédiaire de 240h de maintien à 785°C a été choisie. Dans ces conditions, la microstructure de précipitation a déjà évolué de manière significative. Ces conditions de suivi sont relativement proches de celles étudiées par B. Flageolet sur le N18 (300h à 800°C) [1].

Le suivi métallurgique a été réalisé sur les éprouvettes de fatigue décrites dans la partie A. Le traitement s'effectuant dans un four sous air, le matériau s'oxyde sur une épaisseur de quelques microns. Cette dégradation peut entraîner des amorçages prématurés de fissures à la surface des éprouvettes dans la couche d'oxydes comme cela a été mis en évidence par Gabb et al. sur l'Udimet 720 et le ME3 [38]. C'est pourquoi chaque éprouvette a été repolie jusqu'à disparition totale de la couche d'oxydes afin d'éviter tout effet négatif de cette couche en fatigue et fatigue – fluage.

C2.1.1) Essais de traction

Les essais de traction des deux états microstructuraux suivis ont été menés dans les mêmes conditions que pour les états « standards ». La température d'essai est de 700°C et la vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} . Les courbes de traction sont représentées en contrainte et déformations vraies (figure C.15) en les superposant à celles correspondant aux structures non suivies. Le tableau C.1 regroupe l'ensemble des caractéristiques extraites des courbes.

Etat microstructural	Limite d'élasticité conventionnelle $\sigma_{0.2\%}$ (MPa)	Contrainte maximale σ_{\max} (MPa)	Allongement à rupture A %
Homogène « standard »	970	1132	9,2
Homogène suivi 240h à 785°C	905	1096	16,5
Hétérogène « standard »	925	1180	20,3
Hétérogène suivi 240h à 785°C	885	1070	20,6

Tableau C.1 : Caractéristiques en traction des différentes structures à l'état standard et suivi. $T_{\text{essai}}=700^\circ\text{C}$ $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

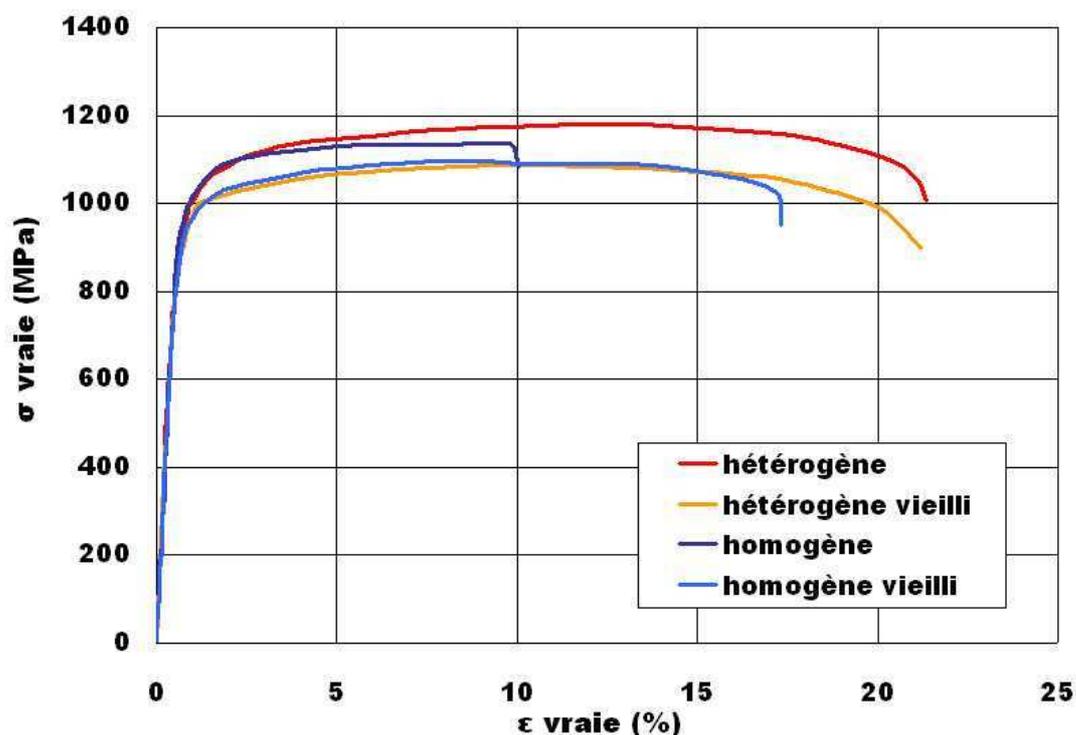


Figure C.15. : Courbes de traction des deux états microstructuraux (homogène lot n°1 et hétérogène) à réception et vieillies 240h à 785°C. $T_{essai}=700^{\circ}\text{C}$ $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{ s}^{-1}$.

Pour les deux structures, le vieillissement métallurgique appliqué entraîne une diminution significative de la limite d'élasticité conventionnelle (65MPa pour l'homogène et 40MPa pour l'hétérogène) et surtout induit une augmentation importante de la ductilité du matériau à structure homogène.

Cet effet peut directement être mis en relation avec l'évolution structurale due au vieillissement. En effet, celui-ci favorise la croissance des γ' tertiaires ainsi que leur diminution en nombre ce qui provoque l'élargissement des couloirs inter-précipités. Comme cela a été discuté au chapitre B2, une telle évolution favorise une diminution de la contrainte de cisaillement mais surtout permet un contournement facile des précipités par des dislocations parfaites. Ceci va dans le sens d'une diminution de la limite d'élasticité. Cette analyse de l'effet du vieillissement est également valable pour expliquer la diminution de la contrainte maximale et l'augmentation de la ductilité.

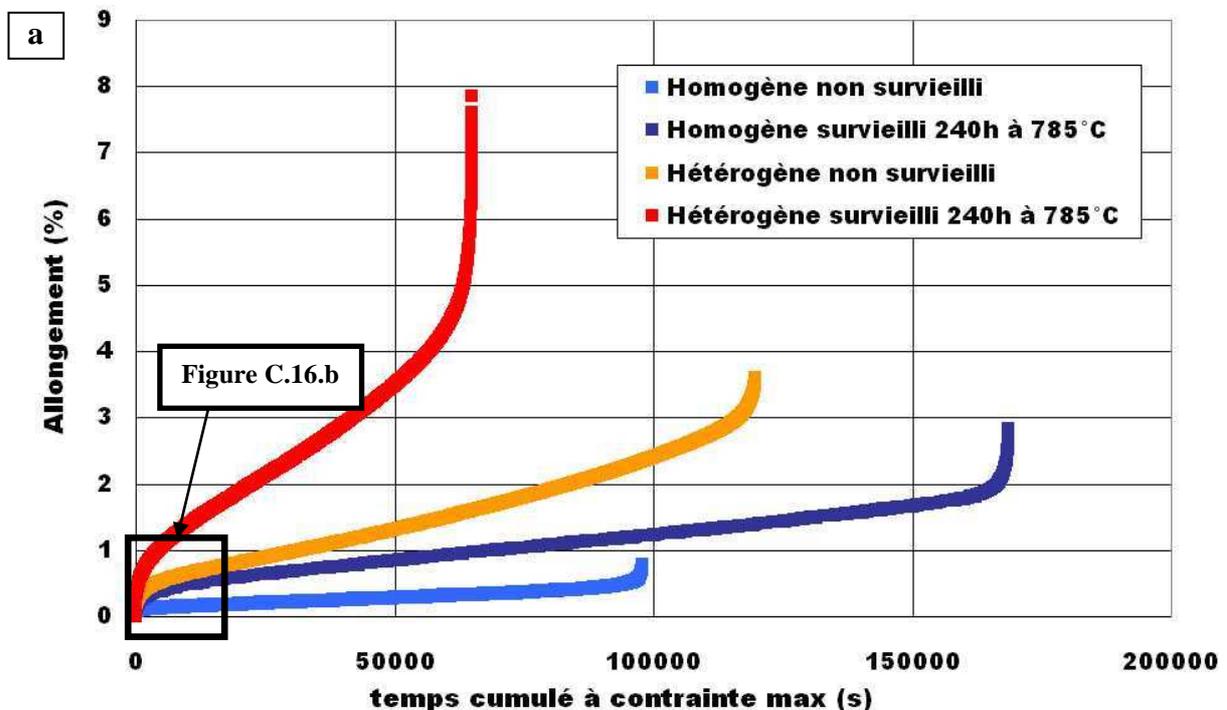
Dans le paragraphe précédent (§C1.2) il a été montré que l'élargissement des couloirs de matrice était un peu plus important pour les structures homogènes que dans le cas de l'hétérogène. Il semble donc logique que la diminution des caractéristiques mécaniques, notamment $\sigma_{0,2\%}$, soit plus marquée dans le cas de l'homogène.

C2.1.2) Essais de fatigue – fluage

Les répercussions de ce survieillisement sur les propriétés en fatigue – fluage dans l'air ont été étudiées pour un temps de maintien de 10 secondes pour une contrainte de 800MPa à 700°C. De la même manière qu'en traction, les courbes obtenues sont comparées aux courbes correspondantes pour les états non survieillis. Ces dernières représentent l'allongement jusqu'à rupture en fonction du temps cumulé à contrainte maximale (figure C.16.a).

L'évolution de la microstructure entraîne une augmentation de la vitesse de déformation dans la phase de pseudo fluage secondaire d'un facteur deux environ pour l'état homogène et d'un facteur quatre pour l'hétérogène. On peut également noter que le pseudo stade primaire est plus marqué dans le cas de la microstructure survieillie pour les deux états microstructuraux (figure C.16.b).

Concernant l'impact du survieillisement sur la durée de vie en fatigue – fluage, deux tendances se dégagent : pour la structure hétérogène, la tendance est la même que celle observée précédemment sur le NR3 [39] et le N18 [1], avec une déformation plus élevée et une durée de vie moindre pour l'état survieilli. En revanche, l'inverse est observé sur l'homogène où le survieillisement provoque une augmentation significative de la durée de vie malgré une déformation plus rapide.



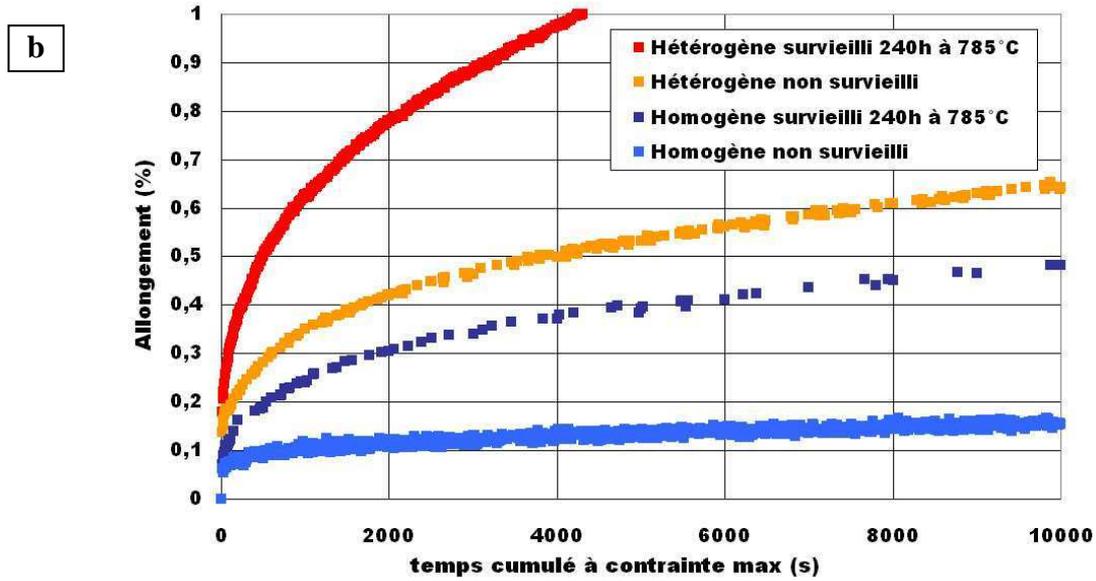


Figure C.16. : (a) Courbes de fatigue – fluage des deux structures à réception et surveillis 240h à 785°C (b) gros plan sur le début des courbes pour mettre en évidence l'influence du vieillissement sur l'allure du pseudo stade primaire. $T_{essai}=700^{\circ}C$, $\sigma = 800MPa$ et $\Delta t = 10$ secondes.

Pour vérifier que cette tendance n'est pas spécifique d'un mode de sollicitation, un essai de fluage a été réalisé pour chaque état microstructural préalablement vieilli 240h à 785°C. Ces derniers sont comparés aux essais de fluage effectués sur les états « standards » (figure C17).

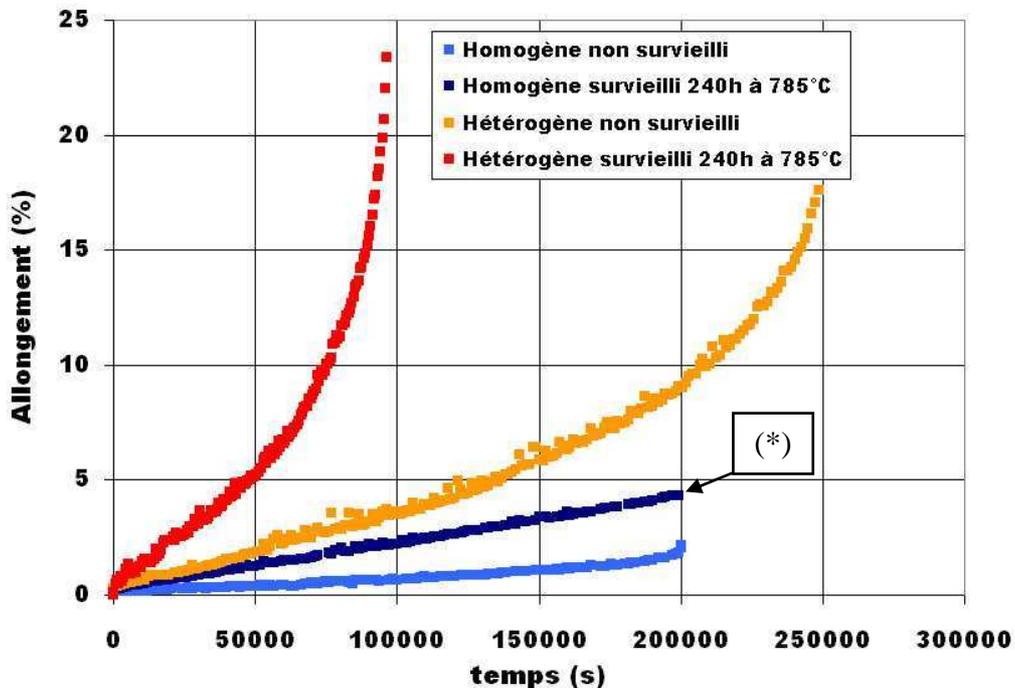


Figure C.17. : Courbes de fluage des deux structures à réception et surveillis 240h à 785°C. $T_{essai}=700^{\circ}C$, $\sigma = 800MPa$.

Pour la structure hétérogène, on retrouve les mêmes répercussions du surveillancement qu'en fatigue-fluage avec une déformation plus élevée et une durabilité moindre du matériau surveillé.

Pour la structure homogène, les essais de fluage sur matériau non surveillé et surveillé ont été menés simultanément sur le banc bi-lignes de fluage. Il s'est avéré que la rupture de l'éprouvette non surveillée a provoqué la rupture brutale et prématurée de l'éprouvette surveillée. En effet, on peut noter sur la figure C.17, une rupture simultanée des deux éprouvettes à structure homogène et notamment une absence de stade tertiaire pour l'essai pour l'éprouvette surveillée (*). On peut néanmoins extrapoler que, de la même manière qu'en fatigue-fluage, la durée de vie augmente avec le surveillancement.

Nous proposerons une explication de ces différences suite à l'analyse des mécanismes de déformation et des processus d'endommagement qui suit.

C2.2) Mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations

Les paysages de dislocations présentés dans cette partie ont été obtenus à partir de l'observation par microscopie en transmission de lames minces issues du fût des éprouvettes menées à rupture pour les essais de fatigue – fluage présentés précédemment (700°C, 800MPa et $\Delta t = 10$ secondes). Les images sont comparées à celles obtenues à rupture dans les mêmes conditions sur les structures non surveillées (figure C.18).

Rappelons que dans ces conditions d'essais, le mode de déformation des deux états microstructuraux « à réception » se caractérisait essentiellement par des mécanismes de cisaillement et quelques contournements d'Orowan pour la structure homogène. Après surveillancement, les observations montrent systématiquement la présence de nombreuses dislocations contournant les précipités et laissant des boucles autour de ces derniers, caractéristiques de mécanismes d'Orowan. Aucune trace de cisaillement n'est constatée.

Il est donc clair que l'élargissement des couloirs de matrice inter-précipités dû au surveillancement se traduit par la transition de mécanismes de cisaillement (état initial) aux mécanismes de contournement (état surveillé). De manière générale la déformation induite par le passage d'une dislocation en contournement est plus importante que celle induite en cisaillement. Cette transition cisaillement / contournement pour les états standards / surveillés contribue à une plus grande capacité de déformation après surveillancement.

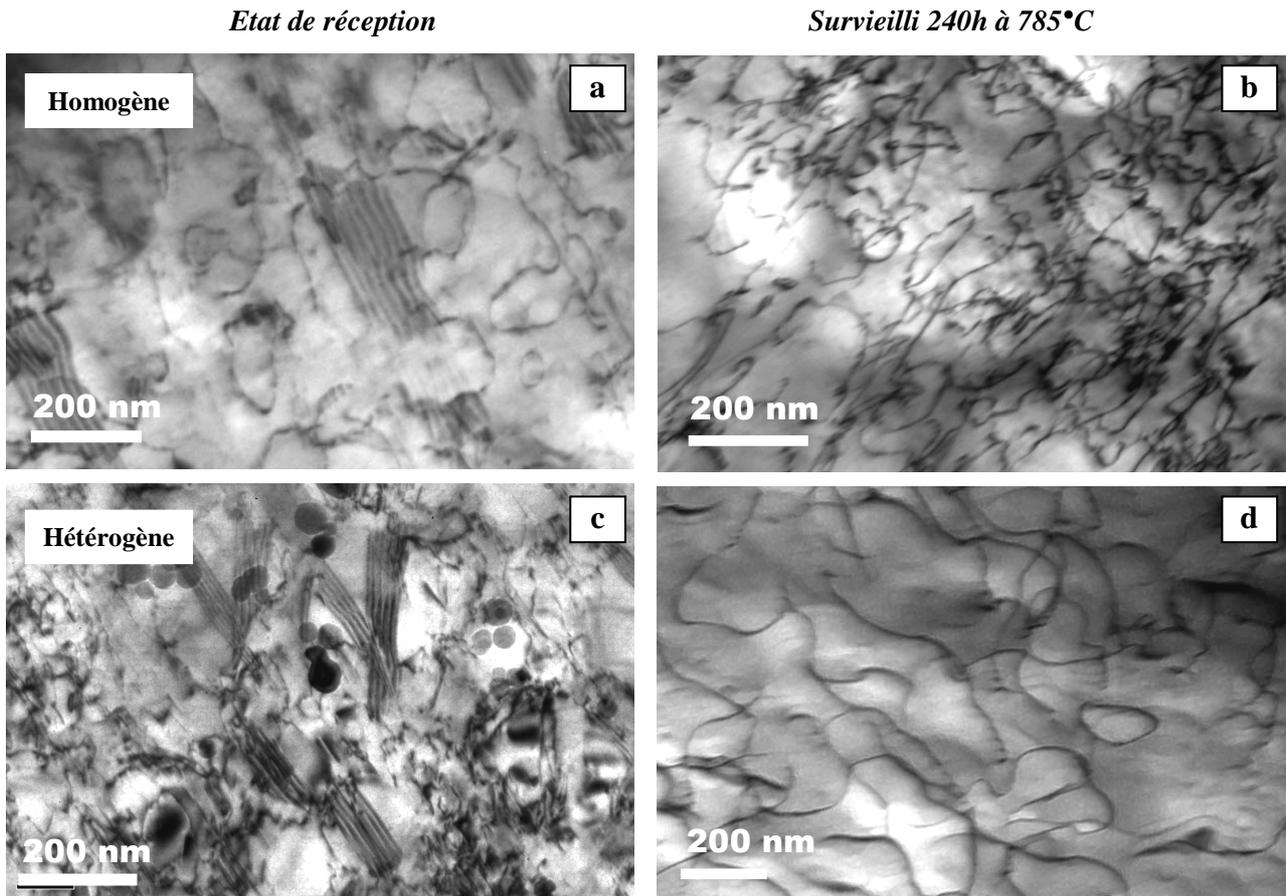


Figure C.18. : *Paysage de déformation en fatigue – fluage à 800MPa, $\Delta t=10\text{sec}$, 700°C. Structure **homogène** (a) non survieilli et (b) survieilli 240h à 785°C. Structure **hétérogène** (c) non survieilli et (d) survieilli 240h à 785°C.*

Cette analyse des mécanismes de déformation nous permet d'expliquer l'augmentation de la vitesse de déformation pour les deux structures hétérogène et homogène. A ce stade, cela ne permet pas de comprendre l'effet réducteur / bénéfique du survieillisement sur la durée de vie des structures hétérogène / homogène.

C2.3) Processus d'endommagement

Dans ce paragraphe, les processus d'endommagement mis en jeu lors des essais de fatigue-fluage réalisés sur les structures survieillies ont été analysés en regard de ceux étudiés sur les structures à l'état standard. Pour rappel, les essais ont été menés à 700°C pour une contrainte de 800MPa et un temps de maintien de 10 secondes.

La figure C.19 présente les faciès de rupture observés sur les structures homogène et hétérogène surveillées. Pour la structure homogène, l'amorçage se produit en surface sur un joint de grains délimité par les pointillés figure C.19.b. A partir de cet amorçage intergranulaire, la propagation de la fissure se fait de façon transgranulaire. Le faciès « à rivières » correspondant s'étend sur une zone de plus de 1mm de rayon (délimitée par les pointillés figure C.19.a). Il en va de même pour la structure hétérogène dont les zones d'amorçage et de propagation sont mises en évidence sur les figures C.19.d et c respectivement. Les deux structures surveillées présentent plusieurs points d'amorçage en surface.

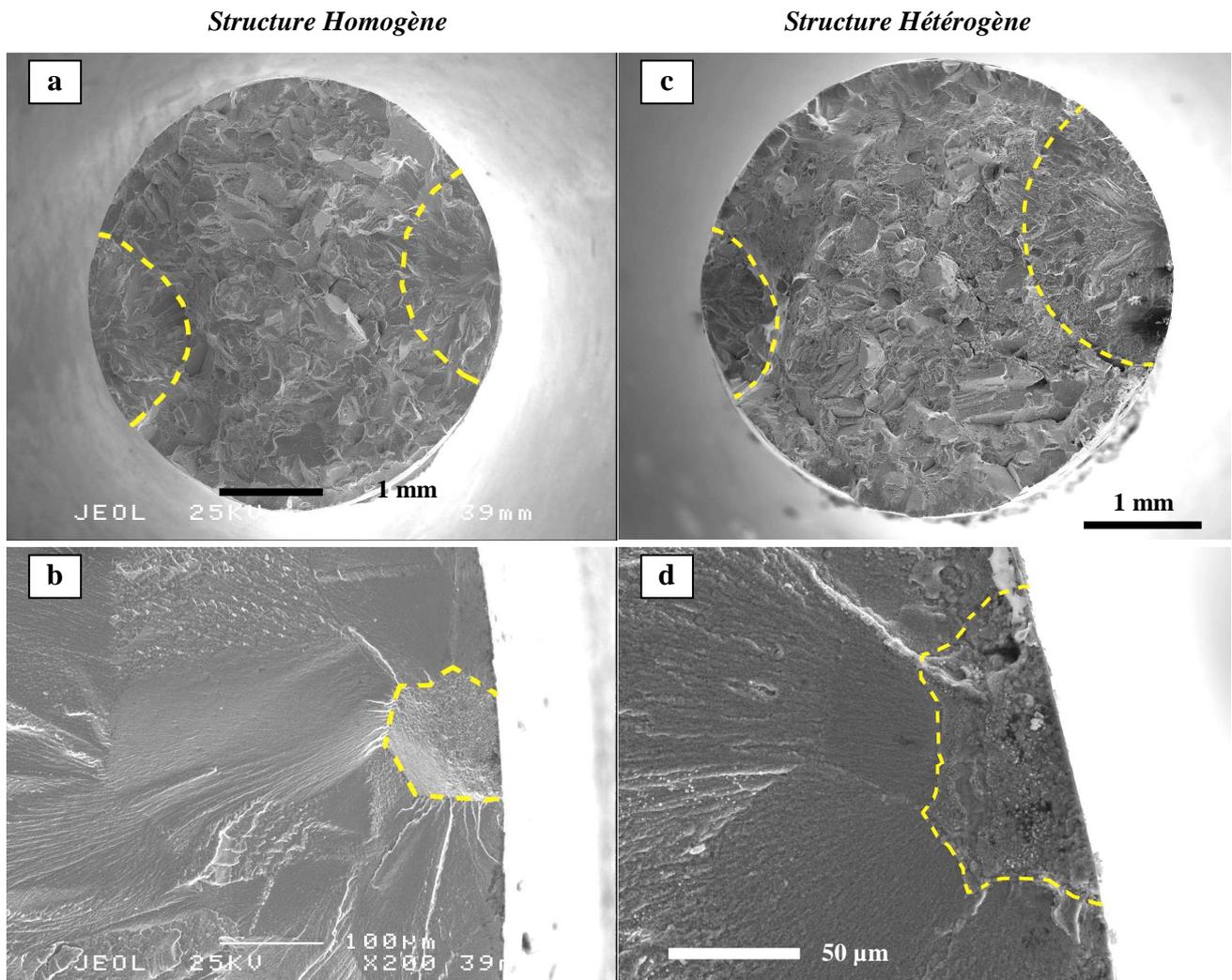


Figure C.19. : *Faciès de rupture en fatigue – fluage à 800MPa pour un temps de maintien $\Delta t=10$ secondes de la structure homogène (a, b) et hétérogène (c, d) surveillés 240h à 785°C.*

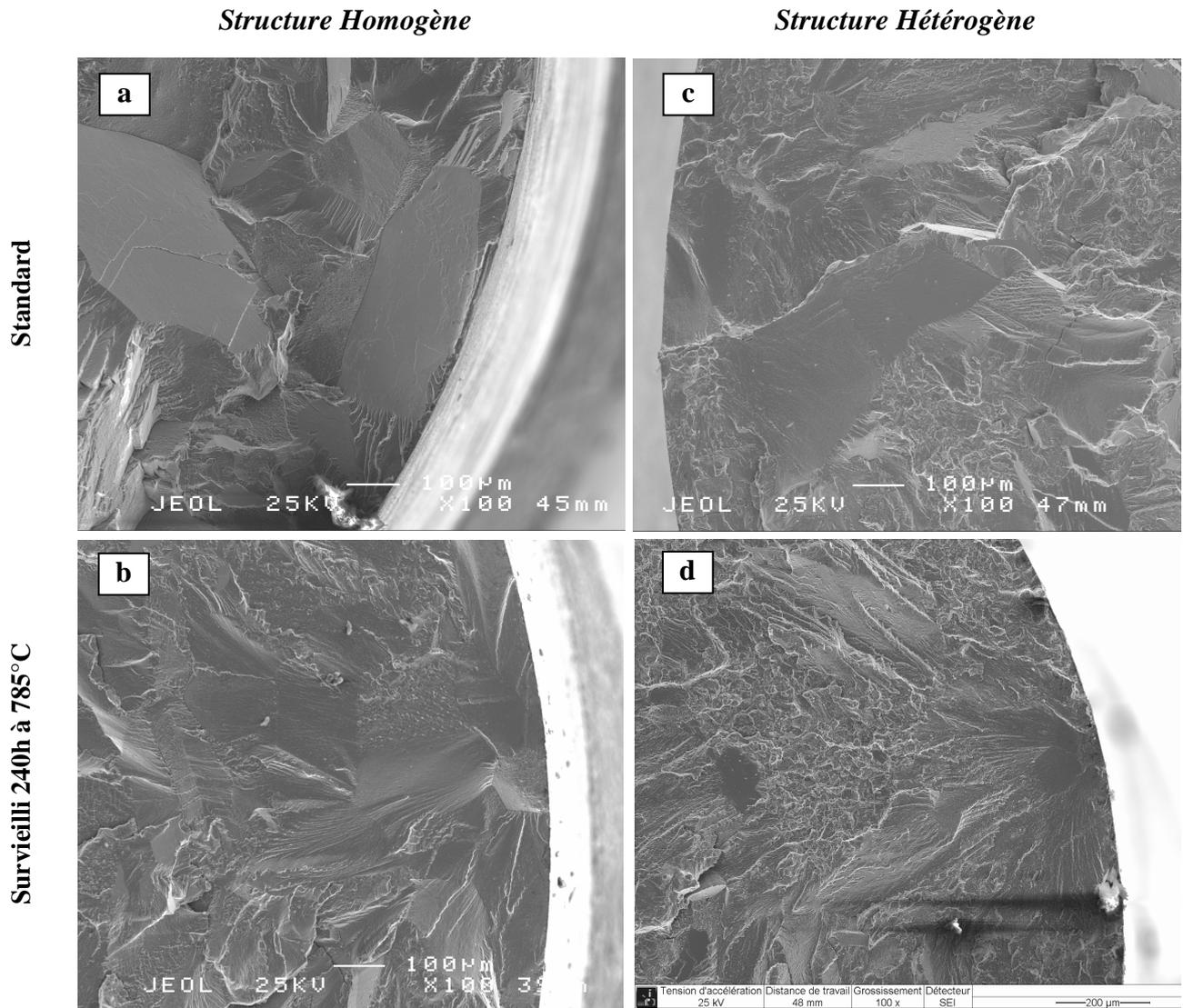


Figure C.20. : Faciès de rupture en fatigue – fluage à 800MPa, pour un temps de maintien $\Delta t=10$ secondes, de la structure homogène standard (a) et surveillée (b), et de la structure hétérogène standard(c) et surveillée (d).

Pour la structure hétérogène (figure C.20.c et d), les processus d'endommagement sur état standard et surveilli sont identiques avec un amorçage en surface et une propagation transgranulaire menant à une rupture ductile de l'éprouvette.

Pour la structure homogène (figure C.20.a et b), si les processus d'endommagement sont relativement similaires (amorçage sur un joint et propagation transgranulaire), l'aspect de la zone de propagation est très différent. En effet, dans la condition « standard », cette zone est très « accidentée » témoignant d'une rupture relativement fragile (stade I cristallographique). Après survieillisement, la zone de propagation présente un aspect beaucoup plus ductile (propagation plane en stade II de fatigue), très proche de celui de la structure hétérogène.

Les fissures secondaires en surface de fût ont également été observées. Celles-ci s'amorcent systématiquement sur les joints de grains (figure C.21). Pour la structure homogène, la densité de fissures est tout à fait comparable entre l'état à réception et l'état survieilli. Il en va de même pour la structure hétérogène où la densité reste similaire mais où les fissures amorcées sont plus ouvertes que sur l'état non survieilli du fait de la déformation plus élevée atteinte à rupture.

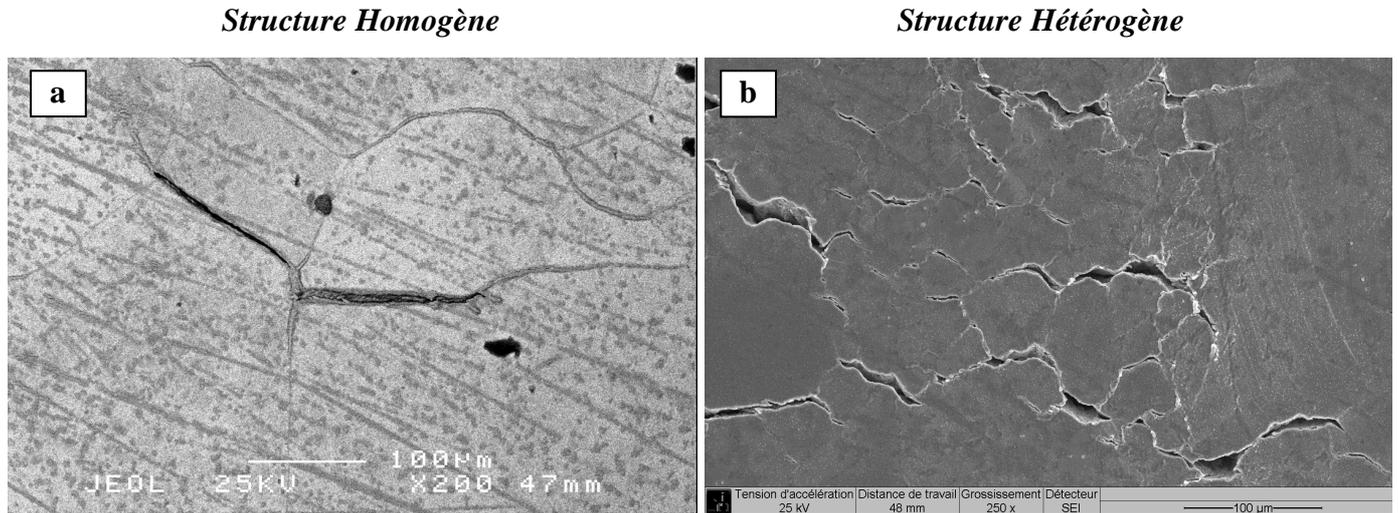


Figure C.21. : *Endommagement en surface de fût après rupture en fatigue – fluage $\Delta t = 10s$ de la structure homogène (a) et hétérogène (b) ; Air, 800MPa, 700°C.*

Cette analyse montre clairement que les processus d'endommagement des deux structures homogène et hétérogène ne sont pas significativement affectés par les effets du survieissement. Dans tous les cas, les fissures s'amorcent à partir des joints de grains et se propagent transgranulairement. Cependant, le mode de rupture se trouve affecté par le survieissement notamment pour la structure homogène où l'on passe d'une rupture fragile pour l'état standard à une rupture relativement ductile après survieissement. Cette modification conduit à une augmentation significative de la durée de vie du matériau à structure homogène.

En revanche, la ductilité n'évolue quasiment pas entre l'état standard et l'état survieilli du matériau à structure hétérogène. Aucune différence n'est donc observée en terme de mécanismes de rupture.

C2.4) Discussion – Synthèse

Les mécanismes de déformation en traction et fatigue-fluage et les processus d'endommagement des états survieillis ont été comparés à ceux déjà présentés concernant les états microstructuraux « à réception ». Il a clairement été constaté que l'élargissement des couloirs de matrice dû au survieillisement agit essentiellement sur le comportement, à l'échelle macroscopique, en induisant des changements, à l'échelle microscopique, dans le mode de franchissement des précipités par les dislocations : transition cisaillement → contournement. Il en résulte une vitesse de déformation accrue pour les deux états microstructuraux survieillis. Au niveau des processus d'endommagement, une nette évolution du type de rupture a pu être observée pour la structure homogène : d'une rupture relativement fragile pour l'état « standard » vers une rupture ductile après survieillisement. En revanche, aucun changement significatif n'a été observé pour la structure hétérogène.

Par ailleurs, l'étude des répercussions d'un survieillisement sur le comportement en fatigue-fluage a montré des effets inverses en terme de durabilité des structures homogène et hétérogène. La durée de vie se trouve en effet réduite pour la structure hétérogène alors qu'elle est rallongée dans le cas de la structure homogène (figure C.16). Cette tendance ne se limite pas à la fatigue-fluage. Elle a été aussi observée en fluage (figure C.17).

Dans le cas de la structure hétérogène, la déformation est assurée par des processus de cisaillement et de contournement dans l'état « standard », mais uniquement par du contournement dans l'état survieilli. Pour la structure homogène qui se déforme déjà essentiellement par contournement dans l'état standard, aucun changement majeur de mécanisme de déformation n'est observé. Ce n'est donc pas cette modification qui suffit à expliquer l'augmentation de durée de vie induite par le survieillisement.

Que la durée de vie de la structure hétérogène soit réduite après survieillisement ne surprend pas. Dans la littérature, on trouve essentiellement des études qui rapportent une diminution générale des propriétés mécaniques provoquée par le survieillisement [11,1,40,41,38]. En effet, cette microstructure sans γ' tertiaires se déformant plus vite que dans l'état standard, les conditions de création de fissures sont atteintes plus rapidement dans ce cas. La question est plutôt de comprendre pourquoi le survieillisement contribue à augmenter la durée de vie en fatigue-fluage de la structure homogène. Il est clair que cette augmentation de la durabilité est reliée à une capacité plus importante de fissuration par fatigue de mode ductile en Stade II.

Une piste pour expliquer ce résultat concerne le rôle des dislocations qui sont émises à partir des joints de grains en supplément de celles créées au cœur des grains. Les joints de grains constituent en effet généralement des sources importantes de dislocations et correspondent à des zones de

concentration locale de contraintes favorisant la mobilité des dislocations. Dans l'état standard, ces dislocations resteront en partie confinées au voisinage des joints de grains. La structure de précipitation bimodale γ' tertiaire et γ' secondaire limitant leur mobilité, cela peut conduire à l'augmentation du niveau de contrainte locale au voisinage des joints favorisant ainsi l'apparition de microfissures. Au contraire, dans l'état surveillé, la structure de précipitation n'est plus que monomodale γ' secondaire et constitue moins une barrière au mouvement des dislocations. Les dislocations émises par les joints pourraient alors s'écouler plus facilement au cœur des grains et contribuer à un état de contrainte / déformation plus homogène à l'échelle du grain. Il est clair que l'état de précipitation obtenu dans la structure homogène après le surveillancement considéré constitue un meilleur compromis vis-à-vis de sa résistance mécanique en termes de ductilité et de durée de vie en fatigue-fluage à 700°C que celui de l'état standard. Il est probable qu'un surveillancement plus sévère conduirait comme dans la structure hétérogène à diminuer ensuite la résistance de la structure homogène.

Références Bibliographiques

- [1] **B. Flageolet**, "*Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et en fatigue-fluage à 700°C*", Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2005.
- [2] **W. Ostwald**, *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 34 (1900).
- [3] **W. Ostwald**, "*Analytische Chemie*", Engelman, Leipzig, (1901).
- [4] **G.W. Greenwood**, "*The growth of dispersed precipitates in solutions*", *Acta Metallurgica*, 4 (1956).
- [5] **I.M. Lifshitz, V.V. Slyozov**, "*The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions*", *Journal of Physical Chemistry Solids*, 19 (1961).
- [6] **C. Wagner**, "*Theory of precipitate change by redissolution*", *Zeitschrift für Elektrochemie*, 65 (1961).
- [7] **K. Bhanu Sankara Rao, V. Seetharaman, S.L. Mannan, P. Rodriguez**, "*Effect of long-term exposure at elevated temperatures on the structure and properties of a nimonic PE16 superalloy*", *Mat. Sci. and Eng.*, 58 (1983).
- [8] **R.A. Mackay, M.V. Nathal**, " *γ' coarsening in high volume fraction nickel-base alloys*", *Acta Metallurgica et Materialia*, 38 (1990).
- [9] **D.J. Chellman, A.J. Ardell**, "*The coarsening of γ' precipitates at large volume fractions*", *Acta Metallurgica*, 22 (1974).
- [10] **J. Tiley, G.B. Viswanathan, R. Srinivasan, R. Banerjee, D.M. Dimiduk, H.L. Fraser**, "*Coarsening kinetics of γ' precipitates in the commercial nickel base superalloy René 88 DT*", *Acta Materialia*, 57 (2009).
- [11] **J.S. Hou, J.T. Guo**, "*Influence of thermal exposure on the microstructures and mechanical properties of a superalloy*", *Journal of Materials Engineering and Performance*, 15 (2006).
- [12] **R. Sharghi-Moshatghin, S. Asgari**, "*The effect of thermal exposure on the γ' characteristics in a Ni-base superalloy*", *Journal of Alloys and Compounds*, 368 (2004).
- [13] **A. Ges, H. Palacio, R. Versaci**, "*IN-713C characteristic properties optimized through different heat treatments*", *Journal of Materials Science*, 29 (1994).
- [14] **A.J. Ardell**, "*The effect of volume fraction on particle coarsening : theoretical considerations*", *Acta Metallurgica*, 20 (1972).
- [15] **H.A. Calderon, P.W. Voorhees, J.L. Murray, G. Kostorz**, "*Ostwald ripening in concentrated alloys*", *Acta Metallurgica et Materialia*, 42 (1994).

- [16] **A.D. Sequeira, H.A. Calderon, G. Kistorz, J.S. Pedersen**, "Bimodal size distributions of γ' precipitates in Ni-Al-Mo. II : Transmission Electron Microscopy", *Acta Metallurgica et Materialia*, 43 (1995).
- [17] **A. Ges, O. Fornaro, H. Palacio**, "Long term coarsening of γ' precipitates in a Ni-base superalloy", *Journal of Materials Science*, 32 (1997).
- [18] **H.J. Ryu, S.H. Hong**, "Effect of elastic interaction energy on coarsening of γ' precipitates in a mechanically alloyed ODS Ni-base superalloy", *Journal of Materials Science*, 34 (1999).
- [19] **J.Y. Guédou, J.C. Lautridou, and Y. Honnorat**, "N18, P/M superalloy for disks : development and applications", in: TMS (Ed.), *Superalloys 1992*, Seven springs, (1992).
- [20] **P.W. Keefe, S.O. Mancuso, G.E. Maurer**, "Effects of heat treatment and chemistry on the long-term phase stability of a high strength nickel-base superalloy", in: TMS (Ed.), *Superalloys 1992*, Seven Springs, (1992).
- [21] **R.C. Reed, M.P. Jackson, Y.S. Na**, "Characterization and modeling of the precipitation of the sigma phase in Udimet 720 and Udimet 720Li", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30 (1999).
- [22] **F. Long, Y.S. Yoo, C.Y. Jo, S.M. Seo, Y.S. Song, T. Jin, Z.Q. Hu**, "Formation of η and σ phase in three polycrystalline superalloys and their impact on tensile properties", *Mat. Sci. and Eng.*, 527 (2009).
- [23] **C.M.F. Rae, R.C. Reed**, "The precipitation of topologically close-packed phases in Re-containing superalloys", *Acta Materialia*, 49 (19) (2001).
- [24] **C.M.F. Rae, M.S. Hook, R.C. Reed**, "The effect of TCP morphology on the development of aluminide coated superalloys", *Mat. Sci. and Eng.*, 396 (2005).
- [25] **Y.H. Kong, Q.Z. Chen**, "Effect of minor additions on the formation of TCP phases in modified RR2086 SX superalloys", *Mat. Sci. and Eng.*, 366 (2004).
- [26] **S.T. Wlodek, M. Kelly, D. Alden**, "The structure of N18", *Superalloys 1992*, TMS, Warrendale, (1992).
- [27] **B. Flageolet, M. Jouiad, P. Villechaise, J. Mendez**, "On the role of γ particles within γ' precipitates on damage accumulation in the P/M nickel-base superalloy N18", *Mat. Sci. and Eng.*, 399 (2005).
- [28] **T. Miyazaki, H. Imamura, T. Kozakai**, "The formation of " γ' precipitate doublets" in Ni-Al alloys and their energetic stability", *Mat. Sci. and Eng.*, 54 (1982).
- [29] **M. Doi, T. Miyazaki, T. Wakatsuki**, "The effect of elastic interaction energy on the morphology of γ' precipitates in nickel-based alloys", *Mat. Sci. and Eng.*, 67 (1984).
- [30] **T. Miyazaki M. Doi**, " γ' precipitate morphology formed under the influence of elastic interaction energies in nickel-based alloys", *Mat. Sci. and Eng.*, 78 (1986).

- [31] **R.A. Ricks, A.J. Porter, R.C. Ecob**, "*The growth of γ precipitates in nickel-base superalloys*", Acta Metallurgica, 31 (1983).
- [32] **Y. Enomoto, K. Kawasaki**, "*Computer simulation of Ostwald ripening with elastic field interactions*", Acta Metallurgica, 37 (1989).
- [33] **A. Baldan**, "*Review : Progress in Ostwald ripening theories and their applications to the γ -precipitates in nickel-base superalloys, Part II : Nickel-base superalloys*", Journal of Materials Science, 37 (2002).
- [34] **T. Maebashi, M. Doi**, "*Coarsening behaviours of coherent γ and γ precipitates in elastically constrained Ni-Al-Ti alloys*", Mat. Sci. and Eng., 373 (2004).
- [35] **T. Miyazaki, M. Doi**, "*Shape bifurcations in the coarsening of precipitates in elastically constrained systems*", Mat. Sci. and Eng., 110 (1989).
- [36] **J.R. Vaunois, A. Devaux, J. Cormier, P. Villechaise**, "*Etude de l'influence du traitement thermique sur la microstructure et les propriétés en traction du superalliage à base de nickel Udimet 720*", Projet de Fin d'Etude (02/02/2009 - 31/07/2009).
- [37] **H.A. Calderon, A.D. Sequeira, G. Kostorz, J.S. Pedersen**, "*Bimodal size distributions of γ precipitates in Ni-Al-Mo I. Small-angle neutron scattering*", Acta Metallurgica Materialia, 43 (9) (1995).
- [38] **T.P. Gabb, J. Telesman, P. Kantzos, J. Smith, and P. Browning**, "*Effect of high temperature exposures on fatigue life of disk superalloys*", Superalloys 2004, Seven Springs, (2004).
- [39] **S. Raujol**, "*Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbines*", Thèse de l'INSA, Toulouse, 2004.
- [40] **G.E. Korth**, "*Creep rupture of alloy 718 after thermal aging*", JOM, 52 (2000).
- [41] **S.D. Antolovich, P. Domas, J.L. Strudel**, "*Low cycle fatigue of René 80 as affected by prior exposure*", Metallurgical and Materials Transactions, 10 (1979).

Synthèse & Perspectives

L'optimisation de la résistance des disques de turbines soumis à des sollicitations sévères de nature mécanique, thermique et environnementale, passe entre autres par une bonne compréhension préalable des mécanismes de déformation et d'endommagement des superalliages base-nickel qui les constituent.

Ce travail de thèse concernait plus particulièrement les domaines de la fatigue et du fluage à 700°C ainsi que les couplages entre ces sollicitations qui ont été analysés au travers d'essais de fatigue-fluage plus proches de l'usage réel de ces matériaux. Il s'est appuyé sur une démarche expérimentale visant systématiquement à comparer deux structures métallurgiques très différentes du superalliage base-nickel Udimet 720 : « homogène » à très gros grains et « hétérogène » à gros grains plus chapelets de petits grains. L'analyse des résultats est centrée à la fois sur la relation entre le comportement mécanique macroscopique et les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations, et sur les processus d'endommagement au sens de la création et de la propagation de fissures.

La campagne d'essais mécaniques réalisée portait pour l'essentiel sur des conditions de chargement de fatigue et fluage « pures », et de fatigue-fluage par l'introduction d'un temps de maintien à charge maximale variant de 1 à 50 secondes. La plupart des tests ont été effectués à 700°C sous air pour la plage de contraintes 650 – 900 MPa.

Dans ce domaine, plusieurs faits marquants ont été relevés.

Le premier concerne les fortes interactions entre la fatigue et le fluage. En effet, l'introduction d'un temps de maintien, même court, engendre une diminution significative de la durabilité par rapport à la fatigue « pure ». De même, en introduisant des cycles de chargement – déchargement, le temps à rupture diminue par rapport au fluage « pur ». Ce couplage, qui a été mis en évidence pour les deux états microstructuraux, a été analysé au travers de l'influence du temps de maintien sur le comportement, permettant ainsi de distinguer les domaines pour lesquels le fluage ou la fatigue prédomine.

Le second point se rapporte aux différences de comportement très marquées entre les deux microstructures étudiées que l'on considère la fatigue, le fluage ou la fatigue-fluage. La structure hétérogène se déforme en effet nettement plus rapidement que l'homogène tout en atteignant une déformation à rupture plus importante. Ces différences ont été analysées à partir des microstructures de déformation (dislocations) en relation avec l'état métallurgique du matériau (échelle du grain, précipitation γ' multimodale). En particulier, il a été montré que des mécanismes élémentaires de déformation de type cisaillement des précipités opèrent en fatigue et fatigue-fluage pour les faibles temps de maintien alors que le contournement de type Orowan prédomine lorsque le fluage intervient majoritairement. La transition progressive entre ces processus est décalée d'une microstructure à l'autre ce qui s'explique par la distribution spatiale et en taille des obstacles au mouvement des dislocations que constituent les précipités.

Dans ce registre, la forte implication du cisaillement au sein de la structure hétérogène par rapport à l'homogène pouvait paraître surprenante compte tenu de la moindre densité de γ' tertiaires. Il a été montré qu'il fallait dans ce cas également tenir compte des obstacles que représentent les γ' secondaires, plus nombreux et plus rapprochés que dans l'homogène. Cependant, cette transition cisaillement / contournement ne permet pas d'expliquer les vitesses et amplitudes de déformation importantes associées à la structure hétérogène. De ce point de vue, il a été montré que l'implication de la déformation intergranulaire était très importante pour cette structure alors qu'elle est négligeable pour la structure homogène.

Une des difficultés de l'analyse du comportement en fatigue-fluage de ce matériau réside dans la distinction entre les effets de déformation associés à la plasticité et donc aux mouvements des dislocations d'une part, et le développement d'un endommagement qui progressivement contribue à l'allongement macroscopique des éprouvettes d'autre part. Il convenait donc également d'étudier les processus de création et de propagation des fissures pour les deux microstructures.

Cette analyse a été réalisée à partir de l'expertise des faciès et fûts des éprouvettes rompues ainsi que sur des coupes longitudinales. Les joints de grains sont à l'origine de l'amorçage des fissures, que l'on considère la structure hétérogène ou homogène, et que l'on considère la fatigue, le fluage ou la fatigue-fluage.

Deux régimes d'endommagement ont pu être dégagés.

Si, pour le fluage et les longs temps de palier, la croissance de ces fissures est toujours intergranulaire, elle devient par contre transgranulaire en fatigue et pour les temps de maintien courts à partir d'un endommagement initial aux joints de grains. On assiste alors à une phase classique de propagation de fissure par fatigue. Il a de plus été montré que les chargements de fatigue-fluage accélèrent la propagation de fissures par rapport à des chargements simples de fatigue ou de fluage.

Les processus d'endommagement se distinguent également par un autre aspect. Lorsque la fatigue est favorisée, l'amorçage des fissures se produit principalement à partir de la surface alors que lorsque le fluage domine, un endommagement volumique (joints de grains, interfaces $\gamma' / \gamma, \dots$) apparaît.

L'ensemble des processus d'endommagement (amorçage / propagation) est similaire pour les deux structures. On peut cependant noter le très grand nombre de fissures dans le cas de la structure hétérogène que l'on associe à la forte densité de joints de grains.

Un des points sensibles de l'analyse des processus d'endommagement dans ce domaine de température est de faire la part des choses entre l'action des sollicitations mécaniques et celle due à l'oxydation. Cet aspect a été étudié grâce à la réalisation d'essais mécaniques comparatifs menés sous air et sous vide secondaire. Tant que les premières traces d'endommagement surfacique n'apparaissent pas, aucune différence n'est relevée entre le comportement sous air et sous vide, que l'on considère la structure homogène ou hétérogène. Par contre, dès que les premières fissures se créent, deux régimes peuvent être distingués.

Le premier concerne les conditions de chargement pour lesquelles l'amorçage de fissures se produit à partir de la surface (fatigue et fatigue-fluage à temps de maintien courts). Dans ces conditions, l'oxydation accélère autant l'amorçage que la propagation des fissures et l'effet est d'autant plus marqué que le temps de maintien est élevé. En revanche, à partir du moment où l'endommagement devient préférentiellement volumique (fatigue-fluage à longs temps de maintien et fluage), les effets d'oxydation ne sont plus que du second ordre.

De façon générale, l'oxydation joue un rôle accélérateur des processus d'endommagement sans en changer fondamentalement la nature. On retrouve comme sous air, les transitions inter / trans en fonction du temps de maintien. A noter, néanmoins, que pour certaines conditions de sollicitations les grandes déformations cumulées atteintes sous vide conduisent au déclenchement d'un processus particulier d'endommagement mettant en jeu les joints de macles.

Enfin, l'action de l'oxydation est plus marquée pour la structure hétérogène compte tenu de la densité importante de joints de grains. Cependant, les essais conduits sous vide ont montré que cette structure avait une résistance intrinsèque supérieure à celle de l'homogène.

La dernière partie de ce travail, concernait les répercussions d'un survieillissement métallurgique sur la durabilité en fatigue-fluage de l'Udimet 720. Une première phase du travail a consisté à caractériser quantitativement (MEB-FEG, analyse d'images Visilog) l'évolution des paramètres microstructuraux (γ' secondaires, γ' tertiaires, largeur de couloirs) en fonction du temps de survieillissement (20 à 500 heures à 785°C) et à confronter les résultats à des approches de type LSW.

Une condition de survieillissement particulière a alors été choisie (240h à 785°C). Les répercussions de ce traitement ont été étudiées pour les deux structures à la fois en terme de mécanismes de déformation et de processus d'endommagement.

Dans les deux cas, le survieillissement s'accompagne d'une diminution de la limite d'élasticité et d'une plus grande ductilité, effets qui se traduisent en fatigue-fluage par une vitesse de déformation accrue par rapport aux états « standards ». Ceci a été associé à la généralisation des mécanismes de contournement de type Orowan pour les deux structures.

Les effets du survieillissement sur les processus d'endommagement sont plus difficiles à interpréter. En particulier, la durée de vie en fatigue-fluage de la structure homogène n'est pas réduite contrairement à l'hétérogène.

Les différents points abordés pendant cette thèse méritent évidemment approfondissement. De mon point de vue, il conviendrait de se focaliser à court terme sur les aspects suivants.

Nous avons interprété le comportement mécanique en fatigue, fluage et fatigue-fluage des deux structures homogène et hétérogène au travers de l'analyse des structures de dislocations en émettant un certain nombre d'hypothèses sur les mécanismes de franchissement des obstacles de type précipités par les dislocations. Or, certains des mécanismes proposés ne peuvent pas être mis en évidence par MET sur éprouvettes post-mortem. Un approfondissement de l'analyse de ces mécanismes semble donc nécessaire en réalisant, par exemple, des essais de déformation in-situ à chaud sous MET qui nous donneraient accès aux aspects dynamiques du mouvement des dislocations.

Un des résultats concernant les différences de comportement entre les deux structures est la contribution importante de la déformation intergranulaire dans le cas hétérogène. D'une part, il conviendrait de quantifier les parts de déformation intra et intergranulaire par la mise en place de méthodes de mesures adaptées aux hautes températures et à l'échelle des grains. D'autre part, une description plus fine de la structure métallurgique des joints (morphologie, cristallographie) et de leur voisinage (densité de la précipitation γ') permettrait une analyse approfondie des mécanismes de déformation qui opèrent dans ces zones. La plus grande aptitude à se déformer de la structure hétérogène pourrait de ce fait être mieux comprise.

Une des voies d'optimisation des propriétés mécaniques de ces matériaux explorée actuellement (programme ANR ORGANDI) est l'ingénierie de joints de grains avec notamment la volonté d'introduire un maximum de joints spéciaux tels que les macles. En effet, ces joints sont réputés entre autres pour leur résistance à la propagation des fissures. Nous avons cependant montré que dans certaines conditions de sollicitations ils pouvaient être à l'origine de fissures de grande taille (facettes lisses) notamment en interne. Une analyse plus complète du rôle spécifique des macles serait donc utile. Il conviendrait en particulier de considérer l'orientation des grains de part et d'autre du joint vis-à-vis de la direction de sollicitation ou bien encore l'orientation même du plan de joint de macle vis-à-vis de cette direction.

Comportement et endommagement en fatigue et fatigue - fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720

Les industriels de l'aéronautique et de l'énergie cherchent continuellement à accroître les températures de fonctionnement de leurs turbomachines dans un souci de rendement et de diminution des émissions polluantes. L'amélioration de la durabilité des composants constitue également une de leurs priorités. Dans ce contexte, la résistance mécanique des superalliages à base de nickel polycristallins utilisés pour les disques de turbines est un point clef.

Cette thèse porte sur les modes de déformation et d'endommagement qui se développent à 700°C lors de sollicitations mécaniques de type fatigue, fluage et fatigue-fluage au sein de deux structures métallurgiques différentes de l'alliage Udimet 720.

Les différences de comportement mécanique sont analysées au travers des structures de dislocations et de l'évolution des mécanismes qui opèrent à cette échelle. Le rôle des conditions de chargement (σ , Δt) et de la microstructure de précipitation γ' multimodale est précisé notamment concernant la transition entre le cisaillement des précipités γ' et leur contournement.

En parallèle, les processus d'amorçage de fissures et de leur propagation sont caractérisés. Si une transition inter – transgranulaire de la croissance des fissures est constatée pour certaines conditions de chargement, l'endommagement des joints de grains et de macles domine. Des interactions complexes fatigue-fluage-oxydation sont de plus mises en évidence par la réalisation d'essais mécaniques équivalents conduits sous air et sous vide.

Dans le domaine de haute température exploré, la microstructure de précipitation de cet alliage n'est pas stable. Les effets d'un traitement de vieillissement ont été quantifiés ainsi que leurs répercussions sur le comportement mécanique et la durée de vie. Systématiquement les deux structures métallurgiques homogène et hétérogène ont été comparées.

Mots clés : Superalliage Base-nickel, Fatigue-Fluage, Structures de Dislocations, Processus d'Endommagement, Oxydation, Vieillissement Métallurgique.

Fatigue and creep-fatigue behaviour and damage processes at high temperature of two different metallurgical structures of the nickel-based superalloy Udimet 720

Industrialists of the aeronautic and energy fields are persistently trying to increase their turbomachine in-service temperatures in order to improve the engine efficiency and to decrease polluting emissions.

This thesis deals with deformation mechanisms and damage processes that appears at 700°C under fatigue, creep and creep-fatigue conditions in two different metallurgical structures of the Udimet 720 alloy.

Mechanical behaviour differences have been analyzed through their dislocation microstructures and the evolution of the mechanisms operating at this scale. The influence of test conditions (σ , Δt) and of the different scales γ' precipitation has been detailed especially concerning the transition between shearing and by-passing processes of the γ' precipitates.

Besides, cracks initiation and propagation processes have been characterized. If an inter-transgranular transition in cracks growth has been observed under particular test conditions, the damage of grain boundaries and twin boundaries dominates. Moreover, complex creep-fatigue-oxidation interactions have been highlighted by equivalent mechanical tests conducted under air and vacuum.

At high temperature, the microstructure of this alloy at the precipitation scale is not stable. Ageing treatment effects have been quantified as well as their repercussions on the mechanical behaviour and the durability. The homogeneous and heterogeneous metallurgical structures have been systematically compared.

Keywords : Nickel-based Superalloys, Creep-fatigue, Dislocations structures, Damage processes, Oxidation, Metallurgical Ageing.

Institut P'
UPR CNRS 3346 – ENSMA – Université de Poitiers
Département de Physique et Mécanique des Matériaux

ENSMA
1, avenue Clément ADER
B.P. 40109
86961 Futuroscope Chasseneuil Cedex